

Lille
N° ordre : 1295

50376
1994
97

coagen 20100986.

50376
1994
97

UNIVERSITÉ DES SCIENCES
ET TECHNOLOGIES DE LILLE

THÈSE

présentée par

Anne DENQUIN

pour obtenir le grade de

DOCTEUR EN SCIENCES DES MATÉRIAUX



ÉTUDE DES TRANSFORMATIONS DE PHASE ET APPROCHE
DU COMPORTEMENT MÉCANIQUE DES ALLIAGES BIPHASÉS
À BASE DE TiAl : UNE CONTRIBUTION AU DÉVELOPPEMENT
DE NOUVEAUX ALLIAGES INTERMÉTALLIQUES

Soutenu le 25 mars 1994, devant la commission d'examen composée de :

Messieurs	B. ESCAIG	Président
	R. PORTIER	Rapporteur
	G. VANDERSCHAEVE	Rapporteur
	P. COSTA	Examineur
	D. FOURNIER	Examineur
	A. LASALMONIE	Examineur
	M. LORETTO	Examineur
	S. NAKA	Examineur

Ce travail a été effectué au sein de la Direction des Matériaux de l'Office National d'Etudes et de Recherches Aérospatiales. Je tiens à adresser à Paul Costa et Tasadduq Khan ma plus sincère gratitude pour m'y avoir accueillie. Je suis par ailleurs très honorée de compter Monsieur Costa parmi les membres de mon jury.

Je ne sais comment remercier Shigehisa Naka, sans qui ce travail n'aurait pu voir le jour. Il a su jouer avec talent et opportunité un rôle, critique et insatisfait dans mes meilleures périodes, enthousiaste et réconfortant dans mes moments les plus difficiles. Sa rigueur et ses conseils se sont avérés toujours utiles, indubitablement instructifs. Son goût de la recherche et sa disponibilité m'ont beaucoup apporté. Qu'il soit assuré de ma plus sincère reconnaissance.

Je suis très honorée que Bertrand Escaig ait accepté la direction de cette thèse. Je l'en remercie vivement.

Je suis ravie que Richard Portier, malgré les nombreuses occupations qui lui incombent, ait accepté d'être l'un des rapporteurs de ce manuscrit. Je tiens à lui exprimer ma plus profonde gratitude pour l'intérêt qu'il y a porté.

Merci à Guy Vanderschaeve pour les informations précieuses qu'il a pu me fournir sur les mécanismes de mise en ordre des structures quadratiques. J'ai puisé bon nombre de renseignements dans sa propre thèse, et je suis très touchée qu'il ait, lui aussi, accepté la qualité de rapporteur de ce travail.

Je suis flattée par la présence, au sein de mon jury, d'Alain Lasalmonie, de la SNECMA et de Dominique Fournier, de TURBOMECA. C'est également un honneur pour moi que Mike Loretto ait spontanément accepté d'y prendre part.

Ce travail n'aurait pu être mené à terme sans la participation amicale de plusieurs personnes de la direction des matériaux et du Laboratoire d'Etudes des Microstructures. Pour la réalisation et l'aboutissement de ce travail, je dois à Pierre Thévenin l'élaboration de ces alliages, à Michel Armand leur analyse, à Francis Savoy, Jacky Mallarmé et André Caillaud leur découpe et leur usinage, à Jean Chazal leur compactage, à Alain Rafray leur déformation, à Arielle Morel leur fluage.

Avec une gentillesse sans égale, Agnès Bachelier m'a appris les techniques de métallographie et de polissage appliquées aux alliages biphasés à base de TiAl et m'a fourni de précieuses informations sur les alliages ternaires; André Jouniaux m'a appris le réglage des microscopes. La collaboration avec Christian Ricolleau a permis, après de longues heures silencieuses et nocturnes au CNRS de Vitry, de mettre en évidence l'existence de parois mixtes. Philippe Belaygue a déterminé les transus des alliages binaires. Cyril Verstraete a effectué la fastidieuse relecture de ces quelques 227 pages en un temps record.

Je n'oublie pas Patrick Veyssière, Joël Douin et Gilles Hug du LEM pour leur disponibilité, leur gentillesse et les fructueuses discussions que nous avons pu avoir au cours de ces trois années.

Anne Huguet et Alain Menand, maîtres dans la technique de sonde atomique, ont fourni, au titre d'une collaboration soutenue, un grand nombre de résultats particulièrement importants pour l'avancement de ce travail.

Il y a également tous ceux qui, nombreux, ont contribué d'une façon ou d'une autre à la réalisation de ce travail. J'y inclus également Jean-Michel de Monicault, sans lequel je n'aurais eu l'opportunité de connaître L'ONERA.

Que tous soient ici chaleureusement remerciés.

J'ajouterai que ces trois années n'auraient pu se passer si agréablement sans une gentillesse à toute épreuve et un soutien constant de nombreuses personnes. Outre celles précédemment citées, je compte parmi ces membres bienfaiteurs : Daniel Masson, Jean-Louis Raffestin, Fabienne Popoff. Ce sont eux qui, chaque jour, m'ont accueillie avec courage et bienveillance. Pour cela, je les remercie de tout cœur.

Je remercie également Yves Lebreton et Elisabeth Bouchaud pour avoir si agréablement partagé leur bureau avec le mien.

Bien sûr, il y a tous ceux avec lesquels j'ai partagé, à divers titres, de joyeux moments. Qu'Hocine, Agnès, Nathalie, Laurent, Didier, Eva, Laurence, Muriel, Hervé, Antoine... trouvent ici ma plus sincère gratitude, que tous ceux que j'ai omis veuillent bien m'excuser. Je sais qu'ils se reconnaîtront.

Je remercie, bien sûr Olivier, ma famille et mes amis, qui ont, eux, dû subir - particulièrement lors de la phase finale de rédaction - mes humeurs passagères hors des horaires de travail. Notons à ce titre qu'ils devront encore les supporter, et je profite de ces quelques lignes pour leur souhaiter un bon courage.

Merci également à blouc-blouc, qui, malgré sa mémoire défaillante, n'a pas failli à la mission qui lui était confiée de réceptionner, transcrire, arranger et sauvegarder jalousement le fruit de ces trois années de labeur.

Sommaire

- Introduction	9
- Chapitre I -	11
Présentation générale des alliages biphasés à base de TiAl et objet de l'étude	
<u>I.1 - Bilan des connaissances générales sur les alliages biphasés à base de TiAl</u>	12
I.1.1 - Caractéristiques microstructurales des alliages biphasés à base de TiAl	12
I.1.1.1 - Diagramme d'équilibre Ti-Al	12
I.1.1.2 - Microstructures observées dans la catégorie des alliages biphasés	14
I.1.2 - Propriétés mécaniques des alliages biphasés à base de TiAl	15
I.1.2.1 - Influence de la composition sur les propriétés mécaniques	16
I.1.2.2 - Influence de la microstructure sur les propriétés mécaniques	17
<u>I.2 - Objet de l'étude</u>	18
- Chapitre II -	19
Méthodes expérimentales	
<u>II.1 - Présentation des matériaux utilisés</u>	19
II.1.1 - Choix des compositions	19
II.1.2 - Elaboration des matériaux	20
<u>II.2 - Techniques expérimentales</u>	20
II.2.1 - Traitements thermiques	20
II.2.1.1 - Etude des transformations de phase	20
II.2.1.2 - Détermination du transus α	21
II.2.2 - Traitements thermomécaniques	21
II.2.2.1 - Compactage isostatique à chaud (CIC)	21
II.2.2.2 - Forgeage isotherme	21
II.2.3 - Observations métallographiques	21
II.2.3.1 - Microscopie optique	21
II.2.3.2 - Microscopie électronique en transmission	21
II.2.3.3 - Microscopie électronique à balayage	26
II.2.4 - Méthodes d'analyse	26
II.2.4.1 - Analyse de la composition des lingots	26
II.2.4.2 - Sonde atomique	28

II.2.5 - Essais mécaniques	28
II.2.5.1 - Essais de traction	28
II.2.5.2 - Essais de compression	30
II.2.5.3 - Essais de fluage	30
- Chapitre III -	
Caractérisation microstructurale des alliages biphasés à base de TiAl	31
III.1 - Chemins de solidification et états bruts d'élaboration	31
III.1.1 - Présentation des états bruts d'élaboration	32
III.1.1.1 - Première catégorie d'alliages : les compositions Ti ₆₀ Al ₄₀ et Ti ₅₇ Al ₄₃	32
III.1.1.2 - Seconde catégorie d'alliages : les compositions Ti ₅₄ Al ₄₆ , Ti ₅₃ Al ₄₇ , et Ti ₅₂ Al ₄₈	33
III.1.2 - Relations entre microstructures et chemins de refroidissement	33
III.2 - Structure lamellaire	35
III.2.1 - Séquence de formation	35
III.2.1.1 - Vérification de la séquence de formation $\alpha \rightarrow \alpha_2 \rightarrow \alpha_2 + \gamma$	36
III.2.1.2 - Etude de la formation de la phase γ dans le domaine $\alpha + \gamma$	36
III.2.1.3 - Synthèse des résultats	36
III.2.2 - Caractéristiques cristallographiques et morphologiques	38
III.2.2.1 - Relations d'orientation entre les phases α_2 et γ	38
III.2.2.2 - Relations d'orientation entre les domaines γ	41
III.2.2.3 - Etude des interfaces présentes dans la structure lamellaire	44
III.3 - Modifications microstructurales de la structure lamellaire	46
III.3.1 - Observations préliminaires	46
III.3.2 - Croissance discontinue	47
III.3.3 - Formation de grains monolithiques γ	52
III.3.4 - Modifications microstructurales dans le domaine $\alpha + \gamma$	54
III.3.4.1 - Evolution de la croissance discontinue	54
III.3.4.2 - Evolution de la formation de grains monolithiques γ	55
III.4 - Influence des vitesses de refroidissement	57
III.4.1 - Mise en ordre de la phase α : $\alpha \rightarrow \alpha_2$	57
III.4.2 - Formation massive de la phase γ : $\alpha \rightarrow \gamma$	58
III.4.2.1 - Caractérisation de la microstructure issue de la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$	59
III.4.2.2 - Composition de la phase γ_m	64
III.4.3 - Structure "Widmanstätten" : cas des vitesses de refroidissement intermédiaires	64
III.4.4 - Synthèse des résultats	66
III.5 - Détermination du transus α	67
III.5.1 - Transus des alliages Ti₆₀Al₄₀ et Ti₅₇Al₄₃	68
III.5.2 - Transus des alliages Ti₅₄Al₄₆, Ti₅₃Al₄₇ et Ti₅₂Al₄₈	69

III.6 - Conclusion et extension aux alliages ternaires et plus complexes	70
III.6.1 - Exemple de l'addition d'un élément fortement γ-gène : le fer	72
III.6.2 - Exemple de l'addition d'un élément faiblement γ-gène : le chrome	72
III.6.3 - Exemple de l'addition d'un élément faiblement α_2-gène : le niobium	73
III.6.4 - Effet conjugué d'un élément α_2-stabilisant et γ-stabilisant : les alliages quaternaires	74
III.6.5 - Conclusion	76
- Chapitre IV -	
	79
Etude des mécanismes de transformation	
IV.1 - Structure lamellaire	79
IV.1.1 - Observations préliminaires	80
IV.1.2 - Rappel des principales caractéristiques microstructurales de la structure lamellaire	82
IV.1.3 - Considération théorique de la transformation	82
IV.1.3.1 - Rôle des fautes d'empilement dans les transformations de phase	82
IV.1.3.2 - Mécanisme de croissance par marches	85
IV.1.4 - Application au cas des alliages biphasés à base de TiAl	89
IV.1.4.1 - Germination de la phase γ	89
IV.1.4.2 - Croissance de la phase γ	90
IV.1.4.3 - Synthèse intermédiaire	91
IV. 1.5 - Mise en ordre de la phase γ dans la structure lamellaire	92
IV.1.5.1 - Présentation des différents mécanismes possibles	92
IV.1.5.2 - Existence des parois d'antiphase	98
IV.1.5.3 - Formation de parois "mixtes"	99
IV.1.6 - Récapitulation du mécanisme proposé	104
IV.2 - Croissance discontinue	104
IV.2.1 - Rappel des observations relatives à la croissance discontinue des alliages biphasés à base de TiAl	105
IV.2.2 - Approche générale de la croissance discontinue	105
IV.2.2.1 - Réactions discontinues	105
IV.2.2.2 - Propriétés générales de la croissance discontinue	106
IV.2.2.3 - Déclenchement de la réaction	107
IV.2.2.4 - Force motrice de la réaction	108
IV.2.2.5 - Influence de la croissance continue sur la cinétique de croissance discontinue	109
IV.2.2.6 - Mécanisme de croissance	110
IV.2.3 - Cas particulier des alliages biphasés à base de TiAl	112
IV.2.3.1 - Formation des joints de grains dentelés	112
IV.2.3.2 - Migration des joints de grains	113
IV.2.4 - Récapitulation du mécanisme proposé	118

IV.3 - Transformation $\alpha \rightarrow \gamma$	119
IV.3.1 - Rappel des principales caractéristiques microstructurales de la phase γ_m	120
IV.3.2 - Détermination du type de la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$	120
IV.3.2.1 - Caractéristiques générales de la transformation martensitique	120
IV.3.2.2 - Caractéristiques générales de la transformation massive	122
IV.3.2.3 - Application à la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ des alliages à base de TiAl	122
IV.3.3 - Transformation massive: étude bibliographique	123
IV.3.3.1 - Considérations thermodynamiques	123
IV.3.3.2 - Mécanismes de germination et de croissance	124
IV.3.3.3 - Microstructures caractéristiques issues de la transformation massive	127
IV.3.4 - Etude du mécanisme de la réaction massive $\alpha \rightarrow \gamma$	127
IV.3.4.1 - Mécanisme de germination	127
IV.3.4.2 - Mécanisme de croissance	129
IV.3.4.3 - Mise en ordre	130
IV.3.4.4 - Parois d'antiphase de la phase γ_m	133
IV.3.4.5 - Relations de macle ou de pseudo-macle	133
IV.3.5 - Récapitulation du mécanisme proposé	134
IV.4 - Conclusion générale sur les mécanismes de transformation de phase	135
- Chapitre V -	139
Comportement mécanique des alliages biphasés à base de TiAl	
V.1 - Plasticité à température ambiante	140
V.1.1 - Origine de la ductilité macroscopique	140
V.1.1.1- Purification de γ par α_2	140
V.1.1.2 - Microstructure	143
V.1.1.3 - Mécanisme de déformation	144
V.1.1.4 - Paramètres de maille	152
V.1.1.5 - Discussion et conclusion	153
V.1.2 - Variations de la ductilité	154
V.1.2.1 - Influence de la composition et de la microstructure	154
V.1.2.2 - Influence des paramètres externes au matériau	156
V.1.3 - Etude fractographique	159
V.1.4 - Reproductibilité des résultats	161
V.1.4.1 - Présence de défauts internes	162
V.1.4.2 - hétérogénéité de microstructure	162
V.1.4.3 - Influence de la texture	162
V.1.5 - Conclusion	163

V.2 - Variations de la limite élastique avec la température	163
V.2.1 - Reproductibilité des résultats	164
V.2.2 - Influence de la composition et de la microstructure	167
V.2.2.1 - Température ambiante	167
V.2.2.2 - Températures comprises entre 20 et 950°C	168
V.2.3 - Etude du pic de limite élastique vers 400°C	172
V.2.3.1 - Blocage des dislocations par formation de configurations sessiles	172
V.2.3.2 - Vieillissement dynamique	173
V.2.4 - Conclusion	175
V.3 - Synthèse et perspectives	175
- Conclusion générale	177

Annexes

Annexe 1 - Défauts plans des phases γ et α_2: présentation et caractérisation	181
A1.1 - Défauts d'empilement dans les structures cfc et hc	181
A1.2 - Défauts liés au caractère ordonné des structures $L1_0$ et DO_{19}	183
A1.2.1 - Parois d'antiphase	183
A1.2.2 - Parois de domaine d'ordre	184
A1.2.3 - Fautes d'empilement complexes	186
A1.3 - Théorie des contrastes appliquée aux défauts plans: cas particulier des phases γ et α_2	187
A1.3.1 - Images caractéristiques des fautes d'empilement	188
A1.3.1.1 - Cas des structures basées sur le réseau cfc	188
A1.3.1.2 - Cas des structures basées sur le réseau hc	188
A1.3.2 - Images caractéristiques des défauts d'ordre	189
A1.3.2.1 - Parois d'antiphase	189
A1.3.2.2 - Parois de domaines d'ordre	189
A1.3.3 - Application aux phases γ et α_2	190
A1.3.3.1 - Phase γ	190
A1.3.3.2 - Phase α_2	192
Annexe 2 - Résultats des analyses par sonde atomique	195
A2.1 - Compositions nominales des alliages analysés	196
A2.2 - Résultats des analyses	197
A2.2.1 - Composition des phases α_2 et γ dans la structure lamellaire des états bruts d'élaboration	197
A2.2.2 - Evolution de la composition au cours d'un maintien de stabilisation	198

A2.2.3 - Etude de la croissance discontinue	199
A2.2.4 - Composition de la phase γ de la structure massive	200
Annexe 3 - Rappel thermodynamique des mécanismes généraux de germination et de croissance	201
A3.1 - <u>Force motrice de germination</u>	201
A3.2 - <u>Croissance contrôlée par la diffusion ou par l'interface</u>	201
A3.3 - <u>Cas du mécanisme de marches</u>	203
A3.4 - <u>Cas de la croissance discontinue</u>	205
A3.5 - <u>Cas de la transformation massive</u>	205
Annexe 4 - Compléments à l'étude du comportement mécanique des alliages biphasés à base de TiAl	207
A4.1 - <u>Présentation des microstructures examinées sur le plan mécanique</u>	207
A4.2 - <u>Matrices de passage entre les différents domaines de la structure lamellaire</u>	208
A4.3 - <u>Calculs des facteurs de Schmid</u>	209
A4.4 - <u>Résultats des essais de traction à température ambiante</u>	213
A4.4.1 - Influence de la composition et de la microstructure	213
A4.4.2 - Influence de l'état de surface de l'éprouvette	215
A4.4.3 - Influence de la forme de l'éprouvette	216
A4.4.4 - Influence de l'environnement	216
Annexe 5 - Comportement à haute température : étude du fluage	217
A5.1 - <u>Influence de la composition et de la microstructure</u>	217
A5.2 - <u>Reproductibilité des résultats</u>	219
A5.2.1 - Influence de l'orientation des lamelles par rapport à l'axe de sollicitation mécanique	219
A5.2.2 - Influence de la recristallisation dynamique	219
A5.3 - <u>Approche phénoménologique du comportement en fluage</u>	220
A5.4 - <u>Conclusion</u>	222
- Références	223

Introduction générale

Les alliages à base de composés intermétalliques offrent des propriétés intéressantes en vue d'applications à hautes températures (module élastique et résistance mécanique élevés), mais sont généralement caractérisés par une fragilité importante à température ambiante. Parmi ceux-ci, les alliages basés sur le composé intermétallique TiAl offrent l'avantage d'une faible densité et une bonne résistance à l'oxydation. Contrairement aux compositions monophasées basées sur les composés Ti_3Al (α_2) et TiAl (γ), la catégorie des alliages biphasés $\gamma+\alpha_2$ présente en outre une ductilité macroscopique à température ambiante. Le biphasage confère notamment à ces alliages la possibilité de faire varier les propriétés mécaniques par l'intermédiaire de la microstructure. L'industrie aérospatiale s'est particulièrement investie dans le développement des alliages biphasés à base de TiAl, ce qui explique l'effort de recherche considérable entrepris ces dernières années dans le but d'établir leurs caractéristiques générales.

La présente étude s'inscrit dans le cadre général de l'établissement des relations entre microstructures et propriétés mécaniques des alliages biphasés $\gamma+\alpha_2$ à base de TiAl. Ces relations ne peuvent toutefois être établies sans une connaissance approfondie des modifications microstructurales mises en jeu lors de traitements thermiques et/ou thermomécaniques. C'est pourquoi nous avons porté un intérêt particulier aux transformations de phase rencontrées dans cette catégorie d'alliages.

Dans le chapitre I, un court aperçu de l'état des connaissances au début de ce travail permet de cerner et de comprendre les motivations de notre étude. La *première partie* de ce mémoire, présentée au chapitre III, est consacrée à la caractérisation microstructurale des alliages biphasés à base de TiAl. La gamme des compositions comprises entre 40 et 50 % atomiques d'aluminium a été explorée. A partir des observations réalisées sur la gamme des compositions binaires, il devient possible d'appréhender l'influence d'une faible quantité d'éléments d'addition sur les transformations de phase.

En raison du comportement microstructural particulièrement complexe observé sous certaines conditions de traitement thermique, nous nous sommes intéressés dans une *seconde partie* (chapitre IV) à une étude détaillée des mécanismes régissant les trois principales transformations rencontrées dans cette catégorie d'alliages : la formation de la structure lamellaire, la croissance discontinue, et la transformation massive.

Enfin, la *dernière partie* (chapitre V) présente une approche du comportement mécanique de cette catégorie d'alliages. L'origine de la ductilité macroscopique observée dans les alliages biphasés $\gamma+\alpha_2$ y est discutée. Une étude de la plasticité à température ambiante et des variations de la limite élastique avec la température y sont également étudiées.

- Chapitre I -

Présentation générale des alliages biphasés à base de TiAl et objet de l'étude

Les alliages à base de composés intermétalliques Ti_3Al (α_2) et $TiAl$ (γ) constituent, depuis quelques années, l'objet de nombreux sujets de recherche. Depuis 4 à 5 ans, les études se portent plus particulièrement sur les alliages biphasés $\gamma+\alpha_2$ à base de $TiAl$, binaires, ternaires, ou plus complexes, de compositions proches de 48% atomiques d'aluminium, considérés comme des matériaux potentiellement utilisables dans des applications à haute température. De nombreuses publications paraissent chaque mois sur cette catégorie d'alliages, et concernent l'ensemble des domaines de recherche relatifs aux matériaux métalliques : diagrammes d'équilibre, transformations de phase, influence des éléments d'addition, mécanismes de déformation, caractéristiques mécaniques (traction, compression, fluage...), mise en forme, élaboration... . Quelques 200 publications relatives aux diverses propriétés des alliages biphasés à base de $TiAl$ ont été relevées ces 4 dernières années, faisant ainsi évoluer rapidement les connaissances sur cette catégorie d'alliages.

Ce premier chapitre a pour objet de faire le bilan des connaissances générales sur les alliages biphasés $\gamma+\alpha_2$ à base de $TiAl$ au début de notre étude. Un tel bilan permet non seulement de présenter la catégorie des alliages étudiés, mais également de définir nos propres objectifs de recherche par rapport aux connaissances acquises jusqu'alors. Nous nous limiterons dans ce chapitre aux propriétés les plus générales, alors qu'une bibliographie spécifique sera présentée pour chaque point particulier de l'étude.

Le premier point de ce chapitre concerne l'établissement du diagramme de phase binaire $Ti-Al$ dans la gamme 25-60 % d'aluminium, l'influence des éléments d'addition sur ce diagramme, et présente les microstructures les plus caractéristiques des alliages biphasés à base de $TiAl$. Le second point relate l'influence de la composition et de la microstructure sur leurs principales caractéristiques mécaniques. Enfin, sur la base de ces connaissances générales, nous introduirons l'objet de la présente étude.

Afin de situer rapidement chaque composition par rapport aux composés intermétalliques stœchiométriques Ti_3Al ($Ti_{75}Al_{25}$) et $TiAl$ ($Ti_{50}Al_{50}$), la composition des alliages est généralement, sauf indication contraire, annoncée dans le présent mémoire en pourcentage atomique.

I.1 - Bilan des connaissances générales sur les alliages biphasés à base de TiAl

I.1.1 - Caractéristiques microstructurales des alliages biphasés à base de TiAl

I.1.1.1 - Diagramme d'équilibre Ti-Al

Le diagramme d'équilibre binaire Ti-Al constitue depuis toujours le sujet de nombreuses controverses [Loiseau 1985]. L'établissement d'un diagramme d'équilibre précis est rendu difficile à la fois de manière expérimentale, (1) par le fait que de nombreuses phases présentes aux températures élevées sont impossibles à retenir par trempe à température ambiante et, (2) par l'absence de moyens expérimentaux susceptibles de déterminer de manière catégorique le domaine d'équilibre de certaines de ces phases. De manière plus théorique, de trop petites variations dans l'énergie de Gibbs rendent également difficile la détermination de ce diagramme [Kattner, Lin et Chang 1992].

Le diagramme utilisé comme référence jusqu'en 1989 est celui de Murray [1988] (figure 1.1), issu d'une corrélation entre les résultats théoriques et expérimentaux acquis depuis 1950.

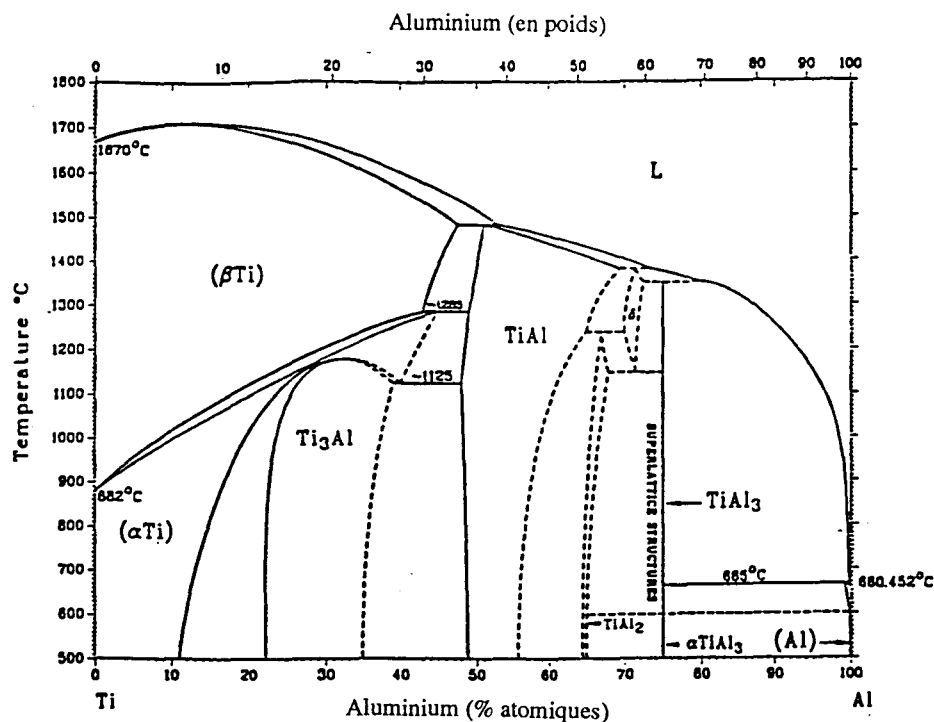


Figure 1.1 : Diagramme de phase Ti-Al d'après Murray [1988].

Plus récemment, McCullough et ses collaborateurs [McCullough, Valencia, Levi et Mehrabian 1989] en ont proposé, pour la gamme des compositions comprises entre 40 et 55% atomiques d'aluminium, une version révisée. Le nouveau diagramme, présenté à la figure 1.2, incorpore deux paliers péritectiques $L+\beta \rightarrow \alpha$ et $L+\alpha \rightarrow \gamma$, au lieu du simple palier $L+\beta \rightarrow \gamma$ du diagramme de

Murray, et présente une extension du domaine α jusqu'aux plus hautes températures. Les modifications proposées résultent d'une vérification expérimentale des domaines stables à hautes températures d'après une étude morphologique des dendrites, couplée à la technique de diffraction des rayons X en température. Notons que les auteurs se sont principalement intéressés aux températures supérieures à la température de transition $\alpha/\alpha+\gamma$, T_{α} (ou transus α). Le domaine des basses températures, typiquement inférieures au palier eutectoïde, reste identique à celui de Murray. Nous pouvons remarquer en outre que la majorité des lignes de transitions, présentées en pointillés, restent susceptibles d'être modifiées. Les températures des différentes transitions de phase peuvent en effet subir de légères variations avec la quantité d'impuretés présentes dans les alliages, et notamment de la concentration en oxygène [Hellwig 1990]. Cependant, les alliages utilisés par McCullough, Valencia, Levi et Mehrabian pour la détermination du domaine des hautes températures ont une concentration en oxygène tout à fait usuelle, et, étant donné la rigueur des travaux et de leurs interprétations, ce dernier diagramme constitue désormais le diagramme de référence pour l'étude des alliages binaires, biphasés, à base de TiAl.

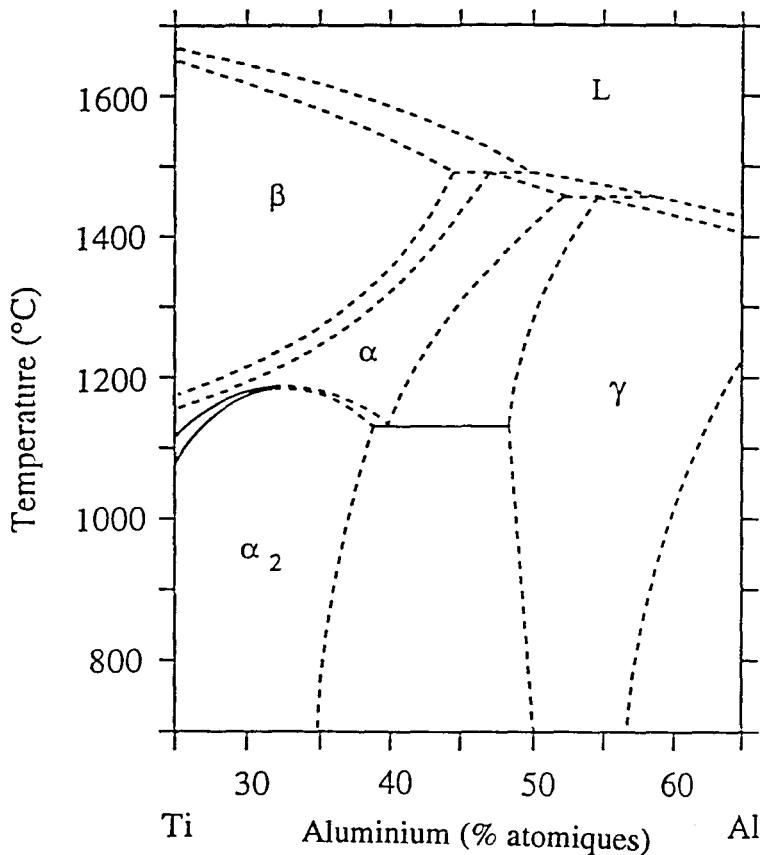


Figure 1.2 : Diagramme de phase Ti-Al révisé par McCullough, Valencia, Levi et Mehrabian [1989] pour les compositions comprises entre 25 et 65 % atomiques d'aluminium.

Ce diagramme est également pris comme référence pour l'étude des alliages ternaires ou plus complexes contenant une faible concentration en éléments d'addition. Peu d'informations sont en effet disponibles sur les diagrammes ternaires Ti-Al-X. Kim [1989, 1991] distingue cependant trois types d'éléments d'addition à partir de considérations basées sur la forme du domaine γ (figure 1.3). En se substituant à l'un des éléments Ti ou Al, l'élément d'addition modifie la concentration d'aluminium dans la phase γ , modifiant ainsi également la forme du domaine γ dans le diagramme.

Les éléments d'addition du type I (tels que Zr et Nb) augmentent la concentration d'aluminium dans la phase γ , alors que les éléments du type II et III (tels que V, Cr et Mn) la font diminuer. Cependant, l'étude de l'influence de chaque élément d'addition reste très qualitative et les limites des domaines situés autour du domaine $\alpha_2 + \gamma$ restent très imprécises.

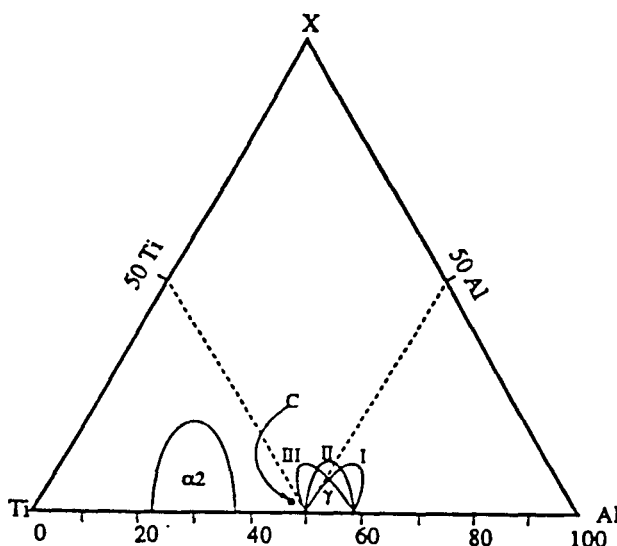


Figure 1.3 : Effet des additions d'éléments sur la forme du diagramme Ti-Al-X, d'après Kim [1989, 1991].

Les alliages biphasés $\gamma + \alpha_2$ les plus couramment étudiés dans la littérature contiennent typiquement entre 46 et 49% d'aluminium. Pour ces compositions, quatre domaines d'équilibre peuvent être pris en considération : le domaine β , le domaine α et les domaines biphasés $\alpha + \gamma$ et $\alpha_2 + \gamma$. Cependant les phases β et α ne peuvent être retenues à température ambiante, même après une trempe rapide. Pour les alliages binaires ou dans le cas de faibles additions d'éléments ternaires et quaternaires, seules les deux phases ordonnées α_2 et γ peuvent donc être observées. Au dessus de 50% d'aluminium, les alliages à base de TiAl se présentent généralement à l'état d'équilibre sous la forme d'alliages monophasés de phase γ .

1.1.1.2 - Microstructures observées dans la catégorie des alliages biphasés

La connaissance sur les transformations de phase de cette catégorie d'alliages reste très succincte jusqu'en 1990 et surtout, étroitement liée à l'étude des relations entre microstructures et propriétés mécaniques. Les modifications microstructurales ont été établies de manière semi-empirique à partir des processus de traitements thermiques et thermomécaniques utilisés en vue de la caractérisation mécanique. La littérature présente deux microstructures biphasées principales : la structure lamellaire et la structure bimodale [Kim 1989, 1991; Huang et Shih 1991].

La structure lamellaire (figure 1.4) est observée sur l'ensemble des alliages biphasés à base de TiAl dès l'état brut d'élaboration ou successivement à un refroidissement lent à partir du domaine monophasé α [Kim 1989, 1991; Huang et Shih 1991]. Les lamelles, extrêmement régulières, présentent dans chaque grain une alternance des phases α_2 et γ possédant la relation d'orientation :

$(0001)_{\alpha_2} // (111)_{\gamma}$ et $\langle 11\bar{2}0 \rangle_{\alpha_2} // \langle 1\bar{1}0 \rangle_{\gamma}$. Les interfaces entre ces deux phases sont les plans $(0001)_{\alpha_2}$ et $(111)_{\gamma}$ [Blackburn 1970].

Lorsque les alliages possédant cette structure lamellaire sont traités dans les domaines $\alpha+\gamma$ et $\alpha_2+\gamma$, une structure bimodale (figure 1.5), constituée d'un mélange de grains lamellaires et de grains monophasés de phase γ , est obtenue.



Figure 1.4: Structure lamellaire



Figure 1.5: Structure bimodale.

Ces deux microstructures peuvent également être obtenues après un traitement thermomécanique (forgeage, extrusion) conjugué à un traitement thermique approprié : dans le domaine monophasé α pour obtenir une microstructure entièrement lamellaire; dans les domaines biphasés $\alpha+\gamma$ et $\alpha_2+\gamma$ pour obtenir une structure bimodale [Kim 1989, 1991]. Le détail de chacune de ces deux microstructures varie en fonction des conditions de traitement thermique. Dans la structure bimodale, par exemple, il est reporté que le rapport [grains lamellaires / grains γ] augmente avec la température de maintien [Huang et Shih 1991] et que l'épaisseur des lamelles α_2 et γ varie en fonction de ce rapport [Kim 1989]. Cependant, ces deux composantes microstructurales (taille des lamelles et fraction volumique de grains monophasés γ) sont également fonction de la composition de l'alliage, et l'étude bibliographique ne permet pas d'établir de manière quantitative l'influence du traitement et de la composition sur la microstructure.

I.1.2 - Propriétés mécaniques des alliages biphasés à base de TiAl

Les alliages à base de TiAl, qu'ils soient biphasés ou monophasés, présentent une résistance spécifique attrayante jusqu'à des températures dépassant 800°C. Comparés aux alliages à base de Ti_3Al , ils possèdent un module élastique et une résistance à l'oxydation plus élevés, tout en conservant une densité relativement faible. Les alliages biphasés $\gamma+\alpha_2$ ont en outre l'avantage de présenter à température ambiante une ductilité macroscopique alors que les alliages monophasés γ ne montrent qu'une plasticité microscopique. Ces atouts expliquent l'intérêt croissant porté à la catégorie des alliages biphasés.

De l'ensemble des caractéristiques mécaniques requises pour l'utilisation réelle de cette catégorie d'alliages, la ductilité fait l'objet du plus grand nombre d'études. Cette ductilité est fonction à la fois de la composition et de la microstructure.

1.1.2.1 - Influence de la composition sur les propriétés mécaniques

En ce qui concerne les alliages binaires, la ductilité montre un maximum centré autour de la composition $Ti_{52}Al_{48}$ [Nishiyama, Miyashita, Isobe et Noda 1990; Huang et Shih 1990]. Cette composition permet en outre d'atteindre une ductilité d'environ 2% (figure 1.6), tout en conservant une résistance mécanique honorable.

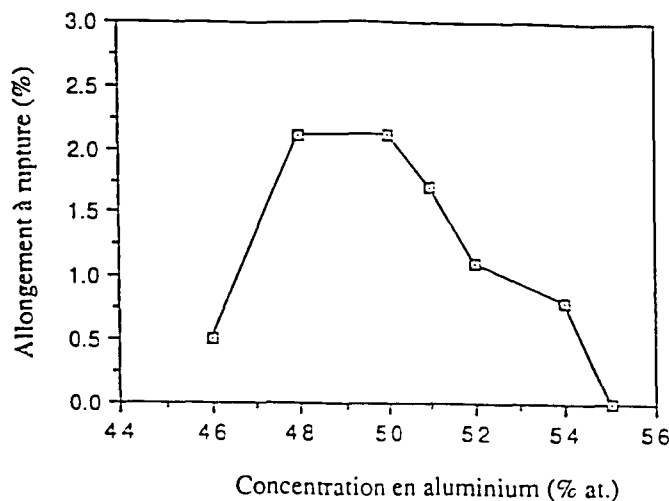


Figure 1.6 : Influence de la composition sur les propriétés mécaniques en traction des alliages binaires, d'après Huang et Hall [1991]

Cependant, le niveau de ductilité est fortement influencé par la concentration en éléments d'impuretés. Il est reporté par exemple que la ductilité de l'alliage binaire contenant 48% d'aluminium passe de 2 à 2,7% en réduisant la concentration en oxygène de 800 à 370 ppm en poids (ce qui correspond environ à 2400 à 1100 ppm atomiques) [Kim et Dimiduk 1991].

La ductilité peut également être améliorée par l'ajout d'une faible quantité d'éléments ternaires, quaternaires ou plus complexes. Dans le cas des alliages ternaires, les compositions généralement étudiées sont du type $Ti-(46-49)Al-(2-5)M$, M étant l'élément V, Cr, Nb, Mn, W, ou Ta. Les résultats de nombreux essais ont montré que le vanadium, le chrome et le manganèse améliorent la ductilité. Cependant, la compréhension exacte du rôle spécifique de ces éléments n'est pas totalement admis, car, comme l'ont signalé Kim et Dimiduk [1991], l'addition d'un élément peut modifier à la fois les propriétés intrinsèques des deux phases mais aussi la microstructure de l'alliage, ce qui conduit à une modification des propriétés mécaniques.

I.1.2.2 - Influence de la microstructure sur les propriétés mécaniques

La microstructure a en effet une influence considérable sur la ductilité, la faisant varier de 0,5 à 3,5% pour une même composition [Kim et Dimiduk 1991]. C'est avec une microstructure de type bimodale que l'on observe la meilleure ductilité. Cette propriété est encore améliorée si l'alliage a subi, avant traitement thermique, un traitement thermomécanique (forgeage, extrusion) destiné à réduire sa taille de grains. La microstructure bimodale est en revanche peu favorable à la ténacité et à la tenue au fluage. Pour ces deux propriétés, la microstructure souhaitable serait du type totalement lamellaire [Huang et Shih 1991]. Cependant, l'obtention d'une telle microstructure nécessite un maintien dans le domaine monophasé α qui s'accompagne d'un grossissement notable de la taille de grains, conduisant à une perte de ductilité. La température de transition ductile-fragile est elle aussi fortement influencée par la microstructure, passant de 650°C pour une microstructure bimodale à 750°C pour une microstructure entièrement lamellaire [Huang et Shih 1991]. Cependant, il est difficile de déterminer si ce changement dans la température de transition est dû à la microstructure ou à la taille de grains, ces deux facteurs étant étroitement dépendants des conditions de traitements thermiques. Le diagramme schématique proposé par Kim [1991] (figure 1.7) synthétise les relations entre les diverses microstructures, la taille de grains, et les propriétés mécaniques.

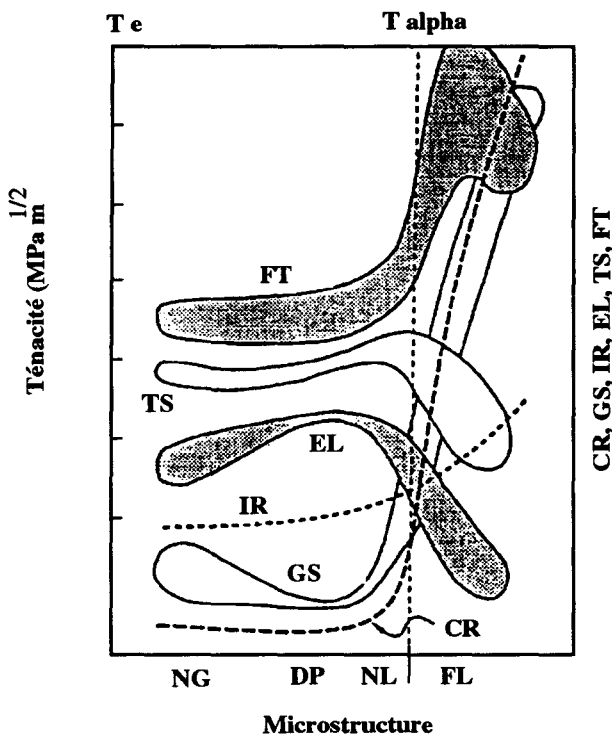


Figure 1.7 : Représentation schématique des relations entre les microstructures (FL : totalement lamellaire, NL : presque lamellaire, DP : bimodale, NG : presque monophasée γ), la taille de grains (GS), et les propriétés mécaniques (FT : ténacité, TS : résistance à la traction, EL : allongement, IR : résistance à l'impact et CR : résistance au fluage), d'après Kim [1991]. T_e : température du palier eutectoïde, T_{α} : température du transus α .

I.2 - Objet de l'étude

Nous voyons que les études menées jusqu'en 1990 sur la catégorie des alliages biphasés à base de TiAl portent essentiellement sur la recherche d'un compromis de propriétés mécaniques optimisé par l'élaboration d'alliages ternaires ou plus complexes ou par l'obtention d'une microstructure appropriée. Cependant, si les principales tendances concernant les relations entre microstructures et propriétés mécaniques sont dégagées, aucune caractérisation microstructurale détaillée n'a été effectuée.

Les conditions de traitements thermiques et thermomécaniques présentées dans la littérature restent en effet très schématiques, et les résultats mettent en évidence une mauvaise connaissance des cinétiques de transformations de phases, notamment de la formation des grains monolithiques γ dans la structure bimodale. En outre, les mécanismes de transformations de phases ne sont pas étudiés. Par exemple, l'origine de la formation de la structure lamellaire, qui constitue la caractéristique principale de ces alliages, n'est pas identifiée.

Ce manque d'approfondissement peut être expliqué en partie par un diagramme de phase longtemps controversé, mais également par le fait que le développement des alliages biphasés à base de TiAl est encore très récent. L'établissement d'un nouveau diagramme de phase pour la gamme des compositions biphasées permet désormais de réaliser une caractérisation microstructurale détaillée de cette catégorie d'alliages.

Une maîtrise parfaite des relations entre microstructures et propriétés mécaniques ne peut se faire sans une connaissance poussée des transformations de phases qui prennent place dans les alliages biphasés, et de leur mécanisme. L'objectif de la présente étude est donc d'atteindre une connaissance approfondie sur les transformations de phases dans les alliages biphasés à base de TiAl, avant de procéder à une corrélation entre les différentes microstructures et les propriétés mécaniques.

Après une brève présentation des matériaux utilisés et des techniques expérimentales, rassemblés au second chapitre, la caractérisation microstructurale des alliages biphasés à base de TiAl sera présentée au chapitre III.

Nous verrons que les transformations de phase observées dans cette catégorie d'alliages s'avèrent beaucoup plus complexes que ne le laisse supposer la précédente étude bibliographique. C'est pourquoi un intérêt particulier a été porté à la compréhension des mécanismes les régissant. Le sujet du chapitre IV concerne donc les mécanismes de trois des principales transformations de phases rencontrées lors de la caractérisation microstructurale : la formation de la structure lamellaire, la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$, et la croissance discontinue.

Enfin, un dernier chapitre présente une approche générale des relations entre microstructures et propriétés mécaniques. Nous y discuterons principalement de l'origine de la ductilité observée dans cette catégorie d'alliages, et également des variations de la ductilité et de la limite élastique avec composition et la microstructure. Un intérêt particulier sera porté à l'influence prépondérante d'un certain nombre d'autres facteurs (état de surface, texture...) sur les résultats et leur reproductibilité.

- Chapitre II - Méthodes expérimentales

II.1 - Présentation des matériaux utilisés

II.1.1 - Choix des compositions

Le choix des compositions a initialement été dicté par la volonté d'évaluer l'influence de la composition et de divers éléments d'addition sur la microstructure comme sur les propriétés mécaniques. Six compositions ont donc ainsi été sélectionnées.

Deux compositions binaires, $Ti_{54}Al_{46}$ et $Ti_{52}Al_{48}$, servent de référence à la fois pour l'étude des transformations de phase et des caractéristiques mécaniques. Comme nous l'avons vu au chapitre précédent, ces deux compositions semblent offrir le meilleur compromis résistance mécanique/ductilité dans la gamme des alliages binaires biphasés;

Un alliage binaire supplémentaire de composition $Ti_{52}Al_{48}$ de plus grande pureté doit permettre de mettre en évidence l'influence de la concentration en oxygène sur les propriétés mécaniques, et notamment sur la ductilité.

L'influence des éléments d'addition tels que Cr et Nb doit être évaluée au travers des alliages ternaires et quaternaires $Ti_{51}Al_{47}Cr_2$, $Ti_{50}Al_{46}Cr_2Nb_2$ et $Ti_{48}Al_{48}Cr_2Nb_2$. Ces deux éléments semblent améliorer la ductilité de cette catégorie d'alliages tout en maintenant une bonne résistance du matériau à l'oxydation. Notons en outre que la composition $Ti_{48}Al_{48}Cr_2Nb_2$ est la composition qui, d'après Huang [1989], doit offrir un bon compromis de propriétés mécaniques ainsi qu'une tenue à l'oxydation tout à fait convenable.

L'étude des transformations de phase a mis en évidence la nécessité de déterminer les températures de la transition $\alpha/\alpha+\gamma$. Pour cela, il est nécessaire de considérer une plus large gamme de compositions binaires. Des alliages contenant 40, 43 et 47 pour cent atomiques d'aluminium ont ainsi été élaborés et la détermination du transus pour l'ensemble de ces compositions binaires a constitué le sujet du stage de DEA de Philippe Belaygue [1993].

