HAL
open science

L'influence de la microstructure sur des propriétés mécaniques et des contraintes internes d'un alliage intermétallique biphasé à partir de TiAl

Fu'An Guo

To cite this version:

Fu'An Guo. L'influence de la microstructure sur des propriétés mécaniques et des contraintes internes d'un alliage intermétallique biphasé à partir de TiAl. Mécanique [physics.med-ph]. Arts et Métiers ParisTech, 2001. Français. NNT : . tel-00005732

HAL Id: tel-00005732

https://pastel.hal.science/tel-00005732v1

Submitted on 30 Jul 2004

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.

N° d'ordre : 2001-11

Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers

Centre de Paris

THESE DE DOCTORAT

PRESENTEE POUR OBTENIR LE GRADE DE :

DOCTEUR

DE

ECOLE NATIONALE SUPERIEURE D'ARTS ET METIERS

Spécialité : MECANIQUE ET MATERIAUX

PAR

GUO FU'AN

L'influence de la microstructure sur des propriétés mécaniques et des contraintes internes d'un alliage intermétallique biphasé à base de TiAl

---

Thèse soutenue le 20 Juin 2001 devant le jury composé de

Mme.	A.M. HUNTZ, Professeur d'Université, Université Paris XI	Examinateur
MM.	J.B. BAI, Chargé de Recherche (HDR), ECAM Paris	Rapporteur
	M. FRANCOIS, Professeur d'Université, UT Troyes	Rapporteur
	D. BAPTISTE, Professeur d'Université, ENSAM Paris	Examinateur
	V. JI, Maître de Conférences, ENSAM Paris	Examinateur

L'ENSAM est un Grand Etablissement dépendant du Ministère de L'Education Nationale, composée de huit centre :

AIX EN PROVINCE – ANGERS – BORDEAUX – CHALONS SUR MARNE – CLUNY – LILLE – METZ – PARIS

REMERCIEMENTS

Ce travail a été effectué dans le cadre d'une collaboration entre le Laboratoire de Microstructure et Mécanique des Matériaux (LM3, ESA CNRS 8006) de l'Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers (ENSAM) de Paris et le Département de sciences des Matériaux de l'Université Aéronautique et Astronautique de Pékin (BUAA).

Je tiens à témoigner ma reconnaissance aux membres de Jury :

A Madame A. M. HUNTZ, Professeur de l'Université Paris XI, pour avoir présidé le jury de thèse, et pour m'avoir donné ses divers conseils fructueux. A Monsieur Manuel François, Professeur de l'Université de Technologie de Troyes, qui a bien voulu juger mon travail et pour ses discussions profitables. A Monsieur J. B. BAI, chargé de recherche du CNRS, qui a accepté d'être rapporteur et qui m'a fait profiter de ses remarques.

Je tiens à assurer de ma reconnaissance à Monsieur le Professeur Didier Baptiste, directeur du Laboratoire de Microstructure et Mécanique des Matériaux (LM3) pour m'avoir accueilli dans son laboratoire et diriger mes travaux de thèse. Je remercie vivement Vincent JI de m'avoir proposé ce sujet de thèse et en me faisant profiter de ses compétences, expériences et de ses conseils fructueux durant toute la durée de réalisation de ce travail. Je le remercie également de tout cœur pour avoir pris grand soin de ma vie quotidienne pendant mes séjours à Paris.

Je remercie sincèrement Monsieur le Professeur Yong-Gang ZHANG, mon directeur de thèse en Chine, pour l'encadrement de mon travail, pour ses conseils avisés et pour avoir toujours été présent lorsque j'en avais besoin. Je remercie également Monsieur Geng-kai HU, professeur de l'Université Technique de Pékin, pour ses conseils avisés sur les modèles micromécanique dans ce travail.

J'exprime ma profonde reconnaissance au Service de Coopération de d'Action Culturelle de l'Ambassade de France en Chine pour m'a donné une bourse du Gouvernement Français pendant la réalisation de mon travail de thèse.

Je remercie l'ensemble du personnel du LM3, qui a participé de près ou de loin à la réalisation de ce travail et ceux qui ont contribué à ma formation, ainsi les thésards au LM3-ENSAM et à BUAA pour leur discussions profitables.

Je tiens également à témoigner ma reconnaissance à l'ARC, où j'ai appris à parler Français et à connaître la France en prenant le parole avec les animateurs et animatrices, et particulièrement à Monsieur François PASTICIER, animateur de l'ARC, qui a corrigé avec beaucoup de volontés toute ma thèse et m'a donné des conseils fructueux.

Pour terminer, merci à ma famille.

L'influence de la microstructure sur des propriétés mécaniques et des contraintes internes d'un alliage intermétallique biphasé à base de TiAl

RESUME

L'étude a porté sur un composé intermétallique à base de TiAl. Il présente une structure biphasée constituée de la phase gamma et de la phase α_2. Les propriétés de cet alliage dépendent fortement de la microstructure et de la composition chimique. Le but de l'étude est d'éclaircir la relation entre propriétés mécaniques et microstructure, les paramètres qui contrôlent la microstructure et le rôle de la phase α_2.

Les différentes microstructures ont été obtenues par traitements thermomécaniques et thermiques spéciaux. La relation entre propriétés mécaniques et certains paramètres de chaque type de microstructure a été détaillée. La ténacité et la ductilité de l'alliage ont été étudiées en relation avec le mécanisme de déformation de chaque constituant de l'alliage.

Les constantes d'élasticité radiocristallographiques de deux phases ont été déterminées expérimentalement, puis les comportements mécaniques ont été étudiées par diffraction des rayons X dans la phase gamma et dans la phase α_2 sous chargement uniaxial en alterné durant la charge et après décharge. Les déformations et contraintes peuvent être du ordre 1 à l'échelle macroscopique ou d'ordre 2 à l'échelle microscopique. Les différentes actions de ces contraintes dans les deux phases ont été utilisées pour expliquer la fable ductilité et ténacité de l'alliage.

En utilisant des méthodes expérimentales et théoriques (calculs micromécanique) pour certaines types de microstructures, dans le domaine élastique, la courbe contraite-déformation obtenue par méthode micromécanique est bien en accord avec celle obtenue par essai macroscopique. En revanche, l'écart est important dans le domaine plastique qui est due à la complexité de la structure de cet alliage.

MOTS CLES

Composé intermétallique à base de TiAl, microstructure, propriété mécanique, micro et macro-contraintes, diffraction des rayons X, modèles micromécanique

Influence of microstructure on mechanical properties and internal stresses of a two-phase TiAl-based intermetallic alloy

ABSTRAT

This work concerns a two-phase TiAl-based intermetallic alloy which is expected to be potential light weight heat-resistant material. The major difficulties of this alloy in structural applications are associated to its low ductility and fracture toughness at ambient temperature.

In this work, different microstructures have been obtained by specific treatments. The relation between mechanical properties and microstructural parameters has been systematically studied. The ductility and fracture toughness have been studied in correlating with the mechanism of plastic deformation in two phases.

The X-ray elastic constants of α_2 and γ phase have been determined experimentally by X-ray diffraction method, the stresses have been characterized in two phase under uniaxial loading, during loading and after unloading. The results have been used to explain low ductility and fracture toughness of the alloy at ambient temperature.

By means of experimental methods and micromechanical calculations for some types of microstructures, in the elastic domain, the stress-strain curves obtained by micromechanical calculations are in good agreement with those obtained by experimental method. In contrast, in the plastic domain, the difference between them is large. It is essential to improve this theoretical method in order to make the result more reliable.

KEY WORDS

TiAl-based intermetallic alloy, microstructure, mechanical properties, micro et macro-stress, X-ray diffraction, micromechanical calculation

SOMMAIRE GENERAL

INTRODUCTION GENERALE……...I

CHAPITRE 1 UN POINT SUR LES ALLIAGES A BASE DE TIAL 1

1.1. INTRODUCTION 1
1.1.1. Progrès des études sur les composés intermétalliques 2
1.1.2. Les alliages à base de Ti-Al 3
1.1.3. Application envisagée de l'alliage à base de TiAl 4
1.2. LES ALLIAGES A BASE DE TIAL 5
1.2.1. Diagramme Ti-Al 5
1.2.2. Structure cristallographique de TiAl et Ti_3Al 6
1.2.3. Microstructure de l'alliages à base de TiAl 7
1.2.4. Influence des éléments d'addition sur les propriétés de l'alliage à base de TiAl 9
1.2.5. Influence des microstructures de l'alliage à base de TiAl sur les propriétés mécaniques... 16
1.2.6. Mécanisme de déformation et de plastification de l'alliage à base de TiAl 23
1.3. LES CONTRAINTES RESIDUELLES DANS L'ALLIAGE A BASE DE TIAL 27
1.4. OBJECTIF DE CE TRAVAIL ET DISPOSITION DE CONTENUS 27
1.5. CONCLUSION 30

CHAPITRE 2 RELATION ENTRE LES PROPRIETES MECANIQUES ET LES MICROSTRUCTURES DE L'ALLIAGE A BASE DE TIAL 31

2.1. RELATION ENTRE LA MICROSTRUCTURE TOTALEMENT LAMELLAIRE ET LES PROPRIETES MECANIQUES DE L'ALLIAGE A BASE DE TIAL 31
2.1.1. Matériau utilisé 31
2.1.2. Procédé de traitement thermique 32
2.1.3. Microstructure obtenue après la troisième étape de traitement thermique 34
2.1.4. Essai en compression 35
2.1.5. Analyse et discussion 37
2.2. RELATION ENTRE L'ESPACEMENT INTERLAMELLAIRE ET LA LIMITE D'ELASTICITE DE L'ALLIAGE A BASE DE TIAL AVEC MICROSTRUCTURE TOTALEMENT LAMELLAIRE 41
2.2.1. Procédé de traitement thermique et microstructure 41
2.2.2. Essai en compression 43
2.2.3. Résultat d'expérimentation 44
2.2.4. Analyse et discussion 45
2.3. MODELE DE LA LIMITE D'ELASTICITE DE L'ALLIAGE A BASE DE TIAL A MICROSTRUCTURE TOTALEMENT LAMELLAIRE 47
2.4. TENACITE DE L'ALLIAGE TIAL A MICROSTRUCTURE TOTALEMENT LAMELLAIRE 48
2.4.1. Méthode d'expérimentation et de préparation des échantillons 48
2.4.2. Résultat d'expérimentation 51
2.4.3. Morphologie de surface de rupture 53
2.4.4. Orientation de fissure 54
2.4.5. Analyse et discussion 55
2.5. RELATION ENTRE FRACTION VOLUMIQUE DE GRAINS LAMELLAIRES ET PROPRIETES MECANIQUES DE ALLIAGE DUPLEX A BASE DE TIAL 61
2.5.1. Matériau et procédé thermomécanique 61
2.5.2. Procédé de traitement thermique 63
2.5.3. Microstructure obtenue et Expérimentation 64
2.5.4. Résultat de l'essai de traction 67
2.6. INFLUENCE DE LA FRACTION VOLUMIQUE DE GRAINS LAMELLAIRES SUR LA TENACITE DE L'ALLIAGE TIAL A MICROSTRUCTURE DUPLEX 75

2.6.1. Microstructure et expérimentation 75
2.6.2. Résultats d'expérimentation 75
2.6.3. Analyse et discussion 77
2.6.4. Analyse de faciès de rupture 81
2.6.5. Relation inverse entre ténacité et ductilité de l'alliage avec fraction volumique de grains lamellaires 82
2.7. CONCLUSION 84

CHAPITRE 3 ETUDE DES COMPORTEMENTS MECANIQUES ET DES CONTRAINTES RESIDUELLES PAR DIFFRACTION DES RAYONS X 85

3.1. INTRODUCTION 85
3.2. LES CONTRAINTES RESIDUELLES 85
3.2.1. Définition des contraintes résiduelles 85
3.2.2. Origine des contraintes résiduelles et leur classification 85
3.2.3. Méthodes de détermination des contraintes 87
3.2.4. Méthode d'étude de contrainte dans un matériau biphasé 90
3.2.5. Elargissement des raies de diffraction 94
3.2.6. Calcul des intensités relatives 96
3.3. DETERMINATION EXPERIMENTALE DES CONSTANTES D'ELASTICITE RADIOCRISTALLOGRAPHIQUES (CER) DE LA PHASE γ ET LA PHASE α_2 98
3.3.1. Principe 98
3.3.2. Les CER de la phase γ 99
3.3.3. Les CER de la phase α_2 101
3.4. ETUDE DES CONTRAINTES RESIDUELLES DANS L'ALLIAGE A BASE DE TIAL 103
3.4.1. Echantillon et expérimentation 103
3.4.2. Contraintes résiduelles et la microstructure 104
3.5. ETUDE DES COMPORTEMENTS MECANIQUES DE L'ALLIAGE TIAL 106
3.5.1. Cas de contraintes résiduelles après décharge 107
3.5.2. Etude des contraintes internes in-situ 110
3.6. DISCUSSION ET INTERPRETATION 115
3.6.1. Influence de la microstructure sur le comportement 115
3.6.2. Influence des contraintes résiduelles sur les propriétés mécaniques de l'alliage 118
3.7. COMPARAISON ENTRE LES RESULTATS MACROSCOPIQUES ET CEUX OBTENUS PAR DIFFRACTION DES RAYONS X 120
3.8. CONCLUSION 122

CHAPITRE 4 MODELE MICROMECANIQUE DE PREVISION DU COMPORTEMENT MECANIQUE D'UN ALLIAGE A BASE DE TIAL 123

4.1.INTRODUCTION 123
4.2. METHODOLOGIE ANALYTIQUE DE MICROMECANIQUE 123
4.2.1. Description du matériau 124
4.2.2. Localisation 124
4.2.3. Homogénéisation 124
4.3. MODELE MICROMECANIQUE 125
4.3.1. Théorie d'Eshelby à base d'inclusion 125
4.3.2. Modèle autocohérent 129
4.3.3. Modèle de Hashin-Strikman 130
4.3.4. Modèle de Mori-Tanaka 130
4.4. ANALYSE MICROMECANIQUE DU COMPORTEMENT MECANIQUE DE L'ALLIAGE TIAL A MICROSTRUCTURE PRESQUE GAMMA 131
4.4.1. Analyse théorique 132
4.4.2. Plasticité isotrope de la matrice 133
4.4.3. Résultat et analyse 134

4.5. ANALYSE MICROMECANIQUE DU COMPORTEMENT MECANIQUE DE L'ALLIAGE TIAL A MICROSTRUCTURE DUPLEX 137
4.5.1. Module d'élasticité du grain lamellaire 138
4.5.2. Module de l'alliage TiAl à microstructure duplex 142
4.5.3. Durcissement plastique de l'alliage 144
4.5.4. Résultat et discussion 145
4.6. CONCLUSION 148

CONCLUSIONS GENERALES 149

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES 153

INTRODUCTION GENERALE

Les alliages intermétalliques à base de TiAl présentent par rapport aux alliages de titane diverses avantages : module d'élasticité plus élevé, densité plus faible, meilleure tenue mécanique et plus grande résistance à l'oxydation. Ces alliages conservent par ailleurs une bonne stabilité dimensionnelle et des conductivités thermiques plus grandes. Tous les critères étaient réunis pour en faire des matériaux de choix pour des applications à haute température.

Cependant, pour les alliages à base de TiAl, l'obstacle majeur à l'emploi dans les applications aéronautiques et astronautiques est leur faible ductilité et leur ténacité insuffisante à la température ambiante. D'ailleurs, le contrôle de la microstructure est difficile par les traitements thermiques conventionnels, on manque également les études systématiques sur la relation entre propriétés mécaniques et paramètres des microstructures, et les explications de certaines phénomènes ne sont pas suffisantes.

L'alliage à base de TiAl est composé principalement de titane et d'aluminium additionné à quelques autres éléments en faible quantité. Il présente des structures très variés selon des traitements thermiques différents. Cet alliage est généralement biphasé (phase γ et phase α_2) du point de vue de leur structures et propriétés. En raison de la différence des propriétés mécaniques et des structures de ces deux phases, l'incompatibilité de déformation est inévitable, cela introduira donc des contraintes résiduelles dont le rôle dans le comportement et dans la durée de vie des pièces peut être très important. C'est la raison de l'intérêt porté aux cherches sur les méthodes expérimentales d'étude des contraintes résiduelles et à leur prévision numérique.

Lorsque l'alliage est sollicité sous chargement mécanique, des contraintes résiduelles apparaissent après décharge. Ces contraintes sont des signes opposées, et résultent de l'incompatibilité des déformations plastiques entre les deux phases en question. Elles peuvent être d'ordre 2 au niveau des phases (échelle microscopique) ou d'ordre 1 au niveau du matériau (échelle macroscopique) ou le résultat d'une superposition de ces deux ordres. D'ailleurs, les comportement des deux phases sous chargement extérieurs sont hétérogènes. Cela serait la cause principalement de la faible ductilité de l'alliage.

On manque des expériences pour déterminer les contraintes résiduelles dans l'alliage à base de TiAl, surtout dans la phase α_2. Les difficultés associées sont d'abord d'ordre pratique, puisque cette deuxième phase présente une structure cristallographique complexe, se trouve associée à la phase γ selon certaines relations cristallographique, et ne représente que moins de 15% en volume pour les alliages les plus étudiés. Par ailleurs, les propriétés mécaniques, thermiques de la phase α_2 sont mal connues.

Dans cette étude, nous cherchons principalement à étudier les contraintes internes et les comportements mécaniques in situ en relation avec la microstructure. Pour des raisons d'ordre pratique, la méthode d'analyse la plus appropriée est la diffraction des rayons X. Cette technique nous permet d'étudier en effet la phase gamma et la phase α_2 séparément. Cependant, la diffraction de la phase α_2 est un peu difficile à cause de sa faible fraction volumique, d'où l'incapacité d'avoir simultanément les informations sur les deux phases.

Pour déterminer les contraintes résiduelles et les comportements mécaniques de certaines phases par la technique de diffraction des rayons X, les constantes d'élasticité radiocristallographiques sont impératives. Parce que les constantes d'élasticité macroscopiques ne peuvent pas être directement utilisées dans le calcul. Jusqu'à maintenant, les constantes d'élasticité radiocristallographiques de la phase γ et de la phase α_2 restent inconnues.

Pour résoudre tous ces problèmes posés sur cet alliage, un programme de travail a été établi, basé sur le contrôle de la microstructure et sur la détermination des contraintes résiduelles et des comportements mécaniques in situ dans chaque constituant de l'alliage. Le contenu proposé est divisé en quatre chapitres distincts.

Dans le premier chapitre, on appelle la structure de cet alliage, la classification des microstructures, la structure cristallographique et le mécanisme de déformation de chaque constituant. Puis, on introduit l'influence de la composition chimique surtout des éléments d'addition sur les propriétés mécaniques de l'alliage. Ensuite, on appelle le développement de l'alliage et discute les avantages et désavantage de chaque type de microstructure, ainsi que les méthodes possibles sur l'amélioration des propriétés mécaniques surtout de la ductilité et de la ténacité de l'alliage.

Dans le second chapitre, nous choisissons un alliage à base de TiAl de composition de Ti-48Al-2Cr-2Nb. Nous obtenons d'abord des microstructures totalement lamellaires à partir de l'état fondu en utilisant un procédé spécial de traitement thermique. Puis nous étudions la relation entre limite d'élasticité et taille des grains lorsque l'espacement interlamellaire reste approximativement constant. En restant la taille des grains approximativement constante, nous étudions l'influence de l'espacement interlamellaire sur la limite d'élasticité de l'alliage. Ensuite, un modèle est utilisé pour décrire les effets synthétiques des paramètres de microstructure sur la limite d'élasticité. En relation avec le mode de déformation, nous étudions ensuite l'influence des paramètres de microstructure sur la ténacité de l'alliage, le mode de rupture et les causes principales de la forte ténacité de l'alliage à microstructure totalement lamellaire.

En ce qui concerne les microstructures duplex, nous obtenons les microstructures contenant différentes fractions volumiques de grains lamellaires en utilisant des traitements

thermomécaniques et thermiques. Puis nous étudions la relation entre propriétés mécaniques et fraction volumique de grains lamellaires, surtout la ductilité de l'alliage. Ensuite, la ténacité de l'alliage à microstructure duplex est détaillée, et la relation inverse entre ténacité et ductilité est discutée.

Dans le troisième chapitre, nous calculons d'abord les intensités relatives de ces deux phases en utilisant la méthode de diffraction des rayons X, puis les constantes d'élasticité radiocristallographiques de deux phases sont déterminées expérimentalement. Les contraintes résiduelles dans les deux phases sont mesurées par diffraction des rayons X et discutées en relation avec la microstructure. Ensuite, le comportement pour les différentes structures, presque gamma et duplex, en traction uniaxiale, après décharge ou au cours de la charge est déterminé in situ. Enfin, nous comparons les résultats obtenus par diffraction des rayons X et ceux par l'essai macroscopique et discutons la différence entre eux.

Le dernier chapitre, chapitre quatre, les méthodes de prévision de comportement basé sur l'homogénéisation sont données. Nous utilisons le modèle Mori-Tataka et les données expérimentales pour prévoir le comportement de l'alliage presque gamma sous traction uniaxiale. En basant sur le modèle Mori-Tataka, on prévient les modules d'élasticité du grain lamellaire en tenant compte de sa microstructure spéciale. A partir de ça, nous utilisons les modèles autocohérent pour prévoir le comportement de l'alliage duplex en associant l'approche de module sécant proposée par Tandon-Weng en élasticité et en plasticité isotrope. Enfin, nous comparons les résultats de calcul avec l'expérience.

Ce travail est achevé par une conclusion générale où on montre l'intérêt des résultats obtenus sur la compréhension des alliages à base de TiAl tant sur l'obtention des microstructures que sur le mécanisme d'amélioration de leurs propriétés mécaniques.

CHAPITRE I Un Point Sur Les Alliages à Base de TiAl

1.1. Introduction

Le développement des avions et des engins spatiaux nécessite de nouveaux alliages présentant des propriétés spécifiques. Il est donc nécessaire de mettre au point, pour la réalisation de ce projet, de nouveaux alliages présentant à la fois une densité nettement plus faible que celle d'un superalliage, une résistance mécanique élevée à haute température, une grande stabilité dimensionnelle et une bonne tenue à l'oxydation.

A présent, les matériaux les plus utilisés comme matériaux de structure mécanique à haute température sont les alliages de titane classique et les superalliages base nickel.

Les alliages de titane classique, qui avaient déjà permis d'améliorer le rendement des moteurs de turbine à gaz en remplaçant les superalliages base nickel et base fer, ne peuvent répondre à ces nouvelles exigences. En effet, quand la température utilisée est supérieure à 600°C, leur résistance mécanique et leur tenue au fluage deviennent insuffisantes. De plus, des problèmes d'oxydation apparaissent, du fait de la formation à leur surface d'une couche fragilisée par oxydation, ce qui conduit à des amorçages de rupture en fatigue. Enfin, ces alliages sont sujets au déclenchement du ″feu titane″, ce qui est un grand problème pour les applications aux moteurs, et résulte à la fois de la faible conductivité thermique de ce métal et de la très forte chaleur de formation de l'oxyde TiO_2.

En ce qui concerne les alliages base nickel, ils constituent les meilleures matériaux actuellement développés pour répondre aux problèmes de sollicitations thermomécaniques pour des températures d'emploi allant de 600°C à 900°C, grâce à leur haute résistance, leur meilleure tenue au fluage et leur bonne ténacité. Mais leur emploi est limité en température, et plus important, leur densité est trop grande. Ils ne peuvent donc pas répondre aux nouvelles exigences pour le développement des avions et des engins spatiaux. Il est donc impératif de rechercher de nouveaux alliages, qui aient des densités plus faibles que celles d'un alliage de titane, des résistances mécaniques et résistances à l'oxydation à haute température égales à celles des superalliages base nickel.

Les nouveaux matériaux qui peuvent répondre à ces exigences sont des céramiques et des alliages intermétalliques. Les céramiques ont de meilleures résistances à haute température, en raison de leur forte liaison covalente, et de la difficulté du glissement de dislocations, et leur densité est généralement basse. Bien que certains progrès aient été déjà faits pour améliorer leur ductilité, leur fragilité intrinsèque limite leur utilisation. Il est donc impossible de les utiliser dans l'avion et l'engin spatial comme matériaux de structure mécanique à haute température.

Les alliages intermétalliques possèdent à la fois la liaison covalente et la liaison métallique. Cette propriété confère aux alliages une bonne ductilité et une bonne résistance à haute température, ils attirent donc beaucoup d'attention pour ces applications.

1.1.1 Progrès des études sur les composés intermétalliques

Avant les années 70, très peu de progrès ont été faits dans les études et les développements sur les composés intermétalliques en raison de leur fragilité intrinsèque à la température ambiante, cela limitait leurs utilisations industrielles. A la fin des années 70, quelques progrès remarquables sur les études de certains composés intermétalliques ont déclenché à nouveau l'intérêt du monde entier pour les alliages intermétalliques [1]. En 1976, les chercheurs américains ont trouvé que, par addition d'élément et par la technique de métallurgie des poudres, la ductilité et la résistance d'alliage à base de TiAl et de Ti_3Al pouvaient être améliorées [2]. Ensuite, ils ont trouvé qu'à la température ambiante, après avoir substitué partiellement au Co du Ni ou du Fe, le composé Co_3Al pouvait être transformé d'une structure hexagonale à une structure $L1_2$, ce qui présente une certaine ductilité [3]. En 1979, les chercheurs américains et japonais ont indiqué presque en même temps que, par l'addition de l'élément bore, la ductilité de composé Ni_3Al pouvait être significativement améliorée [4].

Depuis ces 20 dernières années, les composés intermétalliques sont largement étudiés, les plus grands progrès concernent les composés intermétalliques de types A_3B et AB dans les trois systèmes tels que Ni-Al, Fe-Al, et Ti-Al. Les composés intermétalliques tels que Ni_3Al, NiAl, TiAl, et Ti_3Al présentent de bonne tenue en température, ils pourraient donc être utilisés comme matériaux de structure mécanique à haute température. Actuellement, certains éléments de turboréacteurs fabriqués en alliages de Ni_3Al, de TiAl et de Ti_3Al sont en train d'être testés en dimensions réelles. En particulier, les composants en alliages de Ti_3Al sont déjà utilisés en pratique. Les composés de Fe-Al seront également prometteurs dans le domaine industriel grâce à leurs bas coûts d'accès, à leurs ressources mondiales et à leurs hautes résistances à l'oxydation. Ils attirent donc beaucoup de chercheurs dans le monde entier [5].

Ces dernières années, de nouveaux systèmes de composés intermétalliques ayant des structures beaucoup plus complexes et des points de fusion beaucoup plus élevée tels que Nb-Al, Be-Nb, Mo-Si deviennent une nouvelle orientation d'étude et une nouvelle tendance de développement comme de nouveaux systèmes de matériaux de structure en température [6].

Parmi les composés intermétalliques expliqué précédemment, les alliages à base de titane, en particulier à base de TiAl et Ti_3Al, sont extrêmement prometteurs pour les application à haute température. Ils présentent par rapport aux alliages conventionnels divers avantages: module d'élasticité plus élevé, densité plus faible, meilleure tenue mécanique (résistance spécifique σ/ρ: contrainte à rupture/masse volumique) en température et plus grande résistance à l'oxydation par la formation en surface d'une couche passivante d'alumine. Ces alliages conservent par ailleurs une bonne stabilité dimensionnelle et ils sont ductiles à la température d'utilisation. De plus, ils ont des conductivités thermiques assez

grandes. Tous ces critères étaient réunis pour en faire des matériaux de choix pour des applications à haute température.

1.1.2. Les alliages à base de Ti-Al

La famille des composés intermétalliques à base de Ti-Al comprend trois composés principaux : Ti_3Al, TiAl et $TiAl_3$. La comparaison de propriétés de ces trois composés avec les alliages de titane et les superalliages base nickel est montrée dans le tableau 1-1 [7].

Tableau 1-1 Comparaison des propriétés de l'alliage à base de TiAl avec celles des superalliages base nickel et des alliages de titane classique

propriété	alliage de titane classique	Ti_3Al	TiAl	$TiAl_3$	superalliages base nickel
densité (g/cm^3)	4,5	4,1-4,7	3,7-3,9	3,37	8,3
point de fusion (°C)	~1600	1600	1460	1350	~1400
module d'élasticité (GPa)	96-110	110-145	176	166	206
limite d'élasticité (MPa)	380-1150	700-990	400-630	160	80-1200
résistance à la traction (MPa)	480-1200	800-1140	450-700	---	1250-1450
allongement à rupture (%)	10-20%	2-7%	1-5%	---	3-5
limite au fluage (°C)	538	815	1038	---	1095
résistance à l'oxydation (°C)	539	649	1038	---	1095
structure cristallographique	H.c.p/B.c.c	$D0_{19}$	$L1_0$	$D0_{22}$	F.c.c/$L1_2$

On peut constater dans le tableau 1-1 que, le module d'élasticité et la résistance à l'oxydation du composé TiAl sont meilleur que ceux de l'alliage de titane classique et du composé Ti_3Al, et que sa densité est presque la moitié de celle de superalliage base nickel. Quant à $TiAl_3$, sa densité est la plus basse parmi ces matériaux, mais son point de fusion est trop bas, et il est très fragile à la température ambiante. Il a été envisagé de le rendre ductile en transformant sa structure $D0_{22}$ en une structure de plus haute symétrie $L1_2$, mais la ductilité ne s'en trouve pas pour autant améliorée, il reste encore au stade de l'étude fondamentale [8]. Donc, seul le composé TiAl attire beaucoup d'attention, en particulier ces dernières années, beaucoup de progrès significatifs ont été observés sur son utilisation dans le domaine

aéronautique et automobile. Il apparaît que les alliages à base de TiAl seront les matériaux très prometteurs pour utilisation à haute température.

1.1.3. Application envisagée de l'alliage à base de TiAl

Les alliages intermétalliques constituent une nouvelle classe de matériaux de structure pour des applications très variées [9] : spatiales, automobiles, aéronautiques etc. Dans le domaine spatial, la réalisation de projets tels que les avions hypersoniques permettrait de développer et d'explorer l'espace en réduisant les coûts d'accès aux orbites basses. Ces avions hypersoniques peuvent être conçus pour décoller et atterrir comme les avions conventionnels et seraient réutilisables, ce qui permettrait de réduire leur coût. Pour augmenter les performances du véhicule, il faut des matériaux plus légers pour réduire la masse de l'avion et le coût d'accès. Il semble donc que la mise au point de matériaux légers et résistants en température soit l'une des conditions majeures à l'aboutissement de ce projet.

En ce qui concerne les applications dans les moteurs aéronautiques, on cherche à développer des turbines petites et efficaces, ceci implique un rapport poussé/masse plus élevé. Les alliages à base de TiAl offrent des potentialités intéressantes dans les pièces rotatives des turboréacteurs en raison de leur faible densité et de leur bonne tenue en température. Leur propriétés de résistance sont bien supérieure à celles d'autres alliages de structure mécanique lorsque la densité du matériau devient un critère important. Ces propriétés mécaniques spécifiques exceptionnelles constituent la force matrice de nombreux programmes de recherche et développement, d'autant que l'emploi d'alliages de titane et de superalliages base nickel est limité en température. Les dépôts de revêtements réfractaires céramiques permettraient d'augmenter encore la température d'emploi de l'alliage de titane et superalliage base nickel. Cependant, le véritable saut technologique dans le domaine aéronautique et spatial résiderait dans l'emploi des composés intermétalliques à base de TiAl.

Dans les turboréacteurs, les performances de machines dépendent du rapport poussée/masse, ces pièces sont soumises à des températures élevées. Pour améliorer les performances, le concept de masse est donc l'un des premiers critères à prendre en compte. En effet, dans les pièces tournantes, une grande partie de la charge mécanique est générée par les forces centrifuges, ces pièces sont alors le siège de contraintes mécaniques directement corrélées à leur masse et à la vitesse de rotation. A ce contraintes s'ajoutent les contraintes thermiques, car les pièces sont soumises à des températures très élevées.

Les modes d'endommagement sont toutefois propres à chaque type de pièces. Les disques sont soumis à des endommagement mixtes fatigue-fluages, la connaissance des vitesses de propagation est aussi une donnée importante à maîtriser dans un souci de sécurité, les effets d'environnement (oxydation et corrosion) constituent en outre un facteur bien souvent aggravant pour la durée d'utilisation de ces composants.

Pour répondre à ces fortes sollicitations mécaniques et thermiques, il serait possible, dans certaines pièces, de substituer aux superalliages base nickel des composés intermétalliques à base de TiAl si ces matériaux n'étaient pas désavantagés par leur faible ductilité et ténacité, c'est pourquoi une partie importante des recherches porte essentiellement sur l'amélioration de leurs propriétés mécaniques. Les composés intermétalliques à base de TiAl présentent des résistances mécaniques intrinsèques insuffisantes pour être utilisés dans

les pièces tournantes très sollicitées mais pourraient trouver des applications dans certaines pièces fixes structurales dans lesquelles la masse mise en jeu est un critère important. La compréhension et la modélisation des phénomènes conduisant à l'endommagement devraient permettre à ces matériaux très innovants de trouver des applications industrielles.

Le composé TiAl fascine également les industriels de l'automobile qui cherchent des matériaux résistants en température pour les composants rotatifs et alternatifs des moteurs fonctionnant à grandes vitesses. Ces alliages sont aussi attractifs par leur faible densité et leur haute conductivité thermique. La résistance spécifique à la traction ainsi qu'à la fatigue de grand nombre de cycles des alliages à base de TiAl à haute température est supérieure à celles des matériaux conventionnels de l'automobile tels que l'acier réfractaire austénitique et les superalliages base nickel. Pour répondre à ces exigences, de nouveaux matériaux sont indispensables pour réduire la masse et assurer une tenue à haute température supérieure à celles de l'acier austénitique ou des superalliages base nickel. Les dimensions des dispositifs pourraient également être réduites par l'emploi des composés intermétalliques.

L'obstacle majeur à l'emploi des alliages à base de TiAl dans les applications est leur difficulté de mise en forme. Le voie de la métallurgie des poudres associée à la compression isostatique à chaud apparaît à l'heure actuelle comme très prometteuse pour l'élaboration de pièces préformées.

1.2. Les alliages à base de TiAl

1.2.1. Diagramme Ti-Al

La figure 1.1 est le diagramme d'équilibre Ti-Al [10]. On peut constater dans le diagramme que les alliages à base de TiAl correspondent à un domaine de composition comprise entre 35-65% (en at.%) d'Aluminium à 25°C, et peuvent comporter soit les deux phases γ (TiAl) et α_2 (Ti_3Al), soit une seule phase γ. D'après le diagramme de phase Ti-Al, deux transformations péritectiques existent au voisinage de la composition équiatomique : $L+\beta \rightarrow \alpha$ et $L+\beta \rightarrow \gamma$.

Pour des alliages TiAl riches en titane. La phase primaire qui cristallise à partir du liquide est la phase β. Le chemin de solidification est le suivant :

$$L \rightarrow [b] + L \rightarrow [b+a] \rightarrow [a] \rightarrow [g+a] \rightarrow [g+a_2]$$

Au cours de la solidification, la phase β devient instable et se transforme en phase α à une température voisine de 1100°C, et cette mise en ordre produit des défauts d'empilement sur le plan basal avec de nombreux domaines antiphase. A partir de ces défauts, s'effectuent la germination et la croissance de la phase γ qui est liée à la phase α par la relation d'orientation comme suit : $\{0001\}_{a_2} // (111)_g$, et $<11\bar{2}0>_g // <1\bar{1}0>_g$.

Pour des alliages de composition comprise entre 49 et 55%at. d'aluminium, la phase primaire est α. La solidification et les transformations des alliages dans ce domaine suivent la séquence comme suit :

$$L \rightarrow [L+a] \rightarrow [a]+g \rightarrow g$$

Les alliages monophasés se caractérisent par une plasticité très limitée, la plus part des études portent donc sur les alliages plus riches en titane qu'en aluminium de quelques pourcentages. La seconde phase α_2 permet de contrôler et varier la microstructure, et les alliages biphasés présentent de bonnes propriétés. Ce sont les alliages de composition comprise entre 43-49%at. d'aluminium qui sont étudiés et développés les plus souvent.

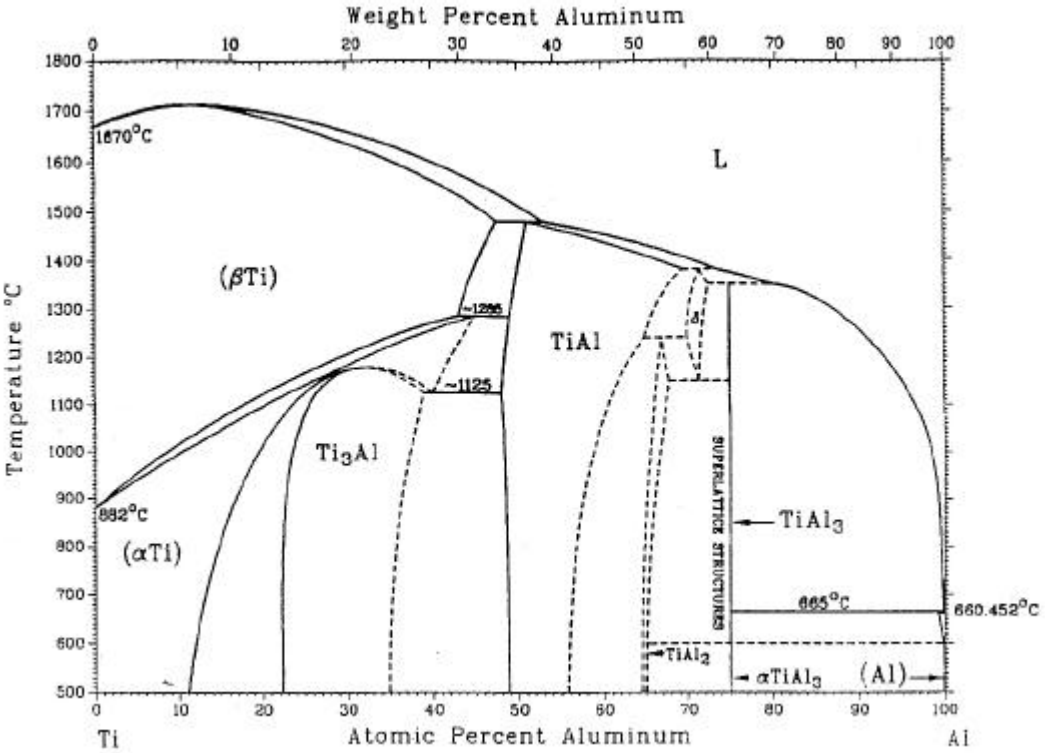
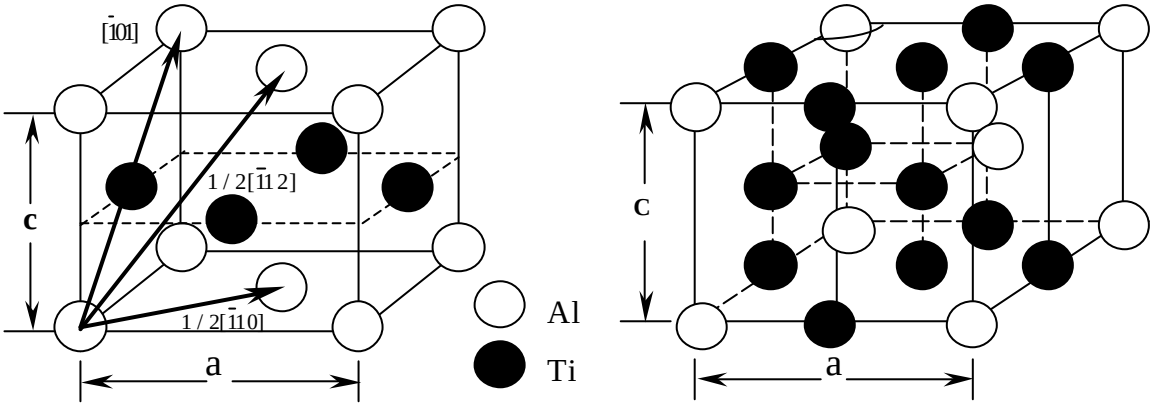


Figure 1.1 Diagramme d'équilibre Ti-Al

1.2.2. Structure cristallographique de TiAl et Ti_3Al

Les alliages biphasés à base de TiAl sont principalement constitués de deux phases : phase γ (TiAl) et phase α_2 (Ti_3Al). Les figures 1.2(a) et (b) montrent les structures cristallines de γ et α_2. La phase γ (TiAl) possède une structure tétragonale à faces centrées de type $L1_0$ constituée de couches atomiques alternées de nature différente perpendiculaires à l'axe c. Elle reste ordonnée jusqu'au point de fusion (1460°C environ). Les paramètres cristallins de TiAl sont : a=0,397-0,401nm, c=0,404-0,408nm, et sa tétragonalité c/a=1,02, qui croît légèrement avec l'augmentation de la composition d'aluminium [11].

En ce qui concerne Ti_3Al, il s'ordonne selon la structure $D0_{19}$ de symétrie hexagonale. Il dérive d'une structure désordonnée α. Les paramètres de maille sont : a=0,579nm, c=0,467nm, mais les paramètres de α désordonné sont: a=0,295nm, c=0,467nm. Il existe une grande différence entre les paramètres de α et α_2.



(a) structure $L1_0$ (b) structure $D0_{19}$

Figure 1.2 Structures cristallographiques de TiAl (a) et Ti_3Al (b)

1.2.3. Microstructure de l'alliages à base de TiAl

On peut constater dans le diagramme de phase binaire Ti-Al qu'une grande gamme de microstructures peut être obtenue selon des compositions différentes et des traitements thermiques différents. En général, les microstructures des alliages biphasés peuvent être classées en quatre groupes désignés sous les vocables de microstructure ″presque gamma″ (en anglais: Near gamma), ″duplex″, ″presque lamellaire″ (Near lamellar) et ″totalement lamellaire″ (fully lamellar) en fonction des conditions des traitements thermiques effectués aux températures telles que T_2, T_3, T_4 et T_5 (voir figure 1.3).

La microstructure ″presque gamma″ est obtenue après un traitement thermique à la température T_2, elle est constituée de gros et petits grains gamma largement majoritaires dans le polycristal avec une fine dispersion de particules α_2 (voir figure 1.4(d)).

La microstructure dite ″duplex″ est obtenue après des traitements thermiques à des températures telles que T_3, elle est constituée de deux types de grains différents : grains gamma et grains lamellaires. Le rapport volumique de grains γ/grains lamellaires dépend fortement des conditions de traitement thermique telles que la température de chauffage et le

temps de maintien. On peut voir dans la figure 1.4(c) que la microstructure duplex est généralement fine, la croissance compétitive entre les grains gamma et les grains α dans le domaine biphasé conduit à une microstructure fine.

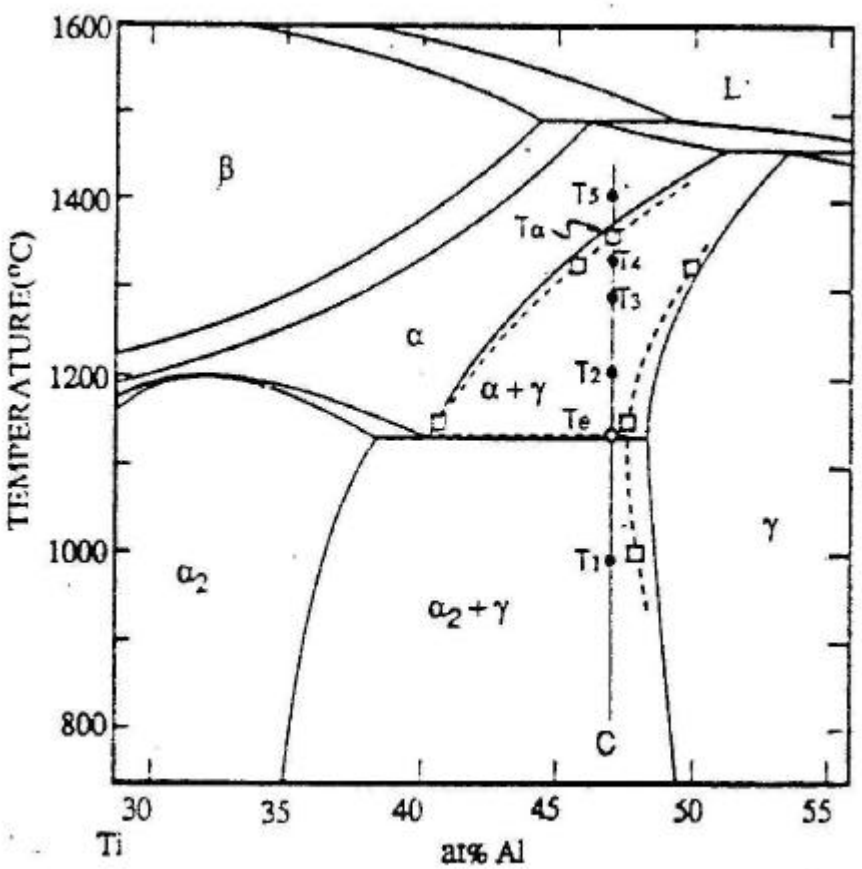


Figure 1.3 Partie centrale du diagramme de phase binaire Ti-Al

La microstructure dite ″presque lamellaire″ contient des gros grains lamellaires comme constituant principal et des petits grains gamma comme constituant mineur, elle est obtenue par des traitements thermiques telles qu'à la température T_4, comme illustrée dans la figure 1.4(b). L'effet d'épinglage de grains γ aux joints de grains lamellaires conduit à une microstructure relativement fine.

La microstructure ″totalement lamellaire″ est obtenue après un traitement thermique à la température T_5, elle comprend des grains lamellaires constitués de colonies de lamelles de phase γ et phase α_2. La grande diffusibilité à haute température conduit à une croissance rapide de grains α, donc, à la température ambiante, la taille des grains est importante (voir figure1.4(a)).

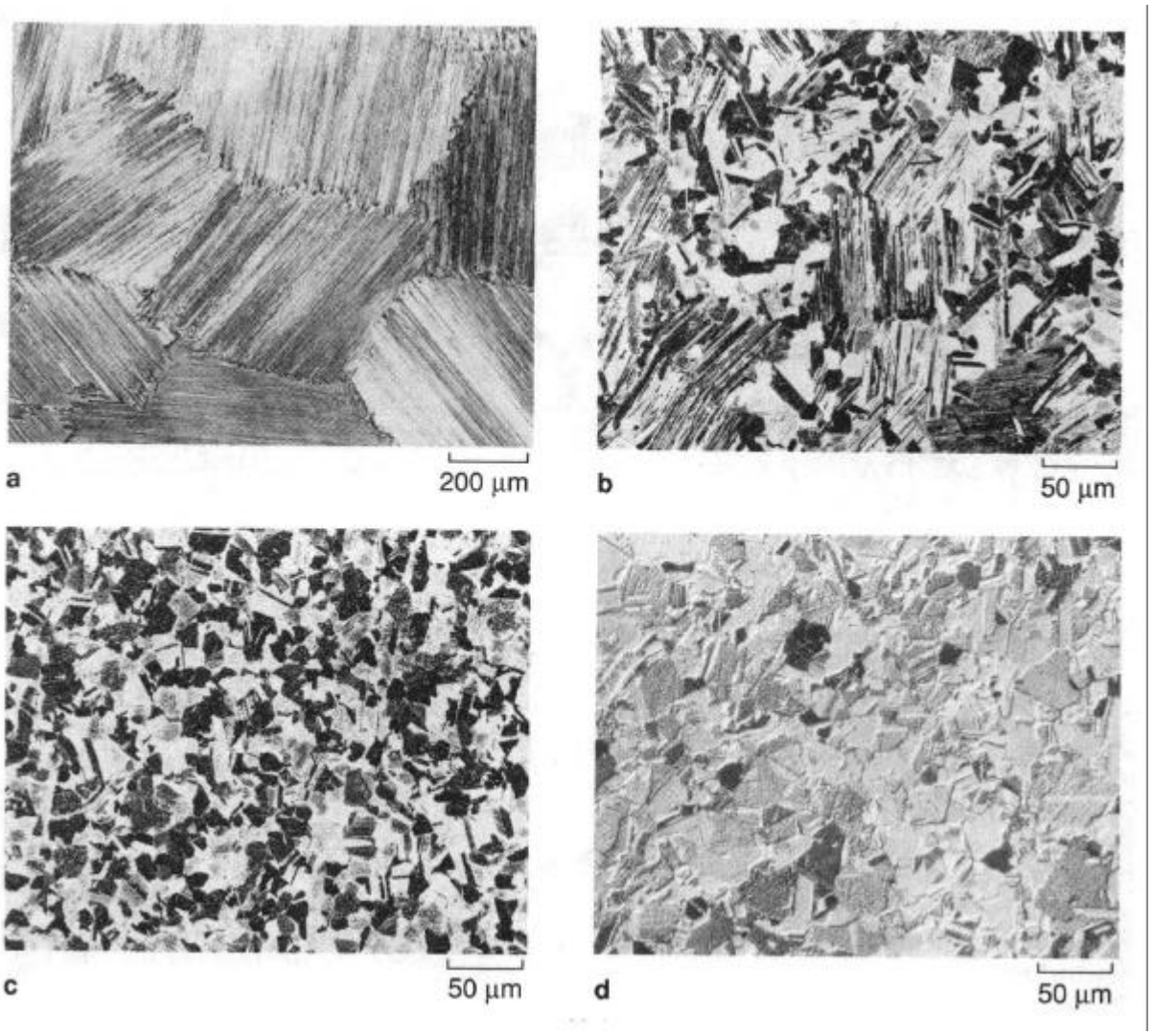


Figure 1.4 quatre types de microstructures de l'alliage à base de TiAl [14] : (a) totalement lamellaire (b) presque lamellaire (c) duplex (d) presque gamma

1.2.4. Influence des éléments d'addition sur les propriétés de l'alliage à base de TiAl

1.2.4.1. Teneur en Aluminium sur les propriétés mécaniques

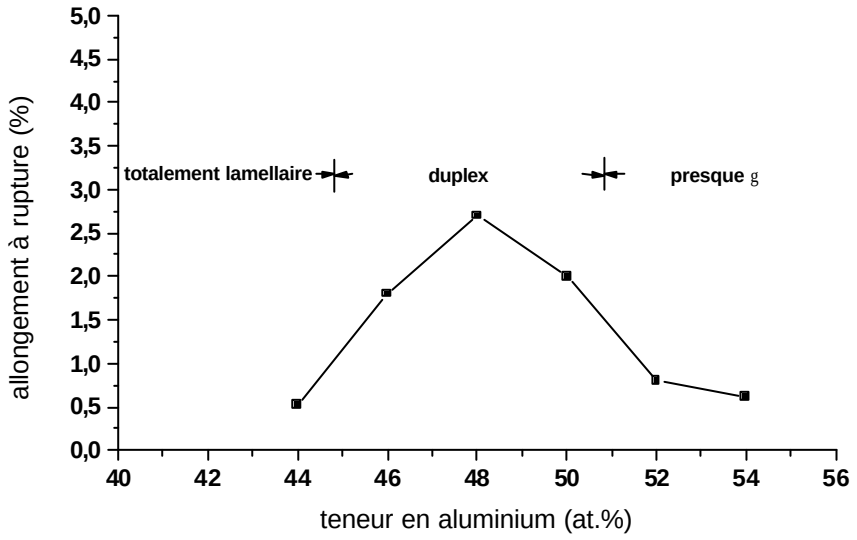
En général, le diagramme de transformation en refroidissement continu (CCT) de l'alliage TiAl à différente teneur en Aluminium est différent. Par exemple, pour un alliage à base de TiAl à l'état fondu, dans les mêmes conditions de traitement thermique, l'alliage à différente teneur en aluminium conduit à une microstructure différente. La microstructure de l'alliage riche en titane à l'état fondu est constituée de grains lamellaires comme constituant majeur et de grains γ comme constituant mineur, et avec la diminution de teneur en

aluminium, les grains γ diminue progressivement. Lorsque la teneur en Aluminium atteint une certaine valeur, il ne reste que les grains lamellaires (colonies de lamelles de phase γ et de phase α_2). Les propriétés mécaniques (limite d'élasticité, allongement à traction et ténacité à rupture etc.) de l'alliage à base de TiAl changeant avec la teneur en aluminium sont montrées dans la figure 1.5 [12]. On peut constater dans la figure que l'alliage à base de TiAl, lorsque la composition de Al est comprise entre 47-48%, présente le meilleur compromis de propriétés mécaniques. Avec la croissance de la teneur en aluminium, la vitesse minimale de fluage de l'alliage augmente [13], et avec la croissance de teneur en aluminium, l'influence de la taille des grains sur le fluage devient faible [14, 15].

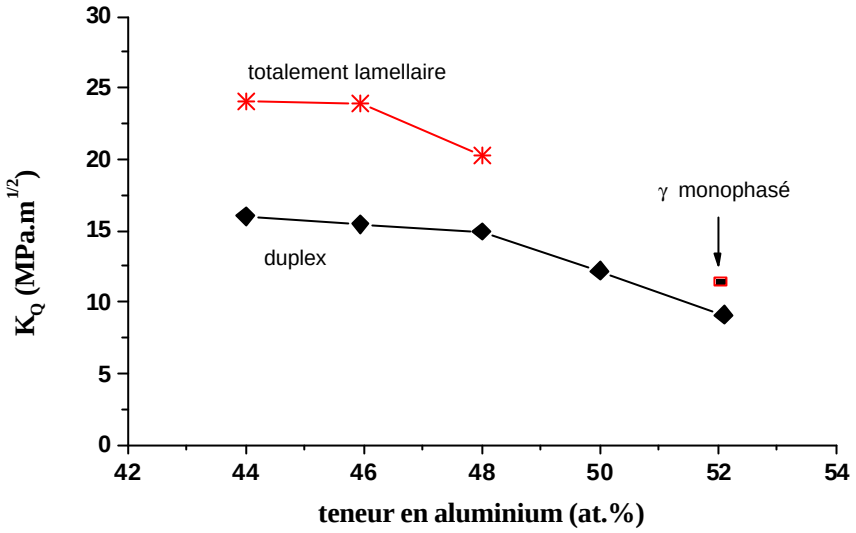
Les causes de l'influence de la teneur en aluminium sur les propriétés mécaniques de l'alliage à base de TiAl peuvent être résumées comme ci-après :

(1) Avec la croissance de la teneur en aluminium, le paramètre de maille a décroît (voir figure 1.2), par contre, celui de c augmente. Par conséquent, le rapport c/a augmente, donc la tétragonalité de la structure $L1_0$ de la phase γ augmente [16].

(2) Avec la croissance de la teneur en aluminium, la liaison métallique existant dans l'alliage évoluerait vers la forte liaison covalente [17]. Par conséquent, le taux de liaison métallique diminue, ce qui entraîne un changement notable des propriétés de l'alliage, telles que la ductilité, la ténacité à rupture etc.



(a)



(b)

Figure 1.5 Les propriétés mécaniques de l'alliage à base de TiAl changent avec la teneur en aluminium à la température ambiante [12]. (a) l'allongement en traction et la teneur en aluminium, (b) la ténacité à rupture et la teneur en aluminium.

1.2.4.2. Eléments d'addition sur les propriétés mécaniques

L'ajout des éléments d'addition est une des méthodes principales pour améliorer les propriétés de l'alliage à base de TiAl. Avec les éléments d'addition, la forme de diagramme de phase peut être changée, la teneur en aluminium dans la phase γ et les rapports volumiques des phases γ/α_2 et des grains γ/lamellaire peuvent être influencés. Ceux-ci conduisent à la variation des propriétés et des microstructures de l'alliages.

Des combinaisons appropriées d'éléments d'addition peuvent être classées en trois groupes :

Le premier groupe augmente la ductilité de l'alliage. L'addition des éléments tels que V, Mn, Mo Cr peut augmenter l'allongement en traction. Donc presque tous les alliages contiennent ces éléments. Par addition de 1 à 3% de V, Cr, Cr+Mn, ou V+Cr à l'alliage, leur ductilité est double. L'addition de Mn à TiAl a un effet ductilisant en activant la déformation par maclage dans la phase γ [18]. L'addition de 1-3%at. de Cr peut augmenter la ductilité par des changements microstructuraux intrinsèques, en particulier par une décroissance de la tétragonalité de la structure $L1_0$ de la phase γ [19], par l'affaiblissement des liaisons covalentes directionnelles entre Al et Ti, par une réduction de la fraction volumique de la phase α_2 [20] et enfin par l'affinement de la taille des grains [19]. Les études récentes ont montré que l'addition de Mo peut améliorer la ductilité en traction à la température ambiante

de façon plus efficace que celle de Cr ou de Mn. Mais, une telle amélioration de la ductilité par l'addition de ces éléments ne se produit que dans les alliages biphasés.

Le deuxième groupe des éléments d'addition augmente la résistance de l'alliage. A la température ambiante, l'addition de Ta, Mo, Nb, V, Cr et Mn peut durcir la phase γ, le chrome est plus efficace que le manganèse [21]. L'addition de Ta, Mo, W et C peut augmenter la résistance à haute température [22]. Ces effets de durcissement se produisent par solution solide.

Le troisième groupe des éléments d'addition confère à l'alliage des propriétés différentes suivant leur nature. L'addition de C et N peut améliorer la résistance au fluage, et l'addition de Si améliore non seulement la résistance au fluage mais aussi la résistance à l'oxydation. Les éléments d'addition peuvent influer sur la résistance selon les effets suivants : (1) influer sur le coefficient de diffusion; (2) interagir avec le champ de contrainte élastique de dislocations ; (3) influer sur l'énergie de défauts d'empilement. Les additions de silicium même à faible teneur fragilisent l'alliage lors de l'élaboration par fusion du lingot ou lors de procédés thermomécaniques. Enfin, Martin [23] a constaté que la présence de W en solution solide dans l'alliage TiAl+W améliorait la tenue au fluage dans une gamme de température 550-850°C. De plus, W contribue à une augmentation significative de la résistance à l'oxydation et de la résistance mécanique mais il diminue la ductilité [24]. De plus, la transition fragile-ductile observée à 650°C pour la plupart des compositions des alliages est moins prononcée quand le tungstène est présent [25]. L'alliage TiAl+W ne présente pas de transition fragile-ductile, la ductilité maximale est de 4.4% à 850°C. En effet, la présence de cet élément empêche le mouvement de dislocations et limite la déformation par maclage pendant la traction de l'alliage [26].

Un des effets très importants de l'addition de troisième groupe des éléments est d'affiner la taille des grains. L'affinement est plus efficace dans les alliages à deux phases avec les éléments Cr, V, et Mn [27]. L'incorporation de ces éléments améliore la ductilité au détriment d'une bonne tenue à l'oxydation. C'est pourquoi les alliages gamma les plus ductiles nécessitent l'addition d'éléments comme Nb, Mn etc.

La présence de l'oxygène a plusieurs effets sur les propriétés de l'alliage à base de TiAl. L'oxygène est néfaste à la mise en forme de l'alliage, par exemple, cela limite la réactivité en formant une couche d'oxyde à la surface des poudres lors de l'élaboration de l'alliage par métallurgie des poudres. La présence de l'oxygène influe également sur les propriétés mécaniques. Il augmente la limite d'élasticité de l'alliage, ceci est dû au durcissement par solution solide et au durcissement par des particules dispersées de Al_2O_3 [28]. En revanche, l'allongement en traction diminue en raison de l'effet fragilisant de l'oxyde existant aux joints des grains ou au sein des grains. De même, la résistance mécanique et la résistance au fluage sont améliorées par l'addition de certain pourcentages d'oxygène à l'alliage [29], ceci résulterait de la précipitation de particules d'oxygène dans la phase α_2 en raison de la limite de solubilité relativement faible de l'oxygène dans les alliages gamma [30].

1.2.4.3. Développement de l'alliage à base de TiAl

Différents types d'alliages à base de TiAl ont été formulés en tenant compte du rôle spécifique des éléments d'addition. Jusqu'à maintenant, trois générations d'alliages ont été développées. En 1952, P. Duwez et al. [31] ont trouvé qu'il existait la phase TiAl dans le système Ti-Al, et l'ont déterminé comme la structure ordonnée de type $L1_0$. En 1953, Ogden et al. [32] ont trouvé que ce composé possédait non seulement une faible densité, mais aussi une bonne résistance à l'oxydation et un module d'élasticité élevé. En 1956, Mcandren et al. [33] ont noté que l'alliage à base de TiAl avait une résistance spécifique et une bonne tenue au fluage à haute température, mais qu'il était très fragile à la température ambiante. Aussi, pendant long temps, on n'a pas fait beaucoup attention à ce type d'alliage.

De 1975 à 1983, Lispitt et al. [34] ont fait beaucoup d'études systématiques pour améliorer la capacité de déformation sur cet alliage, ils ont développé la première génération d'alliages. Leur composition représentative est : Ti-48Al-1V-(0,1C). La matrice de cet alliage est γ-TiAl, et il contient un peu de seconde phase α_2-Ti_3Al. Son allongement en traction à la température ambiante atteint de 1,5%. Cette amélioration est due principalement au contrôle des fractions volumiques des phases γ et α_2. Les tests mécaniques ont montré que les propriétés de cet alliage sont inadéquates pour mise en service [35].

De 1986 à 1991, la deuxième génération d'alliages a été développée pour améliorer leurs propriétés mécaniques [36]. La composition représentative est Ti-48Al-2Cr(ou Mn)-2Ni, et Ti-48Al-2Cr-2Ni a alors été retenue pour ses propriétés optimales [37]. Par les techniques de solidification rapide et de forgeage isotherme à chaud, la microstructure duplex avec des grains fins a été obtenue, et pour la première fois son allongement à la température ambiante pouvait atteindre 3%, et sa résistance à traction et à l'oxydation était très améliorée par rapport à celles de la première génération [38-40]. Finalement, c'est l'alliage Ti-46.5Al-2Cr-3Ni-0,2N qui a été défini comme composition de base pour conférer aux alliages à base de TiAl une résistance mécanique optimale et une bonne tenue à l'oxydation. Les efforts poursuivis pour affiner également les microstructures lamellaires par voie de fonderie conduisent à développer les alliages XD^{TM} (Ti-47.7Al-2Nb-0.8Mn-TiB_2 etc.) contenant des éléments d'addition tels que le bore [41], cet élément affine la taille de grains d'une façon très efficace.

La caractéristique la plus remarquable de la troisième génération de l'alliage est de concevoir la microstructure selon les exigences de propriétés mécaniques en associant aux procédés thermomécaniques, par exemple, le forgeage isotherme à chaud et l'addition de certains éléments [42], la microstructure est donc affinée. Les alliages à microstructures totalement lamellaires surtout celles à grains fins sont largement étudiés, car ils possèdent une combinaison optimale de propriétés mécaniques.

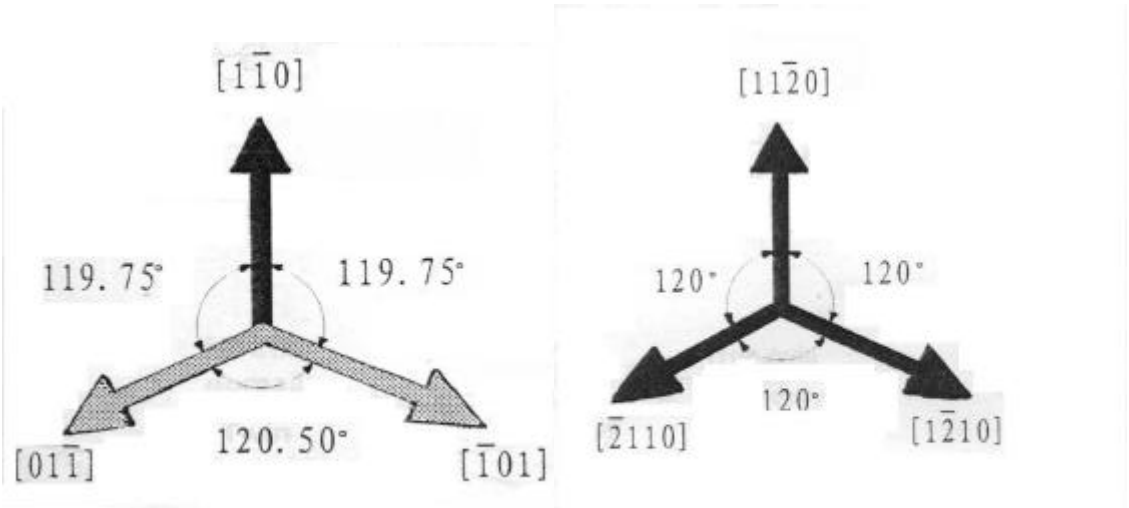
Pendant le développement de la deuxième et de la troisième génération de l'alliage, les chercheurs de matériau ont commencé à développer des procédés de fabrication [43]. Depuis

le début des années 90, beaucoup de pays considèrent les alliages à base de TiAl comme des matériaux prometteurs en température pour l'avenir, la recherche appliquée a alors été fait suite aux études fondamentales : formation d'alliages, mécanisme de déformation, l'optimisation de composition, la technologie de fabrication pour améliorer les propriétés mécaniques etc. Beaucoup de technologies telles que métallurgie des poudres, forgeage isotherme à chaud, forgeage non isotherme, laminage à chaud etc. ont été développées et quelques composants ont été mis en forme et testés en pratique [44-48]. Les résultats obtenus sont encourageants.