En outre, les résultats obtenus pour les compositions binaires contenant entre 40 et 50% atomiques d'aluminium permet d'évaluer et de comprendre l'influence d'une large gamme d'éléments d'addition tels que de Cr, Nb, Ta, Fe, Mo, W, ... sur le diagramme de phase.

Dans ce contexte, il aurait été limitatif de ne pas présenter ici la totalité des transformations qui prennent place dans l'ensemble des alliages biphasés à base de TiAl. C'est pourquoi un nombre plus important d'alliages que les six alliages initiaux seront considérés lors de la caractérisation microstructurale de cette catégorie d'alliages.

II.1.2 - Elaboration des matériaux

La plupart des alliages utilisés au cours de cette étude a été élaborée à l'ONERA, dans un four à arc utilisant une électrode non consommable en tungstène thorié, sous pression partielle d'argon. Chaque alliage a subi environ 8 fusions, destinées à l'homogénéisation en composition, dans des lingotières en cuivre refroidies par circulation d'eau. Après élaboration, les différents alliages se présentent sous la forme de lingotins de 200 grammes. La caractérisation microstructurale et mécanique des principales compositions ($Ti_{54}Al_{46}$, $Ti_{52}Al_{48}$) a nécessité l'élaboration de plusieurs lingotins du même alliage.

Quelques éprouvettes de compression proviennent d'un lingot de 30 kg de composition $Ti_{48}Al_{48}Cr_2Nb_2$, élaboré à l'extérieur. Malgré la réalisation d'un compactage isostatique à chaud préconisé par l'élaborateur (1190 bars à 1180°C), ce lingot montre une présence importante de porosités situées au cœur du lingot, qui limitent à 2/3 le volume de matière utilisable.

Les résultats des analyses chimiques réalisées sur chacun des lingots sont donnés au § II.2.4.1. Les lingotins possèdent une composition fidèle aux compositions désirées. Le lingot de 30 kg présente quant à lui une légère hétérogénéité de composition.

II.2 - Techniques expérimentales

II.2.1 - Traitements thermiques

II.2.1.1 - Etude des transformations de phase

Les traitements thermiques ont été réalisés à des températures situées dans l'un des trois principaux domaines d'équilibre du diagramme proposé par McCullough, à savoir : α , $\alpha+\gamma$ et $\alpha_2+\gamma$.

Les traitements de mise en solution dans le domaine monophasé α ont été effectués principalement lors de l'étude de la formation de la structure lamellaire, sur les compositions binaires $Ti_{54}Al_{46}$ et $Ti_{52}Al_{48}$. Les deux alliages ont été maintenus 1 heure à 1400°C, de manière à ce que la microstructure lamellaire soit totalement remise en solution.

Les traitements dans les deux domaines biphasés $\alpha+\gamma$ et $\alpha_2+\gamma$ ont été réalisés soit directement à partir de l'état brut d'élaboration, soit après une mise en solution dans le domaine α . Alors que les transformations de phase ont été étudiées sur toute la gamme de températures couvrant le domaine $\alpha+\gamma$, les maintiens dans le domaine $\alpha_2+\gamma$ ont généralement été effectués à 1000°C. En dessous de cette température, en effet, les durées des maintiens nécessaires à toute évolution microstructurale sont beaucoup trop importantes.

Lors de ces traitements, des fours PYROX ou ADAMEL, fonctionnant sous balayage d'argon, ont été utilisés pour les températures inférieures à typiquement 1250°C. Pour des températures plus élevées, un four vertical fonctionnant sous vide et permettant des trempes à l'huile a été utilisé. Les températures citées dans la suite de ce mémoire sont données à $\pm 5^\circ\text{C}$ près.

II.2.1.2 - Détermination du transus α

Le procédé utilisé pour la détermination du transus est identique pour chacune des compositions, et consiste en une observation métallographique des échantillons portés 1 heure à des températures proches de la température T_{α} proposée par le diagramme de McCullough. Chacun de ces traitements thermiques est réalisé sous un vide secondaire dans le four vertical, suivi d'une trempe huile.

II.2.2 - Traitements thermomécaniques

II.2.2.1 - Compactage isostatique à chaud (CIC)

Le compactage isostatique à chaud a été effectué sur certains lingotins dans le but d'éliminer les porosités inhérentes aux alliages coulés, avant essai mécanique. L'opération de compactage a été effectuée à l'ONERA, et les conditions sont identiques pour chaque échantillon : maintien de 3 heures à une température de 1150°C, sous une pression de 2000 bars. Ce CIC a été suivi d'un traitement de 4 heures à 800°C, refroidissement air, de manière à éliminer les contraintes induites au cours de l'opération.

II.2.2.2 - Forgeage isotherme

Un forgeage isotherme de certains échantillons a été réalisé à la SNECMA au moyen d'une presse de 30 tonnes. Les conditions de forgeage sont rarement clairement établies dans la littérature. Celles qui ont été utilisées dans cette étude ont donc été déterminées à partir des indications très schématiques de Kim [1990]. Une température de forgeage de 1150°C a été choisie de manière à obtenir une contrainte d'écoulement relativement faible. Un taux de corroyage de 80% doit permettre une meilleure homogénéisation de la microstructure. La vitesse de refroidissement après forgeage est de 1°C/s.

II.2.3. Observations métallographiques

II.2.3.1 - Microscopie optique

En vue de l'examen au microscope optique, les échantillons ont été polis mécaniquement jusqu'au papier abrasif 4000, puis sur feutre 1/4 μm avec la suspension "OP Chem" de Struers additionnée de 10% de H_2O_2 . Les échantillons ont ensuite été attaqués chimiquement par une solution constituée de 30 ml de HNO_3 , 10 ml de HF et de 120 ml de H_2O .

II.2.3.2 - Microscopie électronique en transmission

Les observations en microscopie électronique en transmission (MET) conventionnelle ont été réalisées sur un microscope JEOL 200 CX, sous une tension de 200 kV. La collaboration de Christian Ricolleau a rendu possible l'étude des interfaces en microscopie électronique en haute

résolution. Cette étude a été effectuée sur le microscope AKASHI 002B du laboratoire CNRS-CECM de Vitry. Une tension de 200 kV y offre une résolution point à point de 0.17 nm. Les possibilités de tilt y sont de $\pm 10^\circ$ sur chaque axe.

La préparation des lames minces relatives à l'étude des transformations de phase a généralement été réalisée à partir d'échantillons découpés avec une meule de 0,2 mm, refroidie sous un courant d'eau. Nous avons vérifié que ce mode de découpage n'introduit aucune modification microstructurale. En ce qui concerne l'étude des modes de déformation, le découpage a été effectué à plus faible vitesse par une scie diamantée lubrifiée au pétrole. Enfin, pour l'étude en haute résolution, l'échantillon a été découpé par électroérosion sous la forme d'une rondelle de 3 mm de diamètre et de 1 mm d'épaisseur.

Après découpe, les échantillons sont arrondis et polis mécaniquement au papier abrasif 1200 jusqu'à un diamètre de 3 mm et une épaisseur de 120 μm . Ils subissent ensuite un amincissement électrolytique à -40°C , par un double jet d'une solution de composition chimique de 6% d'acide perchlorique, 34% de butylcellosolve et de 60% de méthanol. Le courant est régulé à 30mA.

Une connaissance solide sur la cristallographie des phases présentes dans les alliages constitue la base des observations en microscopie électronique. Nous avons donc choisi de présenter dès maintenant les caractéristiques cristallographiques des deux phases ordonnées α_2 et γ . En outre, la plupart des transformations de phases observées dans les alliages biphasés à base de TiAl sont caractérisées par la formation de nombreux défauts plans dans chacune de ces deux phases ordonnées. La caractérisation de ces défauts a nécessité l'utilisation de la théorie des contrastes. La présentation et la caractérisation de ces défauts constituent l'objet de l'annexe 1.

II.2.3.2.1 - Rappel des caractéristiques cristallographiques des deux phases ordonnées γ et α_2

- Phase γ :

Dans la notation du Strukturbericht, la structure de la phase γ est du type $L1_0$, qui est une surstructure du réseau cubique à faces centrées (cfc), de symétrie quadratique (figure 2.1). La séquence d'empilement suivant l'axe c ([001]) est constituée d'une alternance de plans purs de titane ou d'aluminium, alors que les séquences d'empilement suivant les deux directions a_1 et a_2 ([100] et [010]) sont constituées d'une alternance de plans mixtes, de composition stœchiométrique TiAl.

La perte de symétrie par rapport au réseau cfc désordonné, due à la position spécifique de chaque atome dans la maille, se traduit par un léger allongement de l'axe c. Les paramètres de maille varient avec la composition et la microstructure. Les valeurs du paramètre a varient entre 0,397 et 0,401 nm, et ceux du paramètre c, entre 0,404 et 0,408 nm [Murray, 1988]. Le rapport c/a reste, dans tous les cas, très voisin de l'unité ($c/a \approx 1,01$ à $1,02$).

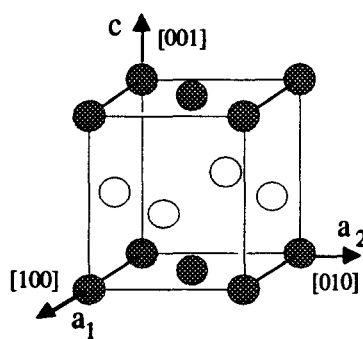


Figure 2.1 : Structure $L1_0$ de la phase γ .

● titane
○ aluminium

L'introduction d'un ordre chimique sur le réseau cfc fait apparaître des réflexions supplémentaires, dites de surstructure, dans le réseau réciproque. Dans $L1_0$, l'expression du facteur de structure est :

$$F_{hkl} = [f_{Ti} + f_{Al} e^{i\pi(k+l)}][1 + e^{i\pi(h+k)}]$$

Ce facteur s'annule avec le second terme, c'est à dire pour h et k de parité différente, ce qui détermine les conditions d'extinction. Pour h et k de même parité, on distingue alors deux type de tâches de diffraction :

- les tâches fondamentales pour h, k et l de même parité, qui correspondent aux réflexions du réseau cfc, dont l'intensité est donnée par $|F_{hkl}|^2 = 4|f_{Ti} + f_{Al}|^2$,
- les tâches de surstructure, apparaissant lorsque l est de parité différente à h et k, et dont l'intensité est donnée par $|F_{hkl}|^2 = 4|f_{Ti} - f_{Al}|^2$.

Les tâches de surstructure sont du type 001, 110, 112... et traduisent la modulation de composition dans des plans perpendiculaires à la direction réciproque considérée. Ainsi, sur les clichés de diffraction, les axes de zone [110], [010] ou [100], et [112] qui contiennent ces réflexions seront différents des axes [101] ou [011], [001], et [121] ou [211], respectivement (figure 2.2).

Afin de bien différencier les directions équivalentes, nous utiliserons dorénavant la notation dissymétrique $\langle hkl \rangle$, proposée par Gilles Hug [Hug 1988].

La notation cristallographique traditionnelle utilise :

- des crochets $\langle \rangle$ pour désigner tous les vecteurs que l'on peut construire en permutant les trois indices et en prenant les opposés,
- des crochets $[\]$ pour désigner tout vecteur particulier,
- des accolades $\{ \}$ pour désigner tous les plans que l'on peut construire en permutant les trois indices et en prenant les opposés,
- des parenthèses $()$ pour désigner tout plan particulier.

En notation dissymétrique, le crochet \langle et l'accolade $\{$ se réfèrent aux deux premiers indices. La permutation de ceux-ci est autorisée. Le crochet \rangle et la parenthèse $)$ portent sur le troisième indice dont la valeur absolue est fixée.

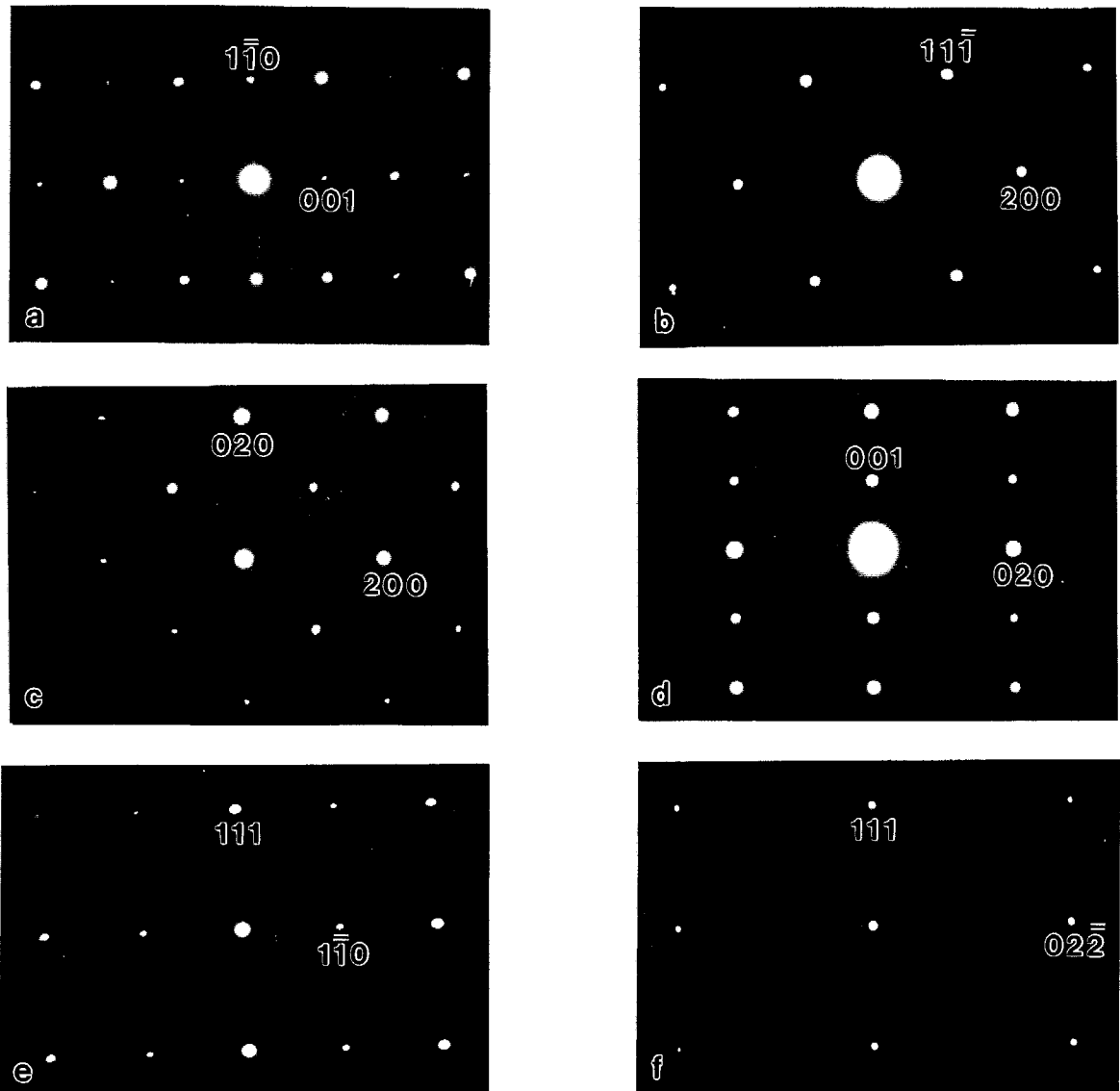
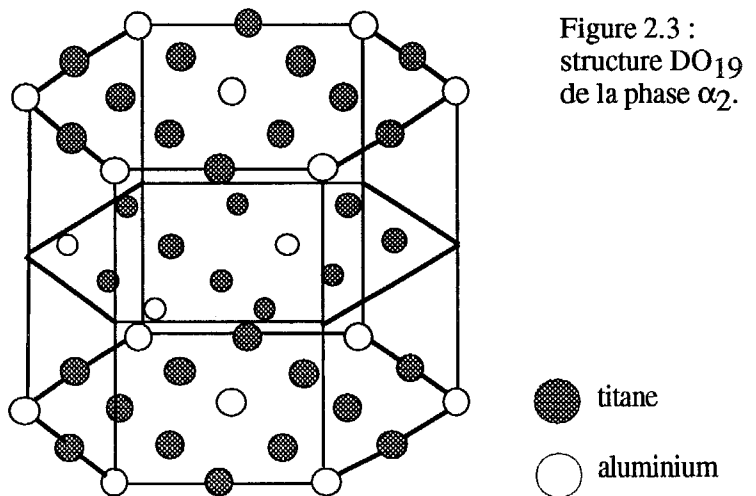


Figure 2.2 : Clichés de diffraction caractéristiques de TiAl: (a) coupe (110), (b) coupe (101) ou (011), (c) (001), (d) (100) ou (010), (e) (112), (f) (211) ou (121).

- Phase α_2 :

La phase α_2 (Ti_3Al) résulte d'une mise en ordre sur le réseau hexagonal compact (hc) de type A_3 de la phase α . La structure de la phase α_2 est donnée à la figure 2.3. Dans la notation du Strukturbericht, cette structure est hexagonale ordonnée du type DO_{19} . La maille contient 8 atomes dont 2 d'aluminium et 6 de titane,



assemblés en quatre unités hexagonales. Les plans denses (0001) ont la composition Ti_3Al , cependant que le long d'une direction normale aux plans prismatiques ($11\bar{2}0$), la structure peut être définie comme un empilement de plans alternés de titane pur et de composition $TiAl$.

Les paramètres cristallins de la phase α_2 sont reliés à ceux de la phase α par les relations suivantes : $a_{\alpha_2} = 2a_\alpha$ et $c_{\alpha_2} = c_\alpha$. Ces paramètres varient avec la composition de l'alliage ainsi qu'avec la microstructure. Les valeurs de ces paramètres sont comprises entre 0,572 et 0,576 nm pour a et 0,460 et 0,464 pour c .

Le facteur de structure F_{hkl} est donné, en indices de Miller, par l'expression :

$$F_{hkl} = [f_{Al} + f_{Ti}(e^{i\pi h} + e^{i\pi k} + e^{i\pi(h+k)})] [1 + e^{i\pi l} e^{i\pi 2/3(h+2k)}]$$

Ce facteur s'annule pour l impair et $h+2k=3n$, avec n entier, ce qui détermine les conditions d'extinction.

Pour $h+2k=3n$ et l pair, l'intensité des réflexions est donnée par l'expression $|F_{hkl}|^2 = 4|f_{Al}-f_{Ti}|^2$ pour h et k impairs ou de parité différente, et par $|F_{hkl}|^2 = 4|f_{Al}+3f_{Ti}|^2$ pour h et k pairs.

Si $h+2k \neq 3n$, l'expression va dépendre de la parité de l :

pour l impair, $|F_{hkl}|^2 = 3|f_{Al}-f_{Ti}|^2$, pour h et k impairs ou de parité différente; et $|F_{hkl}|^2 = 3|f_{Al}+3f_{Ti}|^2$ pour h et k pairs;

pour l pair, $|F_{hkl}|^2 = |f_{Al}-f_{Ti}|^2$, pour h et k impairs ou de parité différente; et $|F_{hkl}|^2 = |f_{Al}+3f_{Ti}|^2$ pour h et k pairs.

En notation à 4 indices de Miller-Bravais, ceci se traduit par des réflexions de surstructure visibles pour h, k, i et l de parité différente, alors que les réflexions fondamentales sont obtenues pour h, k, i et l de même parité.

Suivant certains axes de zones particuliers, on observe l'apparition de réflexions dont le facteur de structure est nul. Ces réflexions sont rendues visibles par l'addition vectorielle de deux réflexions existantes. Cette caractéristique constitue le phénomène de double diffraction. C'est ainsi que la réflexion 0001 donne lieu à une tâche supplémentaire dans la coupe ($11\bar{2}0$). La figure 2.4 présente les clichés de diffraction caractéristiques de la phase α_2 .

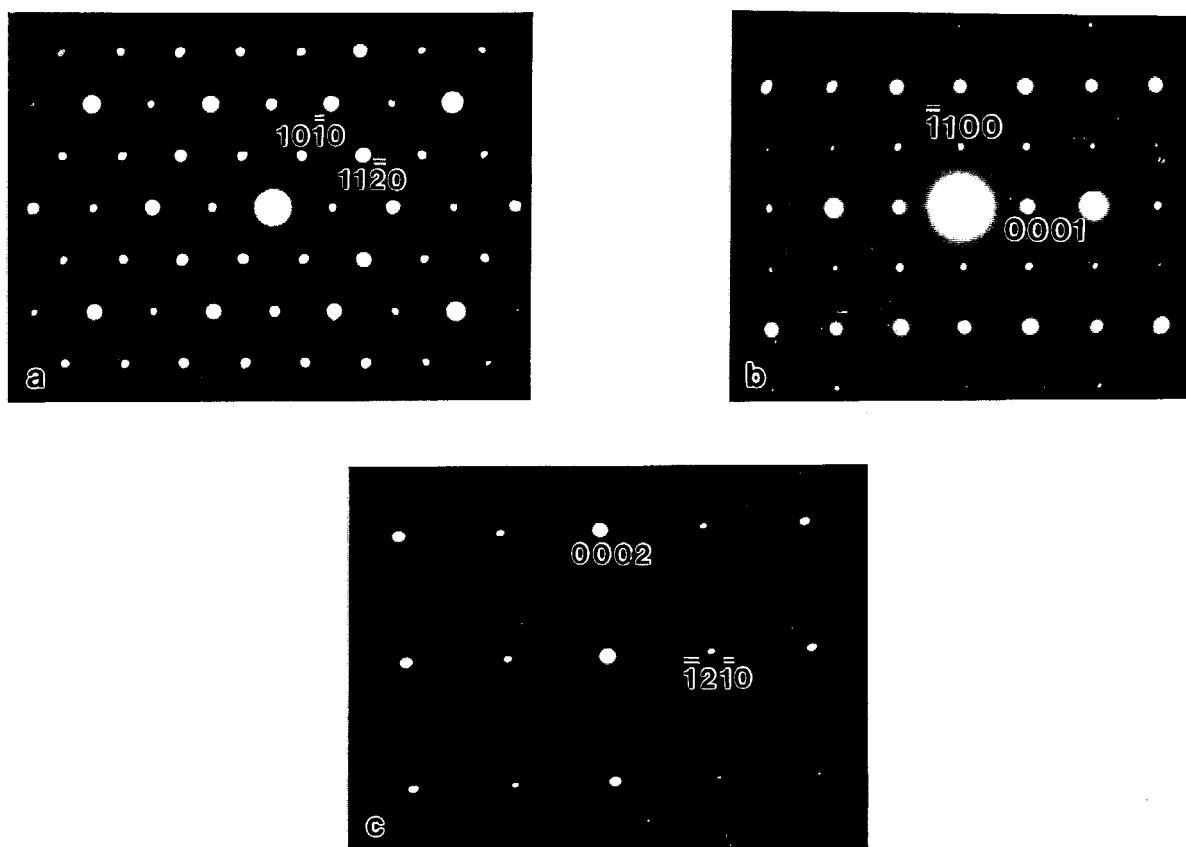


Figure 2.4 : Clichés de diffraction caractéristiques de la phase α_2 , (a) (0001), (b) ($11\bar{2}0$), (c) ($10\bar{1}0$).

II.2.3.3 - Microscopie électronique à balayage

La microscopie électronique à balayage a été utilisée essentiellement pour les examens de faciès de rupture et, dans une moindre mesure, pour l'observation des microstructures à une échelle intermédiaire entre la microscopie optique et la microscopie électronique en transmission. Dans le second cas, l'échantillon a été poli mécaniquement comme pour une observation en microscopie optique, mais non attaqué. Les observations ont alors été réalisées sous électrons rétrodiffusés permettant la visualisation d'un contraste chimique des deux phases α_2 et γ . L'appareil utilisé est un STEREOSCAN 100 CAMBRIDGE. Dans le cas particulier de l'évaluation de la fraction volumique de la phase α_2 nécessaire aux analyses de sonde atomique (cf annexe 2), l'analyse directe de l'image a pu être effectuée grâce à l'utilisation du microscope ZEISS.

II.2.4 - Méthodes d'analyse

II.2.4.1 - Analyse de la composition des lingots

Nous avons procédé à l'analyse chimique des principaux lingots pour en vérifier la composition. Les concentrations en aluminium et en éléments d'addition ont été déterminées par émission plasma. Les dosages en oxygène et en carbone ont été obtenus, respectivement, par une fusion-réduction suivie d'une chromatographie en phase gazeuse et par une fusion oxydante. Les résultats des analyses pondérales effectuées sur les principaux alliages utilisés dans cette étude sont présentés au tableau II.1. Ce tableau indique également le mode d'utilisation des différents lingots

dans la présente étude. Ces résultats, donnés en % en poids, peuvent être comparés aux concentrations en poids calculés à partir des compositions atomiques qui sont présentées au tableau II.2.

Tableau II.1: Compositions chimiques des différents lingots utilisés lors de cette étude.
A: caractérisation microstructurale, B: caractérisation mécanique.

Alliage	Al (% pds)	Cr (% pds)	Nb (% pds)	O (ppm)	C (ppm)	utilisation
Ti ₆₀ Al ₄₀	27,4			820		A
Ti ₅₇ Al ₄₃	30			800		A
Ti ₅₄ Al ₄₆ (1)	32,5			1050	169/197	A, B
Ti ₅₄ Al ₄₆ (2)	32,7			700		A, B
Ti ₅₄ Al ₄₆ (3)	32,5			650		A
Ti ₅₃ Al ₄₇	33,3			800		A
Ti ₅₂ Al ₄₈ (1)	34,2			970	172/184	A, B
Ti ₅₂ Al ₄₈ (2)	34,4			600		A, B
Ti ₅₂ Al ₄₈ (3)	34,4			760		A
Ti ₅₂ Al ₄₈ gde pureté	34,2			400	171/178	B
Ti ₅₁ Al ₄₇ Cr ₂	33,3	2,68		1200		A, B
Ti ₅₀ Al ₄₆ Cr ₂ Nb ₂	33,2	2,68	4,77	990		A, B
Ti ₄₈ Al ₄₈ Cr ₂ Nb ₂	31,3	2,65	4,67	970	202/210	A, B
Ti ₄₈ Al ₄₈ Cr ₂ Nb ₂ (30 kg)	32,8/33,5	2,38/2,53	4,82/4,98	830/1050		B

Tableau II.2 : Compositions théoriques des alliages utilisés lors de cette étude.

Alliage	Al (% pds)	Cr (% pds)	Nb (% pds)
Ti ₆₀ Al ₄₀	27,3		
Ti ₅₇ Al ₄₃	29,8		
Ti ₅₄ Al ₄₆	32,4		
Ti ₅₃ Al ₄₇	33,3		
Ti ₅₂ Al ₄₈	34,2		
Ti ₅₁ Al ₄₇ Cr ₂	33,2	2,72	
Ti ₅₀ Al ₄₆ Cr ₂ Nb ₂	31,6	2,65	4,73
Ti ₄₈ Al ₄₈ Cr ₂ Nb ₂	33,3	2,67	4,78

II.2.4.2 - Sonde atomique

Les résultats de sonde atomique présentés dans cette étude ont été réalisés par Anne Huguet et Alain Menand du laboratoire de microscopie ionique de l'Université de Rouen. Nous avons fait appel à cette technique pour deux raisons : nous voulions connaître la composition de chaque phase après certaines transformations et notamment après la croissance discontinue, pour laquelle nous avons voulu mettre en évidence la redistribution des solutés après la transformation. Par ailleurs, nous voulions savoir de manière très précise la concentration en oxygène de chaque phase afin de vérifier l'éventuelle purification de la phase majoritaire γ par la phase α_2 .

Rappelons brièvement le principe de la technique de sonde atomique. Cette technique consiste à arracher un à un les atomes d'une pointe métallique très fine en abaissant la barrière de potentiel liant l'atome à la surface par des impulsions de tension superposées à un potentiel continu appliqué à la pointe. Les atomes évaporés sont détectés sous forme d'ions n fois chargés par un spectromètre de masse couplé à la sonde. Les espèces en présence sont alors identifiées par l'expression de leur rapport Masse atomique/Charge (M/n), en fonction de leur temps de vol [Martin, Blavette et Sarrau, 1984]. Cette technique fine est donc particulièrement bien adaptées à des analyses très ponctuelles.

La découpe des échantillons nécessaires aux analyses a été réalisée par électroérosion et leur amincissement en forme de fines aiguilles a été réalisé à Rouen par le biais d'un polissage anodique dans le même électrolyte que celui utilisé pour l'amincissement des lames minces.

La méthodologie employée pour ces analyses, ainsi que les principaux résultats sont présentés à l'annexe 2.

II.2.5 - Essais mécaniques

II.2.5.1 - Essais de traction

Les essais de traction ont été réalisés essentiellement sur des éprouvettes plates de 36 mm de longueur (figure 2.5). Le choix de ce type d'éprouvette s'explique à la fois par un besoin d'économie de matière et par une plus grande facilité d'usinage.

Quelques unes de ces éprouvettes ont été usinées par fraisage à faible vitesse mais, étant donné les difficultés et la perte de matière rencontrées, la rectification a ensuite été utilisée. Une vérification de l'état de surface du matériau après rectification a été effectuée dans le but de valider ce mode d'usinage. Contrairement aux alliages de titane classiques, aucune brûlure n'a été constatée. Toutefois, pour assurer un bon état de surface, les éprouvettes ont généralement été légèrement polies aux papiers abrasifs 1200 puis 4000.

Une étude de l'influence de l'état de surface a été réalisée par le biais de la comparaison des résultats de traction obtenus sur ces éprouvettes, et des éprouvettes brutes de rectification ou polies électrolytiquement.

Pour ce dernier cas, les éprouvettes sont d'abord polies mécaniquement aux papiers abrasif 1200 puis 4000, et sont ensuite portées à -40°C , dans un bain électrolytique constitué de la solution utilisée lors de la préparation de lames minces (cf. II.2.3.2). La densité de courant nécessaire à un

polissage correct est de $4\text{mA}/\text{mm}^2$. Le courant est appliqué par cycles de 11 s toutes les 60 s, afin d'éviter toute augmentation de température du bain électrolytique. Le béccher contenant la solution constitue la cathode, l'anode étant l'éprouvette elle-même.

Une étude de l'influence de l'usinage des éprouvettes sur leurs performances mécaniques a également été effectuée. Dans ce but, quelques éprouvettes plates ont été usinées par électroérosion. Des éprouvettes cylindriques (figure 2.6) ont également été réalisées par usinage au tour puis rectification.

Ces essais ont été effectués sur des machines SCHENK ou ESCOFFIER à 20°C sous air avec une vitesse de traction de $2.10^{-4}/\text{s}$. Un extensomètre à couteaux de base 8 ou 20 mm et une amplification de l'allongement de 2000 a été utilisé de manière à obtenir une mesure précise du module de Young et surtout de la ductilité.

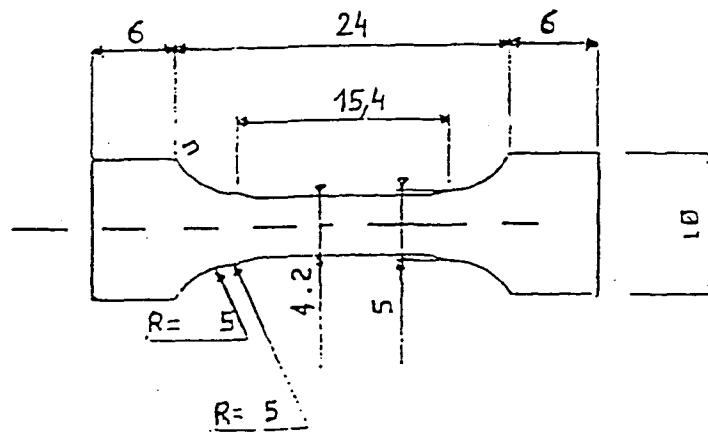


Figure 2.5 : Schéma des éprouvettes plates.

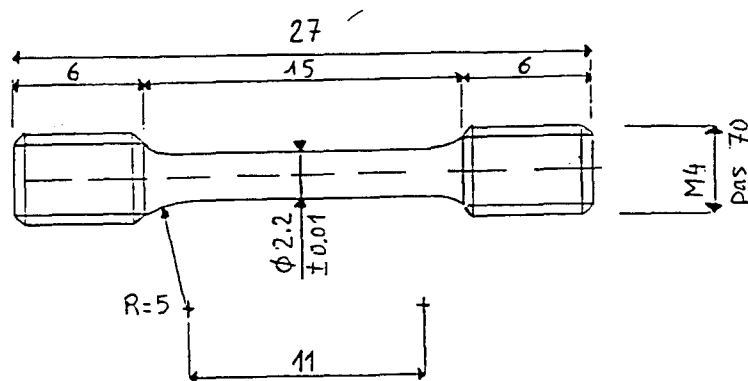


Figure 2.6 : Schéma des éprouvettes cylindriques.

II.2.5.2 - Essais de compression

Des échantillons parallélépipédiques de 3x3x6 mm ont été préparés par électroérosion. La couche d'électroérosion a été retirée de la surface de ces échantillons par un léger polissage mécanique au papier abrasif 1200.

Les essais de compression ont été effectués avec une vitesse de déformation de 10^{-4} /s, sur une machine de traction de type ADAMEL, sous un vide primaire pour les essais à 20°C et, afin de s'affranchir de tout problème éventuel d'oxydation, sous un vide secondaire pour les essais à 400, 600 800 et 950°C. Des sauts de vitesse d'un rapport 20 ont été effectués sur certains échantillons. Lors de ces essais, la vitesse de déformation $d\epsilon/dt$ est brutalement augmentée d'un facteur 20 à 1 et 3% de déformation, puis est ramenée à sa valeur initiale après 1% de déformation. De tels essais permettent de déterminer la sensibilité à la vitesse, S, définie comme la dérivée $\delta\sigma/\delta\ln(d\epsilon/dt)$. De manière approchée, elle peut être mesurée à partir des courbes de compression par $S = \Delta\sigma/\Delta\ln(d\epsilon/dt)$, où $\Delta\sigma$ est la variation instantanée de la contrainte découlement lors du saut de vitesse, et $\Delta\ln(d\epsilon/dt) = \ln(d\epsilon/dt)_2 - \ln(d\epsilon/dt)_1$.

Les essais ont généralement été arrêtés à 6% de déformation, hormis certains essais destinés à une observation en MET, qui ont été arrêtés à 3% de déformation et n'ont pas subi de saut de vitesse.

II.2.5.3 - Essais de fluage

L'étude de fluage a été réalisée en compression sur une machine ADAMEL TACV, sous un vide secondaire. La préparation des éprouvettes de fluage-compression est similaire à celle des éprouvettes de compression. La condition commune à chaque composition et chaque microstructure allie une température de 800°C à une contrainte de 160 MPa. La charge est mise après la stabilisation en température de l'échantillon.

Des essais supplémentaires, qui font varier la température, ou la contrainte, ont été effectués en vue d'une étude phénoménologique du fluage. Les conditions de ces essais sont présentées au tableau II.3.

Tableau II.3 : Liste des conditions de fluage utilisées pour l'étude phénoménologique.

	80 MPa	160 MPa	220 MPa
750°C		X	
800°C	X	X	X
900°C		X	

- Chapitre III -

Caractérisation microstructurale des alliages biphasés à base de TiAl

Le présent chapitre traite de la caractérisation microstructurale des alliages biphasés à base de TiAl. La seule considération des alliages binaires permet de présenter l'ensemble des transformations de phase rencontrées dans les alliages biphasés à base de TiAl. Sur la base des connaissances établies à partir de ces compositions binaires, l'influence des éléments d'addition ternaires et quaternaires sur le diagramme d'équilibre sera mis en évidence au paragraphe III.6.

Etant donné l'intérêt actuellement porté aux alliages biphasés à base de TiAl, des études microstructurales se sont développées conjointement à la nôtre. Nous y avons retrouvé certaines de nos observations, ce qui explique la présence de références bibliographiques, parfois nombreuses, pour chaque transformation. Ces références seront examinées de façon critique par rapport à nos propres observations et interprétations. Lors des caractérisations microstructurales détaillées, le lecteur pourra se référer à l'annexe 1, qui constitue un bref glossaire des défauts plans rencontrés dans ces structures, et de leur caractérisation.

III.1 - Chemins de solidification et états bruts d'élaboration

Avant de procéder à l'étude des transformations de phases, il est nécessaire de présenter les états bruts d'élaboration des divers alliages binaires. D'après le diagramme d'équilibre Ti-Al, la catégorie des alliages étudiés comprend, à l'état brut de solidification, un biphasage des deux phases ordonnées γ et α_2 , que la littérature présente sous la forme d'une structure lamellaire. Nos observations mettent cependant en évidence l'influence considérable de la composition sur la microstructure de l'état brut d'élaboration. Les caractéristiques microstructurales observées sur ces états bruts permettent de retracer assez fidèlement l'histoire thermique de l'alliage lors de son refroidissement après solidification. Regardons tout d'abord les prédictions du diagramme d'équilibre proposé par McCullough présenté à la figure 1.2 du chapitre I.

Si l'on considère que la solidification se fait totalement en équilibre, la phase de solidification primaire est la phase β pour les alliages contenant typiquement entre 40 et 49,5% d'Al; la phase α pour les alliages en contenant entre 49,5 et 58%; et la phase γ pour les alliages en contenant plus de 58%. Pour les compositions qui nous intéressent (typiquement inférieures à 50% d'Al), la phase de solidification primaire est donc la phase β . Cependant, au-dessus de 44,5% d'Al, les alliages subissent la réaction péritectique $L+\beta\rightarrow\alpha$ sans traverser le domaine monophasé β . Ils entrent ainsi, dès la solidification du dernier liquide dans le domaine α . Les compositions comprises entre 40 et 44,5% d'Al traversent donc successivement les domaines $L+\beta$, β , $\alpha+\beta$, α , $\alpha+\gamma$ et $\alpha_2+\gamma$. Entre 44,5 et 49,5% d'Al, les domaines traversés sont $L+\beta$, α , $\alpha+\gamma$ et $\alpha_2+\gamma$. Notons en outre que la composition de 40% d'Al est la composition eutectoïde pour laquelle la phase α se transforme

directement en $\alpha_2+\gamma$. La figure 3.1 schématise les domaines d'équilibre traversés par l'alliage de composition X au cours de son refroidissement après solidification.

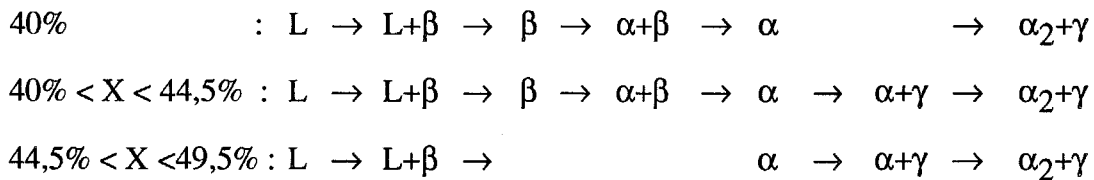


Figure 3. 1: Domaines traversés après solidification par un alliage de composition X, d'après le diagramme d'équilibre proposé par McCullough ,Valencia, Levi et Mehrabian [1989].

III.1.1 - Présentation des états bruts d'élaboration

On peut distinguer deux catégories d'alliages d'après l'aspect microstructural des états bruts d'élaboration.

III.1.1.1 - Première catégorie d'alliages: les compositions $Ti_{60}Al_{40}$ et $Ti_{57}Al_{43}$

Les alliages binaires $Ti_{60}Al_{40}$ et $Ti_{57}Al_{43}$ d'aluminium présentent à l'état brut d'élaboration une microstructure qui n'est pas sans rappeler les microstructures en vannerie caractéristiques des alliages de titane conventionnels ou celles des alliages à base de Ti_3Al [Ehrhart 1991] (Figure 3.2a): chaque grain est constitué de colonies de lattes.

Dans l'alliage $Ti_{60}Al_{40}$, l'intérieur de ces lattes semble monophasé alors qu'il présente déjà dans l'alliage $Ti_{57}Al_{43}$ la microstructure lamellaire $\alpha_2+\gamma$, caractéristique des alliages biphasés (figure 3.2b).

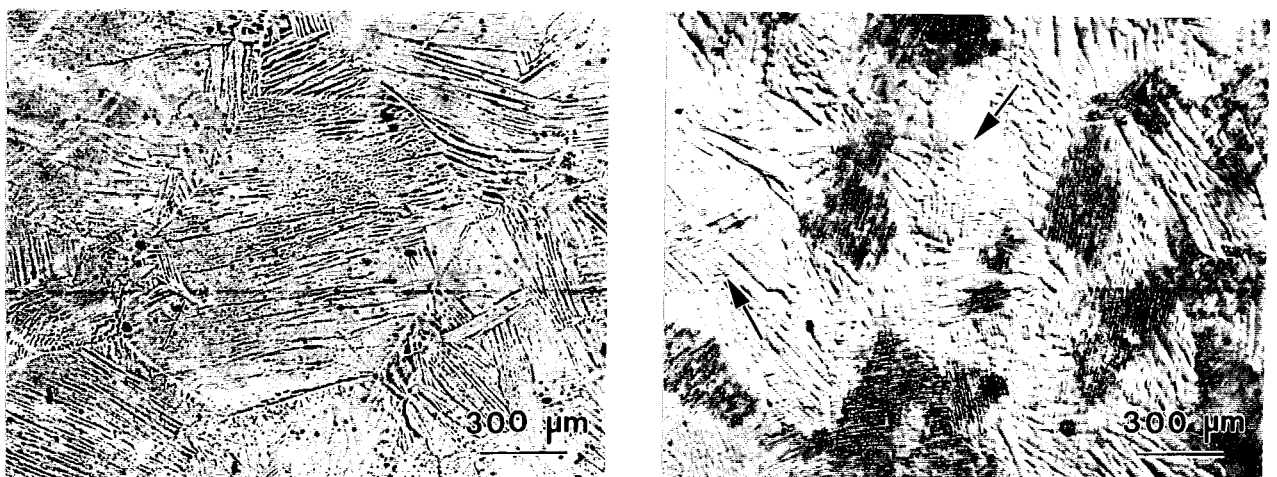


Figure 3.2 : Microstructure des états bruts d'élaboration des alliages : (a) $Ti_{60}Al_{40}$, (b) $Ti_{57}Al_{43}$. On remarque dans (b) des colonies de lattes lamellaires.

III.1.1.2 - Seconde catégorie d'alliages : les compositions $Ti_{54}Al_{46}$, $Ti_{53}Al_{47}$, et $Ti_{52}Al_{48}$

La microstructure typique des états bruts d'élaboration des alliages $Ti_{54}Al_{46}$, $Ti_{53}Al_{47}$, et $Ti_{52}Al_{48}$ se montre très différente de celle des alliages précédents.

L'essentiel de cette microstructure est constitué de grains entièrement lamellaires, dans lesquels on n'observe aucune trace de l'existence préalable de colonies de lattes telles que celles observées dans les alliages $Ti_{60}Al_{40}$ et $Ti_{57}Al_{43}$. Les lamelles d'un même grain possèdent une direction unique. Les joints de grains présentent un aspect dentelé qui est une des caractéristique de cette structure lamellaire.

Nos observations montrent, en outre, l'existence d'une phase γ de ségrégation, issue de la solidification du dernier liquide, alors fortement enrichi en aluminium. La quantité de cette phase γ de ségrégation, pratiquement absente dans l'alliage $Ti_{54}Al_{46}$, augmente avec la concentration en aluminium. La figure 3.3 montre l'évolution de la fraction volumique de phase γ de ségrégation avec le pourcentage d'aluminium.

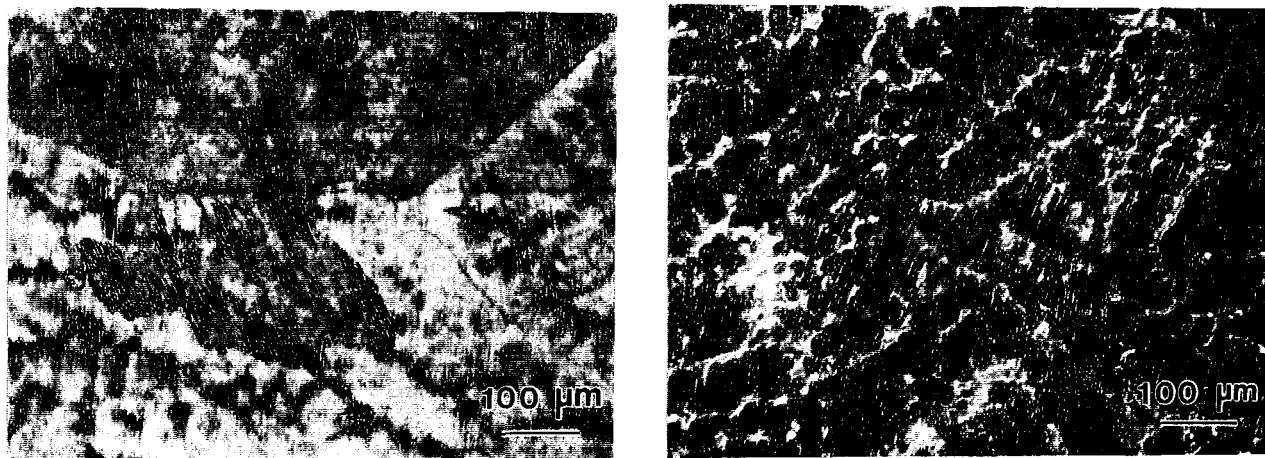


Figure 3.3 : Microstructure des états bruts d'élaboration des alliages binaires, (a) $Ti_{54}Al_{46}$. (b) $Ti_{52}Al_{48}$.

II.1.2 - Relations entre microstructures et chemins de refroidissement

Les alliages à $Ti_{60}Al_{40}$ et $Ti_{57}Al_{43}$ sont, parmi l'ensemble des alliages binaires étudiés, les seuls à traverser le domaine monophasé β . Il existe donc, pour ces deux alliages, un état monophasé β . Cette phase β est ensuite transformée en phase α lors de la traversée du domaine $\alpha+\beta$.

Si l'on se réfère au cas des alliages de titane conventionnels, la transformation $\beta \rightarrow \alpha$ se produit par la germination et la croissance de la phase α à l'intérieur des grains β . La phase α , de structure hexagonale compacte (hc), et la phase β , de structure cubique centrée (cc), possèdent la relation d'orientation de Burgers: $\{0001\}_{\alpha} // \{1\bar{1}0\}_{\beta}$ et $\langle 11\bar{2}0 \rangle_{\alpha} // \langle 111 \rangle_{\beta}$. L'unique plan de base (0001) de la structure hc pourra correspondre à l'un des six plans $\{1\bar{1}0\}$ de la structure cc. En outre, l'une des trois directions $\langle 11\bar{2}0 \rangle$, équivalentes dans la structure hc, pourra être parallèle à l'un des deux axes $\langle 111 \rangle$, indépendants dans chacun des plans $\{1\bar{1}0\}$ de la phase cc. Ainsi, la transformation $\beta \rightarrow \alpha$ donne lieu à 12 orientations possibles de la phase α à partir d'un monocristal de phase β . Cette

transformation se traduit par la formation de colonies de lattes α dans la matrice β . La phase α de chaque colonie possède l'une des 12 orientations définies à partir de la relation de Burgers.

L'extension d'une telle transformation aux compositions $Ti_{60}Al_{40}$ et $Ti_{57}Al_{43}$ permet d'expliquer l'observation des colonies dans chaque grain. Notons que le contraste observé entre les différentes lattes n'est pas ici une preuve de la présence de phase β résiduelle, mais, comme nous l'ont montré les observations faites en MET, simplement la traduction d'une légère désorientation entre les lattes d'une même colonie.

Pour les alliages $Ti_{54}Al_{46}$, $Ti_{53}Al_{47}$ et $Ti_{52}Al_{48}$, la transformation totale de β en α se produit dès la fin de la solidification. De plus, l'ensemble des compositions traverse le domaine monophasé α à des températures élevées, de l'ordre de 1450°C. On peut donc considérer que le premier état microstructural de ces alliages est constitué de grains monophasés α .

La décomposition de la phase α se traduit ensuite par la formation d'une structure lamellaire biphasée, dans laquelle les interfaces entre les deux phases ordonnées sont les plans (0001) de α_2 , et {111} de γ (cf § I.1.1.2). Cette structure lamellaire est particulièrement visible sur les états bruts des alliages $Ti_{54}Al_{46}$, $Ti_{53}Al_{47}$ et $Ti_{52}Al_{48}$. Sa séquence de formation constitue l'objet du § III.2.1, et nous n'entrerons donc pas ici dans le détail de cette transformation.

L'alliage à $Ti_{60}Al_{40}$, de composition "eutectoïde", doit théoriquement subir une transformation directe de α en $\alpha_2 + \gamma$ et présenter une structure lamellaire. Le diagramme de phase indique cependant que la fraction volumique de la phase γ est très faible pour la composition de 40%, ce qui explique que l'intérieur des lattes soit essentiellement monophasé pour cet alliage.

Le cas de l'alliage à 43% d'aluminium est légèrement différent. En premier lieu, la composition de cet alliage traverse le domaine biphasé $\alpha + \gamma$ avant d'entrer dans le domaine biphasé des deux phases ordonnées α_2 et γ . En second lieu, cet alliage présente une fraction volumique théorique de phase γ plus importante que l'alliage précédent. Ces deux conditions expliquent l'observation de la structure lamellaire à l'intérieur des lattes.

La relation d'orientation de Burgers donne lieu à 6 orientations possibles du plan de base de la phase α dans un grain β . Les plans de base de la phase α restent invariants lors de la transformation $\alpha \rightarrow \alpha_2$. L'observation des interfaces lamellaires α_2/γ permet donc d'identifier l'orientation du plan de base de la phase α avant la transformation $\alpha \rightarrow \alpha_2 + \gamma$. Il est important de noter que l'orientation des lamelles reste inchangée entre les lattes d'une même colonie, mais peut être modifiée entre deux colonies. Ceci est visible sur la figure 3.2. La similitude dans l'orientation des lamelles d'une latte à l'autre d'une même colonie est donc bien la preuve d'une orientation unique de la phase α dans une colonie.

Nous voyons donc que les microstructures des états bruts d'élaboration des alliages binaires montrent un accord parfait avec les prédictions du diagramme d'équilibre de McCullough, Valencia, Levi et Mehrabian [1989]. Il résulte, en premier lieu, que la traversée du domaine monophasé β joue un rôle prépondérant sur la microstructure finale. Deux catégories de microstructures sont ainsi obtenues à l'état brut d'élaboration, selon que la composition de l'alliage traverse ou non ce domaine β . En second lieu, la microstructure caractéristique des alliages biphasés à base de TiAl contenant plus de 43% d'aluminium est la microstructure lamellaire.

III.2 - Structure lamellaire

La structure lamellaire, observée dès les états bruts d'élaboration dans les principaux alliages biphasés, constitue également la microstructure majoritaire des états bruts des alliages ternaires ou plus complexes, faiblement modifiés. Alors qu'il est communément admis que cette structure biphasée particulière provient de la décomposition de la phase α , la nature même de la transformation est restée indéterminée, essentiellement à cause d'un diagramme de phase longtemps controversé. En 1980, Martin, Lipsitt, Nuhfer et Williams [1980] proposent une réaction péritectoïde entre α , α_2 et γ , alors qu'en 1988, Jones, Shull, McAlister et Kaufman [1988] restent incapables de déterminer si la nature de la réaction est péritectoïde ou eutectoïde. Les connaissances sur la formation de cette structure sont, jusqu'alors, essentiellement limitées à l'étude du diagramme d'équilibre. L'information la plus importante vient de Blackburn, qui, dès 1970, a montré, dans un alliage de composition eutectoïde, que la phase α s'ordonne en α_2 avant de donner lieu à la formation de lamelles de phase γ d'une extrême régularité [Blackburn 1970].

Cette séquence de formation, déterminée sur des alliages de composition eutectoïde, a été généralisée, jusqu'en 1990, aux alliages plus riches en aluminium. En effet, il est reporté, sans vérification expérimentale, que la formation de la phase γ dans le domaine $\alpha+\gamma$ est extrêmement lente, et que la formation de la structure lamellaire débute après la mise en ordre de la phase α [Kim 1989, 1990].

Dans tout système d'alliage, la compréhension des modifications microstructurales nécessite une connaissance approfondie de la séquence de formation de la microstructure des états bruts d'élaboration. Dans ce contexte, il nous a paru nécessaire de procéder à une étude de la séquence de formation de la structure lamellaire spécifique aux alliages biphasés contenant plus de 40% d'aluminium.

Nous nous limiterons, dans ce paragraphe, à l'étude de la séquence de formation de la structure lamellaire et à la présentation de ses caractéristiques microstructurales. Le détail de son mécanisme de formation sera discuté au chapitre IV, consacré à l'ensemble des mécanismes relatifs aux transformations de phase observées dans les alliages biphasés à base de TiAl.

III.2.1 - Séquence de formation

La séquence de formation de la structure lamellaire a été étudiée sur un alliage binaire dont la composition est située dans le milieu des domaines biphasés $\alpha+\gamma$ et $\alpha_2+\gamma$: le $\text{Ti}_{54}\text{Al}_{46}$. Deux traitements types ont été déterminés afin de satisfaire aux deux questions suivantes :

- (1) la formation de la phase γ sous forme lamellaire se produit-elle, dans cet alliage comme dans le cas de l'alliage de composition eutectoïde, suivant la réaction $\alpha \rightarrow \alpha_2 \rightarrow \alpha_2 + \gamma$?
- (2) comment se fait la formation de la phase γ dans le domaine $\alpha+\gamma$?

III.2.1.1 - Vérification de la séquence de formation $\alpha \rightarrow \alpha_2 \rightarrow \alpha_2 + \gamma$

Le premier traitement consiste en une mise en solution dans le domaine monophasé α suivie d'une trempe à l'huile.

L'observation en microscopie optique de l'échantillon après ce traitement montre une structure essentiellement constituée de grains monophasés de taille moyenne de 3 mm. Une telle taille résulte des traitements effectués dans le domaine de mise en solution α , qui conduisent à une croissance rapide des grains. Quelques fines lamelles peuvent être observées au niveau des joints de grains ou des points triples, comme le montre la figure 3.4a.

L'étude du même échantillon au MET (figure 3.4b) montre la présence de nombreux parois d'antiphase dans la matrice de phase α_2 . Ces défauts traduisent une mise en ordre instantanée de la phase α au cours de la trempe. Les parois d'antiphase sont coupées par quelques fines lamelles de phase γ , dispersées dans la matrice (figure 3.4c).

La formation de ces lamelles s'est donc produite après la mise en ordre de α en α_2 . La séquence de formation de la structure lamellaire est donc : $\alpha \rightarrow \alpha_2 \rightarrow \alpha_2 + \gamma$. Un maintien supplémentaire du même échantillon dans le domaine $\alpha_2 + \gamma$ (à 1000°C) confirme cette séquence de formation, puisque l'intérieur des grains après le traitement est entièrement lamellaire (figure 3.4d).

III.2.1.2 - Etude de la formation de la phase γ dans le domaine $\alpha + \gamma$

Le second traitement, destiné à étudier le mode de formation de la phase γ dans le domaine $\alpha + \gamma$, est le suivant : après une mise en solution dans le domaine α , l'échantillon est refroidi assez lentement ($V \approx 0,5^\circ\text{C}/\text{mn}$) jusqu'à une température située dans le milieu du domaine $\alpha + \gamma$ (1230°C). L'échantillon est alors maintenu pendant 72 heures à cette température avant une trempe à l'huile.

L'observation de l'échantillon en microscopie optique montre une structure entièrement lamellaire (figure 3.5a). Les lamelles α_2 et γ , très épaisses, sont contenues dans des grains de taille moyenne de 4 mm. Les lamelles de phase α_2 sont facilement reconnaissables grâce à la présence de nombreuses parois d'antiphase qui traduisent la mise en ordre instantanée de la phase α lors de la trempe (figure 3.5b).

La présence de ces parois, contenues dans d'épaisses lamelles de phase α_2 , d'une part, et l'existence d'épaisses lamelles de phase γ , d'autre part, laissent supposer une séquence de formation de ces lamelles comme suit : $\alpha \rightarrow \alpha + \gamma \rightarrow \alpha_2 + \gamma$.

III.2.1.3 - Synthèse des résultats

Les résultats précédents indiquent que la structure lamellaire observée sur les alliages biphasés à base de TiAl peut se former suivant l'une des deux réactions : (1) $\alpha \rightarrow \alpha_2 \rightarrow \alpha_2 + \gamma$, ou (2) $\alpha \rightarrow \alpha + \gamma \rightarrow \alpha_2 + \gamma$. Pour la composition eutectoïde, seule la première réaction est observée, à cause du passage direct de l'alliage du domaine monophasé α au domaine biphasé $\alpha_2 + \gamma$. Dans les alliages plus riches en aluminium, la composition est telle que les alliages traversent le domaine $\alpha + \gamma$ avant d'entrer dans le domaine d'équilibre des deux phases ordonnées $\alpha_2 + \gamma$. Pour ces compositions, la

formation de la structure lamellaire peut se faire indifféremment dans les deux domaines biphasés $\alpha+\gamma$ et $\alpha_2+\gamma$, suivant les réactions (1) ou (2). Lors d'un refroidissement relativement lent, on peut supposer que la formation de la structure lamellaire débute dans le domaine $\alpha+\gamma$ et se continue jusque dans le domaine $\alpha_2+\gamma$. En outre, la formation de la structure lamellaire peut être ralentie, ou inhibée, pour les compositions les moins riches en aluminium ($\text{Ti}_{60}\text{Al}_{40}$, $\text{Ti}_{57}\text{Al}_{43}$), car la température de transus $\alpha/\alpha+\gamma$ y est relativement basse et la fraction volumique finale de phase γ y reste faible.

Le mécanisme exact de la formation de la structure lamellaire peut être approché par une étude approfondie des caractéristiques cristallographiques et morphologiques des phases γ et α_2 présentes dans cette structure. Ces résultats constituent le sujet du paragraphe suivant. Le détail du mécanisme de la formation de la structure lamellaire fera l'objet du prochain chapitre.

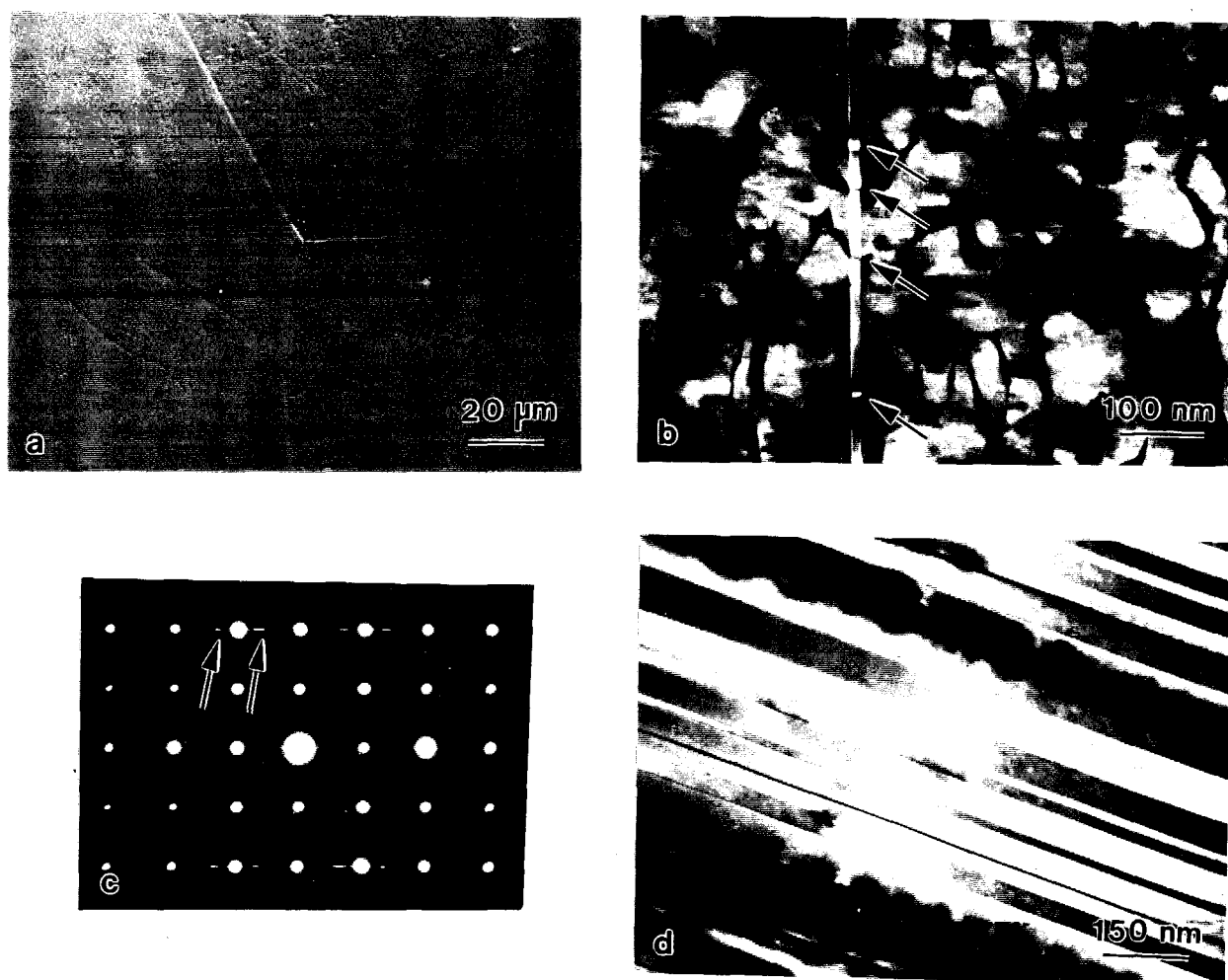


Figure 3.4: Observation de l'échantillon $\text{Ti}_{54}\text{Al}_{46}$ trempé à partir du domaine monophasé α : (a) en microscopie optique, (b) en MET. Le diagramme de diffraction électronique en (c) est une coupe $(11\bar{2}0)$ de α_2 contenant des tâches supplémentaires provenant de la coupe $(1\bar{1}0)$ phase γ . (d) un maintien supplémentaire dans le domaine $\alpha_2+\gamma$ provoque la formation de la structure lamellaire dans tout l'échantillon.

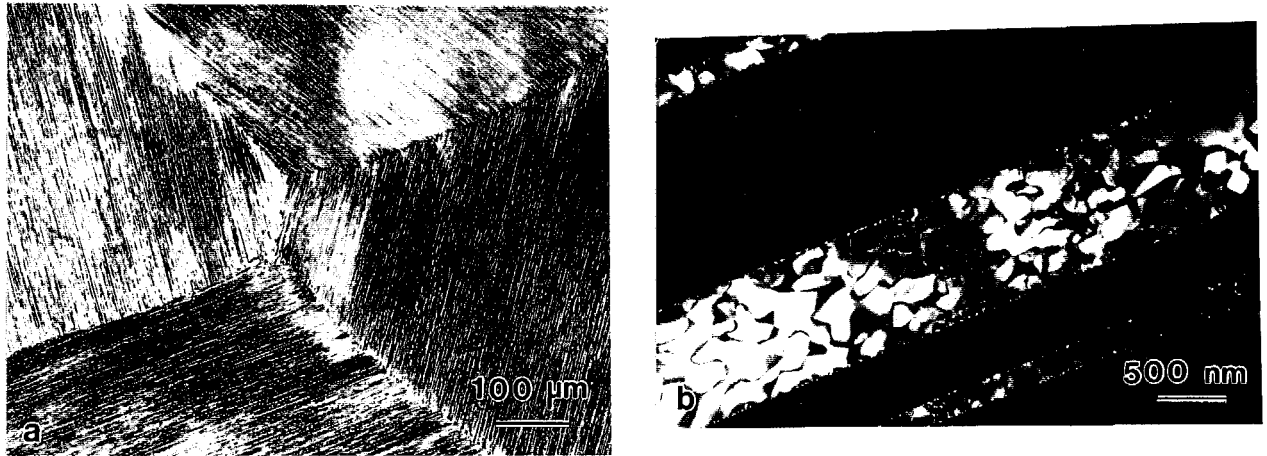


Figure 3.5 : Observation de l'alliage refroidi à partir du domaine α jusqu'à 1230°C et maintenu 72 heures avant la trempe, (a) en microscopie optique, (b) en MET. La phase α_2 montre de nombreuses parois d'antiphase, alors que les lamelles de phase γ sont bien développées.

III.2.2 - Caractéristiques cristallographiques et morphologiques de la structure lamellaire

Ces caractéristiques se résument en trois points principaux :

- (1) les phases γ et α_2 de la structure lamellaire possèdent une relation d'orientation, dans laquelle les plans denses et les directions denses de chaque phase sont parallèles,
- (2) on remarque fréquemment la présence de deux ou plusieurs lamelles γ accolées, les interfaces entre lamelles sont donc du type γ/γ , ou α_2/γ ,
- (3) chaque lamelle γ est scindée en petits domaines.

Ce sont ces caractéristiques essentielles que nous allons désormais détailler.

III.2.2.1 - Relations d'orientation entre les phases α_2 et γ

Quelque soit la séquence de formation de la structure lamellaire, les lamelles des deux phases α_2 et γ possèdent la même relation d'orientation :

$$(0001)_{\alpha_2} // \{111\}_{\gamma} \text{ et } \langle 11\bar{2}0 \rangle_{\alpha_2} // \langle 1\bar{1}0 \rangle_{\gamma} \quad (1)$$

La détermination du plan d'interface entre les deux phases confirme l'observation de Blackburn : Il s'agit des plans (0001) de α_2 et des plans du type {111} de γ . La figure 3.6 nous montre le cliché de diffraction obtenu en mettant les interfaces entre lamelles parallèles au faisceau d'électrons et en sélectionnant un ensemble de lamelles. Notons que, puisque ces lamelles proviennent de la décomposition de la phase α , et du fait de l'unicité du plan de base dans la structure hexagonale, seule une direction de lamelles peut être observée dans un grain initialement monophasé α .

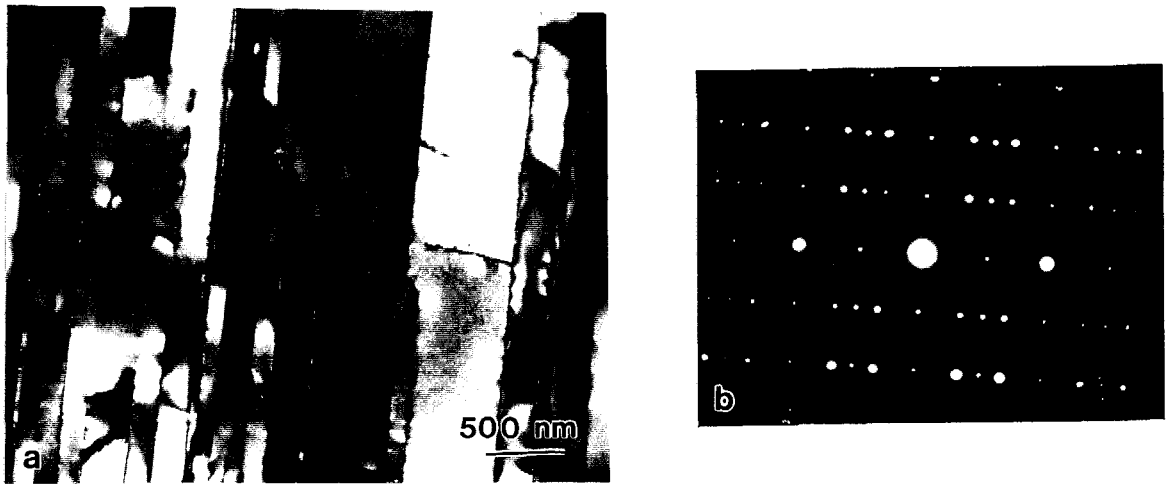


Figure 3.6 : Détermination du plan d'interface entre les phases α_2 et γ de la structure lamellaire: (a) champs clair, les interfaces entre lamelles sont parallèles au faisceau d'électrons, (b) diagramme de diffraction correspondant, constitué d'une superposition des coupes $(11\bar{2}0)$ de α_2 et de coupes de γ du type $(1\bar{1}0)$. Les indices du plan d'interface sont donnés par la direction du réseau réciproque perpendiculaire à ce plan. Il s'agit donc d'un plan du type $\{111\}$ ou (0001) .

Dans un plan du type $\{111\}$, il existe six directions du type $\langle 1\bar{1}0 \rangle$. Par conséquent, la relation (1) donne lieu à six orientations possibles des directions du type $\langle 1\bar{1}0 \rangle$ par rapport à une direction $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ fixée, tel que l'indique la projection stéréographique de la figure 3.7.

Cependant, dans la structure $L1_0$ de la phase γ , les directions $\langle 1\bar{1}0 \rangle$ ne sont pas équivalentes aux directions $\langle 10\bar{1} \rangle$ et $\langle 0\bar{1}1 \rangle$, alors que les trois axes $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ sont équivalents dans la structure DO_{19} de la phase α_2 . Ceci peut être mis simplement en évidence en considérant l'arrangement atomique dans un plan du type $\{111\}$ de γ et dans le plan (0001) de α_2 (figure 3.8).

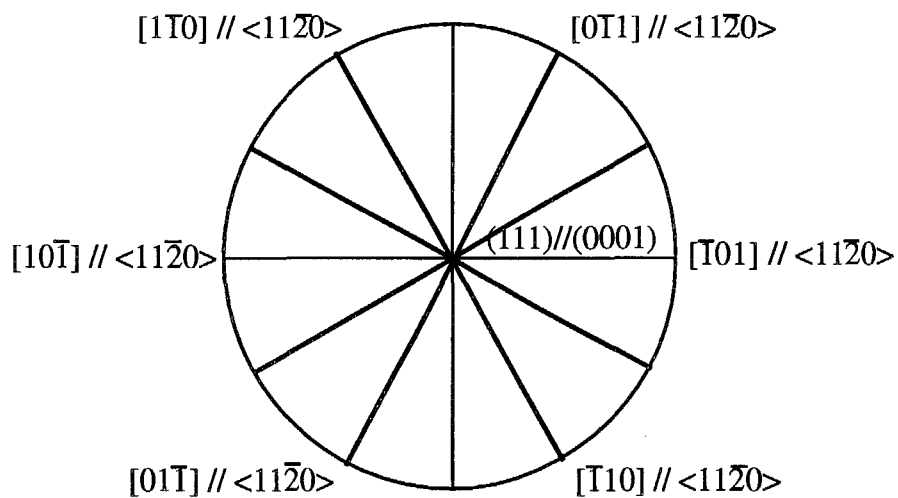


Figure 3.7 : Projection stéréographique de centre $\langle 111 \rangle$ présentant l'ensemble des relations possibles entre la phase γ et la phase α_2 de la structure lamellaire, d'après Yang et Wu [1990].

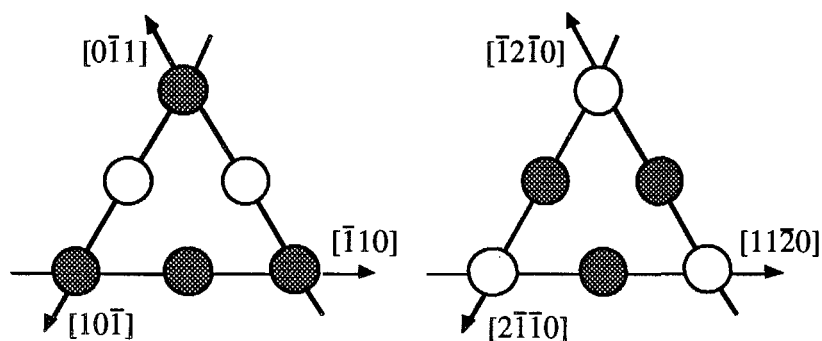


Figure 3.8 : Arrangement atomique dans les plans du type $\{111\}$ de γ et (0001) de α_2 . Nous voyons que les trois directions $\langle 1\bar{1}0 \rangle$ ne sont pas équivalentes dans γ , alors que les trois directions $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ sont toutes équivalentes dans α_2 .

Comme nous l'avons vu au § II.2.3.2.1, les diagrammes de diffraction d'axe de zone $\langle 1\bar{1}0 \rangle$ et $\langle \bar{1}01 \rangle$ sont différents, alors que les diagrammes de diffraction d'axe de zone $\langle \bar{1}01 \rangle$ et $\langle 0\bar{1}1 \rangle$ d'une part, et $\langle 10\bar{1} \rangle$ et $\langle 0\bar{1}1 \rangle$ d'autre part sont similaires, et ne peuvent donc pas être différenciés par diffraction. Quatre des six orientations peuvent donc être mises en évidence par diffraction d'aire sélectionnée : $(0001) // \{111\}$ et $\langle 11\bar{2}0 \rangle // \langle 1\bar{1}0 \rangle$, ou $\langle 11\bar{2}0 \rangle // \langle \bar{1}01 \rangle$, ou $\langle 11\bar{2}0 \rangle // \langle \bar{1}10 \rangle$, ou $\langle 11\bar{2}0 \rangle // \langle 10\bar{1} \rangle$. La figure 3.9 présente ces quatre diagrammes de diffraction, obtenus en sélectionnant un domaine γ et la phase α_2 adjacente. La superposition de ces quatre diagrammes de diffraction constitue le diagramme de la figure 3.6.

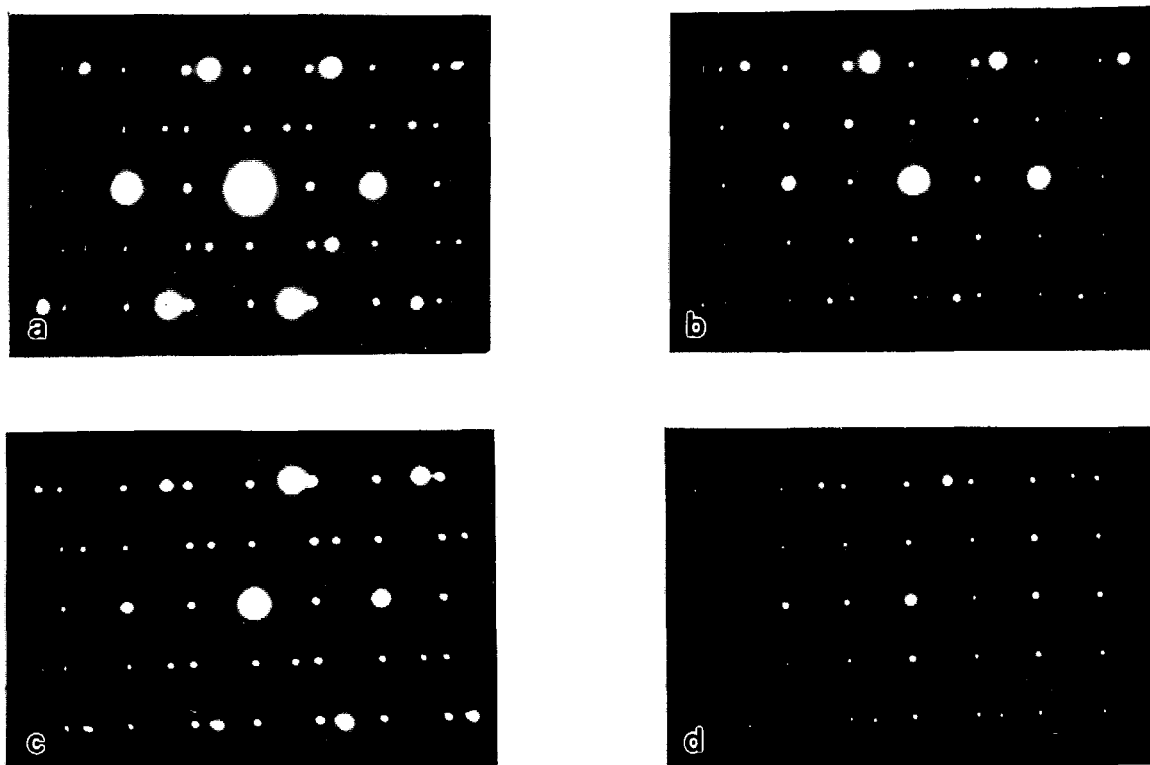


Figure 3.9 : Présentation des quatre types de diagrammes de diffraction obtenus en sélectionnant un domaine γ et la phase α_2 , (a) $(0001) // \{111\}$ et $\langle 11\bar{2}0 \rangle // \langle 1\bar{1}0 \rangle$, (b) $(0001) // \{111\}$ et $\langle 11\bar{2}0 \rangle // \langle \bar{1}01 \rangle$, (c) $(0001) // \{111\}$ et $\langle 11\bar{2}0 \rangle // \langle \bar{1}10 \rangle$, (d) $(0001) // \{111\}$ et $\langle 11\bar{2}0 \rangle // \langle 10\bar{1} \rangle$.

III.2.2.2 - Relations d'orientation entre les domaines γ

L'existence de lamelles γ accolées et le morcellement de chacune d'entre elles en domaines ordonnés va donner naissance à des relations d'orientations particulières entre deux domaines γ . Ces relations d'orientation se déduisent simplement des six relations d'orientation observées entre la phase α_2 et la phase γ .

Il existe un plan du type $\{111\}$ commun à chaque domaine γ de la structure lamellaire. Dans ce plan, les axes $\langle 1\bar{1}0 \rangle$ appartenant à chaque domaine sont deux à deux parallèles. Les relations d'orientation entre deux domaines γ peuvent être référencées comme suit :

(1) $\langle 1\bar{1}0 \rangle // \langle 1\bar{1}0 \rangle$,

(2) $\langle 1\bar{1}0 \rangle // \langle \bar{1}01 \rangle$,

(3) $\langle 1\bar{1}0 \rangle // \langle 01\bar{1} \rangle$,

(4) $\langle 1\bar{1}0 \rangle // \langle \bar{1}10 \rangle$,

(5) $\langle 1\bar{1}0 \rangle // \langle 10\bar{1} \rangle$,

(6) $\langle 1\bar{1}0 \rangle // \langle 0\bar{1}1 \rangle$.

Une considération en trois dimensions de ces relations d'orientation montre que chacun de ces domaines présente une des deux séquences d'empilement de la structure cfc, c'est à dire ABC... ou ACB... . On peut donc classifier les relations entre domaines γ en deux catégories, selon que la séquence d'empilement est identique (relations (1), (2) et (3)), ou opposée (relations (4), (5) et (6)) entre les deux domaines.

Deux domaines possédant des séquences d'empilement identiques peuvent être:

- en accord parfait ou en relation d'antiphase (relation (1)),
- en relation de domaines d'ordre (relations (2) et (3)).

Nous utilisons ici la terminologie employée lors de l'étude des alliages biphasés à base de TiAl. D'une manière plus générale, les domaines qui présentent la relation de domaine d'ordre sont des variantes d'orientation telles que celles présentées en annexe 1. On distingue deux catégories de variantes d'orientation, selon que la séquence d'empilement dans les domaines est ABC... ou ACB... [Yang et Wu 1991]. La figure 3.10 met en évidence ces deux catégories.

Lorsque la séquence d'empilement des plans (111) est différente entre les deux domaines, alors les deux domaines sont:

- en relation de macle (relation (4)),
- en relation de pseudo-macle (relations (5) et (6)). La relation de pseudo-macle se déduit de la composition des relations de macle et de domaine d'ordre.

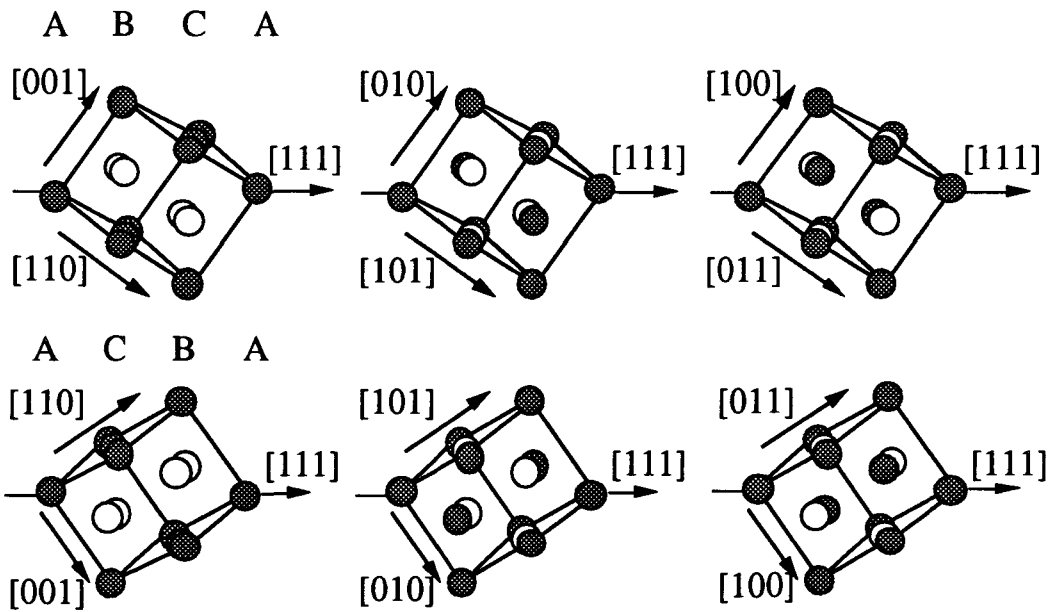


Figure 3.10 : Arrangements atomiques et séquences d'empilement dans les six domaines d'ordre de la structure lamellaire (d'après Yang et Wu [1991]).

Notons que les relations de macle et de pseudo-macle peuvent s'écrire $(111) \langle 11\bar{2} \rangle$. Cette relation constitue la relation de macle mécanique observée dans les alliages de structure cfc. Cependant, dans la structure $L1_0$, des considérations de symétrie impliquent que seule la relation $(111) \langle 11\bar{2} \rangle$ est autorisée. Les relations $(111) \langle 1\bar{2}1 \rangle$ constituent la relation dites de macle interdite. Ces relations ne peuvent pas être observées par déformation mécanique. Les domaines en relation de macle appartiennent à la première catégorie de macles, alors que les domaines en relation de pseudo-macle appartiennent à la seconde.

Les relations de domaine d'ordre, de macle et de pseudo-macle peuvent être mises en évidence à partir du cliché type de la figure 3.6, sur lequel les quatre orientations de la phase γ sont différenciées simplement par champ sombre en sélectionnant la réflexion de surstructure 001 et la réflexion fondamentale 002 de chaque coupe $(1\bar{1}0)$.

III.2.2.2.1 - Relations d'orientation entre domaines d'une même lamelle

La séquence d'empilement ABC ou ACB des plans $\{111\}$ n'est jamais modifiée à l'intérieur d'une même lamelle. Cependant, la relation d'antiphase n'est jamais observée et les domaines montrent uniquement la relation de domaine d'ordre. Ces observations sont en accord avec celles réalisées par Feng, Michel et Crowe [1990], Yang et Wu [1990, 1991, 1992], Yamaguchi et Umakoshi [1990], et Kikuchi et Yamabe [1991].

III.2.2.2.2 - Relations d'orientation entre domaines de deux lamelles voisines

Trois relations sont observées entre les domaines de deux lamelles adjacentes : relations de domaine d'ordre, de macle, et de pseudo-macle. Comme dans le cas précédent, la relation d'antiphase n'a jamais été observée.

La détermination des relations entre lamelles adjacentes a suscité de nombreuses controverses. Feng, Michel et Crowe [1990] ainsi que l'équipe de Yamaguchi [Yamaguchi et Umakoshi 1990; Inui, Oh, Nakamura et Yamaguchi 1992] ont constaté la présence quasi-obligatoire d'une lamelle de α_2 entre deux lamelles γ , notamment dans les cas où celles-ci sont en position de pseudo-macle ou de variante d'orientation.

Yang et Wu [1990] affirment que la présence d'une lamelle α_2 n'est pas obligatoire, mais en revanche, leurs observations ont montré que les lamelles adjacentes sont toujours en relation de macle ou de pseudo-macle, c'est à dire que la rencontre de deux lamelles se fait pour des séquences d'empilement différentes. L'explication donnée à de telles observations est que la contrainte occasionnée lors de la précipitation de la phase γ est accommodée par la précipitation d'une lamelle d'un type d'empilement différent.

Kikuchi et Yamabe [1991] restent moins catégoriques quant à l'observation d'une sélection systématique de relations d'orientation entre deux lamelles voisines. Les différentes lamelles s'initient au hasard dans la matrice α_2 et selon eux, la croissance des lamelles peut être suffisante pour supprimer la présence de phase α_2 entre deux lamelles, quelles que soient leurs orientations respectives.

Nos propres observations, effectuées essentiellement sur les alliages $Ti_{54}Al_{46}$ et $Ti_{52}Al_{48}$, montrent plus fréquemment des relations de macle ou de pseudo-macle entre les domaines de deux lamelles voisines. L'observation de quelques domaines d'ordre présentant une paroi d'accolement parallèle aux interfaces lamellaires (figure 3.12b) laisse supposer que la rencontre de deux lamelles en relation de domaine d'ordre peut être suivie de leur fusion en une lamelle unique. La fréquence des rencontres entre deux lamelles γ varie avec la composition de l'alliage. Peu observées pour les compositions inférieures à 46% d'aluminium, ces rencontres deviennent plus fréquentes lorsque la concentration en aluminium augmente. La présence de lamelles α_2 entre deux lamelles γ sera en conséquence plus fréquente sur les alliages les moins riches en aluminium.

La composition nominale de l'alliage et les conditions de formation de la structure lamellaire semblent donc jouer un rôle non négligeable sur les caractéristiques observées. On remarque également que l'épaisseur des lamelles augmente avec la concentration en aluminium.

Les caractéristiques générales observées entre les domaines γ de la structure lamellaire sont schématisées à la figure 3.11.

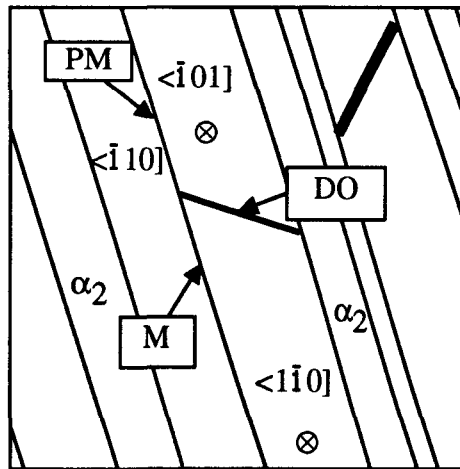


Figure 3.11 : Schématisation de la structure lamellaire (M : paroi de macle, PM : paroi de pseudo-macle, DO : paroi de domaine d'ordre)

III.2.2.3 - Etude des interfaces présentes dans la structure lamellaire

Nous avons vu au § III.2.2.1 que les interfaces entre les deux phases α_2 et γ de la structure lamellaire sont les plans (0001) de α_2 et (111) de γ . On observe parfois de légers décrochements, mais en général, l'aspect de ces interfaces au microscope électronique conventionnel est particulièrement régulier.

Les parois entre deux domaines γ relèvent théoriquement de quatre catégories : les parois d'antiphase ou de domaine d'ordre lorsque les domaines possèdent la même séquence d'empilement; les parois de macle ou de pseudo-macle, lorsque les domaines possèdent des séquences d'empilement différentes.

III.2.2.3.1 - Les parois d'antiphase

L'existence de parois d'antiphase dans la structure lamellaire n'a jamais été démontrée, puisque la relation d'antiphase entre deux domaines γ n'a jamais été observée.

III.2.2.3.2 - Les parois de domaines d'ordre

Lorsque les domaines appartiennent à deux lamelles adjacentes, le plan (111) commun aux deux domaines constitue la paroi de domaine d'ordre. Lorsque les domaines appartiennent à la même lamelle, l'interface ne présente alors pas d'orientation privilégiée. Cette interface est généralement courbée (figure 3.12a). Le plan (111) peut en constituer la partie principale (figure 3.12b).

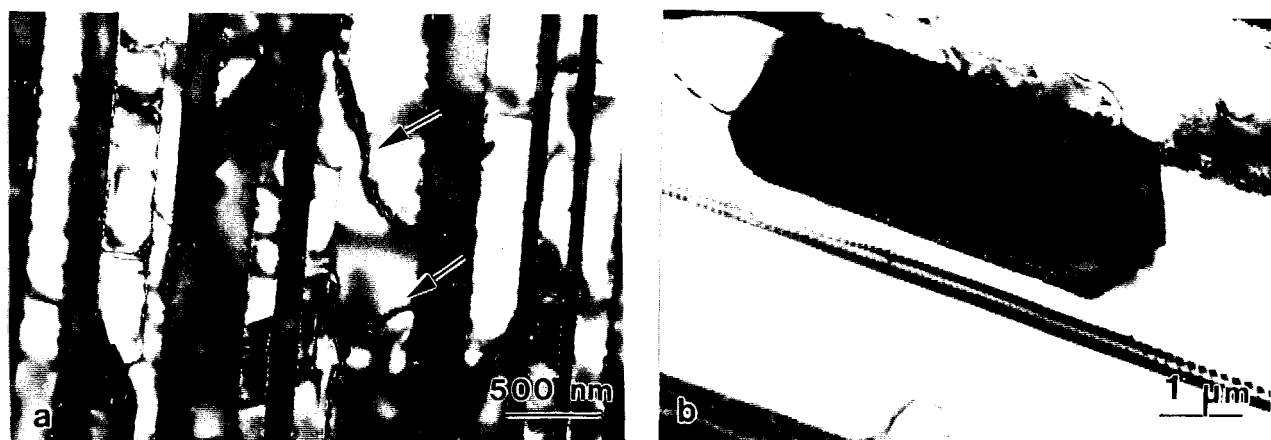


Figure 3.12: exemples de domaines d'ordre dans une lamelle γ : (a) les interfaces entre les deux domaines sont généralement courbées, (b) cette interface peut suivre le plan (111) interlamellaire.

A ce titre, les parois de domaines d'ordre présentes dans la structure lamellaire des alliages biphasés à base de TiAl sont très différentes des parois usuellement observées entre deux variantes d'orientation dans la structure $L1_0$ [Hirabayashi et Weissman 1962; Tong et Wayman 1973]. Bien que les relations d'orientation entre les domaines soient identiques, les interfaces entre ces domaines sont, dans les alliages CuAu ou FePt, parallèles au plan {101} commun aux deux domaines. Ce plan constitue le plan de macle d'ordre de cette structure (cf annexe 1). Seuls Yang et Wu [1992] prétendent observer uniquement ce type de parois entre les domaines d'ordre d'une même lamelle de la structure lamellaire. Nous verrons au chapitre suivant (§ IV.1) que l'aspect de ces domaines offre des informations intéressantes sur le mécanisme détaillé de la formation de la structure lamellaire.

III.2.2.3.3 - Les parois de macle ou de pseudo-macle

Les domaines en relation de macle ou de pseudo-macle appartiennent obligatoirement à deux lamelles adjacentes. L'interface entre deux domaines en relation de macle ou de pseudo-macle ne peut donc être que le plan commun (111), tel que le schématise la figure 3.11. Ce plan constitue par ailleurs le plan de macle des structures cfc.

III.3 - Modifications microstructurales de la structure lamellaire

La connaissance des modifications microstructurales de la structure lamellaire est issue de l'étude des transformations de phase dans les deux domaines biphasés $\alpha+\gamma$ et $\alpha_2+\gamma$.

Au début de notre étude, l'état des connaissances sur les transformations de phase dans la catégorie des alliages étudiés laisse supposer une mise en solution de la structure lamellaire au-dessus de la température eutectoïde. La microstructure dans le domaine $\alpha+\gamma$ serait alors constituée de grains monolithiques α et γ qui laisseraient place, après transformation des grains monophasé α en grains lamellaires, à une structure bimodale. Sur la base de ces idées quelques peu naïves, nous pensions pouvoir réaliser une étude quantitative à la fois de la fraction de grains monolithiques γ et de la fraction volumique de chaque phase à l'intérieur de la structure lamellaire. Cependant, l'étude de la séquence de formation des lamelles γ (§ III.2.1) a montré que la structure lamellaire peut être formée dès le domaine $\alpha+\gamma$. Les mécanismes régissant les modifications microstructurales de la structure lamellaire doivent dès lors être appréhendés sur la base de ces nouvelles informations. Les traitements thermiques ont été choisis de manière à les mettre en évidence. L'étude a été réalisée essentiellement sur les deux alliages $Ti_{54}Al_{46}$ et $Ti_{52}Al_{48}$. Une température de maintien de $1150^\circ C$ a été utilisée, car elle correspond à la fraction volumique de phase γ la plus importante. On peut ainsi espérer que les cinétiques de transformation seront rapides.

III.3.1 - Observations préliminaires

Les résultats du tableau III.1 montrent que la structure lamellaire issue des états bruts d'élaboration est particulièrement stable dans les deux domaines biphasés $\alpha+\gamma$ et $\alpha_2+\gamma$. En effet, l'épaisseur des lamelles de chaque phase ainsi que la fraction volumique de phase α_2 déterminée à partir de ces observations varient peu avec le traitement thermique. Les légères variations de la fraction volumique avec la durée du traitement peuvent être attribuées essentiellement à l'échelle très locale des mesures effectuées. En effet, sur un même état, les fractions volumiques de chaque phase peuvent montrer des variations non négligeables, comme l'indique la variation de 6 à 30% de la fraction volumiques de la phase α_2 entre la structure lamellaire située à l'intérieur des grains (30%), et la structure lamellaire située en bordure du grain (6%), sur l'alliage $Ti_{54}Al_{46}$ traité à $1150^\circ C$ pendant 1 heure.

Il apparaît que les modifications de cette structure sont étroitement dépendantes de la composition et du niveau de ségrégation présent dans les états bruts d'élaboration. Elles procèdent par l'intermédiaire de deux mécanismes distincts : la croissance discontinue, et la formation de grains monolithiques γ .

Tableau III.1: Evolution de la structure lamellaire des états bruts d'élaboration au cours de différents traitements thermiques dans les domaines biphasés $\alpha_2+\gamma$ et $\alpha_2+\gamma$ ($F_V(\alpha_2)$: fraction volumique de phase α_2 , ép.moy : épaisseur moyenne).

Alliage	Traitement	$F_V(\alpha_2)$ ($\pm 5\%$)	ép. moy. α_2 (μm)	ép. moy. γ (μm)
Ti ₅₄ Al ₄₆	Etat brut	30	0,06	0,1
	1000°C, 24h	25	0,05	0,1
	1000°C, 72h	17	0,05	0,1
	1150°C, 1h	30 - 6	0,1	0,1
	1150°C, 24h	30	0,1	0,1
Ti ₅₂ Al ₄₈	Etat brut	10	0,1	0,2
	1000°C, 24h	8	0,05	0,1

III.3.2 - Croissance discontinue

L'apparition du mécanisme de croissance discontinue se manifeste par la formation d'une structure lamellaire grossière et irrégulière à partir d'un état initialement biphasé. Lorsque l'état initial est lamellaire, on distingue les lamelles initiales, ou primaires, des lamelles issues de la croissance discontinue, appelées lamelles secondaires. La microstructure observée sur l'alliage Ti₅₄Al₄₆ après 72 heures de maintien à 1150°C (figure 3.13c) est, en ce sens, très caractéristique d'une microstructure produite par croissance discontinue.

Les conditions d'apparition de la croissance discontinue et les détails de son mécanisme sont présentés et discutés au chapitre IV. Pour l'heure, il suffit de savoir que la croissance discontinue procède par la migration des joints de grains. Cette migration s'accompagne de la dissolution des précipités de la matrice à l'avant du joint, de la diffusion des éléments de soluté dans le joint, et d'une reprecipitation à l'arrière du joint, sous forme lamellaire.