1.2.4.4. Structure de l'alliage à microstructure lamellaire

Jusqu'à maintenant, trois générations de l'alliage sont déjà développées. On trouve que, bien que la microstructure duplex possède une meilleure ductilité et une résistance convenable, sa ténacité à la rupture et sa tenue au fluage sont insuffisantes. En ce qui concerne la microstructure totalement lamellaire, sa ténacité est la meilleure parmi ces quatre types de microstructure, et sa tenue au fluage est bonne aussi, mais sa faible ductilité à la température ambiante est l'obstacle majeur pour la mise en œuvre. Par l'utilisation de procédés modernes par exemple : forgeage isotherme à chaud , métallurgie des poudre ou méthode préalliée, la taille de grains de la microstructure totalement lamellaire peut être affinée, sa ductilité pourrait être améliorée.

Afin d'étudier les propriétés mécaniques de l'alliage TiAl à microstructure totalement lamellaire, il faut d'abord connaître sa structure cristallographique.



(a) Plan (111) de la phase γ (b) plan (0001) de la phase α_2

Figue 1.6 Orientation cristallographique des phases γ et α_2

La microstructure totalement lamellaire (fully lamellar) est constituée de colonies de lamelles γ comme constituant principal et de lamelles α_2 comme constituant mineur. Les

lamelles α_2 et γ sont liées par la relation suivante : $\{0001\}_{a_2} //(111)_g$, et $<11\bar{2}0>_{a_2} // <1\bar{1}0>_g$. Les trois orientations cristallographiques $<11\bar{2}0>$ sur le plan basal de la phase α_2 sont équivalentes mutuellement. Mais pour la phase γ de la structure $L1_0$, $[1\bar{1}0]$ sur le plan (111), les trois orientations ne sont pas équivalentes, comme illustré dans la figure 1.6(a). C'est parce que la structure $L1_0$ est constituée alternativement des couches atomiques de Ti et de Al perpendiculaire à l'axe c. La dislocation parfaite $[1\bar{1}0]$ est liée par deux atomes identiques, elle devient donc la dislocation ordinaire. Mais lorsque les deux autres dislocations parfaite $<01\bar{1}]$ sont liées par deux atomes identiques, leurs vecteurs de Bergers sont deux fois plus longs que celles de la dislocation parfaite $[1\bar{1}0]$ et deviennent donc super-dislocations. Lorsque γ est transformée à partir de la phase α_2 ou α, l'orientation $[1\bar{1}0]$ de la phase γ peut être parallèle à une des $<11\bar{2}0>$ de la phase α_2. Par conséquent, six orientations cristallographiques peuvent être formées [49] :

(a) $[1\bar{1}0]_\gamma \uparrow\uparrow [11\bar{2}0]_{\alpha 2}$, $[1\bar{1}0]_\gamma \uparrow\uparrow [1\bar{2}10]_{\alpha 2}$, $[1\bar{1}0]_\gamma \uparrow\uparrow [\bar{2}110]_{\alpha 2}$ ……(1)
(b) $[1\bar{1}0]_\gamma \uparrow\downarrow [11\bar{2}0]_{\alpha 2}$, $[1\bar{1}0]_\gamma \uparrow\downarrow [1\bar{2}10]_{\alpha 2}$, $[1\bar{1}0]_\gamma \uparrow\downarrow [\bar{2}110]_{\alpha 2}$ ……...(2)

où $\uparrow\uparrow$ signifie parallèle, $\uparrow\downarrow$ signifie parallèle inverse.

Les six orientations cristallographiques existant entre les phases γ et α_2 (ci-dessus) signifient qu'il existe également six domaines ordonnés au sein de la phase γ dans la microstructure lamellaire. Si l'on décrit la séquence des atomes de trois domaines ordonnés de la phase γ dans la formule (1) comme …ABCABC…, on peut donc décrire celui de la formule (2) comme …CBACBA…. Si l'on ignore la tétragonalité de la phase γ, il existe donc les relations entre les domaines voisins comme suit [50] :

(a) $[1\bar{1}0]_\gamma \uparrow\uparrow [1\bar{1}0]_\gamma$, (b) $[1\bar{1}0]_\gamma \uparrow\uparrow [\bar{1}01]_\gamma$, (c) $[1\bar{1}0]_\gamma \uparrow\uparrow [01\bar{1}]_\gamma$ ……(3)
(d) $[1\bar{1}0]_\gamma \uparrow\downarrow [1\bar{1}0]_\gamma$, (e) $[1\bar{1}0]_\gamma \uparrow\downarrow [\bar{1}01]_\gamma$, (f) $[1\bar{1}0]_\gamma \uparrow\downarrow [01\bar{1}]_\gamma$ ……...(4)

La relation entre (b) et (c) signifie qu'il existe des interfaces de rotation de 120° entre des lamelles voisines dans la phase γ. Dans ce cas, l'orientation $[1\bar{1}0]$ d'une lamelle peut être considérée comme celle obtenue par une rotation de 120° autour de l'axe $[111]$ par rapport à l'autre $[1\bar{1}0]$. Si la séquence d'empilement des atomes dans la matrice γ est …ABCABC…, celui-ci ne change pas de l'autre côté de l'interface, leur deux axes c sont perpendiculaires mutuellement. (a) et (d) signifient qu'il existe une relation de vrai maclage entre ces deux lamelles, et leur relation peut être décrit comme suit: l'orientation $[1\bar{1}0]$ d'une lamelle de la phase γ est obtenue par une rotation de 180° par rapport à l'autre $[1\bar{1}0]$ voisine autour de l'axe [111] ; la séquence d'empilement des atomes entre deux côtés de l'interface de ces deux lamelles est symétrique. La relation entre (e) et (f) signifie une relation de maclage fictif, elle est formée par une rotation de 60° d'une $[1\bar{1}0]$ tournée par rapport à l'autre $[1\bar{1}0]$ autour de l'axe [111] ; les positions des atomes entre deux côtés de l'interface de ces deux lamelles sont symétriques, mais pas de mêmes types de l'atomes. Dans les deux relations précédentes, la séquence d'empilements des atomes sont transformés de …ABCABC… en CBACBA…à travers l'interface. Donc, il se forme trois types de domaines ou interfaces lorsque les lamelles

γ se croissent et se touchent l'une et l'autre, i.e. macle vrai, pseudo-macle et interface de rotation 120°.

D'ailleurs, dans la microstructure lamellaire, on constate qu'il existe des domaines de maclage à rotation 120°. Le mécanisme de leur formation reste inconnu. Yang et Wu [51] constatent que , lorsque une lamelle γ croît et traverse le domaine antiphase de α_2-Ti_3Al, l'axe c de lamelle γ tournera de 90°, et le domaine est alors formé. Mais, les résultats expérimentaux montrent que ce type de domaine peut se produire lorsque la phase γ est transformée à partir de la phase désordre α . Donc, Denquin et al. [52] proposent que la lamelle γ sont formées tout d'abord par la lamelle ayant une structure f.c.c, puis se forme la lamelle γ par une transition ordre-désordre. Au cours de cette transition, différents domaines peuvent être formés, cela conduit à former le domaine antiphase à 120°. Le mécanisme de la formation de domaine antiphase à 120° reste donc à préciser.

1.2.5. Influence des microstructures de l'alliage à base de TiAl sur les propriétés mécaniques

Pour les alliages biphasés à base de TiAl, les propriétés mécaniques (par exemple : résistance à la traction, ductilité, ténacité, résistance au fluage, vitesse de propagation de fissure en fatigue etc.) dépendent fortement de la composition de l'alliage, de la microstructure finale, des modes de déformation dans chacune des phases (γ et α_2) et des transferts de glissement possible entre ces deux phases etc.

1.2.5.1. Les propriétés mécaniques en traction

La figure 1.7 montre l'influence de la microstructure sur les propriétés mécaniques, dans lesquelles sont tracées les courbes contrainte-déformation extraites de l'étude de Kim [53]. On peut constater dans cette figure que :

La microstructure presque γ (courbe D) présente une limite d'élasticité modeste et une bonne ductilité par rapport à la microstructure totalement lamellaire (courbes A, B, C). Mais les études précédentes ont montré que les propriétés mécaniques de cette microstructure (résistance à haute température, ténacité, et tenue au fluage etc.) ne sont pas suffisantes, on ne s'intéresse pas beaucoup à ce type de microstructure.

La microstructure duplex (courbe E) présente la meilleure ductilité alliée à une résistance convenable, celles-ci sont dues à la microstructure fine obtenue par la croissance compétitive entre les grains gamma et les grains α à la température de recuit. Les études des modes de déformation au sein des deux phases γ et α_2 ont montré qu'une mobilité suffisante de dislocations se produit dans la phase γ mais pas dans la phase α_2 [54]. D'ailleurs, la morphologie de la phase α_2 formée par différents traitements thermiques a une grande influence sur les propriétés en traction [55].

La microstructure totalement lamellaire (courbes A, B, C) a une faible résistance à la traction et une faible ductilité, ceci est dû à la grosse taille des grains, au manque de systèmes de glissement de dislocations, à la mobilité insuffisante de maclage et à la rupture

interlamellaire etc. Ces propriétés peuvent être améliorées en diminuant la taille des grains [54]. Donc, la combinaison des traitements thermomécaniques et thermiques s'avère très favorable pour améliorer les propriétés de la microstructure totalement lamellaire en traction. Pour les alliages à microstructure totalement lamellaire, leurs propriétés en traction sont influencées au moins par les facteurs ci-après: (1) espacement interlamellaire (lamelles γ et α_2); (2) taille de domaine ordonné au sein de lamelles ; (3) fraction volumique de lamelles α_2, leur distribution et épaisseur ; (4) taille moyenne de grains de la microstructure etc.

Kim et Dimiduk et al. [56] ont obtenu la microstructure totalement lamellaire ayant une taille des grains comprise entre 20-30µm en utilisant des traitements thermomécaniques et thermiques. Il est à noter que l'allongement en traction de cette microstructure fine atteint 4,7% à la température ambiante, ce qui est supérieur à celui de la microstructure duplex conventionnelle, et sa résistance à la traction à la température ambiante est supérieure à 1000MPa. Ces résultats montrent que, avec l'affinement de la microstructure, l'alliage avec une microstructure totalement lamellaire présente non seulement un meilleur compromis des propriétés mécaniques, mais également de bonne ductilité à la température ambiante. Le concept avec lequel on pense qu'il n'y a que la microstructure duplex qui possède une bonne ductilité devrait être abandonné.

La limite d'élasticité de la microstructure totalement lamellaire est influencée par la taille des grains D, la relation entre eux correspond approximativement à la relation Hall-Petch, soit : $\sigma_y=\sigma_0+k_yD^{-1/2}$. Mais, les études récentes montrent que la limite d'élasticité de la microstructure totalement lamellaire est contrôlée non seulement par la taille des grains, mais surtout par l'espacement interlamelllaire [57]. La relation entre la limite d'élasticité de l'alliage et l'espacement interlamellaire λ correspond également à la relation Hall-Petch, soit : $\sigma_y=\sigma_0+k'_y\lambda^{-1/2}$.

Pour les alliages TiAl polycristallins, Dimiduk [58] a proposé un modèle pour prévoir la limite d'élasticité de l'alliage à la microstructure totalement lamellaire en se basant sur la théorie de l'empilement de dislocations. Il a trouvé que le mouvement de dislocations dans la microstructure totalement lamellaire est principalement empêché par trois types d'obstacles : joint des grains, domaine ordonné dans les lamelles et interface des lamelles. Ces obstacles sont suffisants pour conduire à l'empilement de dislocations, et entraînent le durcissement de l'alliage. Mais les effets de ces trois types d'obstacles ne sont pas les mêmes. En synthétisant leurs effets, il a développé un modèle convenable pour prévoir la limite d'élasticité de l'alliage à microstructure totalement lamellaire :

$$s_y = M\{t_0+[4t^*_2 mb/a\,p\,l(D)]^{1/2}+[(-n)p\,t^*_3 mb/2(1-n)D]^{1/2}\}$$

où M est le facteur de Taylor, τ_0 est le cisaillement nécessaire pour traverser une lamelle pour une dislocation, τ^*_2 est la concentration de contraintes générées par des dislocations en avance, μ est le module de cisaillement, $\lambda(D)$ signifie que λ est la fonction de la taille des grains D, et τ^*_3 est la résistance de joints des grains au mouvement de dislocations.

Dans cet article [58], Dimiduk a trouvé que l'effet du durcissement de l'alliage dépend principalement de l'affinement de lamelles, mais pas de l'affinement de grains. Ce modèle estime convenablement les influences de l'espacement interlamellaire et de la taille des grains sur la limite d'élasticité. Mais ce modèle se base sur l'empilement de dislocations continues,

sans compter les dislocations discontinues, les contraintes de liaison entre les lamelles et l'influence de la fraction volumique de la phase α_2 sur la résistance. Il a donc une certaine limite. De plus, ce modèle suppose que l'espacement interlamellaire et la taille des grains sont liées à la relation suivante : $D=a\lambda^2$ (a=1,0~3,3). Ceci reste à confirmer.

La taille des grains de la microstructure duplex est beaucoup moins importante que celle de la microstructure totalement lamellaire, c'est une des causes principales de son allongement relativement important en traction. Mais ses propriétés en traction dépendent fortement de la fraction volumique des grains lamellaires, la relation entre eux demeure imprécis.

Quant à la microstructure presque lamellaire, elle présente une forte résistance à la traction et une ductilité convenable. L'étude précédente a montré que la microstructure presque lamellaire dont la taille des grains est de 100 µm environ présente une combinaison optimale de résistance à la traction (presque 700 MPa) et une ductilité supérieure à 2,0%.

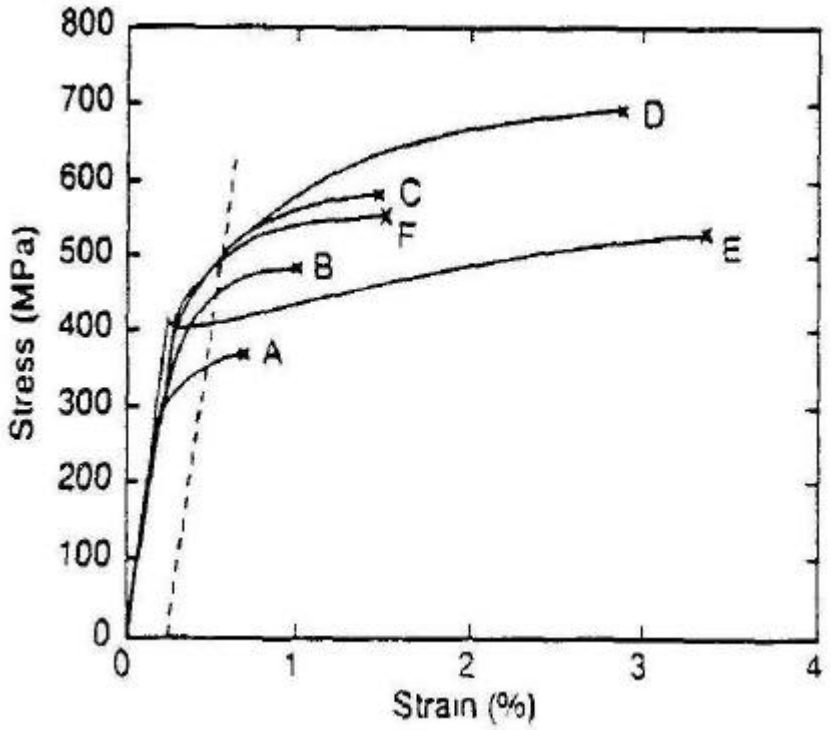


Figure 1.7 Propriétés de traction à la température ambiante de différentes microstructures d'un alliage biphasé Ti-47Al-1Cr-1V-2,5Nb, pour différentes conditions de traitement thermique [53]. Les traitement A, B, et C induisent une microstructure totalement lamellaire avec une décroissance de la taille des grains, D est la courbe pour une microstructure presque lamellaire. E et F sont pour des microstructures duplex avec différentes fractions volumiques de grains lamellaires. La droite en pointillé représente une déformation à 0.2%.

Pour des alliages TiAl polycristallins, la morphologie des joints de grains a également une grande influence sur les propriétés mécaniques. L'amélioration de la ductilité et de la résistance de l'alliage pourrait être réalisée selon plusieurs pistes : l'affinement des grains, et

l'affinement de l'espacement interlamellaire, associée au contrôle de la fraction volumique de la phase α_2 (3-15%v.) etc.

1.2.5.2. Ténacité et méthodes d'augmentation de la ténacité de l'alliage TiAl

1.2.5.2.1. La ténacité de l'alliage à base de TiAl

La ténacité à la rupture de l'alliage à base de TiAl a une relation inverse avec les propriétés en traction. La ténacité de la microstructure duplex à grains fins est comprise entre 10 et 16MPam$^{1/2}$, mais celle de la microstructure totalement lamellaire est comprise entre 20-35MPam$^{1/2}$ [59]. La figure 1.8 montre la relation entre la ténacité et la microstructure.

La faible ténacité de la microstructure duplex est attribuée au manque de ligaments pontant [61]. L'augmentation de la fraction volumique des grains lamellaires et de la taille des grains pourraient conduire à l'augmentation de la ténacité. Dans un certain cadre, la ténacité de l'alliage à base de TiAl augmente avec la taille des grains. La forte ténacité de la microstructure totalement lamellaire est attribuée à la forte anisotropie des interfaces et à la géométrie des grains lamellaires. L'espacement interlamellaire pourrait également influencer la ténacité de la microstructure totalement lamellaire . Les effets combinés de la taille des grains et de l'espacement interlamellaire ne sont pas déterminés.

L'effet de lamelles α_2 sur la ténacité de l'alliage est claire [62]. Les lamelles fines de α_2 sont la phase "ductile" dans la microstructure totalement lamellaire, elles conduisent à la ductilisation de l'alliage. Par contre, les particules α_2 dans les microstructures presque gamma et duplex sont la phase fragile, leurs effets dans ces trois microstructures sur la ténacité sont différents [63].

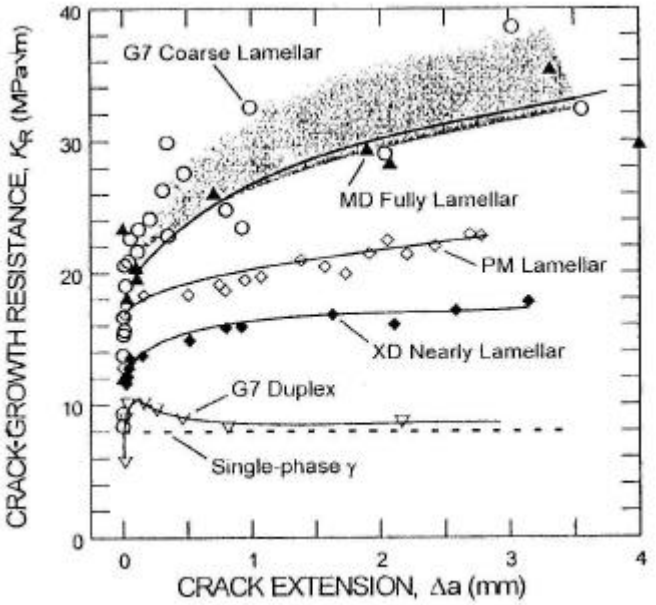


Figure 1.8 Relation entre la ténacité de l'alliage et la microstructure [60]

Les paramètres de microstructure ont des effets clairement différents sur la ténacité et la ductilité de l'alliage à microstructure lamellaire. La microstructure totalement lamellaire à grains fins présente un bon allongement en traction et une basse vitesse de propagation de fissure en fatigue, mais sa ténacité est faible. Par contre, la microstructure totalement lamellaire à gros grains présente une faible ductilité en traction et une haute vitesse de propagation de fissures en fatigue, mais sa ténacité est forte [64]. Cette différence est peut-être attribuée aux plusieurs facteurs par lesquels les propriétés mécaniques de la microstructure totalement lamellaire sont influencées, et la forte anisotropie est une des caractéristiques les plus remarquables pour la microstructure totalement lamellaire. A la température ambiante, les modes caractéristiques de rupture de la microstructure totalement lamellaire sont : ségrégation de lamelles, rupture translamellaires, et rupture en marche (en anglais : stepwise). Cela dépend de l'angle entre le plan de fissure, l'orientation des lamelles et l'axe de sollicitation extérieure. Au cours de la propagation de fissures, la microstructure lamellaire a une grande résistance à cette propagation, la courbe k-résistance s'élève clairement [65]. Avec l'augmentation de la température, le mode de rupture ne change guère. Pour des températures allant de 250°C à 800°C, la rupture est caractérisée par clivage trans-lamellaire et ségrégation interlamellaire. Pour la microstructure presque lamellaire, la rupture intergranulaire apparaît à cause des grains γ aux joints des grains lamellaires [66]. A 900°C, la recristallisation apparaît au sein des grains lamellaires. Avec l'augmentation de la température, la ténacité de la microstructure lamellaire s'accroît, l'amplitude d'augmentation dépend de sa microstructure, de la teneur en aluminium et du procédé de fabrication etc. Au-delà de 900°C, sa ténacité décroît [67].

D'après les analyses précédentes [68], la raison fondamentale conduisant à la relation inverse entre ductilité et ténacité de la microstructure lamellaire est due à la forte anisotropie existant dans cette microstructure, ce qui conduit à l'hétérogénéité de la ductilité entre une partie de l'agrégat et son ensemble. L'alliage TiAl à microstructure totalement lamellaire a une meilleure ténacité par rapport aux autres microstructures. Le mécanisme de rupture et de ductilisation reste à bien étudier pour rendre l'alliage TiAl plus ductile [69].

Par observation in situ de traces de fissures au cours de leur germination et de leur propagation, on peut étudier la caractéristique de rupture de la microstructure lamellaire. Dans la zone autour des pointes de fissure et des ligaments pontants, il apparaît plusieurs microfissures, et de grande déformation. Les fissures tendent à germer et à se propager le long de la bande de glissement. D'après l'analyse et les calculs, la ténacité K_{IC} et la courbe k-résistance sont liées à la taille de la zone plastique autour de la pointe de fissure, et la déformation dans la zone plastique autour de pointe de fissure dans la microstructure totalement lamellaire peut atteindre de 20%, mais celle de la microstructure duplex est seulement de 3% [70]. Il est évident que la mobilité de dislocations autour de la pointe de fissure devient active lorsque la microstructure a été transformé en microstructure lamellaire de γ/α_2. K. S. Chan et Kim [71] ont constaté que les fissures dans la microstructure lamellaire

sont liées au glissement de dislocations, et la ségrégation des bandes de glissement conduit à la rupture le long de l'interface et à la rupture translamellaire [72].

1.2.5.2.2. Amélioration de la ténacité de l'alliage à base de TiAl

Pour les alliages biphasés à base de TiAl, les mécanismes de ductilisation peuvent être divisés en deux types : mécanisme intrinsèque et mécanisme extrinsèque. Le mécanisme intrinsèque est réalisé par élément d'addition et par phase ductile. Le mécanisme extrinsèque est réalisé par pontage, ligament et par microfissures.

S'il existe des phases ductiles aux joints de grains ou aux interfaces de lamelles, ces phases peuvent atténuer la concentration de contraintes et accommoder l'incompatibilité de déformation entre les grains ou entre les lamelles, des fissures prématurés peuvent être retardée, la ténacité de l'alliage serait donc améliorée. Par exemple, dans la microstructure lamellaire, les lamelles α_2 jouent ce rôle [73].

Par l'addition de certains éléments, la microstructure et le mode de liaison entre des atomes peuvent être changés. Cela facilite le glissement et la transmission de dislocations, la ténacité peut donc être améliorée.

Par l'introduction de particules ductiles ou de lamelles ductiles, des fissures seraient séparées. Par ces phases ductiles, le facteur de concentration de contraintes à l'avant de la pointe de fissure principale peut être diminué. Pour faire propager les fissures ou provoquer la rupture de pontages, il faut augmenter la sollicitation extérieure. La ténacité est donc améliorée.

Lorsque la fissure principale dévie au cours de sa propagation, les orientations de propagation et les plans de fissure dans les grains différents ne sont pas les mêmes, et les fissures sont séparées par des ligaments. Avant la rupture, il faut faire rompre ces ligaments, ce qui demande une sollicitation extérieure plus importante, la ténacité est donc améliorée. La rupture de ligament est généralement entraînée sous la contrainte du cisaillement, le faciès de rupture rompue par ce mode est grossière. La microstructure lamellaire appartient à ce type de mécanisme de ductilisation .

Il existe beaucoup de travaux sur la ductilisation de la microstructure lamellaire. La plupart de ces travaux attribuent la forte ténacité de la microstructure lamellaire aux mécanismes extrinsèques et intrinsèques [74]. Il est prouvé qu'une des causes intrinsèques principales qui conduit à la forte ténacité des microstructures lamellaires est le glissement à l'interface de lamelles, soit l'anisotropie de déformation. En revanche, le mécanisme extrinsèque est plus complexe. K. S. Chan [75] a constaté que le mécanisme extrinsèque de ductilisation de la microstructure totalement lamellaire est principalement lié au ligament. Il a récemment mesuré le champ de contraintes autour des pointes de fissures, et comparé avec le champ de déformation dans la condition de contraintes planes en utilisant la théorie HRR [76]. Il a constaté que le facteur de concentration de contraintes autour de pointes de fissures occupait seulement une partie du chargement extérieure, l'autre partie est cachée par des ligaments de cisaillement. Mais Davidon et al. [77] ont constaté la propagation de fissures pendant le fatigue, et trouvé que le mécanisme de ligament avait sa limite, il ne peut que apparaître lorsque l'orientation de propagation de fissures est parallèle à l'interface de

lamelle. Il est donc nécessaire d'étudier de façon approfondie le mécanisme de ductilisation de la microstructure lamellaire.

Pour la ténacité de la microstructure totalement lamellaire, les études précédentes montrent que, lorsque la taille des grains est inférieure à 600µm, la ténacité augmente avec l'augmentation de la taille des grains ; elle présente une valeur maximale lorsque la taille des grains est près de 600µm, et après, elle diminue avec la taille des grains [78]. Pour la taille des grains inférieure à 600µm, la ténacité et la taille des grains de la microstructure totalement lamellaire sont liées par la relation suivante :

$$K_{IC}=K_m\{(1-n_1)+G_1(l/D)[l-((L/l)\tan f]\}^{1/2}$$

où K_m est la ténacité de la matrice (phase γ), n_1 et **l** sont respectivement la fraction volumique et la longueur de ligaments, G_1 est le facteur lié à la rupture, **L** est la longueur de fissure, et f est l'angle de la flexion de fissure par rapport à l'orientation des lamelles. Selon ce modèle, la longueur de ligament **l** est le facteur principal qui influence directement la ténacité K_{IC} de l'alliage, et **l** augmente avec la taille des grains, la ténacité de l'alliage K_{IC} augmente donc avec **l**. Il y a des résultats qui correspondent à ceux obtenus par ce modèle, et il existe également beaucoup d'explications sur le phénomène anomal de la ténacité de l'alliage TiAl à microstructure totalement lamellaire lorsque la taille des grains est supérieure à 600µm, mais l'explication convenable reste à être précisée. K. S. Chan [79] a trouvé que lorsque la taille des grains est supérieure à 600µm, la ténacité varie quand même avec le ligament de cisaillement, mais dans ce cas-là, l'effet de ligament est contrôlé principalement par l'espacement interlamellaire. L'espacement plus faible empêche les fissures secondaires de traverser les lamelles, cela rend difficile de lier la fissure principale aux fissures secondaires, le ligament formé est donc plus long et l'effet de ductilisation est plus important. Par contre, un espacement plus important facilite la traversée des lamelles par des fissures secondaires et facilite la liaison des fissures secondaires à la fissure principale ; le ligament formé est relativement court, et l'effet de ductilisation devient faible.

1.2.5.3 Tenue au fluage de l'alliage à base de TiAl

Les études existantes montrent que la résistance au fluage augmente avec l'augmentation de la fraction volumique des grains lamellaires, et la microstructure totalement lamellaire présente une meilleure résistance au fluage [80].

L'alliage TiAl à microstructure totalement lamellaire présente une grande déformation initiale, ceci est probablement dû à l'interface de lamelles et à une haute densité de dislocations initiales. Les études existantes montrent que la déformation initiale pendant le fluage augmente clairement avec l'augmentation de la fraction volumique de grains lamellaires [81].

Pendant le fluage stationnaire, le facteur de concentration de contraintes de la microstructure totalement lamellaire et de la microstructure presque lamellaire est comprise entre 3~7 ; l'énergie d'activation de fluage est de 300kj/mol, le fluage est contrôlé principalement par le mécanisme de montée de dislocations [82]. Les alliages à base de TiAl possèdent une grande force de Peierls-Nabarro et un grand durcissement d'interface par

rapport aux autres alliages, leur facteur de concentration de contraintes est donc plus grand. Pour un alliage conventionnel, lorsque le facteur de concentration de contrainte est de 4,5, le fluage sera contrôlé par le mécanisme de montée de dislocations, et quand le facteur de concentration de contrainte est supérieur à 4,5, le fluage est contrôlé par le glissement de dislocations [83].

L'influence de la taille des grains de microstructure lamellaire sur le fluage reste à préciser. Dans les conditions de 760°C, 276MPa et 850°C, 250MPa, lorsque la taille des grains est comprise entre 210µm~1200µm, la vitesse minimale du fluage n'est pas liée à la taille des grains, ce qui peut être expliqué par le fait que le mécanisme contrôlant la vitesse de fluage est la montée de dislocations [84]. La microstructure totalement lamellaire possède une meilleure propriété en fluage, ce qui est attribué à la structure ayant de nombreux interfaces de lamelles. L'interface de lamelles peut empêcher efficacement le glissement de dislocations et l'activité de macles. L'espacement interlamellaire plus faible peut diminuer la distance de glissement de dislocations, la tenue au fluage est donc améliorée. On peut constater dans la microstructure après fluage qu'il existe beaucoup d'empilements de dislocations aux interfaces de lamelles, l'effet d'empêchement de l'interface de lamelles sur le glissement de dislocations est donc prouvé. D'ailleurs, l'interface de lamelles a un effet d'épinglage sur le glissement de dislocations.

Une caractéristique très remarquable de la microstructure totalement lamellaire est la forte anisotropie. Par des études sur un alliage PST (cristaux maclés polysynthétiquement de TiAl ; en anglais : polysynthetically twinned crystal), on trouve que l'orientation de lamelles par rapport à l'axe de sollicitation extérieure a une grande influence sur le fluage de l'alliage. Les sous-structures après fluage sont très hétérogène, et varient avec l'orientation des lamelles. Le haut facteur de concentration de contraintes apparaissant au cours du fluage est probablement lié à cette hétérogénéité [85].

La taille des grains de la microstructure totalement lamellaire présente une influence remarquable sur le fluage tertiaire. La microstructure à gros grain présente une fluage tertiaire très court sur la courbe de fluage, ce qui peut être expliqué par l'incompatibilité de déformation engendrée aux joints de grains dans lesquels les orientations souples et rigides de lamelles ont des influences différentes sur le fluage. Cette incompatibilité produit une concentration de contrainte qui fait amorcer et propager des fissures aux joints de grains ou aux interfaces de lamelles. Lorsque l'alliage possède une grande taille des grains, la fissure peut atteindre la longueur critique avant de rencontrer l'obstacle, et conduire rapidement à la rupture. Par contre, lorsque la taille des grains est inférieure à 200µm, la fissure existant aux joints de grains ou aux interfaces de lamelles est empêchée par l'obstacle avant d'atteindre la longueur critique, et ne peut pas se propager. Donc le fluage tertiaire présente une longue étape dans la courbe de fluage [86].

1.2.6. Mécanisme de déformation et de plastification de l'alliage à base de TiAl

La connaissance approfondie du mécanisme de déformation des l'alliages à base de TiAl est la nécessité pour améliorer leur ductilité à la température ambiante. Elle nécessite donc beaucoup d'attention.

1.2.6.1. Mécanisme de déformation de l'alliage à base de TiAl

Comme pour les autres composés intermétalliques, la déformation plastique de l'alliage à base de TiAl possède des caractéristiques différentes par rapport aux alliages conventionnels. Parmi ces caractéristiques par exemple : faible ductilité à la température ambiante, forte dépendance de la limite d'élasticité de la température et de la direction d'orientation cristallographique etc. Ces phénomènes sont liés au glissement de dislocation et aux modes de déformation dans chaque constituant de l'alliage. la figure 1.9(a) montre les vecteurs de Burgeurs possibles dans la phase γ. En raison de la structure ordonnée tétragonale à face centrée de type $L1_0$, la symétrie de la phase γ est moins importante que celle de la structure cubique. Donc, à part les dislocations ordinaires $<100>$ et $\frac{1}{2}<110>$, il existe encore les superdislocations <011> et $\frac{1}{2}<11\overline{2}>$. Parmi ces dislocations, les dislocations $\frac{1}{2}$<110>, $\frac{1}{2}<11\overline{2}>$ et <011> glissent sur le plan compacte (111) et participent à la déformation [87]. La dislocation $<100>$ n'existe qu'à haute température. A noter que la macle $\frac{1}{6}<11\overline{2}>\{111\}$ est également très importante pour la déformation plastique de l'alliage. Comme illustré dans la figure 1.9(b), parmi les trois dislocations de Shockley sur le plan (111), il n'y a que $\frac{1}{6}<11\overline{2}>$ qui n'entraîne pas le changement de la structure $L1_0$, et conduit à la macle. Au contraire, $\frac{1}{6}<\overline{2}11>\{111\}$ et $\frac{1}{6}<1\overline{2}1>\{111\}$ changeront la structure $L1_0$ et conduiront au domaine antiphase, ces dislocations sont donc épinglées. On peut déduire que $\frac{1}{6}<11\overline{2}>\{111\}$ est le seul vecteur de dislocation qui puisse entraîner des macles [88].

Pour diminuer l'énergie et augmenter la stabilité, les dislocations ordinaires et les superdislocations tendent à former des cœurs de dislocation. Elles dissocient et forment des défauts d'empilement. En raison de la structure tétragonale de type $L1_0$ de la phase γ, trois types de défauts d'empilement se forment sur le plan {111}: (1) défaut d'empilement intrinsèque (SISF : Superlattice Intrinsic Stacking Fault) ; (2) domaine antiphase (APB : Antiphase Boundaries), et (3) défaut d'empilement complexe (CSF : Complex Stacking Fault). Ces défauts ont une grande influence sur la déformation plastique de l'alliage, et sont une des causes principales de la fragilité des alliages [90].

Les études récentes montrent que le glissement de dislocation $\frac{1}{2}<110>$ et la déformation par la macle $\frac{1}{6}<11\overline{2}>\{111\}$ sont les modes principaux de déformation plastique de l'alliage biphasé à base de TiAl à la température ambiante. Au-dessous de 600°C, la superdislocation $[011]$ dissocie en dipôles de dislocation $\frac{1}{6}<112>$. Ces dipôles épinglent la superdislocation $[011]$, ce qui rend la superdislocation difficile à glisser. Au-dessus de 600°C, l'épinglage disparaît progressivement, et au-dessus de 800°C, l'épinglage disparaît complètement, la superdislocation [011] et $\frac{1}{6}<11\overline{2}>\{111\}$ deviennent actives et la ductilité de l'alliage augmente significativement [91].

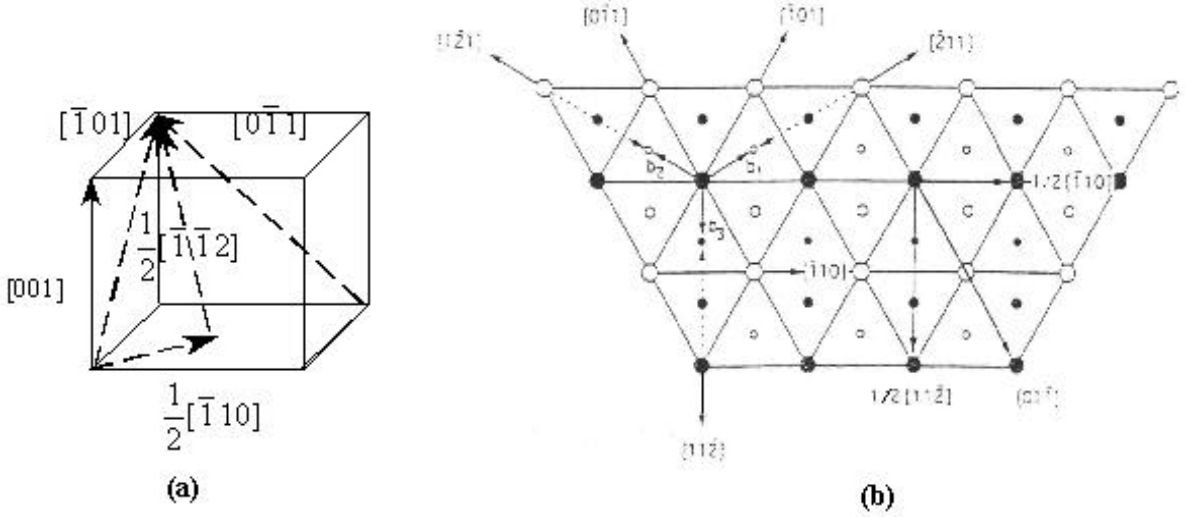


Figure 1.9 Dislocations dans la phase γ (a) Vecteurs de Burgers dans la phase γ (b)Vecteurs de Burgers sur le plan (111) dans la phase γ [89].

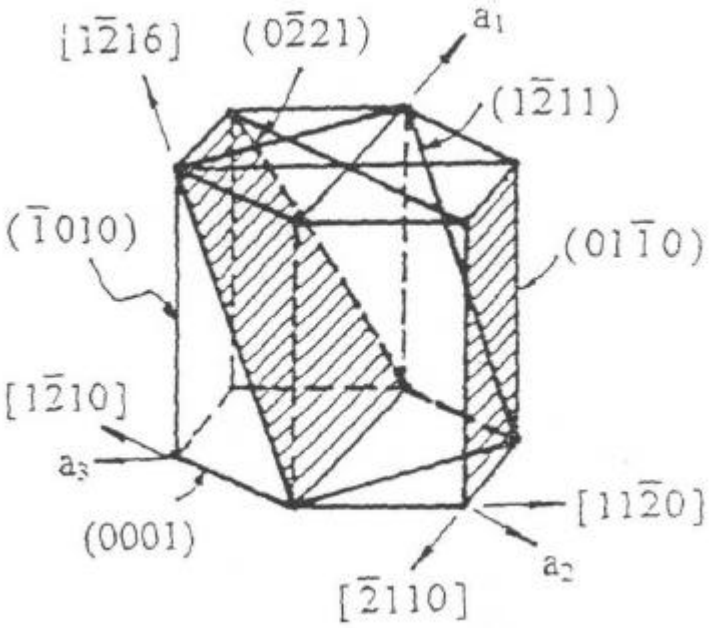


Figure 1.10 Les systèmes possibles dans la sur-structure hexagonale $D0_{19}$ de la phase α_2-Ti_3Al

En ce qui concerne la phase α_2, sa ductilité est très faible à basses températures. L'absence de glissement de vecteurs de Burgers dans l'axe <c> et la faible mobilité des dislocations <c+a> engendrent des concentrations de contraintes aux joints de grains qui conduisent à une rupture prématurée. De plus, la déformation par maclage n'est pas possible,

car elle entraîne un désordre incompatible avec la structure α_2 de Ti_3Al. C'est pourquoi ce mode de déformation n'est pas observé.

La figure 1.10 montre les systèmes de glissement possibles dans la structure $D0_{19}$. En raison du mode de dissociation sur le plan basal, il sera relativement difficile de glisser sur ce plan, des autre systèmes de glissement sont donc activés. Dans la structure $D0_{19}$ ordonnée, à part le plan basal, les autres plans de glissement tels que {1010}, {1011} et {1012} etc. peuvent participer à la déformation, la ductilité est donc significativement améliorée [92].

1.2.6.2. Méthode d'amélioration de la ductilité de l'alliage à base de TiAl

Pour dérouler la déformation plastique dans les alliages polycristallins, il faut déclencher en même temps au moins cinq systèmes de glissement indépendants au sein d'un grain, la déformation peut donc être compatible avec les grains voisins. A la température ambiante, en raison de la difficulté de déclenchement et de transmission de dislocations, beaucoup de dislocations sont empilées aux joints de grains, et la réaction se produit entre les dislocations. La concentration de contrainte est donc générée et cela peut entraîner des fissures. Cela conduit à la rupture fragile.

La déformation plastique de l'alliage est liée non seulement à la morphologie des dislocations, mais aussi au mode de sollicitation et à la température de déformation. Par exemple, la sollicitation en compression et la sollicitation en traction conduisent à des croissances différentes de fissures. La pièce sous sollicitation en compression montre une meilleure ductilité.

En analysant le mécanisme de déformation des alliages à base de TiAl, on trouve que tous les facteurs qui influencent le mécanisme de déformation influencent également leur ductilité. Ces facteurs sont généralement les suivants : la structure cristalline et la liaison atomique telles que paramètres cristallins, volume de maille, mode de liaison, énergie de défaut d'empilement etc., ainsi que la microstructure : telles que fractions volumiques des grains α_2, γ et de grains lamellaires, espacement interlamellaire des phases γ et α_2 , taille de grains et morphologie de joints etc.

Actuellement, les méthodes les plus utilisées pour améliorer la ductilité de l'alliage à base de TiAl sont : (1) abaisser la tétragonalité de maille de la phase γ (soit diminuer le rapport c/a). (2) diminuer le volume de maille de la phase γ. (3) optimiser la composition de l'alliage , diminuer la teneur en Al, rendre la liaison covalente plus faible, et diminuer l'anisotropie de la force de Peierls-Nabarro. (4) Par l' addition, par exemple de manganèse, de niobium, de chrome, de bore etc., diminuer l'énergie de défaut d'empilement et l'énergie de domaine antiphase pour activer le système de déformation par maclage. (5) contrôler la teneur

d'impureté interstitielle, surtout la teneur en oxygène. (6) affiner la taille des grains. (7) contrôler le rapport γ/α_2 et le rapport grains lamellaires/grains γ et les fractions volumiques de chaque constituant, contrôler l'espacement interlamellaire des phases γ et α_2, et la morphologie de joints de grains, afin de faciliter le déclenchement et la transmission de dislocations. (8) utiliser de nouveaux procédés thermomécaniques par exemple : forgeage à chaud, extrusion à chaud pour optimiser la microstructure etc.

1.3. Les contraintes résiduelles dans l'alliage à base de TiAl

Les contraintes résiduelles sont habituellement définies comme celles existant dans une pièce au repos, en absence de chargement appliqué. Les contraintes résiduelles sont liées à des déformations créées par les incompatibilités entre les grains, les cristallites ou les phases du même matériau. Elles peuvent être générées lors de l'élaboration durant la solidification, la mise en forme, l'usinage, l'assemblage,… etc., ou par sollicitation mécanique, thermique ou chimique, etc.

Les contraintes résiduelles ont une grande influence sur les comportements du matériau. La présence de contraintes résiduelles peut entraîner la concentration de contrainte qui se superposent sur le chargement extérieur. Elles influencent alors la résistance, la ductilité, le fluage, et la ténacité etc. du matériau. La concentration de contrainte engendrée par les contraintes résiduelles peut conduire à des microfissures, cela influence les propriétés anti-corrosion, en fatigue et la ténacité à rupture du matériau.

Comme expliqué précédemment, la plupart des alliages à base de TiAl que l'on étudie actuellement sont des alliages biphasés contenant des phases γ et α_2. A cause de la structure tétragonale de la phase γ et de la structure hexagonale de la phase α_2, il existe des différences de paramètres de mailles (misfit) entre ces deux phases. De plus, de grandes différences des systèmes de glissement et de mobilité de dislocations entre la phase γ et la phase α_2 peuvent entraîner des propriétés différentes. D'ailleurs, les propriétés mécaniques de ces deux phases sont différentes. Sous l'effet de sollicitation extérieure, les activités entraînées sont différentes, des déformations sont hétérogènes, et une incompatibilité de déformation aux joints de grains ou aux interfaces de lamelles peut être engendrée. Tous ces phénomènes peuvent engendrer, en plus des contraintes résiduelles générées par les procédés de fabrication et de traitement thermique, des contraintes résiduelles, ce qui conduit à une concentration de contraintes locales et non-uniformes et à un phénomène de fragilisation du matériau gênant pour l'utilisation des matériaux en question.

1.4. Objectif de ce travail et disposition de contenus

Actuellement, les études sur les alliages à base de TiAl se concentrent principalement sur l'amélioration de leurs propriétés mécaniques et sur les procédés de fabrication. Bien que les études fondamentales et les recherches sur les procédés industriels en vue de la réalisation

de pièces aient beaucoup progressé, ces études doivent être poursuivies pour que ces alliages deviennent réellement compétitifs. Les microstructures qu'on étudie le plus souvent sont les microstructures totalement lamellaire et duplex, mais comment contrôler les paramètres de la microstructure et les rendre reproductive, cela reste toujours délicat. Comme expliqué précédemment, la microstructure totalement lamellaire possède une forte ténacité, mais sa ductilité et sa résistance à la température ambiante sont insuffisantes ; il faut optimiser les paramètres de microstructure pour les améliorer. En ce qui concerne la microstructure duplex, malgré le fait que sa ténacité à rupture soit moins forte que celle de la microstructure totalement lamellaire, mais sa ductilité et sa résistance à la traction sont attractives, et sa ténacité peut être améliorée par augmentation de la fraction volumique de grains lamellaires et par contrôle des autres paramètres de microstructure. Par conséquent, la microstructure duplex serait mise en œuvre si sa ténacité pouvait être améliorée autant qu'il est demandée.

Dans cette thèse, trois parties seront abordées : dans la première partie, nous avons choisi l'alliage de composition Ti-48Al-2Cr-2Nb pour étudier les relation entre les microstructures et les propriétés mécaniques. Tout d'abord, nous utiliserons les traitements thermiques spéciaux à partir de l'état fondu de l'alliage, pour obtenir les microstructures totalement lamellaires ayant de différentes tailles de grains et différents espacements interlamellaires. Les propriétés mécaniques telles que la résistance et la ténacité à la température ambiante, et surtout les mécanismes de rupture seront étudiées. Puis, par traitement thermomécanique et traitement thermique, les microstructures duplex à grain fin ayant des différentes fractions volumiques de grains lamellaires seront obtenues, Les propriétés mécaniques telles que la limite d'élasticité en traction, la ténacité à la rupture et la ductilité en traction à la température ambiante seront étudiées. A partir ces études, nous établirons des relations complètes entre la microstructure et les propriétés mécaniques de l'alliage étudié, et discuterons les causes de la faible ductilité de l'alliage à la température ambiante.

Dans la deuxième partie, nous étudierons les contraintes résiduelles dans l'alliage à base de TiAl. Tout d'abord, les fractions volumiques de la phase γ et α_2 seront déterminées par la technique de diffraction des rayons X, puis les constantes d'élasticité radiocristallographique (CER) de ces deux phases de plans étudiés seront mesurées en utilisant les méthodes de difffraction des rayons X sous chargement uniaxial extérieur, et nous étudierons la relation entre les CER obtenue et les microstructures. Ensuite, les contraintes résiduelles dans les deux phases seront mesurées pour étudier les relations entre les contraintes résiduelles et les microstructures. Enfin, les contraintes internes dans chaque phase sous charge de traction uniaxiale seront mesurées, et leurs influences sur les propriétés mécaniques seront étudiées.

Dans la troisième partie, des modèles micromécaniques à base de modèles existants tels que modèle autocohérent, modèle Mori-Tanaka et théorie d'Eshelby seront appliqués pour prévoir les propriétés mécaniques de la microstructure duplex et de la microstructure

presque γ, et comparer avec les résultats obtenus par expérimentation. Les différences entre les résultats calculés et ceux prévenant d'expérimentation seront discutée. L'objectif de cette partie est d'établir les modèles par les passages micro-macro pour prévoir les propriétés mécaniques et fournir la direction pour concevoir la microstructure de l'alliage afin de satisfaire les besoins industrielles.

1.5. Conclusion

L'analyse bibliographique développée dans ce chapitre a permis de montrer que les alliages à base de TiAl présentent des propriétés plus attrayantes aux points de vue de la stabilité à haute température, propriétés mécaniques spécifiques, résistance à l'environnement et au déclenchement du ″feu titane″. Les nombreuse études menées sur les alliages à base de TiAl ont conduit à optimiser les compositions des alliages, à étudier leur tenue à l'oxydation, à faire le lien entre microstructures et propriétés mécaniques et mode de déformation. Les résultats principaux sont rappelés ci-dessous :

Des microstructures très variées peuvent être générées dans les alliages à base de TiAl. Le contrôle de la microstructure nécessite une sélection judicieuse des éléments d'addition à incorporer ainsi que la connaissance de la cinétique d'évolution des microstructure. Dans les alliage TiAl, l'addition d'éléments interstitiels tels que Si, C, B, N, O est particulièrement bénéfique. Par l'addition de quelques pourcentages de Nb, Cr, Mn etc., la ductilité de l'alliage peut être améliorer significativement. La taille de grains peut être contrôlée en ajoutant les éléments ou en utilisant les traitements thermiques. Les procédés thermomécaniques constituent un moyen très efficace pour affiner et modifier la microstructure ou atténuer la texture de solidification. L'affinement de la microstructure confère à l'alliage une bonne ductilité.

L'obstacle majeur à l'emploi des alliages à base de TiAl en pratique est sa faible ductilité à la température ambiante. Parmi les quatre types de microstructure obtenues, la microstructure presque gamma présente une limite d'élasticité modeste et une bonne ductilité par rapport à la microstructure totalement lamellaire, mais sa résistance à haute température, sa ténacité, et sa tenue au fluage etc. ne sont pas suffisantes. Donc les microstructures qu'on étudie les plus souvent sont la microstructure duplex et la microstructure totalement lamellaire.

La microstructure duplex présente une meilleure ductilité alliée à une résistance raisonnable, mais sa ténacité est relativement faible. En revanche, la microstructure totalement lamellaire présente une faible résistance à la traction et une faible ductilité, mais sa ténacité est la meilleure.

Les propriétés mécaniques de l'alliage à base de TiAl dépendent fortement des paramètres de la microstructure, mais l'explication de ces influences restent délicats. Les propriétés de l'alliage présentent également une relation étroite avec les contraintes résiduelles. Donc, il est nécessaire d'étudier les contraintes résiduelles et leur distribution dans l'alliage, afin de trouver des solution pour améliorer les propriétés mécaniques pour que ces alliages deviennent réellement compétitifs.

Chapitre II Relation entre les Propriétés Mécaniques et les Microstructures de l'Alliage à base de TiAl

Comme pour les autres matériaux métalliques conventionnels, les comportements mécaniques des alliages à base de TiAl dépendent fortement de leurs microstructures. Les paramètres principaux de la microstructure de l'alliage TiAl sont : taille des grains, fractions volumiques des phases γ et α_2, proportion de fraction volumique entre grains lamellaires et grains γ, espacement interlamellaire, orientation de lamelle etc. La plupart des travaux déjà effectués ont étudié les influences synthétiques de ces facteurs sur les propriétés mécaniques de l'alliage, mais celles de facteurs individuels sur les propriétés mécaniques sont très peu abordées. Dans ce chapitre, nous étudierons les influences de certains facteurs sur les propriétés mécaniques de l'alliage lorsque les autres restent constants. Nous étudierons tout d'abord l'influence de la microstructure totalement lamellaire sur les comportements de l'alliage (limite d'élasticité, ténacité etc.), puis celle de la microstructure duplex. A partir de ces études, nous espérons avoir une meilleure compréhension de la relation entre la microstructure et les propriétés mécaniques de l'alliage à base de TiAl.

2.1. Relation entre la microstructure totalement lamellaire et les propriétés mécaniques de l'alliage à base de TiAl

2.1.1. Matériau utilisé

Le matériau utilisé dans cette étude est un alliage de composition Ti-48Al-2Cr-2Nb (at.%). Le lingot de cet alliage a été tout d'abord élaboré par la fusion à électrode consommable. La composition chimique de ce lingot est donnée dans le tableau 2-1 :

Tableau 2-1 Composition chimique de l'alliage Ti-48Al-2Cr-2Nb

élément	Ti	Al	Cr	Nb	O	N	C	H
at.%	bal.	47,6	2,1	1,96	580 (ppm)	65 (ppm)	120 (ppm)	21 (ppm)

La microstructure à l'état de fonderie est montrée dans la figure 2.1(a). On peut constater sur la micrographie que : la microstructure à l'état de fonderie est totalement lamellaire et hétérogène, la taille des grains est très grosse, l'espacement interlamellaire est faible, les joints de grains sont sous forme zigzaguée.

Afin de diminuer les retassures et pores, le lingot a été soumis à une compression isostatique à chaud à 1200°C pendant 3 heures sous une pression de 270MPa. La microstructure après la compression isostatique à chaud est montrée dans la figure 2.1(b). On peut constater des grains γ aux joints des grains lamellaires.

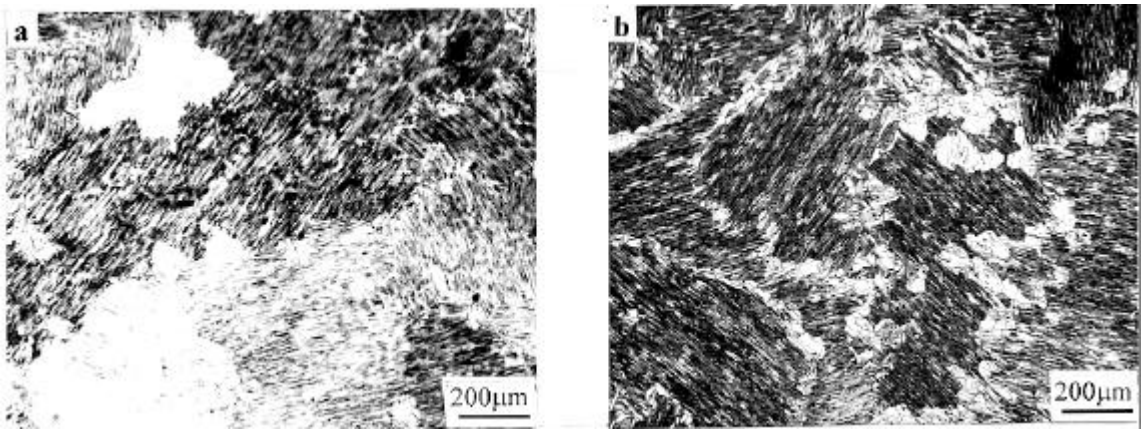


Figure 2.1 Microstructure initiale. (a) à l'état de fonderie, (b) après compression isostatique à chaud

2.1.2. Procédé de traitement thermique

Comme illustré dans la figure 2.1, la microstructure à l'état de fonderie est très grosse et hétérogène, ses propriétés mécaniques sont très mauvaises. Il est donc nécessaire d'affiner et d'homogénéiser la microstructure par traitement thermique pour améliorer ses propriétés mécaniques.

La microstructure totalement lamellaire à l'état de fonderie est très stable, il est difficile d'obtenir une microstructure à grain fin par traitement thermique conventionnel. Dans ce travail, un procédé particulier de traitement thermique a été utilisé pour obtenir des microstructures fines. Les paramètres principaux de traitement thermique à contrôler sont les suivants : température de chauffage, temps de maintien et vitesse de refroidissement etc.

Le traitement thermique utilisé dans cette étude est divisé en trois étapes. Le schéma du procédé est montré dans la figure 2.2.

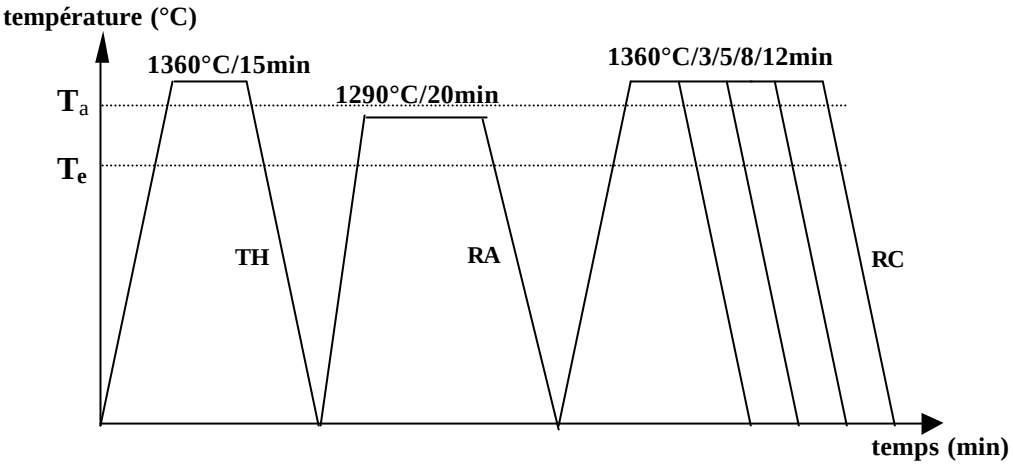


Figure 2.2 Schéma de procédé de traitement thermique (TH—Trempe à l'Huile, RA—Refroidissement à l'Air, RC—Refroidissement Contrôlé)

La figure 2.3(a) montre la microstructure obtenue après la première étape du procédé de traitement thermique. On peut constater que les joints de grains α formés dans le domaine monophasé existent encore, mais à l'intérieur des grains, la plupart de microstructures initiales sont transformées en microstructure γ en latte. Au sein de la microstructure γ en latte, il existe beaucoup de défauts cristallins telles que défauts d'empilement, macles, dislocations, domaines ordonnés etc., et chaque grain contient beaucoup de sur-structure. La microstructure est donc instable.

La figure 2.3(b) est la microstructure obtenue après la deuxième étape. On peut constater que les joints de grains initiaux de α ont disparu, la microstructure est transformée en grains fins en latte ou en aiguille. Comme la température à 1290°C se situe dans le domaine biphasé α+γ, lorsque l'échantillon est chauffé et maintenu dans ce domaine, la phase α restante commence à se transformer en grains γ, et en même temps, la phase γ commence à se transformer en grains α. Cette transformation mutuelle conduit à une microstructure fine et homogène sous une forme de latte ou d'aiguille.

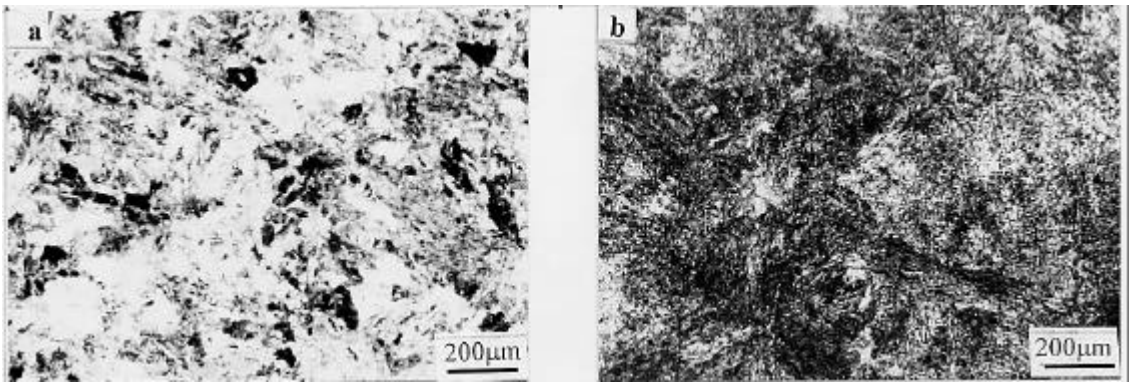


Figure 2.3 Microstructure obtenue après la première étape (a) et celle obtenue après la deuxième étape (b)

Les deux premières étapes consistent à faire germer uniformément les grains α, et ne pas les faire croître trop vites. L'objectif de ces deux étapes sont d'augmenter le taux de germination de grains α et de diminuer efficacement la taille des grains de la microstructure lamellaire. Comme la deuxième étape se fait dans la domaine biphasé α+γ, la température utilisée est relativement basse, la vitesse de croissance des grains α est lente. Si l'on passent directement la troisième étape en sautant la deuxième, le nombre des germes de grain γ serait très limité, et la température utilisée dans le domaine monophasé serait très haute, la vitesse de croissance des grains α serait trop rapide et hétérogène, et il serait difficile d'obtenir la microstructure lamellaire fine et homogène. C'est la raison pour laquelle la deuxième étape est nécessaire.

Par ces trois étapes de traitement thermique, on peut obtenir la microstructure totalement lamellaire fine et homogène. La troisième étape se fait au-dessus de la température du transus α, la microstructure fine en latte obtenue par l'étape précédente se transforme à nouveau en grains α. La taille des grains α croît avec la température de chauffage et le temps de maintien. Afin d'obtenir des microstructures ayant le même espacement interlamellaire mais de différente taille des grains, on utilise la même température de chauffage mais à

différents temps de maintien dans le domaine monophasé, puis on refroidit en utilisant la même vitesse de refroidissement. Selon les donnés précédentes [93], l'espacement interlamellaire est principalement contrôlé par la vitesse de refroidissement.

Les deux premières étapes de traitement thermique sont : 1360°C/15min/trempe à l'huile+1290°C/15min/refroidissement à l'air. La condition du traitement thermique de la troisième étape et les résultats obtenus sont montrés dans le tableau 2-2.

Tableau 2-2 Procédé de traitement thermique de la troisième étape et paramètre de microstructure

numéro d'échantillon	troisième étape de traitement thermique	taille des grains (μm)	espacement interlamellaire (nm)
1	1360°C/3min+60°C/min	200	150
2	1360°C/5min+60°C/min	320	150
3	1360°C/8min+60°C/min	420	150
4	1360°C/12min+60°C/min	550	150
5	1360°C/3min+100°C/min	210	80
6	1360°C/5min+100°C/min	330	80
7	1360°C/8min+100°C/min	450	80
8	1360°C/12min+100°C/min	570	80

2.1.3. Microstructure obtenue après la troisième étape de traitement thermique

Les échantillons obtenus après traitements thermiques sont observés au microscope optique. Ces échantillons sont tout d'abord polis par polissage mécanique, polissage électrolytique, puis attaqués en utilisant un réactif d'attaque de composition de HF :HNO_3 :H_2O=1:6:7 (vol.%). La solution de polissage électrolytique utilisée est de 8%$HClO_4$+92%CH_3CH_2OH (vol.%). Les microstructures choisies pour le test mécanique sont montrées sur la figure 2.4. Ces microstructures sont celles obtenues après le temps de maintien de 3min, 5min, 8min et 12min respectivement au cours de la troisième étape de traitement thermique, avec une vitesse de refroidissement de 60°C/min. Celles obtenues avec la vitesse de refroidissement de 100°C/min ne sont pas montrées, car leurs tailles des grains sont presque les mêmes que celles obtenues après la vitesse de refroidissement de 60°C/min. La taille des grains est mesurée par la méthode de métallographie quantitative, le nombre de grains analysés dans chaque échantillon est de plus de 50.

Les échantillons 1, 2, 3, et 4 sont testés pour étudier l'influence de la taille des grains sur la limite d'élasticité lorsque l'espacement interlamellaire reste approximativement stable. Les échantillons 5, 6, 7, et 8 sont testés pour comparer aux résultats des échantillons 1, 2, 3, et 4 pour connaître si l'espacement interlamellaire présente une influence sur la limite d'élasticité de l'alliage.

La figure 2.5 montre les photographies de l'espacement interlamellaire des échantillons refroidis à la vitesse de 60°C/min et de 100°C/min respectivement. L'évaluation statistique de l'espacement interlamellaire est réalisée par microscope électronique en transmission (MET). On peut constater qu'il existe beaucoup de différences entre ces deux espacements interlamellaires. Par cette observation, on peut constater que l'espacement interlamellaire du premier groupe (échantillons 1, 2, 3, et 4) présente approximativement la même taille : 150nm environ, et que celle du deuxième groupe est de 80nm environ. Il est donc prouvé que l'espacement interlamellaire n'est contrôlé que par la vitesse de refroidissement. Cela est bien en accord avec ce qui a précédemment été étudié. On peut aussi constater que, plus la vitesse de refroidissement est rapide, plus l'espacement interlamellaire est fin.