L'hypothèse de l'apparition d'un tel mécanisme dans nos alliages ne peut être émise qu'après observation des modifications microstructurales au cours du maintien à la température de 1150°C sur l'alliage Ti₅₄Al₄₆. Ces modifications sont présentées la figure 3.13.

Dès une heure de maintien, on peut observer, à l'échelle du MET, la croissance des lamelles au niveau des joints de grains (figure 3.13a). Cette croissance est telle que les lamelles d'un grain poussent longitudinalement dans le grain voisin.

Au bout de 24 heures, les modifications au niveau des joints de grains sont observées à l'échelle du microscope optique (figure 3.13b). C'est à cette échelle que le phénomène de migration des joints de grains est particulièrement remarquable.

Enfin, au bout de 72 heures, la structure lamellaire secondaire est bien développée (figure 3.13c).

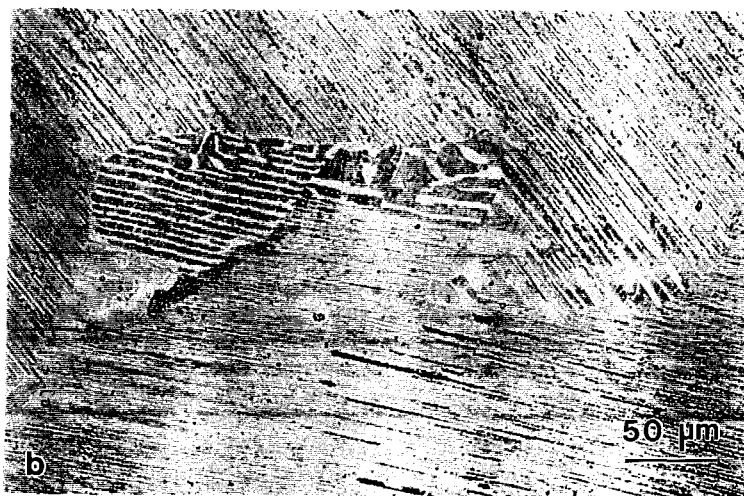


Figure 3.13: Croissance discontinue dans l'alliage $Ti_{54}Al_{46}$ maintenu, (a) 1 heure, (b) 24 heures, (c) 72 heures à $1150^{\circ}C$.

A l'échelle du MET, les modifications microstructurales peuvent être décrites comme suit : dans un premier temps, les lamelles secondaires croissent de manière continue aux lamelles primaires et les deux phases conservent la relation d'orientation, bien que les interfaces entre les deux phases ne soient plus rectilignes et montrent des décrochements. Comme le montre la figure 3.14a, la croissance des lamelles secondaires se fait sans formation de variante d'orientation. A un stade plus avancé de la croissance, la structure lamellaire secondaire se développe en formant des cellules (figure 3.14b), à l'intérieur desquelles la structure lamellaire secondaire conserve la relation

d'orientation observée dans la structure lamellaire primaire (figure 3.14c).

Des modifications de microstructure similaires sont observées sur les alliages $Ti_{60}Al_{40}$ et $Ti_{57}Al_{43}$ traités au dessous de la température de transus $\alpha/\alpha+\gamma$ ou $\alpha/\alpha_2+\gamma$. La cinétique de formation des lamelles secondaires est bien plus élevée dans ces deux alliages que dans le $Ti_{54}Al_{46}$, puisqu'une heure de maintien est suffisante pour les observer dès l'échelle du microscope optique. Par contre, la formation d'une structure lamellaire secondaire n'est pas remarquée sur les deux alliages contenant plus de 47% d'aluminium : le $Ti_{53}Al_{47}$ et $Ti_{52}Al_{48}$. La croissance discontinue semble donc constituer le mécanisme de modification essentiel des états bruts d'élaboration des alliages biphasés à base de TiAl contenant typiquement moins de 46% d'aluminium.

Le même mécanisme est observé lorsque l'alliage $Ti_{54}Al_{46}$ est maintenu dans le domaine $\alpha_2+\gamma$ après avoir une trempe à partir du domaine monophasé α . Nous avons vu au § III.2.1 qu'une structure lamellaire très fine, issue de la réaction $\alpha \rightarrow \alpha_2 \rightarrow \alpha_2+\gamma$, est formée dans le domaine $\alpha_2+\gamma$. Dès la formation de cette structure lamellaire primaire, on remarque l'apparition de nouveaux domaines lamellaires des deux cotés de chaque joint de grains (figure 3.15). Cette caractéristique est fréquemment constatée après croissance discontinue, et la structure ainsi observée est appelée structure en double couture ("double-seam") (cf § IV.2.2). Lorsque le temps de maintien augmente, ces domaines lamellaires se développent vers l'intérieur des grains, et on observe une modification morphologique de la structure secondaire, les lamelles laissant place à la formation de globules.

Pendant le fonctionnement du mécanisme de croissance discontinue, on observe peu de variations de la structure lamellaire primaire. La figure 3.16 nous indique un léger épaissement des lamelles α_2 et γ primaires au bout d'une semaine (168 heures) de maintien à 1000°C.

D'après l'ensemble de nos observations, les différents stades de la croissance discontinue peuvent être décrits comme suit :

- Stade 1 : Début de la migration du joint et formation d'une structure lamellaire biphasée derrière la partie conquise sur le grain voisin. Les lamelles secondaires possèdent la même orientation que les lamelles du grain duquel elles sont issues (figures 3.13a et 3.15a).
- Stade 2 : Les lamelles secondaires deviennent plus grossières. Les interfaces entre les lamelles secondaires sont moins régulières que celles de la structure lamellaire primaire, bien que les deux phases conservent la même relation orientation. On observe également la formation de cellules lamellaires (figures 3.13b et 3.15b).
- Stade 3 : A un stade plus avancé de la réaction, la croissance discontinue peut donner lieu à la formation d'épaisses lamelles et des globules de phase α_2 dans la phase γ de certains domaines (figure 3.15c).



Figure 3.14 : Observation du développement de la croissance discontinue en MET, sur l'alliage $Ti_{54}Al_{46}$ maintenu 24 heures à $1150^{\circ}C$: (a) évolution d'une lamelle, (b) formation de cellules lamellaires en tête du front de réaction, (c) la relation d'orientation entre les deux phases est conservée.

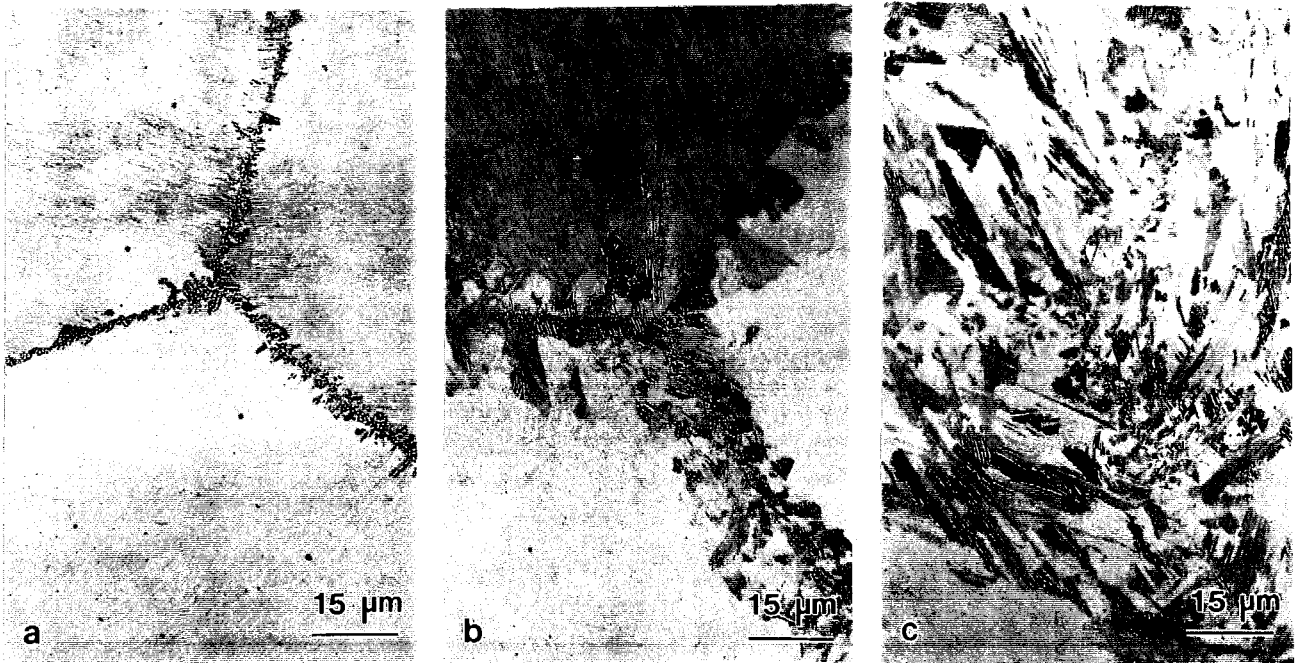


Figure 3.15 : Croissance discontinue dans l'alliage Ti₅₄Al₄₆ trempé à partir du domaine monophasé α et maintenu à 1000°C, (a) 1 heure, (b) 24 heures, (c) une semaine.

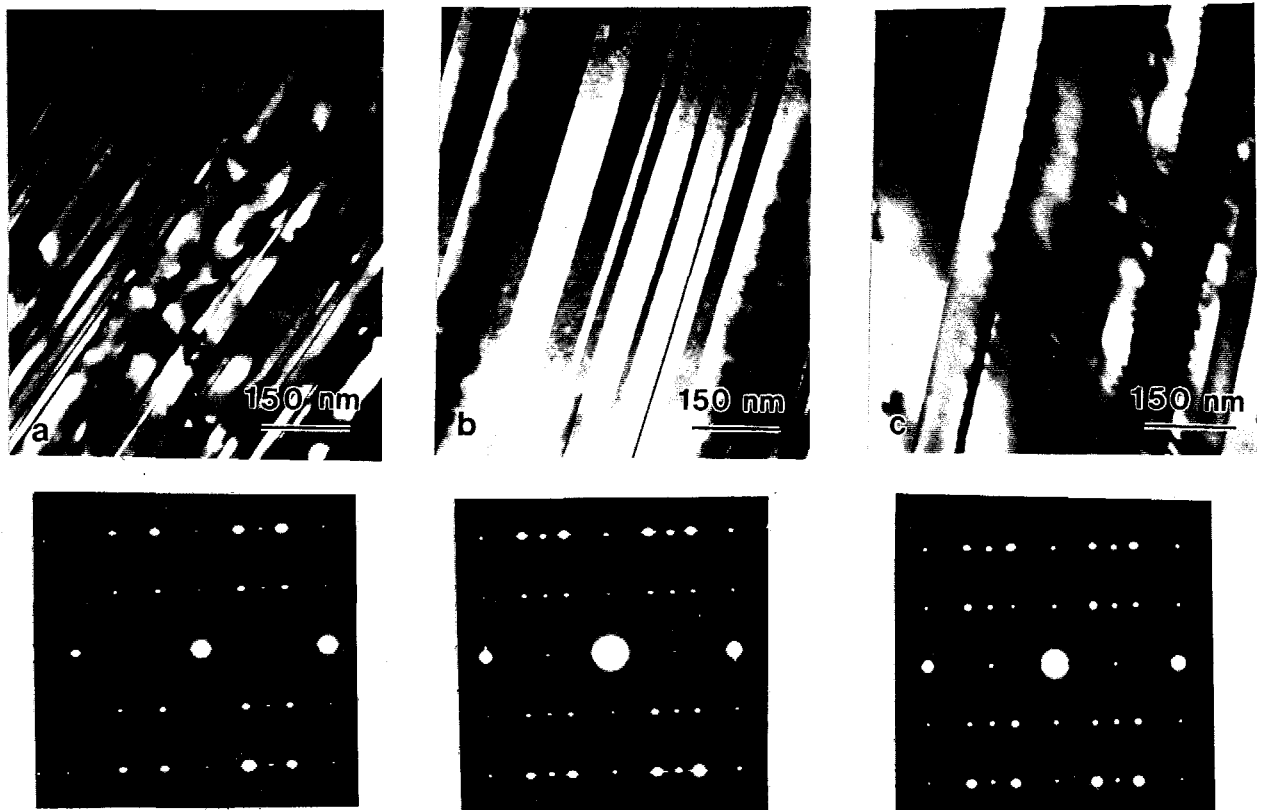


Figure 3.16 : Evolution de la structure lamellaire primaire avec la durée du maintien à 1000°C, (a) 1 heure, (b) 24 heures, (c) 1 semaine.

Le phénomène de croissance discontinue dans les alliages biphasés à base de TiAl a été observé par Shong et Kim [1989] dans un alliage contenant 43% d'aluminium, traité à partir de l'état brut d'élaboration, et par Yamabe, Honjo et Kikuchi [1991] dans des alliages contenant moins de 46% d'aluminium mis en solution dans le domaine α avant le traitement. Les résultats présentés sont sensiblement les mêmes que nos propres observations.

III.3.3 - Formation de grains monolithiques γ

Traités à 1150°C, les alliages binaires contenant typiquement plus de 47% d'aluminium présentent, dès une heure de maintien, une quantité importante de grains monophasés de phase γ (figure 3.17a), situés essentiellement au niveau des ségrégations interdendritiques et parfois aux joints de grains. La microstructure obtenue, constituée de grains monophasés γ et de grains lamellaires $\alpha_2+\gamma$, est donc du type bimodale.

Cependant, la formation de ces grains monolithiques ne semble pas être inhérente à la structure lamellaire, mais plutôt due à la présence initiale d'une ségrégation interdendritique importante au dessus de 47% d'aluminium. D'après le diagramme d'équilibre, la composition de ces alliages étant très proche du domaine γ à la température de 1150°C, ces zones interdendritiques riches en aluminium vont favoriser la formation d'une fraction volumique élevée de phase γ sans avoir recours à la modification de la structure lamellaire située hors de ces zones.

La preuve en est qu'après un traitement d'homogénéisation de la structure lamellaire (mise en solution à 1400°C suivie d'un refroidissement lent), un maintien d'une heure à 1150°C ne montre pas de modification notable de la microstructure (figure 3.17b). Il en résulte que la formation des grains γ dans les alliages coulés est étroitement dépendante du niveau de ségrégation avant le traitement thermique. Sans la présence de ces ségrégations, il est fort probable que le seul mécanisme de modification de la structure lamellaire est le mécanisme de croissance discontinue observé sur les compositions contenant moins de 46% d'aluminium.

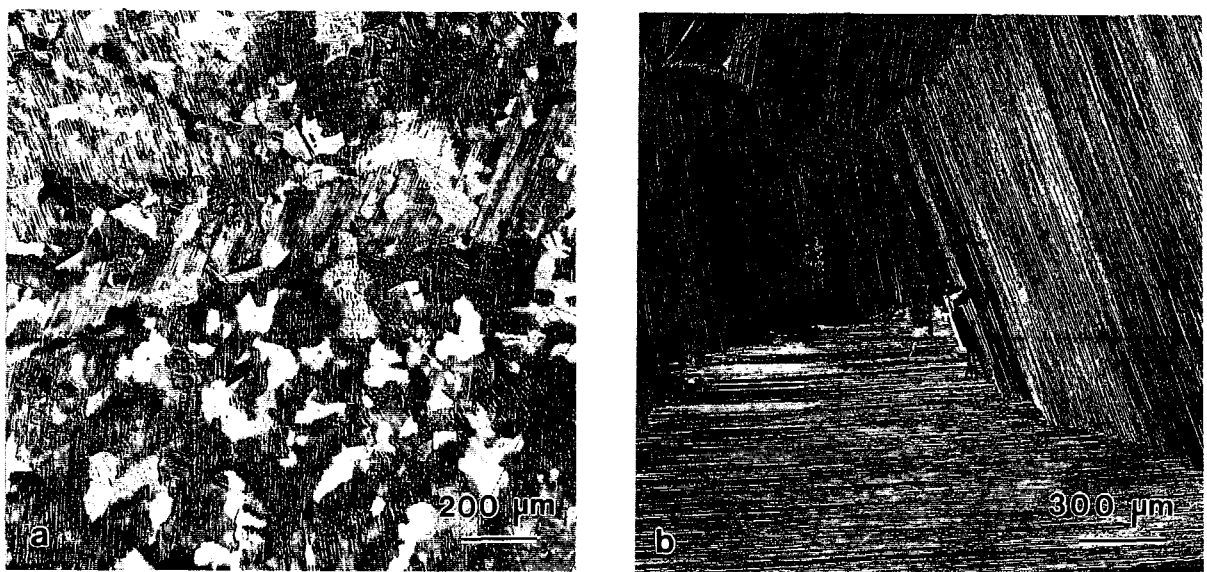


Figure 3.17: Modifications de la structure lamellaire après traitement thermique de 1 heure à 1150°C, trempe eau, sur l'alliage $Ti_{52}Al_{48}$; (a) à partir de l'état brut d'élaboration, (b) après un traitement de mise en solution dans le domaine α (1400°C, 1h, refroidissement four).

Une alternative intéressante pour obtenir une structure bimodale consiste en l'utilisation de traitements thermomécaniques, tels que le forgeage, avant tout traitement thermique. Bien que cela soit rarement mentionné, les microstructures bimodales présentées dans la littérature résultent généralement de ce second type de traitement [Kim 1991]. Nous avons mené une étude succincte des modifications microstructurales dans les états forgés en vue de la caractérisation mécanique, et nous en présentons brièvement les résultats.

La structure des deux alliages binaires $Ti_{54}Al_{46}$ et $Ti_{52}Al_{48}$ après forgeage montre la présence simultanée de grains lamellaires et de grains monophasés γ , de petite taille, issus d'un phénomène de recristallisation lors de l'opération de forgeage (figure 3.18 a et b). La quantité de ces grains monophasés augmente avec la concentration en aluminium.

Un maintien ultérieur dans l'un des deux domaines biphasés $\alpha_2+\gamma$ et $\alpha+\gamma$ provoque généralement l'obtention d'une structure bimodale avec une petite taille de grains (figure 3.19 a et b). D'après Kim [1991], la température de ce maintien joue un rôle important dans l'évolution de la microstructure. Dans le domaine $\alpha+\gamma$, la fraction volumique des grains lamellaires augmente avec la température. La structure "presque lamellaire", composée de grains lamellaires bordés de grains monophasés γ de petite taille peut être obtenue par un traitement de courte durée dans le domaine α . Il s'agit toutefois d'être particulièrement vigilant au temps de maintien nécessaire pour obtenir une telle microstructure car une mise en solution complète dans le domaine monophasé α donne lieu à des transformations identiques à celles obtenues sur les alliages coulés [Denquin et Naka 1991]. Notons, à titre indicatif, que les cinétiques de modifications microstructurales sont rapides dans les alliages forgés. Celles-ci sont gouvernées par les contraintes internes induites lors de l'opération de forgeage et par le phénomène de recristallisation dynamique.

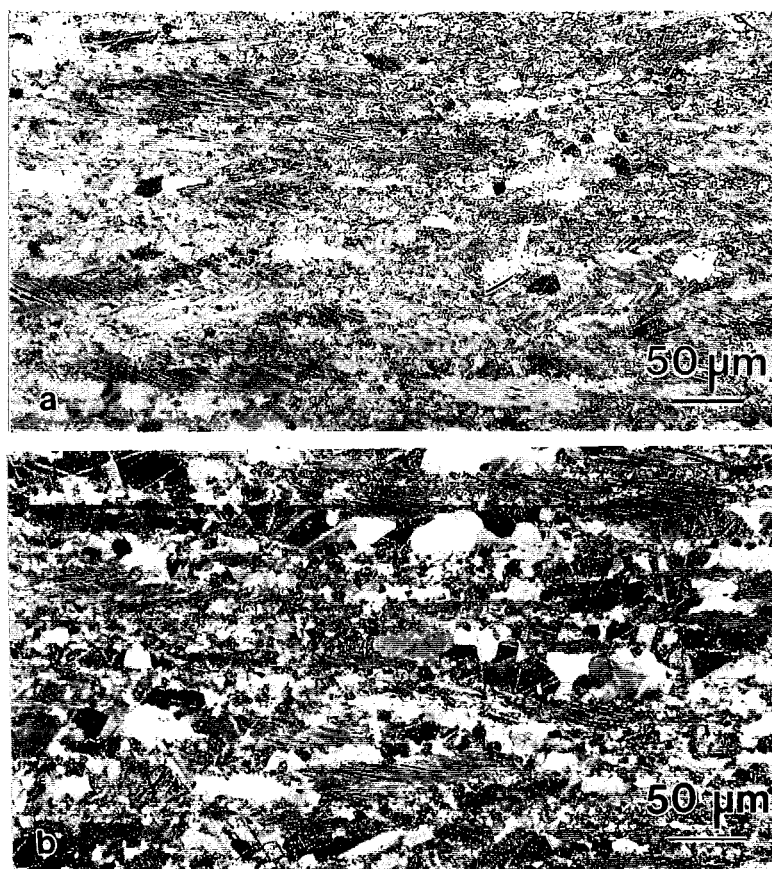


Figure 3.18 : Microstructures obtenues après forgeage (80%, 1150°C), (a) $Ti_{54}Al_{46}$, (b) $Ti_{52}Al_{48}$.

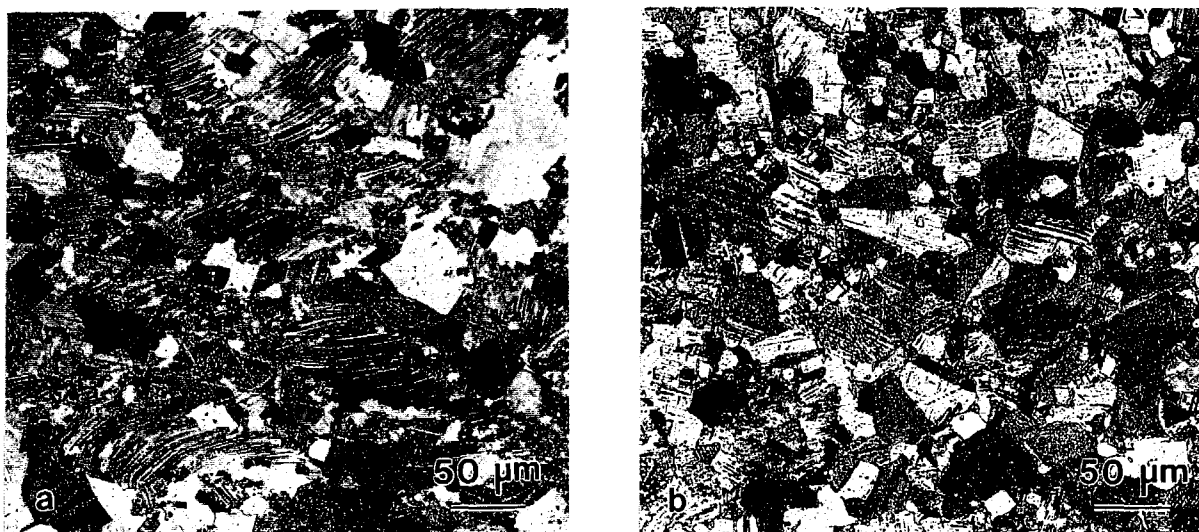


Figure 3.19 : Evolution de la microstructure avec le traitement thermique sur l'alliage $Ti_{52}Al_{48}$ forgé : (a) traitement de $1000^{\circ}C$, 24 h, refroidissement air, (b) traitement de $1360^{\circ}C$, 6 h, refroidissement air.

III.3.4 - Modifications microstructurales dans le domaine $\alpha+\gamma$

Les cinétiques des modifications microstructurales des états bruts d'élaboration ont été étudiées essentiellement dans le domaine $\alpha+\gamma$. Les fractions volumiques de chaque phase varient d'avantage avec la température dans ce domaine que dans le domaine $\alpha_2+\gamma$. En outre, dans le domaine $\alpha_2+\gamma$, l'agitation thermique est moindre, et les deux phases en présence sont ordonnées, ce qui nécessite des temps de maintien très longs avant toute observation d'une modification microstructurale. A titre d'exemple, l'alliage $Ti_{52}Al_{48}$ nécessite 24 heures de maintien pour la formation de 35% de grains monolithiques γ à $1000^{\circ}C$, alors qu'une heure à $1150^{\circ}C$ suffit à la formation de 75% de ces grains. Dans l'alliage $Ti_{54}Al_{46}$, aucune modification microstructurale apparente n'est observée après 168 heures de maintien à $1000^{\circ}C$.

L'approche de cette étude "cinétique" a été réalisée en faisant varier la température, tout en gardant la même durée de maintien.

III.3.4.1 - Evolution de la croissance discontinue dans le domaine $\alpha+\gamma$

La figure 3.20 montre l'évolution de la croissance discontinue avec la température. On remarque que le phénomène de croissance discontinue est ralenti (comparer les figures 3.13c et 3.20a), voir inexistant (figure 3.20b), lorsque la température de maintien augmente. En outre, les rares modifications observées au bout de 72 heures à $1300^{\circ}C$ se traduisent essentiellement par la formation de quelques grains monolithiques γ au niveau des joints de grains et des ségrégations interdendritiques.

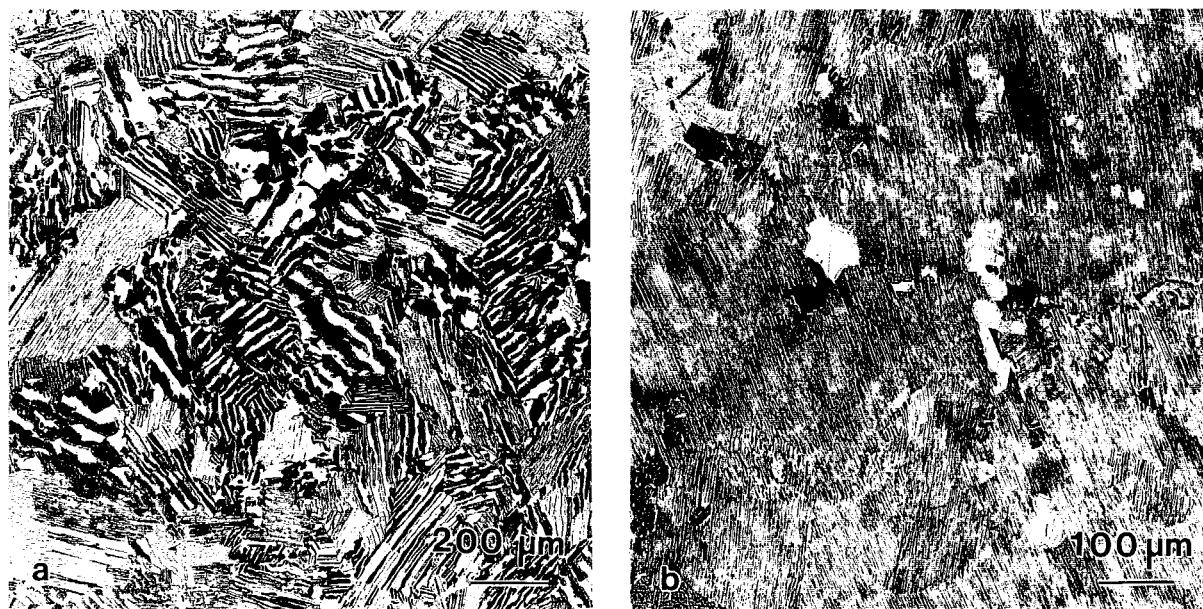


Figure 3.20 : Evolution du phénomène de croissance discontinue dans l'alliage $Ti_{54}Al_{46}$ en fonction de la température, (a) traitement de 72 h à $1250^{\circ}C$, (b) traitement de 72 h à $1300^{\circ}C$.

Le ralentissement de la cinétique de la croissance discontinue, ou même son inhibition au profit d'un autre mécanisme, ne constitue pas un phénomène particulièrement remarquable. Dans bon nombre transformations similaires, en effet, le phénomène de croissance discontinue est inhibé lorsque la température augmente, pour être remplacé par un mécanisme de transformation plus usuel, favorisé par une plus grande agitation thermique [Williams et Butler 1981]. Nous reviendrons sur les caractéristiques thermodynamiques de la croissance discontinue au § IV.3.2.3. Notons que les alliages $Ti_{60}Al_{40}$ et $Ti_{53}Al_{47}$, qui montrent également le phénomène de croissance discontinue, montrent de manière similaire un ralentissement dans la cinétique de croissance discontinue lorsque la température augmente [Belaygue 1993].

III.3.4.2 - Evolution de la formation de grains monolithiques γ dans le domaine $\alpha+\gamma$

Lorsque la température de maintien augmente à partir de $1150^{\circ}C$, la composition de l'alliage $Ti_{52}Al_{48}$ s'éloigne de la ligne de transition $\alpha+\gamma/\gamma$, et les cinétiques de formation de ces grains monolithiques sont ralenties. Pour une durée de maintien constante de 1 heure, à $1250^{\circ}C$, on observe la formation de grains monolithiques γ en plus petite quantité qu'à $1150^{\circ}C$ (Comparer les figures 3.17a et 3.21a). A $1340^{\circ}C$, la durée du maintien devient insuffisante pour que l'alliage montre une quelconque modification microstructurale (figure 3.21b).

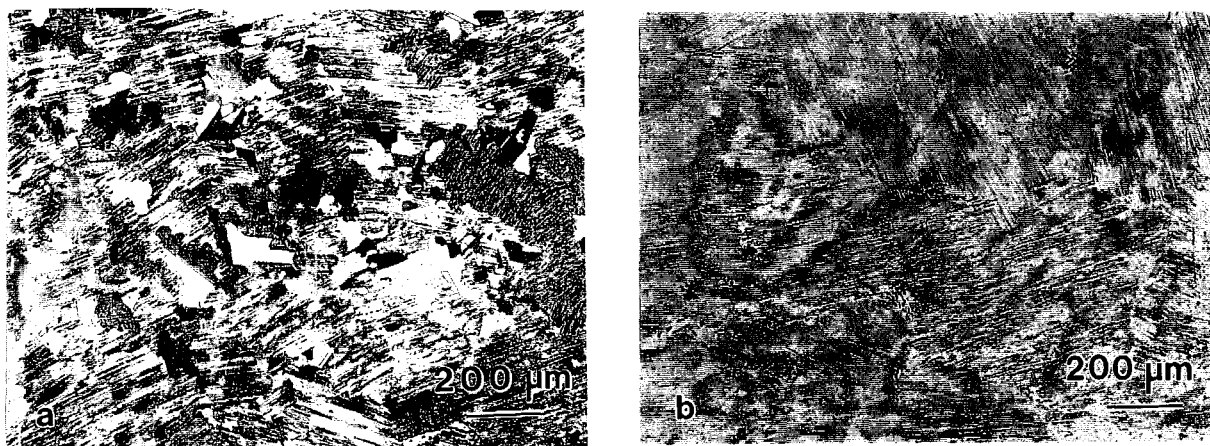


Figure 3.21 : Evolution de la cinétique de formation des grains monolithiques γ avec la température: (a) maintien de 1 h à 1250°C, (b) maintien de 1 h à 1340°C, sur l'alliage Ti₅₂Al₄₈.

Lorsque l'on augmente la durée du maintien à de telles températures, la modification de la structure lamellaire de l'état brut d'élaboration se fait encore par formation de grains monolithiques γ . Après 72 heures de maintien à 1300°C, par exemple, la microstructure montre un grand nombre de ces grains. Cependant, d'après le diagramme d'équilibre, la règle des bras de levier indique une fraction volumique de phase α plus importante à cette température qu'à 1150°C. C'est pourquoi on observe également la présence de lamelles et de globules de la phase hexagonale à l'intérieur des grains γ (figure 3.22). Les lamelles montrent généralement quatre orientations différentes à l'intérieur d'un même grain. Une étude en MET a confirmé que les lamelles de phase α dans les grains γ suivent les quatre plans $\{111\}$ de la structure L1₀. La croissance de la phase α dans la phase γ se fait donc de telle façon que les deux phases minimisent l'énergie interfaciale.



Figure 3.22 : Microstructure obtenue après 72 heures de maintien à 1300°C de l'alliage Ti₅₂Al₄₈ : la modification de la microstructure se fait par formation de grains monolithiques γ puis précipitation de la phase α à l'intérieur de ces grains monophasés γ .

III.4 - Influence des vitesses de refroidissement

La décomposition de la phase α en une structure lamellaire biphasée γ et α_2 s'effectue au cours d'un refroidissement relativement lent (refroidissement air) de l'alliage à partir du domaine α de mise en solution. L'utilisation de vitesses de refroidissement plus rapides, comme par exemple une trempe à l'huile, inhibe la formation de cette structure lamellaire, pour lui préférer une autre transformation, qui dépend étroitement de la composition de l'alliage. Ces transformations sont de deux types : (1) mise en ordre de la phase α : $\alpha \rightarrow \alpha_2$, (2) formation massive de phase γ : $\alpha \rightarrow \gamma$.

III.4.1 - Mise en ordre de la phase α : $\alpha \rightarrow \alpha_2$

Pour les alliages $\text{Ti}_{60}\text{Al}_{40}$, $\text{Ti}_{57}\text{Al}_{43}$, et $\text{Ti}_{54}\text{Al}_{46}$, la formation de la structure lamellaire est remplacée, lors d'un refroidissement sévère, par la mise en ordre de la phase α . Pour ces trois compositions, en effet, la microstructure observée après une trempe à l'huile à partir du domaine α est constituée de larges grains monophasés (cf figure 3.4a), qu'une étude en MET révèle comme étant la phase α_2 (figure 3.23), contenant de nombreuses parois d'antiphase.

Le vecteur de translation de ces parois d'antiphase est du type $a/6 \langle 11\bar{2}0 \rangle$ (cf annexe 1, § A1.3.3.2, figure A1.16).



Figure 3.23 : Observation de l'alliage $\text{Ti}_{54}\text{Al}_{46}$ trempé après une mise en solution dans le domaine α .

III.4.2 - Formation massive de la phase γ : $\alpha \rightarrow \gamma$

Pour les alliages binaires plus riches en aluminium, la microstructure obtenue après une trempe à partir du domaine α est présentée à la figure 3.24. Cette microstructure est très différente de celle observée dans les alliages $\text{Ti}_{60}\text{Al}_{40}$, $\text{Ti}_{57}\text{Al}_{43}$, et $\text{Ti}_{54}\text{Al}_{46}$: on remarque un grand nombre de domaines entremêlés qu'une étude en MET révèle comme étant entièrement monophasés γ , et constitués d'un grand nombre de défauts. D'après le diagramme d'équilibre, la température de mise en solution utilisée pour ces traitements (1400°C) est située, pour les compositions $\text{Ti}_{53}\text{Al}_{47}$ et $\text{Ti}_{52}\text{Al}_{48}$, dans le domaine α . La taille des ex-grains, de diamètre proche de 3 mm, et la présence de nombreux domaines dans la phase γ issue de la trempe confirment un maintien dans ce domaine et non pas, comme il pourrait être supposé, dans le domaine $\alpha+\gamma$ ou γ . La formation de la structure lamellaire est donc remplacée, aux vitesses de refroidissement élevées, par une transformation brutale de la phase α en γ , dans les compositions binaires supérieures à 46% d'aluminium.

Afin de différencier la phase γ lamellaire ou équiaxe de la phase γ résultant de la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$, nous appellerons γ_m la phase issue de la transformation directe $\alpha \rightarrow \gamma$.

L'apparition de la phase γ_m n'est pas observée dans les compositions inférieures à 46% d'aluminium. Pour la composition charnière $\text{Ti}_{54}\text{Al}_{46}$, certains échantillons présentent une petite quantité de phase γ_m dans une matrice majoritairement α_2 . La fraction volumique de γ_m augmente ensuite avec la concentration en aluminium. Dans l'alliage $\text{Ti}_{53}\text{Al}_{47}$, seule environ la moitié de l'échantillon montre de la phase γ_m . Dans l'alliage $\text{Ti}_{52}\text{Al}_{48}$, la phase γ_m constitue pratiquement la totalité de l'échantillon.

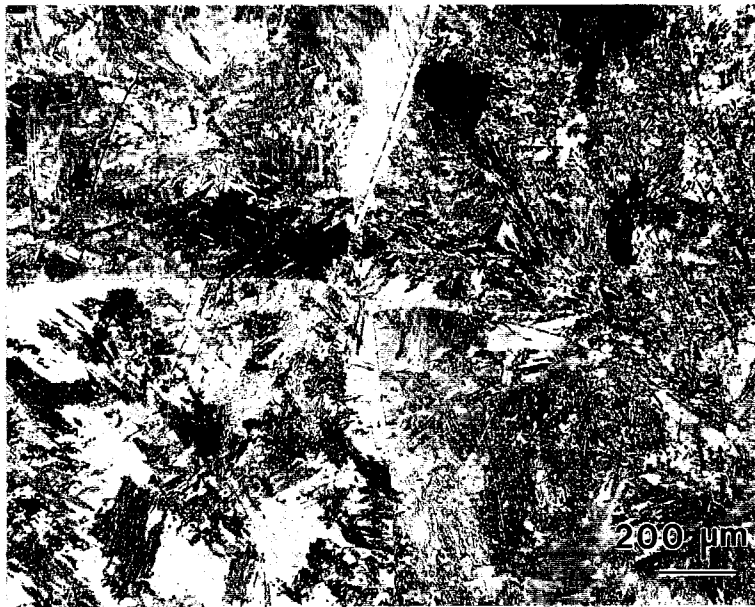


Figure 3.24 : Microscopie optique de l'échantillon $\text{Ti}_{52}\text{Al}_{48}$ trempé à partir de 1400°C , présentant la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$.

Dans ces deux derniers alliages, la partie non transformée en γ_m montre une structure lamellaire très fine dispersée dans l'échantillon. Cette structure lamellaire peut également être observée à l'échelle du microscope électronique sous forme de domaines lamellaires dispersés au milieu de la phase γ_m (figure 3.25). A l'intérieur d'un unique grain α , les lamelles des différents domaines montrent toutes la même orientation. C'est pourquoi nous pensons que cette structure lamellaire provient de la décomposition de la phase α retenue, selon la réaction $\alpha \rightarrow \alpha_2 \rightarrow \alpha_2 + \gamma$.



Figure 3.25 : Observation de domaines lamellaires au milieu des domaines de phase γ_m . L'ensemble des domaines lamellaires issus d'une même grain α possède une orientation unique.

III.4.2.1 - Caractérisation de la microstructure issue de la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$

III.4.2.1.1 - Caractéristiques microstructurales de la phase γ_m

La phase γ_m est scindée en domaines de taille moyenne de 10 nm. Chaque domaine contient un nombre considérable de défauts tels que des dislocations ou des défauts plans (figure 3.26).

Une étude détaillée de ces défauts plans a été réalisée dans le but de comprendre le mécanisme régissant la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$. L'observation de leur contraste en MET, basée sur les résultats de l'annexe 1, révèle que deux types de défauts sont simultanément présents dans la plupart des domaines : des parois d'antiphase et des fautes d'empilement.



Figure 3.26 : Observation en MET de la phase γ_m .

De par leur aspect, ces défauts sont facilement différenciables. Les fautes d'empilement (figure 3.27 a), sont linéaires, alors que les parois d'antiphase ont généralement un aspect d'antiphase thermique (figure 3.27 b). On peut également observer de très fines macles qui constituent un état plus développé des fautes d'empilement. La présence simultanée de ces défauts plans donne lieu à des rencontres entre les deux types de défauts, expliquant ainsi l'aspect très complexe de l'intérieur de chacun des domaines (figure 3.28).

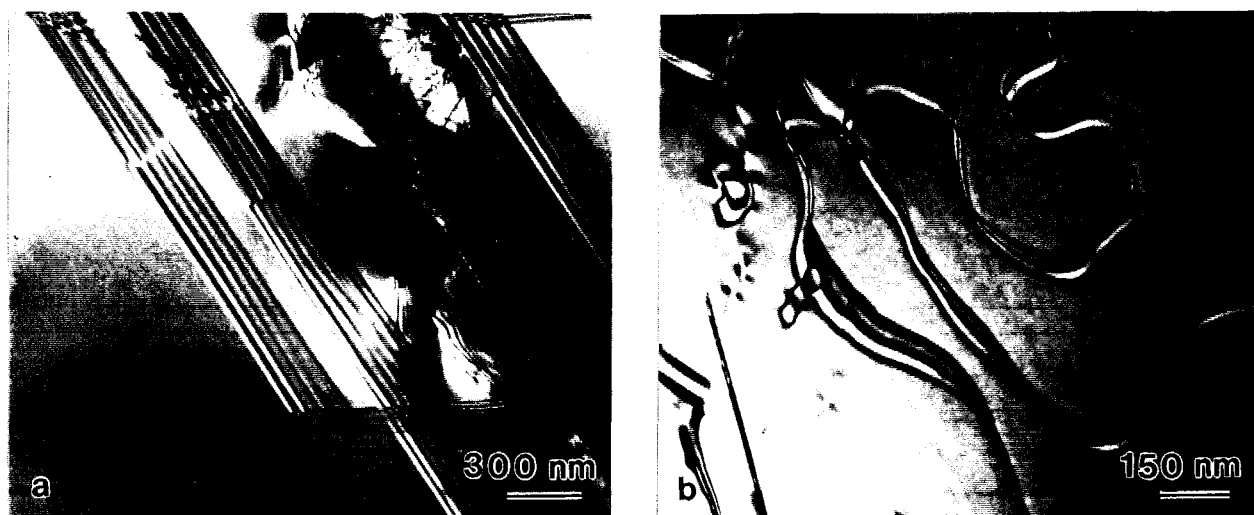


Figure 3.27 : (a) faute d'empilement ($R= a/6\langle 11\bar{2} \rangle$) , (b) parois d'antiphase ($R= a/2\langle 101 \rangle$), dans la structure γ_m .



Figure 3.28 : Présence simultanée de fautes d'empilement et de parois d'antiphase dans la phase γ_m , donnant lieu à une configuration complexe des défauts plans.

L'étude du contraste de chacun de ces défauts est reportée en annexe 1 (§ A1.3.3.1, figures A1.11, A1.12, A1.13). Les fautes d'empilement sont des fautes intrinsèques n'introduisant pas de faute chimique. Le vecteur d'antiphase est du type $a/2\langle 101 \rangle$. Rappelons que la détermination du vecteur d'antiphase de la phase γ ne peut être effectuée que par l'étude de leur contraste sous $\alpha=\pi$, car il n'existe aucune réflexion de surstructure pour laquelle $\alpha=0$ (cf § A1.3.3). En outre, le contraste de ces parois d'antiphase est généralement visible même pour les réflexions fondamentales, comme l'ont précisé des études récentes [Li et Loretto 1993, Zhang et Loretto 1993].

Notons de plus que l'étude de la phase γ_m d'un alliage quaternaire $Ti_{46}Al_{50}Nb_2Mn_2$ tend à indiquer la précipitation d'une phase discrète au niveau de certaines régions de ces parois d'antiphase [Zhang et Loretto 1993]. Cette phase se traduit par la présence de taches de surstructures supplémentaires suivant des axes de zone pour lesquels elles doivent être absentes. Les clichés de diffraction obtenus sont ainsi identiques à ceux d'une structure du type $L6_0$, récemment mise en évidence dans un alliage contenant 20% de Nb [Jackson 1993]. Dans le cas de faible addition d'éléments ternaires et quaternaires, les auteurs pensent que cette phase peut être issue d'une ségrégation locale en Nb et Mn. Les clichés de diffraction obtenus montrent en outre une grande similitude avec ceux relatifs à la précipitation de carbures dans les alliages γ monophasés. La nature de cette phase discrète s'avère donc particulièrement difficile à déterminer. Dans le cas des alliages binaires, nous pouvons observer, au niveau de quelques parois d'antiphase, l'apparition de tâches supplémentaires suivant certaines rangées systématiques. Un champ sombre sur ces tâches supplémentaires présente une image elle-même composée de parois d'antiphase (figure 3.29). Nous sommes donc tentés de penser que la surstructure du réseau $L1_0$, observée dans certaines parties de quelques parois d'antiphase résulte d'avantage d'une précipitation de carbure ou d'éléments interstitiels plutôt que d'une ségrégation locale en éléments d'addition.

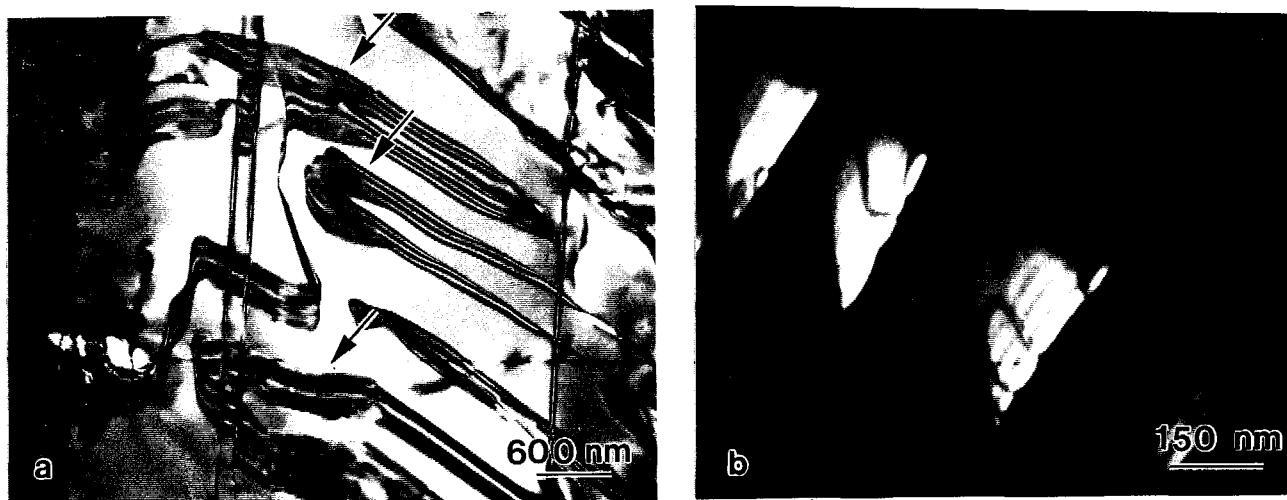


Figure 3.29 : (a) exemple d'une paroi d'antiphase présentant des réflexions supplémentaires , (b) champ sombre réalisé avec la tâche supplémentaire $g = 001$, qui met en évidence la présence de parois d'antiphase secondaires dans cette zone du défaut.

III.4.2.1.2 - Etude cristallographique de la structure issue de la réaction $\alpha \rightarrow \gamma$

L'étude cristallographique des relations entre les différents domaines indique qu'ils sont regroupés en colonies. Dans une colonie, les domaines sont en relation de domaine d'ordre, de macle, ou de pseudo-macle, telles que celles observées entre les domaines γ de la structure lamellaire (figure 3.30).

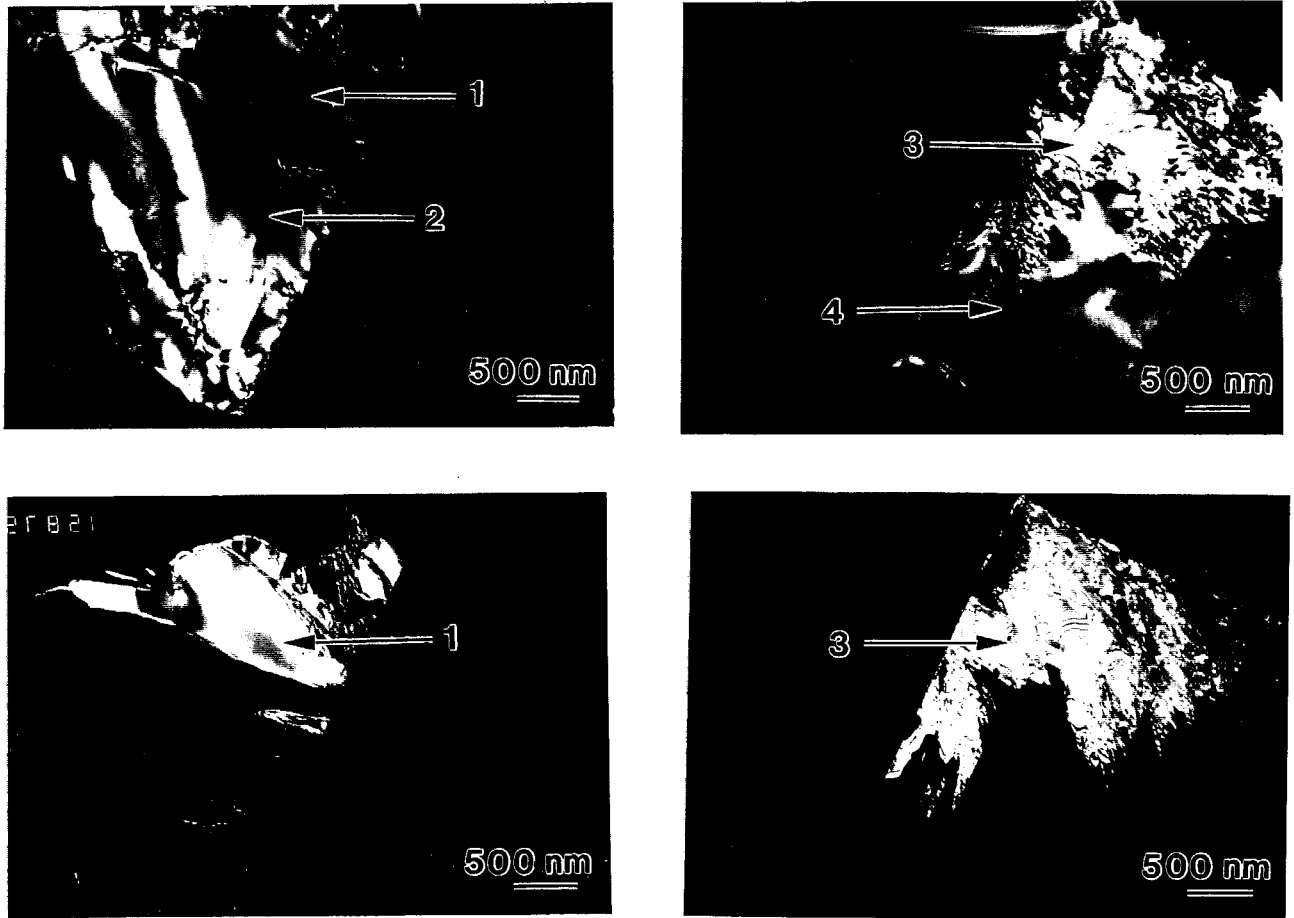


Figure 3.30 : Les domaines présents dans une même colonie présentent les mêmes relations d'orientation que les domaines γ de la structure lamellaire: les domaines (1) et (2), et (3) et (4) sont en relation de domaines d'ordre, les domaines (1) et (3), et (2) et (4) sont en relation de macle, les domaines (1) et (4), et (2) et (3) sont en relation de pseudo-macle.

Les domaines de deux colonies ne présentent pas de relation d'orientation simple, comme nous le montre la projection stéréographique des domaines de différentes colonies de la figure 3.31.

De la même façon, la figure 3.31 indique qu'aucune relation d'orientation simple n'a pu être déterminée entre ces différentes colonies et la structure lamellaire provenant de la transformation $\alpha \rightarrow \alpha_2 \rightarrow \alpha_2 + \gamma$. Puisque la phase α_2 de la structure lamellaire a gardé l'orientation de la phase mère α , nous pouvons en déduire que la phase mère α et le produit de la transformation γ_m ne semblent pas présenter de relation d'orientation simple.

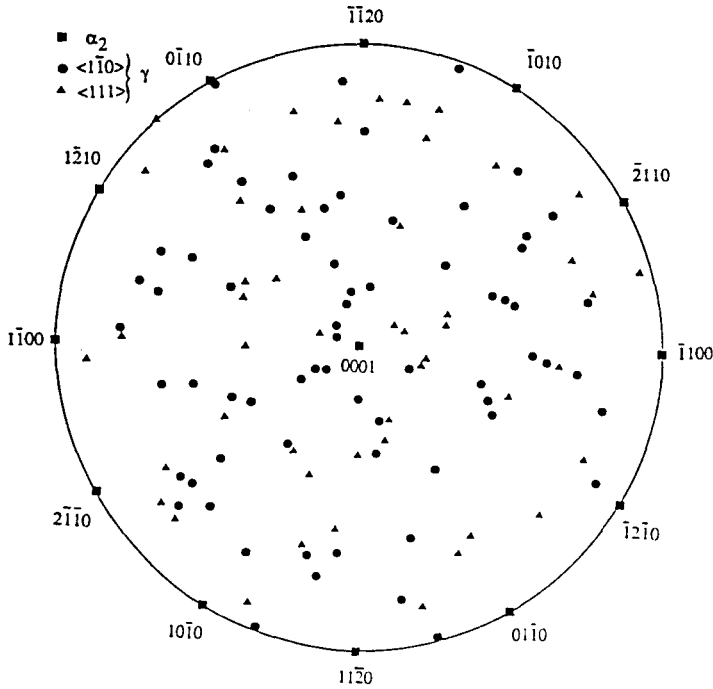


figure 3.31 : Projection stéréographique des différentes colonies de γ_m (une quinzaine) et de la structure lamellaire issues du même grain. La présence d'une relation d'orientation simple, telle que celle observée dans la structure lamellaire aurait dû montrer une localisation des pôles $\langle 1\bar{1}0 \rangle$ autour des pôles $\langle 11\bar{2}0 \rangle$, et des pôles $\langle 111 \rangle$ autour de $\langle 0001 \rangle$.

III.4.2.1.3 - Etude des différentes interfaces

On relève trois types d'interfaces dans la microstructure issue de la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$: (1) les interfaces entre la phase γ_m et la structure lamellaire, (2) les interfaces entre les différentes colonies, (3) les interfaces entre les domaines d'une même colonie.

Toutes ces interfaces sont généralement ondulées ou présentent un aspect de facettes cristallographiques.

Les interfaces entre les différentes colonies suivent les parois des domaines, ce qui les rend difficilement différenciables des interfaces entre les domaines d'une même colonie. En ce qui concerne les interfaces entre domaines d'une même colonie, une étude succincte des interfaces dentelées de la figure 3.30 nous montre que l'interface tend à suivre les plans du type (111), (110) ou (112). On remarque en outre que, dans le cas où les deux domaines sont en relation de macle ou de pseudo-macle, le plan (111) commun aux deux domaines constitue assez fréquemment l'interface, comme c'est le cas notamment sur la figure 3.30.

Ces observations, bien que globalement similaires à celles de différents auteurs [McQuay, Dimiduk et Semiatin 1991; Wang, Viswanathan et Vasudevan 1992, Wang et Vasudevan 1992], possèdent quelques informations supplémentaires. La première concerne notamment le regroupement des divers domaines en colonies. Nous avons eu la chance en effet de pouvoir mettre ces colonies en évidence uniquement par champ sombre sur plusieurs de nos lames minces. La seconde information concerne l'absence de relation d'orientation apparente entre la phase mère α et le produit de la transformation γ_m . Ce résultat, qui a nécessité la détermination de l'orientation cristallographique de plus de 30 domaines, a été récemment confirmé par Wang et Vasudevan [1993].

L'ensemble de ces observations constitue des informations intéressantes en vue de la détermination du mécanisme détaillé de la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$, présentée au chapitre IV.

III.4.2.2 - Composition de la phase γ_m

Wang et ses collaborateurs [Wang, Viswanathan, et Vasudevan 1992; Wang et Vasudevan 1992] ont étudié par microsonde électronique les variations de compositions entre la phase γ_m et la phase α_2 , issue de la mise en ordre de la phase mère α . Leurs résultats ont montré que les compositions de ces deux phases sont pratiquement identiques, même au niveau de l'interface entre ces deux phases, alors que leurs images en électrons rétrodiffusés montrent des différences de contraste.

Les résultats des analyses effectuées par sonde atomique au laboratoire de microscopie ionique de Rouen sur nos propres échantillons sont présentés en annexe 2. Les résultats du tableau A2.5 peuvent être comparés à la composition nominale de l'alliage présentée au tableau A2.1. Si l'on tient compte de l'imprécision des quantifications, aussi bien pour la détermination de la composition nominale de l'alliage que pour l'analyse issue de la sonde atomique, la phase γ_m possède la composition nominale de l'alliage avant la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$. Ainsi, la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ semble s'effectuer sans changement de composition.

Notons cependant que, si ces résultats sont parfaitement cohérents pour les éléments de substitution, les analyses montrent des résultats différents de la composition nominale de l'alliage en éléments oxygène et carbone. Ces deux éléments semblent donc subir une redistribution lors de la transformation. Ces résultats sont conformes avec l'existence d'une phase discrète discutée au § III.4.2.1.1.

III.4.3 - Structure "Widmanstätten" : cas des vitesses de refroidissement intermédiaires

Lorsque la vitesse de refroidissement à partir du domaine α est intermédiaire entre le refroidissement à l'air et la trempe à l'huile (lorsque l'échantillon est enrobé dans une feuille de niobium lors de la trempe, par exemple) ou lorsque la température du maintien avant trempe diminue, une nouvelle transformation est observée. Celle-ci se présente sous la forme d'aiguilles aciculaires de différentes orientations au milieu de la structure lamellaire classique (figure 3.32 a). Cette microstructure est présentée dans diverses publications traitant notamment de l'influence de la vitesse de refroidissement à partir du domaine α monophasé sur le mécanisme de transformation [McQuay, Dimiduk et Semiatin 1991; Wang, Viswanathan et Vasudevan 1992; Wang, et Vasudevan 1993; Ramanath et Vasudevan 1993]. De par son aspect aciculaire, elle y est communément appelée structure Widmanstätten.

Notons que cette structure Widmanstätten ne représente jamais l'unique constituant de la microstructure, puisque ces aiguilles sont toujours observées au milieu de la structure lamellaire habituelle, ou même avec la phase γ_m .

Les caractéristiques microstructurales de la structure Widmanstätten n'ont pas été étudiées en détail dans ce travail. On relève au microscope optique environ cinq orientations différentes des aiguilles

dans un même grain. Une observation succincte au MET (figure 3.32b) nous montre que ces aiguilles sont constituées de domaines de phase γ de forme lamellaire, qui présentent les relations de macle, de pseudo-macle et de domaine d'ordre similaires à la phase γ de la structure lamellaire. Ces domaines sont toutefois beaucoup moins réguliers que dans le cas de la structure lamellaire. La phase α_2 peut également être présente au sein de ces domaines, mais sa fraction volumique y est pratiquement négligeable.

D'après nos propres observations et les résultats récents de Wang et Vasudevan [1993], la structure Widmanstätten ne possède aucune relation d'orientation simple avec la structure lamellaire environnante, issue de la transformation $\alpha \rightarrow \alpha_2 + \gamma$.

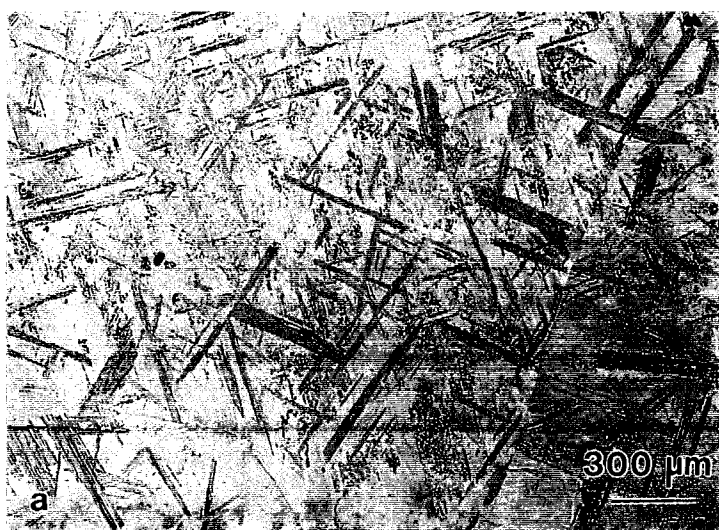


Figure 3.32 : Microstructure obtenue sur l'alliage $Ti_{52}Al_{48}$ après une trempe à partir de $1385^{\circ}C$, (a) au microscope optique, (b) en MET sur les aiguilles Widmanstätten.



Dans le chapitre suivant, nous nous sommes limités à l'étude des mécanismes de formation et de croissance de la structure lamellaire et de la transformation massive. Il conviendrait donc d'étudier de manière plus détaillée celui de la structure Widmanstätten par des observations plus poussées. Il sera par ailleurs nécessaire de considérer la tendance d'orientations privilégiées des aiguilles dans chaque grain.

III.4.4 - Synthèse des résultats

La décomposition de la phase α de haute température se montre particulièrement sensible : (1) à la composition de l'alliage, (2) à la vitesse de refroidissement.

Pour des vitesses de refroidissement relativement lentes, l'ensemble des alliages biphasés présente une structure lamellaire, caractéristique de cette catégorie d'alliages, formée suivant l'une des deux réactions : $\alpha \rightarrow \alpha + \gamma \rightarrow \alpha_2 + \gamma$, ou $\alpha \rightarrow \alpha_2 \rightarrow \alpha_2 + \gamma$. Lorsque le refroidissement à partir du domaine monophasé α devient plus rapide, l'alliage subit une simple mise en ordre $\alpha \rightarrow \alpha_2$ pour les compositions typiquement inférieures à 46% d'aluminium, alors que les compositions plus riches en aluminium présentent la formation d'une structure du type Widmanstätten, puis une transformation brutale $\alpha \rightarrow \gamma$ lorsque la vitesse de refroidissement est encore augmentée.

Les cinétiques de la décomposition de la phase α ont été étudiées très récemment par Jones et Kaufman [1993], puis par Ramanath et Vasudevan [1993], qui présentent des diagrammes TTT des alliages biphasés contenant 46 et 48% d'aluminium. Ramanath et Vasudevan présentent la décomposition de la phase α comme suit pour l'alliage à 48% d'aluminium (figure 3.33) : aux faibles vitesses de refroidissement, la phase α est transformée en la structure lamellaire d'équilibre. A des vitesses de refroidissement plus élevées, la structure lamellaire commence à se former, mais est arrêtée par la formation de la structure Widmanstätten ou de la structure massive. Lorsque la vitesse de refroidissement augmente encore, la formation de la structure lamellaire est totalement inhibée au profit de la transformation massive. Enfin, chose intéressante, les auteurs présentent une simple mise en ordre $\alpha \rightarrow \alpha_2$ pour les vitesses de refroidissement les plus rapides.

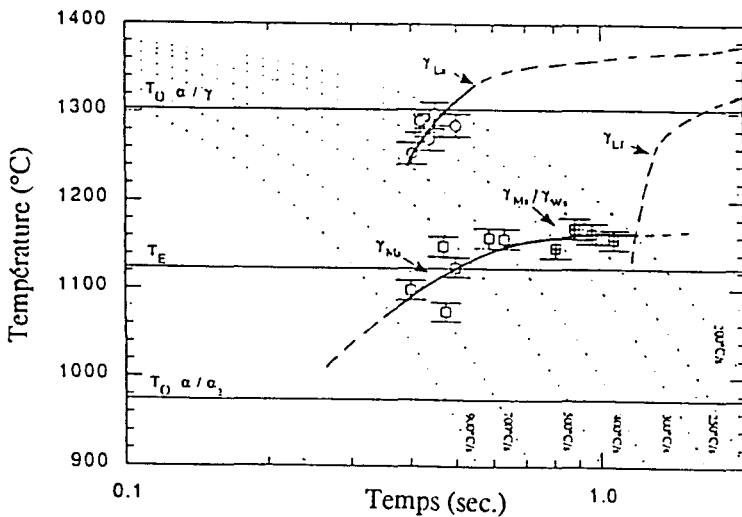


Figure 3.33 : Diagramme TTT pour la composition de 48% d'aluminium [Ramanath et Vasudevan 1993]. Ls, Lf début et fin de formation de la phase γ sous forme lamellaire; Ms, début et fin de formation de la phase γ sous forme massive; Ws début de formation de la phase γ sous forme de plaquettes du type "Widmanstätten".

Il semble donc que la fraction volumique de phase massive augmente avec la vitesse de refroidissement jusqu'à une vitesse correspondant typiquement à la trempe à l'huile. Des vitesses de refroidissement supérieures donnent lieu à une diminution de la fraction volumique de la phase massive, laissant place à la mise en ordre $\alpha \rightarrow \alpha_2$ [Wang et Vasudevan 1993].

III. 5 - Détermination du transus α

Nous avons vu que tout traitement de mise en solution dans le domaine α donne lieu à la formation d'une structure de taille de grain importante, peu intéressante si l'application de ces alliages nécessite une certaine ductilité. Dans ce contexte, les possibilités de modifications microstructurales des alliages coulés sont limitées aux deux domaines biphasés du diagramme d'équilibre. Nous avons vu par ailleurs que les modifications les plus importantes sont obtenues par traitement thermique dans le domaine $\alpha+\gamma$. Nous avons présenté de manière très qualitative les transformations observées dans ce domaine. Cependant, avant de procéder à une étude quantitative, il est nécessaire de connaître les températures de la transition $\alpha/\alpha+\gamma$ (transus α) relative à nos alliages. En effet, la version révisée du diagramme de McCullough ne présente qu'une détermination imprécise de la ligne de transus α , et la position de ce transus peut varier avec de légères fluctuations de la composition chimique, mais surtout avec la concentration en oxygène.

Cette détermination a été réalisée par traitement thermique. Il existe bien entendu d'autres méthodes de détermination du transus, comme la calorimétrie différentielle ou l'analyse thermique. Cependant dans le cas des alliages de titane, par exemple, la métallographie optique après traitement thermique est suffisante pour approcher une valeur précise du transus α/β . De plus, il ne s'agissait pas dans cette étude de procéder à l'obtention d'une valeur théorique du transus, mais de connaître également les modifications microstructurales à l'approche de cette température. Sur la base des connaissances acquises sur les modifications microstructurales de cette catégorie d'alliage, il nous a semblé possible de déterminer métallographiquement les températures de transus de chacun des alliages binaires étudiés. Pour ce faire nous nous sommes basés sur les valeurs obtenues à partir du diagramme Ti-Al de McCullough, Valencia, Levi et Mehrabian [1989]. La méthodologie employée est indiquée au § II.2.1.2.

Le passage de toute composition biphasée dans le domaine α est caractérisé par la disparition de la phase γ et par la croissance rapide des grains monophasés α , qui donne lieu à la formation de gros grains polygonaux. Ce sont ces deux critères qui ont été utilisés pour la détermination de la température de transus. Les modifications microstructurales à l'approche du transus se sont révélées différentes pour les alliages contenant moins de 46% d'aluminium, caractérisés par la présence de colonies de lattes α sur les états bruts d'élaboration, et les alliages plus riches en aluminium, caractérisés, à l'état brut d'élaboration, par une microstructure essentiellement lamellaire comprenant des zones de ségrégation enrichies en aluminium, de sorte que le critère utilisé pour la détermination du transus est différent pour ces deux catégories d'alliages.

III.5.1 - Transus des alliages $Ti_{60}Al_{40}$ et $Ti_{57}Al_{43}$

Avant le passage du transus, les alliages $Ti_{60}Al_{40}$ et $Ti_{57}Al_{43}$ présentent l'apparition simultanée de plusieurs phénomènes, qui traduisent une augmentation de la fraction volumique de la phase γ . On observe en premier lieu la formation ou l'épaississement de la structure lamellaire primaire à l'intérieur des lattes. Cette "réorganisation lamellaire" est accompagnée du phénomène de croissance discontinue que nous avons décrit dans le cas de l'alliage $Ti_{54}Al_{46}$ (cf § III.3.2) (figure 3.34a).

L'approche du transus se caractérise par la disparition de ces deux phénomènes, ainsi que de la morphologie de latte issue de la transformation $\beta \rightarrow \alpha$ (figure 3.34b).

Après le passage du transus, la microstructure est constituée de gros grains polygonaux, la plupart monophasés, d'autres légèrement lamellaires (figure 3.34c).

La détermination du transus pour ces deux alliages est basée sur la disparition des phénomènes de formation de la phase γ , et de la structure en lattes, qui traduit une remise en solution de la structure de l'état brut d'élaboration. En effet, le passage du transus se caractérise d'abord par la disparition de la phase γ , suivie de la croissance des grains, une fois l'alliage devenu entièrement monophasé α . Il a donc été considéré que la détermination de la température de transus est plus précise en utilisant le critère de disparition des phénomènes de formation de la phase γ que le changement de morphologie des grains.

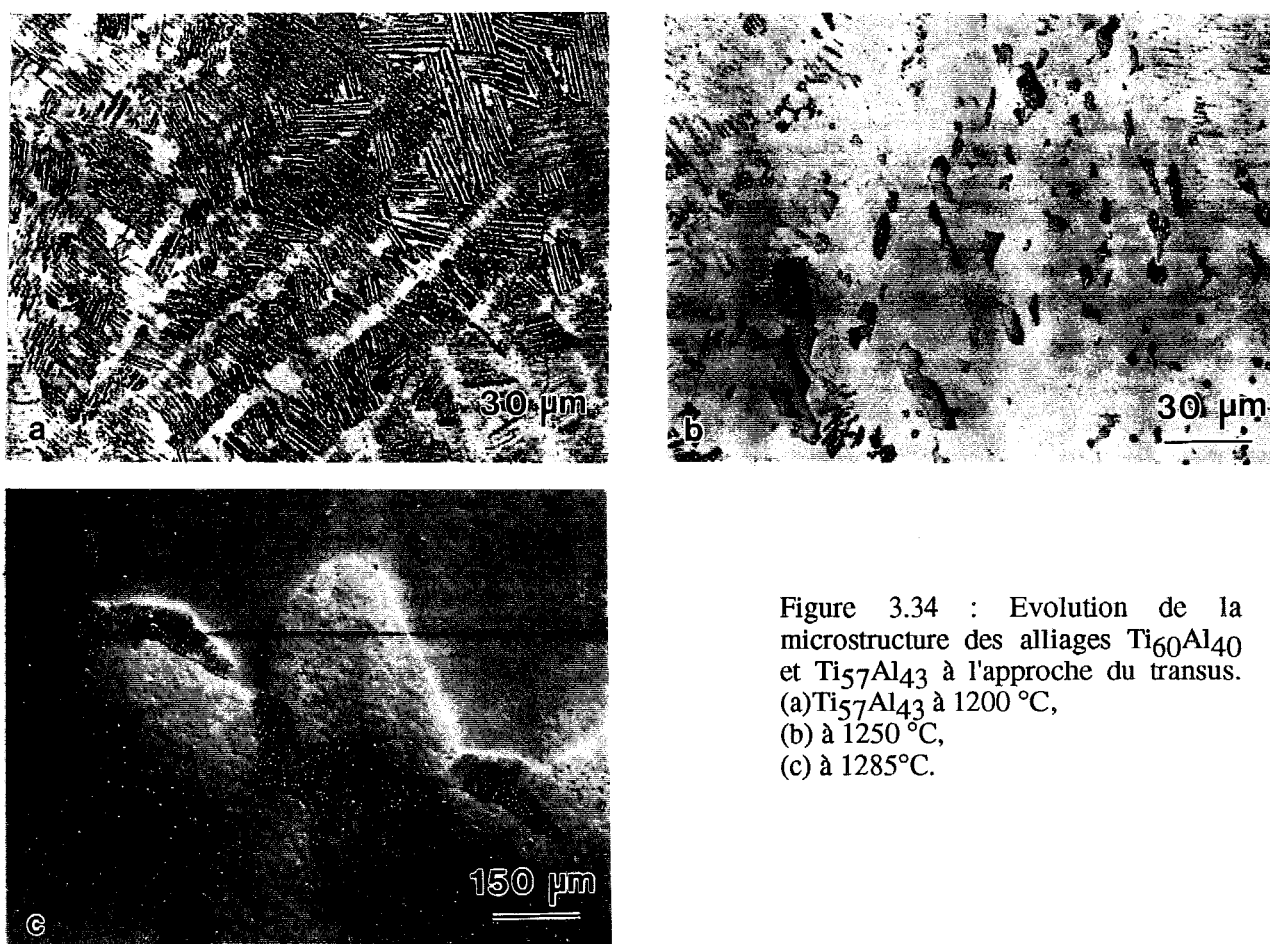


Figure 3.34 : Evolution de la microstructure des alliages $Ti_{60}Al_{40}$ et $Ti_{57}Al_{43}$ à l'approche du transus. (a) $Ti_{57}Al_{43}$ à 1200 °C, (b) à 1250 °C, (c) à 1285°C.

III.5.2 - Transus des alliages $Ti_{54}Al_{46}$, $Ti_{53}Al_{47}$ et $Ti_{52}Al_{48}$

La détermination du transus devient plus complexe pour les alliages contenant plus de 46% d'aluminium. Comme nous l'avons vu, les modifications microstructurales à l'approche du transus se font essentiellement par la formation de la phase α dans les grains γ (cf § III.3.4.2), plutôt que par la dissolution de ces grains. Les grains γ présents dès les états bruts d'élaboration sont donc très stables à haute température.

En outre, les alliages binaires contenant plus de 46% d'aluminium sont caractérisés par la formation de la phase γ_m lors d'une trempe à partir du domaine α (cf § III.4.2).

Alors que la disparition des grains γ monophasés ne se produit généralement que bien après le début de migration des joints de grains, l'apparition de la phase γ_m dans les alliages trempés coïncide avec le changement de morphologie des joints (figure 3.35). Dans ces conditions, le changement de morphologie des grains constitue le critère le mieux adapté à la détermination du transus.

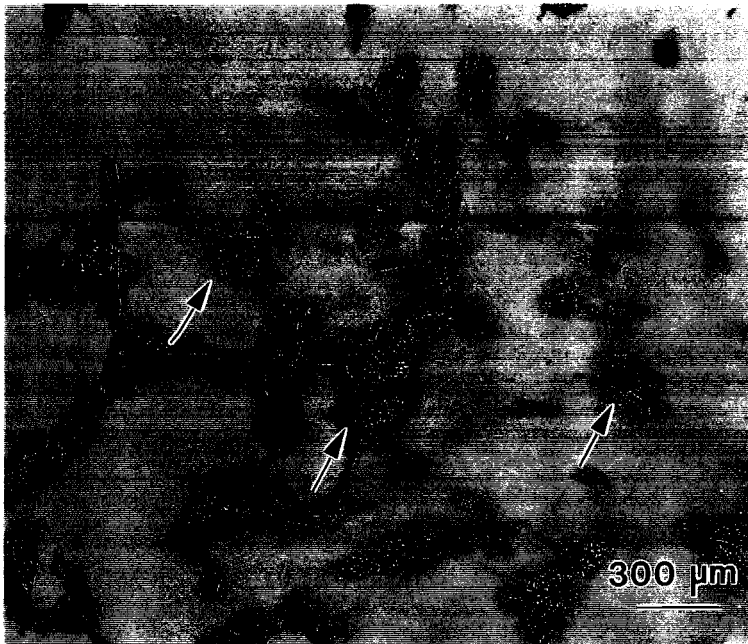


Figure 3.35 : Microstructure obtenue sur l'alliage $Ti_{53}Al_{47}$ après le passage du transus. La cinétique de dissolution de la phase γ est lente.

Le tableau III.2 indique les valeurs de transus ainsi déterminées pour l'ensemble des alliages binaires considérés lors de cette étude. En tenant compte de la précision du four, ces valeurs sont données à $\pm 10^\circ C$, et sont reportées sur le diagramme d'équilibre proposé par McCullough (figure 3.36). On remarque globalement un bon accord entre nos valeurs expérimentales et les valeurs de transus proposées par le diagramme. Seul l'alliage $Ti_{60}Al_{40}$, de composition eutectoïde, présente une différence importante ($\approx 25^\circ C$) entre la valeur du diagramme, qui correspond à la température eutectoïde, et la valeur déterminée par métallographie. Cette différence peut être expliquée par un écart entre la composition de l'alliage étudié et la composition eutectoïde. En effet, la pente du transus $\alpha \rightarrow \alpha + \gamma$ étant importante au voisinage du point eutectoïde, un léger écart de composition entraîne une augmentation brutale de la température de passage dans le domaine α .

Tableau III.2 : Températures expérimentales de transus

Alliage	Température(°C)
Ti ₆₀ Al ₄₀	1150
Ti ₅₇ Al ₄₃	1250
Ti ₅₄ Al ₄₆	1335
Ti ₅₁ Al ₄₇	1350
Ti ₅₂ Al ₄₈	1370

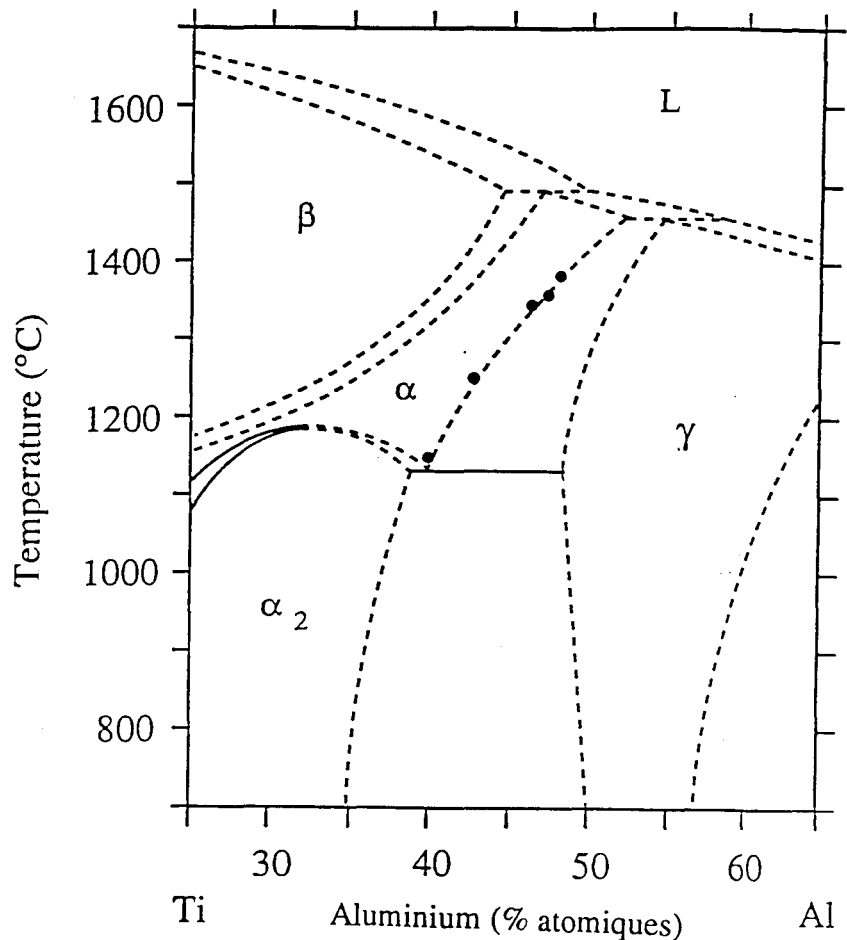


Figure 3.36 : Comparaison des valeurs de transus expérimentales (•) et le diagramme proposé par McCullough, Valencia, Levi et Mehriban [1989]

III.6 - Conclusion et extension aux alliages ternaires et plus complexes

Rappelons brièvement les principales caractéristiques microstructurales des alliages biphasés à base de TiAl, issues de nos observations sur les alliages binaires.

(1) La microstructure observée à l'état brut d'élaboration est liée au chemin de refroidissement suivi par l'alliage après la solidification. En particulier, la traversée du domaine monophasé β est mise en évidence par une structure en colonies de lattes, qui rappelle les microstructures observées sur les alliages conventionnels de titane ainsi que les alliages à base du composé intermétallique Ti_3Al . Au dessus de 46% d'aluminium, la structure des états bruts d'élaboration présente essentiellement une structure constituée de grains entièrement lamellaires.

(2) La formation de cette structure lamellaire se produit aussi bien dans le domaine $\alpha+\gamma$, suivant la réaction $\alpha \rightarrow \alpha+\gamma \rightarrow \alpha_2+\gamma$, que dans le domaine $\alpha_2+\gamma$, suivant la réaction $\alpha \rightarrow \alpha_2 \rightarrow \alpha_2+\gamma$. Les caractéristiques cristallographiques et microstructurales des structures lamellaires formées suivant ces deux réactions sont identiques.

(3) La formation de la structure lamellaire est remplacée, lors de vitesses de refroidissement élevées (trempe à l'huile dans un four sous vide), par (1) une mise en ordre de la phase α suivant la réaction $\alpha \rightarrow \alpha_2$ pour les compositions binaires inférieures à 46% d'aluminium, (2) une formation massive de phase γ suivant la réaction $\alpha \rightarrow \gamma$, pour les compositions plus riches en aluminium.

(4) La modification de la structure lamellaire de l'état brut d'élaboration dépend également de la composition de l'alliage. Les alliages de composition binaire inférieure à 46% d'aluminium présentent le phénomène de croissance discontinue, alors que les alliages de composition binaire supérieure à 48% d'aluminium montrent principalement la formation de grains monolithiques γ .

Les trois derniers points permettent de schématiser l'apparition des diverses transformations de phase sous la forme de trois compétitions [Denquin, Naka et Khan 1992] : (1) compétition entre la mise en ordre de la phase α ($\alpha \rightarrow \alpha_2$ dans $\alpha \rightarrow \alpha_2 \rightarrow \alpha_2 + \gamma$), et la formation de lamelles γ ($\alpha \rightarrow \alpha + \gamma$ dans la réaction $\alpha \rightarrow \alpha + \gamma \rightarrow \alpha_2 + \gamma$), (2) compétition entre la mise en ordre ($\alpha \rightarrow \alpha_2$) et la formation massive de phase γ ($\alpha \rightarrow \gamma$), (3) compétition entre la croissance discontinue et la formation de grains monolithiques γ .

Nous pouvons remarquer que les deux dernières compétitions mettent en évidence l'influence considérable de la composition sur les transformations de phase. Ces deux compétitions vont nous permettre notamment de déterminer l'influence de l'addition d'éléments ternaires ou plus complexes en faible quantité sur le diagramme d'équilibre.

Jusqu'à environ 5% d'addition d'un élément, l'alliage fait encore partie de la catégorie des alliages biphasés à base de TiAl. L'addition en faible quantité d'éléments ternaires ou quaternaires dans les alliages de cette catégorie modifie donc simplement la forme des domaines, et, pour un rapport Ti/Al équivalent, la nature des transformations.

L'influence des éléments d'addition sur le diagramme d'équilibre est tel qu'il favorise soit la présence de la phase α_2 - et dans ce cas l'élément est α_2 -stabilisant, ou α_2 -gène, soit la présence de la phase γ - et dans ce second cas, l'élément est γ -stabilisant ou γ -gène [Naka, Thomas, Bachelier, Denquin 1992]. Ce caractère α_2 ou γ -gène de l'élément d'addition est à rapprocher des trois types de diagramme proposés par Kim [1989, 1991]. Les éléments correspondant au diagramme de type I augmentent la concentration d'aluminium dans la phase γ . Ils ont donc tendance à déplacer la limite de domaine $\alpha + \gamma/\gamma$ vers les concentrations plus riches en aluminium et correspondent aux éléments que nous avons défini comme α_2 -gènes. De la même façon, les éléments du type II ou II ont tendance à déplacer la limite de domaines $\alpha + \gamma/\gamma$ vers les concentrations moins riches en aluminium, et correspondent aux éléments que nous avons défini comme γ -gènes. Pour un rapport Ti/Al constant, un élément α_2 -gène aura tendance à favoriser les transformations observées dans les alliages binaires moins riches en aluminium, alors qu'un élément γ -gène aura tendance à favoriser les transformations de phase obtenues dans les compositions binaires plus riches en aluminium.

Les éléments γ -gènes se caractérisent généralement par la formation d'une phase β cubique centrée ordonnée (B2), sous certaines conditions de traitement thermique. Il semblerait que l'apparition de cette troisième phase constitue à elle seule un élément déterminant du caractère de l'élément d'addition.

d'addition.

Nos résultats indiquent en outre que l'intensité du caractère α_2 ou d'addition, et qu'il est parfois difficile de déterminer ce caractère sans alliage à plus forte concentration en élément d'addition. C'est ce qui suit.

Dans l'ensemble des alliages considérés, la composition est telle que $Ti_{48}Al_{48}Cr_2Nb_2$, le rapport $Ti/Al=52/48$ est conservé.

III.6.1 - Exemple de l'addition d'un élément fortement γ -gène

L'observation de l'état brut d'élaboration de l'alliage $Ti_{51}Al_{47}Fe_2$ indique une microstructure monolithique de ségrégation a considérablement augmenté en comparaison de $Ti_{52}Al_{48}$ (figure 3.37a). En outre, cet alliage a la particularité de présenter la structure lamellaire du microscope optique.

Lorsque l'alliage subit un traitement thermique à $1150^{\circ}C$, les grains monolithiques se déforment, et on remarque, parallèlement, un grossissement des lamelles sous la forme globulaire (figure 3.37b).

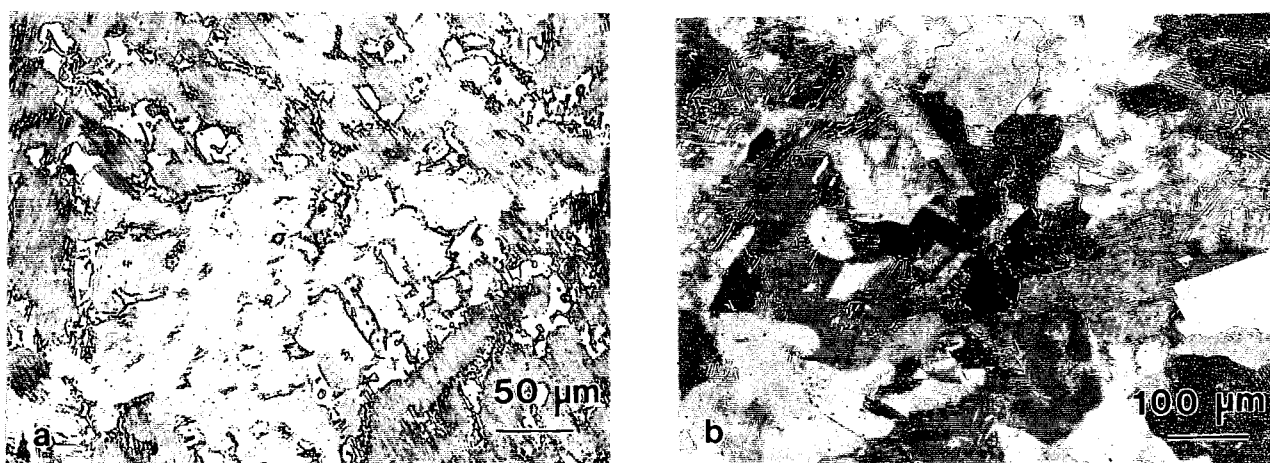


Figure 3.37 : Influence de l'addition d'éléments γ -stabilisants : Cas du fer sur l'alliage $Ti_{51}Al_{47}Fe_2$, (a) brut d'élaboration, (b) après traitement de 1 heure à $1150^{\circ}C$.

III.6.2 - Exemple de l'addition d'un élément faiblement γ -gène : le chrome

L'alliage $Ti_{51}Al_{47}Cr_2$ montre un état brut d'élaboration peu différent de l'alliage $Ti_{52}Al_{48}$ (figure 3.38a).

Après un traitement thermique à $1150^{\circ}C$, on constate la formation de grains monolithiques γ , la microstructure restant toutefois majoritairement lamellaire (figure 3.38b). A l'échelle du MET cependant, des globules de phase B2 ont été observés dans la zone monolithique γ [Naka, Thomas, Bachelier, Denquin 1992].

Après une trempe à partir de 1400°C, l'alliage présente la formation de phase γ_m au milieu de grains lamellaires (figure 3.38c).

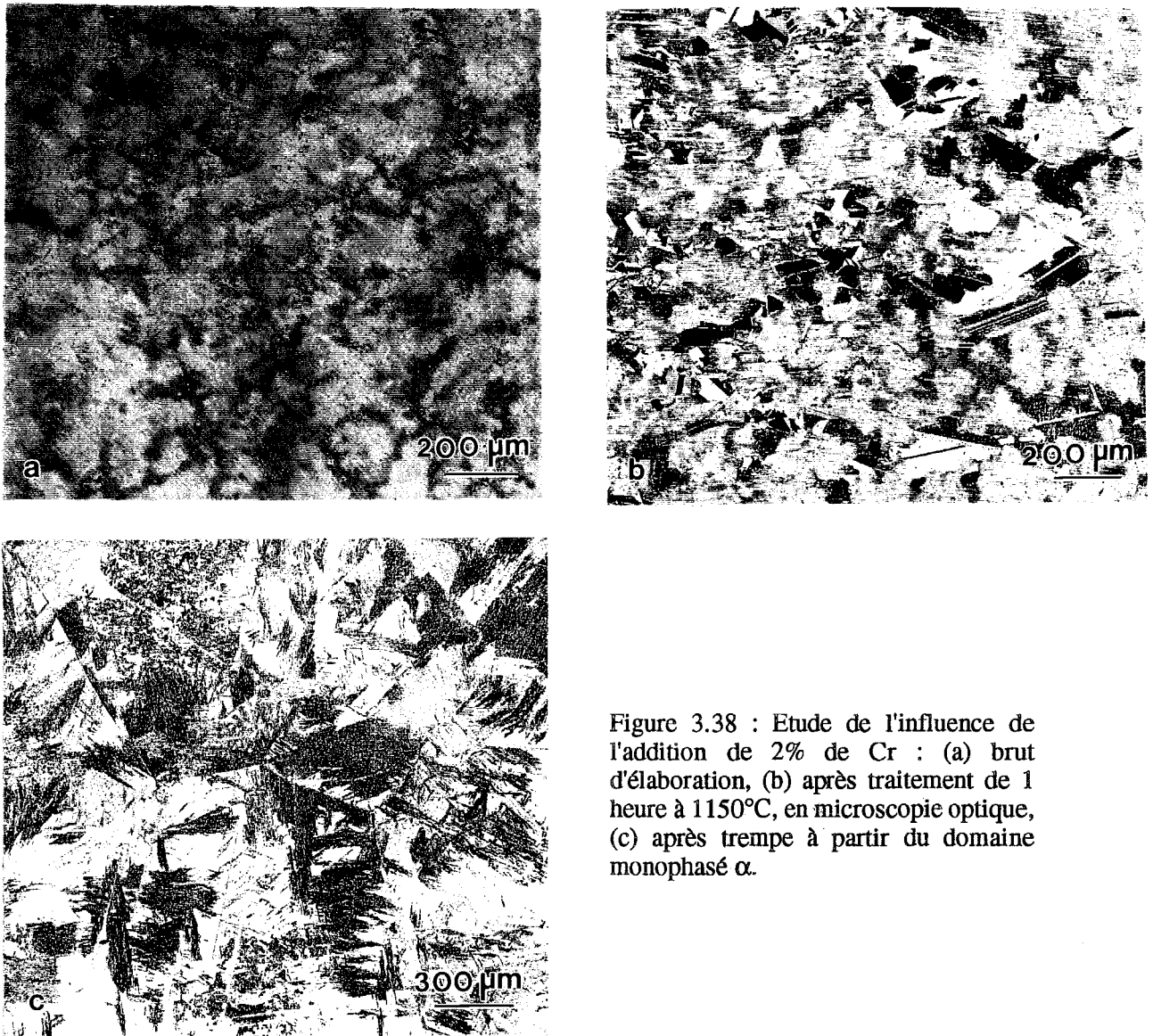


Figure 3.38 : Etude de l'influence de l'addition de 2% de Cr : (a) brut d'élaboration, (b) après traitement de 1 heure à 1150°C, en microscopie optique, (c) après trempe à partir du domaine monophasé α .

III.6.3 - Exemple de l'addition d'un élément faiblement α_2 -gène : le niobium

L'addition de deux pour cent de Nb ne modifie pas la microstructure de l'état brut d'élaboration, composée de grains lamellaires accompagnés de zones monolithiques de phase γ (figure 3.39a). L'observation de la structure lamellaire en MET met en évidence la présence de lamelles de phase α_2 beaucoup plus larges que celles observées dans l'alliage binaire $Ti_{52}Al_{48}$ (100 à 250 nm contre 50 à 100 nm dans l'alliage binaire). La largeur de ces lamelles permet en outre de mettre en évidence la présence de nombreuses parois d'antiphase à l'intérieur de chacune d'elles (figure 3.39b).

Lors d'un traitement à 1150°C, cet alliage montre un comportement similaire au binaire $Ti_{52}Al_{48}$, c'est à dire la formation de grains monolithiques γ (figure 3.39c). Ce comportement peut être expliqué par la présence dès l'état brut d'élaboration de zones importantes de ségrégation.

Après une trempe à partir du domaine monophasé α , cet alliage montre l'apparition de la transformation massive au milieu d'une structure monophasée, tout comme l'alliage modifié au chrome (figure 3.39d).

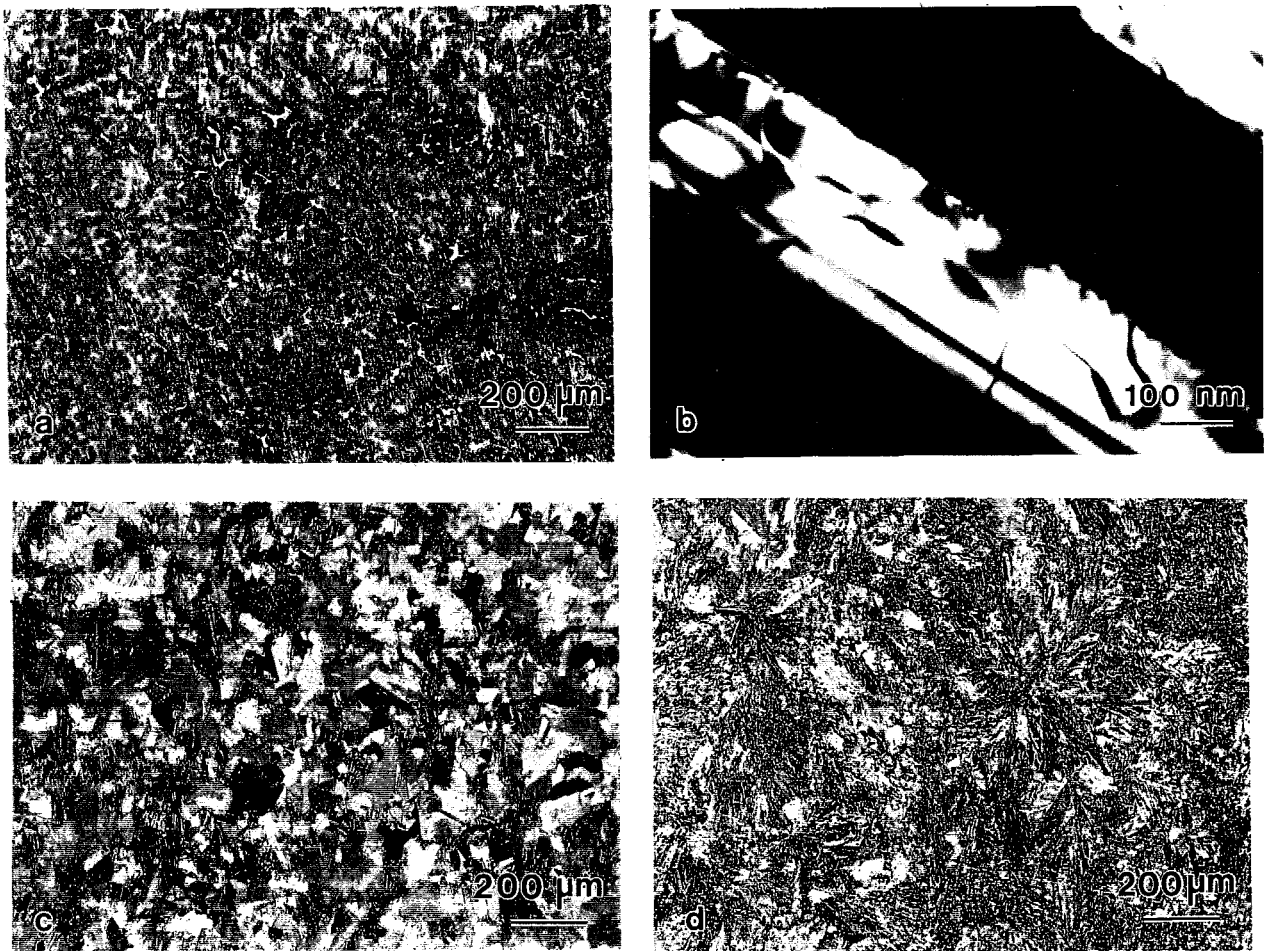


Figure 3.39 : Etude de l'influence de l'addition de 2% de Nb , (a) brut d'élaboration, en microscopie optique, (b) en MET, (c) après traitement de 1 heure à 1150°C, (d) après trempe à partir du domaine monophasé α .