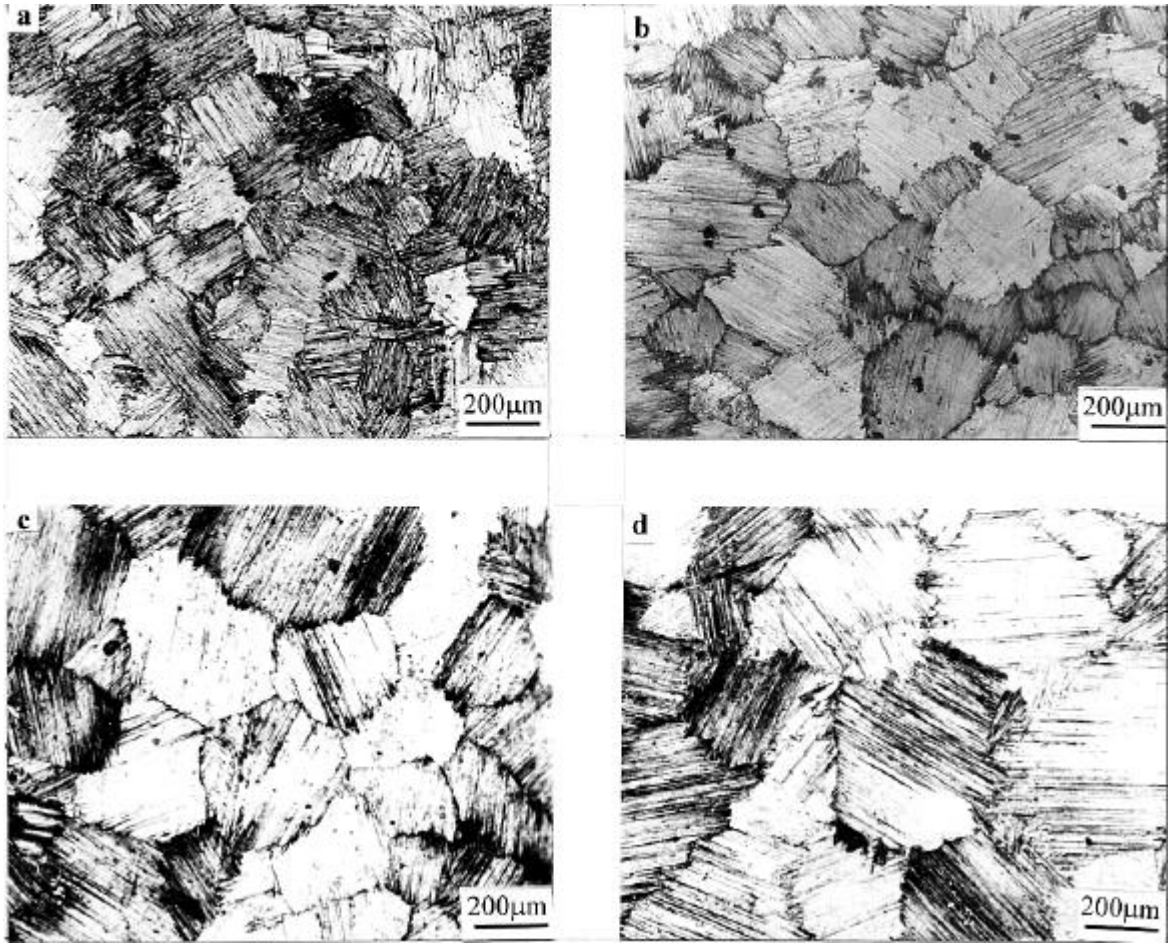


Figure 2.4 Microstructure obtenue après traitement thermique. Le temps de maintien est de: (a) 3min, (b) 5min, (c) 8min et (d) 12min.

2.1.4. Essai en compression

Nous utilisons l'essai en compression pour mesurer la limite d'élasticité des alliages avec des microstructures totalement lamellaires. Comme l'alliage à base de TiAl à microstructure totalement lamellaire est très fragile, il présente une ductilité très faible en

traction à la température ambiante. La dimension de l'échantillon testé est de $\phi 4\times 8mm^2$. Les essais sont réalisés sur une machine MTS (material testing system), un ordinateur est lié à cette machine pour piloter les tests et enregistrer les résultats. Au cours de l'essai en compression, nous ne nous intéressons qu'à la limite d'élasticité ($\sigma_{0.2}$). La vitesse de déformation est fixée à 10^{-4}/s. Pour chaque microstructure, au moins trois échantillons sont testés, le résultat de la limite d'élasticité d'une microstructure est la moyenne des résultats obtenus de ces trois échantillons.

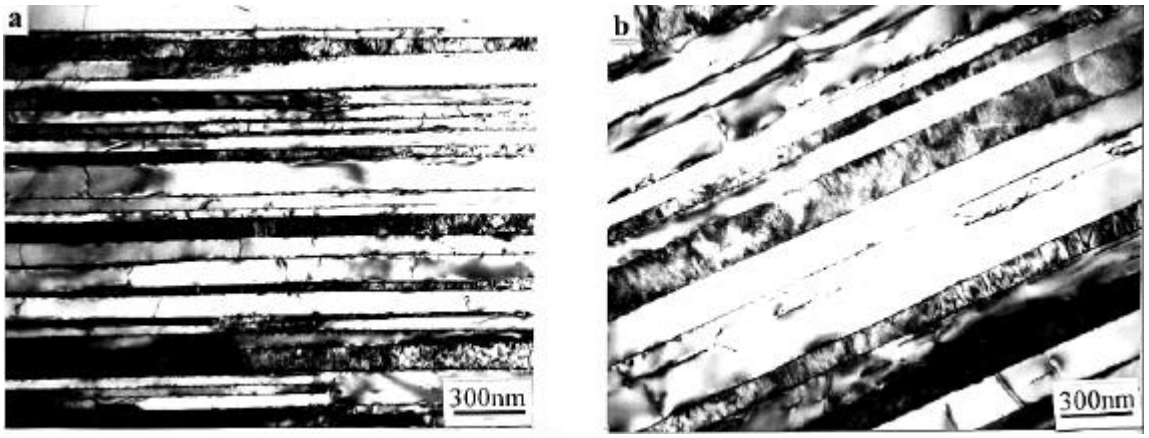


Figure 2.5 Micrographie électronique en transmission montre l'espacement interlamellaire. (a) refroidi à la vitesse de 100°C/min, (b) refroidi à la vitesse de 60°C/min.

Le tableau 2-3 montre les résultats de l'essai en compression, avec les paramètres de microstructure. La taille des grains D et $D^{1/2}$ est montrée en même temps pour étudier la relation entre la taille des grains et la limité d'élasticité de l'alliage.

Tableau 2-3 Paramètre de microstructure et limite d'élasticité en compression

échantillon	taille moyenne des grains D (µm)	$D^{-1/2}$ ($m^{-1/2}$)	espacement interlamellaire (nm)	limite d'élasticité (MPa)
1	200	76,7	150	559,8
2	320	55,9	150	525,7
3	420	48,9	150	517,4
4	550	42,6	150	503,2
5	210	69	80	583,2
6	330	55,1	80	562,1
7	450	47,1	80	531,5
8	550	42,6	80	521,4

La figure 2.6 montre la relation entre la limite d'élasticité de l'alliage et la taille des grains de la microstructure totalement lamellaire avec deux vitesses de refroidissement. On peut constater que la limite d'élasticité de l'alliage augmente avec la diminution de la taille des grains, leur lien correspond à la relation Hall-Petch : $\sigma_{0.2}=\sigma_0+k_yD^{-1/2}$. Par régression linéaire, on peut obtenir deux formules linéaires pour les deux groupes d'échantillon :

(1) $\sigma_{0.2} = 435{,}8+1{,}619D^{-1/2}$, le coefficient de corrélation est R=0,997 pour les échantillons du premier groupe, soit échantillons 1, 2, 3, et 4.

(2) $\sigma_{0.2} = 421{,}6+2{,}39D^{-1/2}$, le coefficient de corrélation est R=0,979 pour les échantillons du deuxième groupe, soit échantillons 5, 6, 7, et 8.

A partir de ces deux formules, on peut constater que la microstructure ayant un espacement interlamellaire plus faible présente un coefficient k_y plus grand.

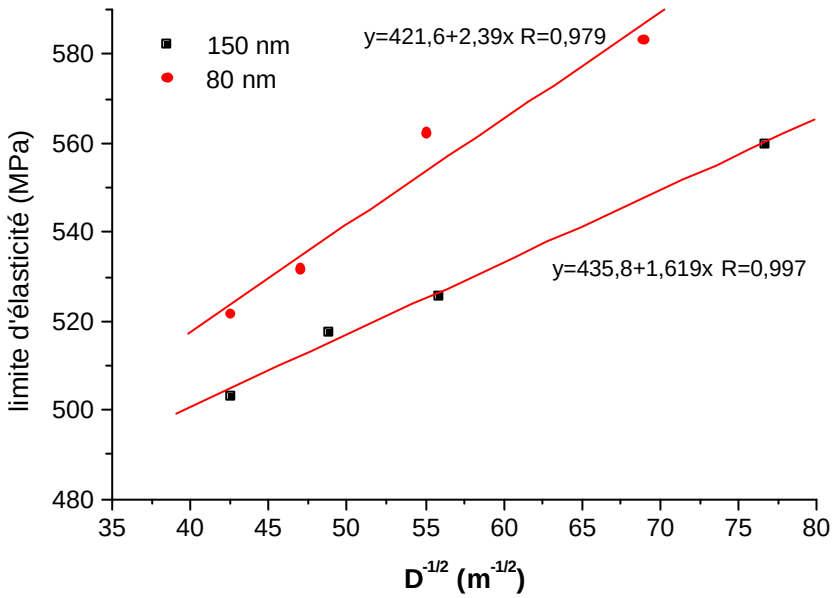


Figure 2.6 Relation entre limite d'élasticité et taille des grains de la microstructure totalement lamellaire à deux différentes vitesses de refroidissement

2.1.5. Analyse et discussion

On sait bien que le mécanisme de déformation de l'alliage biphasé à base de TiAl est principalement le glissement de dislocations et la déformation par maclages. Pour la microstructure totalement lamellaire, les facteurs principaux qui influencent le mouvement de dislocations et de macles sont des joints de grains et des interfaces de lamelles. Au sein de la microstructure totalement lamellaire, il existe trois types d'interfaces : joint de grains, domaine ordonné, et interface de lamelles. Ces interfaces peuvent empêcher le mouvement de dislocations et de macles. Lorsque des macles et des dislocations glissent jusqu'à une interface, elles seront empêchées par cette interface et s'empileront à l'interface. Cela conduit au durcissement de l'alliage.

Les études précédentes montrent que, parmi ces trois types d'interfaces, bien que les domaines ordonnés soient les plus nombreux dans la microstructure lamellaire, ils ont très peu

d'influences sur la limite d'élasticité de l'alliage. Yamaguchi et al. [94] ont étudié les propriétés mécaniques de PST TiAl (cristaux maclés polysynthétiquement ; en Anglais : Polysynthetically Twinned), et ont constaté que le PST TiAl à orientation souple (45°) montrait une limite d'élasticité très faible, soit 90MPa environ, y compris la force du déclenchement de dislocations. Cela implique que les domaines ordonnés ont une influence très limitée sur la limite d'élasticité de l'alliage. Au contraire, les influences de joint de grains et d'interface de lamelles sont beaucoup plus importantes que celles du domaine ordonné. Par conséquent, la limite d'élasticité de l'alliage est principalement déterminée par les joints de grains et les interfaces de lamelles dans la microstructure lamellaire.

Comme expliqué précédemment, le mécanisme de déformation de l'alliage à base de TiAl à la température ambiante est principalement le glissement de dislocations. Le glissement de dislocations se réalise principalement sous l'effet de contrainte de cisaillement. La cission τ de la force extérieure sur le plan de glissement est donnée par la formule suivante:

$$t = s m \qquad \textbf{2.1}$$

où σ est la force extérieure, m est le facteur de Schmide du système de glissement étudié. Un système de glissement particulier participe à la déformation lorsque la cission τ atteint une valeur critique τ_c. Le facteur de Schmide dépend de l'orientation spatiale du système de glissement. La définition de m est :

$$m = \cos f \cos l \qquad \textbf{2.2}$$

où ϕ est l'angle entre la sollicitation extérieure et la normale au plan de glissement, et λ est l'angle entre la sollicitation extérieure et la direction du glissement. Evidemment, lorsque la normale au plan du glissement, la direction du glissement et la force extérieure sont sur le même plan et ϕ=45°, m obtient la valeur maximale, soit 0,5.

Un système de glissement fonctionnera lorsque la cission appliquée est supérieure à une valeur critique. La cission minimale qui peut fonctionner le système de glissement est appelée la cission critique τ_c, elle dépend de la caractéristique de glissement, de la température de déformation et de la vitesse de sollicitation etc., et ne dépend pas de la direction de la sollicitation extérieure par rapport au système de glissement. Par conséquent, pour l'essai en compression, lorsque la vitesse de déformation reste constante, le facteur de Schmide sera maximal lorsque ϕ=45°, et la cission sur le plan du glissement sera également maximale, elle pourrait facilement atteindre la valeur critique et conduire à la déformation plastique.

La microstructure lamellaire de l'alliage à base de TiAl est principalement constituée de lamelles des phases α_2 et γ. Sous l'effet de sollicitations extérieures, une mobilité suffisante de dislocations se produit dans la phase γ mais pas dans la phase α_2 [95]. Il est donc plus facile de déformer dans la phase γ que dans la phase α_2, car le déclenchement et le glissement de dislocations se font en premier dans la phase γ. Pour un grain dans lequel l'angle entre l'orientation de lamelles et l'axe de sollicitation extérieure est près de 45°, la déformation plastique se produit seulement par le glissement initial au sein de la phase γ, par conséquent,

la résistance à la déformation est la plus faible, et cette orientation est appelée ″orientation souple″ (conférer la figure 2.7). Lorsque l'angle entre l'orientation de lamelles et l'axe de sollicitation extérieure est de 90°C ou de 0°C, le glissement initial dans la phase γ est empêché par les interfaces de lamelles, cela augmente la résistance à la déformation. Dans ce cas-là, la déformation plastique se fait également par le glissement de dislocations dans la phase α_2 sur le plan conique ou sur le plan basaltique, la résistance mécanique est donc plus forte. Cette orientation est appelée ″orientation rigide″.

La déformation plastique dans l'alliage polycristallin est beaucoup plus compliquée. Lorsque un échantillon polycristallin est soumis à une sollicitation extérieure, en raison de la différente orientation de lamelle dans chaque grain par rapport à l'axe de sollicitation extérieure, ses déformations ne se font pas en même temps. Lorsque un grain dont l'orientation de lamelles facilite la déformation commence à se déformer, cette déformation est inévitablement restreinte par les autres grains voisins, et la résistance à la déformation est donc augmentée. Nous classons également les grains en deux types : orientation souple et orientation rigide. Lorsque la sollicitation extérieure est faible et le glissement dans certains grains commence, comme la cission critique avec laquelle le système de glissement peut être activé dans la direction parallèle à l'interface de lamelles dans les grains à orientation souple est la plus faible, et comme le facteur de Schmide de cette orientation est le plus important, ces grains commencent donc à se déformer. Au contraire, la cission dans les grains à orientation rigide n'atteint pas la valeur critique, la déformation ne se fait pas. En raison de la restriction apportée par des grains voisins et par l'empêchement de joints de grains, les dislocations dans les grains à orientation souple sont empilées aux joints de grains, cela conduit à une concentration de contraintes. Au fur et à mesure de la croissance de la déformation, cette concentration de contraintes augmente, et entraîne une incompatibilité de déformation, et elle a de la peine à être relâchée par le glissement de dislocations ou par le mouvement de macles au sein de grains. Lorsque la concentration de contraintes atteint un degré assez important, elle peut activer les systèmes de glissement dans les grains voisins à orientation rigide. Par conséquent, la déformation se transforment des grains à orientation souple aux grains à orientation rigide à travers les joints de grains, et les grains à orientation rigide commencent à se déformer.

D'autre part, à part la sollicitation extérieure, le polycristal est soumis à l'interaction entre les grains, cela fait repartir de nouveau les contraintes dans chaque grain. Il est raisonnable de supposer que les grains à orientation souple et les grains à orientation rigide possèdent une même fraction volumique dans un alliage polycristallin. Lorsque la déformation macroscopique atteint 0,2%, il y a déjà plusieurs systèmes de glissement activés dans l'alliage, y compris certains systèmes de glissements perpendiculaires à l'orientation de lamelles dans les grains à orientation souple et dans les grains à orientation rigide. La déformation de l'alliage polycristallin commence tout d'abord dans les grains dont l'orientation de lamelles facilite le glissement, puis, cette déformation est transmise aux grains voisins. En raison de l'orientation différente dans les grains voisins, le glissement ne peut pas être transmis directement et les dislocations sont donc empêchées par les joints de grains. Mais quand la concentration de contrainte engendrée par cet empêchement augmente jusqu'à

une valeur critique, elle peut faire activer les systèmes de glissement dans les grains voisins. Comme la limite d'élasticité signifie la contrainte avec laquelle une suffisance de systèmes de glissement peuvent être activés, cette contrainte est liée à la concentration de contraintes aux joints de grains, ce qui dépend de la taille des grains [96]. La limite d'élasticité et la taille des grains sont donc liées à la relation Hall-Petch, soit $\sigma_{0.2} = \sigma_0 + k_y D^{-1/2}$, où σ_0 signifie la contrainte avec laquelle les dislocations sont activées dans la matrice (la phase γ) , et k_y est l'effet de durcissement de joints des grains sur la limite d'élasticité de l'alliage.

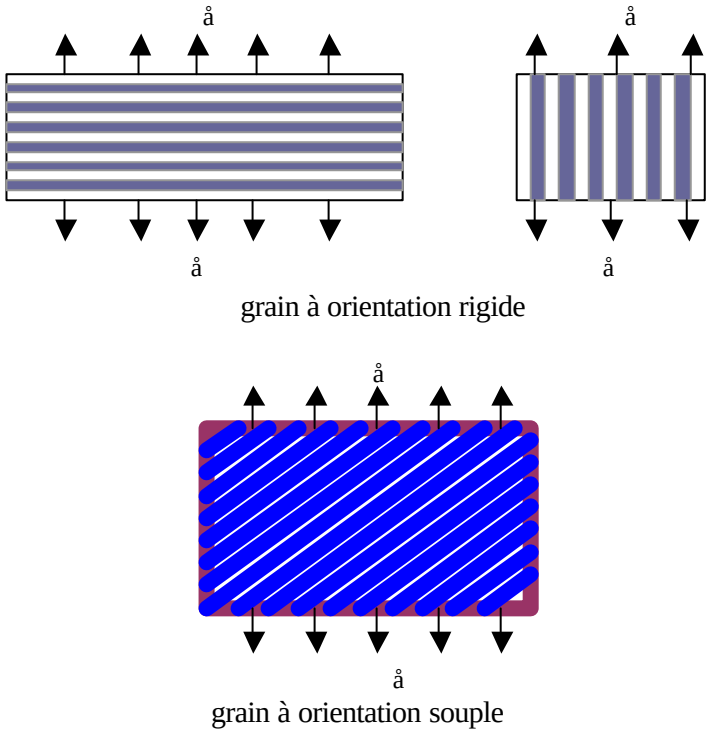


Figure 2.7 Schéma du grain à orientation rigide et du grain à orientation souple

Quand la taille des grains de la microstructure totalement lamellaire diminue, la distance de glissement des dislocations le long de l'orientation de lamelles diminue, l'empêchement de joints de grains sur le glissement de dislocations dans les grains à orientation souple augmente et cela conduit à l'augmentation de la limite d'élasticité. En ce qui concerne les dislocations dans les grains à orientation rigide ou dans les grains à orientation souple, leur glissement est perpendiculaire à la direction de lamelles, elles sont tout d'abord empêchées par les interfaces de lamelles. La diminution de la taille des grains a une faible influence sur la limite d'élasticité de l'alliage dans ce cas.

Pour l'alliage à microstructure totalement lamellaire, lorsque la déformation commence, il y a non seulement des joints de grains, mais aussi les interfaces de lamelles et les domaines ordonnés qui empêchent le mouvement de dislocation, la variation des paramètres de microstructure peut avoir des influences importantes sur la limite d'élasticité de l'alliage. C'est le point particulier de l'alliage à base de TiAl à microstructure lamellaire par rapport aux autres alliages.

2.2. Relation entre l'espacement interlamellaire et la limite d'élasticité de l'alliage à microstructure totalement lamellaire

2.2.1. Procédé de traitement thermique et microstructure

Le matériau utilisé dans cette partie est le même que celui dans la partie 2.1.1.

Afin d'obtenir des microstructures totalement lamellaires ayant la même taille des grains, et avec différents espacements interlamellaires, un procédé particulier de traitement thermique est utilisé. Ce procédé de traitement thermique en trois étapes est utilisé comme celui expliqué dans la partie 2.1.1, mais la troisième étape se fait selon la méthode suivante : l'échantillon est chauffé jusqu'à une température au-dessus de la température de transus α de 20°C (1360°C environ), et maintenu pendant un certain temps, ce qui permet aux éléments d'addition de se trouver suffisamment en solution solide, puis refroidi rapidement jusqu'à une température au-dessous de la température du transus α de 10°C (1330°C environ), et ensuite refroidi à trois vitesses différentes. Donc, trois espacements interlamellaires avec la même taille des grains peuvent être obtenus. Les trois vitesses de refroidissement utilisées sont respectivement 8°C/min, 60°C/min et 100°C/min (voir la figure 2.8). Enfin, les échantillons sont maintenus à 900°C pendant 4h afin de stabiliser la microstructure.

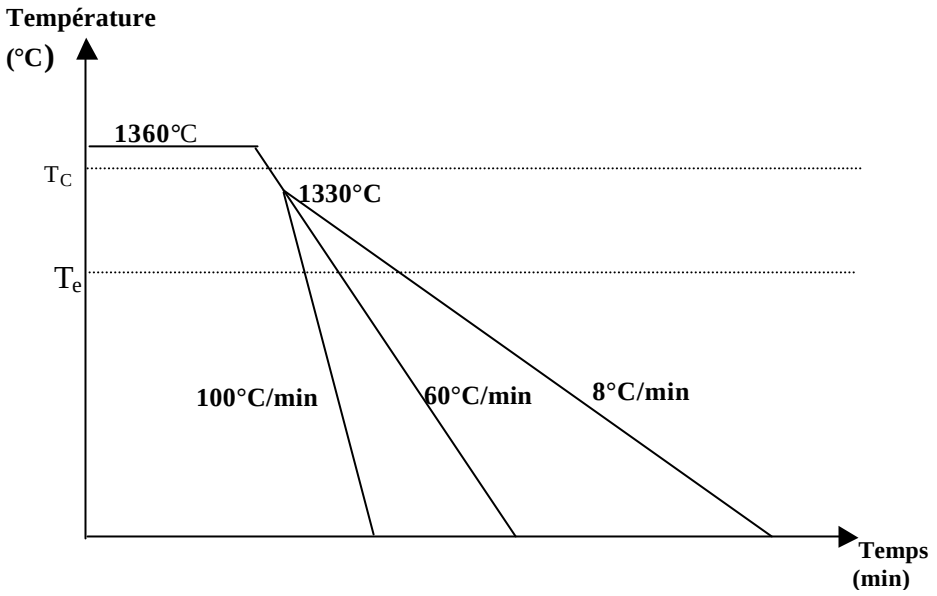


Figure 2.8 Schéma de procédé de traitement thermique

En raison de la différente vitesse de refroidissement, la durée du temps où l'échantillon se trouve dans le domaine monophasé est différente au cours du refroidissement, cela conduit à une différente taille des grains, car le facteur principal qui contrôle la taille des grains de α est la durée du temps dans le domaine monophasé (comme expliqué dans la partie précédente). Par conséquent, la taille des grains est très difficile à contrôler. Pour résoudre ce problème, nous avons fait beaucoup d'expérimentations et de comparaisons, et choisi les microstructures qui correspondent à notre demande. Les paramètres de microstructures sont illustrés dans le tableau 2-4, et la figure 2.9 montre les microstructures obtenues.

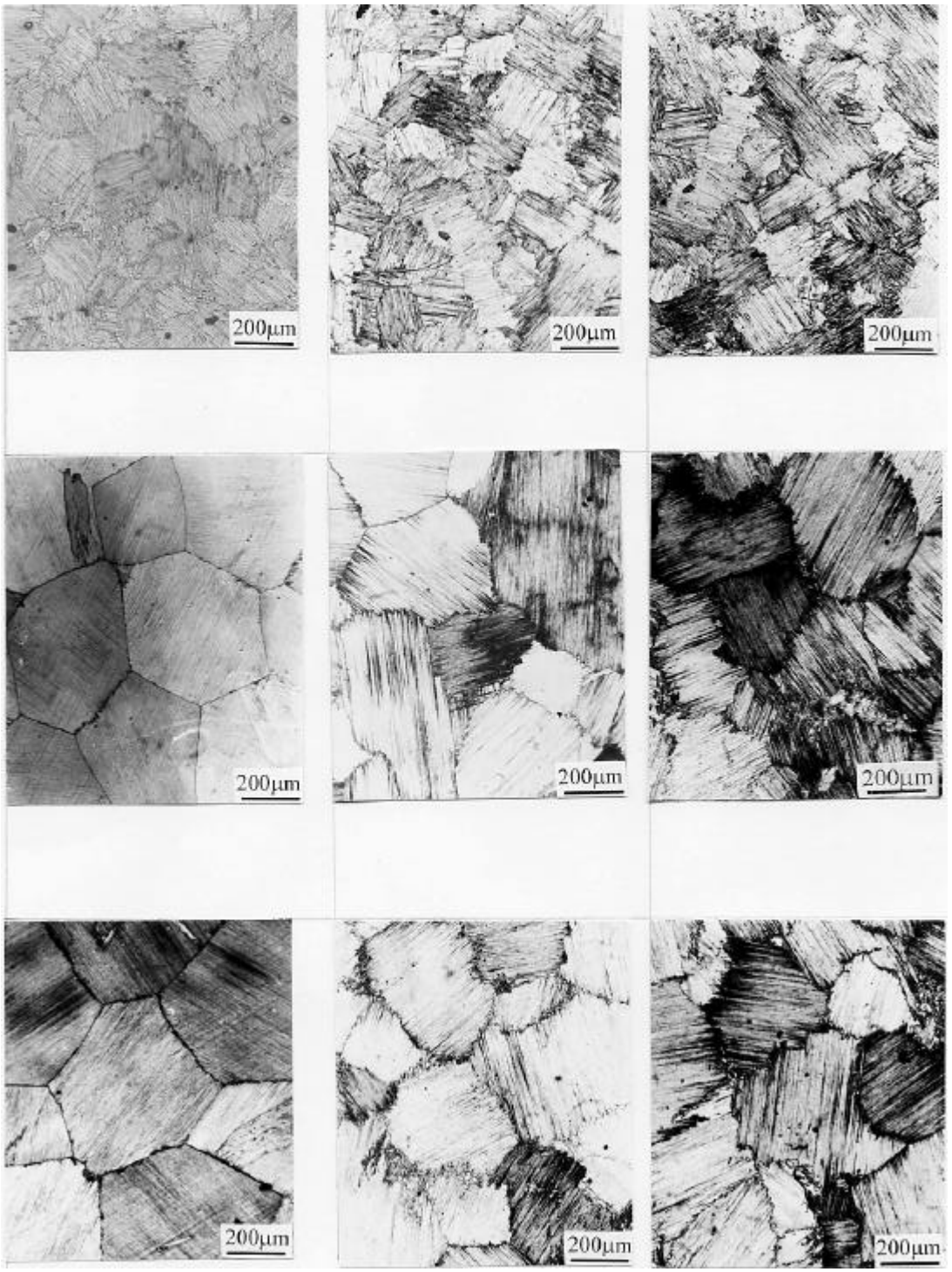


Figure 2.9 microstructure obtenue

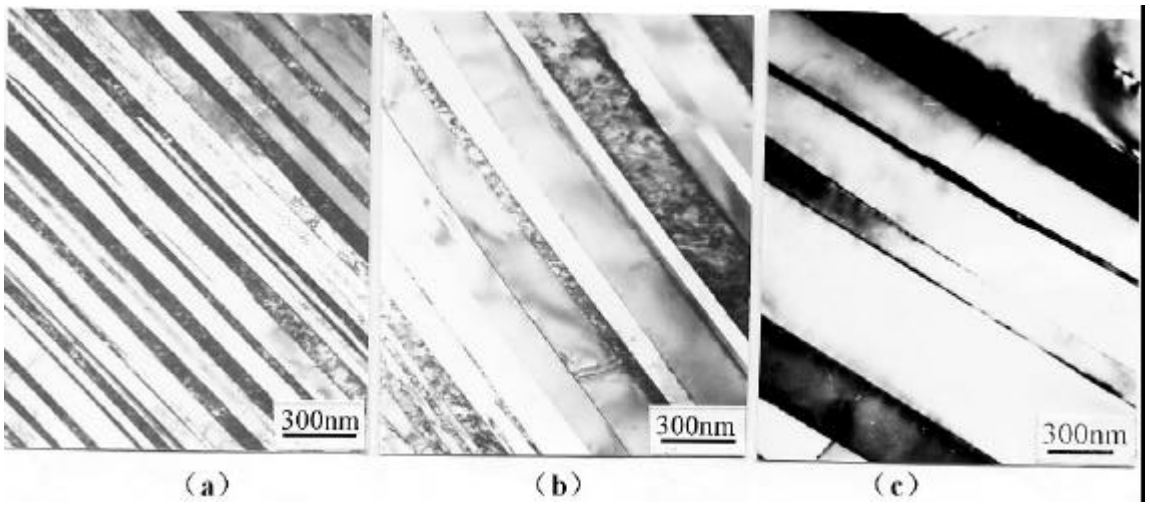


Figure 2.10 Espacement interlamellaire de microstructures à trois vitesses de refroidissement

Tableau 2-4 Procédé de traitement thermique et paramètres de microstructure obtenue

numéro d'échantillon	procédé de traitement thermique	taille des grains (μm)	espacement interlamellaire (nm)
9	1360°C/3min+RC(100°C/min)	210	80
10	1360°C/4min+RC(60°C/min)	225	155
11	1360°C/3min+RC(8°C/min)	205	315
12	1360°C/8min+RC(100°C/min)	420	85
13	1360°C/11min+RC(60°C/min)	432	145
14	1360°C/9min+RC(8°C/min)	415	305
15	1360°C/15min+RC(100°C/min)	550	90
16	1360°C/13min+RC(60°C/min)	575	165
17	1360°C/16min+RC(8°C/min)	560	310

RC – Refroidissement Contrôlé

Dans la figure 2.9, la taille des grains de (a), (b), (c) est de 200μm environ, mais leurs espacements interlamellaires ne sont pas les mêmes. La taille des grains de (d), (e), (f) est de 430μm environ, et celle de (g), (h), (i) est de 575μm environ. La figure 2.10 montre les micrographies électroniques en transmission avec différents espacements interlamellaires. On peut constater que, avec la diminution de la vitesse de refroidissement, l'espacement interlamellaire augmente.

2.2.2. Essai en compression

La limite d'élasticité de l'alliage à base de TiAl est mesurée par l'essai en compression. La dimension de l'échantillon est de $\phi 4\times 8mm^2$. L'essai en compression se fait en utilisant le même procédé que celui expliqué dans la partie 2.1.4.

2.2.3. Résultat d'expérimentation

Le tableau 2-5 montre les résultats d'expérimentation avec les paramètres de microstructures. La figure 2.11 présente la relation entre la limite d'élasticité et l'espacement interlamellaire.

Tableau 2-5 Résultat d'expérimentation et paramètre de microstructure

numéro d'échantillon	espacement interlamellaire λ (nm)	taille des grains D (μm)	$\lambda^{-1/2}$ ($m^{-1/2}$)	limite d'élasticité en compression (MPa)
9	80	210	3535,5	579
10	155	225	2540	532
11	315	205	1781,7	495
12	85	420	3430	538
13	145	432	2626	503
14	305	415	1810,7	462
15	90	550	3333	475
16	165	575	2462	432
17	310	560	1796	408

On peut constater que, lorsque la taille des grains de la microstructure totalement lamellaire reste approximativement constante, la limite d'élasticité augmente avec la diminution de l'espacement interlamellaire, et leur lien correspond à la relation Hall-Petch : $\sigma_{0.2}=\sigma'_0+k'_y\lambda^{-1/2}$ (voir figure 2.11).

Lorsque la taille des grains est comprise entre 200 et 230μm, le coefficient de la relation Hall-Petch est : σ'_0=405,5MPa, k'_y=0,05MPam$^{1/2}$, la formule de régression linéaire est : $\sigma_{0,2}=405,5+0,05\lambda^{-1/2}$.

Lorsque la taille des grains est comprise entre 400 et 430μm, le coefficient de la relation Hall-Petch est : σ'_0=383MPa, k'_y =0,041MPam$^{1/2}$, et la formule de régression linéaire est : $\sigma_{0,2}=383+0,041\lambda^{-1/2}$.

Lorsque la taille des grains est comprise entre 550 et 575μm, le coefficient de relation Hall-Petch est : σ'_0=337MPa, k'_y=0,04MPam$^{1/2}$, la formule de régression linéaire est : $\sigma_{0,2}=337+0,04\lambda^{-1/2}$.

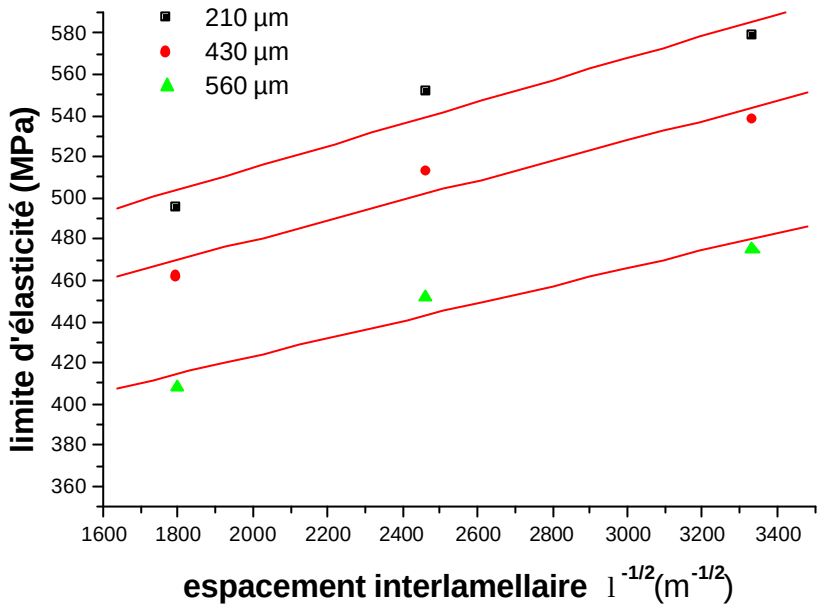


Figure 2.11 Relation entre la limite d'élasticité et l'espacement interlamellaire

2.2.4. Analyse et discussion

Comme expliqué précédemment, la différence entre l'alliage à base de TiAl avec microstructure totalement lamellaire et les autres alliages conventionnels consiste dans le fait que le mouvement de dislocations est empêché non seulement par des joints de grains, mais aussi par des interfaces de lamelles et par des domaines ordonnés. Tous ces facteurs influencent les comportements macroscopiques de l'alliage. L'espacement interlamellaire devient donc un facteur important qui influence le comportement de l'alliage.

La relation Hall-Petch obtenue par expérimentation entre la limite d'élasticité et l'espacement interlamellaire peut être expliquée par la théorie d'empilement de dislocations. Lorsque la taille des grains reste approximativement constante, le facteur principal qui conduit à la variation de la limite d'élasticité de l'alliage n'est plus l'effet de durcissement des joints de grains, il est celui des interfaces de lamelles au sein des grains. Du fait de la forte anisotropie de grain lamellaire et de la différente orientation de lamelle par rapport à l'axe de sollicitation extérieure, la déformation et le mouvement de dislocations dans chaque grain sont différents.

Pour un cristal PST ayant une orientation souple, la déformation se réalise seulement par le glissement de dislocations dans la phase γ. Après le déclenchement des systèmes de glissement, la déformation se développe le long de l'interface de lamelles. Au sein d'un grain à orientation souple, il n'y a que des domaines ordonnés qui empêchent le mouvement de dislocations. On peut supposer que le glissement de dislocations se fait à partir du centre de la zone de glissement, les dislocations s'empilent après avoir été empêchées par des domaines ordonnés, et s'empilent sous forme d'anneau à la limite de la zone de glissement. Cet

empêchement de dislocations conduit à une concentration de contraintes. Lorsque cette concentration de contraintes devient assez importante, elle peut faire traverser les domaines ordonnés aux dislocations, la déformation plastique peut donc se produire dans ce grain.

Lorsque les dislocations dans un grain à orientation rigide commencent à glisser, parce que la déformation doit se transmettre à travers des interfaces de lamelles, et que l'épaisseur de lamelle est largement moins importante que celle du domaine ordonné, la zone de glissement n'est donc plus équiaxiale. Une dislocation ne glisse que une distance très courte quand elle est empêchée par l'interface de lamelles et s'empile à l'interface. Lorsque la concentration de contraintes entraînée par l'empilement de dislocations devient assez grande, les dislocations peuvent traverser les interfaces de lamelles par cette concentration de contraintes, le glissement peut donc se propager, et la déformation plastique se réalise alors dans ce grain.

En fonction des analyses précédentes, on peut comprendre que la déformation dans les grains à orientation souple est contrôlée principalement par la taille du domaine ordonné, et que celle dans les grains à orientation rigide est contrôlée principalement par l'espacement interlamellaire.

Lorsque la taille des grains de la microstructure totalement lamellaire reste approximativement constante, le facteur principal qui conduit à la variation de la limite d'élasticité est l'espacement interlamellaire λ. Comme expliqué précédemment, les grains à orientation souple peuvent commencer à se déformer au niveau d'une basse contrainte. Du fait de l'incompatibilité de déformation entre les grains ayant des orientations différentes au cours de la déformation, la déformation dans les grains à orientation souple sera restreinte par les grains voisins à orientation rigide. Lorsque l'espacement interlamellaire λ diminue, le mouvement de dislocations dans les grains à orientation souple le long de l'interface de lamelles n'est pas influencé, mais la distance de glissement dans la direction perpendiculaire à la lamelle diminue, cela conduit à l'augmentation de la résistance au déclenchement des systèmes de glissement dans le grain à orientation rigide et comme dans le grain à orientation souple dans lesquels les dislocations glissent le long de la direction perpendiculaire aux lamelles, l'effet de durcissement des interfaces de lamelles sur l'alliage augmente. Donc, à condition que la taille de grains reste constante, la limite d'élasticité de l'alliage à microstructure totalement lamellaire augmente avec la diminution de l'espacement interlamellaire .

On peut constater sur la figure 2.11 que, pour les trois groupes d'échantillon, k'_y reste presque constant (0.04MPam$^{1/2}$ environ). Cela signifie que k'_y n'est pas lié à l'espacement interlamellaire λ, et il est l'effet du durcissement de l'interface sur la limite d'élasticité de l'alliage. Mais pour σ'_0, il augmente avec la diminution de la taille des grains. Cela signifie que la signification de σ'_0 change, elle représente non seulement la force de déclenchement de dislocation dans la matrice de l'alliage, mais aussi l'effet de durcissement des domaines ordonnés et des interfaces de lamelles sur la limite d'élasticité de l'alliage.

2.3. Modèle de la limite d'élasticité de l'alliage à microstructure totalement lamellaire

Par les analyses précédentes, on comprend que la taille des grains et l'espacement interlamellaire sont les deux paramètres les plus importants qui influencent la limite d'élasticité de l'alliage à base de TiAl. Nous avons déjà étudié séparément l'influence de chaque paramètre sur la limite d'élasticité de l'alliage à microstructure totalement lamellaire. Mais, en pratique, ces deux paramètres interagissent et déterminent ensemble la limite d'élasticité et les autres propriétés. Il est donc nécessaire de considérer les effets synthétiques de la taille des grains et de l'espacement interlamellaire sur les propriétés mécaniques de l'alliage. Nous tenterons d'utiliser un modèle existant pour expliquer les influences de ces deux paramètres sur la limite d'élasticité de l'alliage.

Cao et al. [97] ont établi un modèle pour expliquer la relation entre la limite d'élasticité et les paramètres de microstructure de l'alliage à base de TiAl ayant microstructure totalement lamellaire. Ce modèle est basé sur le modèle pour PST TiAl développé par Beddoes et al. [98].

$$s_y = \mathbf{A}+\mathbf{B}t_0+\mathbf{C}\mathbf{D}^{-/12}+\mathbf{E}l^{-1/2} \qquad 2.3$$

où **A** représente l'effet des domaines ordonnés sur le glissement de dislocations dans les lamelles. Dans ce modèle, on ne se rend pas compte du changement de taille des domaines ordonnés, **A** est donc considéré comme une constante. De plus, on suppose que la résistance de domaines ordonnés au glissement de dislocations dans l'alliage polycristallin à microstructure totalement lamellaire est la même que celle dans l'alliage PST à orientation souple. Le deuxième terme $\mathbf{B}t_0$ est la force de déclenchement de dislocations dans la phase γ, elle dépend du caractère de dislocation. Dans ce modèle, on choisit la dislocation $\frac{1}{2}<110>$. Le troisième terme $\mathbf{C}\mathbf{D}^{-1/2}$ représente l'influence des joints de grains sur la limite d'élasticité de l'alliage, et le quatrième terme $\mathbf{E}l^{-1/2}$ est l'influence de l'espacement interlamellaire sur la limite d'élasticité de l'alliage. D'après Cao et en utilisant les résultats obtenus dans cette étude, nous obtenons : **A**=22MPa, **B**=6,4, t_0=50MPa, **C**=2,7MPam$^{1/2}$, et **E**=0,042MPam$^{1/2}$.

En remplaçant les paramètres de microstructure (taille des grains D et espacement interlamellaire λ) dans la formule 2.3, nous obtenons la valeur théorique de la limite d'élasticité correspondant à chaque échantillon. La figure 2.12 montre la comparaison entre les résultats théoriques et les résultats expérimentaux. On peut constater que les résultats obtenus en utilisant ce modèle sont en bon accord avec les résultats expérimentaux. Mais les résultats obtenus par expérimentation sont un peu grands. C'est probablement parce que la taille des grains dans cette étude est plus fine que celle dans l'article [97]. Mais de toutes façons, il est prouvé que ce modèle est convenable pour expliquer l'influence des paramètres

de microstructure sur la limite d'élasticité de l'alliage à base de TiAl avec une microstructure totalement lamellaire.

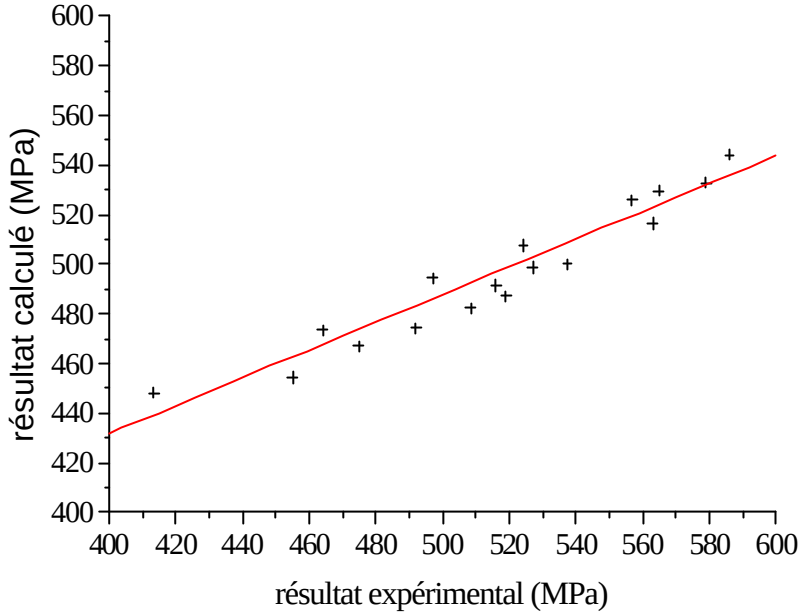


Figure 2.12 Comparaison entre la valeur théorique et la valeur expérimentale

2.4. Ténacité de l'alliage TiAl à microstructure totalement lamellaire

La ténacité à rupture est un critère très important pour choisir un matériau métallique. Elle représente la capacité de la résistance à l'amorçage de fissures, à la propagation de fissure et à la rupture de matériau. Pour les alliages à base de TiAl, la ténacité dépend fortement de leurs microstructures. Généralement, l'alliage à microstructure totalement lamellaire présente une ténacité plus élevée par rapport aux microstructures presque gamma et duplex. Actuellement, les travaux sur la relation entre la ténacité et la microstructure de l'alliage à base de TiAl ne sont pas suffisants, et on manque d'explications raisonnables sur le mécanisme de rupture et sur les causes de la forte ténacité de la microstructure totalement lamellaire. Dans cette partie, nous nous efforcerons d'étudier la ténacité de l'alliage à microstructure totalement lamellaire en tenant compte des paramètres de microstructure, et enfin le mécanisme de rupture sera discuté.

2.4.1. Méthode d'expérimentation et de préparation des échantillons

Le matériau et le traitement thermique utilisés dans cette partie sont les mêmes que ceux dans la partie 2.1. Les microstructures ayant le même espacement interlamellaire mais possédant des différentes tailles des grains sont montrées dans les figures 2.4.

Tableau 2-6 Dimension de l'échantillon

signe	B	W	a_0	s	x	T	t	ϕ
taille (mm)	10,0	14,5	4,81	1,50	1,00	3,50	<0,30	54,6°
erreur (mm)	…	±10	±0,05	±0,10	±0,03	±0,05	…	±0,5°

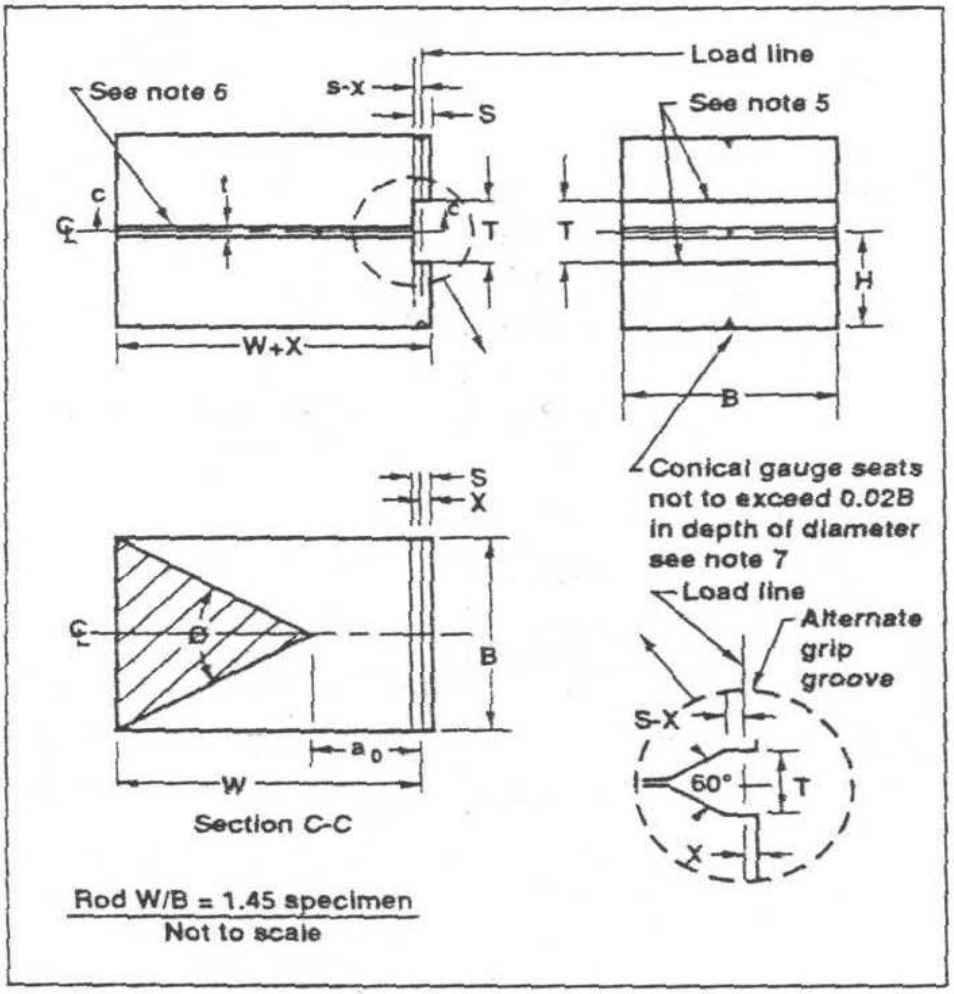


Figure 2.13 Dimension de l'échantillon pour l'essai de ténacité à rupture

L'essai de ténacité à rupture se fait en utilisant la méthode Chevron-Notch d'après la norme ASTM : E1304-89 [99]. La ténacité obtenue selon ce norme est appelée K_{IVM}. L'échantillon est usiné par la découpe au fil électronique. La figure 2.13 montre la forme de l'échantillon utilisée, et sa dimension est montrée dans le tableau 2-6. L'essai de ténacité se réalise dans la machine MTS à la température ambiante. Un montage spécial (voir figure 2.14) est utilisé pour charger la sollicitation extérieure, l'essai est donc fait comme un essai ordinaire de traction. Le déplacement de l'échantillon est mesuré par un extensomètre. La vitesse de déformation est de 10^{-4}/s. Le processus entier est piloté par un ordinateur qui est lié à la machine. La sollicitation maximale P_M est obtenue sur la courbe de déplacement-

sollicitation enregistrée par l'ordinateur. La ténacité est calculée en utilisant la formule suivante:

$$K_{IVM} = \frac{Y_m^* P_M}{\sqrt{BW}} \qquad 2.4$$

où Y_m^* est le facteur de contrainte minimale. Pour l'échantillon carré utilisé dans ce travail, W/B=1,45, H/B=0,5, Y_m^*=25,1. P_M est la sollicitation maximale, B est la largeur d'échantillon, W est la longueur d'échantillon.

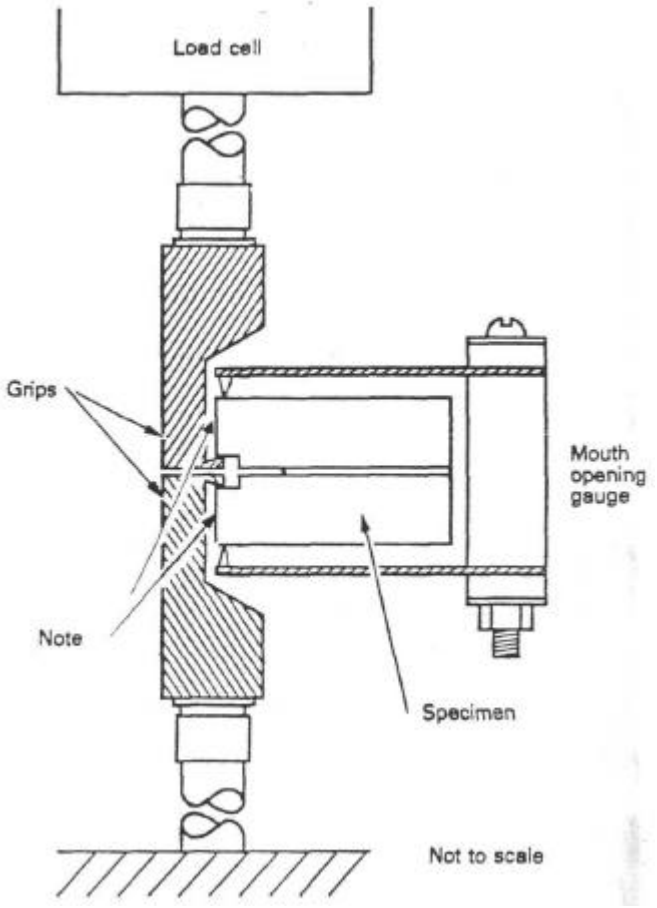


Figure 2.14 Montage de l'essai de ténacité à rupture

Pour chaque microstructure, trois échantillons sont testés, la valeur de chaque échantillon est vérifiée selon le principe valable [99]. La valeur de ténacité pour chaque microstructure est la moyenne des échantillons dont leurs résultats sont valables.

Pour les trois échantillons utilisés qui possèdent la même microstructure, un échantillon est testé jusqu'à la rupture complète au cours de l'essai afin d'observer le faciès de

rupture. Cette observation se fait par un microscope électronique à balayage. Un autre échantillon est employé pour observer l'orientation des fissures. Cet échantillon n'est pas complètement rompu lorsqu'on s'arrête après la sollicitation maximale et durant quelques minutes pour faire propager les fissures. L'orientation des fissures est observée par un microscope optique.

2.4.2. Résultat d'expérimentation

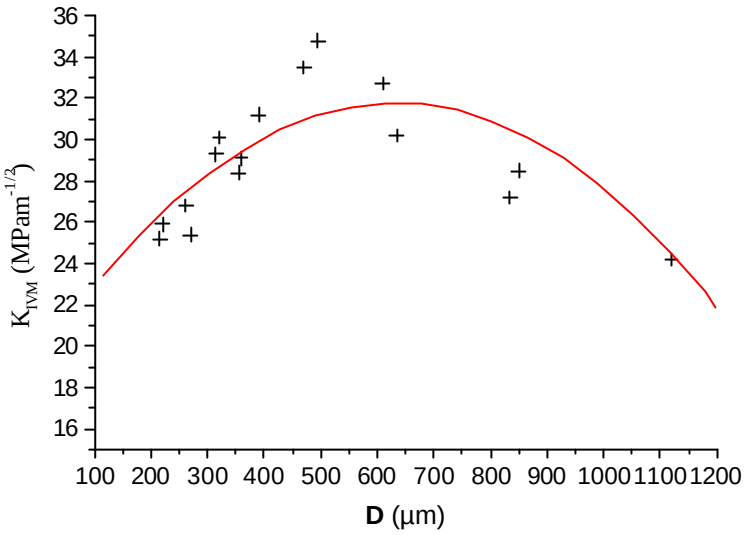
Le tableau 2-7 montre les ténacités des microstructures totalement lamellaires ayant de différente taille des grains et possédant un même espacement interlamellaire.

Tableau 2-7 Ténacité de microstructure totalement lamellaire

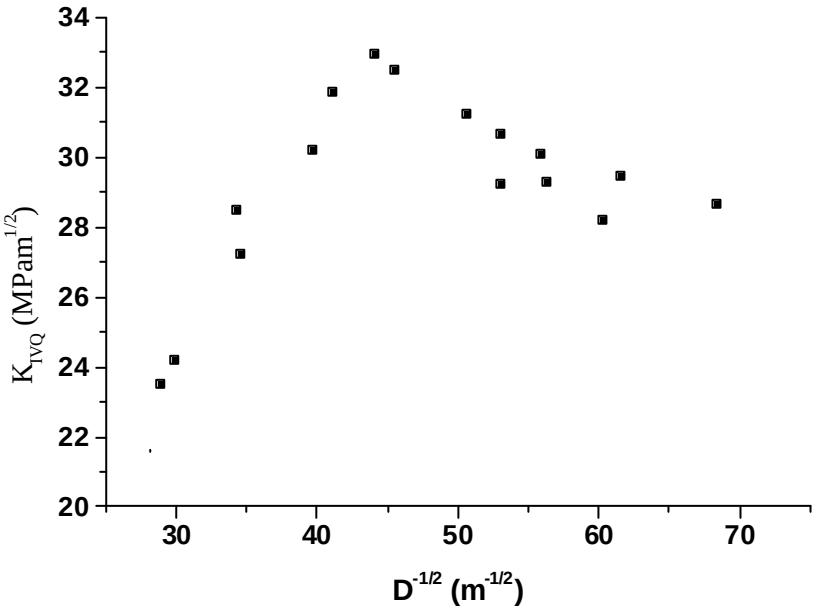
numéro d'échantillon	taille des grains D(µm)	$D^{-1/2}$ ($m^{-1/2}$)	espacement interlamellaire λ(nm)	ténacité ($MPam^{1/2}$)
1	220	67,4	~220	25,9
2	215	68,2	~220	25,2
3	262	61,7	~220	26,8
4	270	60,8	~220	25,4
5	315	56,3	~220	29,3
6	320	55,9	~220	30,1
7	355	53,07	~220	28,4
8	360	52,7	~220	29,1
9	390	50,6	~220	31,2
10	470	46,1	~220	33,5
11	495	44,9	~220	34,8
12	625	40	~220	32,8
13	634	39,7	~220	30,2
14	834	34,6	~220	27,2
15	850	34,3	~220	28,5
16	1120	29,9	~220	24,2
17	1205	28,9	~220	23,5

Les figures 2.15(a) et (b) montrent la relation entre la ténacité de l'alliage et la taille des grains D(µm) et $D^{-1/2}$ ($m^{-1/2}$). On peut constater sur ces deux figures que, à l'échelle des tailles des grains expérimentées (allant de 200µm à 1200µm), la ténacité de l'alliage varie avec la taille des grains. Lorsque la taille des grains est comprise entre 200µm et 500µm

environ, la ténacité de l'alliage augmente avec l'augmentation de la taille des grains, en revanche, lorsque la taille des grains est comprise entre 500µm et 1200µm environ, la ténacité décroît avec l'augmentation de la taille des grains. A l'échelle des grains expérimentés, la ténacité obtient une valeur maximale lorsque la taille des grains égale 500µm environ.



(a)



(b)

Figure 2.15 Relation entre taille des grains et ténacité de l'alliage. (a) D-K_{IVM}, et (b) $D^{1/2}$-K_{IVM}

2.4.3. Morphologie de surface de rupture

La figure 2.16 montre le faciès complet d'une surface de rupture de l'alliage TiAl à microstructure totalement lamellaire. Ces photos ont été prises en utilisant un microscope électronique à balayage. Dans le présent cas, la taille des grains est de 360µm environ. On peut constater que le mode de rupture est principalement la rupture transgranulaire par clivage, et on peut également voir la rupture intergranulaire dans certaines zones. La rupture transgranulaire peut être divisée en trois modes comme suit :

Le premier mode se produit par le glissement interlamellaire le long de l'interface de lamelles. Il conduit à la séparation interlamellaire, comme illustrée dans la figure 2.17(a). La caractéristique principale : surface de rupture polie et unie, et il existe des traces fines formées par déformation plastique. Ce mode de rupture ressemble à celui de matériau métallique conventionnel rompu par clivage.

Le deuxième mode se fait par le glissement translamellaire le long de la direction perpendiculaire à l'interface de lamelles, et conduit à la rupture translamellaire, comme illustrée dans la figure 2.17(b). La caractéristique de ce mode présente un groupe de ruptures transgranulaires très unies.

Le troisième mode est une rupture mixte de la rupture interlamellaire et de la rupture translamellaire, comme illustré dans la figure 2.17(c). La caractéristique de ce mode se présente sous forme de marches, c'est-à-dire que la rupture se fait alternativement tout d'abord par la rupture translamellaire, puis par la rupture interlamellaire. D'ailleurs, on peut constater beaucoup de fissures secondaires dont la plupart sont des microfissures interlamellaires et un peu de microfissures intergranulaires, comme illustrée dans la figure 2.17(d).

Figure 2.16 Morphologie complète de la surface de rupture

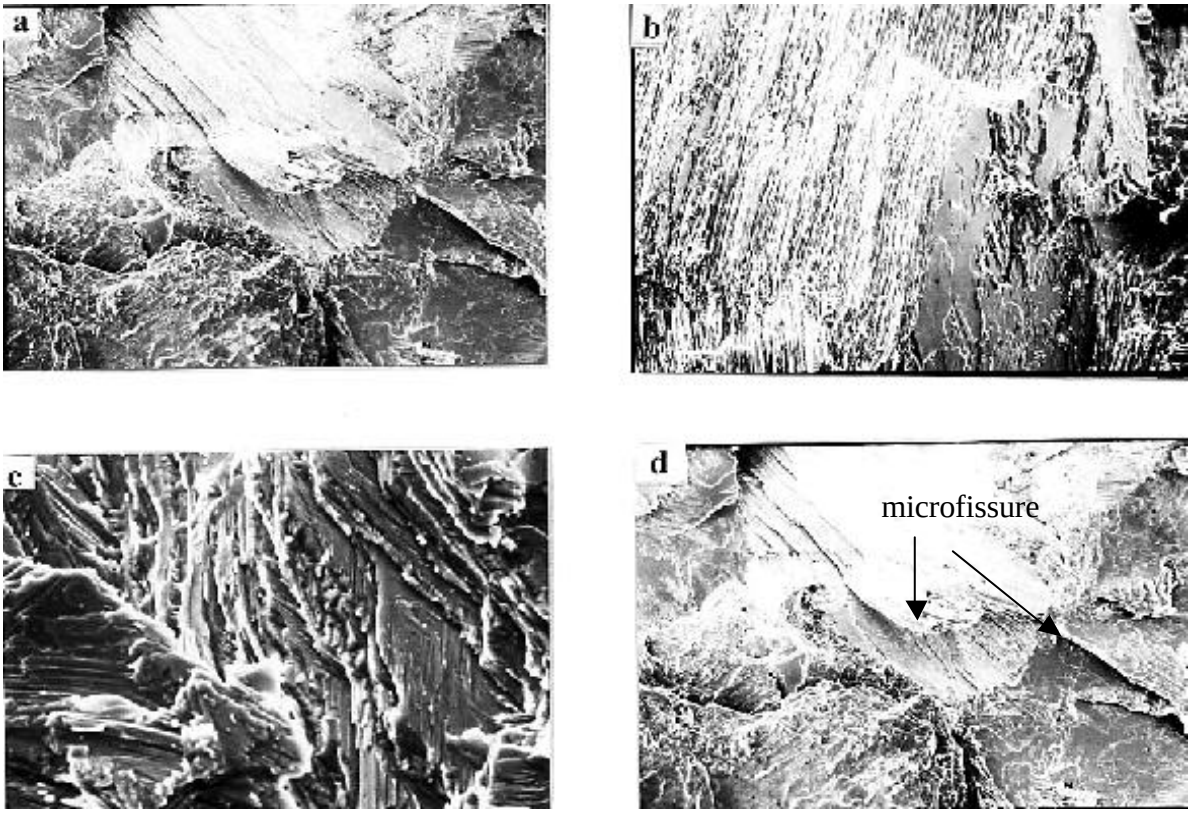


Figure 2.17 Caractéristique de rupture. (a) : séparation interlamellaire, (b): rupture translamellaire, (c) : rupture en marches (d) : s interlamellaires

Par analyse des faciès de rupture, on peut voir que la résistance à la rupture au joint de grains est plus grande que celle dans la matrice γ et celle au sein des grains lamellaires. Parmi ces trois modes de rupture transgranulaire, la plupart appartiennent à la rupture interlamellaire. Par comparaison avec les morphologies dans les différentes microstructures avec différente taille des grains, on peut voir que la morphologie de rupture est pareille. Cela implique que la taille des grains a très peu d'influence sur la morphologie de rupture.

2.4.4. Orientation de fissure

La figure 2.18 présente les orientations de fissures dans les échantillons à microstructure totalement lamellaire après l'essai de ténacité. La taille des grains dans la figure est de : (a) 320µm environ, (b) 420µm environ. On peut constater que les chemins de propagation de fissures sont très sinueux. Il existe beaucoup de flexions et de fissures secondaires au cours de la propagation, la plupart des chemins de propagations se font le long des interfaces de lamelles, et celles qui traversent des lamelles sont très rares. On peut constater parmi ces chemins qu'il existe également le phénomène de pontage. Autour de la fissure principale, il existe des fissures secondaires, la fissure principale n'est pas liée directement aux fissures secondaires, elles sont séparées par des ligaments de cisaillement définis par K. S. Chan [100]. Une partie des fissures secondaires sont parallèles à l'orientation de lamelles, les autres traversent les lamelles, mais celles qui sont parallèles à l'orientation de

lamelles l'emportent. Il existe aussi des fissures qui se propagent le long de joints de grains, mais le nombre est très faible.

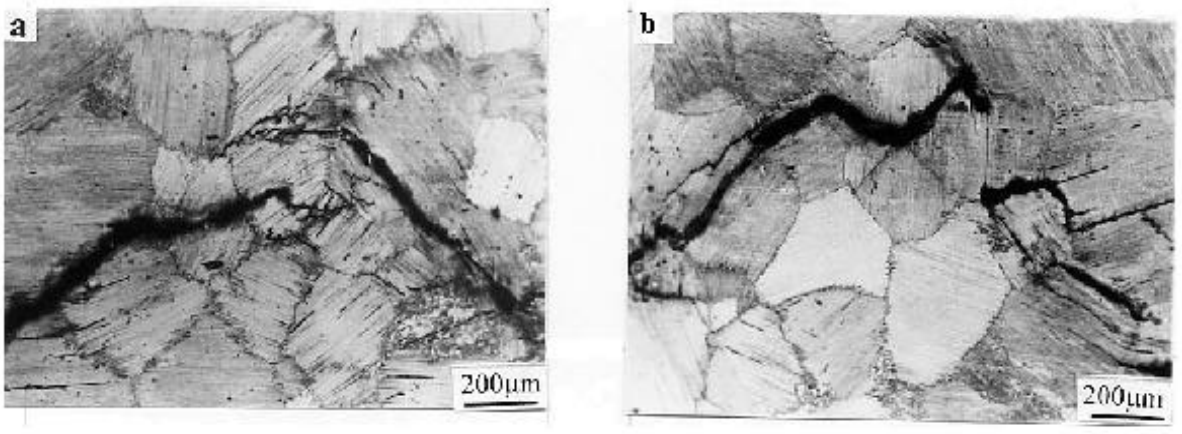


Figure 2.18 Chemin de propagation de fissure dans l'échantillon à microstructure totalement lamellaire après l'essai de ténacité. La taille des grains est de : (a) 320μm, (b) 420μm

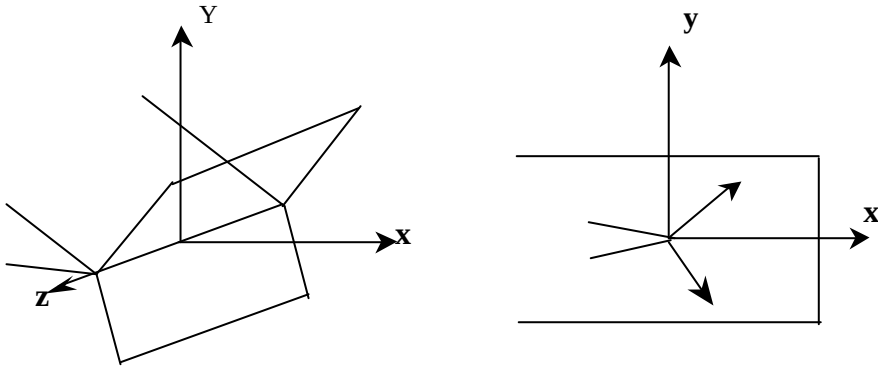
2.4.5. Analyse et discussion

Par de nombreuses expérimentations, nous obtenons la relation entre la ténacité et les paramètres de microstructure de l'alliage TiAl à microstructure totalement lamellaire. La ténacité présente une relation compliquée avec la taille des grains de l'alliage. Le faciès de rupture, l'orientation de fissure etc. présentent des caractéristiques différentes par rapport aux matériaux métalliques conventionnels. Généralement, les propriétés macroscopiques ont des relations essentielles avec les microstructures. Afin d'expliquer ces caractéristiques exceptionnelles, il faut les analyser en tenant compte de la microstructure.