Nous voyons donc qu'il existe peu de différence entre les microstructures obtenues sur les alliages $Ti_{51}Al_{47}Nb_2$ et $Ti_{51}Al_{47}Cr_2$, à l'issue de traitements thermiques similaires. En revanche, ces deux alliages montrent des modifications microstructurales qui s'inscrivent dans les compétitions mises en évidence lors de l'étude des alliages binaires.

III.6.4 - Effet conjugué d'un élément α_2 -stabilisant et γ -stabilisant : les alliages quaternaires

A la lumière des précédents résultats, nous remarquons que, d'une manière générale, les alliages quaternaires de la catégorie des alliages biphasés à base de TiAl présentés dans la littérature présentent l'addition d'un élément α_2 -gène et d'un élément γ -gène. Les alliages quaternaires étudiés dans le présent travail n'échappent pas à cette règle générale et sont constitués de l'addition de 2%

d'un élément faiblement α_2 -gène : le niobium, et de l'addition de la même quantité d'un élément faiblement γ -gène : le chrome. D'après les résultats de l'étude bibliographique, le choix de ces deux éléments a été dicté par la recherche d'un bon compromis de propriétés mécaniques, tout en conservant une bonne résistance à l'oxydation. Ces deux alliages sont le $Ti_{50}Al_{46}Cr_2Nb_2$ et le $Ti_{48}Al_{48}Cr_2Nb_2$. Rappelons que seul le premier alliage présente un rapport Ti/Al proche de 52/48.

Les états bruts de ces deux alliages quaternaires montrent tous deux une microstructure essentiellement lamellaire, avec la présence de zones γ de ségrégation (figures 3.40, a et b). En comparaison avec la microstructure de l'alliage binaire $Ti_{52}Al_{48}$, ces zones sont moins abondantes dans l'alliage $Ti_{50}Al_{46}Cr_2Nb_2$, et plus abondantes pour le second alliage quaternaire $Ti_{48}Al_{48}Cr_2Nb_2$. Si la deuxième observation peut être expliquée par une concentration en aluminium plus importante, l'équivalence du rapport Ti/Al dans les alliages $Ti_{52}Al_{48}$ et $Ti_{50}Al_{46}Cr_2Nb_2$ indique d'ores et déjà que l'influence conjuguée de l'addition de chrome et de niobium tend à situer l'alliage quaternaire vers les concentrations en aluminium moins importantes.

Cette caractéristique est vérifiée lors des deux traitements habituels. Le traitement à 1150°C montre clairement la formation de grains monolithiques γ dans l'alliage $Ti_{48}Al_{48}Cr_2Nb_2$, alors que l'alliage $Ti_{50}Al_{46}Cr_2Nb_2$ présente le phénomène de croissance discontinue, comme l'alliage binaire $Ti_{54}Al_{46}$ (figure 3.40, c et d).

Après une trempe à partir du domaine monophasé α , les deux alliages quaternaires présentent l'apparition de la phase γ_m . Cependant, alors que cette transformation semble être totale dans l'alliage $Ti_{48}Al_{48}Cr_2Nb_2$, l'alliage $Ti_{50}Al_{46}Cr_2Nb_2$ montre une structure mixte composée de la phase γ_m et de la phase α_2 contenant quelques lamelles (figure 3.40, e et f).

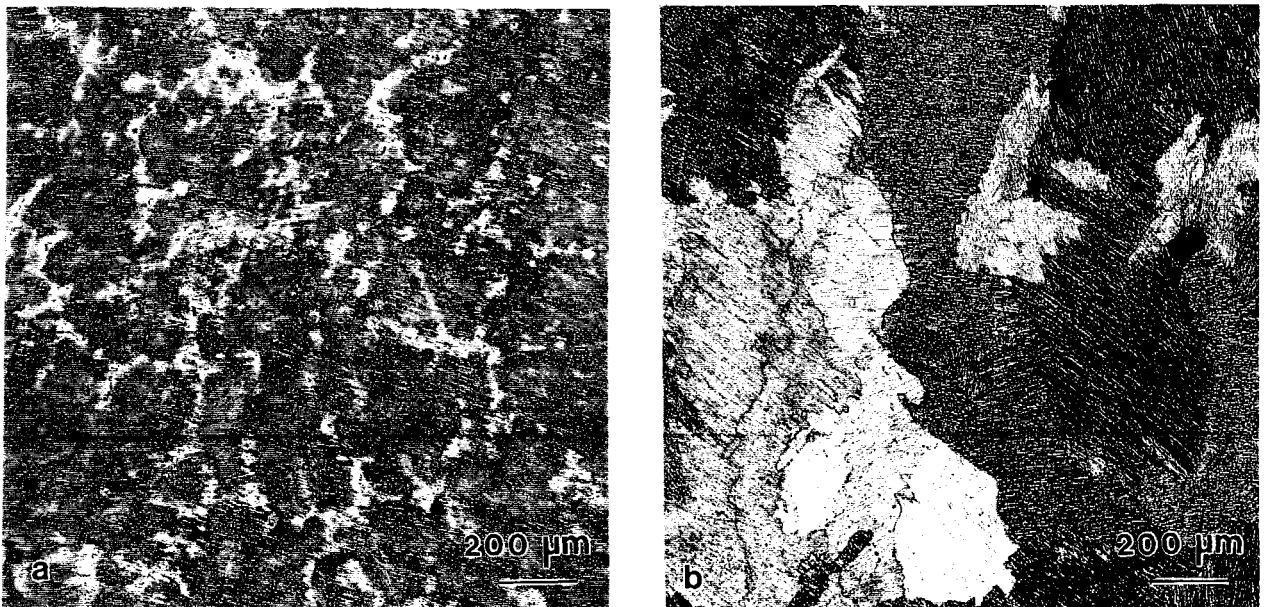


Figure 3.40 : Etude des modifications microstructurales dans les alliages quaternaires; à l'état brut d'élaboration, (a) $Ti_{48}Al_{48}Cr_2Nb_2$, (b) $Ti_{50}Al_{46}Cr_2Nb_2$.

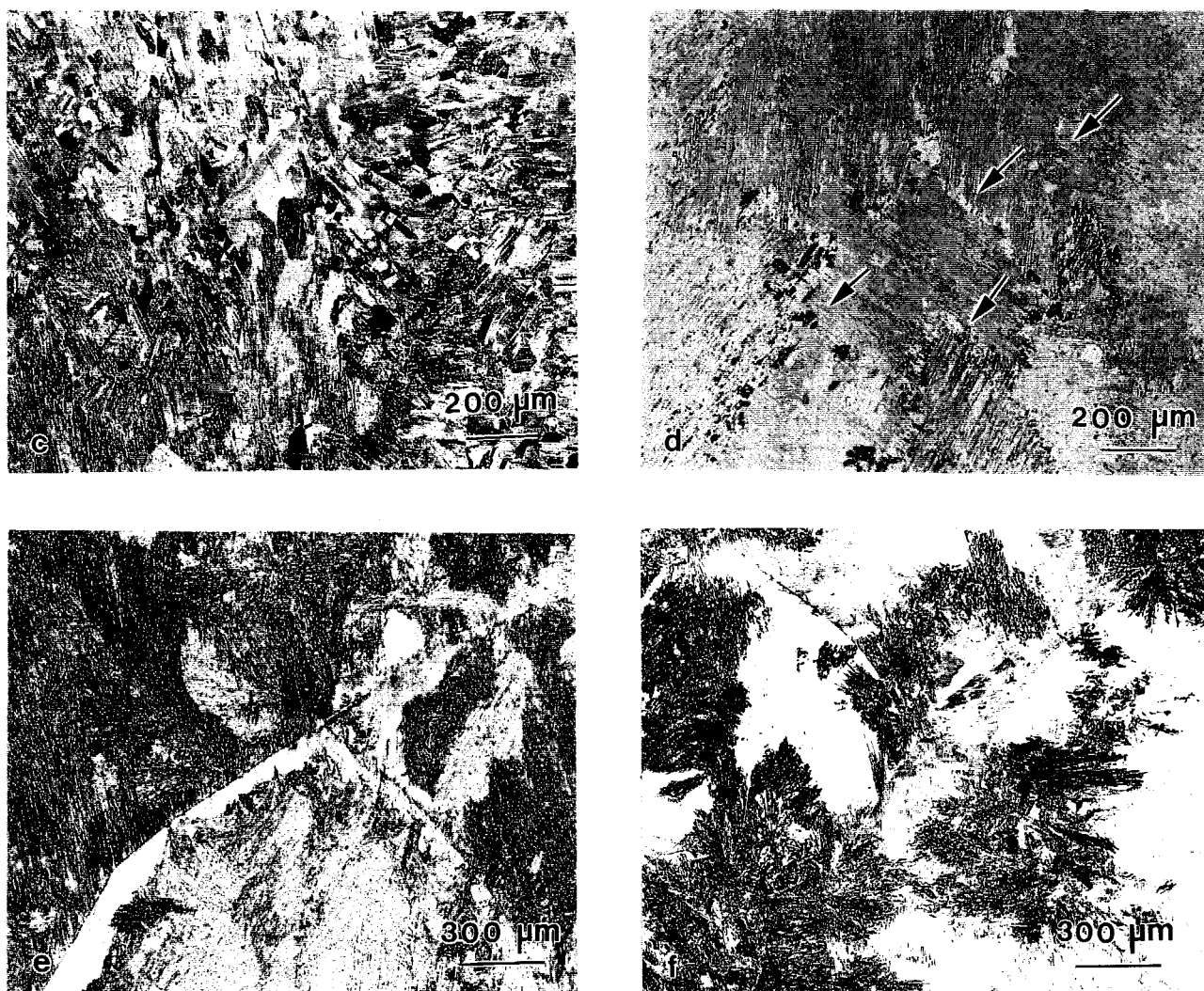


Figure 3.40 : Etude des modifications microstructurales dans les alliages quaternaires. Après un traitement d'une heure à 1150°C : (c)Ti₄₈Al₄₈Cr₂Nb₂, (d)Ti₅₀Al₄₆Cr₂Nb₂. Après une mise en solution de 1 heure à 1400°C : (e)Ti₄₈Al₄₈Cr₂Nb₂, (f)Ti₅₀Al₄₆Cr₂Nb₂.

Les modifications microstructurales de l'alliage Ti₅₀Al₄₆Cr₂Nb₂ sont similaires à celles de l'alliage Ti₅₄Al₄₆. L'alliage Ti₄₈Al₄₈Cr₂Nb₂ présente quant à lui des modifications microstructurales similaires à celles du Ti₅₂Al₄₈. Pour un rapport constant Ti/Al, l'effet de l'addition simultanée de 2% de chrome et de 2% de niobium est donc de déplacer l'alliage vers les compositions binaires moins riches en aluminium.

III.6.5 - Conclusion

L'étude réalisée sur les alliages ternaires a mis en évidence la difficulté d'évaluer l'influence d'un élément d'addition sur le diagramme d'équilibre. En outre, lorsque les alliages contiennent plus d'un seul élément, les modifications du diagramme sont dépendantes de l'effet conjugué de l'ensemble des éléments d'addition. En revanche, les modifications microstructurales observées sur l'ensemble de ces alliages faiblement alliés peuvent se classer dans l'une des deux compétitions déterminées

à partir de l'étude des alliages binaires :

- (1) mise en ordre contre formation massive de phase γ_m ,
- (2) croissance discontinue contre formation de grains monolithiques γ .

Cette classification permet de déterminer rapidement le comportement de l'alliage aux traitement thermiques, à partir des connaissances acquises sur les compositions binaires. Cette étude peut être réalisée simplement par l'utilisation de traitements caractéristiques, comme le traitement à 1150°C, et la trempe à partir du domaine α . Cette possibilité de classification revêt un caractère particulièrement important lorsqu'on connaît le temps nécessaire à l'établissement d'un diagramme ternaire. La figure 3.41 en schématise les résultats.

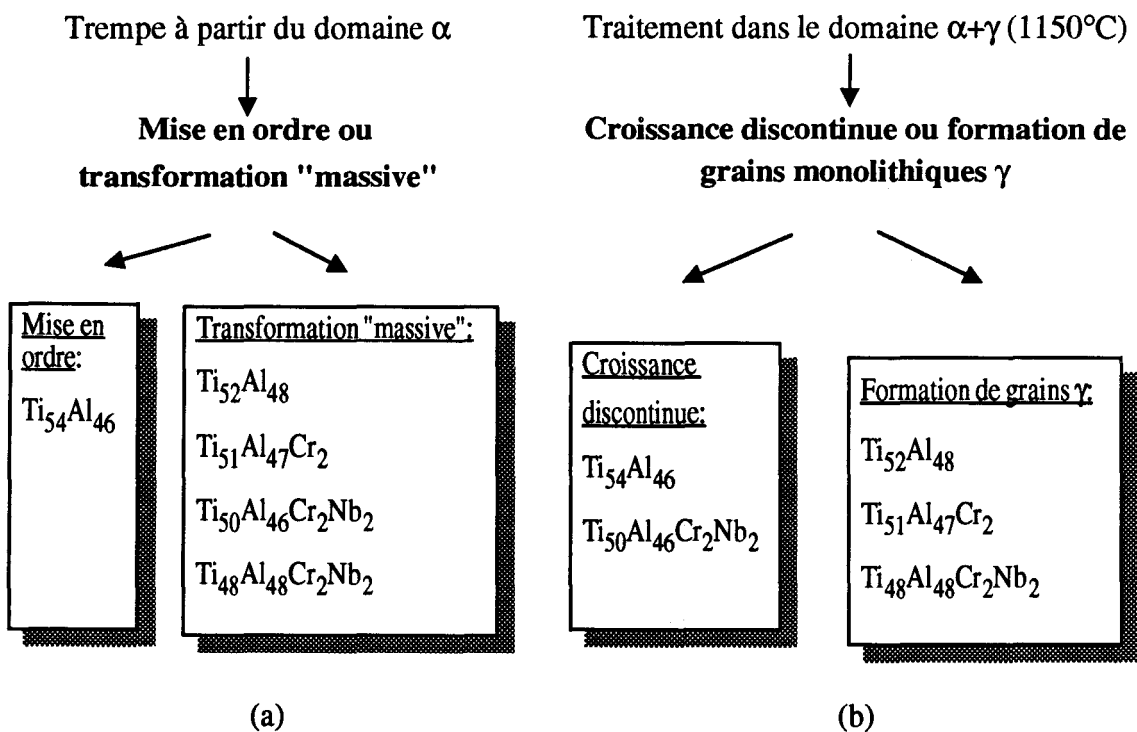


Figure 3.41 : Evaluation du comportement de divers éléments d'addition par comparaison avec les résultats obtenus sur les deux alliages binaires $Ti_{54}Al_{46}$ et $Ti_{52}Al_{48}$: (a) après traitement de 1 heure à 1150°C, (b) après trempe à partir de 1400°C, température située pour l'ensemble des alliages considérés dans le domaine monophasé α .

- Chapitre IV -

Etude des mécanismes de transformation

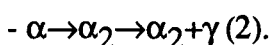
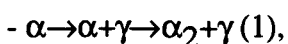
Dans le chapitre III ont été décrites les nombreuses transformations de phase que nous avons observées dans les alliages biphasés $\gamma+\alpha_2$ à base de TiAl. Parallèlement à nôtre étude, la littérature montre un intérêt croissant pour la caractérisation microstructurale détaillée des alliages biphasés à base de TiAl. Cette caractérisation concerne le développement de la structure lamellaire [Feng, Michel et Crowe 1988, 1989, 1990, Yang et Wu 1990, 1991, 1992, Yamabe et Honjo et Kikuchi 1991, Zhao et Tangri 1991, Singh et Howe 1992], la transformation $\alpha\rightarrow\gamma$ [McQuay, Dimiduk et Semiatin 1991, Mitao et Tsuyama 1991, Wang et Vasudevan 1992, Wang, Viswanathan et Vasudevan 1992, Ramanath et Vasudevan 1993] et la croissance discontinue [Shong et Kim 1989, Kikuchi et Yamabe 1991]. Jones et Kaufman [1993] ont récemment publié un article qui relate l'ensemble des transformations de phase intervenant dans cette catégorie d'alliages.

Malgré cela, rares sont les études qui traitent du mécanisme de ces transformations de manière approfondie. Dans ce chapitre, nous discutons des mécanismes de formation et de croissance de la structure lamellaire (croissance discontinue) et de la phase γ_m . Le principe de base pour la détermination de chacun de ces mécanismes est qu'il doit permettre d'expliquer la totalité des caractéristiques microstructurales observées. Nous verrons notamment que ces mécanismes peuvent généralement s'inscrire dans des mécanismes de transformation observés pour d'autres systèmes. Cependant, le caractère ordonné de la phase produit γ les rend beaucoup plus complexes. C'est pourquoi le mécanisme de mise en ordre, simultané à la germination et à la croissance de la phase γ fera l'objet d'une attention particulière.

Les cinétiques des réactions n'ont pas été approfondies, soit parce que les transformations étudiées sont trop rapides pour que leur cinétique soit évaluée de manière quantitative, soit parce que la microstructure obtenue est trop inhomogène pour permettre l'évaluation de l'avancement de la réaction. Néanmoins, nous présentons succinctement les cinétiques générales des transformations rencontrées dans nos alliages à l'annexe 3.

IV.1 - Structure lamellaire

Nous savons désormais que la formation de la structure lamellaire se fait par précipitation de la phase γ sous forme lamellaire, indifféremment dans une matrice désordonnée (α) ou ordonnée (α_2). C'est ce que traduisent les deux réactions (cf § III.2.1) :



La similitude des structures lamellaires formées suivant chacune de ces réactions indique par ailleurs que les mécanismes de précipitation et de croissance de la phase γ sont identiques dans les deux domaines d'équilibre $\alpha+\gamma$ et $\alpha_2+\gamma$. Ces mécanismes sont donc indépendants du caractère ordonné ou désordonné de la matrice. En outre, comme nous le montre la figure 3.4, le passage d'une structure monophasée à la structure lamellaire se fait sans la propagation d'un front de transformation derrière lequel la matrice est transformée en une structure biphasée des deux phases α_2 et γ mais plutôt par la formation de précipités γ dispersés dans la matrice. Les mécanismes de réaction eutectoïde ou de précipitation discontinue, tels qu'ils ont pu être proposés [Jones, Shull, McAlister et Kaufman 1988], sont donc définitivement à éliminer.

Dès lors, le mécanisme proposé par Blackburn [1970] semble le plus séduisant. Ce mécanisme est tel que la germination de la phase γ se fait de manière hétérogène sur les joints de grains et les dislocations de la phase α_2 . Le processus de germination met en jeu la dissociation d'une dislocation suivant la réaction $1/3\langle 11\bar{2}0 \rangle \rightarrow 1/3\langle 10\bar{1}0 \rangle + 1/3\langle 01\bar{1}0 \rangle$, et la formation d'un ruban de phase γ entre les deux partielles. La croissance longitudinale se fait ensuite par la séparation des dislocations partielles pendant que des changements de composition doivent accompagner le processus de glissement. L'épaississement de la phase γ paraît se faire par la germination et la migration longitudinale de marches sur la surface des lamelles. Initialement proposé pour une structure lamellaire formée dans le domaine $\alpha_2+\gamma$, ce mécanisme peut à priori fort bien être étendu au cas de la structure lamellaire formée dès le domaine $\alpha+\gamma$, puisqu'il ne met pas en jeu de caractéristiques propres à la nature ordonnée de la matrice. Il est désormais nécessaire d'en apporter la preuve.

Dans ce qui suit, nous allons d'abord présenter les résultats d'observations complémentaires qui appuient un mécanisme similaire à celui proposé par Blackburn. Après un bref rappel des caractéristiques microstructurales de la structure lamellaire des alliages biphasés à base de TiAl, les mécanismes de germination et de croissance seront considérés de manière plus théorique, afin de pouvoir être validés comme mécanismes opérant dans la formation de la structure lamellaire. Le mécanisme de mise en ordre de la phase γ , simultanément à la germination et à la croissance, est discuté séparément.

IV.1.1 - Observations préliminaires

Une observation des différents stades de la transformation est nécessaire à la détermination du mécanisme de transformation. Les températures élevées auxquelles se produit la transformation interdisent l'observation *in situ* de la formation de la structure lamellaire, qui aurait constitué la méthode d'investigation la plus efficace. L'observation des différentes étapes de la transformation a donc été réalisée sur une structure lamellaire incomplète, issue d'un traitement étagé dont la condition a été déterminée dans ce but.

Dès l'échelle du microscope optique, l'observation de cette structure met en évidence le caractère hétérogène de la transformation, dont l'état d'avancement varie à la fois à l'intérieur d'un même grain et d'un grain à l'autre (figure 4.1a). Ce caractère hétérogène se retrouve à une plus faible échelle. L'observation en MET met en effet en évidence la présence simultanée de lamelles de tailles très différentes sur une même zone de l'échantillon. (figure 4.1b).

Signalons que nous nous trouvons en présence de lamelles formées pendant le maintien en température, suivant la réaction : $\alpha \rightarrow \alpha + \gamma \rightarrow \alpha_2 + \gamma$, et lors de la trempe, suivant la réaction : $\alpha \rightarrow \alpha_2 \rightarrow \alpha_2 + \gamma$. C'est ce qui permet d'expliquer en partie la présence de lamelles γ de tailles très différentes à un même endroit de l'échantillon.

La présence de taches de surstructure sur les clichés de diffraction d'axe de zone $\langle 1\bar{1}0 \rangle$ réalisés sur l'ensemble des lamelles met clairement en évidence leur caractère ordonné. Cependant, aux endroits les moins avancés de la réaction, on peut observer la présence de fautes d'empilement de la matrice α . C'est ce qu'indique la figure 4.1c. Le contraste de ces défauts est étudié à l'annexe 1.

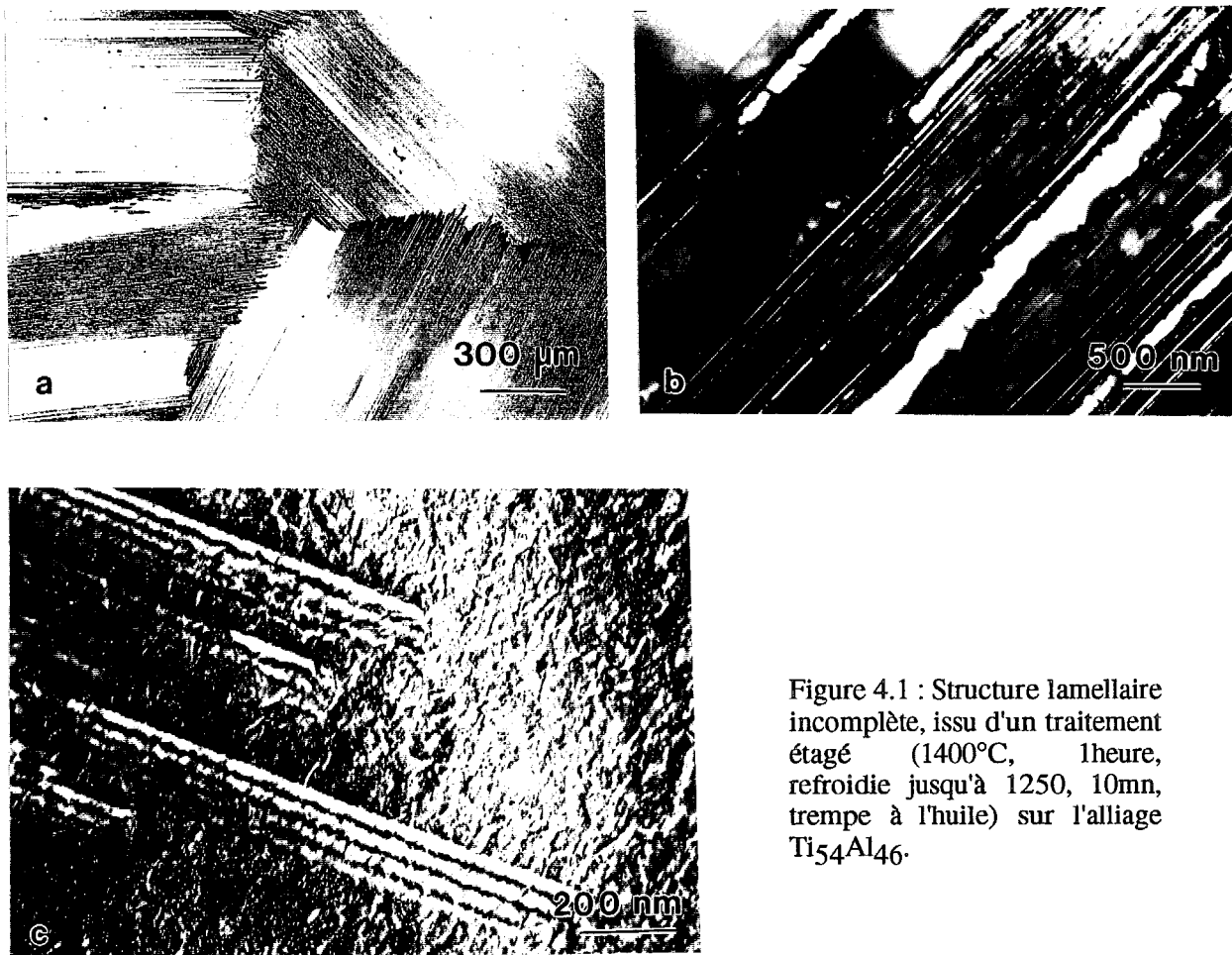


Figure 4.1 : Structure lamellaire incomplète, issu d'un traitement étagé (1400°C, 1 heure, refroidie jusqu'à 1250, 10mn, trempe à l'huile) sur l'alliage $Ti_{54}Al_{46}$.

Observées aux endroits les moins avancés de la réaction, et parallèles aux précipités lamellaires, ces fautes d'empilement semblent d'avantage liées à la transformation, plutôt que de constituer simplement un produit de la trempe.

Les mécanismes de précipitation et de croissance de la phase γ doivent tenir compte :

- d'un changement structural, par lequel une structure hexagonale se transforme en une structure basée sur le réseau cfc,
- d'un changement de composition, la phase γ étant plus riche en aluminium que la matrice α
- de la formation d'une phase ordonnée.

En outre, ils doivent expliquer l'ensemble des caractéristiques microstructurales observées à l'état final, que nous rappelons brièvement.

IV.1.2 - Rappel des principales caractéristiques microstructurales de la structure lamellaire

La structure lamellaire des alliages biphasés $\gamma+\alpha_2$ à base de TiAl est formée d'une alternance de lamelles de phase γ et de phase α_2 montrant la relation d'orientation : $(0001)_{\alpha_2} // \{111\}_{\gamma}$ et $\langle 11\bar{2}0 \rangle_{\alpha_2} // \langle 1\bar{1}0 \rangle_{\gamma}$. La fraction volumique de la phase γ dans la structure lamellaire ainsi que l'épaisseur des lamelles de chacune des deux phases varie en fonction de la composition de l'alliage et du traitement thermique qu'il a éventuellement subi. On remarque fréquemment, à l'échelle du MET, l'alternance de plusieurs lamelles de phase γ avec une lamelle unique de phase α_2 .

Alors que chaque lamelle de phase α_2 est monolithique, les lamelles γ sont constituées de domaines appelés domaines d'ordre ou variantes d'orientation. La séquence d'empilement des plans (111), ABCABC ou ACBACB, n'est jamais modifiée à l'intérieur d'une même lamelle alors que deux lamelles voisines, accolées ou non, présentent fréquemment deux séquences d'empilement différentes, c'est à dire ABCABC contre ACBACB. Les domaines de ces deux lamelles sont alors en relation de macle, ou de pseudo-macle.

Les interfaces entre deux domaines d'une même lamelle ne présentent pas d'orientation particulière dans la majorité des structures observées, alors que les interfaces entre deux domaines appartenant à des lamelles adjacentes présentent uniquement le plan commun (111) comme interface.

Enfin, la taille des domaines varie dans un même échantillon, de 0,5 à 2 μm environ dans le cas de l'alliage $\text{Ti}_{54}\text{Al}_{46}$ à l'état brut d'élaboration. Pour les compositions plus riches en aluminium, ces domaines ont souvent une longueur trop importante pour qu'il soit possible de les observer dans leur totalité à l'échelle du MET.

IV.1.3 - Considération théorique de la transformation

IV.1.3.1 - Rôle des fautes d'empilement dans les transformations de phase

Le rôle principal des dislocations dans les transformations de phase est de servir de sites de germination privilégiés. En effet, les défauts tels que joints de grains, points triples, fautes d'empilement ou dislocations facilitent la germination de la nouvelle phase, car l'énergie de formation d'un germe est réduite par la consommation d'énergie de défaut lors de sa formation. C'est ce que traduit le terme ΔG_d dans l'équation (2) de l'annexe 3. En ce sens, la présence préalable de fautes d'empilement au sein de la matrice peut donc favoriser la germination de la nouvelle phase. Dans le cas particulier des transformations $\text{cfc} \leftrightarrow \text{hc}$, ces fautes d'empilement peuvent à elles seules induire un changement de structure cristalline.

IV.1.3.1.1 - Rôle des fautes d'empilement dans la transformation structurale $hc \leftrightarrow cfc$

Comme il est exposé en annexe 1 (§ A1.1), la transformation structurale $cfc \leftrightarrow hc$ peut être effectuée par la répétition d'une faute d'empilement intrinsèque tous les deux plans. En fait, l'introduction d'une simple faute d'empilement dans la structure cfc (ou hc) donne lieu à la formation d'une séquence d'empilement du type hc (ou cfc) sur une épaisseur de trois plans atomiques. La séquence d'empilement $ABA\dots$ de la structure hc est alors transformée en une séquence d'empilement du type $ABC\dots$ de la structure cfc . Considérons en premier lieu une dislocation partielle de Shockley qui passe entre les plans A et B (figure 4.2a). Cette dislocation transforme le plan A en plan B, et le plan B en plan C, et le plan C en plan A. La faute d'empilement ainsi créée possède une séquence d'empilement locale $ACB\dots$. En répétant cette opération tous les deux plans, on passe ainsi d'un empilement parfait $ABABAB$ à l'empilement $ACBCBC$ (figure 4.2b). De la même manière, si une autre dislocation transforme le plan A en plan C, le plan B en plan A et le plan C en plan B (figure 4.2c), et qu'elle passe entre le plan B et le plan A, la faute aura pour séquence d'empilement $ABC\dots$. La répétition de cette opération donne lieu à un empilement $ABCABC$ (figure 4.2d).

Bien entendu, la formation de ces deux séquences dans ce cas précis implique que le signe des dislocations soit opposé, et que ces dislocations passent entre deux plans bien définis. Cependant, si par exemple la dislocation de la figure 4.2a passe entre les plans B et A, deux plans identiques vont être accolés (figure 4.2e), ce qui constitue un défaut de haute énergie. Le système va alors tendre à diminuer son énergie en restaurant la séquence d'empilement initiale ou en donnant lieu à une séquence d'empilement du type $ABC\dots$. Cette opération a toutefois peu de probabilité de se produire.

Nous voyons donc que les six dislocations du type $a/6\langle 11\bar{2}0 \rangle$ qui vont accomplir la transformation peuvent donner naissance au deux types d'empilement de la séquence cfc : ABC ou ACB .

On remarque en outre que le changement structural introduit par les fautes d'empilement est tel que les plans denses et les directions denses de chacune des deux phases cfc et hc sont parallèles et présentent la relation : $\{111\} // (0001)$ et $\langle 1\bar{1}0 \rangle // \langle 11\bar{2}0 \rangle$. Cette relation est celle que nous observons entre les phases α_2 et γ de la structure lamellaire.

Nous voyons ainsi qu'un changement structural $hc \rightarrow cfc$ peut être simplement achevé par le passage de dislocations partielles de Shockley. Dans ce cas, le produit de la transformation peut posséder une des deux séquences d'empilement rencontrées dans la structure cfc : ABC ou ACB .

Dans le cas où la transformation ne met en jeu qu'une modification structurale, la propagation de partielles de Shockley seule peut effectuer la transformation. Le changement d'énergie libre peut alors constituer alors la force motrice pour la séparation des partielles. Citons comme exemple le cas de la transformation martensitique du cobalt [Christian 1951]. Le problème est différent lorsque la transformation met en jeu non seulement un changement de structure cristalline, mais également une modification de la composition, car le produit résultant du passage de la dislocation partielle est différent du produit d'équilibre. Nous allons donc considérer la force motrice de formation de ces fautes d'empilement et évaluer leur rôle dans une telle transformation.

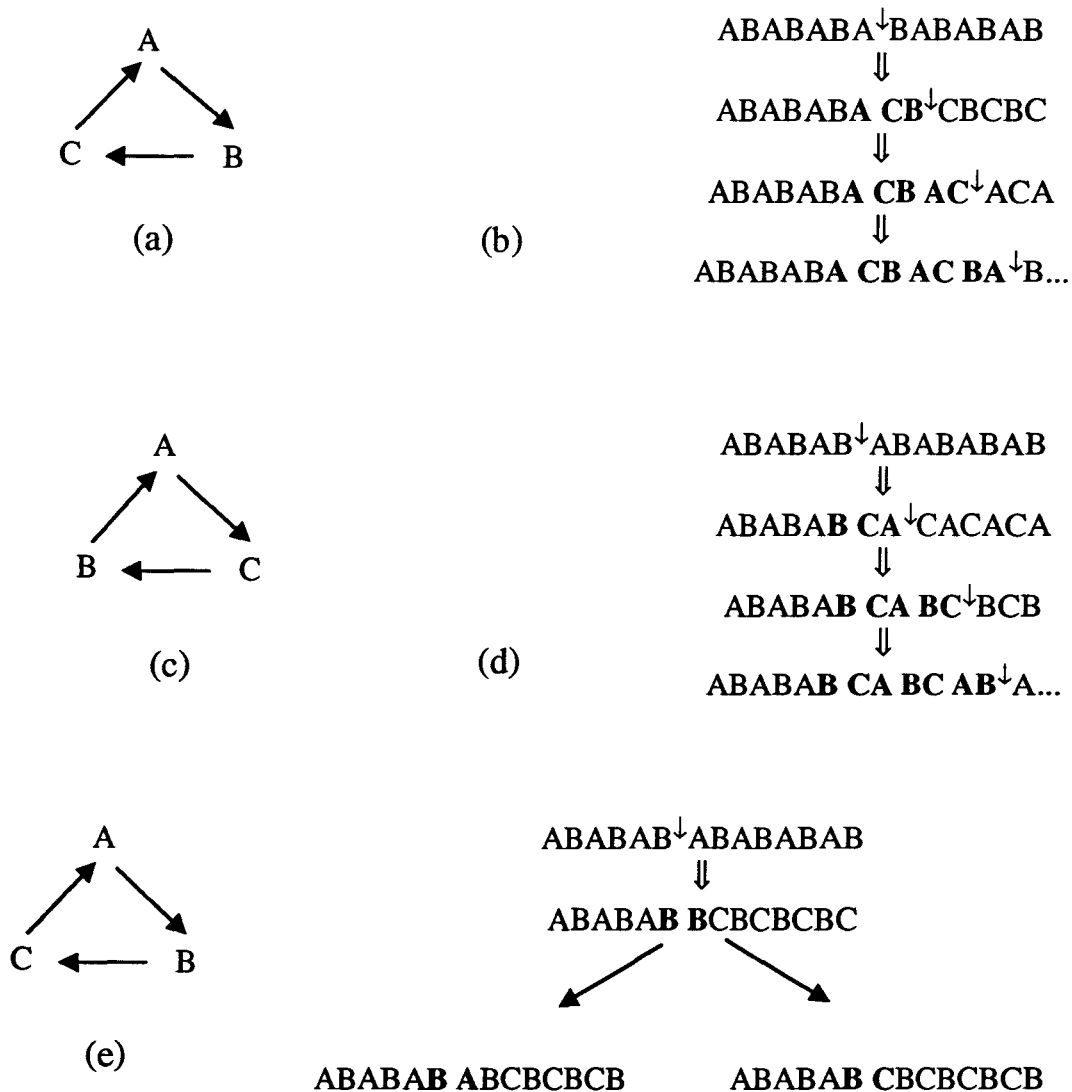


Figure 4.2: Cas particulier de la transformation hc→cfc par formation de fautes d'empilement. Les deux séquences d'empilement de la structure cfc peuvent être obtenues.

IV.1.3.1.2 - Force motrice de formation des fautes d'empilement

La littérature offre très peu d'informations à ce sujet. Lors de la précipitation de la phase transitoire γ' dans le système Al-Ag, l'énergie de faute d'empilement semble être abaissée par la diffusion des éléments de solutés sur les dislocations, favorisant ainsi leur dissociation [Nicholson et Nutting 1961, Hren et Thomas 1963]. Dans le cas de la précipitation des lamelles κ à partir de la phase cfc α du système Cu-Si, l'énergie de faute d'empilement serait assez faible pour que les contraintes provoquées par le refroidissement soient suffisantes à la formation des fautes d'empilement et à leur extension [Kinsman, Aaronson et Eichen 1971].

IV.1.3.1.3 - Rôle des fautes d'empilement dans la force motrice de germination

L'existence d'un germe reste soumis à un équilibre énergétique entre l'énergie libre du système, qui tend à favoriser la transformation de phase, et l'augmentation de l'énergie liée à la formation d'interfaces supplémentaires et à la déformation élastique induite par sa présence. L'expression (2) de l'annexe 3 montre que la barrière à la germination est fournie par le terme d'énergie d'interface et par celui lié à la déformation élastique. Toutefois, la déformation engendrée par la formation d'un germe est généralement faible, et il en résulte que l'énergie d'interface constitue à elle seule la principale barrière à la germination. De ce fait, la forme du précipité la plus favorable est celle qui minimise l'énergie d'interface. De manière générale, les interfaces entre la matrice et le précipité auront tendance à être cohérentes ou semi-cohérentes. La formation de telles interfaces est généralement favorisée par la présence d'une relation d'orientation entre le précipité et la matrice [Porter et Easterling 1981].

Dans les transformations de phase qui mettent en jeu un changement de structure cristalline $cfc \leftrightarrow hc$, la relation d'orientation généralement observée entre les deux phases est : $\{111\}_{cfc} // (0001)_{hc}$, et $\langle 1\bar{1}0 \rangle_{cfc} // \langle 11\bar{2}0 \rangle_{hc}$. En outre, lorsque les distances interatomiques dans les plans denses sont sensiblement équivalentes dans les deux phases, une interface parallèle à ces plans montre une grande cohérence. Cette interface sera donc de faible énergie.

Dans ces conditions, on comprend aisément que les fautes d'empilement qui présentent non seulement une structure cristalline locale identique au précipité mais également des interfaces de cohérence parfaite avec la matrice, vont abaisser considérablement la barrière à la germination des précipités d'équilibre. Plutôt que de constituer simplement des sites de germination préférentiels, ces fautes d'empilement vont constituer à elles seules un état de "pré-germination", à partir duquel la précipitation de la phase d'équilibre sera achevée par modification de la composition chimique et éventuellement, comme c'est le cas dans les alliages biphasés à base de TiAl, par une mise en ordre sur réseau cfc produit par la faute d'empilement.

En ce sens, les fautes d'empilement peuvent être assimilées à une phase intermédiaire de transition, dont la germination est favorisée devant celle du produit d'équilibre par la formation d'interfaces de plus grande cohérence, et donc de plus faible énergie [Aaronson 1993].

IV.1.3.2 - Mécanisme de croissance par marches

IV.1.3.2.1 - De la germination à la croissance

Si les mécanismes mis en jeu lors de la germination d'une phase favorisent, comme nous l'avons vu précédemment, la formation d'interfaces cohérentes ou semi-cohérentes entre le précipité et la matrice, ils placent de ce fait une restriction considérable sur le mécanisme atomique de croissance. Dans le cas d'une transformation qui met en jeu une modification de composition, la croissance de la nouvelle phase est assurée par sauts individuels d'atomes thermiquement activés au travers de l'interface. La facilité de ces sauts va déterminer la vitesse de croissance de l'interface, et la forme finale du précipité va être déterminée par les vitesses de croissances relatives des différentes interfaces entre le précipité et la matrice.

IV.1.3.2.2 - Pourquoi le mécanisme de marches ?

La vitesse de croissance d'une interface est étroitement liée au caractère cohérent ou incohérent de l'interface. Considérons le cas d'école d'une interface plane semi-cohérente entre un précipité hc et une matrice cfc. La croissance de la phase hc se fait par sauts individuels d'atomes et un atome en position C dans la phase cfc doit passer sur la position B. Un tel mécanisme résulte en une configuration instable, de haute énergie, de deux atomes successifs en position B. De plus, une boucle de dislocation de Shockley est créée autour de l'atome. Ceci continue si un deuxième atome est ajouté, et ne devient une structure énergétiquement raisonnable qu'après l'addition de 3, 5 ou 6 atomes (figure 4.3a). Dans le cas de la croissance d'un précipité de structure cfc dans une structure hc, deux atomes sur trois dans la structure hc possèdent la bonne séquence d'empilement. L'addition d'un atome en position C au lieu de A crée une faute d'empilement. L'addition supplémentaire de 1 ou 2 atomes crée une configuration instable (figure 4.3b). Il va donc être très difficile pour des atomes individuels de se joindre à l'interface plane. Ainsi, de très faibles vitesses de croissance sont attendues pour ce type d'interfaces [Porter et Easterling 1981, Doherty 1983].

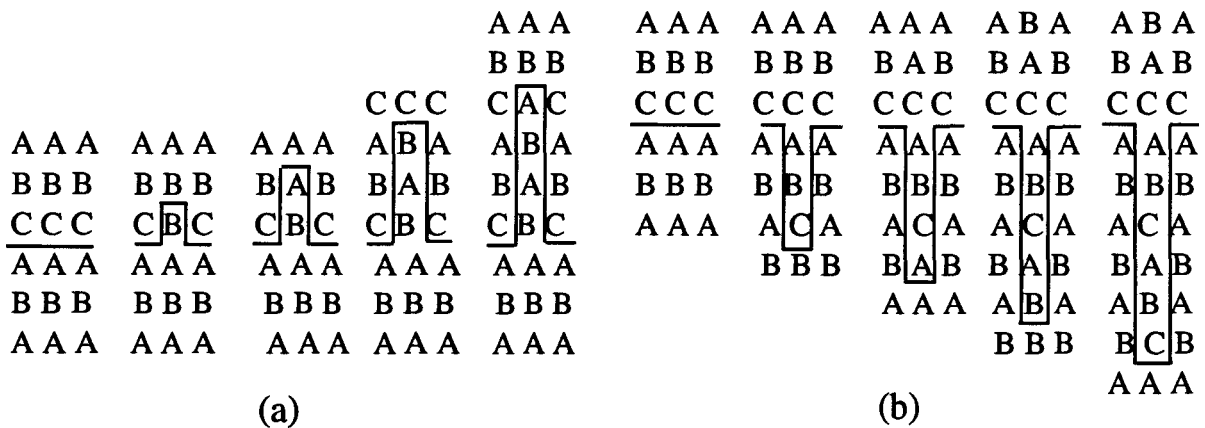


Figure 4.3 : Problèmes de croissance par sauts individuels d'atomes: (a) d'une phase hc dans une structure cfc, (b) d'une phase cfc dans une structure hc.

La solution la plus commune à cette croissance difficile réside dans le mécanisme de "marches", identique à celui proposé pour la croissance d'un solide dans un liquide [Doherty 1983].

IV.1.3.2.3 - Description du mécanisme

Le processus atomique de croissance d'un précipité hc dans une matrice cfc a été déterminé par Howe et ses collaborateurs, sur un précipité lamellaire γ dans l'alliage Al-4,2%at.Ag [Howe, Dahmen et Gronsky 1987].

L'interface entre la matrice et le précipité peut être décrite en termes de terrasses ("terrace" en Anglais), de marches ("ledge" en Anglais) et de décrochements ("kink" en Anglais) (figure 4.4). Chaque marche est associée à une dislocation partielle de Shockley, de sorte que les décrochements présentés sont ceux de la dislocation partielle. La croissance des précipités est achevée par la

propagation des partiels de Shockley en tête des marches, accompagnée de l'attachement de nouveaux atomes au niveau des décrochements.

Ce mécanisme implique une croissance longitudinale des précipités plus rapide que la croissance latérale [Doherty 1983] et présente un caractère dual, qui met en jeu à la fois les caractéristiques de cisaillement des réactions du type martensitique, et les caractéristiques diffusionnelles des transformations nécessitant un changement de composition.

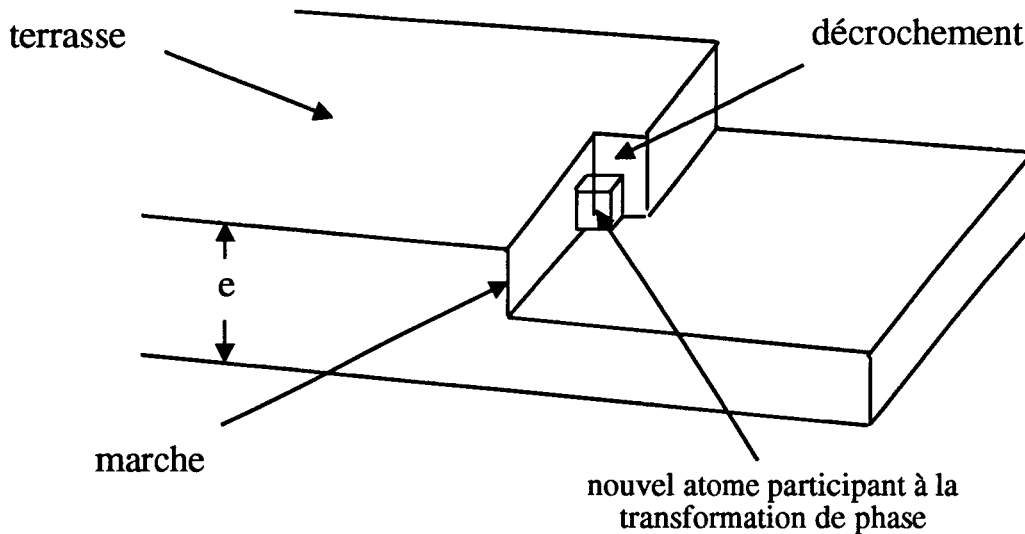


Figure 4.4 : Croissance par le mécanisme de marches. Les atomes s'ajoutent au précipité par l'intermédiaire des décrochements présents au niveau de ces marches (e : épaisseur du précipité lamellaire).

- Pourquoi l'addition d'atomes au niveau des décrochements ?

La diffusion du soluté est facilitée par la distorsion produite par le décrochement dans la marche. Cette distorsion introduit un espace libre au niveau de l'interface matrice/précipité, comme il est illustré sur la figure 4.5. Un tel espace va réduire l'énergie d'activation pour la migration d'un atome de soluté au travers de l'interface, de la même manière que l'énergie d'activation est réduite pour la migration d'un atome le long d'un joint de grain. En outre, lors d'un tel mécanisme, la longueur de ligne de dislocation et le nombre de mauvaises liaisons au travers de l'interface matrice/précipité restent inchangés lorsque l'interface avance, ce qui constitue une situation énergétiquement favorable. Enfin, les atomes qui approchent la dislocation partielle n'ont à effectuer qu'un saut partiel pour traverser l'interface au niveau d'un décrochement, ce qui donne lieu à un transfert rapide au travers de l'interface. L'ensemble de ces considérations expliquent pourquoi le soluté ne traverse l'interface matrice/précipité qu'au niveau des décrochements.

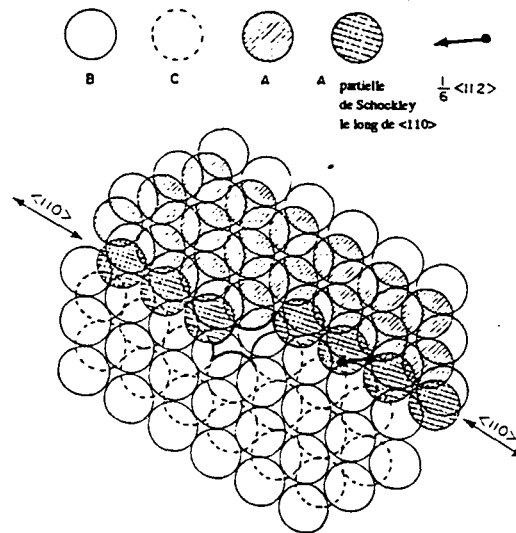


Figure 4.5 : Modèle atomique d'un décrochement dans une dislocation partielle de Shockley, le long d'une direction $\langle 110 \rangle$. La normale à la figure est $\langle 111 \rangle$, et les atomes qui occupent les positions A, B et C sont distingués en haut de la figure. On remarque clairement un espace plus grand (en gras) associé au kink.

- Génération des marches de croissance

Différents mécanismes peuvent agir comme source de marches de croissance [Aaronson 1993]. Parmi les multiples mécanismes proposés, citons les plus évidents : (a) la germination hétérogène au point de contact avec les autres précipités, (b) la croissance en spirale, similaire aux observations effectuées lors des transformations solide-liquide, (d) la germination de nouvelles couches lorsque la composition critique pour leur formation est atteinte ("sympathetic nucleation" en Anglais), (e) la germination sur des particules d'impureté, et (f) la coalescence des marches d'épitaixie qui compensent les distorsions entre les deux phases.

La plupart de ces mécanismes a été observée expérimentalement dans divers systèmes (Cu-Si, Ag-Al, Ti-Cr). Plusieurs mécanismes peuvent être simultanément opératifs. Cependant, aucun de ces mécanismes ne peut maintenir un apport constant de nouvelles marches, et les distances entre les marches vont être variables. Ceci va jouer un rôle considérable dans la cinétique de la transformation, car le problème de génération de nouvelles marches va donner lieu à une cinétique contrôlée d'avantage par l'interface que par la diffusion.

IV.1.3.2.4 - Microstructures issues de la transformation par le mécanisme de marches

Nous avons vu qu'en l'absence d'effets d'énergie de déformation, la forme d'équilibre d'un précipité peut être déterminée par les énergies relatives des différentes interfaces. Cependant, l'anisotropie des cinétiques de croissance des différentes interfaces influe considérablement sur la forme finale du précipité. Ce phénomène est particulièrement vérifié dans le cas du mécanisme de marches, qui, lors des transformations $cfc \leftrightarrow hc$, donne invariablement lieu à une forme de précipités lamellaires [Hren et Thomas 1963; Kinsman, Aaronson et Eichen 1971].

IV.1.4 - Application au cas des alliages biphasés à base de TiAl

IV.1.4.1 - Germination de la phase γ

IV.1.4.1.1 - Stade de pré-germination

L'approche théorique du mécanisme de formation de la structure lamellaire a montré la forte probabilité d'une contribution des dislocations partielles de Shockley lors de la germination de la phase γ . Ces dislocations donnent naissance à une structure cfc locale présentant avec la matrice dès sa formation la relation d'orientation observée entre les phases $\alpha_2 + \gamma$ de la structure lamellaire finale. En outre, ces fautes d'empilement peuvent posséder indifféremment une des deux séquences d'empilement de la structure cfc (ABC ou ACB), également rencontrées dans la structure lamellaire.

L'existence d'un état de pré-germination constitué de fautes d'empilement permet en outre d'expliquer l'hétérogénéité observée à l'échelle du microscope optique sur la structure lamellaire en cours de formation. La densité de ces fautes d'empilement est en effet étroitement liée à l'état de contraintes locales. Nous l'avons vu précédemment, la formation de ces fautes d'empilement peut être attribuée aux contraintes thermiques [Kinsman, Aaronson et Eichen 1971], ou encore à la diffusion des atomes de soluté au niveau des dislocations [Hren et Thomas 1963]. Puisque nous ne connaissons ni le coefficient de dilatation thermique, ni la limite élastique de la phase α à haute température, il est impossible de déterminer quantitativement la contribution de chacun de ces deux facteurs. Il est probable que tous deux contribuent à la formation et à l'extension des fautes d'empilement.

On observe en outre une densité de fautes d'empilement plus importante au niveau des joints de grains. Les joints de grains agissent généralement comme source de dislocations et constituent donc des sites favorables à la formation de fautes d'empilement.

IV.1.4.1.2 - Stade de germination

Puisque les fautes d'empilement effectuent à elles seules le changement structural hc \rightarrow cfc en présentant une séquence de trois plans atomiques de la structure cfc, la germination de la phase γ ne requiert plus que la diffusion des atomes d'aluminium vers les fautes d'empilement et la mise en ordre des atomes Ti et Al sur les sites du réseau cfc.

Si l'on fait l'hypothèse qu'un apport d'atomes d'aluminium accompagne la séparation des partielles de Shockley, le processus de germination ne requiert plus essentiellement qu'un réarrangement local des atomes sur les sites de la faute d'empilement, qui s'accompagne d'un très faible changement de volume ($\approx 1\%$). En conséquence, la barrière d'activation à la germination est considérablement réduite.

La mise en ordre sur les fautes d'empilement semble en outre très rapide puisqu'aucun état désordonné cfc n'a pu être mis en évidence.

IV.1.4.2 - Croissance de la phase γ

L'observation de la structure lamellaire incomplète indique que les différents états d'avancement de la réaction diffèrent uniquement par l'épaisseur des lamelles γ . Le mécanisme de croissance ne requiert donc essentiellement que la croissance latérale des précipités lamellaires. En outre, quel que soit l'état d'avancement, les interfaces α_2/γ sont extrêmement planes. Le mécanisme de marches semble donc parfaitement approprié à la croissance des précipités γ .

IV.1.4.2.1 - Vérification du mécanisme

Un certain nombre d'études se sont attachées à regarder de manière approfondie les interfaces entre les deux phases, essentiellement dans un but d'évaluer ultérieurement leur comportement sous sollicitation mécanique.

L'équipe de Howe a publié notamment les résultats d'une étude complète de la structure atomique des interfaces α_2/γ [Mahon et Howe 1990, Singh et Howe 1992]. Précisons qu'il s'agit, dans ce cas, de la formation de la phase α_2 dans la matrice γ d'alliages monophasés (>50% d'Al), portés à basse température (<1000°C). Les dislocations situées sur les faces et en tête des précipités α_2 ont été déterminées comme étant des dislocations vis du type $a/6\langle 112 \rangle$, confirmant ainsi un mécanisme de croissance de la phase α_2 par migration de dislocations partielles de Shockley dans la matrice γ . Les auteurs proposent pour la transformation inverse, $\alpha \rightarrow \gamma$ ou $\alpha_2 \rightarrow \gamma$, un mécanisme strictement identique, puisque les dislocations partielles de la structure cfc trouvent leur équivalent dans la structure hc.

Yang, Wu et Wang [1993] ont mis en évidence l'existence d'une séquence d'empilement intermédiaire entre les deux phases α_2 et γ du type ABCBAC. Cette observation montre le caractère imparfait de la croissance des lamelles γ . La croissance de la phase γ non fautive nécessite que la propagation de la dislocation partielle se fasse toutes les deux couches atomiques et que son signe ne perturbe pas la séquence d'empilement de la structure cfc formée antérieurement (ABC... ou ACB...). La formation d'une lamelle γ sans faute est donc probablement difficile. Notons que ces fautes d'empilement dans la phase γ créent localement deux séquences en relation de macle, ce qui peut favoriser le développement simultané de deux lamelles γ en relation de macle.

L'ensemble des observations effectuées sur les interfaces α_2/γ corroborent une croissance par propagation de marches sur les interfaces planaires.

IV.1.4.2.2 - Diffusion des éléments interstitiels et de substitution au cours de la transformation

Le mécanisme de marche doit accomplir non seulement la transformation structurale cfc \rightarrow hc, mais également la redistribution des éléments entre les deux phases. Nous avons vu que la diffusion des éléments est effectuée au travers de l'interface par addition des atomes au niveau de la tête de la marche.

Les résultats des analyses des phases α_2 et γ dans les états bruts d'élaboration sont présentés dans l'annexe 2 (tableau A2.2). Bien que la composition de chacune de ces phases en éléments de substitution ne soit généralement pas la composition proposée par le diagramme d'équilibre à

substitution ne soit généralement pas la composition proposée par le diagramme d'équilibre à température ambiante, les résultats indiquent nettement l'action de la diffusion lors de la transformation. L'écart à la concentration d'équilibre peut être dû à une diffusion difficile des éléments de substitution aux basses températures (<1000°C). L'explication de cette diffusion difficile relève d'une part d'une agitation thermique moins importante lorsque la température diminue, et d'autre part, du caractère ordonné des deux phases mises en jeu dans la transformation au dessous de la température eutectoïde ($\approx 1125^\circ\text{C}$).

On peut remarquer d'autre part sur le profil de concentration de la figure 4.6 qu'aucun gradient de concentration n'est détecté au niveau des interfaces α_2/γ sur les états bruts d'élaboration. Cette observation est valable pour la plupart des interfaces analysées en sonde atomique, à partir de structures lamellaires formées dans des conditions usuelles de refroidissement (refroidissement continu à partir du domaine α). Ceci laisse supposer une croissance contrôlée essentiellement par l'interface (cf A3.2, figure A3.1), et met en évidence le problème de génération de nouvelles marches dans cette catégorie d'alliages (cf § A3.3.1).

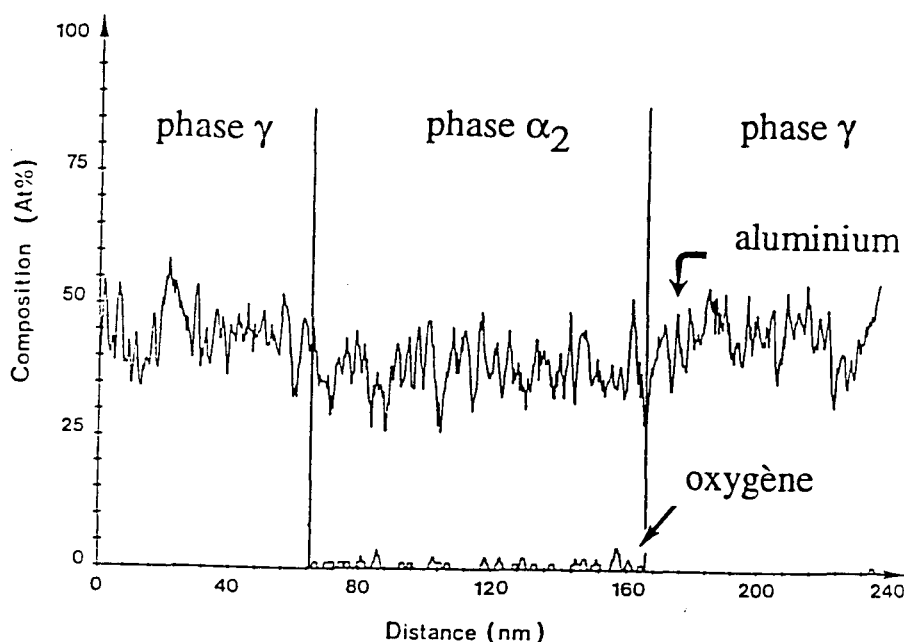


Figure 4.6 : Profil de concentration au travers de trois lamelles $\alpha_2/\gamma/\alpha_2$.

IV.1.4.3 - Synthèse intermédiaire

Le mécanisme général proposé pour la formation de la structure lamellaire tel qu'il a été déterminé dans ce qui précède est le suivant : le déclenchement de la transformation se fait par la création de fautes d'empilements dans la matrice hexagonale, qui, en créant localement une séquence d'empilement du type cfc, vont favoriser la germination de la phase γ . La croissance de la nouvelle phase γ à partir de la phase hexagonale se fait par le mécanisme de marches, qui assure la transformation structurale $hc \rightarrow cfc$, ainsi que les modifications de composition des deux phases au cours de la croissance. Notons que ce mécanisme est continu à celui responsable de la formation de fautes d'empilement dans la matrice, puisqu'il utilise également la propagation de dislocations

partielles de Shockley. Ces deux mécanismes sont donc parfaitement indépendants du caractère ordonné de la phase produit.

Pour achever la détermination du mécanisme de la transformation propre aux alliages biphasés à base de TiAl, nous allons maintenant considérer le mécanisme de mise en ordre de la phase γ .

IV.1.5 - Mise en ordre de la phase γ dans la structure lamellaire

Puisque la phase γ germe sur les fautes d'empilement observées dans la matrice hexagonale, le processus de mise en ordre met en jeu la réaction $cfc \rightarrow L1_0$.

En référence à l'annexe 1, la transformation $cfc \rightarrow L1_0$ est accompagnée d'une diminution de symétrie, qui donne lieu à la formation de trois variantes d'orientation (ou domaines d'ordre), correspondant aux trois directions possibles de l'axe c suivant les directions $\langle 001 \rangle$. Cependant, si le mécanisme d'une telle transformation a déjà été étudié dans divers systèmes tels que CuAu, FePd, CoPt, le mécanisme de mise en ordre de la phase γ de la structure lamellaire doit être considéré comme un cas particulier de ce type de transformations, puisqu'il met en jeu la formation de la phase ordonnée dans une structure désordonnée limitée à quelques plans atomiques.

IV.1.5.1 - Présentation des différents mécanismes possibles

Les mécanismes de mise en ordre de la phase γ peuvent être divisés en deux catégories distinctes basées sur les vitesses relatives de croissance d'un domaine d'ordre, V_{DO} , et de la propagation des partielles de Shockley, V_S , responsable de la croissance longitudinale des fautes d'empilement. On considère dans le développement suivant que la diffusion sur les fautes d'empilement est suffisante pour augmenter la concentration en aluminium de manière significative à l'intérieur de la faute de manière à permettre la mise en ordre de la structure $L1_0$ de la phase γ .

IV.1.5.1.1 - Premier cas : $V_{DO} > V_S$

Lorsque la vitesse de mise en ordre sur le réseau cfc est plus rapide que la propagation des partielles de Shockley, la séparation des partielles est accompagnée d'une mise en ordre simultanée dans la faute d'empilement. Deux mécanismes peuvent alors être effectifs.

- Rencontre des lamelles en cours de développement

Bien que les fautes d'empilement se forment préférentiellement au niveau des joints des grains, on les rencontre également en densité moindre à l'intérieur de la matrice hexagonale. Puisque le type d'empilement est déterminé dès la séparation des partielles, chaque faute d'empilement peut développer un des six domaines d'ordre rencontrés dans la structure lamellaire. Ces domaines d'ordre vont croître de manière indépendante. Leur rencontre au cours de la croissance longitudinale va donner lieu à une structure du type "mur de briques", tel que le montre le schéma de la figure 4.7.

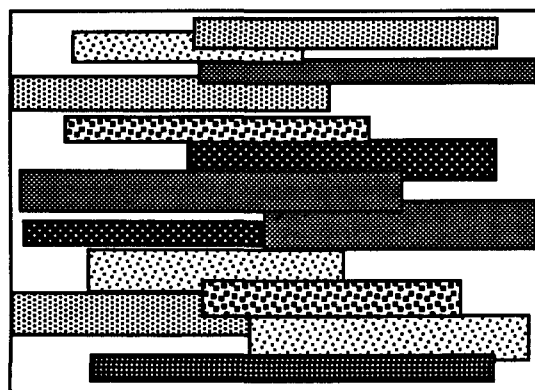


Figure 4.7 : Microstructure développée au cours de la rencontre de domaines ordonnés. Les précipités ordonnés présentent une des six orientations possible:

séquence d'empilement ABC :
 $\langle \bar{1}10 \rangle$, $\langle 0\bar{1}1 \rangle$, $\langle 10\bar{1} \rangle$,



séquence d'empilement ACB :
 $\langle \bar{1}10 \rangle$, $\langle 01\bar{1} \rangle$, $\langle \bar{1}01 \rangle$,



Les relations entre ces domaines ordonnés sont fonction de la rencontre aléatoire de deux domaines et peuvent donc être du type macle ou pseudo-macle, si les deux précipités lamellaires possèdent des séquences d'empilement différentes, ou du type rencontre parfaite, domaine d'ordre ou antiphase, si les deux précipités possèdent la même séquence d'empilement. La rencontre de deux domaines provoque des interactions, attractives ou répulsives, entre les dislocations accomplissant la transformation structurale en tête de lamelle. Ces interactions peuvent ultérieurement modifier l'aspect microstructural de la structure en mur de brique en une structure lamellaire. Cependant, nous ne développerons pas ici ces modifications microstructurales, car la simple observation de la structure lamellaire incomplète montre que la rencontre de deux domaines ordonnés possède une faible probabilité du fait d'une vitesse de croissance longitudinale élevée des fautes d'empilement ainsi que des lamelles.

- Maillage interne

La croissance longitudinale des précipités ordonnés devrait donc donner lieu à la formation de lamelles γ monovariantes. Pour expliquer la présence de variantes d'orientation à l'intérieur de chaque lamelle, on peut alors émettre l'hypothèse d'un mécanisme de formation de variantes d'orientation interne au domaine ordonné.

Lorsque la mise en ordre met en jeu un changement de la symétrie cristalline, la réaction est invariablement accompagnée d'une accumulation de déformations internes, qui sont dues aux désaccords de réseaux entre la phase mère (cfc désordonnée) et la phase produit (quadratique). La formation de domaines d'ordre présentant une alternance de l'axe c permet de réduire l'énergie élastique associée à ces déformations [Hirabayashi et Weissman 1962]. Comme l'on signalé Khachatryan et Shatalov [1969], la minimisation de l'énergie élastique globale du système se fait par l'intermédiaire d'une forme et d'une distribution optimale des précipités. Les calculs développés par ces auteurs ont montré que la microstructure résultant des conditions de minimisation de l'énergie élastique est une structure lamellaire, constituée d'une alternance de deux des trois

l'énergie élastique est une structure lamellaire, constituée d'une alternance de deux des trois variantes d'orientation, de telle sorte que la partie volumique de l'énergie élastique soit éliminée et que l'énergie élastique résultante soit réduite à une énergie de surface. Cette énergie de surface est par ailleurs minimisée par la création d'interfaces parfaitement cohérentes entre les deux variantes, et conditionne la périodicité de la structure lamellaire. Dans la structure $L1_0$, les interfaces les plus favorables sont du type $\{101\}$, puisque, comme l'indique la figure A1.8, la cohérence entre les deux domaines γ est parfaite.

La validité de ces calculs est confirmée par l'observation d'une structure lamellaire dans les composés $L1_0$ ou DO_{22} . Cette structure lamellaire est constituée de deux variantes alternées dont les interfaces sont invariablement du type $\{101\}$ [Hirabayashi et Weissman 1962, Yasuda et Kanzawa 1977, Tanner 1969].

Tanner et Ashby [1969] ont montré que ces variantes d'orientation peuvent être formées par un maillage du type $\langle 101 \rangle \{101\}$ d'un domaine ordonné, qui met en jeu le passage de dislocations de vecteur de Burgers du type $a/2 \langle 101 \rangle$ chaque plan $\{101\}$. La figure 4.8 schématise ce processus de maillage. Un tel processus donne cependant lieu à un cisaillement important. C'est pourquoi ces auteurs proposent un modèle, incorporant la formation d'une macule par glissement, suivie de sa croissance latérale par diffusion.

Ce mécanisme de maillage interne pourrait expliquer la présence de variantes d'orientation dans chacune des lamelles γ . Toutefois, l'utilisation d'un processus de glissement de dislocations dans les plans $\{101\}$ implique une interface plane du type $\{101\}$ entre deux domaines d'ordre, ce qui n'est pas le cas des interfaces observées dans les lamelles γ . De plus, nous n'observons pas ici une alternance régulière de deux des trois variantes, mais une alternance irrégulière des trois variantes. Il est donc très peu probable que la formation des différents domaines dans les lamelles γ soit effectuée par ce mécanisme.

Un tel modèle requiert en outre un cisaillement important, ou/et un réarrangement massif des atomes. Un second mécanisme, proposé ultérieurement par Tong et Wayman, basé sur les observations de la formation du composé CuAu II , semble plus raisonnable [Tong et Wayman 1973]. Ce dernier modèle est indépendant des vitesses relatives de croissance des domaines ordonnés et de la vitesse de propagation des partielles de Shockley, et nous le développons donc dans le prochain paragraphe.

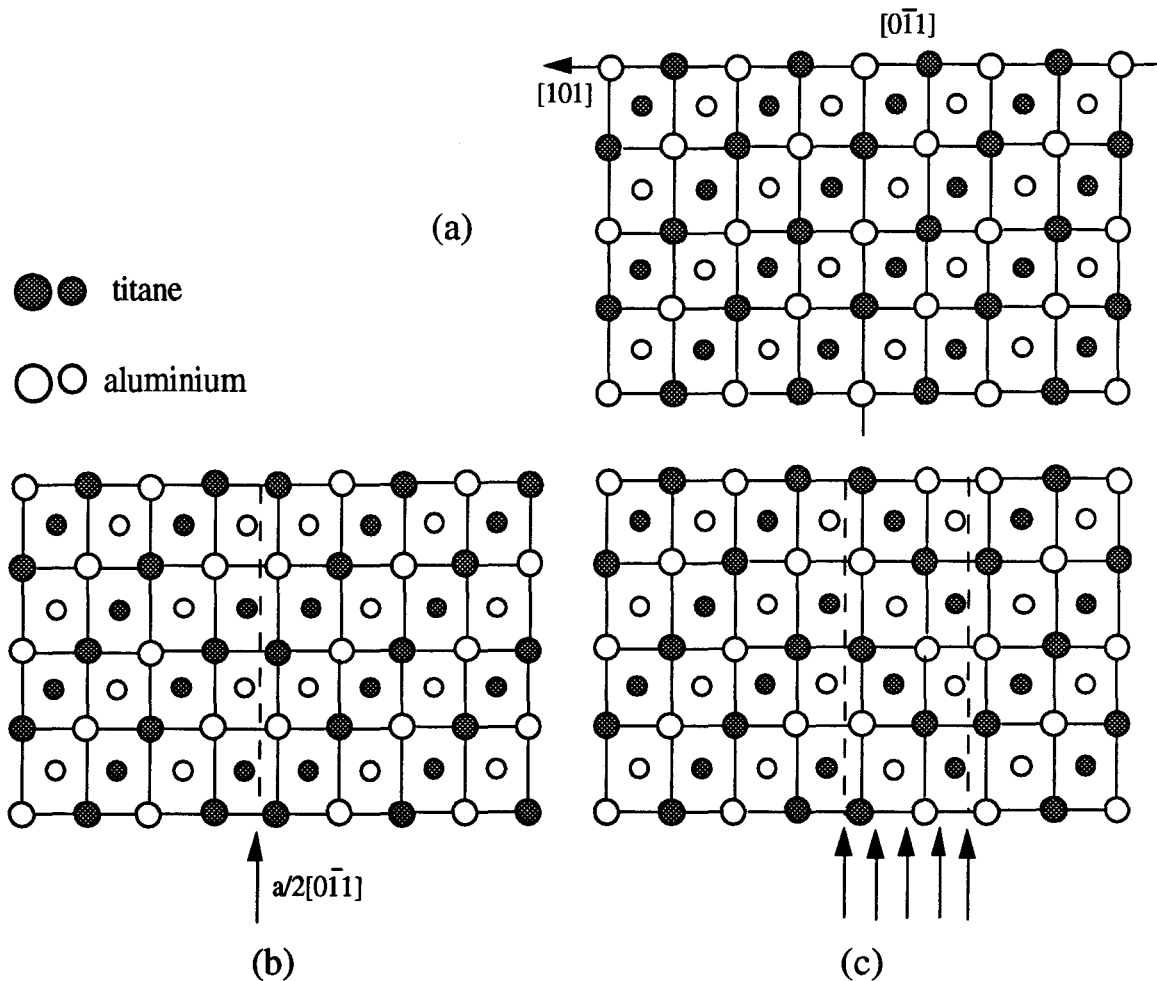


Figure 4.8 : Projection atomique dans le plan (010), présentant le modèle du maillage $\langle 0\bar{1}1 \rangle \{101\}$: (a) projection d'un domaine ordonné, (b) passage d'une dislocation $a/2\langle 101 \rangle$, donnant lieu à la formation d'une paroi d'antiphase, (c) passage de cinq dislocations identiques tous les plans (101), qui donne lieu à la formation d'une variante d'orientation. Les colonnes atomiques sont pures suivant cette projection. Les petits cercles correspondent aux atomes situés à une distance interréticulaire en dessous du plan formé par les atomes représentés par les grand cercles.

IV.1.5.1.2 - Cas intermédiaire : $V_{DO} > V_S$ ou $V_{DO} < V_S$: germination induite par les déformations

Parmi les différents mécanismes proposés pour expliquer la formation de variantes d'orientation à partir d'une structure cfc monolithique lors d'un refroidissement continu, le modèle proposé par Tong et Wayman [1973] pour le composé CuAu, est parfois utilisé pour expliquer la formation de domaines d'ordre dans la phase γ de la structure lamellaire [Jones et Kaufman 1993]. Ce modèle est basé sur le principe de la réduction d'énergie en cours de transformation. Chaque variante croît avec une orientation spécifique, jusqu'à ce qu'elle atteigne une taille critique à partir de laquelle les déformations dues au changement de structure cristalline provoquent un changement spontané de l'axe c au niveau de l'interface de croissance. Ce changement produit la formation de la variante appropriée à l'élimination des déformations dues à la transformation.

Appliqué à la formation de domaines d'ordre dans la phase γ de la structure lamellaire, ce modèle se montre indépendant des vitesses relatives de croissance des domaines ordonnés et de propagation des partielles de Shockley. En effet, si $V_{DO} > V_S$, la rotation de l'axe c en cours de

croissance du domaine se fera dans une structure métastable cfc désordonnée. Si $V_{DO} < V_S$, la rotation de l'axe c se fait spontanément lors de la croissance du précipité lamellaire dans la matrice hexagonale.

Bien que séduisant, ce modèle implique la formation de domaines dont la taille est définie par les conditions de minimisation de l'énergie de déformation. La taille des domaines sera donc régulière, ce qui est contraire aux observations réalisées sur la structure lamellaire. Ce mécanisme est parfaitement adéquat dans le cas d'une transformation dans un matériau de structure initiale cfc désordonnée. Dans le cas présent, l'épaisseur du domaine ordonné est limité aux trois plans atomiques de la faute d'empilement, ce qui va réduire considérablement les déformations induites par la formation d'un tel domaine. Ces déformations sont en outre éliminées par une distribution régulière de dislocations d'accommodation (de "misfit" en anglais) au niveau des interfaces α/γ telle que l'ont montré Zhao et Tangri [1991] et Kad et Hazzledine [1992].

Enfin, un tel mécanisme est généralement observé dans les transformations cfc \rightarrow L1₀ qui ne nécessitent aucune redistribution de soluté, la phase mère et la phase produit ayant la même composition. Dans le cas présent, la faute d'empilement ne possède pas forcément la concentration d'équilibre de la phase γ . Ainsi, les déformations induites par la formation d'un tel domaine sont donc inférieures à celles prédites par la formation d'un domaine γ de composition d'équilibre.

IV.1.5.1.3 - Second cas : $V_{DO} < V_S$

Dans ce second cas, la vitesse de croissance de la faute d'empilement est supérieure à la vitesse de croissance d'un domaine ordonné. La transformation $\alpha \rightarrow \alpha + \gamma$ met alors en jeu la présence d'un état métastable cfc désordonné. Notons que la présence d'un état métastable n'est pas contradictoire aux observations réalisées en microscopie électronique. Il est possible en effet que cet état ne puisse pas être retenu à température ambiante, même avec l'utilisation des vitesses de refroidissement les plus rapides (ici, trempe à l'huile).

- Formation induite par les parois d'antiphase de la phase ordonnée α_2

Une proposition intéressante a récemment été proposée par Yang et Wu [1992]. D'après ces auteurs, ces domaines seraient induits par les parois d'antiphase de la phase α_2 . Le passage de parcelles de Shockley au travers de ces parois lors de la formation de la phase γ provoque l'apparition de fautes dans les lamelles γ (figure 4.9). Deux régions différemment orientées peuvent ainsi nucléer de part et d'autre de ces fautes.

Toutefois, bien que cette explication soit valable dans le cas de la structure lamellaire formée dans le domaine $\alpha_2 + \gamma$, comme c'est le cas pour l'alliage de composition eutectoïde (40% d'Al) étudié par les auteurs, elle ne peut être prise en compte dans le cas de la structure lamellaire formée dès le domaine $\alpha + \gamma$. Dans cette structure, en effet, la taille des domaines γ est largement supérieure à celle des domaines d'antiphase présents à l'intérieur des lamelles α_2 (voir figure 3.5). Les parois d'antiphase de la phase α_2 se sont donc formées après les domaines γ et ne peuvent pas être responsables de leur formation.

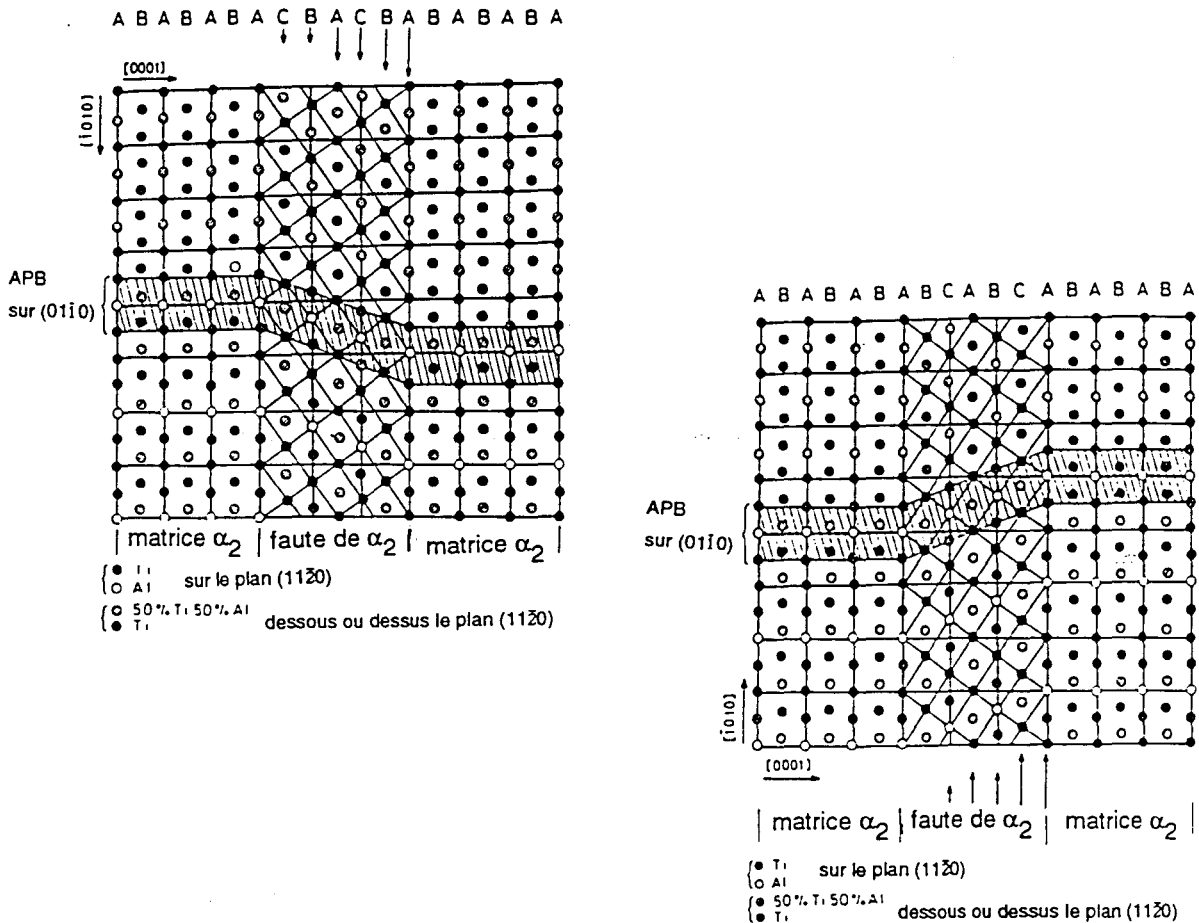


Figure 4.9 : Induction d'une faute dans la phase γ par les parois d'antiphase de la phase α_2 [Yang et Wu 1992]. Les deux séquences d'empilement (ABC ou ACB) sont différenciées (APB : paroi d'antiphase).

- germination de différentes variantes d'orientation sur une même faute d'empilement

Le dernier mécanisme proposé compte parmi les plus simples. Une vitesse de croissance d'un domaine ordonné inférieure à la vitesse de propagation des partiels de Shockley permet la germination de plusieurs domaines d'ordre à partir d'une faute d'empilement unique. Ce processus de germination, indépendant des déformations induites par la formation de domaines ordonnés, est suivi de la croissance de ces domaines et de leur rencontre sur des plans non définis.

Ce dernier processus constitue à notre avis le mécanisme le plus adéquat à la formation de domaines d'ordre dans la phase γ de la structure lamellaire, et ce, pour différentes raisons.

La première de ces raisons est qu'il permet d'expliquer sans problème la présence d'interfaces non cristallographiquement définies entre les deux domaines, puisque leur formation est due à la rencontre de deux domaines indépendants.

La seconde est qu'il permet également d'expliquer la présence de domaines de taille très différentes dans une même lamelle. Ce mécanisme, indépendant des conditions de diminution de l'énergie élastique de déformation, n'implique aucune restriction sur la taille des domaines. Cette taille sera donc fonction à la fois de la fréquence de germination et de la vitesse de croissance des domaines ordonnés. Ce mécanisme permet également d'expliquer pourquoi la taille des domaines est fonction

de la composition de l'alliage. La fréquence de germination et la vitesse de croissance des domaines sont toutes deux fonction de la température. Selon les règles classiques de germination et de croissance, une température de transformation élevée favorise la croissance alors qu'une température de transformation plus basse favorise la fréquence de germination. Dans ces conditions, plus la composition de l'alliage sera élevée en aluminium, plus la température de transformation sera élevée et plus la taille des domaines sera importante. C'est ce qui est expérimentalement observé.

Notons à titre indicatif que la rencontre de domaines ayant germé indépendamment est un phénomène fréquemment observé dans les transformations du type $A1 \rightarrow L1_0$ ou $A1 \rightarrow DO_{22}$. Le maclage interne que nous avons relaté précédemment n'est en général que le produit d'une réduction des déformations induites lors de la formation et de la croissance de ces domaines ordonnés, qui est un phénomène indépendant de la germination initiale de différents domaines.

La rencontre de deux domaines va donner lieu à la formation de parois de domaines d'ordre, si les axes c des deux domaines sont orientés différemment. Si les deux domaines montrent une orientation identique de l'axe c , alors leur rencontre va être parfaite ou va donner lieu à la formation d'une paroi d'antiphase.

IV.1.5.2 - Existence de parois d'antiphase

Les caractéristiques microstructurales issues du mécanisme proposé diffèrent des caractéristiques expérimentales par l'existence de parois d'antiphase dans la phase γ de la structure lamellaire. En effet, malgré de nombreuses observations, seules quelques rares parois d'antiphase ont pu être identifiées dans les lamelles γ de l'alliage $Ti_{50}Al_{50}$ [Denquin et Naka 1993], peut-être du fait d'une épaisseur plus importante des lamelles. Il est possible en effet que la finesse des lamelles γ rende difficile l'identification des parois d'antiphase dans les alliages moins riches en aluminium. Nous devons cependant raisonnablement conclure que les parois d'antiphase de la phase γ sont extrêmement rares dans la structure lamellaire.

Une telle observation peut remettre en cause la validité du mécanisme proposé. Notons en effet, que les mécanismes de maclage interne ou de changement de l'axe c en cours de croissance d'un domaine ordonné ne donnent pas lieu à la formation de telles parois. En outre, les parois d'antiphase sont fréquemment observées dans les transformations $A1 \rightarrow L1_0$ [Hirabayashi et Weissmann 1962] ou $A1 \rightarrow DO_{22}$ [Tanner 1968], qui mettent en jeu la rencontre de domaines d'ordre indépendants, et qui présentent donc des similitudes importantes avec le mécanisme proposé.

L'absence de ces parois d'antiphase dans la phase γ de la structure lamellaire peut être attribuée essentiellement à une différence importante de mobilité entre les parois d'antiphase d'une part, et les autres interfaces γ/γ présentes dans la structure lamellaire, d'autre part [Denquin et Naka 1993, Ricolleau, Denquin et Naka 1993]. En effet, les interfaces entre les domaines en relation de macle et de pseudo-macle possèdent probablement une faible mobilité du fait à la fois de leur planéité et de la bonne cohérence entre les deux réseaux. Par ailleurs, les interfaces présentes dans une même lamelle sont généralement épinglées sur les parois de macle ou de pseudo-macle ou sur les

interfaces α_2/γ . Cette conclusion est en accord avec l'évaluation des énergies de ces différentes interfaces récemment reportée par Inui, Oh, Nakamura et Yamaguchi [1992].

IV.1.5.3 - Formation de parois "mixtes"

La croissance rapide des domaines d'antiphase va résulter en la disparition de leurs parois par couplage avec les autres interfaces présentes dans la structure lamellaire (figure 4.10). Ces autres interfaces peuvent alors être considérées comme des "puits" de parois d'antiphase.

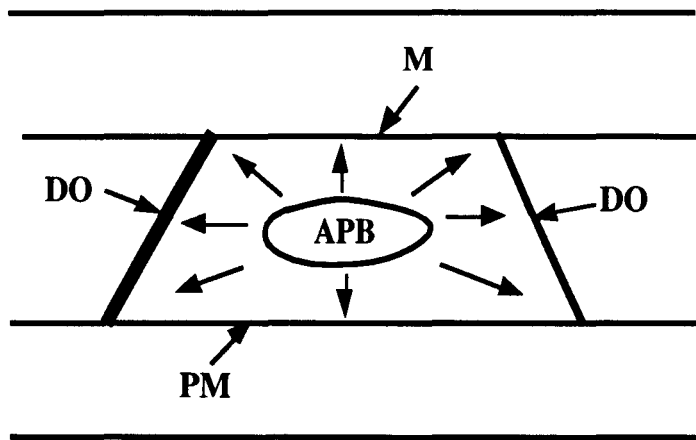
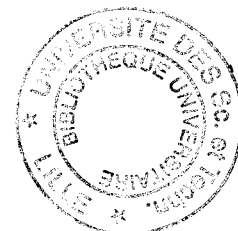


Figure 4.10 : Représentation schématique du couplage d'une paroi d'antiphase avec les autres interfaces de la structure lamellaire (APB : paroi d'antiphase, M : paroi de macle, PM : paroi de pseudo-macle, DO : paroi de domaine d'ordre).

Les deux domaines, initialement en relation de domaine d'ordre, de macle ou de pseudo-macle sont alors reliés par une translation supplémentaire du réseau du type $a/2\langle 101 \rangle$. Ainsi, les parois de domaine d'ordre, de macle ou de pseudo-macle deviennent des parois "mixtes" [Denquin et Naka 1993]. La figure 4.11 illustre l'effet de couplage des parois d'antiphase avec les autres interfaces γ/γ de la structure lamellaire.

Ces parois mixtes peuvent en outre exister avant toute opération de couplage. En effet, une translation équivalente à un vecteur d'antiphase peut être introduite entre deux arrangements atomiques pendant la germination, donnant lieu naturellement à la formation de parois mixtes lors de la rencontre de deux domaines. La présence de parois mixtes dans la structure lamellaire est donc conforme au mécanisme de formation proposé pour la structure lamellaire.

Notons dans ce cas que le couplage d'une paroi d'antiphase avec une paroi mixte donne lieu à l'obtention d'une interface simple. Les réactions de couplage d'une paroi d'antiphase avec l'ensemble des interfaces (simples ou mixtes) γ/γ de la structure lamellaire sont données à la figure 4.12.



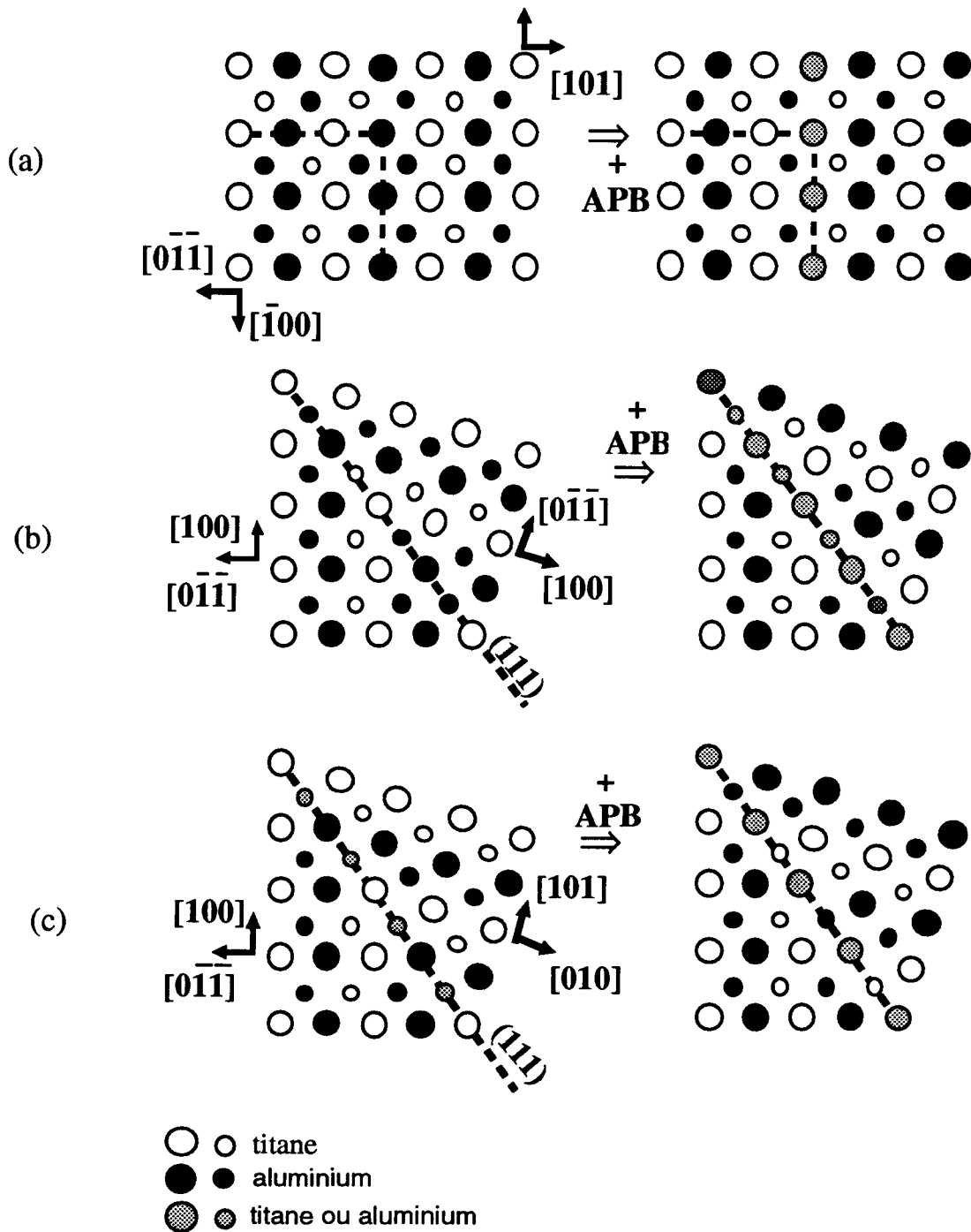


Figure 4.11: Arrangements atomiques sur les plans $\{01\bar{1}\}$, mettant en évidence l'effet de couplage d'une paroi d'antiphase avec les autres interfaces : (a) paroi de domaine d'ordre, (b) paroi de macle, (c) paroi de pseudo-macle. Les petits cercles correspondent aux atomes situés à une distance interréticulaire en dessous du plan formé par les atomes représentés par les grand cercles. Notons que la séquence atomique des plans $\{01\bar{1}\}$ d'un cristal parfait est telle que chaque colonne consiste en une alternance des atomes Ti et Al. Dans (a), la portion de l'interface suivant le plan $\{01\bar{1}\}$ correspond à la configuration particulière d'une paroi de macle d'ordre.

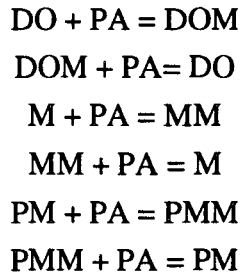


Figure 4.12 : Réactions de couplage d'une paroi d'antiphase avec les différentes interfaces γ/γ de la structure lamellaire. (PA : paroi d'antiphase, OD : domaine d'ordre, DOM: domaine d'ordre mixte, M : macle, MM : macle mixte, PM : pseudo-macle, PMM : pseudo-macle mixte).

La vérification du mécanisme de formation des domaines ordonnés peut donc être effectuée au travers d'une mise en évidence de l'existence de parois mixtes entre deux domaines γ de la structure lamellaire. Cependant, l'analyse du contraste des différentes interfaces γ/γ par diffraction en microscopie électronique en transmission conventionnelle ne permet pas la distinction des parois mixtes et des parois simples. La raison de cette impossibilité réside en l'absence de taches de surstructure communes à deux domaines d'orientation différente [Vanderschaeve 1981]. Ceci peut expliquer pourquoi l'existence de ces parois mixtes dans les alliages biphasés à base de TiAl n'a jamais été mentionnée dans la littérature.

Dès lors, il est nécessaire de mettre en œuvre d'autres méthodes pour prouver l'existence de ces parois mixtes. Il est intéressant ici de se référer au travail de Vanderschaeve [1969, 1981] sur les alliages ordonnés à longue période (Ag_3Mg , Ni_3V ...). La présence d'une paroi mixte γ est mise en évidence par examination d'un point triple formé par deux parois de domaine d'ordre et d'une paroi d'antiphase; une des deux parois d'ordre est nécessairement une paroi mixte. Cependant, l'utilisation d'une telle méthode dans les alliages biphasés à base de TiAl est rendue difficile par la présence d'une structure lamellaire fine dont les interfaces sont parallèles au plan commun (111). Les lames minces réalisées à partir de cette structure lamellaire polycristalline n'ont jamais permis l'observation des domaines d'ordre perpendiculairement au plan (111).