Par l'analyse des faciès de rupture et de l'orientation de propagation de fissures, nous constatons que le processus de rupture de la microstructure totalement lamellaire est principalement contrôlé par l'angle entre l'orientation des lamelles dans les grains parcourus par la propagation de fissures et l'axe de sollicitation extérieure, et qu'il est lié à l'interaction entre l'orientation de lamelles et les joints de grains. L'angle entre l'orientation de propagation de fissure et l'axe de sollicitation extérieure présente une influence importante sur le mode de rupture. Généralement, les champs de contraintes autour des pointes de fissures peuvent être divisés en trois modes : (I) l'axe de sollicitation est perpendiculaire au plan de fissure et à la direction de fissure ; (II) l'axe de sollicitation est parallèle au plan de fissure et à la direction de fissure ; (III). l'axe de sollicitation est perpendiculaire à la direction de fissure mais parallèle au plan de fissure. Parmi ces trois champs de contraintes, le mode I est le champ principal, son degré de concentration de contrainte est le plus important, et il est la cause principale qui conduit à la rupture du matériau.

Lorsque une fissure se produit dans un grain, l'action de cette fissure est déterminée principalement par l'angle entre l'orientation de lamelle et l'axe de sollicitation extérieure. Selon la règle de la déformation plane, on établit les coordonnés en choisissant que la direction de propagation de fissure est l'axe x, l'axe y est la direction perpendiculaire au plan de fissure, et l'axe z la direction de la largeur d'échantillon. Au sein de l'échantillon, sur le

plan tangent des ligaments équi-épais (plan x-y), la direction de la contrainte du cisaillement maximale est dans la direction qui présente un angle de $\pm 45°$ par rapport à l'axe x, comme illustré dans la figure 2.19.



(a) tridimensionnel (b) bidimensionnel

Figure 2.19 Position du cisaillement maximal autour de pointe de fissure à l'état de déformation plane

La composante du cisaillement maximal (t_{max}) dans la direction perpendiculaire à l'interface de lamelle égale celle dans la direction parallèle à l'interface de lamelle, elle est $\frac{\sqrt{2}}{2} t_{max}$. La cission dans la direction perpendiculaire à l'interface de lamelle conduit à l'empilement de dislocations aux interfaces des lamelles γ/α_2. Parce que les compositions chimiques et les structures cristallographiques de ces deux phases ne sont pas les mêmes, les degrés de déformation dans ces deux phases sous l'effet de contraintes ne sont donc pas les mêmes. Comparativement, la phase γ ayant une structure tétragonale à faces centrées est plus facile à déformer que la phase α_2 qui possède une structure hexagonale compacte. Sous l'effet de sollicitations extérieures, la déformation plastique se fait tout d'abord dans la phase γ, et lorsque cette déformation atteint un certain degré, une concentration de contraintes et une déformation incompatible peuvent se produire aux joints des grains ou aux interfaces des lamelles qui conduisent à des microfissures le long de l'interface de lamelles γ/α_2 et à la séparation de lamelles. A cause de la différence entre les orientations cristallographiques et entre les structures cristallines aux cotés des interfaces des lamelles γ/α_2, il existe des dislocations de discordance aux interfaces. Dans des conditions favorables, ces dislocations rendent le glissement de dislocations plus facile aux interfaces de lamelles qu'au sein des grains, la cission le long de l'interface de lamelle ne fait donc généralement pas séparer les lamelles. Après la séparation des lamelles, les dislocations ne peuvent plus glisser le long de l'interface de lamelles, cela entraîne une concentration de contraintes au sein des lamelles. Enfin, les lamelles sont rompues par cette cission le long de l'interface de lamelles, ce qui conduit à des fissures translamellaires, et dans ce cas, les fissures ne se propagent pas le long de l'interface de lamelles. Comme expliqué précédemment, le glissement de dislocation est plus facile à réaliser aux interfaces de lamelles qu'au sein des lamelles dans des conditions favorables, et le glissement le long de l'interface de lamelles n'est empêché que par des

domaines ordonnés. Parce que l'empêchement par des domaines ordonnés est beaucoup moins important que celui provoqué par des interfaces de lamelles, une plus grande déformation peut être supportée dans la direction le long de l'interface de lamelles.

D'ailleurs, en raison de différents degrés de déformation entre la phase γ et la phase α_2 sous l'effet de sollicitations extérieures, les états de contraintes dans ces deux phases ne sont également pas les mêmes. Pour accommoder cette différence de déformation, la phase γ doit être soumise à une contrainte supplémentaire en compression, au contraire, la phase α_2 doit être soumise à une contrainte supplémentaire en traction. Si la sollicitation extérieure est en traction, la contrainte dans la phase α_2 dans la direction parallèle à l'interface de lamelle augmente, et la possibilité de rupture dans les lamelles α_2 augmente. Dans ce cas, le mode de sollicitation devient l'effet d'ensemble de sollicitations de mode I et mode II. Car la sollicitation de mode I est le champ principal de contraintes, lorsque une fissure le long de l'interface de lamelles se propage dans un grain, elle va se propager selon la rupture translamellaire.

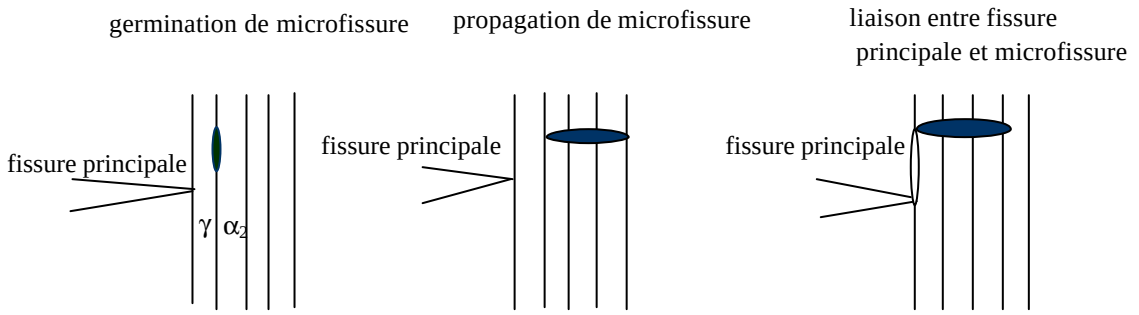
Le processus complet de rupture peut être décrit comme suit : des microfissures sont tout d'abord formées le long de l'interface de lamelles γ/α_2, puis ces fissures se propagent selon la sollicitation de mode I. Comme la microfissure translamellaire est formée dans certains endroits aux interfaces de lamelles γ/α_2 dans la direction 45° devant les pointes de fissure principale, lorsque celle-ci rencontre la microfissure, ces deux fissures ne sont pas sur le même plan, elles sont liées par la rupture le long de l'interface de lamelles, on a alors une sollicitation de mode II. La rupture se produit non seulement par la séparation des lamelles, mais aussi par le déchirement des lamelles, comme illustré dans la figure 2.20(a). La morphologie de la surface de rupture correspond au troisième mode de rupture transgranulaire. Le faciès de rupture présente non seulement la rupture interlamellaire, mais aussi le déchirement des lamelles, et ces deux modes de rupture sont alternatifs sur la surface de rupture, ceci se présente donc sous forme de marches. La déformation de cette rupture est importante, on peut constater les traces de déformation plastique sur le faciès de rupture.

Lorsque l'angle entre l'orientation de lamelle et l'axe de sollicitation extérieure égale 90°, soit l'angle entre l'orientation de lamelle et la direction de propagation de fissure égale 0°. Les composantes de cisaillement maximal dans la direction perpendiculaire à l'interface de lamelles et dans la direction parallèle à l'interface de lamelles sont les mêmes, soit $\frac{\sqrt{2}}{2}t_{\max}$. Lorsque l'angle entre l'orientation de lamelle et l'axe de sollicitation de mode I est de 0°, c'est la cission perpendiculaire à l'interface de lamelles qui conduit à la séparation des lamelles γ/α_2. Les causes sont identiques à celles déjà faites. Mais dans ce cas, l'action de déformation est différente de celle à 90°. Dans cette condition, la rupture se produit le long de l'interface de lamelles au lieu de se produire translamellairement, comme illustré dans la figure 2.21(b). En effet, du point de vue du mode de sollicitation, la rupture le long de l'interface de lamelles est plus facile à produire. D'autre part, la concentration de contrainte engendrée par la cission parallèle à l'interface de lamelles peut être grandement atténuée par le glissement entre lamelles. Lorsque l'angle entre l'orientation de lamelle et la direction de propagation de fissure sous la sollicitation de mode I est de 0°, la déformation plastique conduite est la moins importante, l'énergie consommée est la moindre, et la résistance à rupture est la plus faible. La morphologie de surface de la fissure correspond au premier mode de rupture transgranulaire.

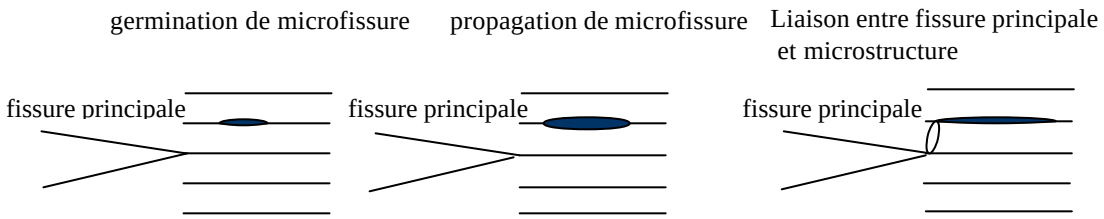
Lorsque l'angle entre l'axe de sollicitation extérieure et l'orientation de lamelle est de 45°, c'est à dire que l'angle entre l'orientation de lamelle et la direction de propagation de fissure sous la sollicitation de mode I est de 45°, la composante du cisaillement maximal dans la direction parallèle à l'interface de lamelles est la maximale, qui égale t_{max}. Mais celle dans la direction perpendiculaire à l'interface de lamelles est de presque zéro. Dans ce cas, la déformation se réalise principalement par le glissement de dislocations le long de l'interface de lamelles. Lorsque la déformation atteint une certaine valeur, la rupture translamellaire se produit. Comme la cission dans la direction perpendiculaire à l'interface de lamelles est presque zéro, il n'y a pas de concentration de contrainte dans cette direction, cela n'entraîne pas de microfissure le long de l'interface de lamelles. Bien que la composante du cisaillement maximal dans la direction le long de l'interface de lamelles soit maximale, l'interface de lamelles peut supporter une plus grande déformation dans cette direction, donc la cission maximale ne peut pas entraîner des microfissures aux interfaces de lamelles. Au sein des lamelles, la cission maximale dans la direction le long de l'interface de lamelles engendre la concentration de contrainte et conduit à la rupture translamellaire. Ce faciès de rupture présente généralement un plan de clivage, pour la phase γ, c'est le plan (111), comme illustré dans la figure 2.20(c). Le chemin de ce type de fissure présente macroscopiquement une rupture unie translamellaire, la morphologie du faciès de rupture appartient au deuxième mode de rupture transgranulaire.

Lorsque l'angle entre la direction de propagation de fissure sous la sollicitation de mode I et l'orientation de lamelle est respectivement compris entre 80°~55°, 10°~35°, le chemin de propagation de fissure est généralement le long de l'interface de lamelles. Cette rupture est conduite par la composante du cisaillement maximal dans la direction perpendiculaire à l'interface de lamelles, et la propagation de fissure le long de l'interface de lamelles est entraînée par la composante de la cisaillement maximal dans la direction parallèle à l'interface de lamelles. Dans ce cas, la direction de propagation est comprise entre le mode I et le mode II. Comme la force de liaison entre lamelles est relativement faible, il suffit d'une force faible pour faire propager la fissure dans cette direction. Si la propagation est conforme à la propagation de fissure sous la sollicitation de mode I, la propagation de fissure devrait traverser les lamelles, il faut plus de l'énergie que celle propagée le long de l'interface de lamelles.

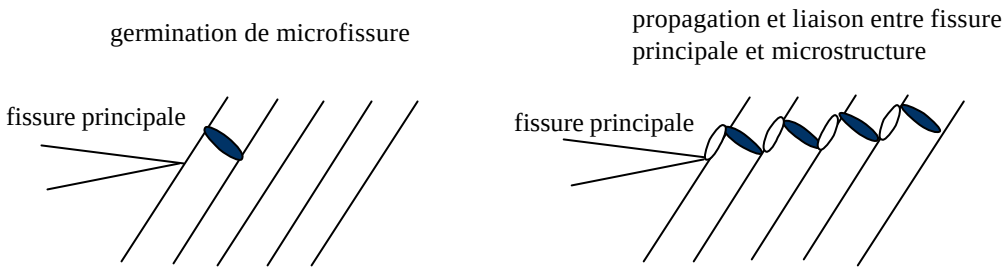
Pour l'alliage à base de TiAl avec une microstructure totalement lamellaire, la caractéristique la plus remarquable après rupture est l'existence de ligaments de cisaillement définis par K. S. Chan [100]. Il a utilisé le mécanisme du ligament de cisaillement pour expliquer la forte ténacité de la microstructure totalement lamellaire. Selon K. S. Chan, le mécanisme de ductilisation par ligament est à l'origine de la déflexion de la fissure principale et de la formation des fissures non-coplanaires devant les pointes de fissure principale. Lorsque la fissure principale se propage d'une façon sinueuse dans des grains, l'angle de déflexion dans chaque grain et le plan de chaque fissure ne sont pas les mêmes, ces plans des fissures ne sont pas liées mutuellement, et sont séparés par les ligaments. La formation de ligaments augmente la ténacité de l'alliage, parce que la propagation de fissure doit déchirer ces ligaments. Au cours de la propagation, il faut augmenter le facteur de contrainte jusqu'à une valeur assez grande, le ligament liant la fissure principale à la microfissure peut être déchiré, la fissure principale peut donc se propager progressivement.



(a)



(b)



(c)

Figure 2.20 Schéma de propagation de fissure lorsque l'angle entre l'orientation de lamelle et la direction de propagation de fissure sous la sollicitation mode I étant différent.

(a) Angle entre la direction de propagation de fissure et l'orientation de lamelles étant de 90°
(b) Angle entre la direction de propagation de fissure et l'orientation de lamelles étant de 0°
(c) Angle entre la direction de propagation de fissure et l'orientation de lamelles étant de 45°

Le processus de formation de ligaments se réalise comme suit : comme des fissures se produisent et se propagent généralement le long des interfaces des lamelles γ/α_2, et qu'en général, la plupart des lamelles font certains angles par rapport à la direction de propagation de fissure sous la sollicitation de mode I, en raison de différentes orientations des lamelles dans les grains différents, le chemin de propagation de fissure dans chaque grain n'est pas coplanaire. Lorsque une fissure se propage le long de l'interface de lamelles jusqu'au joint de grains, la zone plastique autour de la pointe de fissure est déjà entrée dans les grains voisins, cela conduit à déclencher les systèmes de glissement de dislocations et à produire des déformations plastiques dans les grains voisins. Comme la déformation est déjà transmise aux grains voisins, la différence de la déformation dans ces grains voisins est atténuée, la concentration de contrainte est diminuée, cela diminue le nombre de dislocations empilées aux joints de grains, et la possibilité avec laquelle la fissure peut traverser directement le joint de grains devient faible. Au sein de grains voisins, en raison de l'incompatibilité de déformation, des microfissures se produisent et se propagent principalement le long des interfaces de lamelles comme expliqué précédemment, la fissure principale et les microfissures n'étant pas coplanaires, il existe donc une zone qui sépare la fissure principale et les microfissures. Cette zone est appelée ligament, comme illustré dans la figure 2.21. Du fait du relâchement de contraintes tridimensionnelles autour de pointes de fissures, les ligament devant la fissure principale présentent une très grande déformation plastique, et quand cette déformation atteint un certain degré, le ligament sera déchiré, la fissure principale est alors liée aux microfissures.

La rupture de ligament est entraînée généralement par le cisaillement, et ces ligaments donnent à l'alliage TiAl à microstructure totalement lamellaire une forte ténacité.

La taille des ligaments dépend de la taille des grains. Nous pouvons l'analyser par le schéma 2.21. Pour deux grains lamellaires, leurs orientations de lamelles constituent un angle. La taille de ligament pour le gros grain est plus grande que celle du petit grain, mais le nombre de ligaments dans les gros grains est moins important. Au contraire, la taille de ligament dans les petits grains est petite, mais leur nombre est plus important.

Selon le travaux précédents [100], la contribution des ligaments à la ténacité de l'alliage pour les différentes tailles de grains est différente. Lorsque la taille des grains est inférieure à une certaine valeur, la ténacité augmente avec l'augmentation de la taille des grains, et après, la ténacité diminue avec la taille des grains. Par les résultats obtenus dans cette étude (voir la figure 2.15), c'est les effets synthétiques de la taille des ligaments et du nombre des ligaments pour les microstructure avec des tailles de grains différentes. Dans cette étude, le point du tournant de la taille des grains est de 500μm environ.

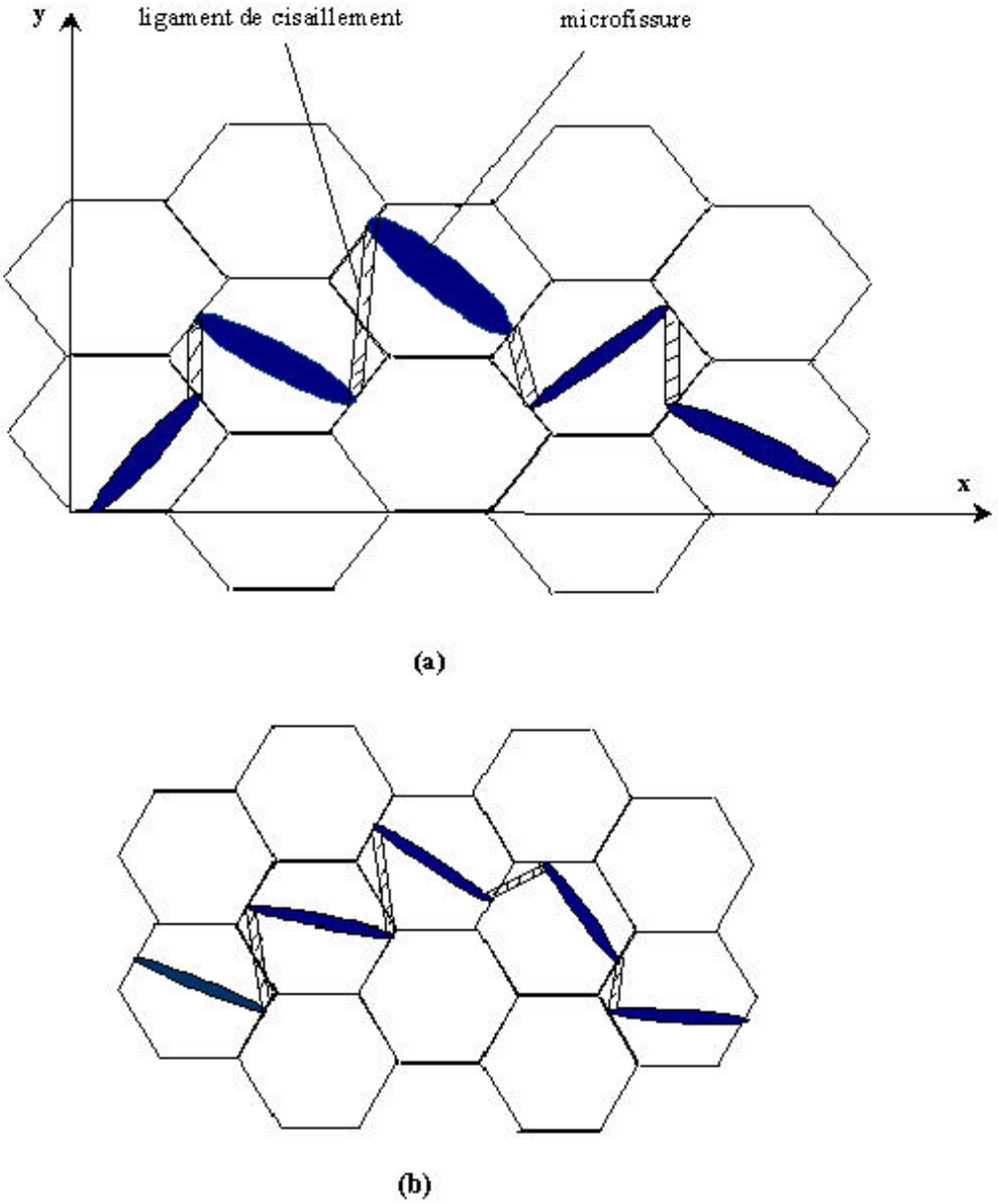


Figure 2.21 Schéma de ligament conduit par la discordance de fissures. (a) microstructure à gros grain, (b) microstructure à grain fin

2.5. Relation entre fraction volumique de grains lamellaires et propriétés mécaniques de l'alliage duplex à base de TiAl

2.5.1. Matériau et procédé thermomécanique

Le matériau utilisé dans cette partie est l'alliage à base de TiAl de composition Ti-48Al-2Cr-2Nb (at.%) comme celui dans la partie 2.1.1.

Comme expliqué dans la partie 2.1.1, à partir de l'état de fonderie, il est très difficile d'obtenir des microstructures fines et homogènes par traitements thermiques conventionnels, surtout des microstructures duplex et presque gamma. Donc, pour obtenir des microstructures fines, des traitements thermomécaniques sont indispensables.

Un traitement thermomécanique est un traitement combinant traitement mécanique et traitement thermique. Pour optimiser la microstructure et améliorer les propriétés mécaniques de l'alliage à base de TiAl, on utilise souvent plusieurs traitements thermomécaniques, par exemple : compression isostatique à chaud, forgeage à chaud, laminage à chaud, extrusion à chaud etc.

Dans cette étude, le lingot à base de TiAl de composition Ti-48Al-2Cr-2Nb a été tout d'abord élaboré par la technique de fusion à électrode consommable. Après le traitement de compression isostatique à chaud, ce lingot a été traité par forgeage isotherme. Ce forgeage a été effectué à 1150°C, à la vitesse de déformation de $1\times10^{-3}sec^{-1}$, et le taux de réduction est de 67%. Après le forgeage isotherme, le lingot a été transformé en une galette ronde, son diamètre est de 100mm, et son épaisseur est de 25mm. La microstructure après forgeage isotherme est montrée dans la figure 2.22.

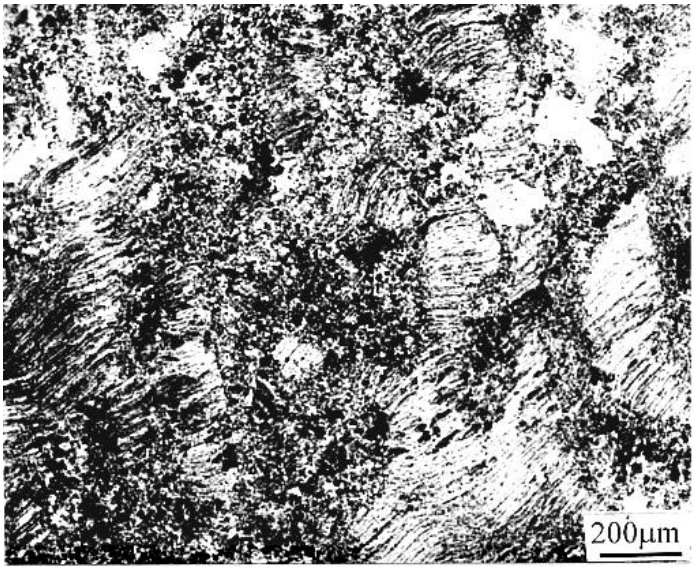


Figure 2.22 Microstructure après forgeage isotherme à 1150°C

En la comparant avec la microstructure à l'état fondu (voir figure 2.1), la microstructure après forgeage isotherme à 1150°C est très changée. Cette microstructure est principalement constituée de deux types de grains : grains γ équiaxiaux formés par restauration dynamique et recristallisation, et microstructure lamellaire déformée. Le rapport entre ces deux types de grains dépend fortement de la température de forgeage et du taux de réduction. Dans cette étude, la température de forgeage isotherme est de 1150°C et le taux de réduction est de 67% environ, la fraction de grains gamma occupe environ 60%. La fraction de grains gamma augmente avec la température de forgeage et le taux de réduction [101].

D'ailleurs, on peut constater sur la figure 2.22 que la microstructure après le forgeage isotherme à chaud a été rangée suivant certaine orientation. Cela signifie que les grains ont été

tournés. Cela aura une grande influence sur la microstructure de post-traitement thermique et sur les propriétés mécaniques de l'alliage, il est donc nécessaire de supprimer cette microstructure directionnelle par traitement thermique. La microstructure après forgeage contient beaucoup de défauts cristallins, par exemple : défaut d'empilement, domaine antiphase etc. A partir de ces défauts cristallins, s'effectue la germination et la croissance de la phase gamma et de la phase α, parce que au cours du traitement thermique, la microstructure après forgeage isotherme a tendance à se transformer en microstructure équilibrée. Donc, si l'on veut augmenter la fraction volumique de grains α_2 ou γ, ou alors former la phase α à haute température et supprimer les grains lamellaire initiales, tous sont liés à la microstructure après forgeage isotherme. Donc la restauration après forgeage isotherme contrôle l'affinement du grain et l'homogénéité de la microstructure.

2.5.2. Procédé de traitement thermique

Le traitement thermique est l'un des moyens principaux pour changer et contrôler la microstructure de l'alliage à base de TiAl après traitement thermomécanique. Les paramètres de traitement thermique tels que température de chauffage, temps de maintien, mode de refroidissement, vitesse de refroidissement, etc., déterminent la microstructure finale. Pour l'alliage TiAl à l'état forgé, le procédé de traitement thermique utilisé le plus souvent est le suivant :

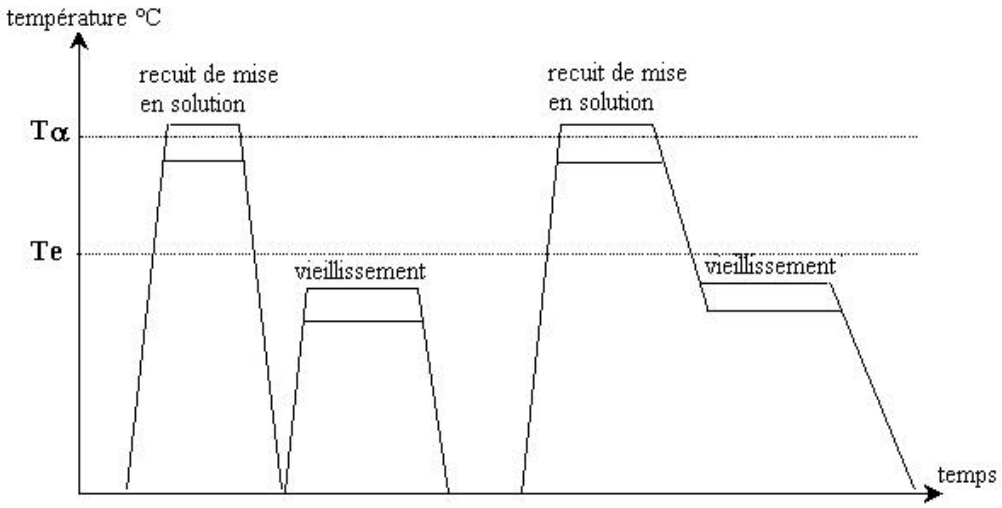


Figure 2.23 Procédé de traitement thermique après le traitement thermomécanique

La première étape du procédé de traitement thermique est le recuit de mise en solution. L'échantillon est chauffé jusqu'à une température située dans le domaine biphasé $\gamma+\alpha$ ou dans le domaine monophasé α puis maintenu pendant un certain temps à cette température. L'objectif de cette étape est de contrôler la quantité de la phase α et la taille des grains. Généralement, la phase α se transforme en microstructure lamellaire par la réaction eutectoïde au cours du refroidissement suivant : $\alpha \rightarrow \alpha_2 + \gamma$. Donc, le recuit de mise en solution détermine la fraction volumique de grains lamellaires. Lorsque l'alliage est chauffé jusqu'à une température supérieure à T_α (température du transus α), la microstructure obtenue après

refroidissement sera la microstructure totalement lamellaire, et la taille des grains est généralement très grosse. Lorsque la température chauffée est inférieure à la température de transus α, la microstructure lamellaire avec des grains relativement fins peut être obtenue, mais il existe également des grains γ très fins aux joints des grains lamellaires. Lorsque la température chauffée se situe dans le domaine biphasé $\gamma+\alpha$, on peut obtenir la microstructure duplex après refroidissement. Si la température chauffée est très basse dans le domaine biphasé avec un temps de maintien suffisant, la microstructure obtenue après refroidissement sera la microstructure presque γ. Si la température chauffée est très basse dans le domaine biphasé avec un temps de maintien insuffisant, la microstructure obtenue après le refroidissement sera constituée de grains γ et de grains lamellaire initiaux, c'est-à-dire que la microstructure déformée après le forgeage isotherme n'est pas complètement supprimée.

La deuxième étape de traitement est le vieillissement au-dessous de la température eutectoïde. L'objectif de cette étape est de stabiliser la microstructure et d'obtenir une microstructure équilibrée.

L'étude précédente [102] montre que l'effet de vieillissement ne conduit que le changement de microstructure à une échelle très fine qui peut seulement être constatée sous le microscope électronique en transmission. Le vieillissement direct donne lieu à une faible fraction volumique de la phase α_2, et elle existe sous une forme de grosse latte ou de fine particule. Au contraire, le vieillissement indirect conduit à une microstructure lamellaire avec des lamelles très fines et des particules α_2 fines.

Les autres paramètres de traitement thermique, par exemple, la vitesse de refroidissement, la stabilisation etc. ont également des influences très importantes sur la microstructure et les propriétés mécaniques. Mais dans cette partie, nous nous somme attachés à étudier les influences de la fraction volumique de grains lamellaires sur les propriétés mécaniques de l'alliage. Nous utilisons les traitements thermiques pour obtenir les microstructure duplex avec différentes fractions volumiques de grains lamellaires, en maintenant l'espacement interlamellaire stable dans les grains lamellaires par une vitesse constante de refroidissement.

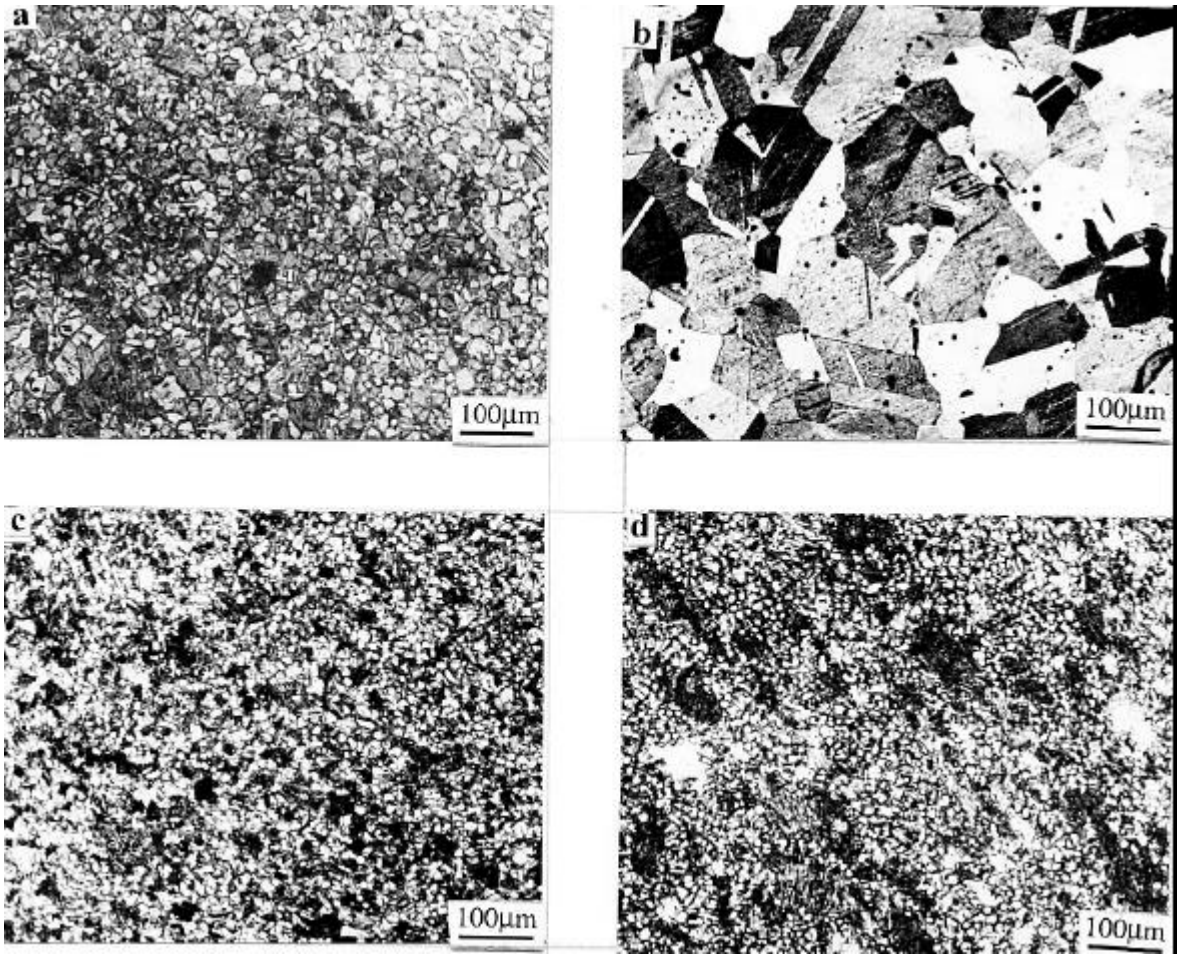
2.5.3. Microstructure obtenue et Expérimentation

Les microstructures duplex avec différentes fractions volumiques de grains lamellaires (voir figure 2.24) ont été obtenues. La détermination de la fraction volumique de grains γ et de grains lamellaires a été faite en utilisant la méthode de métallographie quantitative. Pour chaque microstructure, au moins deux échantillons ont été utilisés. La détermination de la taille des grains est faite dans les domaines représentatifs sur les photographies, en calculant respectivement la taille moyenne des grains γ et des grains lamellaires, puis la taille moyenne des grains d'un échantillon est calculée en utilisant la formule suivante [103] :

$$d_m = \sqrt{\frac{n_f d_f^2 + n_g d_g^2}{n_g + n_f}} = \sqrt{\frac{d_f^2 d_g^2 (f_f + f_g)}{f_f d_g^2 + f_g d_f^2}} \qquad 2.5$$

où d_m est la taille moyenne des grains d'un échantillon, n_f est le nombre de grains γ dans le domaine choisi, n_g est le nombre de grains lamellaires, d_f est la taille moyenne des grains γ, d_g est la taille moyenne des grains lamellaires, f_f est la fraction volumique des grains γ, et f_g est la fraction volumique des grains lamellaires.

L'essai de traction a été choisi pour caractériser les propriétés mécaniques de l'alliage duplex à base de TiAl. Les échantillons de traction sont usinés par découpage au fil électronique, la dimension de l'échantillon est montrée dans la figure 2.25. Un poli électrolytique de 100µm environ est utilisé pour enlever la couche superficielle, afin d'éviter l'influence de défauts superficiels sur les propriétés mécaniques de l'alliage. Pour chaque microstructure, au moins deux échantillons sont utilisés pour l'essai de traction, et la valeur finale est la moyenne de ces deux échantillons. L'essai de traction est fait dans la machine MTS à la température ambiante, la vitesse de déformation est de 10^{-4}/s. Les résultats sont obtenus par un ordinateur lié à la machine MTS.



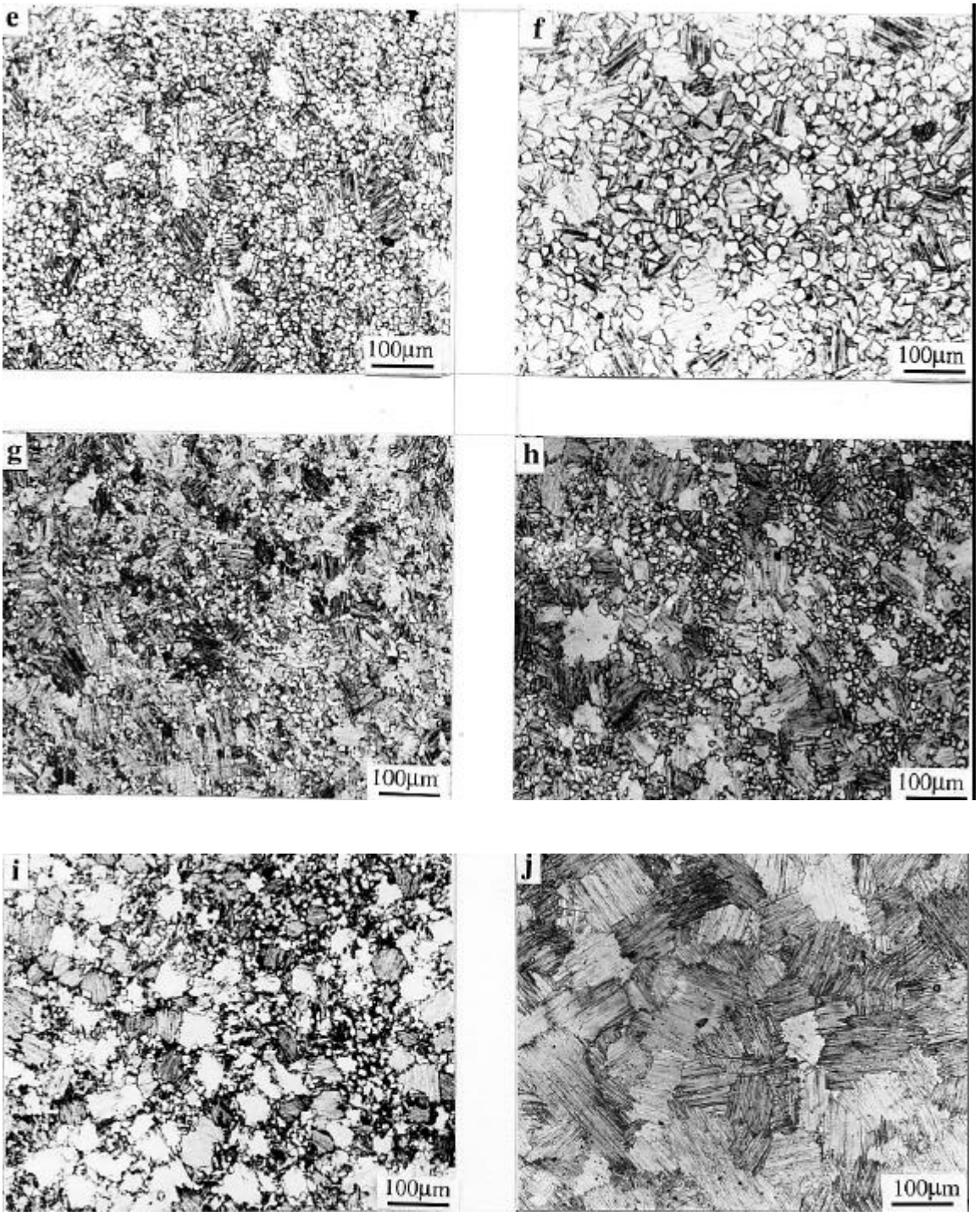


Figure 2.24 Microstructure utilisée pour l'essai de traction : a et b sont les microstructures presque gamma avec différentes tailles des grains ; c à i sont les microstructures duplex avec différentes fractions volumiques de grains lamellaires ; j est une microstructure totalement lamellaire

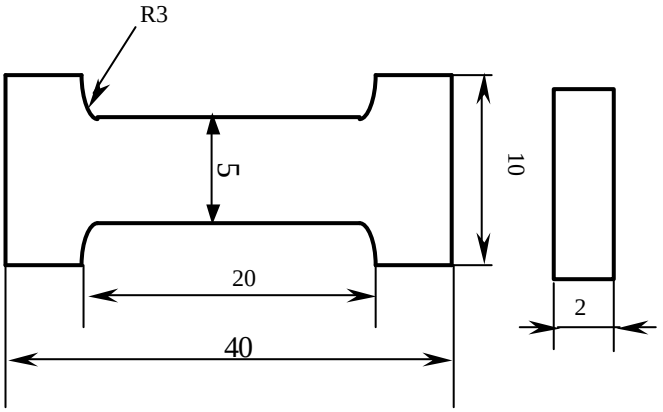


Figure 2.25 Dimension de l'échantillon pour l'essai de traction

2.5.4. Résultat de l'essai de traction

2.5.4.1. Résistance de l'alliage à la traction

Les paramètres de microstructure obtenues par différents traitements thermiques sont montrés dans le tableau 2-8, avec les résultats des propriétés mécaniques obtenus par l'essai de traction.

Tableau 2-8 Propriété mécanique de l'alliage TiAl à microstructure duplex

numéro d'échantillon	V_L (%)	D (µm)	$\sigma_{0,2}$ (MPa)	σ_R (MPa)	K_{IVM} ($MPam^{1/2}$)	A (%)
1	~5%	γ : ~20	366	497	9,6	1 ,32
2	~15%	γ : ~20 L : ~30	443	586	11,33	2,12
3	~25%	γ : ~20 L: ~35	526	635	14,05	2.45
4	~35	γ: ~25 L: ~40	565	660	16,64	2,32
5	~50	γ: ~30 L: ~55	602	745	20,21	2,28
6	~65	γ: ~30 L: ~60	595	721	21,56	1,83
7	~75	γ: ~25 L: ~75	560	703	23,56	1,75
8	~85	γ: ~30 L: ~80	520	625	24,72	1,55

9	~90	γ: ~30 L: ~95	485	592	28,83	1,15
10	~100	L: 120	435	495	30,4	0,55

où

V_L — fraction volumique de grains lamellaires
D — taille des grains
$\sigma_{0,2}$ — limite d'élasticité de l'alliage
σ_R — résistance à rupture
K_{IVM} — ténacité à rupture
A — déformation à la rupture

On peut constater dans le tableau ci-dessus que les propriétés mécaniques varient avec la fraction volumique de grains lamellaires. La température de chauffage dans le domaine biphasé $\alpha+\gamma$ est plus haute, la fraction volumique de grains lamellaires est plus importante, la résistance de l'alliage est plus forte. Mais lorsque la fraction volumique de grains lamellaires atteint une certaine valeur (dans cette expérimentation, 50% environ), la résistance à la traction commence à décroître. La figure 2.26(a) montre la limite d'élasticité et la résistance à rupture de l'alliage varient avec la fraction volumique de grains lamellaires. On peut constater que lorsque la fraction volumique de grains lamellaires est comprise entre 50%-70%, la limite d'élasticité et la résistance à la rupture sont très fortes, et quand la fraction volumique de grains lamellaire possède une valeur près de 50%, la résistance de l'alliage obtient la valeur maximale.

2.5.4.2. Analyse et discussion

Pour les alliages polycristallins, tous les facteurs qui influencent le glissement de dislocations ont des influences sur la résistance de l'alliage. La résistance d'un matériau est principalement liée aux plusieurs facteurs, par exemple : (1) composition chimique ; (2) propriétés de chaque constituant ; (3) mécanisme de déformation de chaque constituant ; (4) taille de grains, joints de grains, sous-joint de grains, sous-structures ; (5) structure de grain etc.

Pour l'alliage duplex à base de TiAl étudié dans cette partie, la composition chimique est déterminée : Ti-48Al-2Cr-2Nb. Les éléments d'addition tels que Cr et Nb durcissent l'alliage par solution solide. Par ailleurs, l'alliage contient un certain pourcentage d'oxygène, qu'il est très efficace pour le durcissement de l'alliage par solution solide, et en particulier, par des dispersion de particules de Al_2O_3 dans l'alliage.

Comme expliqué au chapitre 1, le mécanisme de déformation existant dans l'alliage à base de TiAl est le glissement de dislocations et la déformation par maclage. Pour la microstructure duplex, les obstacles au glissement de dislocations et à la déformation par maclage sont : joint des grains, interface des lamelles et la deuxième phase α_2. Les études sur le mécanisme de déformation dans l'alliage à base de TiAl montrent que, sous l'effet de sollicitations extérieures, une mobilité suffisante de dislocations se produit dans la phase γ mais pas dans la phase α_2, et, du fait de la différence des structures cristallines de ces deux phases, beaucoup de dislocations de discordance se produisent aux interfaces des lamelles des phases γ et α_2 ou aux joints de grains γ/α_2, et des dislocations et maclages sont émises de la

phase γ vers les interfaces γ/α_2 pour accommoder ces différences [104]. Mais les dislocations et les maclages ne peuvent pas traverser les lamelles α_2 [105], le glissement de dislocations et le mouvement de maclage sont donc empêchés par les interfaces de lamelles et par les joints de grains γ/α_2, la résistance de l'alliage est donc augmentée.

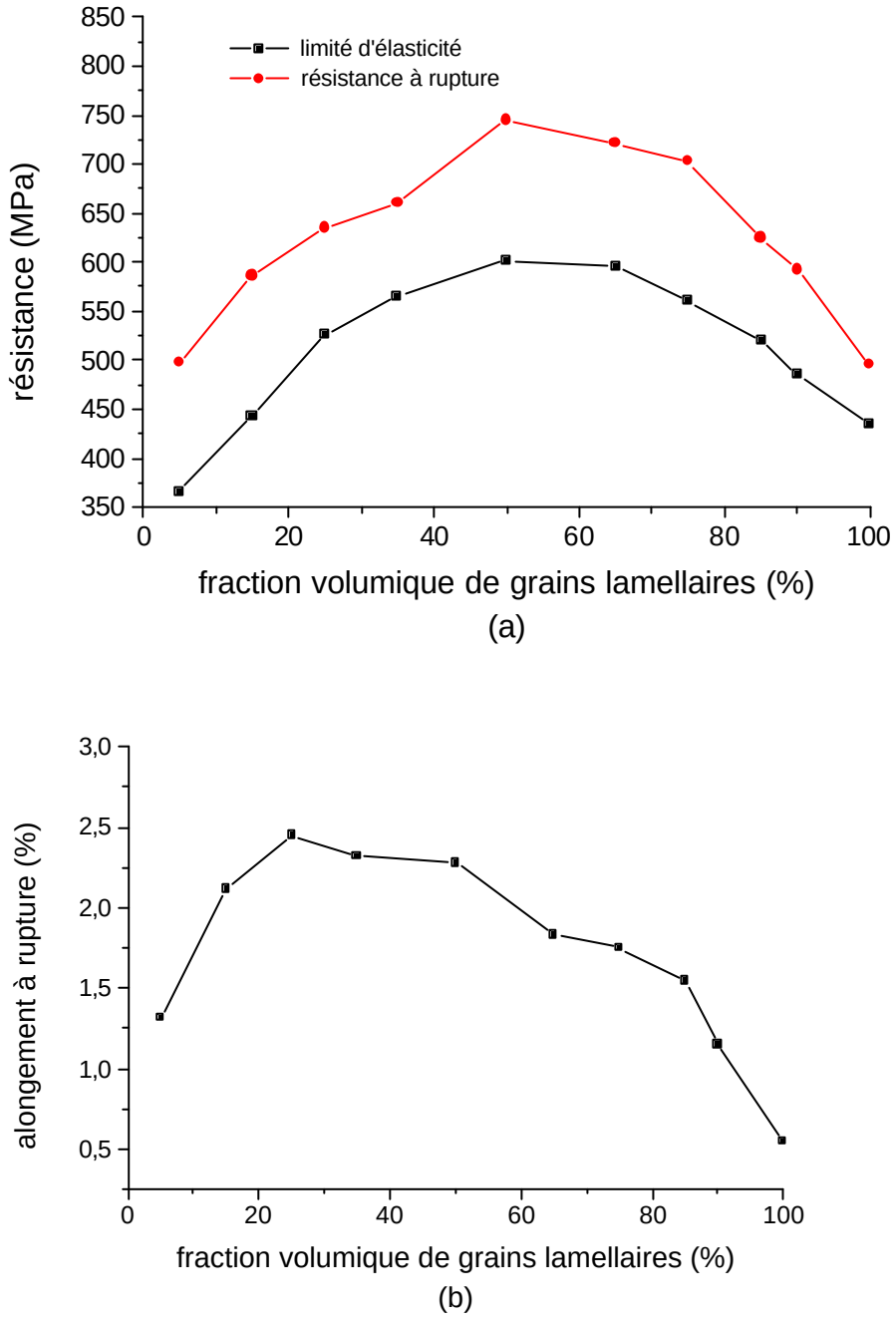


Figure 2.26 Relation entre propriétés mécaniques et fractions volumiques de grains lamellaires. (a) les résistance variant avec la fraction volumique de grains lamellaires. (b) ductilité en traction variant avec la fraction volumique de grains lamellaires.

Dans la microstructure duplex, entre les lamelles γ et entre les grains γ, des dislocations et macles sont plus faciles à se transférer d'un à l'autre, mais entre la phase γ et la

phase α_2, le transfert de dislocations et macles est difficile. Par conséquent, la phase α_2 est considérée comme une phase durcissante dans cet alliage. L'étude précédente [106] montre que la fraction volumique de la phase α_2 augmente avec la fraction volumique de grains lamellaires. Donc, avec l'augmentation de grains lamellaires, la résistance de l'alliage augmente. Mais lorsque la fraction volumique de grains lamellaires est supérieure à une certaine valeur, la ductilité de l'alliage devient faible, la résistance de l'alliage diminue. Parce que l'incompatibilité de déformation engendrée par la différence du glissement de dislocations entre ces deux phases et la concentration de contrainte entraînée par l'empilement de dislocations rendent l'alliage plus fragile. Cela conduit à la rupture prématurée de l'alliage.

Dans la microstructure presque gamma et la microstructure duplex avec une faible fraction volumique de grains lamellaires, la deuxième phase α_2 se présente principalement sous une forme globulaire ou une forme de latte courte, l'empêchement de dislocations et de macles par cette phase est faible, le mouvement de dislocations est plus libre et le passage peut se faire par contournement. Cela diminue les propriétés en traction, la résistance de l'alliage est donc relativement faible.

La limite d'élasticité de l'alliage TiAl à microstructure duplex est généralement supérieure à celle de l'alliage TiAl à microstructure totalement lamellaire, une des causes principales est due à la petite taille des grains. L'affinement de la taille des grains est une des méthodes les plus efficaces pour augmenter la résistance de l'alliage polycristallin. L'influence de la taille des grains sur la résistance de l'alliage est le reflet de l'effet de joints de grains, parce que les joints de grains sont l'obstacle le plus efficace pour empêcher le glissement de dislocations. Au joint de grains, l'empilement de dislocations doit atteindre un degré suffisant pour entraîner une concentration de contrainte assez importante pour déclencher les systèmes de glissement de dislocations dans les grains voisins. Par conséquent, la diminution de la taille des grains conduit à l'augmentation du nombre d'obstacles au mouvement de dislocations, et conduit à la diminution de la longueur de l'empilement de dislocations, donc à augmenter la résistance de l'alliage.

La figure 2.27 montre quatre microstructures qui possèdent une fraction volumique de grains lamellaires approximativement équivalente (85% environ), mais leurs tailles moyennes des grains ne sont pas les mêmes. La figure 2.28(a) est la relation entre la limite d'élasticité et la résistance à rupture variant avec la taille moyenne des grains $D^{-1/2}$. On peut constater que leur relation est liée à la relation Hall-Petch, soit $\sigma_y=\sigma_i+k_yD^{-1/2}$, où σ_i=315MPa, k_y=2,38MPam$^{1/2}$, ce qui sont différent de ceux de la microstructure totalement lamellaire obtenus dans la partie précédente. A partir de la figure 2.28(a), on peut connaître la contribution de joints de grains à la résistance de l'alliage.

On peut constater également dans la figure 2.26 que la résistance à rupture de l'alliage TiAl à microstructure duplex dépend également de la fraction volumique de grains lamellaires, et la tendance de variation est semblable à celle de la limité d'élasticité. Mais ces deux courbes ne sont pas parallèles, l'écart entre eux est plus important lorsque la fraction volumique de grains lamellaires est faible. Cela indique que, lorsque la fraction volumique de grains lamellaire est faible, la ductilité de l'alliage est plus importante.

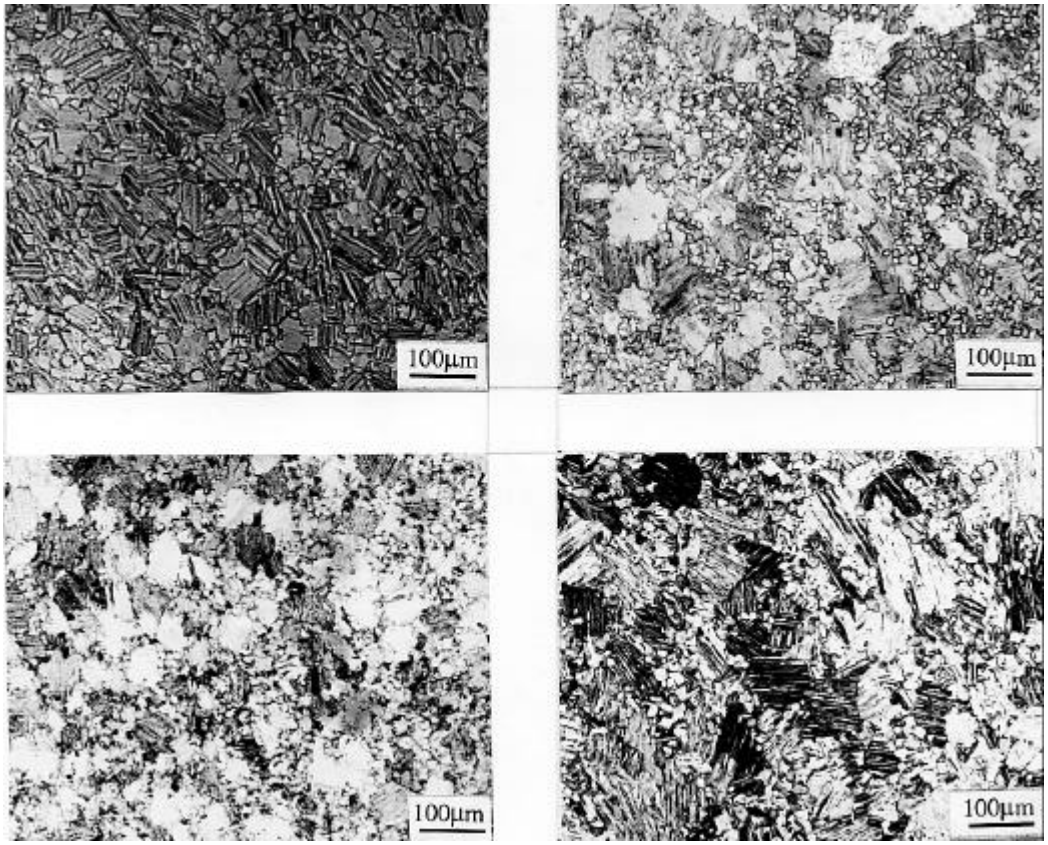


Figure2.27 Microstructures duplex possédant presque la même fraction volumique de grains lamellaires mais avec différentes tailles des grains

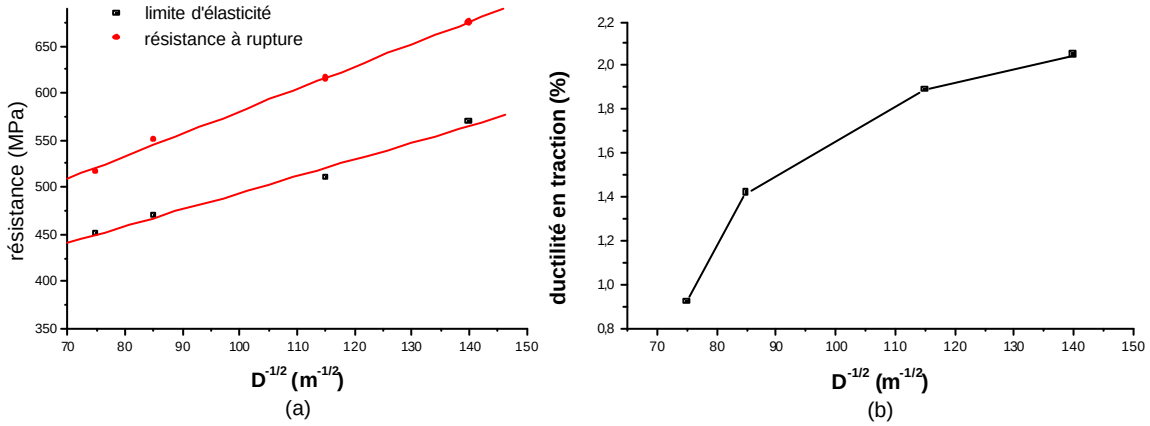


Figure 2.28 Résistance (a) et ductilité (b) de l'alliage varient avec taille des grains $D^{-1/2}$

La résistance à rupture signifie la capacité de l'alliage à résister à la rupture sous l'effet de sollicitation extérieure. Elle dépend de la nature de l'alliage, de la microstructure de l'alliage, et du mode de sollicitation. Dans la microstructure de l'alliage TiAl à microstructure duplex, des fissures se produisent tout d'abord dans la région des grains lamellaires. C'est parce que, sous l'effet de sollicitation extérieure, en raison des différents degrés de déformation entre la phase γ et la phase α_2, les états de contraintes dans ces deux phases ne

sont pas les mêmes, et la phase γ est plus facile à déformer que la phase α_2. Pour accommoder cette différence de déformation, la phase γ doit être soumise à une contrainte supplémentaire en compression et, au contraire, la phase α_2 doit être soumise à une contrainte supplémentaire en traction. Si la sollicitation extérieure est en traction, la contrainte dans la phase α_2 augmente, la possibilité de rupture dans la phase α_2 augmente, des fissures peuvent être conduites aux interfaces de lamelles γ/α_2, puis se propager vers la région de grains γ [103]. Comme la structure tétragonale de la phase γ manque cinq systèmes indépendants de glissement, il existe une incompatibilité de déformation plastique aux joints de grains γ, cela conduit à la séparation entre les grains γ.

Par les analyses précédentes, on sait bien que les propriétés mécaniques de la microstructure duplex dépendent fortement de la fraction volumique de grains lamellaires. Par conséquent, l'amélioration des propriétés mécaniques de l'alliage TiAl à microstructure duplex peut se réaliser par le contrôle de la fraction volumique des grains lamellaires et par le contrôle de la taille des grains. Par ailleurs, le contrôle de l'espacement interlamellaire et de la fraction volumique de la phase α_2 est également très efficace pour obtenir les propriétés mécaniques convenables.

2.5.4.3. Ductilité de l'alliage en traction

Comme expliqué au chapitre 1, l'amélioration de la ductilité de l'alliage à base de TiAl peut se réaliser par plusieurs méthodes, mais la piste la plus efficace passe par l'affinement de la taille des grains et par la contrôle de la proportion de constituants de l'alliage.

On peut constater sur la figure 2.26(b) que la ductilité de l'alliage duplex à base de TiAl diminue généralement avec l'augmentation de la fraction volumique de grains lamellaires. On peut également constater sur la figure 2.24 que, avec l'augmentation de la fraction volumique de grains lamellaires, la taille moyenne des grains γ reste approximativement constante, mais celle des grains lamellaires devient importante. A cet égard, la ductilité de l'alliage duplex est contrôlée principalement par la taille des grains lamellaires.

Avec l'augmentation de la fraction volumique des grains lamellaires, la diminution de la ductilité est due par ailleurs à l'effet de la deuxième phase α_2, et cette influence se réalise non seulement par la fraction volumique de la phase α_2 , mais aussi par la forme de la phase α_2 [107]. La phase α_2 est très sensible à l'hydrogène, et la solubilité de l'hydrogène dans cette phase est plus grande que celle dans la phase γ, et, avec l'augmentation de la fraction volumique de grains lamellaires, la phase α_2 augmente. Par interaction entre la phase α_2 et l'hydrogène au cours de la traction à l'air, la fragilité de l'alliage augmente. D'ailleurs, la distribution de la phase α_2 dans l'alliage TiAl est discontinue, cela conduit à une concentration de contrainte, surtout lorsque la phase α_2 est sous forme de latte, la concentration de contrainte est aggravée, la fragilité de l'alliage augmente.

L'étude sur le mécanisme de déformation dans les deux phases γ et α_2 montre que la ductilité de l'alliage TiAl peut être améliorée par l'augmentation de la capacité du glissement homogène et par la capacité de transfert de déformation à travers des joints de grains et des interfaces de lamelles [108]. Il est à noter que la diminution de la taille des grains facilite

l'homogénéité de glissement, et l'augmentation de la fraction des joints de grains facilite également le transfert de déformation d'un grain à l'autre, la ductilité de l'alliage est donc améliorée. Par ailleurs, l'affinement des grains augmente la résistance à la propagation de fissures, parce que cela augmente le nombre d'obstacle à leur croissance. Au contraire, lorsque la taille des grains augmente, le glissement de déformation varie d'une façon homogène à l'autre façon plane, la ductilité de l'alliage diminue [109].

Quand la taille des grains augmente, la diminution de la ductilité de l'alliage est due également à la rapide localisation de déformation [110]. Lorsque la taille des grains augmente, la distribution de contraintes aux joints de grains devient plus hétérogène, cela conduit à l'empilement de dislocations, et cet empilement peut aggraver la localisation de contraintes dans les grains ou dans des bandes de glissement. En raison de la faible capacité de la relaxation de cette localisation de contraintes, des microfissures peuvent être entraînées, et conduire à la rupture de l'alliage.

On peut utiliser un modèle pour expliquer l'influence de l'affinement de grains sur l'amélioration de la ductilité de l'alliage.

On peut supposer que la rupture de l'alliage est principalement contrôlée par le processus de la germination de fissures entraînées par la concentration de contraintes engendrée par l'empilement de dislocations sous l'effet de contrainte de cisaillement. Pendant ce processus, la contrainte de cisaillement τ_p dans la zone de l'empilement est une fonction de la taille des grains d et de la force appliquée τ_a. On peut écrire alors :

$$t_p = C_1 d t_a^2 \text{ [166]} \qquad 2.6$$

Habituellement, on peut écrire :

$$s_p = C d s_a^2 \qquad 2.7$$

où C_1 et C sont les constantes. A partir de l'équation 2.7 et de l'équation de contrainte d'écoulement $s_p = Ke^n$, la courbe de contrainte locale d'écoulement pour deux différentes tailles des grains d_1 et d_2 (en supposant que $d_1<d_2$) est montrées dans la figure 2.29(a). Sous l'effet de fissures initiales, ces deux matériaux sont rompus dans la même contrainte locale à la rupture σ_{pf}, mais leurs déformations à la rupture ne sont pas les mêmes, et $\varepsilon_{1f} > \varepsilon_{2f}$. En utilisant ces deux déformations à la rupture et l'équation de contrainte d'écoulement, et en associant la relation $s_a = C_2 d^{-\frac{1}{2}}$ (pour une σ_p donnée) qui dévie de l'équation 2.7, on peut montrer les courbes contrainte-déformation pour deux alliages ayant deux différentes tailles des grains dans la figure 2.29(b). On peut constater que l'alliage ayant une taille des grains moins importante possède non seulement une contrainte d'écoulement plus grande, mais aussi un allongement à la rupture plus grand, et amène une résistance à la rupture σ_{a1f} supérieure à celle de l'alliage ayant une grosse taille des grains σ_{a2f}.

La ductilité de l'alliage est donc contrôlée par la déformation générale qui est plus importante pour une taille des grains plus faible. Pour les microstructures duplex, avec l'augmentation de la fraction volumique des grains lamellaire, l'incompatibilité de

déformation devient de plus en plus forte, cela conduit à la germination de fissures et à la rupture sous une faible déformation plastique.

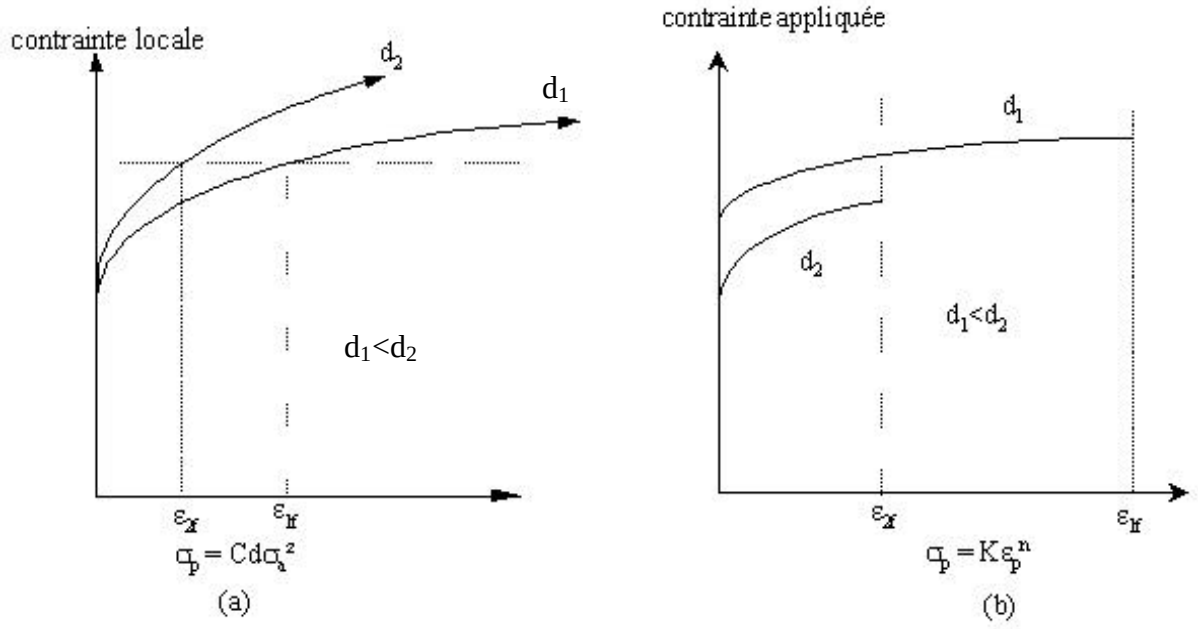


Figure 2.29 Contrainte d'écoulement contrôlée par l'empilement de dislocations et déformation à la rupture pour deux différentes tailles de grains

Mais l'augmentation de la ductilité de l'alliage à base de TiAl par l'affinement de grains n'est pas suffisante, cela est liée au mécanisme de déformation dans cet alliage. Lorsque la taille des grains diminue, les contraintes distribuées dans l'échantillon deviennent homogènes et cela est défavorable pour former des macles, parce que la concentration de contraintes facilite la formation de macles dans l'alliage à base de TiAl [111]. Avec la diminution de la taille des grains, l'effet du glissement homogène de dislocations sur l'augmentation de la ductilité devient important, mais la contribution des macles à la ductilité devient faible. Du fait de la suppression de l'activité de macles, il n'y a que les dislocations ordinaires ½[110] qui participent à la déformation plastique, et qu'il est clairement insuffisant pour fournir la compatibilité nécessaire de déformation entre les grains. Donc, bien que la ductilité de l'alliage duplex augmente avec la diminution de la taille des grains, la caractéristique de rupture de l'alliage reste fragile, comme nous l'étudierons dans la partie suivante.

Généralement, la ductilité de la microstructure duplex est meilleure que celle de la microstructure presque γ et celle de la microstructure totalement lamellaire. C'est parce que : (1) la taille des grains de l'alliage duplex est généralement faible due à la croissance compétitive entre grains γ et α à la température de traitement thermique située dans le domaine biphasé $\alpha+\gamma$. (2) au sein du grain lamellaire, il existe des interfaces nombreuses qui facilitent ou permettent la déformation dans ces régions. Ces interfaces sont parallèles aux plans compacts des phases γ et α_2, et contiennent une haute densité de dislocations. (3) il existe une certaine fraction volumique de grains γ aux joints de grains lamellaires, cela peut atténuer la concentration de contrainte et transmettre la déformation plastique. (4) Pour la microstructure duplex, il existe très peu de particules d'oxyde aux joints de grains qui sont les

lieus de la germination de fissures. D'ailleurs, les joints de grains peuvent contenir un certain oxygène interstitiel, cela peut augmenter la cohésion entre les grains. (5) Dans cette étude, les traitement thermomécaniques rendent l'alliage plus homogène, cela peut augmenter l'homogénéité de déformation de l'alliage.

La ductilité de l'alliage duplex est quand même insuffisante, c'est principalement parce que les macles dans les grains lamellaires ne peuvent pas traverser les lamelles α_2 dans les grains lamellaires [105]. Cela conduit à une concentration de contraintes et des fissures dans les grains lamellaires. Une méthode possible pour augmenter la ductilité de cet alliage est de durcir la phase γ et adoucir la phase α_2 afin d'obtenir un équilibre entre ces deux phases [110]. Par ailleurs, par l'élément d'addition, la tétragonalité de la phase γ peut être abaissée, et, en associant les nouveaux procédés de traitements thermiques et thermomécaniques, la ductilité de l'alliage TiAl pourrait être remarquablement améliorée.

2.6. Influence de la fraction volumique de grains lamellaires sur la ténacité de l'alliage TiAl à microstructure duplex

Comme étudié précédemment, pour les alliages à base de TiAl avec microstructure duplex, la fraction volumique de grains lamellaires joue un rôle très important pour déterminer les propriétés mécaniques de l'alliage. Beaucoup d'études ont été faites sur la ténacité de l'alliage TiAl à microstructure duplex, mais cela se limite à les comparer avec les autres types de microstructures. Jusqu'à maintenant, il n'existe pas d'étude systématique sur les influences de la fraction volumique de grains lamellaires sur la ténacité de l'alliage TiAl à microstructure duplex.

Dans cette partie, en se basant sur les études précédentes, nous étudierons la ténacité de l'alliage TiAl à microstructure duplex, et surtout la fraction volumique de grains lamellaires sur la ténacité à rupture de l'alliage. Puis, la relation inverse entre la ténacité et la ductilité variant avec la fraction volumique de grains lamellaire sera discutée.

2.6.1. Microstructure et expérimentation

Le matériau utilisé dans cette partie est le même que celui utilisé dans la partie 2.1.1. Les traitements thermomécaniques, les procédés de traitement thermique sont les mêmes que ceux expliqués dans la partie 2.5, et les microstructures utilisées sont montrées sur la figure 2.24. L'essai de ténacité à rupture se fait en utilisant la même méthode expliquée dans la partie 2.5.

2.6.2. Résultats d'expérimentation

Les résultats de l'essai de ténacité à rupture sont montrés dans le tableau 2-8.

La figure 2.30 est la relation entre la ténacité de l'alliage étudié et la fraction volumique de grains lamellaires de la microstructure duplex. On peut constater que la ténacité de l'alliage augmente avec l'augmentation de la fraction volumique de grains lamellaires. L'alliage à microstructure presque gamma ne présente qu'une ténacité de 9.6 $MPam^{1/2}$, et la

microstructure possédant une fraction volumique de grains lamellaires de 50% a une ténacité de 19.6 $MPam^{1/2}$, et la ténacité de la microstructure presque lamellaire (par exemple : possédant une fraction volumique de grains lamellaires de 90%) présente une valeur assez grande, soit 28.83$MPam^{1/2}$.

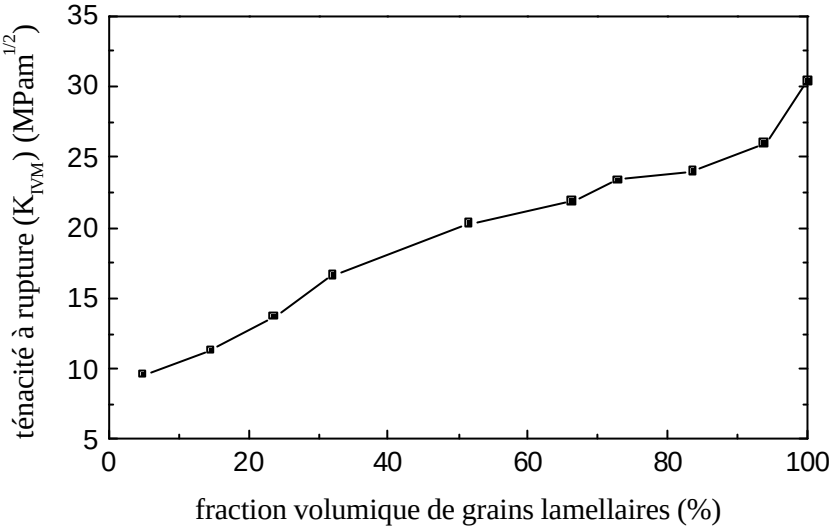


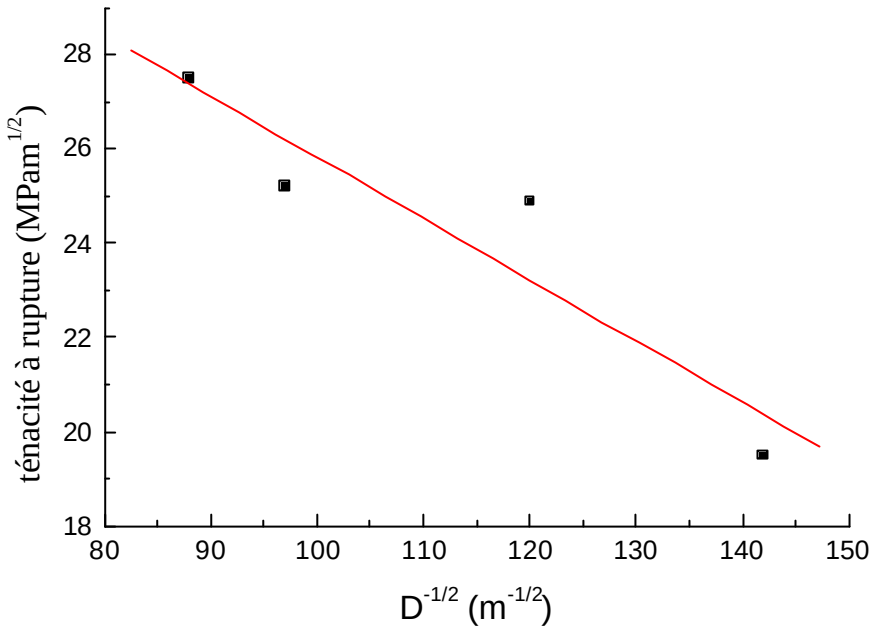
Figure 2.30 Relation entre la ténacité de l'alliage à base de TiAl et la fraction volumique de grains lamellaires de la microstructure duplex

Ces résultats impliquent que, pour l'alliage TiAl à microstructure duplex, la ténacité dépend fortement de la fraction volumique de grains lamellaires. La ténacité de la microstructure presque gamma ou de la microstructure duplex possédant une faible fraction volumique de grains lamellaires est faible, mais la microstructure presque lamellaire présente une ténacité proche de celle de la microstructure totalement lamellaire à grains fins.

Pour les microstructures presque lamellaires montrées sur la figure 2.27, la figure 2.31 montre la relation entre la ténacité et la taille moyenne des grains de ces quatre microstructures. On peut constater que la ténacité de la microstructure presque lamellaire et la taille moyenne des grains sont liées à la relation Hall-Petch, soit $K_{IVM}=K_y+KD^{-1/2}$. Dans cette formule, K=-0,13$MPam^{1/2}$, un peu plus grand que celui obtenus par Moris [112] en utilisant un alliage presque lamellaire de composition Ti-48Al-2Mn-2Nb. Cela implique que le coefficient de la relation Hall-Petch est contrôlé par la composition et par la microstructure de l'alliage.

La figure 2.32 montre les orientations de propagation de fissures de plusieurs microstructures représentatives. 2.32(a) est celle dans la microstructure presque gamma. On peut constater que son chemin de propagation de fissures est très uni, mais il existe quand même des fissures secondaires autour de la fissure principale. Avec l'augmentation de la fraction volumique de grains lamellaires, la forme de la propagation de fissure change, le nombre de fissures secondaires augmente, et le chemin de propagation devient tortueux, et il apparaît des ligaments et des pontages entre les fissures, comme illustré dans les figures 2.32(b), (c). Pour la microstructure presque lamellaire, le chemin de propagation de fissure est comme celui de la microstructure totalement lamellaire, il se produit beaucoup de fissures

secondaires, et de déflexions de fissures, les fissures sont séparées par les ligaments, comme illustré sur la figure 2.32 (d).



2.31 Courbe entre la ténacité et la taille moyenne des grains de la microstructure duplex

2.6.3. Analyse et discussion

Pour la microstructure presque gamma, elle est constituée de grains γ largement majoritaires dans le polycristal avec une fine dispersion de particules α_2. Sur la figure 2.32, on peut constater que le mode de rupture de la microstructure presque gamma présente principalement une rupture intergranulaire avec un peu de rupture transgranulaire, et le chemin de propagation de fissure est uni, avec quelques déflexions et fissures secondaires. Ce mode de rupture est attribué à deux causes principales : (a) dans la microstructure presque gamme, la deuxième phase α_2 se disperse aux joints de grains γ, et elle contient un certaine quantité d'oxygène. La limite de solubilité de l'oxygène est plus faible dans la phase α_2 que dans la phase γ, ces particules α_2 sont donc plus fragiles que la phase γ, les fissures sont faciles à former dans les particules α_2 sous l'effet de la sollicitation extérieure. (b) la structure cristallographique de la phase γ est tétragonale, elle manque de cinq systèmes indépendants de glissement, la déformation plastique se réalise par le glissement plan, et ce glissement plan peut conduire à l'incompatibilité de déformation plastique, des microfissures peuvent se produire aux joints de grains etc.

Pour l'alliage à base de TiAl à microstructure presque γ, on peut le considérer comme un matériau isotrope, la croissance des fissures après leur formation au joint de grains ne peut pas être empêchée, le chemin de propagation est donc uni.

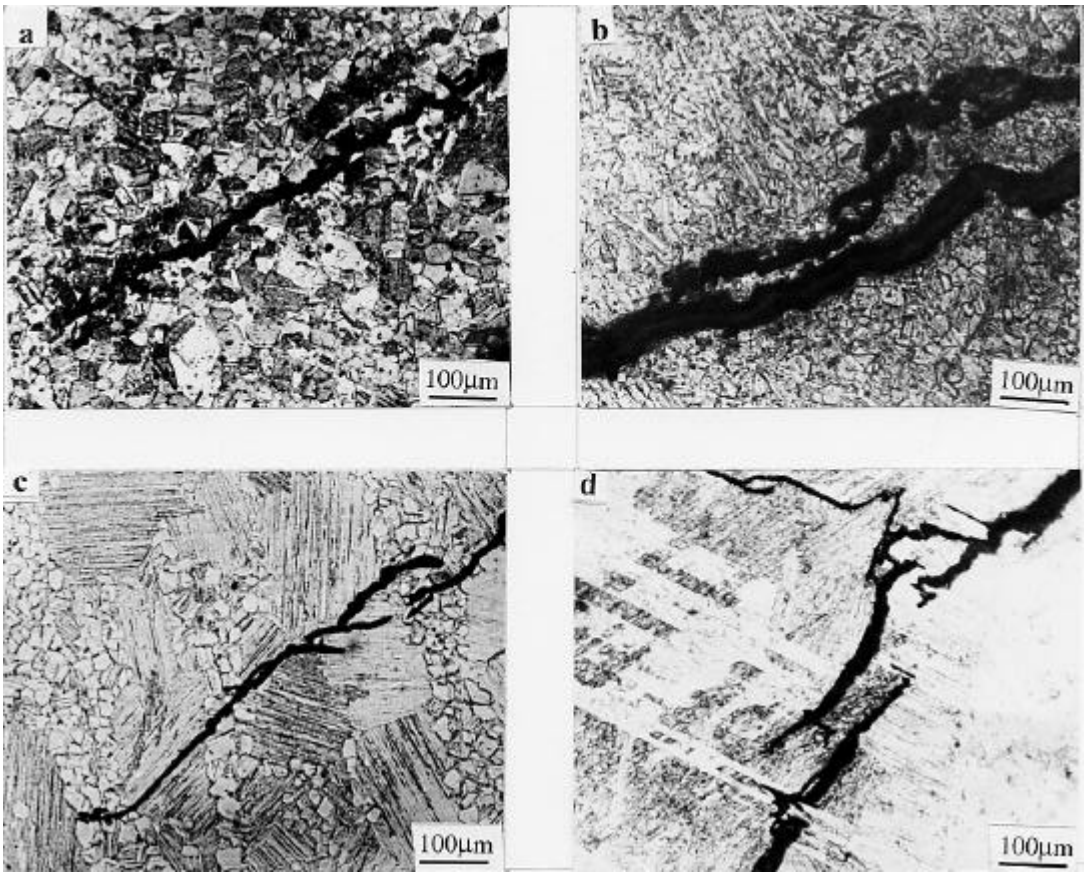


Figure 2.32 Orientation de propagation de fissure de plusieurs microstructures : (a) presque gamma ; (b) 30% de grains lamellaires ; (c) 60% de grains lamellaires ; (d) 85% de grains lamellaires

En ce qui concerne la microstructure duplex, elle est constituée de grains lamellaires et de grains γ. Sous l'effet de sollicitations extérieures, la fissure préfère se produire tout d'abord dans le grain lamellaire. C'est parce que :

(1) Les compositions chimiques et les structures cristallographiques de ces deux phases ne sont pas les mêmes, et le degré de déformation dans ces deux phases sous l'effet de contrainte n'est pas le même. Comparativement, la phase γ ayant une structure tétragonale à faces centrées est plus facile à déformer que la phase α_2 ayant une structure hexagonale compacte. Sous l'effet de sollicitations extérieures, la déformation par glissement de dislocations se fait tout d'abord dans la phase γ, et lorsque la déformation atteint un certain degré, de concentration de contrainte et de déformation incompatible peuvent se produire aux interfaces de lamelles. Cela conduit à des microfissures aux interfaces de lamelles γ/α_2 puis à la séparation des lamelles le long de l'interface de lamelles γ/α_2.

(2) A cause de la différente orientation cristallographique et de la différente structure cristalline dans les deux cotés des interfaces de lamelles γ/α_2, il existe des dislocations de discordance aux interfaces. Sous l'effet de sollicitation extérieure, la lamelle γ émet des dislocations ou des macles vers l'interface, mais cette interface empêche le mouvement de dislocations et de macles, et les dislocations et les macles ne peuvent pas traverser les lamelles α_2, cela conduit à des concentrations de contrainte à l'interface de lamelles. De plus, à l'interface de lamelles, la vitesse de la transmission de dislocations est beaucoup plus lente que celle de l'émission [113], cela aggrave la concentration de contrainte. Donc, des microfissures se produisent aux interfaces de lamelles γ/α_2 ou aux interfaces γ/γ sous les effets de sollicitation extérieure et de concentration de contrainte locale.

Après la formation d'une microfissure à l'interface de lamelles γ/α_2 dans un grain lamellaire, celle-ci se propage le long de l'interface de lamelles vers le joint de grains en raison de la faible liaison entre les lamelles γ/α_2. Lorsque la fraction volumique de grains lamellaires est faible, c'est-à-dire qu'autour d'un grain lamellaire, il existe seulement des grains γ, les grains γ ne sont pas interrompus par les grains lamellaires, la fissure entre donc dans la région des grains γ, elle peut se propager facilement dans les grains γ à cause de la faible résistance à la rupture dans les grains γ. Lorsque la fissure principale est obligée de pénétrer un grain lamellaire, comme l'orientation de propagation de fissure dépend de l'angle entre l'axe de sollicitation extérieure et l'orientation des lamelles comme expliqué précédemment, cette fissure dévie son orientation initiale de propagation. Donc des fissures secondaires peuvent être formées, la fissure principale et les fissures secondaires sont liées par des ligaments de cisaillement. La raison de la formation de ligaments a été expliquée dans la partie 2.4.5. Dans ce cas, si la fissure principale continue à se propager, il faut déchirer ces ligaments et consommer plus d'énergie, la ténacité de l'alliage est donc augmentée.

Lorsque la fraction volumique de grains lamellaires est importante, les grains γ peuvent être séparés par les grains lamellaires, c'est-à-dire qu'au cours de la propagation, la fissure principale doit continuellement traverser beaucoup de grains lamellaires, beaucoup de ligaments seront donc formés, et la ténacité de l'alliage sera remarquablement augmentée. Comme illustré dans la figure 2.32(d) pour l'alliage TiAl dont la fraction volumique de grains lamellaires est supérieure à 80%.

Selon les études de K. S. Chan [114], la formation de ligament de cisaillement préfère former dans les matériaux dont la déformation se réalise par glissement hétérogène. Parce que la déformation plastique est anisotrope et locale, la rupture tend à produire le long des bandes de glissement. Par contre, dans les matériaux dont le glissement est homogène, des ligaments sont très difficiles à former. Pour les alliages TiAl à grain totalement lamellaire ou à grain presque lamellaire, le chemin de propagation de fissure est très tortueux, c'est à cause de la différente orientation des lamelles dans chaque grain lamellaire, la direction de propagation de fissure est différente, et les fissures ne sont pas coplanaires. Généralement, plus il y a de la fraction volumique de grains lamellaire, plus des ligaments se forment dans la microstructure,

plus tortueux est le chemin de propagation de fissure, plus forte est la ténacité de l'alliage. Comme illustré dans la figure 2.32.

E. Evangelista et al. [115] ont étudié la ténacité de l'alliage à base de TiAl et constaté que, dans les mêmes conditions de sollicitations extérieures, la formation des fissures dans la microstructure duplex est beaucoup plus tardive que dans la microstructure totalement lamellaire, et ce retard est attribué à la microstructure relativement fine et à la ″ductile″ phase γ. L'affinement des grains rend l'alliage apte à relâcher l'énergie de déformation aux joints de grains. Cela implique que les grains γ dans la microstructure duplex peuvent accommoder l'incompatibilité de déformation aux joint de grains.

Dans la microstructure duplex, la fissure initiale formée dans le grain lamellaire se termine par la ″ductile″ phase γ. Ici, le vocable ″ductile″ signifie que la phase γ sert d'obstacle à la propagation de fissure dans la microstructure duplex par rapport à la propagation de microfissures le long de l'interface de lamelles dans les grains lamellaires. Donc, la propagation de fissure est contrôlée principalement par la germination de nouvelles fissures, qui est responsable de la haute densité de fissures dans la microstructure duplex, comme illustré dans la figure 2.32. Donc, l'effet de l'émoussement de la ″ductile″ phase γ est l'un des mécanismes de ductilisation dans la microstructure duplex [115]. Mais comme le facteur de concentration de contrainte est assez important autour des pointes de fissure, des fissures se propagent très vite dans les grains γ en raison de sa faible résistance à la rupture. C'est pourquoi la ténacité de l'alliage duplex à base de TiAl est plus faible que celle de l'alliage totalement lamellaire.

Pour les microstructures ayant presque la même fraction volumique de grains lamellaires mais avec différentes tailles des grains (voir figure 2.27), la ténacité augmente avec la taille moyenne des grains, et la relation entre taille des grains et ténacité correspond à la relation Hall-Petch, comme illustré dans la figure 2.31. Pour la microstructure totalement lamellaire, comme expliqué dans la partie 2.3.6, lorsque la taille des grains est inférieure à 500µm, la ténacité augmente avec la taille des grains. Pour les microstructures presque lamellaires, leur ténacité et la taille des grains correspond à la même relation.

En général, avant les pointes de fissure, il existe une zone plastique, la taille de cette zone dépend de la résistance et de la ténacité de l'alliage. Ca n'est à l'intérieur de cette zone plastique qu'existe une déformation plastique, et à l'extérieur de cette zone, il existe seulement la déformation élastique. C'est dans cette zone plastique que les paramètres de microstructure peuvent avoir des influences importantes sur la propagation de fissures.

Lorsque la pointe d'une fissure se propage jusqu'au joint de grains, le joint de grains est entré dans la zone plastique, il commence à influer sur la propagation de fissure. Comme les grains de la microstructure presque γ sont très fins, la taille de la zone plastique est supérieure à celle de la taille d'un grain. Quoique avec la diminution de la taille des grains, le

nombre de ligaments augmente, la longueur d'un ligament individuel diminue, son influence sur la ténacité devient faible.

2.6.4. Analyse de faciès de rupture

La figure 2.33 montre les faciès de rupture de certaines microstructures typiques : (a) de la microstructure presque gamma ; (b) ,(c), (d) des microstructure avec 20%, 40%, et 60% environ de grains lamellaires ; (e) de la microstructure à 85% environ de grains lamellaires (presque lamellaires) et (f) de la microstructure totalement lamellaire. On peut constater que tous les faciès de rupture présentent des ruptures fragiles, mais il existe beaucoup de différences entre ces morphologies de rupture. Pour la microstructure presque gamma, la rupture est principalement intergranulaire, mais il existe des ruptures transgranulaires. Pour les microstructures duplex, les morphologies de rupture sont mixtes, c'est-à-dire qu'il existe à la fois la rupture intergranulaire et la rupture transgranulaire. Pour la microstructure possédant une faible fraction volumique de grains lamellaires, c'est la rupture intergranulaire qui l'emporte, comme dans la figure 2.33(b), et pour la microstructure possédant une importante fraction volumique de grains lamellaires, la plupart des faciès de rupture sont transgranulaires, comme dans la figure 2.33(e). Généralement, la rupture intergranulaire se produit principalement dans la zone de grains γ, et la rupture transgranulaire se produit dans la zone de grains lamellaires. La rupture de la microstructure totalement lamellaire est totalement transgranulaire.

Comme expliqué précédemment, sous l'effet de sollicitations extérieures et de la concentration de contraintes locales, des fissures se produisent tout d'abord dans la zone de grains lamellaires, et la propagation de fissure se fait principalement le long de l'interface de lamelles en raison de l'incompatibilité de déformation entre les lamelles γ/α_2, puis la fissure se propage vers la zone de grains γ. Comme la structure tétragonale de phase γ manque cinq systèmes indépendants de glissement, il existe une incompatibilité de déformation plastique aux joints de grains γ. Cela conduit à la séparation entre les grains γ. Au sein des grains γ, il n'existe pas d'incompatibilité de déformation plastique, la rupture est donc principalement intergranulaire. Mais il existe quand même une rupture transgranulaire, surtout autour de la zone de grains lamellaires, c'est dû aux effets synthétiques de joints de grains lamellaires, au relâchement de l'énergie de déformation etc.

La fraction volumique de grains γ présente une grande influence sur le faciès de rupture. Lorsque la fraction volumique de grains lamellaires est faible, la fissure se propage principalement le long de joints de grains γ, puisque les grains γ sont continus dans la microstructure, et que leur énergie de rupture est très faible. Quand une fissure rencontre un grain lamellaire, en raison de la forte anisotropie de grain lamellaire, la fissure doit dévier de sa direction initiale, il lui faut une énergie supplémentaire pour se propager au sein de grains lamellaires, la fissure préfère donc se propager aux joints de grains gamma. Au contraire, lorsque la fraction volumique de grains lamellaires atteint une valeur suffisante, les grains γ sont discontinus, la fissure doit traverser continuellement les grains lamellaires. Dans ce cas, on constate à la fois la rupture intergranulaire et la rupture transgranulaire, le chemin de

fissure est tortueux, et il apparaît des fissures secondaires. Cela confère à l'alliage une forte ténacité.

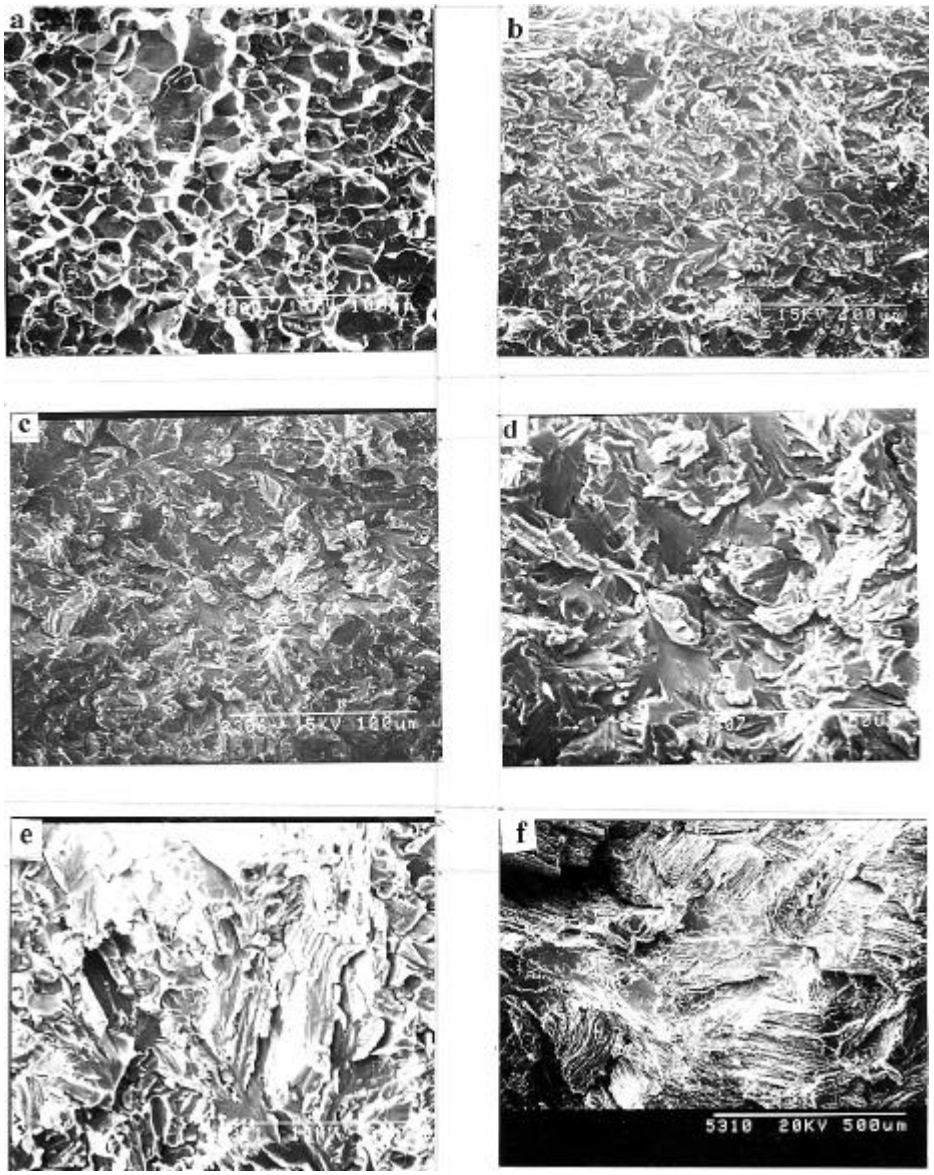


Figure 2.33 Morphologies de la surface de rupture de certaines microstructures typiques

2.6.5. Relation inverse entre ténacité et ductilité de l'alliage avec fraction volumique de grains lamellaires

La figure 2.34 montre à la fois la ductilité et la ténacité de l'alliage duplex variant en fonction de la fraction volumique de grains lamellaires des microstructure duplex. On peut constater que la ténacité et la ductilité de l'alliage présentent une relation inverse avec la fraction volumique de grains lamellaires. La microstructure avec 30% de grains lamellaires présente une ténacité très faible, mais sa ductilité est assez grande, soit 2,32% environ. Au contraire, la microstructure presque lamellaire (par exemple avec une fraction volumique de

grains lamellaire de 85%) présente une ténacité assez forte, mais sa ductilité n'est que 1.55% environ.

Cette relation inverse peut être expliquée par le fait que la ductilité de l'alliage est d'abord contrôlée par la valeur générale de déformation, qui est plus importante lorsque la taille des grains est petite. Par contre, la ténacité de l'alliage est liée à la ductilité intrinsèque de grains lamellaires [116]. Comme expliqué dans les parties précédentes, la ténacité de l'alliage duplex augmente avec la taille des grains dans une certaine cadre, mais la ductilité décroît avec l'augmentation de la taille des grains. C'est une caractéristique spéciale de l'alliage à base de TiAl par rapport aux autres alliages conventionnels.

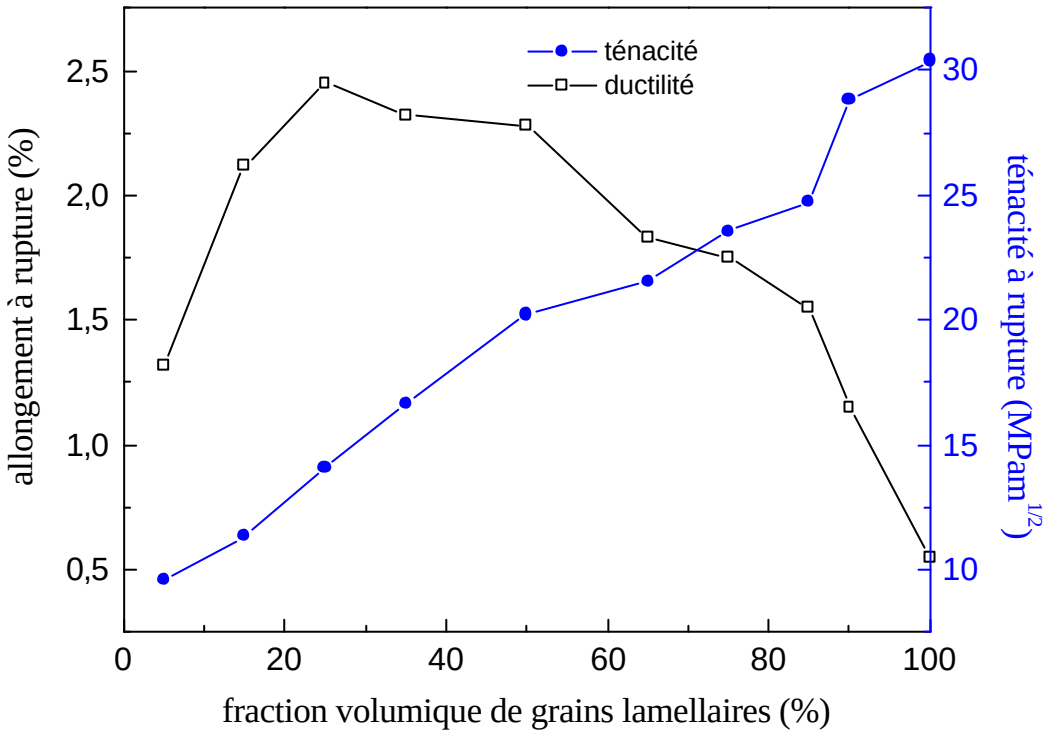


Figure 2.34 Relation inverse entre la ductilité et ténacité de l'alliage TiAl variant avec la fraction volumique de grains lamellaires

2.7. Conclusion

Les analyses développées dans ce chapitre ont permis de montrer que les propriétés mécaniques de l'alliage à base de TiAl dépendent fortement de ses microstructures. Pour des microstructures différentes, les paramètres qui influencent les propriétés mécaniques de l'alliage sont différents.

1. La taille des grains D est l'un des paramètres principaux qui peuvent influencer les propriétés mécaniques de l'alliage à base de TiAl à microstructure totalement lamellaire. Lorsque l'espacement interlamellaire reste approximativement constant, la taille des grains et la limite d'élasticité de l'alliage sont liées à la relation Hall-Petch : $\sigma_{0.2}=\sigma_0+k_yD^{-1/2}$, et lorsque la taille des grains reste approximativement constante, l'espacement interlamellaire et la limite d'élasticité correspondent également à la relation Hall-Petch : $\sigma_{0.2}=\sigma'_0+k'_y\lambda^{-1/2}$. La relation entre la limite d'élasticité de l'alliage à microstructure totalement lamellaire et les paramètres de microstructure correspond à un modèle qui est basé sur PST TiAl : $\sigma_y = A+B\tau_0+CD^{-/12}+E\lambda^{-1/2}$. Ce modèle synthétise les effets de chaque paramètre de la microstructure totalement lamellaire sur la limite d'élasticité de l'alliage, et les résultats obtenus sont bien en accord avec ceux obtenus par expérimentation.

2. La relation entre la taille des grains et la ténacité de l'alliage à microstructure totalement lamellaire et compliquée : lorsque la taille des grains est inférieure à 500µm, la ténacité augmente avec la taille des grains ; par contre, lorsque la taille des grains est supérieure à 500µm, la ténacité diminue avec la taille des grains, et la ténacité est à sa valeur maximale lorsque la taille des grains est de 500µm environ. Le mode de rupture de l'alliage à microstructure totalement lamellaire est principalement la rupture interlamellaire. La direction de propagation de fissure est contrôlée par l'angle entre l'orientation de lamelles et l'axe de sollicitation extérieure. Mais la caractéristique la plus spécifique pour la microstructure totalement lamellaire est l'apparition de ligaments pontants. L'existence de ligaments pontants qui est due aux fissures non-coplanaires, conduit à l'augmentation de la ténacité de l'alliage.

3. Les propriétés mécaniques de l'alliage duplex à base de TiAl dépendent également de sa microstructure. La fraction volumique de grains lamellaires est le facteur prépondérant sur la limite d'élasticité, la ductilité, et la ténacité de l'alliage. Mais les relations entre ces trois propriétés mécaniques et la fraction volumique de grains lamellaires ne présentent pas la même tendance, et il existe une relation inverse entre les propriétés mécaniques en traction et la ténacité à rupture de l'alliage duplex variant en fonction de la fraction volumique de grains lamellaires. La faible ductilité de l'alliage duplex est due au mode de déformation dans les deux phases, et sa ténacité insuffisante est attribuée au manque de ligaments pontants. La rupture de l'alliage duplex est la rupture fragile, mais le faciès de rupture varie avec la fraction volumique de grains lamellaire. Pour la microstructure possédant une faible fraction volumique de grains lamellaires, la rupture est principalement intergranulaire. Au contraire, pour la microstructure ayant une fraction volumique importante, c'est la rupture transgranulaire qui l'emporte.

Chapitre III Etude des Comportements Mécaniques et des Contraintes Résiduelles par diffraction des rayons X

3.1. Introduction

Dans ce chapitre, nous pratiquerons les études expérimentales qui visent à caractériser les contraintes résiduelles et l'état mécanique sous sollicitation extérieure de deux phases α_2 et γ dans les alliages à base de TiAl avec des microstructures différentes. Au début, nous introduisons d'abord la notation de contraintes internes ou résiduelles en relation avec la nature du matériau et leurs différentes origines, puis, nous présenterons les méthodes appropriées pour leur détermination. Ensuite, nous insisterons sur la technique de diffraction des rayons X (DRX) pour déterminer la fraction volumique de deux phases dans les alliages à base de TiAl, et étudier leur variation avec la microstructure. Puis nous déterminerons expérimentalement les Constantes d'Elasticité Radiocristallographiques (CER). A partir de cela, nous déterminerons les comportement mécaniques et les contraintes internes dans les deux phases et discuterons les phénomènes concernant.

3.2. Les contraintes résiduelles

3.2.1. Définition des contraintes résiduelles

Les contraintes résiduelles sont habituellement définies comme celles existant dans une pièce au repos, en l'absence de charges appliquées. En pratique, ce sont celles subsistant après la suppression du chargement introduit [117]. Dans chaque section de la pièce, il y a une réparation de ces contraintes qui résulte de l'état d'équilibre entre la source des contraintes résiduelles et le reste de la section, de sorte que, pour une pièce sous chargement, on peut distinguer dans le champ effectif de contraintes en tout point, une part de contraintes appliquées qui sont liées au chargement extérieur, et d'autre part, des contraintes propres, se manifestant par la présence de contraintes résiduelles après la suppression du chargement.

3.2.2. Origine des contraintes résiduelles et leur classification

Les origines des contraintes résiduelles sont nombreuses et variées, un exemple générique de leur génération peut être abordé par le problème d'incompatibilité du fait des hétérogénéités de déformation plastique entre les grains ou entre les phases d'un même polycristal. Ces différences de déformation créeraient des vides ou des recouvrements. Pour assurer la continuité du milieu, ceux-ci sont compensés par des déformations élastoplastiques additionnelles qui sont à l'origine des contraintes résiduelles.

De cela, on peut définir la notion de contraintes résiduelles qui est liée au matériau par des déformations créées par les incompatibilités entre les grains, les constituants, les cristallites ou entre les phases du même matériau. Les contraintes résiduelles peuvent être générées lors de l'élaboration durant la solidification, les traitements thermomécaniques et thermiques, la mise en forme, l'usinage, l'assemblage, ou par sollicitation mécanique, thermique, chimique etc. Des inclusions dans le matériau, des défauts structuraux (par exemple, dislocation, maclage, domaine ordonné, joint de grains, sous joint de grains, interface de lamelles) peuvent engendrer des distorsion locale du réseau, causant une fluctuation du paramètre de la maille.

En général, les contraintes résiduelles sont classées en trois ordres selon leurs différents effets sur les déformations [118]. Les ordres de contraintes sont définis suivant que celles-ci sont homogènes sur plusieurs grains (premier ordre), à l'intérieur d'un grain ou d'un sous grain (deuxième ordre), ou à l'échelle atomique (troisième ordre) [119].

La figure 3.1 illustre la variation de la contrainte sur une distance traversant plusieurs grains, ainsi sont mis en évidence différents ordres de contraintes :

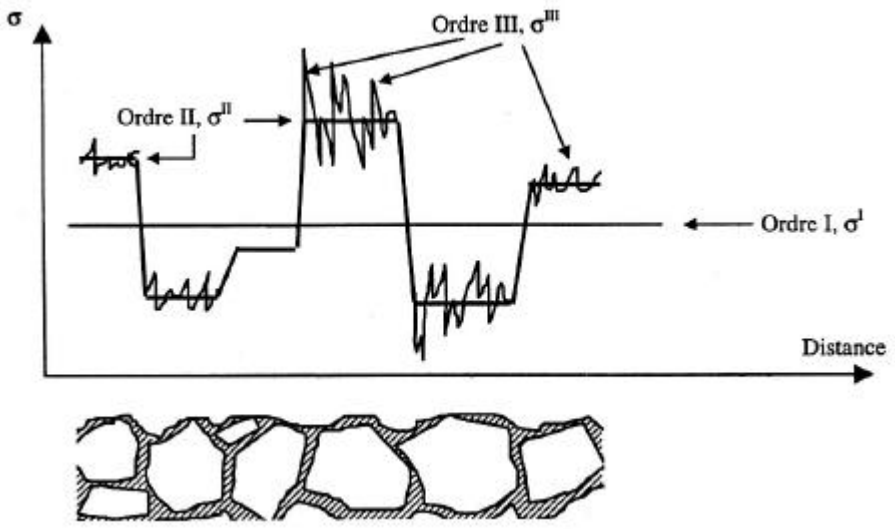


Figure 3.1 Ordre des contraintes dans un polycristal

Ordre I: Ce sont les contraintes macroscopiques. Elles s'étendent sur un nombre suffisant de grains et correspondent à une valeur moyenne dans le matériau. Ce type de contraintes entraîne une déformation globale des distances interréticulaires qui se traduit par un déplacement du pic de diffraction.

Ordre II : Ce sont les contraintes moyennes au sein du grain. Elles conduisent à plusieurs pics de diffraction légèrement séparés, si par exemple le matériau est à gros grains et à un seul pic élargi si les grains sont petits.

Ordre III : Ce sont les contraintes intracristallines. Elles sont inhomogènes sur quelques distances interatomiques. Ce type de contraintes donne des variations de la distance interréticulaire autour d'une valeur moyenne qui entraîne un élargissement du pic de diffraction.

3.2.3. Méthodes de détermination des contraintes

Il existe plusieurs méthodes mécaniques pour déterminer les contraintes macroscopiques, par exemple la méthode du trou incrémental [120], la méthode de trépanage [121], la méthode de la flèche [122], la méthode de SACHS [123], la méthode de découpage [124] …etc. Mais la méthode la plus souvent utilisée est la méthode de diffraction des rayons X qui est presque le seul moyen pour permettre une mesure dans chaque phase d'un matériau.

Dans cette étude, nous utiliserons la technique de diffraction des rayons X pour déterminer les contraintes résiduelles dans les deux phases d'un alliage à base de TiAl avec différentes microstructures. Nous allons donc introduire cette méthode.

3.2.3.1. Principe de la méthode

La méthode de détermination des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X est basée sur la variation des distances interréticulaires d'une famille de plan (hkl) dans un matériau. Cette méthode est donc appliquée seulement pour les matériaux cristallins [125].

Pour un ensemble de cristallites constitué d'un arrangement d'atomes selon une structure particulière, l'interférence des rayons X diffractés donne lieu à des pics d'intensité appelés pics de diffraction. Chaque pic de diffraction dépend du plan de diffraction. Sa position et sa forme changent en fonction des distances interréticulaires et des défauts existant dans le matériau.

3.2.3.2. Loi de Bragg

Le principe de la diffraction des rayons X repose sur la loi de Bragg. Elle met en œuvre les phénomènes physiques classiques de diffraction à l'échelle des distances interréticulaires. Donc rappelons que lorsqu'un plan (hkl) est en position de Bragg, il émet une intensité diffractée suivant certaines directions vérifiant la relation :

$$2d_{hkl}\sin q = l \quad \text{(loi de Bragg).}$$

où d_{hkl} est la distance interréticulaire d'une famille de plan (hkl),
θ est l'angle d'incidence qui fait le faisceau incident avec la normale au plan (hkl),
et λ représente la longueur d'onde du faisceau des rayons X incidents.

Par différenciation de cette loi, on a :

$$e = \frac{d-d_0}{d_0} = -\frac{1}{2}\cot gq_0\Delta 2q$$

où d_0 est la distance interréticulaire correspondant à l'état sans contraintes, et $\Delta 2\theta$ est la variation de position du pic par rapport à une position de référence $\Delta 2\theta_0$.

Cette relation nous montre l'intérêt pratique de travailler à des angles de Bragg θ les plus élevés possibles proches de 90°, ce qui permet d'augmenter la sensibilité des mesures, c'est-à-dire que les déplacements du pic $\Delta 2\theta$ sont d'autant plus importants que les angles θ de Bragg sont plus élevés. Le schéma de la figure 3.2 montre le principe de diffraction et de la mesure des diffractions.

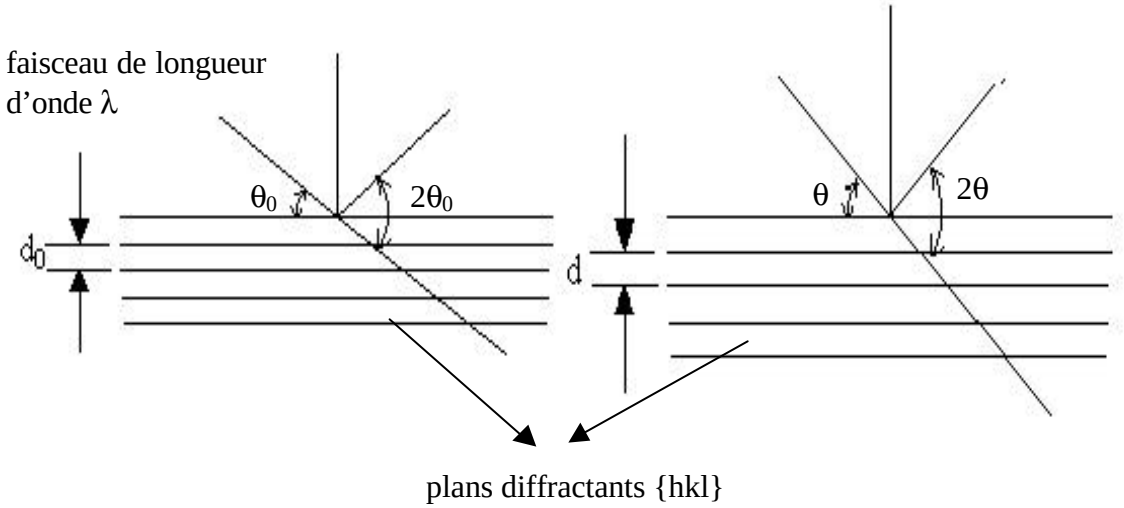


Figure 3.2 Principe de mesure des déformations par diffraction des rayons X

3.2.3.3. Loi des sin² y

La méthode classique d'analyse des contraintes par diffraction des rayons X, dite loi de $\sin^2\psi$, relie la déformation moyenne suivant une direction des $\varphi\psi$ à la variable $\sin^2\psi$. Les déformations sont mesurées en déterminant le déplacement des pics de diffraction. Le développement analytique ci-dessous suppose dans un premier temps que les hypothèses suivantes sont respectées [126] :

(1) Les cristaux composant le matériau étudié ont un comportement élastique linéaire et isotrope.

(2) La taille des grains est petite et les grains sont orientés de manière aléatoire (il n'existe pas de texture cristallographique).

(3) L'état de contraintes et de déformation est homogène dans le volume irradié par les rayons X (il n'existe pas de gradient de contrainte).

Avec ces hypothèses, on peut alors établir la relation suivante :

$$e_{fy} = \tfrac{1+n}{E}(a_1^2 s_1 + a_2^2 s_2 + a_3^2 s_3) - \tfrac{n}{E}(a_1^2 s_1 + a_2^2 s_2 + a_3^2 s_3) - \tfrac{n}{E}(s_1 + s_2 + s_3) \qquad (3\text{-}1)$$

où a_1, a_2, a_3 sont les cosinus directeurs de $\varepsilon_{\phi\psi}$, tels que :

$$e_{fy} = a_1^2 e_1 a_2^2 e_2 + a_3^2 e_3 \qquad (3\text{-}2)$$

avec
$$a_1 = \sin y \cos f$$
$$a_2 = \sin y \sin f$$
$$a_3 = \cos y$$

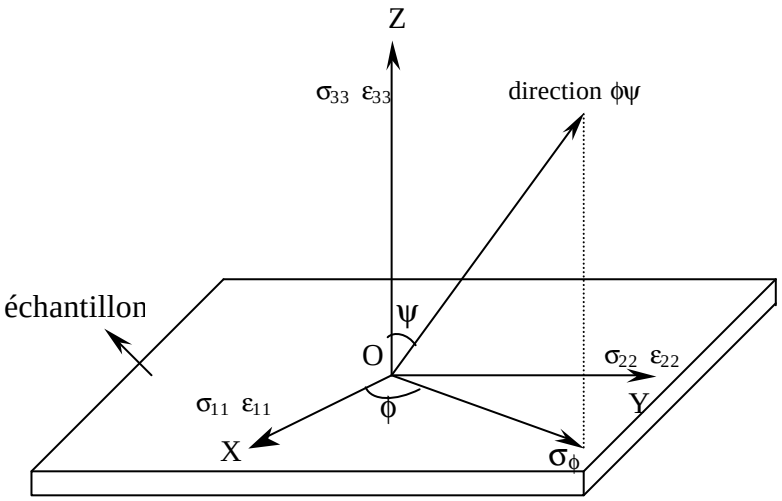


Figure 3.3 Définition de la direction de mesure en fonction des angles ϕ et ψ

Ce qui donne après développement :

$$\begin{aligned} e_{fy} &= \tfrac{1+n}{E}[(s_{11}\cos^2 f + s_{22}\sin^2 f + s_{12}\sin 2f)\sin^2 y + \\ & s_{33}\cos^2 f + (s_{13}\cos f + s_{23}\sin 2f] - \tfrac{n}{E}(s_{11} + s_{22} + s_{33}) \end{aligned} \qquad (3\text{-}3)$$

A cause de la faible pénétration des rayons X, nous pouvons considérer que l'état de contrainte en surface est un état de contraintes planes ($s_{33} = s_{13} = s_{23} = 0$). La relation (3-3) devient donc :

$$\begin{aligned} e_{fy} &= \tfrac{1+n}{E} s_f \sin^2 y + \tfrac{n}{E}(s_{11} + s_{22}) \\ &= \tfrac{1}{2} S_2 s_f \sin^2 y + S_1(s_{11} + s_{22}) \end{aligned} \qquad (3\text{-}4)$$

avec $s_f = s_{11}\cos^2 f + s_{22}\sin^2 f + s_{12}\sin 2f$

On peut également écrire la formule (3-4) comme suit :

$$d_{fy} = \tfrac{1+n}{E} d_0 s_f \sin^2 y + [1 - \tfrac{n}{E}(s_{11} + s_{22})] d_0$$

La formule (3-4) est la loi de $\sin^2\psi$. Elle est la formule fondamentale pour mesurer les contraintes résiduelles en utilisant la technique de diffraction des rayons X.

D'après l'équation (3-4), l'évolution de la déformation $\varepsilon_{\phi\psi}$ en fonction de $\sin^2\psi$ est linéaire, et sa pente est proportionnelle à la contrainte σ_ϕ que l'on cherche à déterminer. Le coefficient de proportionnalité $1/2S_2$ ne dépend que des caractéristiques élastiques du matériau. L'élasticité d'un matériau isotrope peut être décrite par deux coefficients qui peuvent être de manière équivalente E et ν ou les coefficients de λ et μ ou encore $1/2S_2=(1+\nu)/E$ et $S_1=-\nu/E$.

Si le matériau est sans contrainte, la valeur de d_{hkl} est indépendante de l'orientation des plans (hkl). L'orientation du plan diffractant est définie par un angle ψ entre la normale au plan diffractant et la normale à la pièce. Pour un matériau contraint, la déformation et d_{hkl} devient donc une fonction de ψ.

Si le matériau présente une anisotropie cristalline, la déformation peut être exprimée comme suit :

$$e_{fy} = F_{ij} s_{ij}$$

Si l'échantillon ne présente pas de texture cristallographique ou géométrique, les F_{ij} peuvent être calculées analytiquement [127] :

$$F_{11} = \tfrac{1}{2} S_{2(hkl)} \cos^2 f \sin^2 y + S_{1(hkl)}$$

$$F_{22} = \tfrac{1}{2} S_{2(hkl)} \sin^2 f \sin^2 y + S_{1(hkl)}$$

$$F_{33} = \tfrac{1}{2} S_{2(hkl)} \cos^2 y + S_{1(hkl)}$$

$$F_{23} = \tfrac{1}{4} S_{2(hkl)} \sin f \cos 2y$$

$$F_{31} = \tfrac{1}{4} S_{2(hkl)} \cos f \cos 2y$$

$$F_{12} = \tfrac{1}{4} S_{2(hkl)} \sin 2f \sin^2 y$$

où $\tfrac{1}{2} S_{2(hkl)}$ et $S_{1(hkl)}$ dépendent des constantes d'élasticité du monocristal, du plan (hkl) considéré pour la mesure et du modèle de coup lage utilisé. Cette relation est analogue à la relation (3-1) en tenant compte toutefois des constantes d'élasticité spécifiques aux mesures par diffraction des rayons X.

3.2.4. Méthode d'étude de contrainte dans un matériau biphasé

Un matériau biphasé est constitué de deux phases de propriétés mécaniques et physiques généralement distinctes, par exemple, l'acier perlitique (constitué de deux phases :

la phase ferrite et la phase cémentite). La détermination des contraintes résiduelles par la technique de diffraction des rayons X demande tout d'abord la connaissance de ses constituants en terme de diffraction. Les étapes à suivre sont principalement les suivantes :

(1) déterminer des pics suffisamment intenses ;

(2) choisir une longueur d'onde afin que les pics de diffraction soient à des angles de Bragg les plus élevés possibles ;

(3) s'assurer que les pics obtenus pour une phase ne se superposent pas à d'autres pics de l'autre phase pour une longueur d'onde donnée.

Mais le plus souvent, en pratique, on rencontre beaucoup de difficultés pour déterminer les contraintes résiduelles dans un matériau biphasé. Ces difficultés sont par exemple :

(1) Mauvaise connaissance en terme de structure cristallographique du deuxième constituant, qui a été obtenu dans des conditions d'élaboration bien particuliers.

(2) Proportion volumique trop faible de la deuxième phase.

(3) Certains pics de la première phase se trouvent associés aux pics de la deuxième phase ;

(4) Fluorescence d'une des deux phases sous l'effet de cette longueur d'onde choisie ;

(5) Superposition des pics particulièrement lorsque la symétrie cristalline des phases est basse.

(6) Difficultés avec la technique actuelle pour déterminer facilement toutes les composantes du tenseur de contraintes. On suppose très souvent que $\sigma_{i3}=0$, mais en réalité, cela n'est pas forcément correct, car dans un matériau biphasé les composantes σ_{i3} ne sont forcément pas nulles dans les couches superficielles.

Il existe plusieurs travaux qui se sont attachés à déterminer les contraintes résiduelles dans les matériaux biphasés par la technique de diffraction des rayons X, par exemple, Predecki [132] a déterminé les contraintes résiduelles dans un composite renforcé par des whiskers de type Al_2O_3 et SiC. Dans notre étude, la détermination des contraintes résiduelles dans la phase γ est facile, parce que sa fraction volumique est très importante, en revanche, ce qui dans la phase α_2 est difficile en raison de sa faible fraction volumique dans les alliages biphasé étudié les plus souvent. Nous allons donc introduire la méthode de la détermination des contraintes résiduelles dans la phase α_2.

Comme expliqué précédemment, la phase α_2 (Ti_3Al) est une phase hexagonale qui se trouve associée à la phase γ dans une proportion variant entre 20% et 8% en volume dans les alliages à base de TiAl de composition à 45%~49% d'aluminium [133]. Le problème rencontré dans le cas de la mesure des contraintes résiduelles dans la phase α_2 est que le pic de la phase α_2 présente une très faible intensité comparée avec celui de la phase γ pour les angles de diffraction supérieurs à 100°. Jusqu'à ce jour, il n'existe aucune donnée sur la détermination des contraintes résiduelles dans la phase α_2. Pour cela, dans un premier temps, nous avons effectué plusieurs balayages sur l'alliage étudié afin de trouver les pics de la phase α_2 et de la phase γ en utilisant différents rayonnement. Un diagramme de diffraction de ces deux phases est donné dans la figure 3.4.

Cette série de balayages en 2θ sur une gamme de microstructures de l'alliage à base de TiAl a été réalisée sur un goniomètre de type ″Siemens″ en utilisant une anticathode de Cobalt délivrant une longueur d'onde du rayonnement X de 1,78897 nm, un filtre de Fer, un pas d'acquisition de 0,15° pour un temps de comptage de 5 secondes chaque pas. Beaucoup de pics de la phase α_2 et de la phase γ sont visibles sur le diagramme dans la figure 3.4, mais les pics de la phase α_2 sont beaucoup moins que ceux de la phase γ, et ils se distribuent principalement dans le cadre d'angles de moins de 100°.

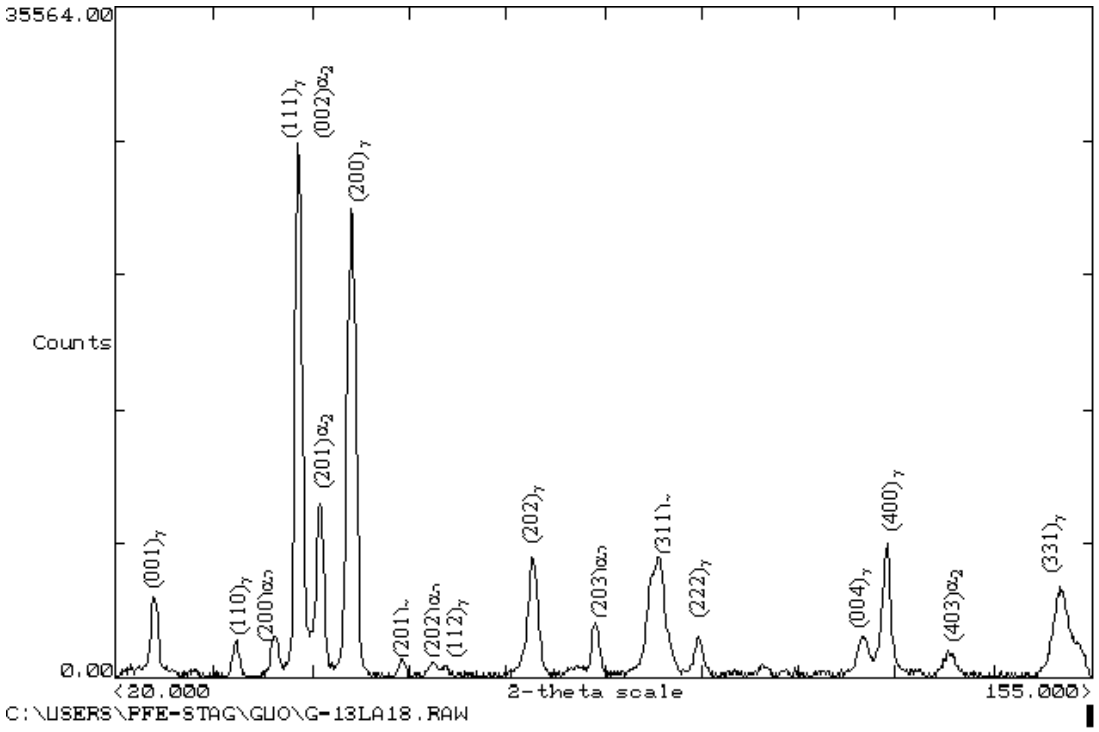


Figure 3.4 Diagramme de diffraction de l'alliage biphasé

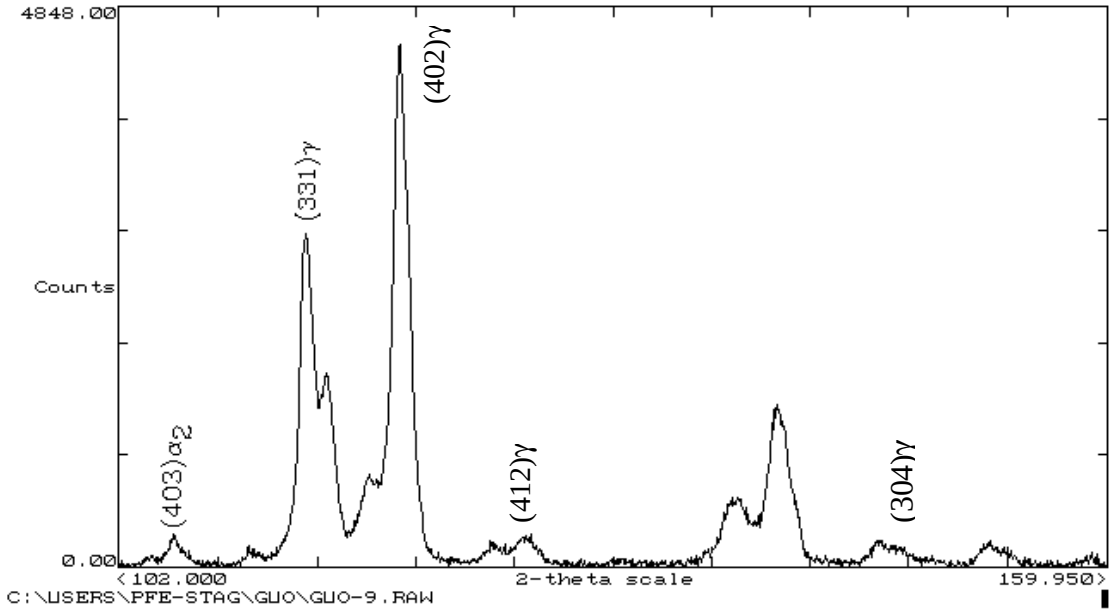


Figure 3.5 Diagramme de diffraction de l'alliage TiAl biphasé en utilisant l'anticathode de Cuivre sur la machine SEIFERT

On peut constater dans la figure 3.4 qu'il existe un pic de la phase α_2 à 143°. Il est convenable d'utiliser ce pic pour effectuer la mesure des contraintes résiduelles. Le problème posé est que, sous une déformation importante, l'élargissement du pic de la phase γ se superpose à ce pic, et, comme la longueur d'onde du rayonnement X du cobalt est importante, la capacité de pénétration est plus faible. Nous avons utilisé un autre goniomètre de type SEIFERT qui possède une résolution beaucoup plus importante. L'anticathode utilisée est le Cuivre qui délivre une longueur d'onde du rayonnement X de 1,54056nm, un pas d'acquisition de 0,05° pour un temps de comptage de 30 secondes par pas. La figure 3.5 montre le diagramme de la diffraction. On peut voir que le pic du plan (403) de la phase α_2 se situe à environ 106°.

La détermination des contraintes résiduelles dans la phase α_2 a été également conduite sur la machine SEIFERT. Les conditions de diffraction utilisées sont montrées dans le tableau 3-1. Le pic exploitable dans la phase α_2 est le plan (403). C'est un pic relativement intense. Une série de mesures de la position du pic pour différentes directions de diffraction ont été faites, 17 positions d'angles ψ ont été choisies, le temps d'acquisition déterminé est de 20 secondes pour un pas de 0,01°.

Un pic de la phase α_2 obtenu sur l'échantillon ayant 60% de grains lamellaires de l'alliage duplex est montré dans la figure 3.6.

Tableau 3-1 Paramètre de diffraction pour la détermination des contraintes résiduelles dans la phase α_2

rayonnement X	plan de diffraction	voltage de tube	courant de tube	oscillation en psi	détermination de pic	diamètre de spot
Cu-K_α	(403)	40Kv	40mA	±5	70% de la hauteur du pic	ϕ3mm

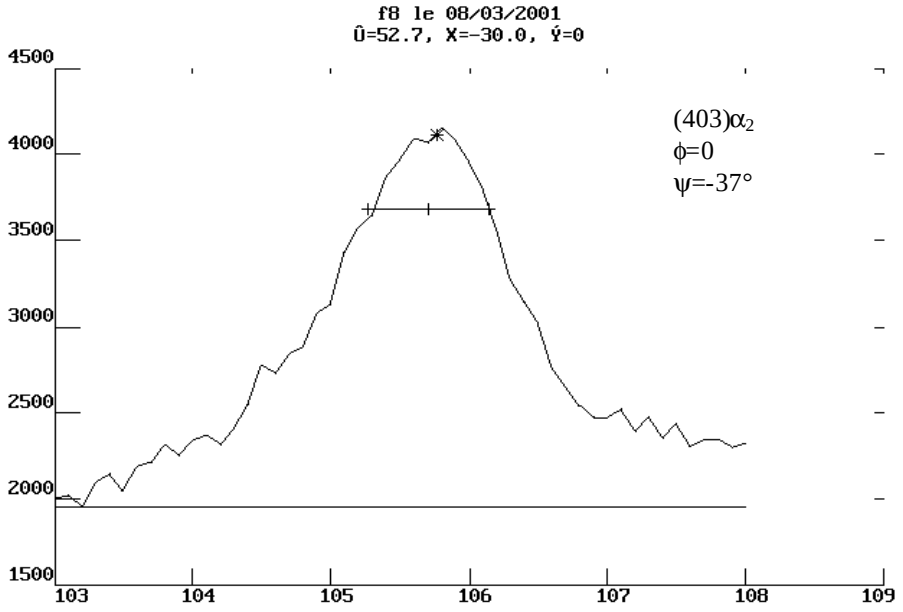


Figure 3.6 Diagramme de diffraction de rayon X avec oscillation pour mesurer les contraintes résiduelles dans la phase α_2

3.2.5. Elargissement des raies de diffraction

La variation de la forme du pic de diffraction et en particulier sa largeur, traduit l'état de la microdéformation du matériau sous l'effet de contraintes soit résiduelles soit extérieures. En effet, un matériau bien cristallisé présente des raies de diffraction symétriques et extrêmement fines. Les matériaux contiennent en général des défauts cristallins par exemple dislocations, macles, jointe de grains, sous joints de grains et surtout, dans l'alliage à base de TiAl, il existe beaucoup d'interface de lamelles dans les grains lamellaires, alors le pic de diffraction s'élargit par rapport à l'état parfait [134].

Plusieurs phénomènes peuvent être à l'origine de la modification de forme de la raie de diffraction :

(1) La taille des domaines cohérents qui est caractérisée par la longueur moyenne des colonnes diffractant et par leurs déformations élastiques internes. Par ces deux composantes sub-microscopiques, la forme du pic traduit les déformations plastiques dans le matériau (ordre 3).

(2) La distribution des déformations des domaines cohérents qui se traduit par une distribution des distances interréticulaires et donc par un élargissement du pic de diffraction. Ce qui reste délicat à évaluer (ordre 2).

(3) L'élargissement instrumental qui dépend de la géométrie du faisceau incident (taille et divergence), de la forme des fentes de réception du détecteur et de la fonction spectrale de la source des rayons X. Une analyse rigoureuse des profils nécessite la correction de cet élargissement.

L'élargissement du troisième ordre peut être analysé par diverses méthodes : méthode quantitative (par exemple méthode de Warren-Averbach [135]), méthode de Wilkens [136], méthode qualitative utilisant la largeur de pic de diffraction [137] etc.

La méthode quantitative d'analyse des raies de diffraction a été appliquée par JI [138] pour suivre l'évolution de la microstructure de la perlite utilisée dans les rails. Il a essayé dans son étude de confronter les résultats observation au Microscope Electronique en Transmission (MET) avec les profils sur des aciers sollicités en fatigue oligocyclique.

Les observations faites au MET montrent que, quelle que soit la finesse de la perlite, la quantité de dislocations croit en même temps que l'amplitude de déformation, quelque soit leur arrangement. Les largeurs des pics de diffraction de la ferrite augmentent avec la déformation, la taille des domaines cohérents diminue et la distorsion des domaines cohérents augmente aussi. L'ensemble des observations au MET est cohérent avec les résultats de l'analyse par diffraction des rayons X.

Pour les alliages à base de TiAl étudié dans cette étude, comme ils sont constitués de deux constituants différents, les structures cristallographiques et les compositions chimiques de ces deux constituants sont différentes, et leurs modes de déformations sont aussi différents. Sous l'effet de sollicitation extérieure ou de contraintes résiduelles, le mouvement de dislocations dans ces deux constituants est différent, et le glissement de dislocations dans un constituant peut être restreint par l'autre constituant etc. La variation de la densité de dislocations peut être traduite par l'élargissement de raie de diffraction. Cela peut être utilisé pour expliquer beaucoup de phénomènes qui apparaissent sous l'effet de sollicitation dans l'alliage, par exemple, l'incompatibilité de déformation etc.

3.2.6. Calcul des intensités relatives

Par la technique de diffraction des rayons X, on peut calculer les intensités relatives, puis les teneurs relatives de constituants du matériau. Pour l'alliage biphasé à base de TiAl étudié dans cette étude, la quantité de la deuxième phase α_2 varie avec la composition chimique, et avec les conditions de traitement thermique pour une composition donnée. La fraction volumique de la phase α_2 a une grande influence sur les contraintes résiduelles et le comportement de l'alliage. Il est donc nécessaire de déterminer la quantité de la phase α_2 et de la phase γ pour chaque microstructure utilisée et de discuter leur influence sur les propriétés mécaniques de alliage.

Dans cette étude, les intensités des pics de diffraction ont été calculées à partir des résultats expérimentaux de la fiche ASTM [139]. La série de balayages en 2θ sur une gamme de microstructures de l'alliage à base de TiAl a été réalisée sur un goniomètre de type ″Siemens″ en utilisant une anticathode de Cobalt délivrant une longueur d'onde du rayonnement X de 1,78897 nm, un filtre de Fer, un pas d'acquisition de 0,05° pour un temps de comptage de 5 seconde chaque pas.

La figure 3.7(a) montre le résultat calculé de la fraction volumique de la phase α_2 de plusieurs compositions d'alliages à base de TiAl, avec les résultats obtenus en utilisant la règle des segments proportionnels. On peut constater que les résultats obtenus par la diffraction des rayons X sont bien en accord avec ceux obtenus par la méthode de segment proportionnel, mais ces derniers sont supérieurs à ceux obtenus par la technique de diffraction des rayons X. Par ailleurs, les résultats obtenus sont bien en accord avec ceux dans l'article [140] en utilisant les autres méthodes. Cela implique que la technique de diffraction des rayons X est convenable pour mesurer les proportions des constituants de l'alliage. Les résultats obtenus par la règle du segment proportionnel ne considèrent pas l'effet de solution solide dans l'alliage, ils sont donc légèrement plus important que les résultats obtenus par expérimentation.

La figure 3.8 montre les diagrammes de diffraction de plusieurs échantillons avec différentes fractions volumiques de grains lamellaires pour l'alliage Ti-48Al-2Cr-2Nb. On peut constater que l'intensité des pics de la phase α_2 devient forte lorsque la fraction volumique de grains lamellaires augmente. La figure 3.7(b) montre les résultats de la fraction volumique de la phase α_2 de cet alliage ayant différentes fractions volumiques de grains lamellaires. On peut constater que, avec l'augmentation de la fraction volumique des grains lamellaires, la fraction volumique de la phase α_2 augmente. Cela est bien en accord avec les résultats obtenus par Kim en utilisant l'autre moyen [141]. Sur le diagramme de phase binaire Ti-Al (cf. figure 1.2), on peut constater que le bord droit du domaine biphasé $\alpha+\gamma$ est une

courbe, et que la partie supérieure est plus large. Par conséquent, avec l'augmentation de la température chauffée au cours du traitement thermique, la fraction volumique des grains α augmente, et selon la règle des segments proportionnels, la proportion de la phase α_2 augmente.

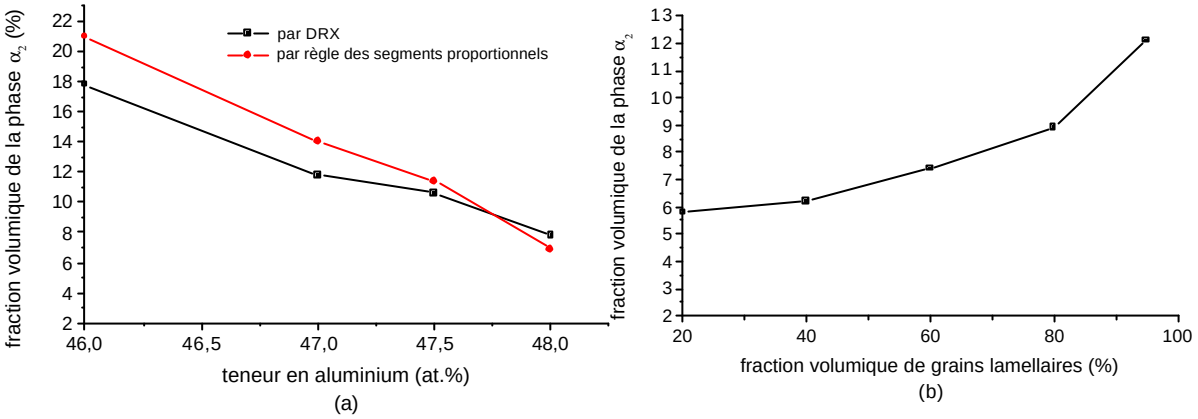


Figure 3.7 Fraction volumique de la phase α_2 variant avec : (a) la composition de l'alliage et (b) la fraction volumique de grains lamellaires pour une composition donnée

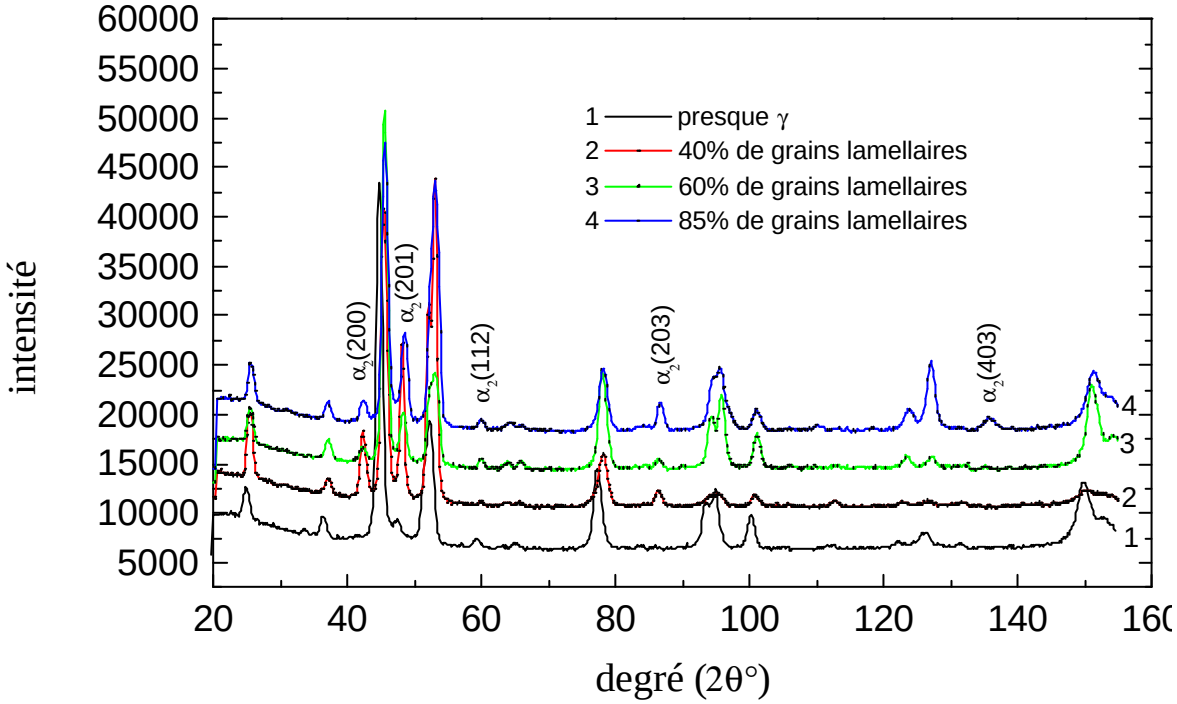


Figure 3.8 Diagramme de diffraction pour les échantillons avec différentes fractions volumiques de grains lamellaires

3.3. Détermination expérimentale des Constantes d'Elasticité Radiocristallographiques (CER) de la phase γ et de la phase α_2

A partir des formules précédentes, on peut constater que la détermination des contraintes résiduelles se réalise par la mesure de la variation de la distance interréticulaire. Il est donc nécessaire de connaître les constantes d'élasticité pour transformer la déformation en contraintes résiduelles. Les constantes d'élasticité macroscopiques, par exemple : E (le module d'Young) et ν (coefficient de Poisson), ne peuvent pas être utilisées directement dans la formule pour calculer les contraintes résiduelles, car, au cours de la mesure, la diffraction ne peut se réaliser que lorsque les conditions de diffraction correspondent à la loi de Bragg. Comme les cristaux sont anisotropes, les constantes d'élasticité de chaque plan cristallographique ne sont pas les mêmes.

3.3.1. Principe

Pour déterminer les Constantes d'Elasticité Radiocristallographiques (CER) d'un matériau, on peut utiliser des essais de traction ou de flexion de quatre points. Les déformations interréticulaires sont mesurées par la diffraction des rayons X et dans plusieurs directions ψ pour chaque contrainte appliquée σ_A. Connaissant les modules d'Young macroscopiques des phases γ et α_2, les contraintes appliquées sont déterminées à partir de la mesure des déformations déterminées par des jauges de déformation. Ainsi l'expression de ε_ψ en fonction de σ_A s'écrit :

$$e_y = \tfrac{1}{2} S_{2(hkl)}(s_A + s_{1R})\sin^2 y + S_{1(hkl)}(s_A + s_{1R} + s_{2R})$$

où $1/2S_{2(hkl)}$ et $S_{1(hkl)}$ sont les constantes d'élasticité radiocristallographiques associées à la famille de plans diffractant {hkl}, σ_{1R} et σ_{2R} sont les contraintes résiduelles respectivement dans les directions longitudinale et transversale, comme les figures suivantes.

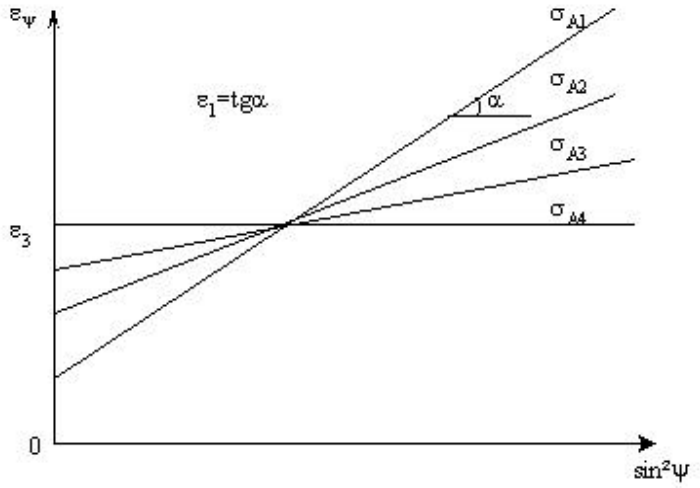


Figure 3.9 Droites ε_ψ en fonction de $\sin^2\psi$ pour différentes valeurs de σ_A

$$e_1 = \tfrac{1}{2} S_{2(hkl)} (s_A + s_{1R})$$

$$e_3 = S_{1(hkl)} (s_A + s_{1R} + s_{2R})$$

Les pentes ε_1 et les ordonnées à l'origine ε_3 des droites ε_ψ en fonction de $\sin^2\psi$ en fonction de σ_A sont représentées graphiquement et elles permettent de déterminer les valeurs de $1/2S_{2(hkl)}$ et $S_{1(hkl)}$, soit $tg\theta=S_{1(hkl)}$, $tg\beta=1/2S_{2(hkl)}$. Comme illustré dans la figure 3.10.

Les contraintes résiduelles ou appliquées avant les mesures n'ont pas d'influence sur la détermination des constantes élastiques radiocristallographiques.

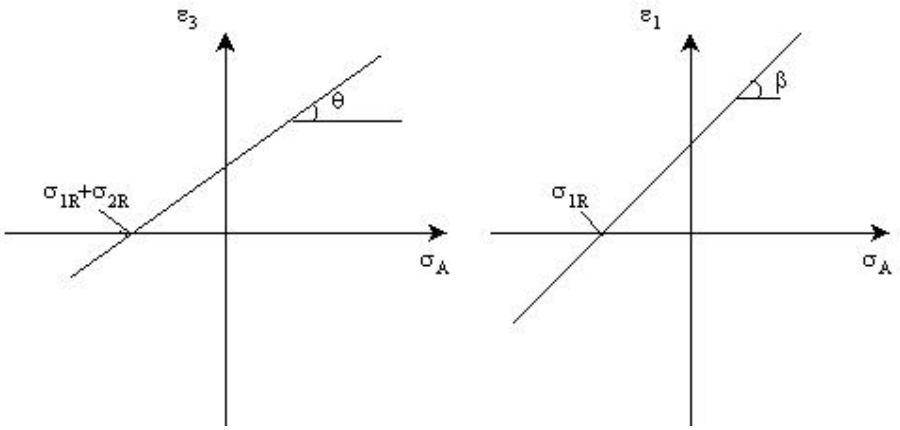


Figure 3.10 Droite ε_1 et ε_3 en fonction de σ_A

3.3.2. Les CER de la phase g

Les constantes d'élasticité radiocristallographiques de la phase γ ont été déterminées en utilisant l'essai en traction sur un goniomètre de type micro-CGR. Les conditions de diffraction sont : anticathode en Cobalt, filtre en Fer, pas d'acquisition de 0,05°, temps par pas d'environ 5 secondes. Le plan de diffraction est $(202)_\gamma$, 2theta = 149°. L'opération est faite deux fois de suite, avec 13 angles ψ.

Les déformations sont mesurées superficiellement par une jauge extensométrique collée sur une face de l'éprouvette. Elle permet de mesurer la déformation macroscopique sous chaque chargement extérieur. Les déformations interréticulaires sont mesurées par la diffraction des rayons X pour plusieurs angles de déclinaison ψ à chaque nouveau chargement de l'éprouvette.

Le calcul des constantes d'élasticité radiocristallographiques est fait en supposant que les matériaux sont isotropes et on détermine $1/2S_2$ et S_1 à partir des pentes de contrainte déterminée par la diffraction. Une deuxième méthode de calcul des CER consiste à obtenir

tout d'abord les F_{11} pour chaque angle ψ. Cette méthode est recommandée dans le cas des matériaux anisotropes. Au cours de la mesure, l'erreur est moins de 15%.

La figure 3.11 montre la comparaison entre les résultats obtenus par différentes méthodes. On peut constater que, pour les alliages TiAl avec différentes teneurs en aluminium, leurs CER du plan mesuré sont différentes. Avec l'augmentation de la teneur en aluminium, la CER augmente. La figure 3.11 donne à la fois les modules d'élasticité obtenus en utilisant les méthodes micromécaniques développées dans le chapitre 4 et les modules d'Young obtenus dans les conditions de Voigt par Takashi Kondoh et al. [143]. On peut constater que le module microscopique (CER) de la phase γ, comme le module macroscopique et celui obtenu par les méthodes micromécaniques, sont mutuellement bien en accord : augmentent avec la teneur en aluminium. C'est parce que, avec l'augmentation de la teneur en aluminium, la fraction volumique de la phase γ augmente (sous n'importe quelle forme), et celle de la phase α_2 diminue. Le module d'Young macroscopique de la phase γ (176GPa) est plus grand que celui de la phase α_2 (110-145MPa) [142]. Par conséquent, l'alliage avec une haute teneur en aluminium présente une haute CER.

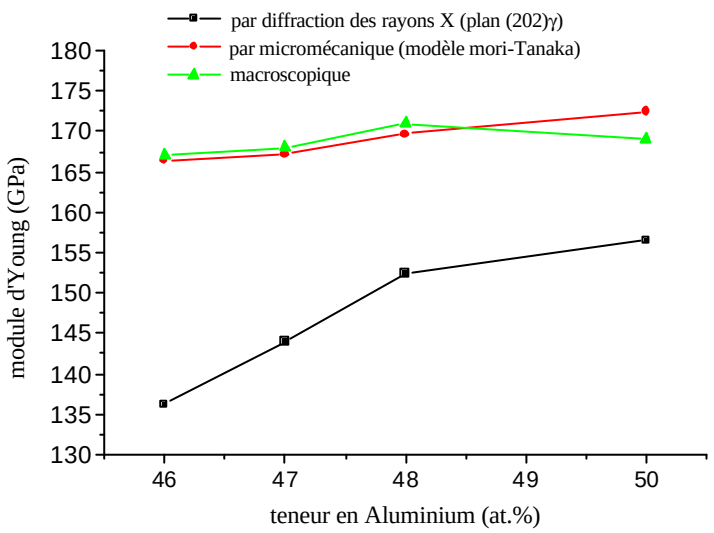


Figure 3.11 Comparaison entre les résultats obtenus en utilisant les différentes méthodes

D'ailleurs, les constantes d'élasticité radiocristallographiques sont liées au changement de la distance interréticulaire mesurée, ce qui varie avec la présence de la deuxième phase ou les éléments d'addition. La variation des constantes d'élasticité radiocristallographiques du plan $(202)_\gamma$ signifie que le plan $(202)_\gamma$ a participé au glissement de dislocations au cours de la déformation plastique.

La figure 3.12 montre le module d'Young obtenu par différentes méthodes variant avec la fraction volumique de grains lamellaires pour l'alliage Ti-48Al-2Cr-2Nb. Les microstructures utilisées sont les microstructure duplex à grains fins ayant différentes fractions volumiques de grains lamellaires. On peut constater dans la figure 3.12 que, bien que la composition chimique de l'alliage soit déterminée, les constantes d'élasticité radiocristallographiques varient avec la microstructure.

Généralement, pour un alliage ayant une certaine composition, ses modules macroscopiques restent presque constants, ils représentent la nature de l'agrégat du matériau, et ne sont pas sensibles au changement des microstructures et aux éléments d'addition. Mais ses modules microscopiques sont sensibles aux changement de la microstructure. C'est parce que les modules microscopiques reflètent la nature du plan cristallographique mesuré, et ils sont liés à la localisation de contraintes locales qui sont sensibles au changement des microstructures et aux éléments d'addition. Parce que la détermination des contraintes résiduelles se base sur la variation de la distance interréticulaire de certains plans cristallographiques de certaines phases, les constantes d'élasticité radiocristallographiques sont donc différentes des constantes macroscopiques, on ne peut pas utiliser les constantes macroscopiques du matériau pour mesurer le comportement de certaines phases par la technique de diffraction des rayons X. La mesure des constantes d'élasticité radiocristallographiques est donc indispensable.

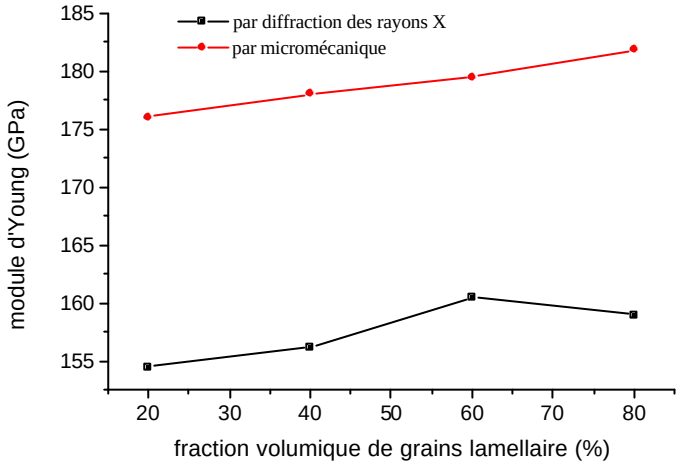


Figure 3.12 Module d'Young obtenu par différentes méthodes variant avec la fraction volumique de grains lamellaires

On peut constater dans la figure 3.12 que, avec l'augmentation de la fraction volumique de grains lamellaires, la CER augmente. L'étude précédente montre que, avec l'augmentation de la fraction volumique de grains lamellaires, la fraction volumique de la phase α_2 augmente [141]. Dans la figure 3-11, on peut constater que la valeur CER de la phase γ diminue avec la fraction volumique de la phase α_2. Cette contradiction indique que la valeur CER dépend non seulement de la composition de l'alliage, mais aussi du type de microstructure, et leurs relations sont très compliquées.

Selon les calculs, la variation des constantes d'élasticité radiocristallographiques avec la fraction volumique de grains lamellaires n'est pas très importante. Au cours de la mesure des contraintes résiduelles dans la partie suivante, nous utiliserons une valeur moyenne de ces valeurs, il existe donc certaines erreurs expérimentales, mais les erreurs sont dans un cadre acceptable.

3.3.3. Les CER de la phase a_2

Les constantes d'élasticité radiocristallographiques de la phase α_2 ont été déterminées en utilisant l'essai de traction sur un goniomètre de type SEIFERT. Les conditions de

diffraction ont été expliquées dans la partie 3.2.4, et l'essai de traction est le même que pour déterminer les CER de la phase γ. Le plan choisi est (403), l'opération est faite deux fois de suite. Comme les microstructures avec des faibles fractions volumiques de grains lamellaires possèdent des faibles fractions volumiques de la phase α_2, l'erreur d'expérimentation est très importante, et nous avons seulement utilisé les microstructures avec des fractions volumiques de grains lamellaires importantes (par exemple : 60% et 85% de grains lamellaires). Donc, on ne discute pas la variation des CER avec la microstructure.

Le calcul des constantes d'élasticité radiocristallographiques est fait en supposant que l'alliage est isotrope et on détermine $1/2S_2$ et S_1 à partir des pentes de contraintes déterminées par la diffraction. La figure 3.13 montre la variation des déformations mesurées avec les contraintes appliquées dans la phase α_2.

Les valeurs de $1/2S_2$ et S_1, déterminées par une régression linéaire des courbes (figures 3.13 (a) et (b)) de déformation en fonction du chargement macroscopique, sont : $E_{\alpha 2}$ =120GPa et ν=0,2.

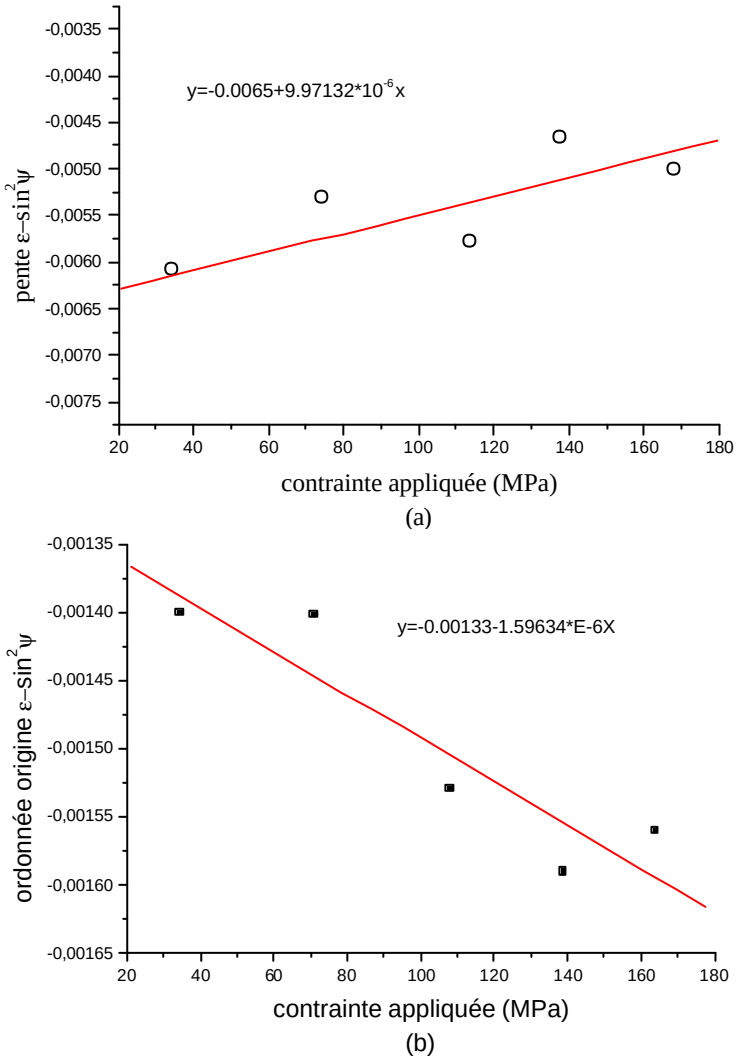


Figure 3.13 Courbes expérimentales de détermination des constantes d'élasticité radiocristallographiques de la phase α_2, plan (403)

3.4. Etude des contraintes résiduelles dans l'alliage à base de TiAl

Dans cette partie, nous étudierons tout d'abord la distribution des contraintes résiduelles dans les échantillons sans chargement pour comprendre la relation entre les contraintes résiduelles et la microstructure de l'alliage, et étudierons la tendance de la largeur de pic changeant avec la microstructure. Puis, nous mesurerons les contraintes internes dans les deux phases γ et α_2 variant avec les chargement extérieur, et discuterons la variation de largeur de pic avec la sollicitation extérieure. Enfin, nous comparerons les résultats obtenus par la diffraction des rayons X avec ceux obtenus par l'essai de traction macroscopique développé dans le chapitre 2, et discuterons les différences entre les résultats obtenus par ces deux méthodes.

3.4.1. Echantillon et expérimentation

Sept types de microstructures (deux microstructures presque gamma et cinq microstructures duplex avec différentes fractions volumiques de grains lamellaires) sont choisis pour mesurer leurs contraintes résiduelles. L'obtention de ces microstructures a été réalisée par les processus expliqués au chapitre 2. Nous ne choisirons pas les microstructures totalement lamellaires, parce que ce type de microstructures possède généralement des tailles de grains très grosses, l'intensité des pics de diffraction est trop faible et les résultats obtenus sont très mauvais. Les deux microstructures presque gamma possèdent deux différentes tailles des grains comme illustré dans la figure 2.24.

Les éprouvettes des différentes microstructures utilisées sont planes avec une épaisseur de l'ordre de 2mm environ. Les valeurs de contraintes résiduelles sont corrélées avec les effets liés aux conditions de traitements thermiques, d'oxydation, de polissage, etc. Comme les rayons X ne peuvent pénétrer qu'une dizaine microns, il faut donc enlever la couche superficielle pour éviter les influences de la surface sur la mesure. Cet enlèvement de matière a été fait par un polissage électrolytique. Pendant la manipulation de l'enlèvement, il faut faire attention à ne pas perturber l'état réel des contraintes. Pour chaque éprouvette, nous avons enlevé environ 100µm.

Les contraintes résiduelles sont déterminées dans la phase γ par diffraction des rayons X sur un goniomètre de type micro-CGR. Les conditions de diffraction utilisées sont données dans le tableau 3-2. Une série de mesures de la position du pic pour différentes directions de diffraction ont été faites, 17 positions d'angles ψ ont été utilisées. Le temps d'acquisition déterminé est de 90 secondes pour un pas de 0,05°.

Les contraintes résiduelles dans la phase α_2 ont été déterminées sur un goniomètre de type SEIFERT qui possède une meilleure résolution. Les conditions de diffraction ont été expliquées dans la partie 3.2.4.

Au cours de la détermination des contraintes résiduelles, l'erreur de la mesure est moins de 60MPa.

Tableau 3-2 Condition de diffraction pour mesurer les contraintes résiduelles dans la phase γ

rayonnement X	plan de diffraction	voltage de tube	courant de tube	oscillation en psi	détermination de pic	diamètre de spot
Ti-K_α	$(202)_\gamma$	25 Kv	30 mA	±5	70% de la hauteur du pic	ϕ3mm

3.4.2. Résultats des contraintes résiduelles

Les contraintes déterminées sur les éprouvettes dans la phase γ sont de l'ordre de quelques dizaines de MPa, et elles varient avec la microstructure. Les contraintes résiduelles dans les deux microstructures presque gamma sont : -46MPa dans la microstructure à grains fins, et -61MPa dans la microstructure à gros grains. Les résultats pour les microstructures duplex sont montrés dans la figure 3.14, avec celles de la phase α_2 pour les microstructures correspondantes.

On peut constater que les contraintes dans ces deux phases sont des signes opposés : de compression dans la phase γ et de traction dans la phase α_2 dans toutes les microstructures, mais, pour la microstructure avec une forte fraction volumique de grains lamellaires, les contraintes résiduelles sont plus importantes. Avec la diminution de la fraction volumique de grains lamellaires, la valeur des contraintes devient faible.

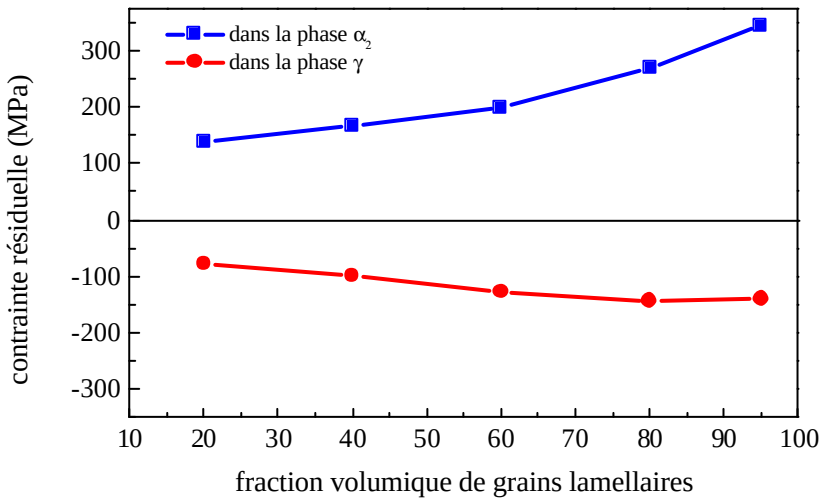


Figure 3.14 Contraintes résiduelles variant avec la fraction volumique de grains lamellaire dans les microstructures duplex

Les valeurs des contraintes résiduelles sont d'une part corrélées avec les effets liés aux conditions de traitement thermique, d'oxydation, de polissage etc., car celles-ci peuvent entraîner la distorsion de la maille due à la dilatation thermique différente entre les différents grains et surtout entre les différentes phases. Les faibles valeurs de contraintes résiduelles dans la phase γ dans les microstructures presque gamma et dans les microstructures duplex avec de faibles fractions volumiques de grains lamellaires sont liées à la faible fraction volumique de la phase α_2 et des grains lamellaires.

D'autre part, les contraintes résiduelles dans ces alliages sont liées avec l'incompatibilité de déformation entre les deux phases et entre les deux états de grains. Comme expliqué précédemment, les alliages à base de TiAl étudiés dans cette étude sont les alliages biphasés contenant des phases γ et α_2. A cause de la structure tétragonale de la phase γ et de la structure hexagonale de la phase α_2, il existe une différence de paramètres de maille (lattice misfit) entre ces deux phases. De plus, la grande différence entre les systèmes de glissements de dislocations et de différentes mobilités de dislocations entre ces deux phases peuvent entraîner des propriétés différentes. D'ailleurs, les propriétés mécaniques de ces deux phases sont différentes, les activités entraînées par les traitements thermiques, oxydation etc. sont différentes. En effet, leurs déformations sont très anisotropes, et une incompatibilité de déformation aux joints de grains ou aux interfaces des lamelles peut être engendrée. Tous ces phénomènes peuvent introduire des contraintes résiduelles dans l'alliage.

Pour les microstructures presque gamma, la microstructure à grains fins présente les contraintes résiduelles relativement faibles. Cela implique que l'affinement des grains peut atténuer les contraintes résiduelles dans la microstructure, parce que cet affinement peut augmenter la capacité de déformation entre les grains et entre les constituants sous l'effet de sollicitation de contraintes. Cette atténuation de contraintes par l'affinement de grains est très favorable pour l'augmentation de la ductilité de l'alliage, comme nous avons vu dans le chapitre 2.

La différente distribution des contraintes résiduelles dans les microstructures duplex est due à la fois à la différente fraction volumique de grains lamellaires et à la forme de la phase α_2. Avec l'augmentation de la phase α_2, l'incompatibilité de déformation entre les deux phases augmente, et avec l'augmentation des grains lamellaires, la fraction volumique de grains α_2 augmente. Par conséquent, les contraintes résiduelles augmentent. Dans la microstructure duplex, la phase α_2 existe principalement sous forme de latte, ce qui conduit à la concentration de contraintes. Au contraire, dans la microstructure presque gamma, la phase α_2 existe principalement sous forme globulaire, la concentration de contraintes entraînée est beaucoup moins importante.

Les contraintes résiduelles dans la phase α_2 sont en tension, celles-ci sont inverses avec celles de la phase γ. Comme expliqué précédemment, sous l'effet de sollicitations extérieures, des fissures se produisent tout d'abord aux interfaces des phases γ/α_2. C'est le résultat de cette distribution de contraintes.

La figure 3.15 montre la variation de la valeur de largeur de pic à mi-hauteur (en degré 2theta) dans la phase γ variant avec la microstructure. Pour les deux microstructures presque

gamma, les largeurs de pic sont moins importantes : 1,83° pour la microstructure à grains fins, et 1,94° pour la microstructure à gros grains. Pour les microstructures duplex, on peut constater que la largeur de pic devient plus importante lorsque la fraction volumique de grains lamellaires augmente. Les valeurs typiques sont montrés dans la figure 3.15. La variation de largeur de pic indique que les grains lamellaires peuvent provoquer une distorsion du réseau, et cette distorsion devient plus importante lorsque la fraction volumique de grains lamellaires augmente. Par ailleurs, la différence de la largeur de pics entre ces différentes microstructures est liée à la taille des domaines cohérents de diffraction. C'est un indice de la dureté de la phase γ pour chaque type de microstructure duplex.

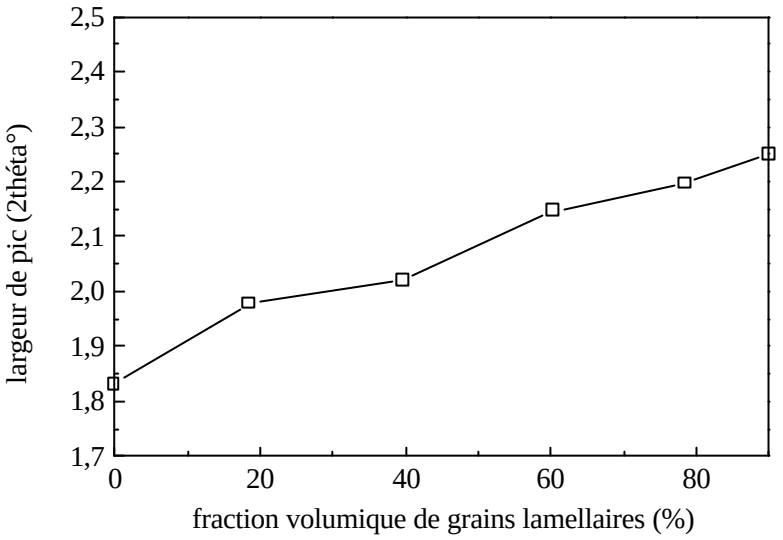


Figure 3.15 Profil des largeurs de pic dans la phase γ variant en fonction de la fraction volumique de grains lamellaires

3.5. Etude des comportements mécaniques de l'alliage TiAl

Le comportement mécanique de l'alliage à base de TiAl a été étudié en traction dans chacune des deux phases γ et α_2. Plusieurs microstructures de l'alliage à base de TiAl de composition Ti-48Al-2Cr-2Nb ont été utilisées : presque gamma à grain fin, presque gamma à gros grain, duplex avec quatre fractions volumiques de grains lamellaires : environ 20%, environ 40%, environ 60% et environ 85%. Les procédés de traitements thermiques sont comme ceux expliqués dans le chapitre 2, et les microstructures utilisées sont montrées dans la figure 2.24. Les essais de traction macroscopiques ont été effectués à la température ambiante sur une machine de traction statique de type MTS comme expliqué au chapitre 2.

Les contraintes dans les échantillons ont été étudiées pour deux cas de chargement : un chargement uniaxial en traction suivi d'une décharge (pré-traction). Une autre étude a été faite in situ pour suivre l'évolution des contraintes sous chargement en traction dans les deux phases. Pour la mesure de pré-traction, nous avons seulement fait la mesure dans la phase γ. Pour la mesure in situ, nous avons déterminé les contraintes internes dans la phase α_2 dans les deux microstructures duplex : 60% de grains lamellaires et 85% de grains lamellaires,

parce que ces deux microstructures contiennent légèrement plus de phase α_2, la mesure est faisable au cours d'expérimentation.

3.5.1. Cas de contraintes résiduelles après décharge

Dans cette partie, l'étude portera sur l'effet des microstructures presque gamma et duplex sur les résultats des contraintes résiduelles après traction à différents niveaux de déformation dans la phase γ. La dimension de l'échantillon pour réaliser la traction est montrée dans la figure 2.25.

Les résultats obtenus montrent que les contraintes résiduelles de chaque microstructure dans la phase γ après traction sont de compression, et que leurs niveaux varient avec la microstructure. Ces contraintes résiduelles sont principalement d'ordre 2, puisqu'elles résultent de l'incompatibilité des déformations plastiques entre les phases ou entre les grains.

La figure 3.16 montre les contraintes résiduelles dans la phase γ après la décharge avec différent taux de déformation pour les microstructures presque gamma. On peut constater que les contraintes résiduelles dans l'échantillon à grains fins sont inférieures à celles de l'échantillon à gros grains, et qu'elles augmentent avec le taux de déformation. Les contraintes résiduelles saturent lorsque le taux de déformation est supérieur à une certaine valeur, et cette valeur est un peu plus importante pour la microstructure à gros grains. La figure 3.17 montre les contraintes résiduelles déterminées pour les microstructures duplex. On peut constater que les contraintes résiduelles présentent la même tendance que celles des microstructures presque gamma avec le taux de déformation macroscopique.

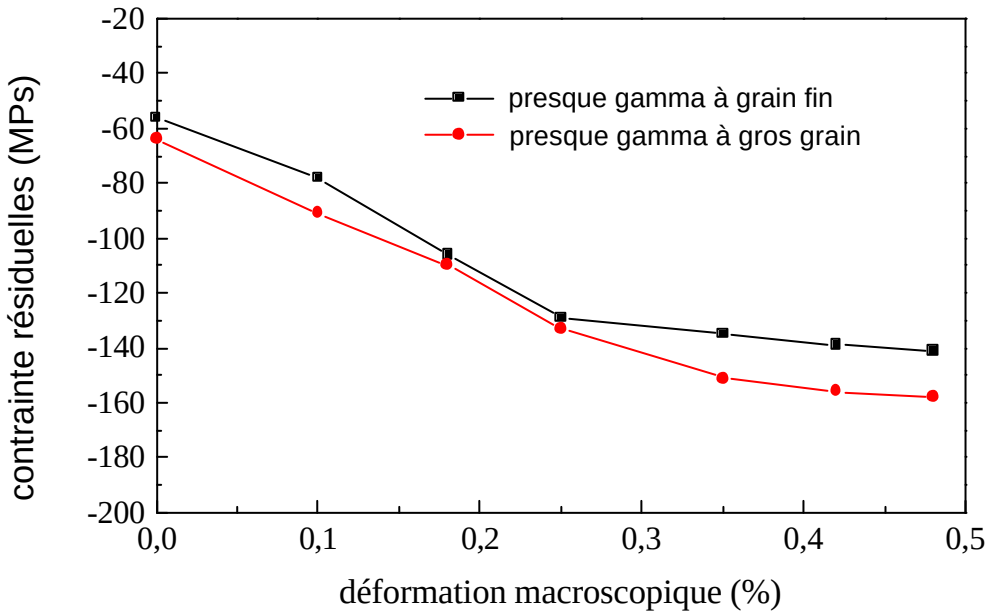


Figure 3.16 Evolution des contraintes résiduelles dans la phase γ avec le taux de déformation macroscopique (presque gamma à grains fin et à gros grains)

Les niveaux de contraintes résiduelles sont moins importants pour les microstructures presque gamma et duplex avec des faibles fractions volumiques de grains lamellaires (par exemple : 20% de grains lamellaires). Pour les microstructures presque gamma, à cause de la structure tétragonale à face centrée de type $L1_0$, il manque de cinq systèmes de glissement indépendants. Par conséquent, sous l'effet de sollicitations extérieures, l'incompatibilité de déformation peut se produire entre les phases et entre les grains, cela entraîne des contraintes résiduelles beaucoup plus importantes après décharge que celles qui se produisent avant chargement. De plus, l'existence de la phase α_2 conduit également à l'incompatibilité de déformation. Mais cette incompatibilité de déformation peut être atténuée par l'augmentation de la capacité du glissement homogène et par la capacité de transfert de déformation à travers des joints des grains et des interfaces de lamellaires. Il est à noter que la diminution de la taille des grains facilite l'homogénéité de glissement, et que l'augmentation de la fraction de joints de grains facilite également le transfert de déformation d'un grain à l'autres, l'incompatibilité de déformation est donc atténuée. Par conséquent, les contraintes résiduelles dans les microstructures presque gamma à grains fins sont moins importantes que celles dans l'alliage à gros grain.

Pour les microstructures duplex avec des fractions volumiques de grains lamellaires importantes, d'une part, l'incompatibilité de déformation peut être générée par le manque de systèmes de glissement entre les grains γ, et par la différence de comportement entre grains γ et grains lamellaires ; d'autre part, la plus grande fraction volumique de la phase α_2 par rapport à la microstructure presque gamma, et la forme de la phase α_2 (en latte) peuvent aggraver l'incompatibilité de déformation. Tout ça conduit aux contraintes résiduelles plus importantes après décharge.

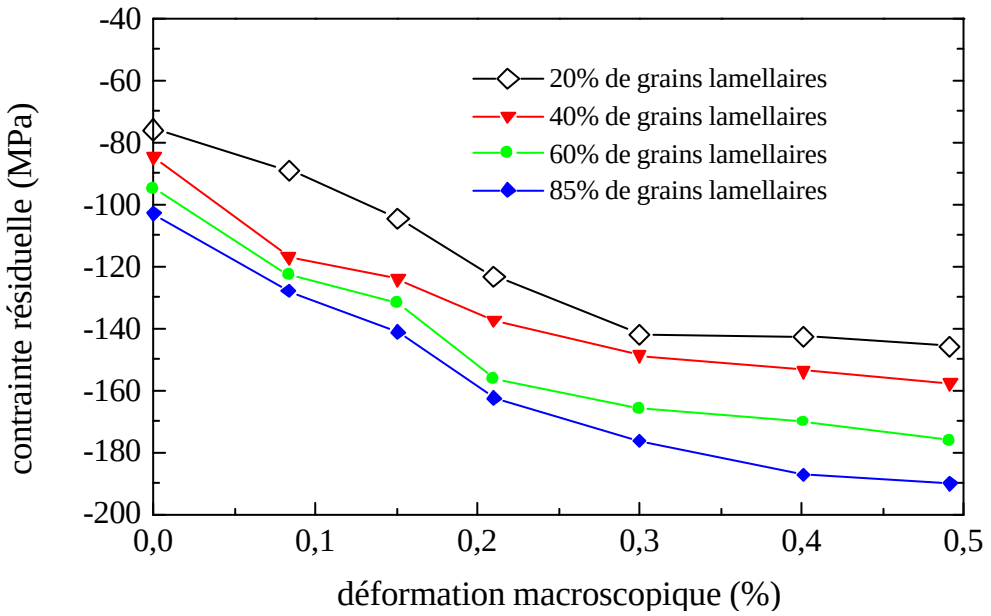


Figure 3.17 Evolution des contraintes résiduelles dans la phase γ avec le taux de déformation macroscopique pour les microstructures duplex avec différentes fractions volumiques de grains lamellaires

Sur les figures 3.16 et 3.17, on peut également constater que les contraintes résiduelles saturent à partir de 0,3% à 0,4% de déformation macroscopique. Lorsque l'incompatibilité de déformation atteint une certaine valeur, la concentration de contraintes générée par cette incompatibilité peut activer les systèmes de glissement dans les grains voisins, l'incompatibilité de déformation peut donc être atténuée. La saturation est moins marquée pour les microstructures duplex avec une forte fraction volumique de grains lamellaires. Cela implique que l'incompatibilité de déformation dans les microstructures duplex avec une plus importante fraction volumique de grains lamellaires est plus difficile à atténuer par le glissement de dislocations ou par le mouvement de macles.

Les figures 3.18 et 3.19 montrent une évolution très rapide des pics pour les quelques premiers pour cent de déformation (0,3% à 0,4%), puis une tendance à saturer.

Pour les microstructures différentes, la déformation à laquelle l'élargissement de pic est saturé n'est pas la même. Pour les microstructures presque gamma ou la microstructure duplex avec une faible fraction volumique de grains lamellaires, la plupart des grains sont les grains gamma, le transfert de déformation d'un grain à l'autre est plus facile par rapport aux grains lamellaires. Dans les grains lamellaires, du fait de la différence entre les phases α_2 et γ, des dislocations émises de la phase γ ne peuvent pas traverser les lamelles α_2, beaucoup de dislocations s'empilent aux interfaces de lamelles. Ce n'est que lorsque cet empilement de dislocations atteint un degré assez important, la concentration de contrainte entraînée peut faire traverser les lamelles voisines aux dislocations. Par conséquent, pour les microstructures duplex avec des fortes fractions volumiques de grains lamellaires, la saturation est plus grande. Cette saturation suit l'écrouissage du matériau représenté sur la loi de comportement, les valeurs des largeurs de pics sont plus importantes pour les microstructures duplex avec de fortes fractions volumiques de grains lamellaires.

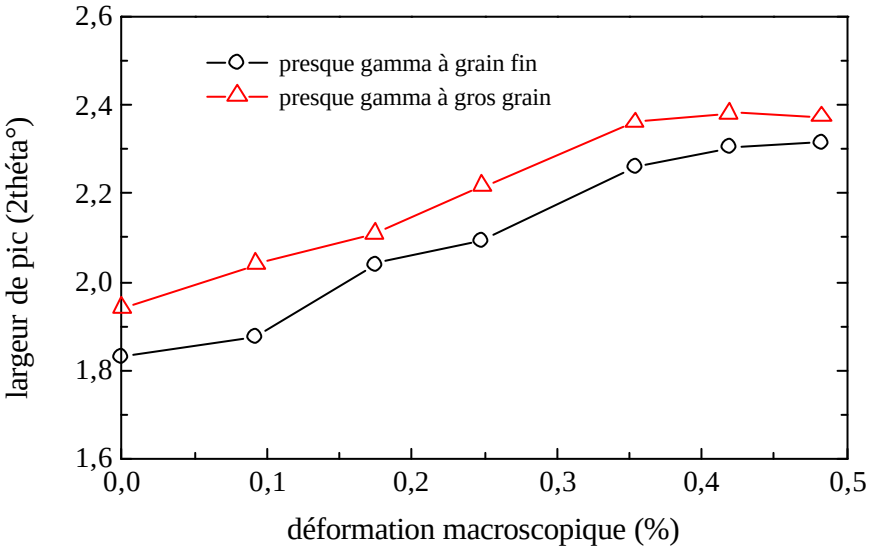


Figure 3.18 Evolution des largeurs de pic de diffraction avec le taux de déformation macroscopique pour la microstructure presque gamma avec différente taille de grains

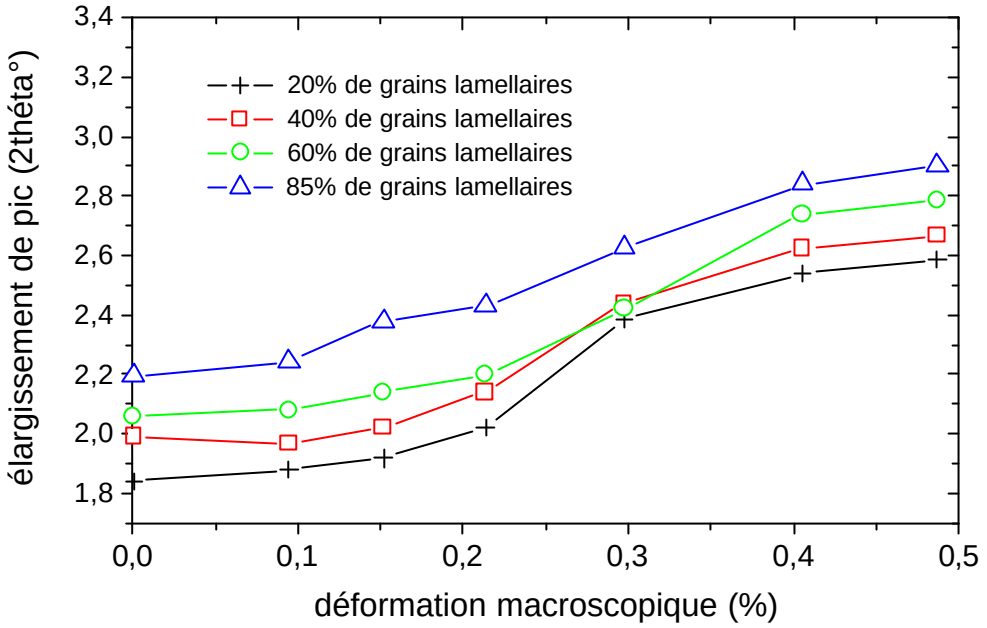


Figure 3.19 Evolution des largeurs de pic de diffraction avec le taux de déformation macroscopique pour les microstructures duplex avec différentes fractions de grains lamellaires

Les contraintes de cisaillement pour les six microstructures sont différentes. Leur interprétation reste délicate, car dans le cas d'un matériau biphasé, la composante σ_{33} n'est pas forcément nulle, puisqu'elle peut être compensée par une autre contrainte σ_{33} dans la deuxième phase. Dans cette étude, nous nous intéressons seulement aux contraintes longitudinale.

3.5.2. Etude des contraintes internes in-situ

Pour différencier le comportement de la phase γ et de la phase α_2, une série de sollicitations mécaniques en traction uniaxiale a été appliquée in situ sur le goniomètre. Cela nous a permis de suivre respectivement les contraintes dans la phase γ et dans la phase α_2 par la technique de diffraction des rayons X. Dans le domaine élastique, les contraintes déterminées dans la phase γ sont des contraintes simples de sollicitation (ordre 1). Dès que le matériau entre dans le domaine plastique, des contraintes dues à l'incompatibilité des déformations entre les deux phases apparaissent. Ces contraintes sont donc la superposition dans la phase des contraintes de sollicitation d'ordre 1 et des contraintes internes d'ordre 2.

Avec cet essai, on doit pouvoir étudier le comportement mécanique de la phase γ et de la phase α_2 dans l'alliage biphasé à base de TiAl et étudier la différence par rapport à une

seule phase et aux autres microstructures duplex avec différentes fractions volumiques de grains lamellaires. On peut également comparer ces résultats avec ceux obtenus par l'essai macroscopique en traction.

3.5.2.1. Expérimentation in situ

Pour l'essai en traction uniaxiale, nous avons utilisé une petite machine de traction qui permet de solliciter une éprouvette en créant un champ de contrainte uniforme sur la partie mesurée. Les déformations sont mesurées en utilisant une jauge extensométrique placée du coté opposé à l'endroit de la diffraction sur l'éprouvette. Cette jauge est liée à un demi-pont avec une autre jauge non active. La contrainte que la machine peut atteindre est de 10000 Newtons. Le schéma du dispositif de traction in situ est montré dans la figure 3.20. La dimension de l'éprouvette est montrée dans la figure 2.25.

L'échantillon est placé dans le montage de traction in situ. Pour chaque pas de déformation macroscopique appliquée, la déformation du plan diffractant $\varepsilon_{\phi\psi}$ est mesurée. Les mesures sont effectuées sur le plan (202) (en utilisant un tube de titane) pour la phase γ, et (403) pour la phase α_2 (en utilisant un tube de cuivre). Les contraintes sont traitées après en utilisant les constantes d'élasticité radiocristallographiques évoluées dans la partie précédente. Les contraintes internes (contraintes résiduelles plus contraintes appliquées) sont déterminées sur la face de l'éprouvette pour une charge complète : charge élastique, charge plastique jusqu'à la rupture de l'échantillon.

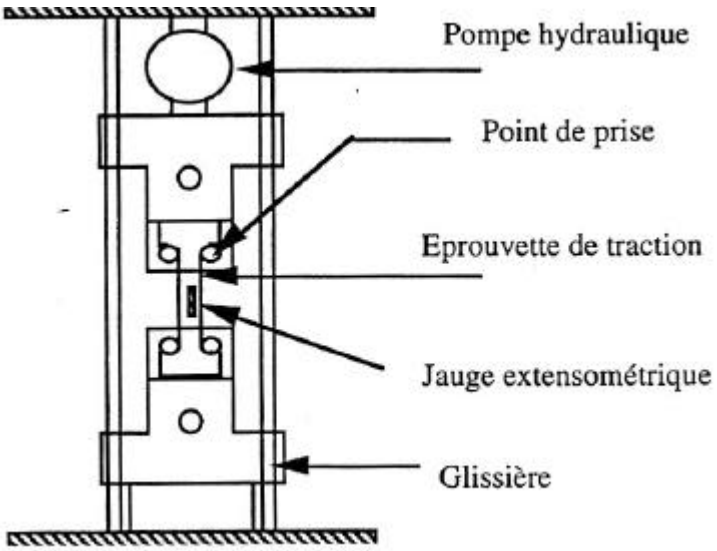


Figure 3.20 Le schéma du dispositif de traction ″in situ″

3.5.2.2. Résultat de contraintes en traction

La figure 3.21 montre les courbes contrainte-déformation évoluées dans la phase γ pendant l'essai de traction in situ pour les microstructures presque gamma, et la figure 3.23 est celle des microstructures duplex avec 20% et 40% de grains lamellaires. Les figures 3.24 et 3.25 montrent les courbes contrainte-déformation dans les deux phases pour les microstructures duplex avec 60% et 85% de grains lamellaires. Parce que nous avons déterminé les contraintes dans les deux phases en utilisant deux différents goniomètres, la condition de chargement est différente, la déformation à rupture n'est pas la même. L'échantillon est rompu prématurément pendant la mesure dans la phase α_2.

Les premiers points sur les courbes correspondent à l'état de contraintes résiduelles. Au cours de la charge élastique, il y a de superposition des contraintes résiduelles et des contraintes appliquées. Ces contraintes évoluent simultanément durant la plastification. Dans cette étude, nous nous intéressons seulement aux contraintes longitudinales.

L'état initial libre de contraintes varie avec la microstructure. Les contraintes évoluent linéairement pour les premiers points de mesure (domaine élastique). On peut constater que, pour les six microstructures choisies dans ces expérimentations, le comportement de ces deux phases varie avec la microstructure. Comme les résultats obtenus au chapitre 2, la limite d'élasticité dans la courbe contrainte-déformation évoluée par la technique de diffraction de rayons X augmente avec la fraction volumique de grains lamellaires, et les contraintes internes de la microstructure presque gamma sont moins importantes que celles des microstructures duplex. Les contraintes dans la phase α_2 sont plus importantes que celles dans la phase γ, cela est dû à la faible fraction volumique et à la mobilité insuffisante de dislocations dans cette phase.

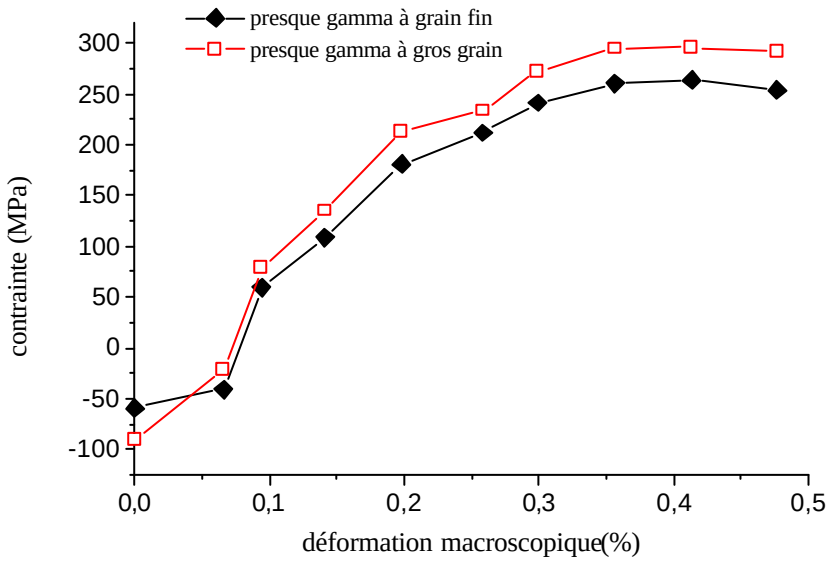


Figure 3.21 Evolution des contraintes "in situ" en traction dans la phase γ (microstructure presque γ)

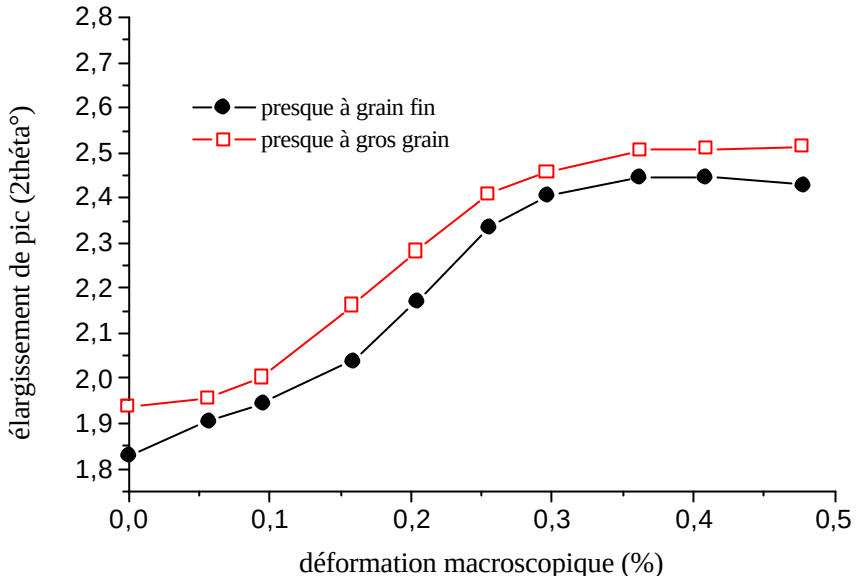


Figure 3.22 Evolution des largeurs de pics ″in situ″ en traction dans la phase γ (microstructure presque gamma)

Les photographies 3.22 et 3.26 représentant les largeurs de pics pour les différentes microstructures nous montrent l'évolution des micro-déformations dans la phase γ pendant l'essai de traction. Durant la charge, une très faible évolution est observée jusqu'à une déformation correspondant à la limite d'élasticité. Cela implique que, jusqu'à cette valeur, peu de défauts apparaissent dans l'alliage. Les largeurs de pics augmentent ensuite régulièrement jusqu'à une certaine valeur, puis une tendance saturée. On peut constater que, pour les microstructures duplex avec des fractions volumiques de grains lamellaires importantes, la saturation d'élargissement de pic est moins marquée.

On peut constater que la valeur des largeurs de pics pour chaque déformation correspondante varie également avec la microstructure. Généralement, la valeur augmente avec la fraction volumique de grains lamellaires pour une déformation introduite.

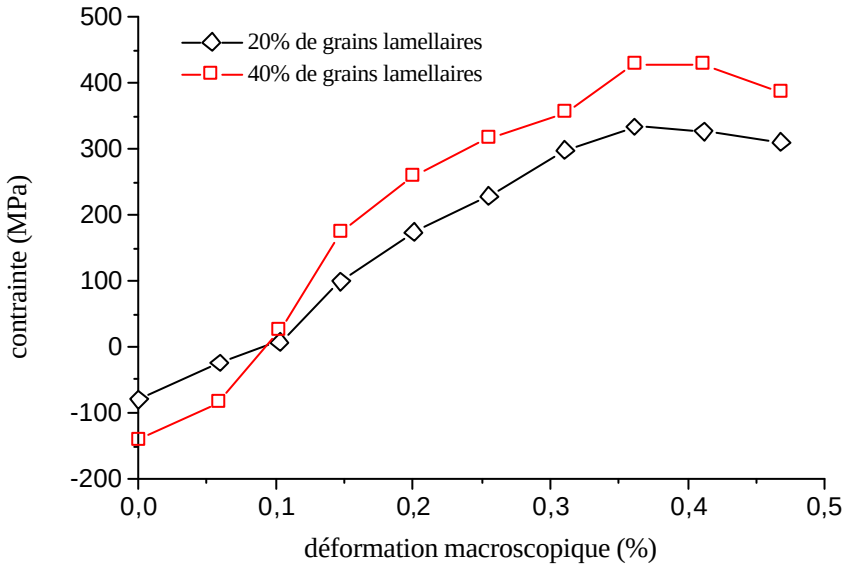


Figure 3.23 Evolution des contraintes ″in situ″ en traction dans la phase γ (duplex avec 20% et 40% de grains lamellaires)

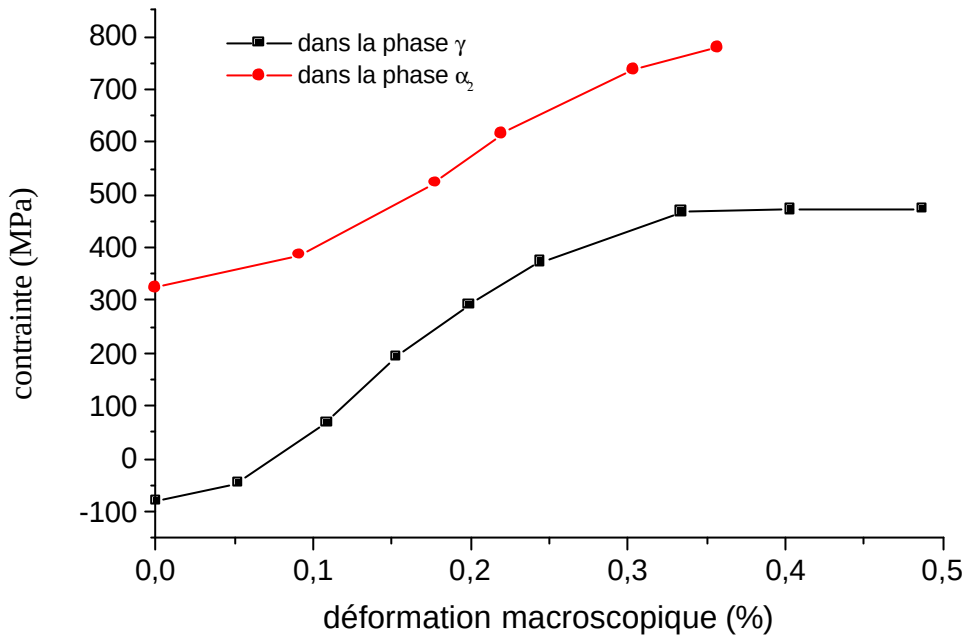


Figure 3.24 Evolution des contraintes ″in situ″ en traction dans les deux phases (duplex avec 60% de grains lamellaires)

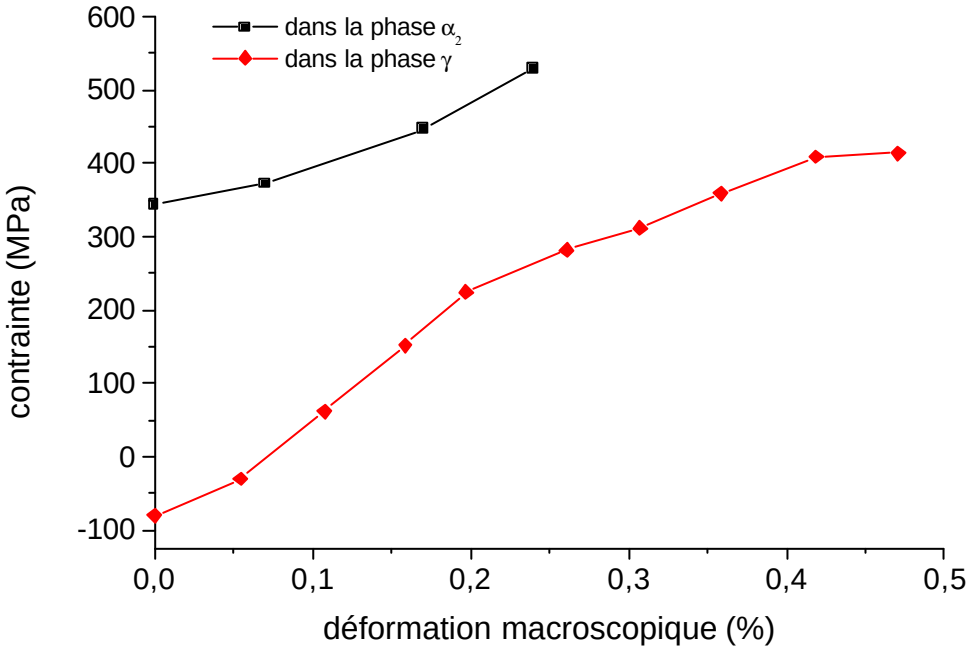


Figure 3.25 Evolution des contraintes ″in situ″ en traction dans les deux phases (duplex avec 85% de grains lamellaires)

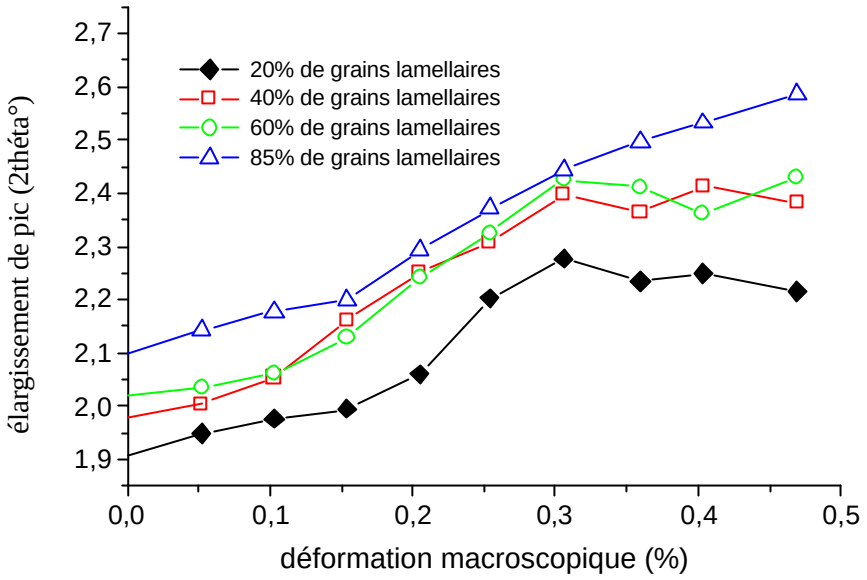


Figure 3.26 Evolution des largeurs de pics ″in situ″ en traction dans la phase γ pour les microstructures duplex avec différentes fractions volumiques de grains lamellaires

3.6. Discussion et interprétation

3.6.1. Influence de la microstructure sur le comportement

Plusieurs paramètres peuvent influencer le comportement ou l'état de contraintes internes du matériau, par exemple : la présence de différents constituants, leur fraction volumique, les propriétés de chaque constituant, l'historique des traitements thermomécaniques et des traitements thermiques, la mise en forme, la taille des grains, l'homogénéité de la microstructure, le degré d'écrouissage, la liaison interfaciale entre les phases etc.

Dans le cas des alliages TiAl à microstructures duplex, lorsque la composition de l'alliage est déterminée, les propriétés déterminées sont liées à différente fraction volumique de grains lamellaires, à l'espacement interlamellaire, à la taille des grains lamellaires etc. Pour les composés intermétalliques, la clé de la détermination des propriétés mécaniques repose sur leurs microstructures. A cet égard, la microstructure peut être considérée comme ″l'architecture″ de l'alliage, le contrôle de la microstructure est le moyen le plus efficace pour améliorer la ductilité et de la ténacité sans détériorer la résistance de l'alliage. L'augmentation de la résistance et la ténacité de l'alliage à base de TiAl en utilisant les grains lamellaires est un des exemples les plus connus [144].

3.6.1.1. Influence de la structure de l'alliage sur diffraction des rayons X

Comme expliqué au chapitre 1, l'alliage biphasé à base de TiAl est constitué de deux phases différentes : phase γ et phase α_2 ; la microstructure duplex est constituée de deux types de grains différentes : grain γ et grain lamellaire, et le grain lamellaire est constitué des lamelles de phase γ et phase α_2. Nous avons vu que l'étude des contraintes par diffraction des

rayons X dans la phase γ est faisable quelque soit sa morphologie. Mais pour la phase α_2 qui possède une structure hexagonale, celle-ci présente des difficultés d'analyse liées en général à sa faible proportion dans l'alliage étudié, et l'incertitude est très importante. La largeur de pic est liée aussi aux paramètres de la microstructure et à la déformation donnée. Ces résultats nous conduisent à affirmer que les résultats de l'analyse des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X dans la microstructure duplex et dans la microstructure presque gamma dépendent à la fois de sa morphologie (fraction volumique de grains lamellaires, taille des grains etc.) et de la déformation macroscopique introduite.

3.6.1.2. Influence de la structure sur les contraintes résiduelles

Les études des contraintes résiduelles dans les deux phases nous facilitent la compréhension et la déduction du comportement de chaque phase. Dans le cas de l'alliage à base de TiAl de composition Ti-48Al-2Cr-2Nb, seul le comportement de la phase γ est connu, celui de la phase α_2, du fait de sa faible fraction volumique, est très difficile à déterminer, parce que l'intensité de diffraction est trop faible, l'incertitude des résultats est trop importante. Dans notre étude, nous nous somme intéressés à six types de microstructures : deux types de microstructures presque gamma, quatre types de microstructures duplex avec différentes fractions volumiques de grains lamellaires. Les microstructures totalement lamellaires présentent généralement des gros tailles de grains, la détermination des contraintes dans ce type de structures est difficile. Les résultats ont montré que, dans la phase γ, les contraintes résiduelles sont de compression, et qu'elles varient avec la microstructure et la déformation macroscopique conduite. Les contraintes résiduelles augmentent avec la déformation conduite après décharge, puis saturent après une certaine quantité de déformation macroscopique pour les microstructures presque gamma et les microstructures duplex avec des faibles fractions volumiques de grains lamellaires. Mais pour les microstructures duplex avec une grande fraction volumique de grains lamellaires, la déformation de saturation est moins marquée, parce que leurs limites d'élasticité sont importantes, et avant la rupture, leur déformation plastique est très limitée. D'une manière générale, les contraintes résiduelles augmentent avec l'augmentation de la fraction volumique de grains lamellaires, ce qui traduit une grande capacité d'écrouissage dans ces microstructures duplex. Ceci peut être expliqué d'une part, par le blocage du mouvement des dislocations à cause de joints des grains, de l'interface des lamelles, et de lamelles α_2 dans lesquelles les dislocations et macles ne peuvent pas traverser, d'autre part, par l'effet de différentes fractions volumiques de grains lamellaires sur le comportement de l'alliage. Dans le cas des microstructures duplex avec une faible fraction volumique de grains lamellaires, les grains γ ne sont pas interrompus par les grains lamellaires, la déformation plastique peut se transmettre d'un grain à l'autre, et ceci libère la déformation de la phase γ. Dans le cas des microstructures duplex avec des grandes fractions volumiques de grains lamellaires ayant un comportement plus rigide, la phase γ est bloquée par les grains lamellaires, ce qui favorise l'écrouissage et l'augmentation des contraintes résiduelles.

En ce qui concerne les contraintes résiduelles dans la phase α_2, malgré sa faible fraction volumique et sa forme généralement en latte, nous avons utilisé un goniomètre avec une bonne résolution, et choisi des microstructures avec des fractions volumiques de grains

lamellaires plus importantes, il est prouvé que la mesure est faisable. Les résultats nous montrent que les contraintes résiduelles dans cette phase sont en traction, inverse à celles dans la phase γ. Les résultats in situ montrent également que les contraintes sous chargement extérieur dans cette phase sont plus grande que celles dans la phase γ. Par conséquent, sous l'effet de sollicitations extérieures, des fissures se produisent tout d'abord dans la phase α_2 ou à l'interface des lamelles α_2/γ. Cela est la cause principale de la faible ductilité et de la ténacité insuffisante de l'alliage.

Des résultats de contraintes résiduelles dans la phase γ montrent, dans la microstructure duplex avec une certaine fraction volumique de grains lamellaires, qu'une augmentation de déformation jusqu'à une certaine valeur puis une diminution. Ceci est principalement dû à l'endommagement de la phase α_2, puis à la relaxation des contraintes résiduelles.

Les largeurs de pic (ordre 3), associées aux contraintes résiduelles, montrent aussi les quantités de déformation plastique associées. On voit nettement qu'elles augmentent avec l'augmentation de la fraction volumique de grains lamellaires. Ceci montre la grande capacité d'écrouissage dans les microstructures avec une grande fraction volumique de grains lamellaires. Comme expliqué précédemment, sous l'effet de sollicitations extérieures, la phase γ émet des dislocations vers les interfaces des lamelles et aux joints des grains, mais les dislocations sont empêchées aux interfaces de lamelles parce que les dislocations ne peuvent pas traverser les lamelles α_2. L'empêchement de dislocations peut conduire à des concentrations de contraintes, et ceci peut également déclencher le glissement de dislocations dans les grains voisins. Par ailleurs, en raison de la différence de la structure entre la phase α_2 et la phase γ, l'incompatibilité de déformation peut se produire entre la phase γ et la phase α_2. Pour accommoder cette incompatibilité de déformation, des dislocations de discordance se produisent aux interfaces de lamelles α_2/γ. Cela aggrave la concentration de contrainte et facilite le glissement de dislocations. Par conséquent, avec l'augmentation de grains lamellaires, la densité de défauts devient importante.

3.6.1.3. Influence de la microstructure sur largeur de raie

L'étude a été poussée qualitativement à l'ordre 3 en analysant les largeurs de raie de diffraction. A ce stade d'étude, la comparaison entre les largeurs de raie de tous les échantillons étudiés nous permet de comprendre la relation entre la micro-déformation et les différentes microstructures. La largeur de raie mesurée provient de trois effets synthétiques : la largeur instrumentale, l'ordre 2 conduisant à une largeur liée aux déplacements des pics élémentaires et l'ordre 3 qui provoque l'élargissement des pics élémentaires.

La démarche d'étude a permis de comprendre le comportement du matériau biphasé à différentes échelles.

A l'échelle macroscopique, l'interaction de phase à phase est analysée par la détermination des contraintes résiduelles et internes causées par une déformation plastique. A l'échelle mésoscopique, le comportement des cristallites de la phase γ est lié non seulement à

la nature cristallographique et des mécanismes de déformation, mais aussi à leur orientation relative. La déformation qui en découle est correctement appréciée, principalement en ce qui concerne les effets d'ordre 2. Ces effets sont pris en compte dans la largeur de raie mesurée en vue d'en extraire des informations sur la densité de dislocations.

Pendant la déformation, il existe des interactions entre grains et entre lamelles de l'alliage à base de TiAl, ce qui peut avoir une influence sur le processus de déformation. En tenant compte du mécanisme dans les deux constituants de l'alliage, la germination de dislocations et de macles de déformation est la plus importante pour accommoder l'incompatibilité de déformation entre les deux phases et entre les grains voisins. La haute densité de dislocations émise de l'interface de lamelles fournit un nombre suffisant de source de dislocations. De même, les dislocations de discordance aux semi-cohérente interfaces de lamelles supportent la germination des macles de déformation. Par conséquent, l'élargissement de raie correspond à cette germination de dislocations pendant la déformation.

Lorsque la déformation atteint une certaine valeur (la limite d'élasticité), on constate une augmentation rapide de largeur de pic. Cela est liée à la germination rapide de dislocations et de macles. Selon les études précédentes, des macles ne peuvent être générées que sous un haut niveau de contraintes locales. Lorsque la déformation entre dans le domaine d'élastoplastique, l'incompatibilité de déformation devient très importante, cela favorise la germination de macles, la largeur de pic devient donc plus importante.

3.6.2. Influence des contraintes résiduelles sur les propriétés mécaniques de l'alliage

Dans l'alliage biphasé à base de TiAl, la distribution des contraintes résiduelles dans les deux phases est différente. Selon les résultats expérimentaux, les contraintes résiduelles dans la phase γ sont en compression, et celles dans la phase α_2 en traction. Cette distribution exceptionnelle pourrait avoir grande influence sur les propriétés mécaniques de l'alliage.

3.6.2.1. Sur la résistance de l'alliage

Si un matériau possède une bonne ductilité, les contraintes résiduelles ont très peu d'influence sur la résistance de matériau, parce que les contraintes résiduelles peuvent être atténuées par la déformation plastique sous l'effet de sollicitations extérieures. Mais, pour l'alliage à base de TiAl, et surtout pour l'alliage à microstructure totalement lamellaire et duplex avec une grande fraction volumique de grains lamellaires, parce que sa ductilité est très faible, les contraintes résiduelles ne peuvent pas être atténuées par le glissement de dislocations, et, sous l'effet de sollicitations extérieures, l'incompatibilité de déformation peut aggraver cette distribution non-uniforme entre les deux phases. Cela peut conduire à des microfissures aux interfaces de lamelles α_2/γ, et puis à une rupture prématurée de l'alliage. En conséquence, la distribution non-uniforme des contraintes dans les deux phases est néfaste à la résistance de l'alliage.

3.6.2.2. Sur la ductilité de l'alliage

Comme expliqué précédemment, la ductilité de l'alliage à base de TiAl est liée à des modes de déformation des constituants au sein de l'alliage. La faible ductilité de l'alliage à base de TiAl est due principalement aux facteurs suivants : l'incompatibilité de déformation due à la distribution non-uniforme de contraintes dans les deux phases et aux différents états de grains; l'empêchement de lamelles α_2 à la transmission de dislocations et de macles etc.

L'incompatibilité de déformation dans l'alliage est liée à la concentration de contraintes aux joints des grains ou aux interfaces des lamelles. Pendant la déformation, il existe des interactions entre interfaces et lamelles, celles-ci peuvent influencer le processus de déformation. En tenant compte du mécanisme de déformation qui peut améliorer la ductilité de l'alliage biphasé par rapport au monophasé, le rôle de la germination de dislocations et de macles est le plus important. La haute densité de dislocations émise de la phase γ vers l'interface de lamelles fournit un nombre suffisant de sources de dislocations. De même, les dislocations de discordance aux semi-cohérente interfaces de lamelles fournissent également la germination des macles. D'ailleurs, il est prouvé que les macles de déformation peuvent pénétrées relativement facilement les interfaces cohérentes de lamelles γ/γ ou se transmettre d'une lamelle à l'autre. Dans ce cas, une déformation relativement homogène peut entraînée dans la phase γ.

Dans les grains lamellaire, la phase γ et α_2 sont liées par les relations cristallographiques suivantes : $\{0001\}_{\alpha 2}//(111)_{\gamma}$, et $<11\bar{2}0>_{\alpha 2}//<1\bar{1}0>_{\gamma}$. Ces relations présentent plusieurs orientations variables comme expliqué précédemment [145]. Parce que les compositions chimiques et les structures cristallographiques de ces deux phases ne sont pas les mêmes, les degrés de déformation dans ces deux phases sous l'effet de contraintes ne sont pas les mêmes, sous l'effet de sollicitations extérieures, l'incompatibilité de déformation peut se produire aux joints de grains ou aux interfaces de lamelles, et lorsque cette incompatibilité atteint un certain degré, elle peut conduire à la rupture de l'alliage.

Mais les études précédentes montrent que la distribution non-conforme de contraintes facilite la germination de macles [146]. Par conséquent, bien que la déformation homogène par l'affinement de grains puisse atténuer la concentration de contraintes, cela est néfaste à la germination de macles. C'est une des causes principales qui donne lieu à la faible ductilité de l'alliage TiAl.

La faible ductilité de l'alliage à base de TiAl est due à cette contradiction : d'une part, l'affinement de la microstructure peut atténuer l'incompatibilité de déformation et améliorer donc la ductilité, d'autre part, il est défavorable pour la germination des macles, et la déformation par macle est très importante pour la déformation plastique de l'alliage. En conséquence, l'amélioration de la ductilité de l'alliage à base de TiAl devrait prendre les autres mesures, par exemple, par durcir la phase γ et adoucir la phase α_2 afin d'obtenir un équilibre entre ces deux phases [110]. Par ailleurs, par l'élément d'addition, la tétragonalité de la phase γ pourrait être abaissée, et, en associant les nouveaux procédés de traitements

thermiques et thermomécaniques, la ductilité de l'alliage TiAl pourrait être remarquablement améliorée.

Selon l'étude précédente [147], sous l'effet de sollicitations de compression, la concentration de contrainte locale aux interfaces γ/α_2 peut faciliter la déformation plastique à travers les lamelles α_2. Par contre, la sollicitation de traction peut donner lieu à la formation de fissures dans les lamelles α_2, cela diminue la plasticité de l'alliage. Donc, la ductilité en compression est beaucoup plus importante.

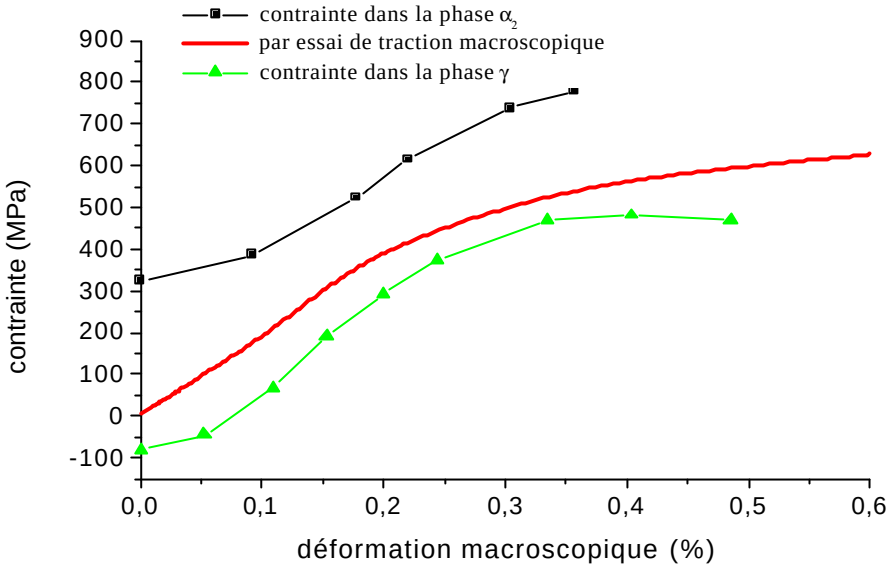
3.6.2.3. Sur la ténacité de l'alliage

Comme expliqué au chapitre 2, la ténacité de l'alliage symbolise la résistance à la rupture sous l'effet de sollicitations extérieures. La distribution non-uniforme des contraintes résiduelles dans les deux phases peut avoir une grande influence sur la ténacité de l'alliage. Selon les résultats précédents, les contraintes résiduelles dans la phase γ sont en compression, et celles dans la phase α_2 sont en traction. En s'associant à leurs différentes structures cristallographiques, des fissures préfèrent se former aux interfaces de lamelles γ/α_2. Pour la microstructure totalement lamellaire ou duplex avec une forte fraction volumique de grains lamellaires, en raison de la forte anisotropie, l'incompatibilité de déformation est favorable pour la formation des ligaments pontants, cela donne au matériau une forte ténacité. Mais pour les alliages avec une microstructure presque gamma ou avec une microstructure duplex dont la fraction volumique de grains lamellaires est faible, l'incompatibilité de déformation est néfaste à la ténacité, parce que cela conduit à la séparation entre les grains gamma, et, dans ce cas le rôle de ligament est faible.

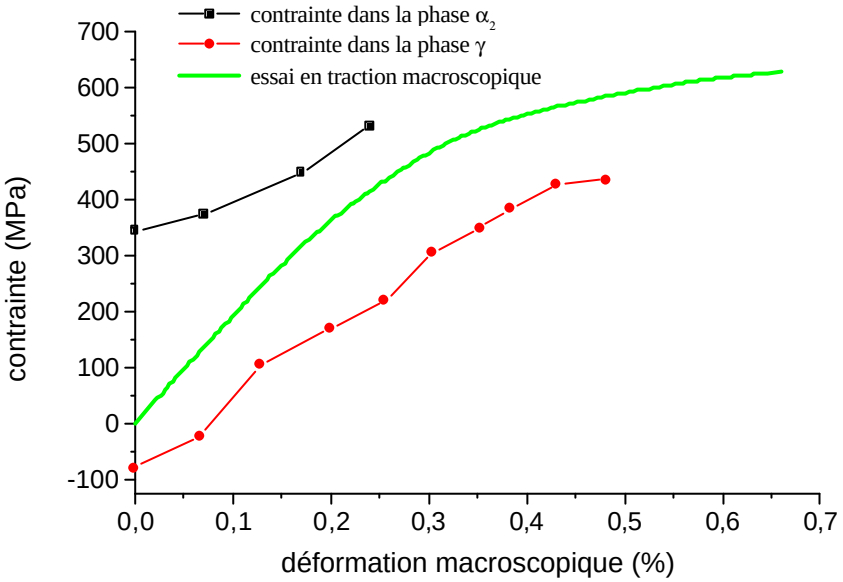
3.7. Comparaison entre les résultats macroscopiques et ceux obtenus par diffraction des rayons X

Les figures 3.27 montrent la comparaison entre les résultats obtenus par la diffraction des rayons X et ceux obtenus par l'essai de traction macroscopique pour deux microstructures duplex avec 60% et 85% de grains lamellaires. On peut constater sur chaque figure que ces trois courbes présentent la même tendance, mais la déformation à rupture n'est pas la même (la courbe macroscopique est partielle). Cela implique que, comme la ductilité de l'alliage à base de TiAl est très faible, le mode de déformation présente une grande influence sur la déformation à rupture. Pendant l'essai de diffraction des rayons X, la vitesse de déformation est très rapide et instable, cela peut conduire à la rupture prématurée.

On peut constater que la limite d'élasticité de la phase γ obtenue par la diffraction des rayons X est inférieure à celle obtenue par l'essai de traction macroscopique. La courbe macroscopique se situe dans le milieu, et la coube de la phase α_2 se situe au-dessus des autres deux courbes. Cela implique que la phase α_2 est une phase durcissante, et grâce à la présence de cette deuxième phase ou des grains lamellaires, le comportement de l'alliage peut remarquablement s' améliorer.



(a)



(b)

Figure 3.27 Comparaison entre les résultats obtenus par l'essai de traction macroscopique et les contraintes évoluées par diffraction des rayons X dans deux phases in situ

3.8. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons essayé de faire une connexion entre les différents résultants expérimentaux pour pouvoir comprendre les contraintes et leur distribution dans l'alliage que l'on détermine par diffraction des rayons X.

La technique de diffraction des rayons X nous permet de mesurer les contraintes résiduelles dans l'alliage à base de TiAl, mais cela nécessite de connaître les Constantes d'Elasticité Radiocristallographiques (CER). Comme les CER reflètent le caractère d'un certain plan de la phase mesurée de l'alliage, elles représentent seulement la nature du plan mesuré de la phase déterminée, elles dépendent également de la localisation de contraintes locales. Donc, elles sont sensibles à la variation de la microstructure et de la composition de l'alliage. Les CER d'une phase sont inférieures aux constantes d'élasticité macroscopiques.

Les contraintes résiduelles existant dans l'alliage à base de TiAl sont dues à l'incompatibilité de déformation générée par la différente nature entre la phase γ et la phase α_2, et elles varient avec la microstructure. Pour la microstructure presque gamma, les contraintes résiduelles dans la microstructure à gros grain sont supérieures à celles dans la microstructure à grains fins, et pour les microstructures duplex, les contraintes résiduelles deviennent plus importantes lorsque la fraction volumique de grains lamellaires augmente. Cela implique que, avec l'augmentation de la taille des grains et de la fraction volumique de grains lamellaires, l'incompatibilité de déformation devient importante. Mais, dans n'importe quelle microstructure, les contraintes résiduelles dans la phase γ sont en compression, et celles dans la phase α_2 sont en traction.

Sous l'effet de sollicitations extérieures, la courbe contrainte-déformation obtenue par la technique de diffraction des rayons X présente la même tendance que celle obtenue par l'essai macroscopique, et varie avec la microstructure. La limite d'élasticité de la phase γ obtenue par la diffraction des rayons X est inférieure à celle macroscopique. Cela signifie que la présence de la deuxième phase ou d'un deuxième état de grains peut améliorer le comportement de l'alliage à base TiAl.

L'élargissement de pic pendant l'essai de traction signifie une augmentation rapide de la densité de dislocations sous l'effet de sollicitations extérieures. Cela implique la micro-déformation dans les deux phases et l'incompatibilité de déformation engendrée par la différence entre le mode de déformation et entre la structure cristallographique.

Chapitre IV Modèle Micromécanique de Prévision du Comportement Mécanique d'un alliage à base de TiAl

4.1. Introduction

Le développement de la connaissance des matériaux intéresse les chercheurs de matériaux, métallurgistes, physiciens, …, etc. Les méthodes modernes nous permettent d'étudier ces matériaux de façon de plus en plus fine, détaillée et quantifiée pour comprendre plus précisément leurs phénomènes. Ces modèles micromécaniques sont les résultats de recherches approfondies.

Une des missions des méthodes micromécaniques est d'établir des modèles micromécaniques convenables, pour analyser et calculer les comportements mécaniques de chaque constituant, en vue de prédire les comportements mécaniques des matériaux en tenant compte de leur géométrie, des paramètres de distribution de chaque constituant du matériau etc. Cette approche est très développée pour les polycristaux métalliques et apporte des résultats intéressants.

En général, les propriétés mécaniques d'un matériau peuvent être divisées en deux parties : propriété locale et propriété collective. Pour la première, la clé consiste à obtenir le champ de contraintes dans le matériau, et pour la deuxième, deux aspects sont à considérer : prévoir les modules des matériaux et prévoir leurs résistances. Il existe déjà beaucoup de modèles pour prévoir ces deux propriétés fondamentales.

Dans ce chapitre, nous nous proposons d'appliquer des modèles déjà développés, ou de développer des modèles en nous appuyant sur des modèles déjà existants, pour prévoir les comportements macroscopiques de l'alliage à base de TiAl. Dans la première partie, nous utiliserons la théorie d'Eshelby et le modèle de Mori-Tanaka pour calculer les constantes collectives du matériau, et prévoir les comportement mécaniques des alliages avec des microstructures presque gamma en tenant compte du fait que les inclusions de la phase α_2 sont sous forme globulaire, et se dispersent uniformément dans la matrice γ. Dans la deuxième partie, nous utiliserons le modèle de Mori-Tanaka pour la prévision des modules collectifs d'un grain lamellaire, puis un modèle autocohérent sera utilisé pour prévoir les comportements mécaniques de l'alliage TiAl à microstructure duplex en supposant que les inclusions de grains lamellaires sont sous forme ellipsoïdale, et se distribuent uniformément dans la matrice γ.

4.2. Méthodologie analytique de micromécanique

Les modèles de passage de l'échelle microscopique à l'échelle macroscopique sont nombreux, par exemple, les modèles de Voigt [149], de Reuss [150], de Tayor [151], d'Eshelby [152], de Mori-Tanaka [153], d'autocohérent [154], …etc. Ces différents modèles se basent sur une méthodologie commune à une grande variété de milieu. Généralement, la principale méthodologie analytique de micromécanique est divisée en trois étapes [155] : description du matériau, localisation et homogénéisation.

4.2.1. Description du matériau

Cette étape consiste à définir le VER (Volume Elémentaire Représentatif). Dans cette étape, on obtient les informations sur le matériau étudié par expérimentation : tenseurs des constantes d'élasticité de l'inclusion (C_I), tenseurs des constantes d'élasticité de matrice (C_M), fraction volumique de l'inclusion (V_f), rapport de longueur/largeur de l'inclusion,…etc. Chaque constituant du matériau est décrit par la loi de comportement local et leur distribution spatiale. On écrit alors :

$$s_{ij} = c_{ijkl} e_{kl} \qquad \Sigma_{ij} = C_{ijkl} E_{kl}$$

$$e_{ij} = s_{ijkl} s_{kl} \qquad E_{kl} = S_{ijkl} \Sigma_{kl} \qquad \textbf{(1)}$$

où (s , e) sont la contrainte et la déformation locale moyenne du constituant étudié, et (å , **E**) sont la contrainte et la déformation globale à l'échelle du matériau.

4.2.2. Localisation

L'objectif principal de la localisation est d'établir la relation entre les grandeurs macroscopiques et microscopiques, qui s'établit par les tenseurs **A** et **B** du quatrième ordre :

$$e_{ij} = A_{ijkl} E_{kl}$$

$$s_{ij} = B_{ijkl} \Sigma_{kl} \qquad \textbf{(2)}$$

où **A** est appelé le tenseur de localisation de déformation et **B** le tenseur de concentration de contraintes. Ils contiennent les informations microscopiques du matériau, et dépendent de la structure microscopique du matériau. s et e sont les grandeurs microscopiques, **E** et å les grandeurs macroscopiques.

4.2.3. Homogénéisation

Dans cette étape, la moyenne des grandeurs locales du VER est considérée comme les grandeurs globales. On écrit donc :

$$\Sigma_{ij} = \langle s_{ij} \rangle$$

$$E_{ij} = \langle e_{ij} \rangle \qquad \textbf{(3)}$$

où < > désigne la moyenne des quantités dans chaque constituant du VER.

En utilisant la formule (2) et la loi de Hook dans chaque constituant : $\sigma_{ij} = c_{ijkl}\varepsilon_{kl}$ et en la remplaçant dans la formule (3), on obtient :

$$\Sigma_{ij} =< s_{ij} >=< c_{ijkl} e_{kl} >$$
$$=< c_{ijkl} A_{klmn} E_{mn} >=< c_{ijkl} A_{klmn} > E_{mn}$$

$$C_{ijkl} =< c_{ijkl} A_{klmn} > \quad \textbf{(4)}$$

De même, on a :

$$S_{ijkl} =< s_{ijkl} B_{klmn} > \quad \textbf{(5)}$$

Le module effectif du matériau est le cœur et le point du départ pour étudier les comportements mécaniques du matériau. Si l'on obtient les tenseur **A** et **B**, on obtiendra les comportements macroscopiques. Plusieurs modèles ont été établis en calculant les tenseurs **A** et **B**. Nous présenterons quelques uns des modèles les plus utilisés ci-après.

4.3. Modèle micromécanique

Plusieurs modèles micromécaniques existent, et tous s'attachent à prévoir les comportements mécaniques des matériaux, en étant en relation avec la microstructure (forme des inclusions, orientation des inclusions, fractions volumiques des inclusions …etc.). Ces modèles s'appuient généralement sur la théorie d'Eshelby à base d'inclusion. Donc, nous présenterons tout d'abord la théorie d'Eshelby à base d'inclusion.

4.3.1. Théorie d'Eshelby à base d'inclusion

Dans un milieu infini de module d'élasticité C, il existe une inclusion d'une certaine forme (elle se produit sous l'effet d'une déformation due aux méthodes de fabrication, de traitement thermique etc.). Cette inclusion possède des caractéristiques qui ne sont nécessairement pas différentes de la matrice. L'existence de cette inclusion crée un environnement perturbé qui est dû au changement de ces caractéristiques mécaniques.

Afin de résoudre cette distribution hétérogène de contraintes et de déformations dans une région dans laquelle les constantes d'élasticité sont différentes de celles de la matrice, en 1957, Eshelby [152] a proposé un modèle à base d'inclusion. Le cœur de ce modèle consiste à introduire une déformation libre de contraintes ε^* dans un milieu continu pour décrire cette relation.

Dans un milieu homogène W de module d'élasticité C_m comme illustré dans la figure 4.1, une déformation libre de contrainte e_{ij}^* se fait dans ce milieu due à une transformation de phase ou liée à une déformation thermique. En raison de la restriction environnante, la déformation libre e_{ij}^* vient créer un champ de déformation dans ce milieu W. La déformation du matériau est e_{ij}, et elle peut être divisée en deux parties :

$$e_{ij} = e_{ij} + e_{ij}^* \qquad \textbf{(6)}$$

où e_{ij} est la partie de la déformation élastique, et e_{ij}^* est zéro à l'extérieur de W.

Selon la loi de Hook, la contrainte élastique du matériau est :

$$s_{ij} = C_{ijkl}(e_{kl} - e_{kl}^*) \qquad \textbf{(7)}$$

où $C_{ijkl} = l d_{ij} d_{kl} + 2m d_{ik} d_{jl}$, où λ et μ sont constantes, d_{ij} est le signe de Kronecker.

D'après la théorie d'Eshelby, à l'intérieur de l'inclusion, la déformation finale est :

$$e_I = Se^* \qquad \textbf{(8)}$$

où S est le tenseur d'Eshelby. C'est un tenseur d'ordre 4 qui dépend des constantes d'élasticité de la matrice et des géométries de l'inclusion. Diverses expressions existent pour des géométries d'inclusion ellipsoïdales, sphériques ou cylindriques [156].

Dans le cas des inclusions sphériques isotropes, les composantes du tenseur d'Eshelby sont :

$$S_{1111} = S_{2222} = S_{3333} = \frac{7-5n_0}{15(1-n_0)}$$
$$S_{1122} = S_{2211} = S_{3311} = S_{3322} = S_{2233} = \frac{5n_0-1}{15(1-n_0)}$$
$$S_{2323} = S_{1313} = S_{1212} = \frac{4-5n_0}{15(1-n_0)}$$

où ν_0 est le coefficient de Poisson de la matrice.

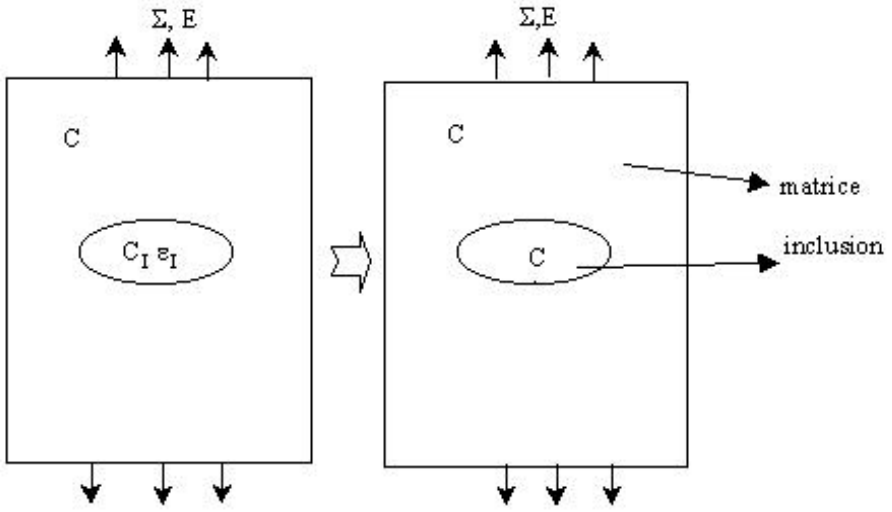


Figure 4.1 Schéma du principe d'homogénéisation

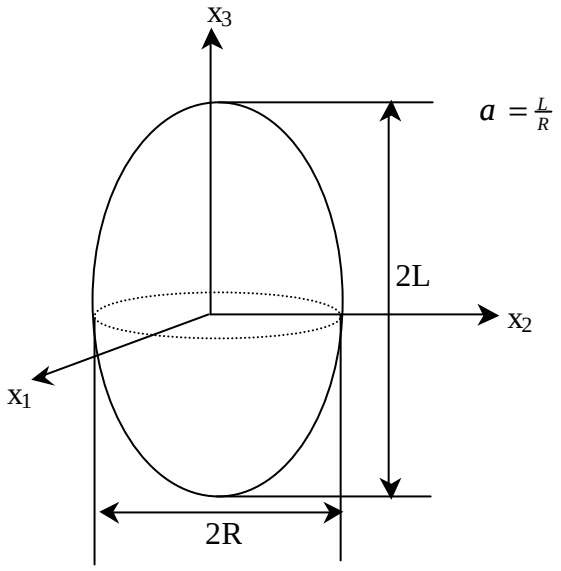


Figure 4.2 Schéma de la géométrie de l'inclusion

Dans le cas où les inclusions sont des ellipsoïdes (voir figure 4.2), les expressions de composant sont :

$$S_{1111} = S_{2222} = \frac{3}{8(1-n_0)} \frac{a^2}{(a^2-1)} + \frac{1}{4(1-n_0)} \left\{1 - 2n_0 - \frac{9}{4(a^2-1)}\right\} g$$

$$S_{3333} = \frac{1}{2(1-n_0)} \left[1 - 2n_0 + \frac{3a^2-1}{a^2-1} - \left\{1 - 2n_0 + \frac{3a^2}{a^2-1}\right\} g\right]$$

$$S_{1122} = S_{2211} = \frac{1}{4(1-n_0)}\left[\frac{a^2}{2(a^2-1)} - \left\{1 - 2n_0 + \frac{3}{4(a^2-1)}\right\}g\right]$$

$$S_{1133} = S_{2233} = -\frac{1}{2(1-n_0)}\frac{a^2}{(a^2-1)} + \frac{1}{4(1-n_0)}\left\{\frac{3a^2}{a^2-1} - (1-2n_0)\right\}g$$

$$S_{3311} = S_{3322} = -\frac{1}{2(1-n_0)}\left\{1-2n_0 + \frac{1}{a^2-1)}\right\} + \frac{1}{2(1-n_0)}\left\{(1-2n_0) + \frac{3}{2(a^2-1)}\right\}g$$

$$S_{1212} = \frac{1}{8(1-n_0)}\frac{a^2}{(a^2-1)} + \frac{1}{4(1-n_2)}\left\{1 - 2n_0 - \frac{3}{4(a^2-1)}\right\}g$$

$$S_{2323} = S_{1313} = \frac{1}{4(1-n_0)}\left\{1-2n_0 - \frac{(a^2+1)}{a^2-1}\right\} - \frac{1}{8(1-n_0)}\left\{1-2n_0 - \frac{3(a^2+1)}{(a^2-1)}\right\}g$$

$$g = \frac{a}{(1-a^2)^{\frac{3}{2}}}\left\{\cos^{-1} a - a(1-a^2)^{\frac{1}{2}}\right\} \qquad a < 1$$

$$= \frac{a}{(1-a^2)^{\frac{3}{2}}}\left\{a(a^2-1)^{\frac{1}{2}} - ch^{-1} a\right\} \qquad a > 1$$

On peut constater que les tenseurs d'Eshelby ne dépendent que des constantes d'élasticité de la matrice et des géométries de l'inclusion.

La relation de contraintes entre l'inclusion et la matrice est :

$$\begin{aligned} s_I &= C_I e_I = C_I(e_m + e') = C_m(e_m + e' - e^*) \\ &= s_m + C_m(e' - e^*) \end{aligned} \qquad \textbf{(9)}$$

et $\quad e' = Se^*$ **(10)**

D'après les relations précédentes, on peut obtenir :

$$s_I - s_m = C_m(S - I)e^* = C_m(S^{-1} - I)(e_m - e_I) \qquad \textbf{(11)}$$

où l'indice I signifie la grandeur dans l'inclusion, et l'indice m signifie la grandeur dans la matrice, ε' est la différence de la déformation dans l'inclusion par rapport à celle dans la matrice, et ε^* est la déformation libre fictive associée à l'inclusion dans le milieu équivalent.

4.3.2. Modèle autocohérent

La théorie autocohérente a, au commencement, été proposée par Hershey en 1954 [157] pour étudier les propriétés élastoplastiques de l'agrégat polycristallin en utilisant un monocristal. Ensuite, Kröner et Budiansky [158] etc. l'ont utilisée et développée. Mais il a fallu attendre 1965 pour que cette théorie ait été établie complètement pour étudier des matériaux polycristallins après que Hill eut introduit la théorie de l'inclusion dans cette théorie [159]. Selon cette théorie, le matériau est traité par un processus avec lequel on cherche le module effectif en supposant que l'inclusion se situe dans un milieu infini, puis on imagine une suite d'opérations pour mettre successivement la matrice et l'inclusion dans ce milieu et établir une relation de tenseur partiel entre déformation et contraintes. Pour chaque constituant, la relation entre la contrainte partielle et la sollicitation extérieure est :

$$s_I - \Sigma = C(S^{-1} - I)(E - e_I) \qquad \textbf{(12)}$$

en utilisant la loi de Hook :

$$\Sigma = CE$$

et $$s_I = C_I e_I$$

on a :

$$C_I e_I - CE = C(S^{-1} - I)(E - e_I)$$

$$e_I = \left[C_I + C(S^{-1} - I)\right]^{-1} CS^{-1} E$$

D'après la relation précédente, on reconnaît l'expression du tenseur de localisation des déformations :

$$A = \left[C_I + C(S^{-1} - I)\right]^{-1} CS^{-1} \qquad \textbf{(13)}$$

et d'après la relation de moyenne $C = < C^I A >$, on a :

$$C = < C_I \left[C_I + C(S^{-1} - I)\right]^{-1} CS^{-1} > \qquad \textbf{(14)}$$

La relation (14) donne les conditions pour obtenir le module effectif de matériau. Cette relation est une équation implicite, car le tenseur C du milieu effectif recherché se situe dans les deux membres de l'équation, et le tenseur d'Eshelby est la fonction des modules que l'on cherche. La solution de cette équation, qui est en général une équation intégrale, nécessite une résolution par itération pour chaque état de chargement. Les interactions entre matrice et inclusions ne sont obtenues qu'après le calcul numérique, et changent avec les questions posées. On a également de la difficulté pour discuter les influences des paramètres physiques sur les résultats.

4.3.3. Modèle de Hashin-Strikman

Voigt a proposé la borne supérieure de module effectif du matériau recherché en 1889 comme suit [149] :

$$C_{eff}^{+} = fC_I + (1-f)C_m \qquad \textbf{(15)}$$

Voigt a obtenu cette équation en considérant que la relation entre inclusion et matrice était une relation juxtaposée. 40 ans plus tard, Reuss a donné la borne inférieure en supposant que la relation entre matrice et inclusion était une relation de couple en série [150] :

$$\frac{1}{C_{ff}^{-}} = \frac{f}{C_I} + \frac{(1-f)}{C_m} \qquad \textbf{(16)}$$

On peut constater à partir des formules (15) et (16) que, Voigt et Reuss ne considèrent que l'influence de la fraction volumique de l'inclusion, les bornes obtenues sont trop grandes. En 1962, Hashin et Strikman ont resserré les bornes de Voigt et Reuss en tenant compte des influences de la forme et de la grandeur de l'inclusion [160]. Ils ont considéré le constituant le plus raide comme la matrice infinie, et donné la borne supérieure :

$$C_{eff}^{+} = < C_I B_+ >< B_+ >^{-1} \qquad \textbf{(17)}$$

où $$B_+ = (C_I + C_{\max}^{*})^{-1}(C_{\max} + C_{\max}^{*})$$

$$C_{\max}^{*} = C_{\max}(S^{-1} - I)$$

Puis ils ont considéré le constituant le plus mou comme la matrice infinie, et donné la borne inférieure :

$$C_{eff}^{-} = < C_m A >< A >^{-1} \qquad \textbf{(18)}$$

où $$A = (C_m + C_{\min}^{*})^{-1}(C_{\min} + C_{\min}^{*})$$

$$C_{\min}^{*} = C_{\min}(S^{-1} - I)$$

4.3.4. Modèle de Mori-Tanaka

Le développement du modèle de Mori-Tanaka a mieux utilisé et développé la théorie d'Eshelby à base d'inclusion. Dans ce modèle, on considère que le comportement effectif du milieu homogène équivalent est celui de la matrice, comme schématisé dans la figure 4.3.

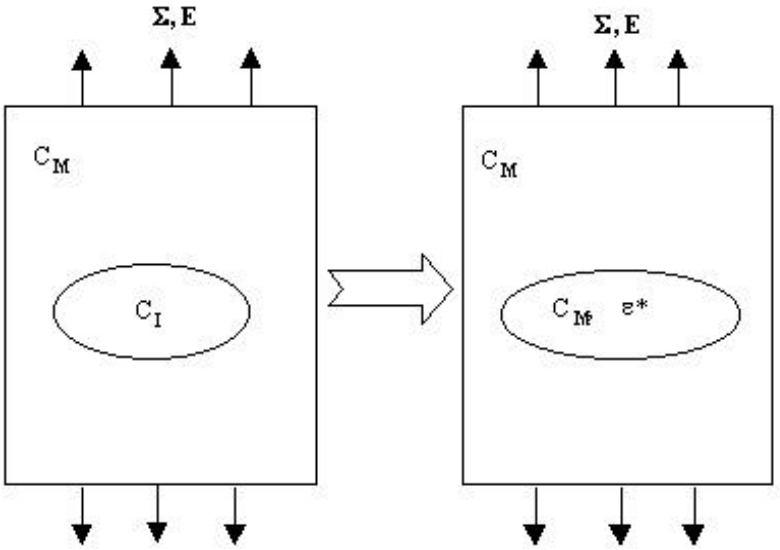


Figure 4.3 Schéma du principe d'homogénéisation de modèle de Mori-Tanaka

Dans ce travail, nous utiliserons ce modèle, les explications en détail seront faites dans la partie ci-après.

4.4. Analyse micromécanique du comportement mécanique de l'alliage TiAl à microstructure presque gamma

Comme expliqué précédemment, la microstructure presque gamma de l'alliage à base de TiAl est obtenue par un traitement thermique de recuit à la température T_2 (voir figure 1.3), et elle est formée de gros et petits grains gamma largement majoritaires dans le polycristal avec une fine dispersion de particules α_2. Généralement, la phase α_2 dans la microstructure presque γ est sous forme globulaire. La fraction volumique de la phase α_2 varie avec la teneur en aluminium et avec la température de traitement thermique. Elle augmente avec la diminution de la teneur en Aluminium. Pour les alliages étudiés les plus souvent, la teneur en Aluminium est comprise entre 45%~49% (at.%), et la fraction volumique de la phase α_2 est comprise entre 20%~6% pour les alliages TiAl à microstructure presque gamma.

La fraction volumique de la phase α_2 a une grande influence sur les propriétés mécaniques de l'alliage presque gamma. Les études précédente [161] montrent que la résistance de l'alliage à la traction augmente avec l'augmentation de la fraction volumique de la phase α_2. Au cours du traitement thermique, la phase α (dans le domaine biphasé $\alpha+\gamma$) retarde la croissance de grains γ par l'effet d'épinglage, la microstructure est donc très fine.

Pour la microstructure presque γ, comme la fraction volumique de la phase α_2 est faible, et se disperse uniformément dans la phase γ, la phase γ peut être considérée comme un milieu continu, et les grains α_2 peuvent être traités comme la phase durcissante, l'alliage peut donc être considéré comme un composite durci par les particules α_2. Par conséquent, on peut utiliser le modèle de Mori-Tanaka pour analyser et calculer les influences de la phase α_2 sur les propriétés mécaniques de l'alliage TiAl à microstructure presque γ.

4.4.1. Analyse théorique

En tenant compte d'un Volume Elémentaire Représentatif (VER), il est constitué de la matrice (phase γ) et de l'inclusion (grains α_2). Ici, on considère que les grains α_2 sont sous forme sphérique et se dispersent uniformément dans la matrice γ. Par conséquent, l'alliage peut être considéré comme un matériau macroscopiquement isotrope.

En supposant que le VER est sollicité par une force extérieure homogène å, la déformation correspondante est **E** (voir figure 4.3). Dans le cas de l'état élastique, on a :

$$\Sigma = LE \qquad \textbf{(19)}$$

où **L** est le tenseur élastique cherché.

Pour établir une relation entre **L** et les paramètres microscopiques du matériau, on peut choisir la matrice comme le matériau comparé, il est soumis à une même sollicitation extérieure, et la déformation correspondante est $\mathbf{E_0}$. On écrit donc :

$$\Sigma = L_0 E_0 \qquad \textbf{(20)}$$

où $\mathbf{L_0}$ est le tenseur élastique de la matrice.

En raison de l'existence de l'inclusion, la contrainte et la déformation dans l'alliage ne sont pas les même que å et $\mathbf{E_0}$. A cause des particules α_2 et de l'interaction entre la matrice et les particules, il existe une contrainte perturbée s_p et une déformation perturbée e_p, et par conséquent, la contrainte moyenne dans la matrice du matériau est :

$$s_0 = \Sigma + s_p = L_0\left(E_0 + e_p\right) \qquad \textbf{(21)}$$

et

$$s_p = L_0 e_p \qquad \textbf{(22)}$$

En raison de différentes propriétés élastiques entre les deux constituants, sous l'effet de sollicitation extérieure, la contrainte moyenne et la déformation moyenne dans l'inclusion sont différentes de celles dans la matrice. Les différences sont désignées comme s' et e'. Ces influences perturbées de l'inclusion sur la matrice peuvent être traitées en utilisant la théorie de Mori-Tanaka :

$$\begin{aligned} s_1 &= \Sigma + s_p + s' = L_1\left(E_0 + e_p + e'\right) \\ &= L_0\left(E_0 + e_p + e' - e^*\right) \end{aligned} \qquad \textbf{(23)}$$

où s_1 est la contrainte moyenne dans l'inclusion, $\mathbf{L_1}$ est le tenseur élastique de l'inclusion, e^* est la déformation libre fictive associée à l'inclusion dans le milieu équivalent, et on a :

$$e' = Se^* \qquad \textbf{(24)}$$

où **S** est le tenseur d'Eshelby d'ordre 4. Pour un matériau isotrope, le tenseur dépend des constantes d'élasticité de la matrice et de la forme de l'inclusion (voir la partie 4.1).

A partir les équations (21), (23), et (24), on a :

$$s' = L_0\left(e' - e^*\right) = L_0\left(S - I\right)e^* \qquad \textbf{(25)}$$

où I est le tenseur unitaire d'ordre 4. A partir des équations (23) et (24), on a :

$$e^* = Q_1\left(E_0 + e_p\right) \qquad \textbf{(26)}$$

où $Q_1 = \left[\left(L_0 - L_1\right)S - L_0\right]^{-1}\left(L_1 - L_0\right)$, et $\left[A\right]^{-1}$ signifie l'opération inverse du tenseur **A**. On obtient donc le module de l'alliage :

$$L = L_0\left[I + f\left(S - I\right)Q_1\right]\left[I + fSQ_1\right]^{-1} \qquad \textbf{(27)}$$

où **f** est la fraction volumique de l'inclusion.

De même, on peut obtenir la relation entre la contrainte moyenne dans la matrice et la force extérieure å :

$$s_0 = L_0\left\{1 - \left[I + f\left(S - Q_1\right)\right]^{-1}\left[f\left(S - I\right)Q_1\right]\right\}L_0^{-1}\Sigma \qquad \textbf{(28)}$$

4.4.2. Plasticité isotrope de la matrice

On suppose que la phase α_2 reste purement élastique au cours de sollicitation (c'est le cas au cours de la déformation plastique), la déformation plastique de l'alliage est contrôlée principalement par la matrice (phase γ).

A partir de l'équation (28) et le critère de plasticité de Von-Mises , on peut calculer la limité d'élasticité macroscopique initiale du matériau. Lorsque la sollicitation extérieure est supérieure à cette limite, la matrice commencera à dérouler la déformation plastique, et la déformation commence à être non-linéaire.

Dans cette étude, nous utiliserons la méthode de module sécant proposée par Tandon-Weng [162], pour l'extension de l'élasticité en plasticité isotrope.

En supposant que la déformation plastique de la matrice est homogène, le principe de durcissement de la matrice sous une sollicitation uniaxiale est :

$$s_y = s_i + he_p^n \qquad \textbf{(29)}$$

où σ_i est la limite d'élasticité initiale de la phase plastifiée, h est le module d'écrouissage isotrope, n est le coefficient d'écrouissage. Pour la sollicitation complexe, on utilise la contrainte effective et la déformation effective :

$$s_{eq} = \left[\tfrac{3}{2} s' : s'\right]^{\frac{1}{2}}$$

$$e_{eq}^{p} = \left[\tfrac{2}{3} e_p : e_p\right]^{\frac{1}{2}} \qquad \textbf{(30)}$$

où s_{eq} et e_{eq}^{p} sont respectivement la contrainte effective et la déformation effective de la matrice.

Le module sécant est donné par l'équation suivante :

$$E_0^s = \frac{1}{\frac{1}{E_0} + \frac{e_{eq}^{p}}{s_i + h\,(e_{eq}^{p})^n}}$$

$$n_o^s = \tfrac{1}{2} + \left(n_0 - \tfrac{1}{2}\right)\frac{E_0^s}{E_0} \qquad \textbf{(31)}$$

où E_0^s est le module sécant, E_0 est le module élastique de la matrice, e_{eq}^{p} est la déformation plastique effective.

Lorsque on calcule la courbe contrainte-déformation du matériau étudié, on peut tout d'abord choisir une valeur e_{eq}^{p}, à partir de l'équation **(31)**, on peut obtenir le tenseur L_0^s de la matrice, puis, en utilisant l'équation **(27)**, on peut obtenir le tenseur d'élasticité dans la condition de L_0^s. Ensuite, à partir de l'équation **(28)**, la contrainte moyenne dans la matrice peut être obtenue, et en utilisant l'équation **(29)**, on peut obtenir s_y. Puis en supposant que $s_0 = s_y$, la sollicitation extérieure å peut être obtenue. En associant le module d'élasticité calculé à partir de l'équation **(27)**, la déformation peut être calculée, on obtient donc la courbe cherchée.

4.4.3. Résultat et analyse

Dans cette partie, nous avons choisi trois alliages à base de TiAl : Ti-46Al-2Cr-2Nb, Ti-47Al-1Cr-1Nb-2,5V et Ti-48Al-2Cr-2Nb. Par les procédés de traitements thermomécaniques et thermiques développés dans le chapitre 2, les microstructures presque gamma avec différentes fractions volumiques de grains α_2 ont été obtenues. La fraction volumique de la phase α_2 obtenue par l'analyse de diffraction des rayons X pour ces trois

alliages est respectivement de 17,6%, 11,4%, et 8,3%. Dans cette partie, nous supposons que les grains α_2 se dispersent uniformément dans la matrice γ sons forme globulaire.

A partir de la formule (27), on peut obtenir le module volumique équivalent **K** de l'alliage presque gamma à base de TiAl :

$$K = K_0 + \frac{K_0 f (K_I - K_0)}{a(1-f)(K_I - K_0) + K_0}$$

où $a = \frac{1(1+g_0)}{3(1-g_0)}$, g_0 est le coefficient de Poisson de la matrice, $\mathbf{K_I}$ et $\mathbf{K_0}$ sont respectivement les modules volumiques des phase α_2 et γ, f est la fraction volumique de la phase α_2.

La figure 4.4(a) est la courbe du module volumique de l'alliage variant avec la fraction volumique de la phase α_2. On peut constater que le module volumique de l'alliage à base de TiAl diminue avec l'augmentation de la fraction volumique de la phase α_2. C'est parce que le module de la phase α_2 est moins important que celui de la phase γ (voir tableau 1-1). Donc, avec l'augmentation de la phase α_2, le module de l'alliage diminue.

Les figures 4.4(b), (c) et (d) sont les courbes contrainte-déformation obtenues par les modèles développés dans cette partie pour les trois alliages avec différentes fractions volumiques de grains α_2 (courbes pointillées), et comparées avec les courbes de contrainte-déformation obtenues par l'essai de traction macroscopique (courbes solides). Les données utilisées au cours du calcul proviennent de l'essai de traction en utilisant un alliage presque gamma avec très peu de grains α_2. Elles sont montrées ci-après :

E_0=176GPa, ν_0=0.23, σ_0=326MPa,
n=0.46, h=388MPa, E_I=150GPa, ν_0=0.26 [163]
f_1=8,3%, f_2=11.4%, f_3=17,6% (fraction volumique de grains α_2)

On peut constater sur les figures 4.4 que, bien qu'il existe de différence entre les courbes théoriques et les courbes obtenues par expérimentation, leur tendance est pareille. Cela implique que les modèles développés dans cette partie peuvent refléter la variation du comportement de l'alliage étudié en fonction de la fraction volumique de grains α_2.

Le modèle Mori-Tanaka utilisé dans cette partie est basé sur la théorie à base de l'inclusion. On obtient les modules en supposant qu'une inclusion est mise dans un milieu infini (la matrice). Mais en réalité, pour un composite contenant une certaine fraction volumique de l'inclusion, autour d'une inclusion, c'est le mélange de la matrice et des autres inclusions. La méthode Mori-Tanaka est donc insuffisante pour tenir compte de l'interaction entre les inclusions et la matrice.

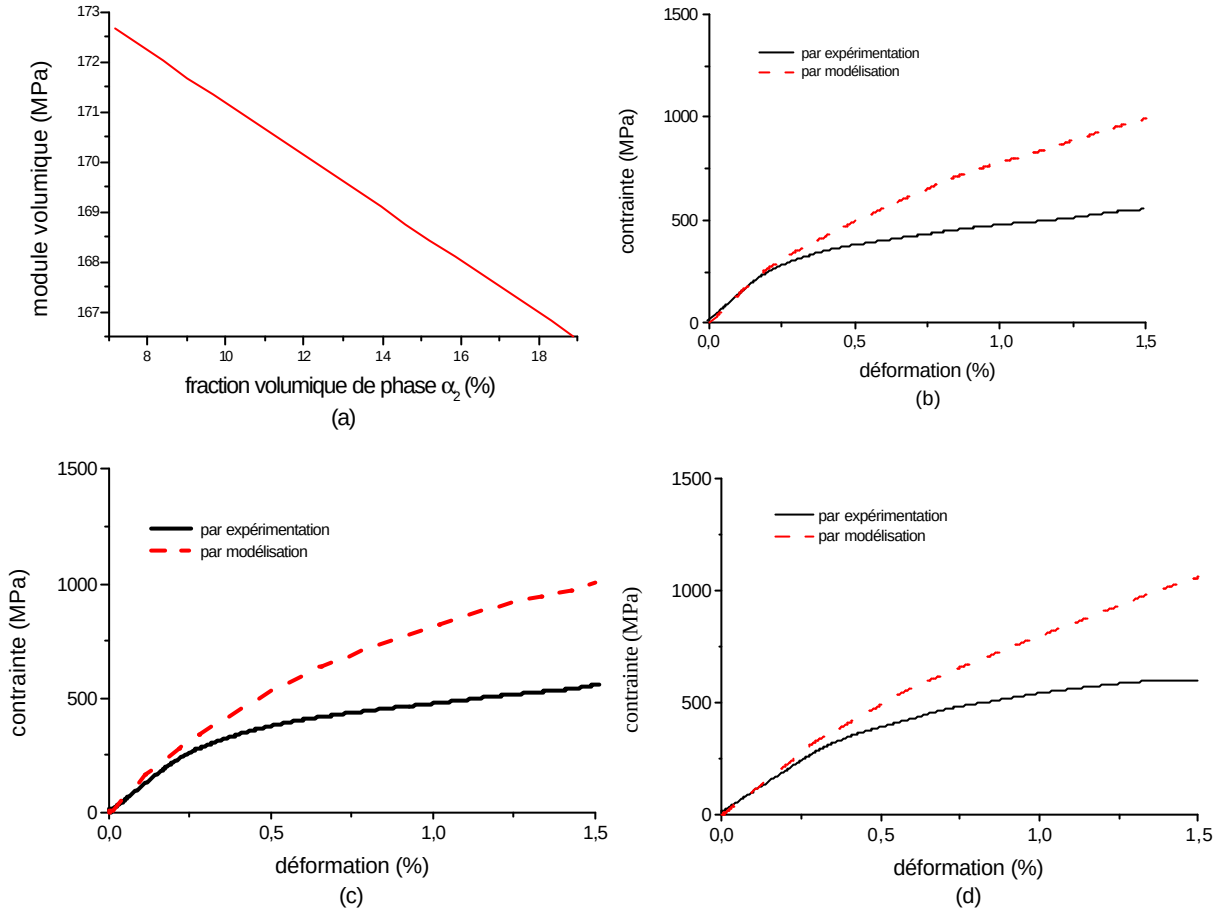


Figure 4.4 Comparaison entre courbe de l'expérimentation et celle calculée par les modèles développés. (a) Module volumique de l'alliage ; (b) 8,3% de la phase α_2 ; (c) 11,4% de la phase α_2 et (d) 17,6% de la phase α_2

On peut constater dans les figures 4.4 que, dans le domaine élastique, la courbe est bien en accord avec celle obtenue par expérimentation. En revanche, dans le domaine plastique, la différence entre eux est très importante, et avec l'augmentation de la déformation macroscopique, l'écart devient remarquable. Cela implique que le modèle Mori-Tanaka est éventuellement insuffisant pour décrire l'interaction entre les inclusions et la matrice dans le domaine plastique.

Dans cette étude, nous supposons que les inclusions (grains α_2) sont sous forme globulaire, et se dispersent aléatoirement dans la matrice (grains γ). Pour les trois alliages choisis, la fraction volumique de grains α_2 pour chaque alliage est inférieure à 20%, la variation des modules d'élasticité entraînée par l'inclusion n'est pas importante. Les résultats obtenus dans le domaine élastique sont donc encourageants. Mais dans le domaine plastique, en raison de l'incompatibilité de déformation existant entre la phase α_2 et la phase γ, le

déroulement de déformation devient très compliqué, il y a plusieurs facteurs qui peuvent influencer le déroulement de déformation de l'alliage, et cela n'est pas tenu en compte par ces modèles, surtout le glissement de dislocation et le mouvement de macles dans ces deux phases. Par conséquent, il est inévitable de produire des différences. Deuxièmement, les alliage à base de TiAl ne sont pas des composites simples, leurs deux constituants γ et α_2 sont combinés selon certains principes cristallographiques. Mais les modèles utilisés dans ce travail n'intègrent pas cette structure spéciale. Troisièmement, les modèles ne considèrent pas l'influence des paramètres de microstructure sur le comportement de l'alliage, par exemple, la taille des grains, l'homogénéité de la microstructure etc. La taille des grains est un facteur principal qui influence le comportement de l'alliage, comme nous l'avons étudié dans le chapitre 2. Dans cette partie, on suppose que les grains α_2 sont sous forme globulaire. Mais en réalité, surtout pour les alliage TiAl possédant une basse teneur en aluminium, il existe inévitablement des grains lamellaires constitués de colonies de lamelles de α_2 et γ, et les grains lamellaires présentent une grande influence sur les propriétés mécaniques de l'alliage. De plus, en raison de la basse température de traitement thermique utilisée, la microstructure n'est pas homogène, comme nous l'avons discuté dans le chapitre 2. D'ailleurs, les données utilisées au cours du calcul devraient être issue de l'expérimentation en utilisant un alliage possédant seulement la matrice, mais dans ce travail, les données sont à l'origine de l'essai de traction en utilisant un alliage qui possède très peu de grains α_2. Cela pourrait avoir des influences sur les résultats des calculs. Les courbes obtenues par ces deux méthodes présentent donc un certain écart. et celui-ci devient plus important lorsque la fraction volumique de la phase α_2 augmente.

4.5. Analyse micromécanique du comportement mécanique de l'alliage TiAl à microstructure duplex

La microstructure duplex de l'alliage à base de TiAl est obtenue après un traitement thermique de recuit dans le domaine biphasé $\gamma+\alpha$, comme expliqué dans le chapitre 2. Elle est constituée de deux constituants différents : grains γ et grains lamellaires (constitués de colonies de lamelles des phases α_2 et γ). Le rapport des fractions volumiques entre grains γ et grains lamellaires a une grande influence sur les propriétés mécaniques de l'alliage à base de TiAl comme étudié au chapitre 2.

Comme expliqué dans la partie précédente, la méthode micromécanique peut établir une relation quantitative entre les macro-propriétés et les propriétés des constituants du matériau hétérogène, et peut prévoir les propriétés mécaniques du matériau telles que la résistance, la ténacité etc. Dans la microstructure duplex de l'alliage à base de TiAl, le grain γ et le grain lamellaire présentent des propriétés différentes, les grains lamellaires sont considérés comme la phase durcissante et la déformation plastique de l'alliage est assurée principalement par la phase γ [164]. On peut considérer donc l'alliage TiAl à microstructure

duplex comme un composite dans lequel la matrice est la phase γ durci par les grains lamellaires.

Dans cette étude, nous utilisons la théorie à base de l'inclusion, le modèle de Mori-Tanaka et le modèle autocohérent pour calculer les modules collectifs puis prévoir le comportement de l'alliage à base de TiAl avec une microstructure duplex. Enfin, en se basant sur le modèle autocohérent, et en associant à la théorie de module sécant, nous pourrons prévoir la relation entre la courbe durcissante et la microstructure de l'alliage.

Dans cette étude, nous considérons l'alliage duplex comme un matériau macroscopiquement isotrope, sa matrice est la phase γ, l'inclusion est les grains lamellaires, et l'inclusion est transversalement isotrope. Puisque la fraction volumique de grains lamellaires peut atteindre plus de 80%, et que l'alliage est polycristallin, nous utilisons donc le modèle autocohérent. En ce qui concerne un grain lamellaire, sa matrice peut être considérée comme les domaines ordonnés γ, l'inclusion est les lamelles α_2. Les lamelles γ et α_2 peuvent être considérées comme l'isotropie transversale. Comme dans un grain lamellaire, la fraction volumique des lamelles α_2 est très faible (moins de 12%), nous pouvons utiliser le modèle Mori-Tanaka pour prévoir le module collectif de grain lamellaire.

4.5.1. Module d'élasticité du grain lamellaire

Un grain lamellaire est constitué d'une série de lamelles de la phase α_2 (Ti_3Al) et de la phase γ (TiAl), comme illustré dans la figure 4.5(a). Pour l'alliage étudié dans cette étude, la plupart des lamelles dans un grain lamellaire sont les lamelles γ, et la fraction volumique des lamelles α_2 est de moins de 12%. Les lamelles α_2 et γ ont la relation d'orientation suivante : $\{0001\}a_2 // (111)_g$, et $<11\bar{2}0>_{a_2} // <1\bar{1}0>_g$. Pour la phase α_2, sur le plan basaltique (0001), trois $<11\bar{2}0>$ sont équivalentes, mais sur le plan compact (111) de la phase γ, l'orientation $[1\bar{1}0]$ n'est pas équivalente aux deux autres orientations $<01\bar{1}]$, il existe donc six types d'orientation cristallographique qui forment six types de domaine ordonné dans la phase γ. Les orientations cristallographiques entre ces six types de domaine ordonné sont de n×60° (n=0, 1, 2, 3, 4, 5), réalisées respectivement par la rotation de lamelle autour de la normale au plan (111). Ces six types de domaine ordonné sont désignés comme γ_1, γ_2, γ_3, γ_4, γ_5 et γ_6, comme illustré dans la figure 4.5(b). Au sein de chaque lamelle de la phase γ, $(001)//(100)$ est l'interface des domaines ordonnés, c'est-à-dire qu'un domaine ordonné peut être obtenu par une rotation de 120° autour de l'axe $[111]$ à partir du domaine ordonné de l'autre côté de l'interface.

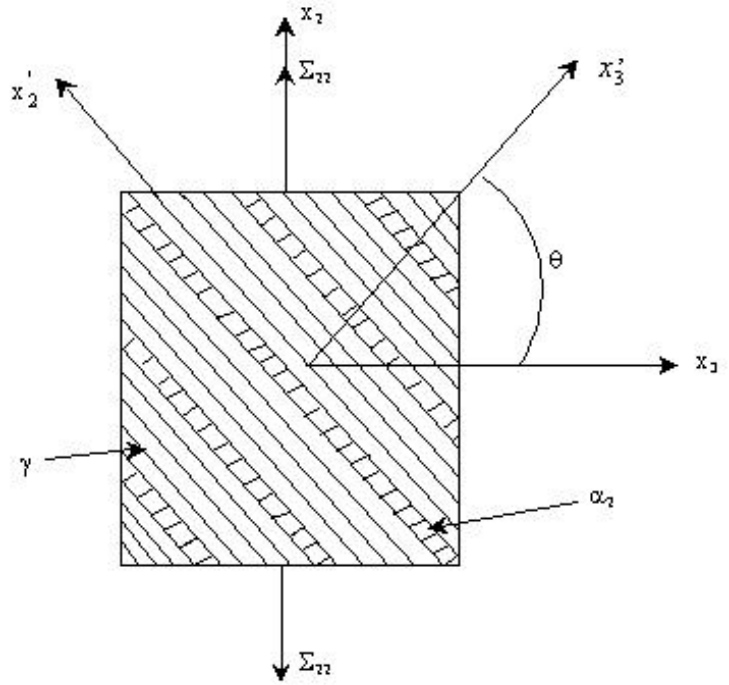
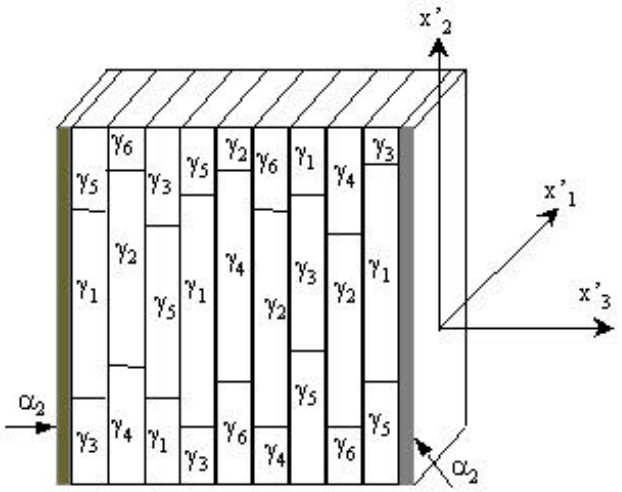


Figure 4.5(a) Modèle de grain lamellaire



4.5(b) Modèle microstructural du grain lamellaire

Selon la méthode micromécanique, dans un grain lamellaire, la lamelle α_2 peut être considérée comme une inclusion sous forme de disque. En tenant compte de la structure spéciale de la phase γ, nous calculerons tout d'abord le module moyen de la phase γ. comme la phase γ a une structure tétragonale à faces centrées de type $L1_0$, elle est transversalement isotrope, et l'axe symétrique est l'axe 3 (voir figure 4.6), la normale de lamelle coïncide avec la normale du plan (111) (voir figure 4.5(b). On peut donc calculer la moyenne angulaire pour chaque domaine de la phase γ sur le plan (111) et elle est considérée comme le module moyen

de la phase γ. Le module obtenu par ce calcul peut être prouvé être transversalement isotrope, son axe principal est perpendiculaire au plan (111), ce qui coïncide avec l'axe principal de la lamelle α_2. Les constantes d'élasticité de la maille γ et celles de la phase α_2 dans leurs coordonnées respectives et les valeurs moyennes de la phase γ sont données dans le tableau 4-2 :

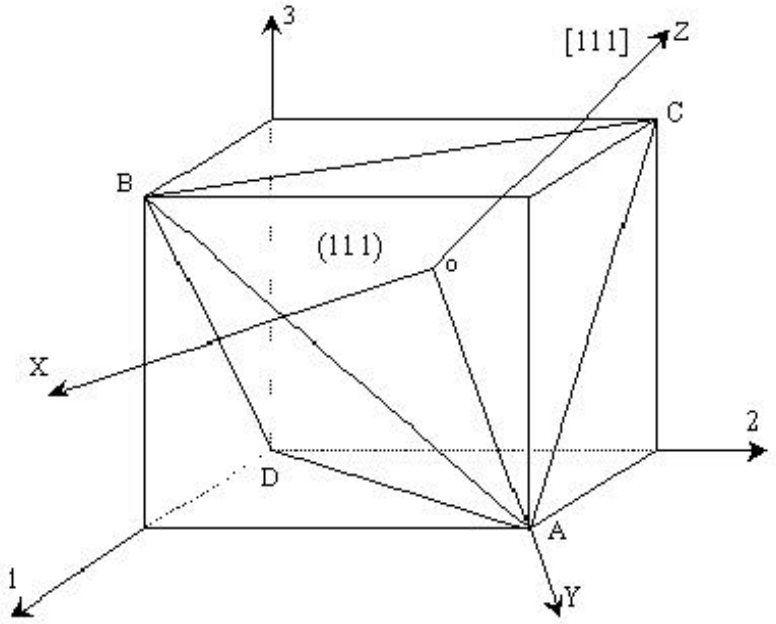


Figure 4.6 Schéma du plan de la phase γ

Tableau 4-2 Constantes élastiques de l'alliage TiAl

microstructure	C_{11} (GPa)	C_{33} (GPa)	C_{12} (GPa)	C_{13} (GPa)	C_{44} (GPa)
maille γ (l'axe 3 étant l'axe principal)	190	185	105	90	120
α_2 (l'axe principal étant la normale au plan (111)	221	238	71	85	69
moyenne de la phase γ (l'axe principal étant la normale au plan (111)	237	251	77	63	130

Selon l'article [165], on peut obtenir le tenseur de souplesse de grain lamellaire dans les coordonnées dans lesquelles la normale au plan (111) est l'axe principal :

$$M = M^m + f[(M^I M^{m^{-1}} - I)^{-1} + (1-f)(I-S)]^{-1} M^m \qquad \textbf{(32)}$$

où M est le tenseur de souplesse de grain lamellaire, M^m et M^I sont respectivement les tenseurs de souplesse des phases γ et α_2, I est le tenseur unitaire, et S le tenseur d'Eshelby. Pour une inclusion sous forme de disque, le tenseur d'Eshelby possède une solution simple. Selon la désignation de Wapole [155], on a :

$$S = [0\ 0\ \frac{-M_{13}}{M_{11}+M_{12}}\ \ 1\ 1\ 0] \qquad \textbf{(33)}$$

En écrivant la formule (32) par ses composantes et en utilisant la désignation de Wapole, on a :

$$M = [C'\ \ g'\ \ g'\ \ d'\ \ e'\ \ p']$$

où

$$C' = \frac{(M_{11}^I+M_{12}^I)(M_{11}^m+M_{12}^m)}{(1-f)(M_{11}^I+M_{12}^I)+f(M_{11}^m+M_{12}^m)}$$

$$g' = \frac{(1-f)(M_{11}^I+M_{12}^I)M_{13}^m+fM_{12}^mM_{13}^I}{(1-f)(M_{11}^I+M_{12}^I)+f(M_{11}^m+M_{12}^m)}$$

$$d' = fM_{33}^I + \frac{(1-f)\left\{f[2(M_{13}^I-M_{13}^m)^2+M_{33}^m(M_{11}^I+M_{12}^I-2M_{12}^m)]-(M_{11}^I+M_{12}^I)M_{33}^m\right\}}{(1-f)(M_{11}^I+M_{12}^I)+2fM_{12}^m}$$

$$e' = fM_{44}^I + (1-f)M_{44}^m$$

$$p' = \frac{(M_{11}^I-M_{12}^I)(M_{11}^m-M_{12}^m)}{f(M_{11}^m-M_{12}^m)+(1-f)(M_{11}^I-M_{12}^I)}$$

où f est la fraction volumique de la phase α_2 dans un grain lamellaire.

Nous donnons également la contrainte moyenne dans la phase γ :

$$< s >_m = \frac{1}{1-f}(M^m - M^I)^{-1}(M - M^I)\Sigma = P:\Sigma \qquad \textbf{(34)}$$

et $\quad P = [P_1 P_2 P_3 P_4 P_5 P_6]$

où

$$P_1 = \frac{M_{11}^I+M_{12}^I}{(1-f)(M_{11}^I+M_{12}^I)+f(M_{11}^m+M_{12}^m)}$$

$$P_2 = \frac{f(M_{13}^I - M_{13}^m)}{(1-f)(M_{11}^I + M_{12}^I) + f(M_{11}^m + M_{12}^m)}$$

$$P_3 = 0$$

$$P_4 = P_5 = 1$$

$$P_6 = \frac{M_{11}^I - M_{12}^I}{(1-f)(M_{11}^I - M_{12}^I) + f(M_{11}^m - M_{12}^m)}$$

A partir de ces formules, on peut calculer la contrainte moyenne dans la matrice sous une sollicitation extérieure Σ.

4.5.2. Module de l'alliage TiAl à microstructure duplex

Par les analyses précédentes, nous avons obtenu les modules d'élasticité d'inclusion (grain lamellaire) et les modules de la matrice γ. Nous considérons les grains lamellaires comme des inclusions ellipsoïdales, et $\frac{L}{R}$=1.5 (voir figure 4.2), on peut donc obtenir le tenseur d'Eshelby de grain lamellaire. Pour la microstructure duplex étudiée dans ce travail, la fraction volumique de grains lamellaires peut atteindre plus de 80%, nous utilisons donc le modèle autocohérent pour calculer les tenseurs d'élasticité de l'alliage duplex .

Lorsque on calcule le champ de contrainte dans l'inclusion en utilisant le modèle autocohérent, en vue de considérer les influences des autres inclusions, on suppose qu'une inclusion est mise dans un milieu effectif, et on suppose que les constantes d'élasticité de ce milieu sont celles de l'alliage cherché. Pour l'alliage à base de TiAl à microstructure duplex, comme les grains lamellaires sont transversalement isotropes et présentent une distribution aléatoire, les tenseurs d'Eshelby de la matrice ne sont pas forcément équivalents à ceux de l'inclusion. Nous utilisons donc la condition d'homogénéisation micromécanique : la valeur volumique moyenne des facteurs de concentration de déformation B_r (r = 0, 1,…n) de la matrice et de l'inclusion est le tenseur unitaire I. On peut donc calculer n-1 facteurs de concentration de déformation, puis, en utilisant la formule $\langle B_0 \rangle = I - \langle B_r \rangle_{r \neq 0}$, on peut obtenir le facteur de concentration de déformation de la matrice. Comme les inclusions sont distribuées aléatoirement, il faut calculer la valeur angulaire moyenne pour les inclusions, comme illustrée dans la figure 4.7.

Dans les coordonnées partielles $x' - y'$ (coordonnées principales pour les inclusions), on a :

$$e_1^{'} = B_1^{'} E' \qquad \textbf{(35)}$$

$$s_1^{'} = L_1^{'} B_1^{'} E' \qquad \textbf{(36)}$$

où $$B_1^{'} = (L_1^{'} + L^*)^{-1} (\hat{L} + L^*)$$

et $$L^* = \hat{L}'(S'^{-1} - I)$$

Dans ces formules, S' est le tenseur d'Eshelby dans les coordonnées partielles, et $\hat{L}'$ est le tenseur d'élasticité de l'alliage dans les coordonnées partielles, et il est isotrope, et $\hat{L}' = \hat{L}$ (les tenseurs avec $''$ sont les tenseurs dans les coordonnées partielles $x'-y'$, et les tenseur sans $''$ sont les tenseurs dans les coordonnées principales x-y). $\mathbf{B}_1'$ est le facteur de concentration de contrainte dans les coordonnées partielles, E' est la déformation moyenne de l'alliage dans les coordonnées partielles.

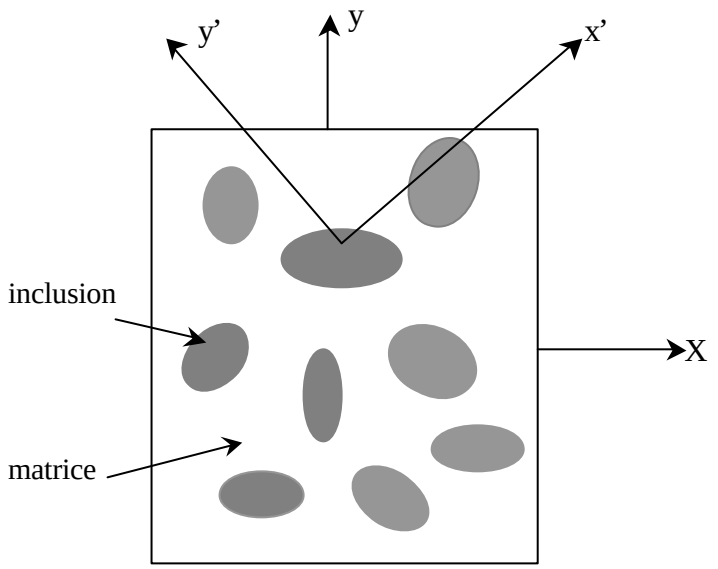


Figure 4.7 Modèle autocohérent en considérant l'orientation spatiale

En supposant que **T** est la matrice 6×6, et $e' = Te$, on a :

$$e = T^{-1} B_1' T E \qquad \textbf{(37)}$$

$$s = T^{-1} L_1' B_1' T E \qquad \textbf{(38)}$$

on a :

$$B_1 = T^{-1} B_1' T \qquad \textbf{(39)}$$

Selon la méthode d'homogénéisation, on a :

$$(1-f)B_0 + f < B_1 >= I$$

soit $$(1-f)B_0 + f < T^{-1} B_1' T >= I \qquad \textbf{(40)}$$

où **f** est la fraction volumique de l'inclusion, <**A**> signifie la moyenne angulaire de **A**. En utilisant la désignation de Wapole [155], on a:

$$A' = (c, g, h, d, e\ f)$$

La définition de moyenne angulaire est :

$$\overline{A}' = \langle T' A' T \rangle = \tfrac{1}{2p} \int_0^p \int_0^p T^{-1} A' T \sin q\, dq\, dj$$

Selon l'article [165], on a :

$$\overline{A}' = (2a + \tfrac{2}{3} b, 2a - \tfrac{2}{3} b, 2a - \tfrac{2}{3} b, 2a + \tfrac{4}{3} b, 2b, 2b)$$

$$a = \tfrac{1}{9}(2c + 2g + 2h + d)$$
$$b = \tfrac{1}{30}[c - 2(g + h) + 2d + 6(e + f)]$$

Selon la condition d'homogénéisation :

$$\Sigma = (1 - f) s_0 + f s_1 = \left[(1 - f) L_0 B_0 + f \langle T' L_1' B_1' T \rangle\right] E_0 \qquad \textbf{(41)}$$

où S est la contrainte moyenne de l'alliage (ou sollicitation extérieure).

Selon (38), (40) et (41), on a :

$$\hat{L} = L_0 + f \langle T' (L_1' - L_0) B_1' T \rangle \qquad \textbf{(42)}$$

où $\mathbf{L_0}$ est le tenseur d'élasticité de la matrice, il est isotrope. Dans cette formule, l'indice **0** représente la matrice, l'indice **1** représente l'inclusion. La formule (42) est une équation intégrale.

Après avoir obtenu $\hat{L}$, on a la contrainte moyenne dans la matrice :

$$s_0 = L_0 B_0 \hat{L}^{-1} \Sigma \qquad \textbf{(43)}$$

4.5.3. Durcissement plastique de l'alliage

En utilisant l'équation (42), on peut calculer le tenseur d'élasticité de l'alliage duplex à base de TiAl dans le cas de l'élasticité isotrope, et sa valeur reste constante à l'échelle d'élasticité. Dans le cas élastoplastique, ce terme devient anisotrope.

Lorsque la sollicitation extérieure est supérieure à une valeur critique, la déformation de l'alliage devient non-linéaire, c'est à dire que la déformation de l'alliage est dans l'étape élastoplastique.

Dans notre cas, nous supposerons que l'inclusion (grain lamellaire) reste purement élastique, la déformation plastique se réalise principalement dans la phase γ. Comme dans la partie 4.2, en utilisant l'approche de module sécant proposée par Tandon-Weng, et en supposant que la déformation plastique de la matrice e_p est homogène, le principe de durcissement uniaxial de la matrice se traduit par la formule (29), la module sécant et le coefficient de poisson se traduisent par les formules (31).

A partir de l'équation (31), on peut obtenir le module sécant et le coefficient de Poisson sécant, puis le tenseur sécant L_0^s de la matrice. En remplaçant L_0^s dans l'équation (42), le module sécant de l'alliage dans la condition L_0^s peut être calculé. Ensuite, en utilisant l'équation (43), la contrainte moyenne dans ce cas peut être obtenue, et après, à partir de l'équation (29), on peut obtenir la limité d'élasticité de la matrice s_y, puis obtenir la sollicitation extérieure S. En association avec le module sécant calculé par l'équation (42), la déformation peut être calculée, la courbe contrainte-déformation est donc obtenue.

4.5.4. Résultat et discussion

Les figures 4.8 montrent les courbes contrainte–déformation calculées en utilisant les modèles développés dans cette partie pour quelques microstructures duplex avec différente fraction volumique de grains lamellaires, et comparées avec celles obtenues par l'essai de traction. Les propriétés du matériau utilisées dans le calcul sont :

E_0=176GPa, ν_0=0,23, σ_0=421MPa,

n=0,46, h= 668MPa,

f_1=20%, f_2=40%, f_3=60%, f_4=85% (fraction volumique de grains lamellaires)

On peut constater dans ces figures que les courbes calculées en utilisant les modèles développés dans cette partie sont en accord avec celles obtenues par l'essai de traction, mais il existe une certaine différence entre eux, surtout dans le domaine plastique. Cela implique que, bien que les modèles développés en se basant sur les modèles autocohérents puissent refléter la tendance de la variation du comportement de l'alliage avec la microstructure, la description du matériau n'est éventuellement pas suffisante.

Pour l'alliage duplex à base de TiAl, les comportements sont principalement assurés par ses deux constituants : grains γ et grains lamellaires, et liés à l'interaction entre deux phases et entre deux états de grains. Comme expliqué précédemment, la ductilité de l'alliage duplex est principalement déterminée par la matrice de l'alliage (phase γ), et sa résistance est durcie par les grains lamellaires. Par rapport aux autres composites conventionnels, la structure de l'alliage duplex à base de TiAl est bien plus compliquée. Par exemple, l'orientation de lamelles γ et α_2, la distribution des grains lamellaires, la taille des grains

lamellaires etc. peuvent avoir une grande influence sur le comportement de l'alliage. Mais ces facteurs sont très difficiles à tenir en compte dans les modèles micromécaniques.

On peut constater que, dans le domaine élastique, les courbes obtenues par les deux méthodes sont bien en accord, mais les courbes calculées se situent au-dessus de celles obtenues par l'essai de traction. Cela implique que le module d'élasticité obtenu par les modèles est un peu important, et cet écart devient plus remarquable lorsque la fraction volumique de grains lamellaires augmente. Par les modèles développés dans cette partie, nous constatons que le module d'élasticité augmente avec la fraction volumique de grains lamellaires. C'est par cette variation qu'on peut calculer le changement des paramètres de l'alliage en utilisant la méthode micromécanique. En réalité, lorsque la composition d'un alliage est déterminée, son module d'élasticité change très peu avec la variation de la microstructure, la variation du comportement est principalement due au changement de la microstructure. D'ailleurs, les données utilisées au cours du calcul proviennent d'un essai de traction. Mais pour chaque test, les conditions de test ne sont pas tout à fait les mêmes, il existe des erreurs par rapport avec les valeurs utilisées. Il existe donc des différences entre les deux courbes obtenues par ces deux méthodes dans le domaine élastique.

Quant au domaine plastique, la déformation de l'alliage devient beaucoup plus compliquée. Le glissement de dislocations et la germination de macles sous les contraintes hétérogène diminuent la capacité de durcissement de l'alliage. Cela ne peut pas être considéré par les modèles développés dans cette partie, ceux-ci traitent le durcissement de l'alliage selon le critère de plasticité de Von-Mises. D'ailleurs, la différence entre les deux courbes sont aussi dues aux facteurs suivants :

(1) Dans les modèles, on ne considère pas les influences de la taille des grains sur les propriétés mécaniques. Mais en réalité, la taille des grains présente une grande influence sur les propriétés mécaniques de lalliage. On peut constater dans la figure 2.20 (au chapitre 2) que, avec l'augmentation de la fraction volumique de grains lamellaires, la taille moyenne des grains augmente. Généralement, pour un type de microstructure, la limite d'élasticité augmente avec la diminution de la taille des grains. Mais pour l'alliage à microstructure duplex, la limite d'élasticité est influencée par plusieurs facteurs : fraction volumique de grains lamellaires, taille moyenne des grains, distribution de grains lamellaires, homogénéité de microstructure etc. il est donc certain que ces facteurs ont des influences sur les résultats de calcul des modèles. (2) Dans les modèles, on suppose que les grains lamellaires sont distribués aléatoirement dans les grains γ. Mais pour l'alliage à base de TiAl après traitements thermomécanique et thermique, bien que la microstructure soit homogène macroscopiquement, il existe quand même des parties de microstructure hétérogène en bandes, ce qui influence sans doute les propriétés mécaniques de l'alliage. (3) On suppose dans ces modèles que les grains lamellaires sont des inclusions ellipsoïdales, ayant un rapport $\frac{L}{R}$ =1.5. Mais, en réalité, la forme de grains lamellaires est variée. (4) Dans ces modèles, on ne considère pas les influences des structures microscopiques telles que dislocations, maclages, joints de grains, sous-joints de grains, domaine ordonné etc. sur les propriétés mécaniques. La différence est donc inévitable.

En fait, en général, les résultats de ces modèles peuvent refléter la variation des propriétés de l'alliage avec la fraction volumique de grains lamellaires, on pourrait les améliorer en considérant les paramètres de la microstructure.

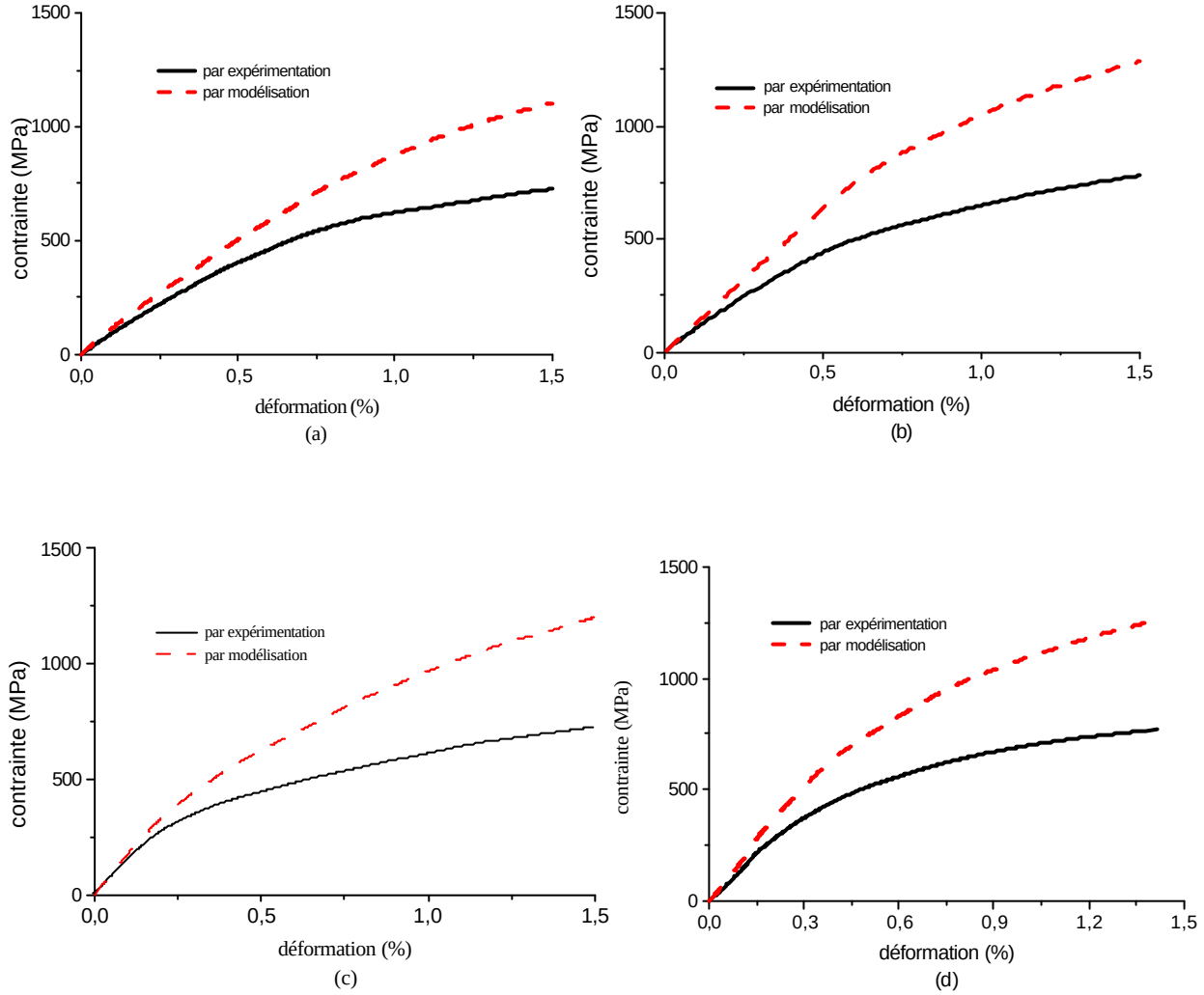


Figure 4.8 Comparaison de la courbe théorique avec celle expérimentale. (a) 20% de grains lamellaire ; (b) 40% de grains lamellaire ; (c) 60% de grains lamellaires ; (d) 85% de grains lamellaires

4.6. Conclusion

Les comportements mécaniques de l'alliage à base de TiAl peuvent être calculés en utilisant des modèles de passage micro-macro. Cependant, la description du milieu polycristallin biphasé reste délicat. A l'aide du modèle de Mori-Tanaka, nous avons pu calculer les comportements mécaniques de l'alliage TiAl à microstructure presque gamma en considérant que la deuxième phase α_2 est sous forme sphérique et se disperse aléatoirement dans la matrice γ. Les résultats montrent que la courbe contrainte- déformation calculée en utilisant les modèles développés est supérieure à celle obtenue par expérimentation. Cela est due au fait que les modèles ne considèrent pas l'influence des mécanisme de déformation telles que les dislocations, les macles etc. sur le comportement de l'alliage et que la description de matériaux n'est pas suffisamment.

Les comportements de l'alliage duplex ayant différentes fractions volumiques de grains lamellaires sous sollicitation uniaxiale ont été calculés en utilisant les modèles développés en se basant sur le modèle autocohérent en élasticité et en plasticité isotrope. Dans ces modèles, nous avons supposé que : les inclusions, grains lamellaires, se dispersent aléatoirement dans la matrice γ, les inclusions sont transversalement isotrope, et l'inclusion est sous forme ellipsoïdale avec L/R=1,5. L'approche de module sécant est utilisée pour le durcissement plastique de l'alliage. Les résultats sont encourageants, mais ils peuvent être améliorés, car comme il a été déjà signalé, l'échelle de la description n'est pas suffisamment fine, et le calcul doit être fait en élastoplasticité en considérant les mécanismes de déformation interne. D'ailleurs, bien que nous ayons considéré l'influence de la structure des grains lamellaires, la considération des paramètres de microstructure n'est pas suffisante. Par conséquent, les résultats obtenus par ces modèles sont supérieurs à ceux obtenus par expérimentation. De toutes façons, les résultats peuvent refléter la variation des propriétés de l'alliage duplex avec la fraction volumique de grains lamellaires, et ils pourrait être améliorés en tenant compte des mécanismes de déformation de l'alliage.

Conclusions Générales et perspectives

Le présent travail a porté sur les études des propriétés mécaniques des alliages biphasés à base de Ti-Al de composition Ti-48Al-2Cr-2Nb etc. en relation avec leurs microstructures. Les comportements des alliages ont été évolués en utilisant l'essai macroscopique et la technique de diffraction des rayons X, puis la méthode de modélisation a été utilisée pour prévoir le comportement de l'alliage par le passage de l'échelle microscopique à l'échelle macroscopique. Les conclusions principales tirées de l'étude sont :

1. Pour la microstructure totalement lamellaire, la taille des grains et l'espacement interlamellaire sont les facteurs principaux qui ont des grandes influences sur la limite d'élasticité de l'alliage. Lorsque l'espacement interlamellaire reste approximativement constante, la taille des grains et la limite d'élasticité sont liées à la relation Hall-Petch : $\sigma_{0.2}=\sigma_0+k_yD^{-1/2}$; et lorsque la taille des grains de l'alliage reste approximativement constante, l'espacement interlamellaire et la limite d'élasticité sont liées également à la relation Hall-Petch : $\sigma_{0.2}=\sigma'_0+k'_y\lambda^{-1/2}$. Ces relations sont principalement dues aux effets de l'empêchement de dislocations aux joints des grains et aux interfaces des lamelles. La relation entre la limite d'élasticité de l'alliage et les paramètres de microstructure correspond à un modèle qui se base sur la microstructure PST TiAl en tenant compte des effets de la taille des grains, de l'espacement interlamellaire, et de domaines ordonnés :

$$s_y = \mathbf{A+B}t_0\mathbf{+CD}^{-1/2}\mathbf{+E}l^{1/2}$$

2. La taille des grains D a une grande influence sur la ténacité de l'alliage TiAl à microstructure totalement lamellaire. Lorsque l'espacement interlamellaire reste approximativement constant, dans le cadre des tailles de grains étudiées, l'évolution entre la ténacité de l'alliage et leur taille des grains montre que : lorsque la taille des grains est inférieure à 500µm, la ténacité augmente avec la taille des grains. En revanche, lorsque la taille des grains est supérieure à 500µm, la ténacité décroît avec la taille des grains, et la ténacité obtient une valeur maximale lorsque la taille des grains est de 500µm environ.

Le mode de rupture de l'alliage TiAl à microstructure totalement lamellaire est principalement interlamellaire, et la direction de propagation de fissure est contrôlée principalement par l'angle entre l'orientation de lamelles et la sollicitation extérieure. A la fois la géométrie des grains et la structure des interfaces caractérisées par une forte anisotropie confèrent au matériau une forte ténacité. Mais la caractéristique la plus remarquable pour la microstructure totalement lamellaire est l'apparition de ligaments pontants, les fissures non-coplanaires conduisent à l'augmentation de la ténacité de l'alliage.

3. La fraction volumique de grains lamellaires est le facteur prépondérant sur la limite d'élasticité de l'alliage duplex à base de TiAl. Avec l'augmentation de la fraction volumique de grains lamellaires, la résistance de l'alliage augmente, et elle obtient une valeur maximale lorsque la fraction volumique de grains lamellaires est de 50% environ ; et lorsque la fraction volumique de grains lamellaire est plus importante, la résistance de l'alliage décroît. Pour les microstructures possédant une presque même fraction volumique de grains lamellaires, la limite d'élasticité et la taille moyenne des grains sont liées à la relation Hall-Petch.

La ductilité de l'alliage duplex dépend fortement de la fraction volumique de grains lamellaires. Cela est principalement dû au mode de déformation dans les deux phases. Il est à noter que la diminution de la taille des grains facilite l'homogénéité du glissement de dislocations, et l'augmentation de la fraction des joints de grains facilite également le transfert de déformation d'un grain à l'autre, la ductilité de l'alliage est donc améliorée. Par ailleurs, l'affinement de grains augmente la résistance à la propagation de fissure, parce que cela augmente le nombre d'obstacles à la croissance de fissure. Au contraire, lorsque la taille des grains augmente, le déroulement de déformation varie d'une façon homogène à l'autre façon hétérogène, par conséquent, la ductilité de l'alliage diminue. Mais, pour l'alliage duplex, la ductilité est quand même insuffisante par l'affinement de la microstructure, qui est défavorable pour la germination de macles.

La ténacité de l'alliage duplex est déterminée principalement par la fraction volumique de grains lamellaires. Avec l'augmentation de grains lamellaires, la ténacité augmente, et la ténacité présente une relation inverse avec la fraction volumique de grains lamellaires par rapport à celle de la ductilité de l'alliage. Parce que la ductilité de l'alliage est premièrement contrôlée par la valeur générale de déformation de l'alliage, ce qui est plus importante lorsque la taille de grains est faible. Par contre, la ténacité de l'alliage est liée à la ductilité intrinsèque de grains lamellaires, ce qui est plus important lorsque la taille de grains est plus grosse. Généralement, la ténacité de l'alliage duplex est inférieure à celle de la microstructure totalement lamellaire. Cela est attribuée au manque de ligaments pontants.

4. La technique de la diffraction des rayons X nous permet de caractériser les Constantes d'Elasticité Radiocristallographiques (CER) de chaque constituant de l'alliage à base de TiAl. Puisque les CER reflète le caractère d'un certain plan de la phase mesurée, elles dépendent de la localisation de contraintes locales. Donc, elles sont sensibles à la variation de la microstructure et de la composition de l'alliage. En revanche, lorsque la composition d'un alliage est déterminée, le module d'élasticité macroscopique n'est pas sensible à la variation de la microstructure, il reflète le caractère du matériau global. Les CERs de la phase γ et de la phase α_2 sont inférieures aux constantes d'élasticité macroscopiques de l'alliage.

Nous avons montré que les contraintes résiduelles dans la phase γ varient avec la microstructure, et elles sont en compression. Au contraire, les contraintes résiduelles dans la phase α_2 est en traction. Ces contraintes résiduelles sont dues principalement à l'incompatibilité de déformation entre les deux phases ou entre les différents états de grains.

Sous l'effet de sollicitations extérieures, la courbe contrainte-déformation évoluée par la technique de diffraction des rayons X présente la même tendance que celle obtenue par l'essai macroscopique pour une microstructure correspondante, et varie avec la microstructure. La limite d'élasticité évoluée par la diffraction des rayons X est inférieure à celle macroscopique. Cela signifie que la présence de la deuxième phase α_2 ou le deuxième états de grains lamellaires peut améliorer le comportement de l'alliage à base de TiAl.

L'élargissement de pic de diffraction pendant l'essai de traction signifie une augmentation rapide de dislocations sous l'effet de sollicitations extérieures. La différence de la mobilité de dislocation dans les deux phases et de la structure cristalline entre ces deux phases entraîne beaucoup de dislocations de discordance, et sous l'effet de sollicitations extérieures, la phase γ émet des dislocations vers l'interface de lamelles et les joints de grains.

De plus, des macles peuvent se produire sous l'effet de l'incompatibilité de contraintes. Tout ça conduit à une augmentation rapide de dislocations.

L'influence des contraintes résiduelles sur les propriétés mécaniques de l'alliage à base de TiAl est compliquée. Elles sont néfastes à la résistance de l'alliage, parce que elles ne peuvent pas être atténuées par le glissement de dislocation pendant déformation plastique. Les contraintes résiduelles sont néfastes à la ductilité de l'alliage, parce que elles conduisent à l'incompatibilité de déformation. L'incompatibilité de déformation et la localisation de contraintes sont les causes principales de la faible ductilité de l'alliage à base de TiAl. En ce qui concerne la ténacité, les contraintes résiduelles est favorable pour celle de la microstructure totalement lamellaire, parce que elles conduisent à la formation des ligaments pondants. Mais, pour la microstructure duplex et presque gamma, elles ont un effet néfaste sur la ténacité, parce que cela entraîne les micro-fissures aux joints de grains ou aux interfaces de lamelles.

5. Les comportements mécaniques de l'alliage à base de TiAl peuvent être prévenus en utilisant les modèles de passage micro-macro. Cependant, la description du milieu polycristallin biphasé reste délicat. A l'aide du modèle de Mori-Tanaka, nous avons pu calculer les comportements mécaniques de l'alliage TiAl à microstructure presque gamma en considérant que la deuxième phase α_2 est sous forme sphérique et se disperse aléatoirement dans la matrice γ. Les résultats montrent que, dans le domaine plastique, la courbe contrainte-déformation calculée est supérieure à celle obtenue par expérimentation. Cela est due au fait que les modèles développés ne considèrent pas l'influence des paramètres de microstructure.

Les comportements de la microstructure duplex ayant différente fraction volumique de grains lamellaires sous la sollicitation uniaxiale sont calculés en utilisant les modèles autocohérent en élasticité et en plasticité isotrope. Dans ces modèles, nous avons supposé que les inclusions, grains lamellaires, se dispersent aléatoirement dans la matrice γ, les inclusions sont transversalement isotrope, et l'inclusion est sous forme ellipsoïdale. L'approche de module sécant a été utilisée pour le durcissement plastique de l'alliage. Les résultats sont encourageants, mais ils peuvent être améliorés. Car comme il a été déjà signalé, l'échelle de la description n'est pas suffisamment fine, et le calcule doit être fait en élastoplasticité en considérant les mécanismes de déformation interne. D'ailleurs, nous avons essayé d'étudier l'influence de la structure de grains lamellaires sur le comportement de l'alliage, mais la considération des paramètres de microstructure n'est pas suffisante. Donc, les résultats obtenus par ces modèles sont supérieure à ceux obtenus par expérimentation dans le cadre plastique. De toutes façons, les résultats peuvent refléter la variation des propriétés de l'alliage duplex avec différente fraction volumique de grains lamellaires.

Perspectives

1. Etudier les mécanismes de déformation d'une façon plus profonde dans les deux phases afin de trouver des solutions efficaces pour améliorer la ductilité de l'alliage à la température ambiante.

2. Utiliser les moyens plus fins pour étudier les contraintes résiduelles dans l'alliage surtout dans la phase α_2 afin de trouver les relations essentielles entre les contraintes résiduelles et les propriétés mécaniques de l'alliage.

3. Optimiser les modèles micromécaniques en tenant compte des mécanismes de déformation internes afin de prévoir les comportement mécaniques plus précis.

Références Bibliographiques

1. F. H. Froes, C. Suryanayana, D. Eliezer, J. Mater. Sci., 27 (1992), pp. 5113.
2. H. A. Lipsitt, , Aviation Week, 81 (1976), pp. 81.
3. C. T., Liu, J. Nucl, Nucl. Metall., 85-86 (1979), pp. 907.
4. Aoki K., O. Izumi, Nippon Kinzoku Gakkaishi, 43 (1979), pp. 1190.
5. Chen Y. S., Material Science and Engineering, 8 (1990), pp. 30.
6. R. C. Westwood, Metall. Trans. B, 19 (1988), pp. 155.
7. Jurner, C, D, Acta Metall. Mater., 37 (1989), pp. 2635.
8. Loiseau A., Lasalmonie A., Acta Cryst., B39 (1983), pp. 580.
9. Dimiduk D. M., Martin P. L., Kim Y. –W., Mater. Sci. & Eng. A, 243 (1999), pp. 281-288.
10. Murray J. L., Phase Diagrams of Binary Titanium Alloys, ASM Int. Metal Park, Ohio (USA), 1987.
11. Hashimoto K., Doi H., Tsujimoto T., Trans. Jap. Inst. Metals, 27 (1986), pp. 741.
12. Huang S. –C., Metall. Trans.A, 23(1992), pp. 375.
13. Ishikawa Y., Maruyama K. and Oikaw H., JOM, 33 (1992), pp. 1182.
14. Nagai H., Tabahashi T. and Oikawa H., J. Mater. Sci., 25 (1990), pp. 629.
15. Tabahashi, T., Nagai, H., Oikawa H., Mater. Sci. & Eng. A, 128 (1990), pp. 195.
16. Morinaga M., Acta Metall. Mater., 38 (1990), pp. 25.
17. Yamaguchi M., Umakoshi Y., Prog. Mater. Sci., 34 (1990), pp. 1.
18. Hanamura T., Uemori R., Tanino M., J. Mater. Res., 3 (1988), pp. 656.
19. Kawabata T., Tamura T., Izumi O., Metall. Trans. A, 24 (1993), pp. 141.
20. Huang S. –C., E. L. Hall, Metall. Trans. A, 22 (1991), pp. 2619.
21. Huang S. –C., in R. Darolia, J. J. Lewandowski, C. T. Liu, P. L. Martin, D. B. Miracle, and M.V. Nathal (eds.) Structural Intermetallics, TMS, Pittsburgh, PA, 1993, pp. 299.

22. Huang S. –C., in Kim Y.-M. et (eds.) Microstructure/Property Relation in Titanium Aluminides and Alloys, TMS, Warreudale, PA, 1990, pp. 105.

23. Martin P. L., Mendira M. G., Lipsitt H. A., Metall. Trans. A, 14 (1983), pp. 2170.

24. Kim Y.-W, JOM, 7(1989), pp. 24.

25. Beddoes J., Zhao L., AU P., Mater. Sci. & Eng. A, 192/193 (1995), pp. 324.

26. Worth B. D., Jones J. W., Allison J. E., Metall. Trans. A, 26 (1995), pp. 2947.

27. Kawabata T., Tadano M. Izumi O, Scripta metall., 22 (1988), pp. 1725.

28. Kawabata T., Tamura T., Izumi O., Acta Metall. Mater., 40 (1992), pp. 2557.

29. Blackburn M. J., Smith M. P., Technical Rapport No. AFWAL-TR 82-4086, US Air Force Wright Aeronautical Laboratories, 1982.

30. Neroc-Partaix A, Menand A., Scripta Metall., 35 (1996), pp. 199.

31. P. Duwez, J. L. Taylor, JOM, 1 (1952), pp.70.

32. H. R. Ogden et al. Journal of Metall., 197 (1953), pp. 267.

33. J. B. Mcandrew, H. D. Kessler, J. Metall., 18(1956), pp. 1348.

34. H. Lipsitt, in C. C. Koch, C. T. Liu and N. S. Stocloff (eds), High-Temperature Ordered Intermetallic Alloys, MRS, Pittsburgh, PA, pp. 351.

35. D. Shechtman, M. J. Blackburn and H. A. Lipsitt, Metall. Trans. A, 15 (1974), pp. 1373.

36. Huang S.-C., Shih D. S., in Y.-W. Kim, R. R. Boyer (eds), Microstructure/Properties Relationships in Titanium Aluminides and Alloys, TMS, PA, 1990, pp. 105.

37. Austin C., in Y. –W. Kim, R. Wangner, M. Yamaguchi (eds), Gamma Titanium Aluminium, TMS, PA, 1995, pp. 21.

38. C. T. Liu, P. J. Maziasz, D. R. Clemens, et al., Intermetallics, 4 (1996), pp. 429.

39. T. Tsujimoto and K. Hashimoto, MRS Symp. Proc., 133 (1989), pp. 156.

40. Larsen D., Govern C., in Y. –W. Kim, R. Wangner, M. Yamaguchi (eds), Gamma Titanium Aluminium, TMS, PA, 1995, pp. 821.

41. London B. et al., in R. Darolia J. J. Lewandowski, C. T. Liu, P. L. Martin, D. B. Mirade and M. V. Nathal (eds), Structural Intermetallics, TMS, PA, 1993, pp. 151.

42. Naka S., Thomas M., Sanchez C., Khan T., in M. V. Nathal, R. Darolia, C. T. Liu, P. L. Martin, D. B. Miracle, R. Wagner, and M. Yamaguchi (eds.), Structural Intermellics 1997, The Minerals & Materials Society, 1997, pp.313.

43. F. H. Froes et al., J. Mater. Sci., 27 (1992), pp. 5113.

44. S. Isobe et al., in M. V. Nathal, R. Darolia, C. T. Liu, P. L. Martin, D. B. Miracle, R. Wagner, and M. Yamaguchi (eds.), Structural Intermellics 1997, The Minerals & Materials Society, 1997, pp.668.

45. Furrer D., Hoffman R. R., Kim Y. -W., in Y. –W. Kim, R. Wangner, M. Yamaguchi (eds), Gamma Titanium Aluminium, TMS, PA, 1995, pp. 611.

46. Clemens H., Glatz W., Scheretter P., Yolton C. F., Jones P. E., Eylon D., in Y. –W. Kim, R. Wangner, M. Yamaguchi (eds), Gamma Titanium Aluminium, TMS, PA, 1995, pp. 555.

47. Hashimoto K., Kimura M., in Lewandowski J. J., Liu C. T., Martin P. L., Miracle D. B., Nathal M. V. (eds), Structural Intermetallics, TMS, 1993, pp. 309.

48. Larsen Donald E., Materials Science and Engineering A, 213(1996), pp. 128.

49. Y. Umakoshi, T. Nakano, and T. Yamane, Mater. Sci. Eng. A, 152 (1992), pp. 81.

50. C. R. Feng, D. J. Michel and C. R. Crowe, Scripta Metall., 23 (1989), pp. 1135.

51. Yang Y. S., Wu S. K., Philos. Mag. A, 65 (1992), pp. 343.

52. Denquin A., Naka S., Acta Metall., 44 (1996), pp. 343.

53. Kim. Y. –W., Dennis M. Dimiduk, JOM, 1991, pp. 40.

54. Morris M. A., Philos. Mag. A, 68 (1993), pp. 259.

55. S. E. Kim, Y. T. Lee, M. H. Oh and Yamaguchi, in Y. –W. Kim, R. Wangner, M. Yamaguchi (eds), Gamma Titanium Aluminium, TMS, PA, 1995, pp. 737.

56. Dimiduk D. M., in Y. –W. Kim, R. Wangner, M. Yamaguchi (eds), Gamma Titanium Aluminium, TMS, PA, 1995, pp. 3.

57. Kim Y. W., Dennis M. Dimiduk, in M. V. Nathal, R. Darolia, C. T. Liu, P. L. Martin, D. B. Miracle, R. Wagner, and M. Yamaguchi (eds.), Structural Intermellics 1997, The Minerals & Materials Society, 1997, pp.531-543.

58. Dimiduk D. M., Hazzledine P. M., Parthasathy T. A., et al., Metall. Mater. Trans. A, 29(1998), pp. 37.

59. Chan K. S., Metall. Mater. Trans. A, 23 (1992), pp. 439.

60. Huang S. –C., Mater. Trans. A, 23 (1992), pp. 375.

61. E Evangelista, W. J. Zhang, L. Francesconi and M. Nazmy, Scripta Metall. Metal., 33 (1995), pp. 467.

62. N. J. Rogers and P. Bowen, in R. Darolia J. J. Lewandowski, C. T. Liu, P. L. Martin, D. B. Mirade and M. V. Nathal (eds), Structural Intermetallics, TMS, PA, 1993, pp. 231.

63. Chan K. S., Donald S. S., Metall. Mater. Trans. A, 28 (1997), pp. 79.

64. Dogan, B. Schoneich D. et al., Intermetallics, 4 (1996), pp. 61.

65. Gnanamoorthy R., Mutor Y. et al., Metall. Mater. Trans. A, 26 (1995), pp. 305.

66. Chan K. S., Kim Y. –W., Acta Metall. Mater., 43(2), (1995), pp. 439.

67. Campell, J. P., Venkateswara Rao, K. T., Ritchie R. O., Metall. Mater. Trans. A, 30 (1999), pp. 563.

68. Enoki M., Kishi T., Materials Science and Engineering A, 192/193 (1995), pp. 420.

69. Umakoshi Y., and Nakano T., Acta Metall. Mater., 41 (4), (1993), pp. 1155.

70. Appel F., Christoph V., Wagner, R., Phil. Mag. A, 72 (2) (1995), pp. 341.

71. Deve H. E., et al., Acta Metall. Mater., 40 (1992), pp. 1259.

72. Chan K. S., Kim Y. –W., Metall. Mater. Trans. A, 25 (1994), pp. 1217.

73. K. S. Chan, Metall. Mater. Trans. A, 24 (1993), pp. 569.

74. Deve H. E., Evans A. G., Acta Metall. Mater., 39 (1991), pp. 1171.

75. Chan K. S., Mater. Trans. A, 22 (1991), pp. 2021.

76. Chan K. S., Mater. Trans. A, 26 (1995), pp. 1407.

77. Davision D. L., Campebell J. B., Mater. Trans. A, 24 (1993), pp. 1555.

78. Chan K. S., Mater. Trans. A, 25 (1994), pp. 299.

79. Chan K. S. and Kim Y. –W., Acta Metall. Mater., 43 (2) (1995), pp. 439.

80. Beddoes J., Wallace W., Zhao L., Internation Materials Review, 40 (1995) pp. 197.

81. Beddoes J., Wallace W., Zhao L. et al., in M. V. Nathal, R. Darolia, C. T. Liu, P. L. Martin, D. B. Miracle, R. Wagner, and M. Yamaguchi (eds.), Structural Intermellics 1997, The Minerals & Materials Society, 1997, pp.109.

82. Court S. A., Loretto M. H. and Fraser H. L., Scripta Metall., 21 (1987) pp. 297.

83. Kad B. K., Dao M. and Asaro R. J., Phil. Mag. A, 71 (3) (1995) pp. 567.

84. Es-souni, M. Bartels and Wagner R., Materials Science and Engineering A, 192/193 (1995), pp. 698.

85. Wang J. N., Schwartz A. J. et al., in Kim Y. –W. et al. (eds), Gamma Titanium Aluminades, TMS, Las Vegas, NV, 1995, pp. 949.

86. Beddoes J., Zhao L. et al., in Kim Y. –W. et al. (eds), Gamma Titanium Aluminades, TMS, Las Vegas, NV, 1995, pp. 353.

87. Lipsitt H. A., Shechtman D. and Schafrik R. E., Mater. Trans. A, 6 (1975), pp. 1991.

88. Hug G. et al., Phil. Mag. A, 54 (1986) pp. 47.

89. Marankowkiet M. J., Acta Metall., 9 (1961) pp. 729.

90. Schechtman D., Blackburn M. J., Mater. Trans. A, 5 (1994), pp. 88.

91. Christian J. W., Laughlin D. E., Acta Metall., 36 (1988) pp. 1617.

92. Inui H., Kishide K. et al., Phil. Mag. A, 72 (6) (1995) pp. 1609.

93. Jung J. Y., Park J. K., Scripta Mater., 34(10) (1996) pp. 1581.

94. T. Fujiwara, A. Nakamara, M. Hosomi, S. R. Nishitani, Y. Shirai, M. Yamaguchi, Phil. Mag. A, 61 (1990) pp. 591.

95. Vasudevan V. K., Stucke M. A., Court S. A., Fraser H. L., Philos. Mag. Lett., 59 (1989) pp. 299.

96. Y. –W. Kim, and Dennis M. Dimiduk, JOM, 43(8) (1991), pp. 40.

97. CAO Guoxin, Thèse de Doctorat, BUAA, 2000.

98. Beddoes J., Zhao L., et al., in M. V. Nathal, R. Darolia, C. T. Liu, P. L. Martin, D. B. Miracle, R. Wagner, and M. Yamaguchi (eds.), Structural Intermellics 1997, The Minerals & Materials Society, 1997, pp. 109.

99. Annual Book of ASTM Standards, Vol. 0202, E 1304-89.

100. Chan K. S., and Kim Y. –W., Metall. Mater. Trans. A, 24 (1993), pp. 113.

101. Nobuyuki Fujitsuna, Hideto Ohyama, et al., ISIJ International, 31 (10) (1991), pp. 1147-1153.

102. W. O. Soboyejo, D. S. Schwaatz and S. M. L. Sastry, Metall. Mater. Trans. A, 23 (1992), pp. 2039.

103. C. Koerpe, A. Bartels, J. Seeger, and H. Mecking, Metall. Trans. A, 24 (1993) 1795-1806.

104. J. M. K. Wiezorek, X. D. Zhang, A. Godfrey, D. Hu, M. H. Loretto and H. L. Fraser, Scripta Mater., 38 (5) (1998), pp. 811-817.

105. F. Appel, P. A. Beaven, and R. Wagner, Acta Mater., 41 (1993), pp. 1721-1732.

106. Y. -W. Kim, Acta Metall. Mater., 40 (6) (1992) 1121-1134.

107. C. T. Liu and P. J. Maziasz, intermetallics, 6(1998), pp. 653-661.

108. R. Imayev, G. Salishchev, V. Imayev, M. Shagiev and A. Kuznetzov, in Y-W. Kim, R. Wagner, and M. Yamaguchi (eds.), Gamma Titanium Aluminides, TMS, Warrendale, PA, 1995, pp. 665-678.

109. J. D. Shi, Z. J. Pu and K. H. Wu, in Y-W. Kim, R. Wagner, and M. Yamaguchi (eds.), Gamma Titanium Aluminides, TMS, Warrendale, PA, 1995, pp. 709-716.

110. W. Wunderlich, Th. Kremser, and G. Frommeyer, Acta Metall. Mater., 41 (1993) 1791-1799.

111. C. T. Forwood, M. A. Gibson, P. R. Miller, C. J. Rossouw and A. J. Morton, in M. V. Nathal, R. Darolia, C. T. Liu, P. L. Martin, D. B. Miracle, R. Wagner, and M. Yamaguchi (eds.), Structural Intermellics 1997, The Minerals & Materials Society, 1997, pp. 545.

112. M. A. Morris, M. Leboeuf, Materials Science & Engineering A, 224 (1997), pp. 1-11.

113. M. A. Morris, Materials Science & Engineering A, 224 (1997), pp. 12-20.

114. Kwai S. CHAN, Metall. Trans. A, 22 (1993) 2021-2029.

115. E. Evangelista, W. J. Zhang, L. Francesconi and M. Nazmy, Scripta Mater., 33 (3) (1995), pp. 467-472.

116. K. S. Chan and Y. –W. Kim, Metall. Trans. A, 23 (1992) 1663-1677.

117. J. L. Lebrun et J. M. Sprauel, Ecole d'Eté d'Oleron, press du CNRS-IRSID, 1990, pp. 135.

118. E. Macherauch, H. Wholfhart and U. Wolstieg, Härterei-Tech. Mitt., 28 (1973), pp. 693-716.

119. J. M. Sprauel and L. Castex, Proceeding of the first European Power Diffraction International Conference EPDIC1, Munich, 1991, pp. 146.

120. J. Lu, Thèse de Doctorat, Université de Compiègne, 1986.

121. D. Kaplan, Les methods de mesure des contraintes par trépanage et par enlèvement de couches, IRSID P. E., 3587, Jui. 1983, pp. 2-33.

122. A. Niku Lari et J. F. Flavenot, Mesure des contraintes résiduelles : méthode de la flèche, méthode de la source des contraintes, VDI-BERICHTE, 313 (1978), pp. 493-502.

123. A. Chabenat et R. Martin, Mémoire Tech. Du CETIM N°. 24, Déc. 1975, pp. 5-61.

124. Y. Ueda, K. Fukuda, and M. Taigawa, Transaction of JWRI, 8 (1979), pp. 89-96.

125. G. Maeder, J. L. Lebrun et J. M. Sprauel, Matériaux et techniques, Avril/Mai 1981, pp. 135-149.

126. L. Castex et J. M. Sprauel, Revue français de mécanique, 2 (1987), pp. 5-12.

127. M. François, Thèse de Doctorat, ENSAM-Paris, 1991.

128. W. Voigt, Theoretische Studien Uber die Elastizitatsverheltnisse der Kristalle, Abh. Kgl. Ges. Wiss. Gottingen, Math. Mech. Kl., 34 (1887), inpart, pp. 47.

129. A. Reuss, Berechnung der Fliessgrenze von Michkristallen auf Grunge der Plastizitatsdedingung fur Einnkristalle, Z. Ang. Math. Mech., 9 (1929), pp. 49.

130. E. Kröner, Z. Physik, 151, 1958.

131. M. Barral, J. L. Lebrun, J. M. Sprauel and G. Maeder, Metall. and Mater. Trans. A, 18 (1987), pp. 1229.

132. P. Predecki, A. Abuhasan, and C. S. Barett, Advances in X-ray analysis, 31 (1988), pp. 231-243.

133. Huang S. –C., Metall. and Mater. Trans. A, 23 (1992), pp. 375.

134. H. P. Klug and L. E. Alexander, X-ray diffraction procedures, Ed. Wiley, London, 1974.

135. B. E. Warren, X-ray diffraction, Ed. Wiley, London, 1969.

136. M. Wilkens, Phys. Stat. Sol. (a), 2 (1970), pp. 359.

137. M. Belassel, J. L. Lebrun and J. P. Bettembourg, Proceeding of the ECRS3, Informationsgesellschaft-Verlag, 4-6 Nov. 1992.

138. N. JI, Thèse de Doctorat, ENSAM-Paris, 1989.

139. Références fiche ASTM de Cristallographie JCPDS-ICDD N°35-772.

140. Ryuichi Yamamoto, Gerhard Wegmann and Kouichi Maruyama, in M. A. Imam, R. Denale, S. Hanada, Z. Zhong and D. N. Lee (eds.), The Third Pacific Rim International Conference on Advanced Materials and Processing (PRICM 3), The Minerals, Metals & Materials Society, 1998, pp. 2, 344.

141. Y. -W. Kim, Acta Metall. Mater., 40 (6) (1992) 1121-1134.

142. M. .H. Yoo and C. L. Fu, Metall. Trans. A, 29 (1998) 49-63.

143. Takashi Kondok, Tokimasa Goto, Toshiko Sasaki and Yukio Hirose, ICRS-6, Oxford, UK, 10-12 July, 2000, pp. 291.

144. Y. Kimura and D. P. Pope, in M. V. Nathal, R. Darolia, C. T. Liu, P. L. Martin, D. B. Miracle, R. Wagner, and M. Yamaguchi (eds.), Structural Intermellics 1997, The Minerals & Materials Society, 1997, pp.99-105.

145. M. A. Grinfeld, P. M. Hazzledine, B. St, D. M. Dimiduk, Metall. and Mater. Trans. A, 29(1998), pp. 937.

146. F. Appel, U. Lorenz, U. Sparka and R. Wagner, Intermetallics, 6 (1998) 603-605.

147. J. M. K. Wiezorek, X. D. Zhang, A. Godfrey, D. Hu, M. H. Loretto, and H. L. Fraser, Scripta Mater., 38(1998), pp. 811-817.

148. W. Voigt, Wied. Ann., 38 (1889), pp. 573.

149. A. Z. Reuss, Angew. Math. Mach., 9 (1929) pp. 49.

150. G. I. Taylor, J. Inst. Metals, 62 (1938) pp. 307.

151. J. D. Eschelby, Proceeding of the Royal Society, London, A241 (1957 pp. 376.

152. T. Mori and K. Tanaka, Acta Metall., 21 (1973) pp. 571.

153. E. Kröner, Acta Metall., 9 (1961) pp. 155.

154. A Zaoui, Colloque organisé conjointement par la section du Sud-Est, La SFM et Mecamat, 1-2 Décem. 1988, Ecole des mines de Saint-Etienne.

155. T. Mura, Micromechanics of defects in solids, 2nd Edition, Martinus Nijhoff, 1987.

156. A. V. Hershey, J. Appl. Mech., 21 (1954) pp. 236.

157. B. Budiansky, J. Mech. Phys. Solids, 13 (1965), pp. 223-227.

158. R. Hill, J. Mech. Phys. Solids, 13 (1965), pp. 213-227.

159. Z. Hashin and S. Shtrikman, J. Mech. Phys. Solids, 11 (1963), pp. 127.

160. R. Gnanamoorthy, Y. Mutoh, Y. Mizuhara, Materials Science and Engineering A, 197 (1995), pp. 69-77.

161. Tandon G. P., Weng G. J., Journal of Applied Mechanics, 55 (1988), pp. 126.

162. M. .H. Yoo and C. L. Fu, *Metall. Trans. A, 29* (1998) 49-63.

163. D. Shechtman, M. J. Blachkburn, and H. A. Lipsitt, *Metall. Trans. A*, 5 (1974) 1373-1381.

164. G. K. Hu, Int. Journal of Plasticity, 12 (1996), pp. 439.

165. Qiu Y. P, Weng G. J., Int. J. Solid Struct., 27 (1991), pp. 1537-1559.

166. Young-Won Kim, Materials Science and Engineering A, 192/193 (1995), pp. 519-533.