Une seconde alternative réside en l'utilisation de la technique de haute résolution [Ricolleau, Denquin et Naka 1993]. En effet, si un cristal parfait est imagé avec un faisceau d'électrons parallèle aux colonnes pures, il est possible d'obtenir, sous certaines conditions d'image, une correspondance point par point entre l'image de points obtenue en haute résolution et les colonnes atomiquement pures de la projection. Il devient donc ainsi possible d'imager les défauts d'ordre. Cette technique nécessite l'utilisation d'une projection dans laquelle les colonnes atomiques ne sont constituées que d'un seul élément, Ti ou Al. En outre, l'interface observée doit être parfaitement plane, et orientée parallèlement au faisceau d'électrons. Dans le cas particulier de la structure lamellaire, les interfaces entre lamelles ne doivent pas interférer dans l'image obtenue. L'ensemble de ces conditions est réalisé à l'aide d'une projection suivant $\langle 1\bar{1}0 \rangle$. Une projection du type $\langle 1\bar{1}0 \rangle$ permet l'observation de la structure avec les interfaces entre lamelles parallèles au faisceau d'électrons. Les projections $\langle 110 \rangle$ sont de deux types: $\langle 10\bar{1} \rangle$ et $\langle 1\bar{1}0 \rangle$. Alors que les colonnes atomiques sont mixtes dans le cas d'une projection du type $\langle 10\bar{1} \rangle$, la projection du type $\langle 1\bar{1}0 \rangle$ offre l'observation de colonnes atomiquement pures (figure 4.13).

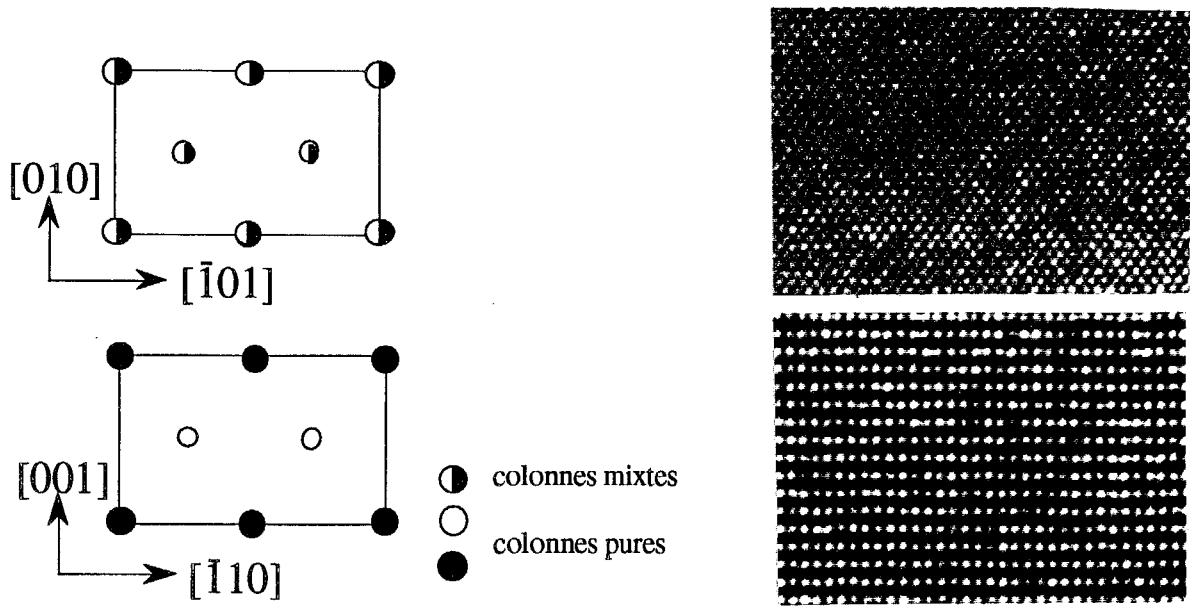


Figure 4.13 : Projection de la structure $L1_0$ suivant les directions $\langle 10\bar{1} \rangle$ (a) et $\langle 1\bar{1}0 \rangle$ (b). Les colonnes atomiques sont mixtes dans le cas de la projection suivant $\langle 10\bar{1} \rangle$, alors qu'elles sont pures dans le cas de la projection suivant $\langle 1\bar{1}0 \rangle$.

L'observation des parois de domaine d'ordre a été exclue car ces parois ne sont généralement ni planes ni parallèles au faisceau d'électrons suivant la projection $\langle 1\bar{1}0 \rangle$. Peu de configurations atomiques permettent l'identification de parois mixtes. Seule l'observation de parois de macle permet de les mettre en évidence. Notons que, contrairement à la formation de parois de domaine d'ordre mixte, la formation de parois de macle ou de pseudo-macle à caractère mixte est indépendante du mécanisme de formation des domaines ordonnés dans une lamelle unique. En effet, les parois de macle ou de pseudo-macle sont observées entre deux domaines appartenant à des lamelles voisines. La germination des domaines d'une lamelle est indépendante de la germination des domaines de la lamelle adjacente. Ainsi, l'observation réalisée en haute résolution ne permet elle uniquement de mettre en évidence la germination indépendante de deux domaines ordonnés de deux lamelles adjacentes. Néanmoins, l'existence d'une telle paroi suggère l'existence d'un caractère mixte pour les parois de domaine d'ordre.

La figure 4.14a montre une paroi de macle simple observée suivant la projection $\langle 1\bar{1}0 \rangle$. Les plans $\{010\}$ coïncident parfaitement de chaque côté du plan de macle, comme le schématise la figure 4.14b. La figure 4.14c montre, pour des conditions d'observation identiques, une autre configuration, schématisée à la figure 4.14d. Dans ce cas, les plans $\{010\}$ ne coïncident pas parfaitement au niveau du plan de macle. La translation observée le long du plan de macle entre les deux plans $\{010\}$ correspond à un vecteur d'antiphase $a/2\langle 011 \rangle$. Ces résultats mettent donc en évidence l'existence de parois mixtes entre deux domaines γ de la structure lamellaire.

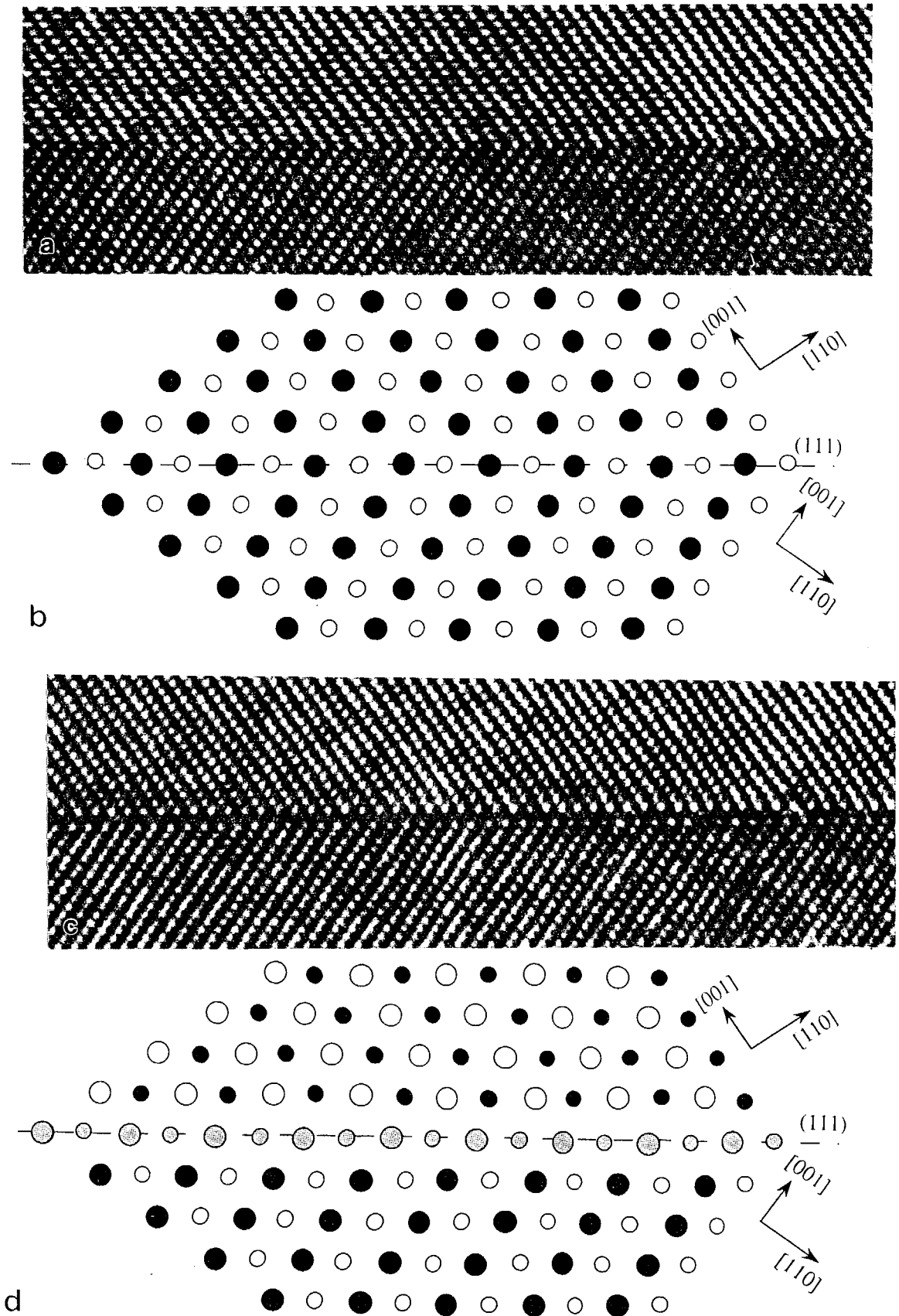


Figure 4.14 : (a) image haute résolution d'une paroi de macle pure dans la projection $\langle 011 \rangle$, (b) représentation schématique de l'interface, (c) image haute résolution d'une paroi de macle mixte dans la projection $\langle 011 \rangle$, (d) représentation schématique de l'interface.

IV.1.6 - Récapitulation du mécanisme proposé

Le mécanisme proposé pour la formation de la structure lamellaire caractéristique des alliages biphasés à base de TiAl peut être résumé comme suit :

- 1) Déclenchement de la transformation par l'intermédiaire d'un stade de pré-germination qui met en jeu la formation de fautes d'empilement dans la matrice hexagonale, ordonnée (α), ou désordonnée (α_2).
- 2) Ce stade de pré-germination donne lieu à la formation d'un empilement du type cfc désordonné, qui favorise la germination de la phase γ en réduisant de manière considérable la barrière d'activation à la germination de cette nouvelle phase. Le stade de germination comprend essentiellement la mise en ordre sur le réseau cfc désordonné des fautes d'empilement.
- 3) Nous pensons que la mise en ordre sur le réseau cfc désordonné des fautes d'empilement est rapide mais comprend un état métastable qui permet la germination de domaines ordonnés distincts sur une même faute d'empilement. La croissance ultérieure de ces domaines, simultanée à la croissance des précipités lamellaires, donne lieu à la formation de parois de domaines d'ordre. Ce mécanisme peut également provoquer la formation de parois d'antiphase ou de parois d'ordre mixtes, qui ne peuvent être observées; les premières se couplant avec les autres interfaces de la structure lamellaire; les secondes, du fait d'une impossibilité expérimentale.
- 4) Le stade de germination est suivi ou accompagné de la croissance longitudinale et latérale des précipités lamellaires par le mécanisme de marches, qui assure la diffusion des éléments entre les deux phases.
- 5) Enfin, la rencontre de deux lamelles adjacentes donne lieu à la formation de parois de macle ou de pseudo-macle lorsque les deux lamelles possèdent une séquence d'empilement différente, ABC ou ACB. Nous avons vu que ces parois peuvent également posséder un caractère mixte.

La formation de la phase γ sous forme lamellaire s'arrête lorsque l'énergie libre associée à la transformation devient suffisamment basse pour empêcher la germination de marches de croissance sur les interfaces des précipités lamellaires.

IV.2 - Croissance discontinue

Puisque la structure lamellaire constitue la microstructure caractéristique des alliages étudiés, il est important de connaître de manière approfondie ses modes de transformation. Dans ce but, il nous a semblé intéressant d'étudier son mode principal de croissance : la croissance discontinue.

Les mécanismes régissant ce mode de transformation microstructurale sont maintenant relativement bien connus. En ce sens, nous verrons que la croissance discontinue observée sur nos alliages possède toutes les caractéristiques requises pour ce genre de modification. C'est pourquoi nous allons principalement nous intéresser aux conditions de son apparition et à la force motrice responsable d'une telle modification de microstructure.

Nous allons pour ce faire effectuer un bref rappel théorique concernant les réactions discontinues,

et comparerons les résultats théoriques aux informations disponibles sur la formation de la structure lamellaire secondaire dans les alliages biphasés à base de TiAl. Auparavant cependant, rappelons brièvement les principales observations relevées lors de la caractérisation microstructurale de la structure formée par croissance discontinue .

IV.2.1 - Rappel des observations relatives à la croissance discontinue des alliages biphasés à base de TiAl

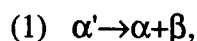
Les différents stades de la transformation ont été relevés comme suit dans le chapitre précédent (§ III.3.2) :

- Stade 1 : Début de la migration du joint et précipitation d'une structure lamellaire biphasée derrière la partie conquise sur le grain voisin. Les lamelles secondaires possèdent la même orientation que les lamelles du grain duquel elles sont issues (figures 3.13a et 3.15a). La migration du joint se fait de manière préférentielle perpendiculairement aux interfaces lamellaires.
- Stade 2 : La précipitation des deux phases derrière l'interface migrante est telle que les lamelles secondaires deviennent plus grossières. Les interfaces entre les lamelles secondaires sont moins régulières bien que des relations d'orientation identiques à celles de la structure lamellaire primaire soient observées. La phase γ issue de la croissance discontinue ne présente pas de variantes d'orientation. On observe également la formation de cellules lamellaires (figures 3.13a et 3.15b).
- Stade 3 : A un stade plus avancé de la réaction, la croissance discontinue peut donner lieu à la formation d'épaisses lamelles et des globules de phase α_2 dans la phase γ de certains domaines (figure 3.15c).

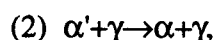
IV.2.2 - Approche générale de la croissance discontinue

IV.2.2.1 - Réactions discontinues

Le terme de réaction discontinue est attribué aux transformations qui donnent lieu à la formation d'un produit de transformation biphasé, généralement lamellaire, à partir d'une matrice sursaturée, derrière un joint de grain en migration. La structure biphasée est constituée d'un précipité et de la matrice moins riche en soluté. On relève trois types de réaction discontinues :

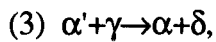


dans laquelle une matrice sursaturée, α' , se transforme, derrière le joint en mouvement, en une structure lamellaire biphasée, thermodynamiquement plus stable, constituée d'un précipité, β , et de la phase α . La réaction ne provoque pas de modification dans la structure cristalline de la phase α . Cette réaction correspond à la précipitation discontinue;



dans laquelle γ est un précipité cohérent avec la matrice, qui se transforme en une phase γ morphologiquement plus grossière. Si la transformation conduit simplement à une réduction de la solubilité de la phase α , la réaction est simplement une réaction de croissance, et peut être appelée

"réaction de croissance discontinue";



dans laquelle la phase métastable, cohérente γ se transforme en la phase δ thermodynamiquement plus stable, alors que la composition de la phase α se rapproche de la composition l'équilibre.

Parmi ces trois réactions, la transformation microstructurale observée dans nos alliages appartient au second type de réaction, puisqu'elle donne lieu à une structure secondaire lamellaire grossière des deux phases présentes dans la structure lamellaire primaire.

Si un nombre important d'études ont été réalisées sur la précipitation discontinue du type (1), beaucoup moins d'informations sont disponibles sur la réaction de croissance discontinue. Nous allons tenter, dans ce qui suit, de présenter uniquement les caractéristiques généralisables au cas de la réaction (2), susceptibles d'être utiles à la présente étude.

IV.2.2.2 - Propriétés générales de la croissance discontinue

La caractéristique principale des réactions discontinues réside en la présence d'un changement de composition discontinu de la matrice de part et d'autre de l'interface de croissance, que constitue le joint de grain (figure 4.15). Cette discontinuité, expérimentalement observée dans plusieurs cas [Williams et Edington 1976], est expliquée à l'aide d'un processus contrôlé par une diffusion dans le joint de grains, et non en volume [Cahn 1959; Hillert 1972, 1982]. La différence de composition de la matrice peut se traduire, dans certains cas, par une modification importante des paramètres cristallins.

Notons cependant que, dans la plupart des cas expérimentaux, on observe une sursaturation résiduelle de la matrice après croissance discontinue. Cahn [1959] l'explique comme due à une grande mobilité du joint associée à une faible diffusivité dans le joint, de telle sorte que la différence de composition de la matrice de part et d'autre du joint soit juste suffisante pour que le changement d'énergie libre, c'est à dire la force motrice de la réaction, soit négatif.

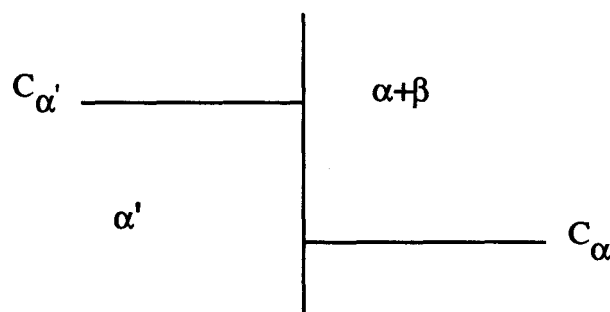


Figure 4.15 : Profil de composition dans la matrice au travers du joint en mouvement lors de la réaction $\alpha' \rightarrow \alpha + \beta$.

IV.2.2.3 - Déclenchement de la réaction

Les conditions nécessaires à l'apparition de la réaction sont : (1) une grande diffusivité dans le joint de grain, (2) une mobilité importante du joint.

Indépendamment de ces conditions, le déclenchement de toute réaction discontinue se produit par une déflexion de la position initiale du joint de grain, dont la migration sera ultérieurement entretenue par une force motrice, dépendante du système considéré.

L'ensemble des différents mécanismes de déclenchement proposés porte essentiellement sur les problèmes relatifs à la précipitation aux joints de grains (migration du joint induite par les précipités, ou précipitation sur les joints en mouvements) [Williams et Butler 1981]. Si ces mécanismes sont essentiellement relatifs aux réactions discontinues du premier type, ils sont également valables dans la majorité des réactions du deuxième type. En effet, les réactions de croissance discontinues montrent fréquemment la formation d'une structure lamellaire derrière le joint de grains en mouvement, à partir d'une structure biphasée constituée de précipités sphériques uniformément répartis dans une matrice sursaturée. Le mécanisme de déclenchement de la réaction peut donc nécessiter une précipitation au niveau des joints de grains, ou la présence de précipités préalable à leur migration. Williams et Edington [1976] ont proposé, pour les réactions discontinues du type (2), un mécanisme un peu différent, basé sur une différence localisée dans les vitesses de croissance des précipités situés de chaque côté du joint de grain, dont le schéma est reporté à la figure 4.16.

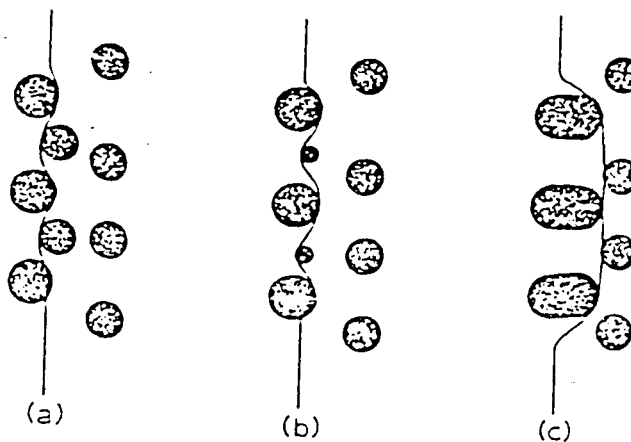


Figure 4.16 : Schéma du déclenchement de la croissance discontinue, tel qu'il a été proposé par Williams et Edington [1976].

IV.2.2.3.1 - Influence de la structure des joints de grains

Les réactions discontinues ne sont généralement pas observées sur l'ensemble des joints présents dans un échantillon. La structure individuelle du joint influence considérablement les conditions d'apparition du mécanisme. Les travaux de Williams et Edington [1976] ont montré que les réactions discontinues se produisent préférentiellement au niveau des joints à forte désorientation, ce qui est expliqué par une plus grande diffusivité de cette catégorie de joints.

Notons toutefois que la réaction se généralise à l'ensemble des joints de grains pour des temps de maintien suffisamment longs.

IV.2.2.3.2 - Influence de l'orientation des lamelles primaires

Lorsque les alliages présentent une structure initiale lamellaire, il est nécessaire de considérer l'influence supplémentaire de l'orientation des lamelles par rapport au joint de grains. Seule l'étude de Livingston et Cahn [1974], basée sur l'étude de la croissance discontinue dans des alliages eutectoïdes donne des informations à ce sujet. Leurs observations ont montré que le joint de grains migre généralement vers le grain dans lequel les lamelles sont presque normales au joint. Un changement dans l'orientation initiale du joint peut donner lieu à un renversement de situation entre le grain qui croît, et celui qui est annexé. Ce mécanisme donne lieu au développement de la structure lamellaire secondaire de chaque côté d'un même joint de grains. En outre, les observations tendent à montrer que la vitesse du joint devient nulle lorsque celui-ci devient parallèle aux lamelles primaires du grain dans lequel il croît.

IV.2.2.4 - Forces motrices de la réaction

Il nous faut considérer deux forces motrices distinctes dans la réaction : (1) la force motrice de déclenchement de la réaction, c'est à dire celle qui va provoquer la défection initiale du joint de grain, et (2) la force motrice de croissance, qui va permettre l'entretien de la réaction de croissance par migration du joint.

IV.2.2.4.1 - Force motrice de déclenchement

Les facteurs attribués à la force motrice de déclenchement de la réaction sont au nombre de quatre [Williams et Butler 1981]. Le premier de ces facteurs, ΔG_{ppt}^n , prend en considération le cas d'une migration induite par le précipité, lors de laquelle la migration du joint est favorisée par une diminution de l'énergie d'interface. Le second, ΔG_{jg} , est lié au phénomène naturel de migration du joint lors de la croissance des grains, ou à la recherche d'une configuration de basse énergie pour le joint de grains. Le troisième, ΔG_ϵ , est attribué à une relaxation des contraintes au niveau du joint, introduites par une variation de composition, dans l'entourage immédiat du joint. Enfin, une déformation préalable peut fournir une force $\Delta G_{d\acute{e}f}$. Chaque système présente une combinaison particulière de plusieurs de ces composants.

IV.2.2.4.2 - Force motrice de croissance

De la même manière que la force motrice de déclenchement de la réaction, la force motrice de croissance sera constituée d'une combinaison de plusieurs facteurs, dont l'importance varie en fonction de chaque système. La détermination de ces différents facteurs va permettre l'étude théorique de la cinétique de la réaction. C'est pourquoi nous disposons de plus d'informations, aussi bien théoriques qu'expérimentales, sur les différentes composantes de la force motrice de

croissance que sur celles de la force motrice de déclenchement de la réaction [Williams et Butler 1981].

Pour les réactions du type (1), la force motrice est principalement attribuée à la différence d'énergie libre chimique ΔG_C , qui représente les changements de composition de part et d'autre du joint en migration. La présence préalable de précipités dans la matrice dans les réactions du type (2) ou (3) réduit la sursaturation de la matrice, et la contribution chimique à la force motrice y est généralement considérée comme étant plus faible.

De la même manière, la contribution de l'énergie élastique, ΔG_e , attribuée aux déformations dues au changement de composition à proximité du joint, est considérée comme étant beaucoup moins importante dans la force motrice de croissance, lors des réactions du type (2) ou (3), que dans les réactions du type (1).

En réalité, les réactions du type (2) ou (3) sont présentées comme étant motivées essentiellement par un terme d'énergie d'interface, ΔG_γ , attribué à la diminution de la quantité d'interfaces α/β après croissance discontinue [Livingston et Cahn 1974; Gronsky et Thomas 1975; Bögel, Gust et Predel 1992]. Le produit de la croissance discontinue présente en effet un aspect plus grossier que la structure biphasée initiale, réduisant ainsi le nombre total d'interfaces dans un même volume. L'importance de l'énergie d'interface dans les réactions de croissance discontinue est généralement mise en évidence d'une manière indirecte, soit par la présence d'une sursaturation résiduelle dans le produit biphasé de la réaction discontinue [Livingston et Cahn 1974], soit par l'apparition du phénomène de croissance discontinue dans un système chimiquement à l'équilibre [Gronsky et Thomas 1975].

La contribution de chacun de ces facteurs dans la force motrice va favoriser la migration du joint. Cependant, pour que la réaction soit entretenue, l'énergie fournie par ces différents facteurs doit compenser la variation de l'énergie du joint, due à l'augmentation de sa surface totale.

La force motrice de croissance peut être directement reliée à la cinétique de la réaction, et un grand nombre de modèles théoriques, qui prennent en compte plusieurs des facteurs précédemment énoncés, ont été élaborés. Chacun de ces modèles n'est évidemment valable que pour le système pour lequel il a été formulé. L'approche théorique des cinétiques de croissance discontinue est effectuée à l'annexe 2.

IV.2.2.5 - Influence de la croissance continue sur la cinétique de croissance discontinue

Les réactions discontinues entrent toujours en compétition avec les processus de précipitation ou de croissance continue. Elles apparaissent donc uniquement à des températures pour lesquelles la diffusion en volume est inférieure à la diffusion dans le joint.

Toutefois, les cinétiques de croissance discontinue sont invariablement ralenties par la présence simultanée d'un mécanisme de croissance continue. Celui-ci, en effet, diminue l'énergie libre disponible pour la croissance discontinue [Ju et Fournelle 1985]. La compétition entre ces deux mécanismes peut donner lieu à l'arrêt de la réaction discontinue. Livingston et Cahn [1974] présentent cette compétition en terme de dépendance en température. A basse température, la

diffusion en volume est généralement trop lente pour accomplir la croissance continue, alors que la diffusion aux joints de grains est suffisamment élevée pour permettre la croissance discontinue. Lorsque la température augmente, la diffusion dans le grain augmente en même temps que la mobilité du joint de grain. La présence simultanée de la croissance continue cause un ralentissement, et éventuellement un arrêt dans la progression de la croissance discontinue. Cette influence devient plus importante avec la température, donnant lieu à la disparition du mode de croissance discontinu devant le mode continu.

IV.2.2.6 - Mécanisme de croissance

Le mécanisme de toute réaction discontinue met en jeu la migration du joint de grain. Dans le cas d'une réaction de croissance discontinue, cette migration se fait après une dissolution des précipités du grain voisin. Une redistribution de soluté s'effectue derrière le joint en migration, et donne lieu à la formation d'une structure lamellaire grossière constituée des deux mêmes phases, mais dans laquelle la sursaturation de la matrice a diminué.

Les caractéristiques idéales de la croissance discontinue, telles qu'elles sont considérées dans les études de cinétique de réaction, sont celles d'un front de croissance planaire, et d'un espacement interlamellaire constant. Ces conditions peuvent être approchées dans un certain nombre de systèmes, mais on remarque généralement que l'espacement interlamellaire varie à l'arrière du joint de grains. De plus, le déplacement du joint de grains est lié à sa structure locale avant la réaction [Williams et Butler 1981]. Il est donc généralement localisé et donne lieu à la formation de saillies constituées du produit de la réaction.

IV.2.2.6.1 - Croissance dans une ou deux directions

Les réactions de croissance discontinues peuvent montrer un déplacement du joint alterné des deux cotés plutôt que d'un seul côté du joint.

Les résultats des différentes observations réalisées sur l'ensemble des réactions discontinues tendent à prouver que le développement de la croissance discontinue d'un seul ou des deux cotés du joint dépend de la température [Williams et Butler 1981] : la croissance dans une seule direction est prédominante aux températures pour lesquelles la migration thermiquement activée du joint de grain peut survenir, alors que la croissance dans les deux directions semble apparaître essentiellement dans le domaine des basses températures.

Dans le cas des réactions de précipitation discontinue, la direction de croissance aux basses températures est déterminée dès le stade de germination des précipités au joint. Les vitesses de germination sont en effet dépendantes des caractéristiques du joint de grain et peuvent donc varier de point en point le long d'un joint.

L'ensemble des mécanismes émis pour expliquer une croissance discontinue dans les deux directions indique une influence de la précipitation initiale de chaque côté du joint. Une croissance localisée de chaque côté du joint, comme il a été proposé par Williams et Edington [1976], constitue à ce jour l'unique explication du développement d'une croissance discontinue en double

couture. Les principaux mécanismes proposés pour expliquer le développement final en une structure en double couture sont relatés à la figure 4.17.

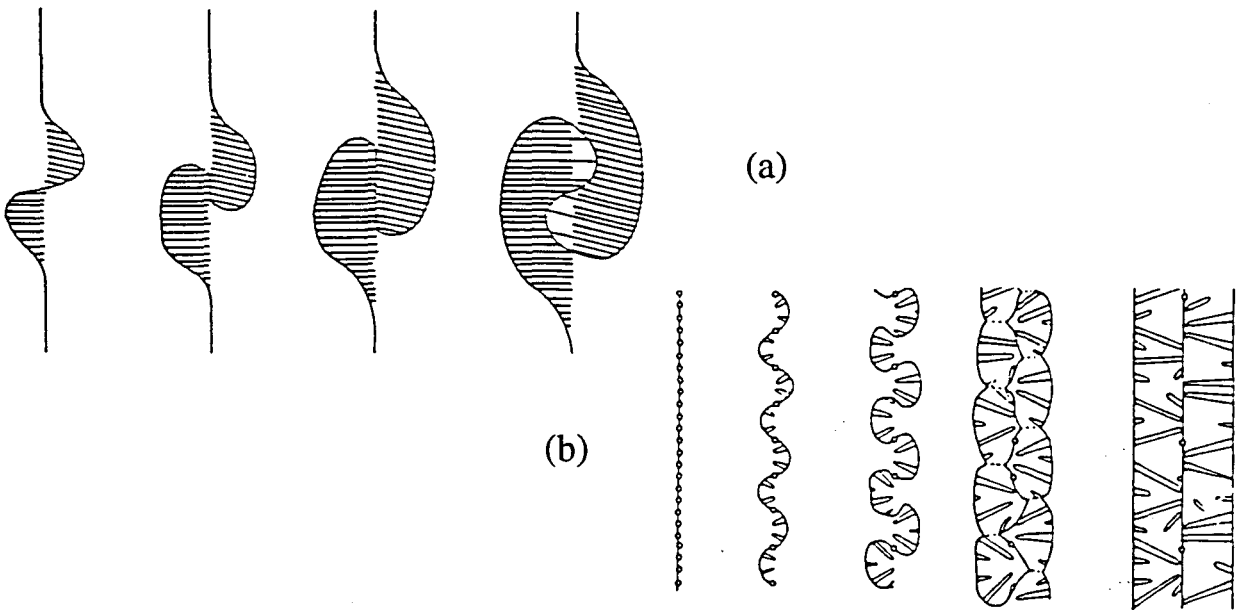


Figure 4.17 : Schémas explicatifs du développement d'une microstructure en double couture [Williams et Butler 1981].

IV.2.2.6.2 Branchements

Nous avons vu que le joint de grains développe généralement une morphologie courbée lors de la croissance discontinue. Les lamelles doivent alors se multiplier pour maintenir un espacement interlamellaire constant. Deux mécanismes de multiplication sont présentés : le branchement des lamelles, ou la germination de nouvelles lamelles au niveau du front de transformation (figure 4.18). Le mécanisme de branchement est le plus fréquemment rencontré. Il a été reporté cependant que la germination de nouvelles lamelles peut intervenir dans le cas où le plan de contact entre le précipité et la matrice est rigidement défini, de sorte que le branchement soit énergétiquement défavorable [Williams et Butler 1981].

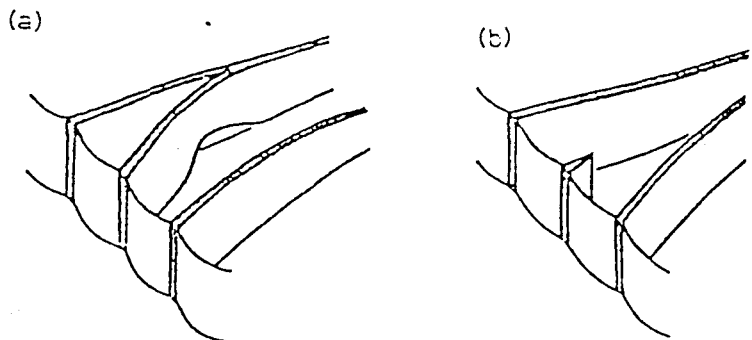


Figure 4.18 : Mécanismes (a) de branchement , (b) de germination d'une nouvelle lamelle, pour compenser l'augmentation de l'espacement interlamellaire [Williams et Butler 1981].

IV.2.3 - Cas particulier des alliages biphasés à base de TiAl

Le phénomène de croissance discontinue dans les alliages biphasés à base de TiAl débute par la formation de joints de grains dentelés, qui présentent une transgression des lamelles d'un grain dans le grain voisin. La formation de ces joints de grains dentelés est suivie, sous certaines conditions particulières de température et de composition, par la croissance des lamelles d'un grain dans le grain voisin.

IV.2.3.1 - Formation des joints de grains dentelés

Les joints de grains dentelés caractérisent la structure des états bruts d'élaboration. L'observation de la structure lamellaire incomplète (figure 4.19) montre que la formation de dentelures au niveau des joints de grains est un mécanisme simultané au mécanisme de marches responsable de la formation de la structure lamellaire primaire. La force motrice de la formation de ces joints de grains dentelés peut être fournie en partie par le changement d'énergie libre de la transformation $\alpha \rightarrow \alpha + \gamma$.

Nous avons vu que les joints de grains constituent un site de germination privilégié lors de la formation de la structure lamellaire. Le germe de phase γ au niveau du joint de grain possède une relation d'orientation particulière avec le grain dans lequel il croît par le mécanisme de marches. Mitao et Tsuyama [1991] considèrent que la force motrice de la transformation $\alpha \rightarrow \alpha + \gamma$ est suffisamment élevée lors de la formation de la structure lamellaire pour qu'un germe de phase γ situé à un joint de grain puisse croître à la fois dans le grain avec lequel il est cohérent et, avec une vitesse plus faible, dans le grain adjacent. Un tel mécanisme met en jeu la croissance de la seule phase γ dans le grain adjacent. Ceci est contradictoire avec la présence des deux phases α_2 et γ dans la zone annexée au grain voisin, telle qu'elle est observée en MET sur la structure lamellaire des états bruts d'élaboration (figure 4.20). La formation des joints de grains dentelés est en soi le résultat d'un phénomène de croissance discontinue, qui peut être effectif même pendant la formation de la structure lamellaire primaire.

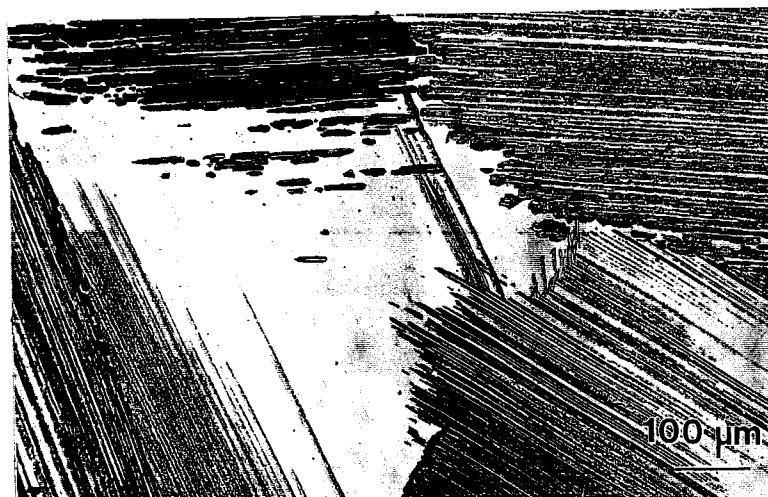


Figure 4.19 : Observation du mécanisme de croissance discontinue dès les premiers stades de la formation de la structure lamellaire primaire.



Figure 4.20 : Observation en MET des joints de grains dentelés des structures lamellaires à l'état brut d'élaboration.

Notons enfin que la présence de joints de grains dentelés initiaux n'entraîne pas forcément la croissance discontinue comme l'indiquent Yamabe, Honjo et Kikuchi [1991]. Ces auteurs suggèrent par ailleurs que la croissance discontinue est bloquée par la présence de certaines interfaces lamellaires primaires dans le grain voisin.

IV.2.3.2 - Migration des joints de grains

IV.2.3.2.1 - Déclenchement de la réaction

L'apparition de toute réaction discontinue est provoquée par une grande diffusivité dans le joint de grains, et par une migration facile de ce joint. Cependant, comme nous l'avons vu précédemment, la croissance discontinue entre généralement en compétition avec le mécanisme de croissance continue.

La structure lamellaire primaire est caractérisée par la présence d'une quantité importante d'interfaces planes et de grande cohérence. La croissance des précipités lamellaires de phase γ lors d'un maintien en température va nécessiter leur migration latérale. Nous avons vu qu'une telle croissance est particulièrement difficile si elle ne met pas en œuvre le mécanisme de marches (§ IV.1.3.2).

Le mécanisme de marches qui prend place lors de la formation de la structure lamellaire primaire possède comme force motrice les contraintes thermiques induites au cours du refroidissement de l'alliage, et le changement d'énergie libre chimique qui accompagne la transformation $\alpha \rightarrow \alpha + \gamma$. Cependant, sous condition isotherme, les contraintes de refroidissement n'existent pas. En outre, le changement d'énergie libre est considérablement réduit dans une structure lamellaire déjà formée. Dans ces conditions, la croissance latérale des interfaces planaires α/γ de la structure lamellaire par germination et croissance de marches est particulièrement difficile lors d'un traitement thermique.

La tête des lamelles, qui présente des décrochements, peut constituer un site privilégié pour la diffusion nécessaire à la croissance de la structure lamellaire. Cependant, la structure lamellaire primaire est très régulière et son observation en MET ne montre qu'une faible densité de lamelles dont la terminaison est située à l'intérieur du grain. En effet, les lamelles se terminent en majorité au niveau des joints de grains.

Signalons de plus que la diffusion en volume est probablement très lente dans les alliages biphasés du fait du caractère ordonné d'au moins une des deux phases (γ et éventuellement, α_2) mises en jeu lors de la croissance de la structure lamellaire.

Toutes ces conditions permettent d'expliquer pourquoi, comme nous l'avons vu au § III.3, la structure lamellaire primaire est particulièrement stable lors d'un maintien en température.

En contrepartie, les joints de grains constituent en général un site de solubilité importante. Nous pensons donc que le déclenchement de la réaction discontinue est provoqué d'avantage par une croissance latérale des précipités lamellaires particulièrement difficile que par une diffusivité particulièrement élevée dans le joint de grain. Il semble donc plus judicieux de considérer l'apparition de la croissance discontinue comme un mécanisme plus facile à mettre en œuvre que la croissance continue.

IV.2.3.2.2 - Forces motrices

Dans le cas des alliages traités à partir de l'état brut d'élaboration, la présence de joints de grains dentelés va probablement favoriser la croissance discontinue. De tels joints de grains donnent déjà lieu à une énergie de joint de grains importante. En effet, comme l'indique la figure 4.21, la croissance discontinue peut permettre une réduction de cette énergie en diminuant la densité de dentelures, et donc la surface du joint.

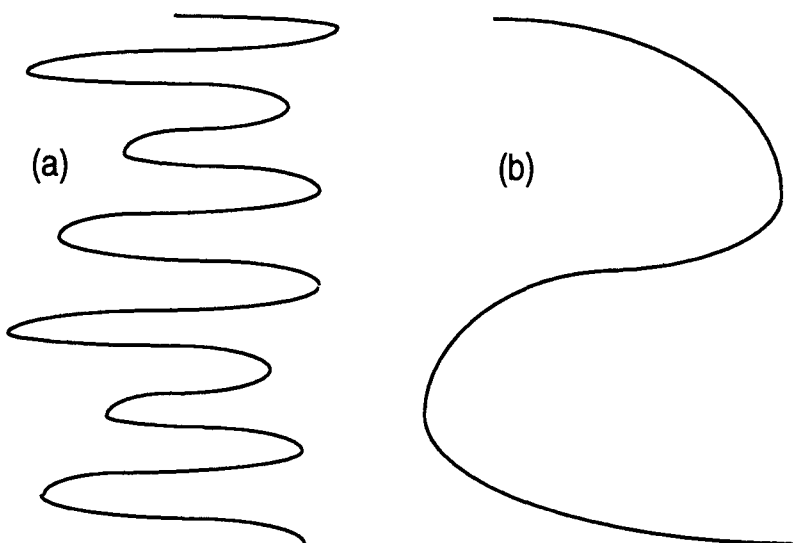


Figure 4.21 : Réduction de la surface du joint par croissance discontinue, à partir d'une structure à joints de grains dentelés. La surface du joint diminue de la position (a) à la position (b).

Cependant, dans le cas des alliages mis en solution dans le domaine α et traités à 1000°C, les joints de grains ne sont pas dentelés, alors que le phénomène de croissance discontinue est très marqué dans ces échantillons. Dès lors, la réduction d'énergie provoquée par une diminution de la surface du joints de grains n'est pas le principal facteur de la force motrice de la réaction.

Nous avons vu que d'une manière générale, deux facteurs essentiels entrent en jeu dans la force motrice de croissance des réactions discontinues : la réduction de l'énergie d'interface, et la réduction de l'énergie libre chimique.

En ce qui concerne les alliages biphasés à base de TiAl, les travaux de Yamabe, Honjo et Kikuchi [1991] ont mis en évidence l'influence de la réduction de l'énergie d'interface dans la force motrice de la croissance discontinue : pour une même composition d'alliage, plus la structure lamellaire primaire est fine, plus la croissance discontinue est étendue. Cependant, les conditions d'obtention de ces structures lamellaires fines impliquent une trempe rapide, ce qui éloigne les compositions de chaque phase des compositions d'équilibre.

Nous pouvons donc penser que la redistribution de soluté qui s'opère pendant la réaction est un facteur tout aussi important que la réduction d'énergie interfaciale entre α_2 et γ pour compenser l'augmentation d'énergie du joint de grains.

Afin de mettre en évidence la redistribution de soluté au cours de la croissance, la méthode la plus efficace consiste à déterminer les modifications de composition des deux phases au travers du joint de grains. La sonde atomique, qui permet d'obtenir les compositions de chaque phase de manière très précise, nous a paru une technique particulièrement appropriée à cette étude. Pour cela, nous avons choisi d'étudier les compositions de chaque phase dans une structure biphasée issue d'une trempe à partir du domaine α monophasé, et d'un maintien supplémentaire à 1000°C, c'est à dire avant et après croissance discontinue. La rapidité de la formation de la structure lamellaire primaire dans ces échantillons nous conduit en effet à penser que la composition de chaque phase est loin de l'équilibre. Malheureusement, la fragilité inhérente à la structure formée par croissance discontinue n'a pas permis de déterminer la composition des phases α_2 et γ dans la structure secondaire. Néanmoins, les résultats issus des analyses de la structure lamellaire primaire, présentées en annexe 2 (tableau A2.5), peuvent être comparés aux analyses de l'état stabilisé de référence (Ti₅₄Al₄₆ traité à 1000°C pendant 168 heures à partir de l'état brut d'élaboration, voir tableau A2.4).

Nous voyons qu'après une heure de maintien à 1000°C, la composition de la phase α_2 est encore très différente de celle de l'état stabilisé. Par ailleurs, la fraction volumique de chacune des phases doit également être prise en compte dans le changement d'énergie libre chimique associé à la réaction. Le tableau IV.1 nous donne une indication de l'évolution de cette fraction volumique en cours de réaction.

Tableau IV.1: Fractions volumiques de la phase α_2 dans les structures lamellaires primaires et secondaires, déterminées par microscopie électronique (ME), et sonde atomique (SA). Pour les procédures utilisées, se référer à l'annexe 2, p. 196.

	1000°C, 168 h, trempe eau	1400°C, 1 h, trempe huile		
		+ 1000°C, 1 h, trempe eau	+ 1000°C, 168 h, trempe eau	
Lamelles:	Primaires	Primaires	Primaires	Secondaires
$F_v(\alpha_2)$ (ME)	18±5%	16±5%	13±5%	20±5%
$F_v(\alpha_2)$ (SA)	20%	15%	14%	-

La fraction volumique de la phase α_2 de la structure lamellaire primaire des états traités à 1000°C après mise en solution est inférieure à celle obtenue sur l'état directement traité à 1000°C à partir de l'état brut d'élaboration. On remarque en outre que la structure secondaire présente une fraction volumique de phase α_2 bien plus importante que la structure lamellaire primaire. Dès lors, on peut supposer que la composante chimique dans la force motrice de la réaction est fournie à la fois par une modification de la composition de la matrice hexagonale sursaturée en aluminium et par une modification de la fraction volumique de chacune des deux phases.

IV.2.3.2.3 - Compétition avec la croissance continue

Yamabe, Honjo et Kikuchi [1991] ont mis en évidence la diminution de la vitesse de migration du joint de grains avec le temps de maintien. Nos propres résultats ont montré un ralentissement, voire une inhibition de la croissance discontinue lorsque la température augmente et s'approche du transus $\alpha/\alpha+\gamma$ (cf § III.3.4.1). On observe donc l'influence habituelle de la température sur le développement du phénomène de croissance discontinue, qui traduit l'existence d'un mécanisme de croissance compétitif.

La présence de ce mécanisme compétitif est confirmé par les résultats des analyses du tableau A2.5. Les deux phases de la structure lamellaire primaire présentent une modification de leur composition en cours de traitement. En outre, bien que la fraction volumique de la phase α_2 reste approximativement la même au cours du traitement, l'épaisseur des lamelles augmente de 8 à 15 nm, pour la phase α_2 , et de 20 à 60 nm pour la phase γ .

La croissance discontinue donne lieu à la formation d'interfaces α_2/γ moins régulières que dans la structure lamellaire primaire. La présence de telles interfaces va favoriser la diffusion entre les précipités et la matrice à l'arrière du joint. Une telle diffusion peut être provoquée par une éventuelle sursaturation résiduelle de la matrice après croissance discontinue, fréquemment observée dans les réactions discontinues [Cahn 1959]. Un mécanisme de croissance continue derrière le joint en mouvement peut donc également entrer en compétition avec le mécanisme de

croissance discontinue. Il doit permettre en outre d'expliquer la formation des îlots globulisés de phase α_2 résultant d'une croissance discontinue développée (cf figure 3.15c du chapitre III).

IV.2.3.2.4 - Influence de l'orientation des lamelles

Les observations réalisées sur l'ensemble des structures lamellaires montrent une influence de l'orientation relative des lamelles de chaque grain. Cette influence est particulièrement remarquable dans les structures lamellaires issues d'un maintien dans le domaine $\alpha+\gamma$ après une mise en solution dans le domaine α . Elle est moins visible dans le cas d'un maintien à 1000°C après une trempe à partir du domaine monophasé α , car tous les joints présentent le phénomène de croissance discontinue.

Nous avons vu que l'apparition de la réaction discontinue est dépendante des caractéristiques de chaque joint de grain. Ces caractéristiques sont déterminées en partie par la désorientation entre deux grains adjacents. Dans le cas des structures lamellaires considérées ici, l'orientation des lamelles d'un grain est étroitement liée à l'orientation initiale de la phase α dans ce même grain, avant la réaction $\alpha \rightarrow \alpha+\gamma$. La désorientation entre les deux grains initialement monophasés α peut donc influencer sur l'apparition du phénomène de croissance discontinue.

Il semble cependant, bien que nous n'ayons effectué aucune corrélation rigoureuse entre l'apparition de la croissance discontinue et la structure du joint de grain, qu'une condition supplémentaire puisse être ajoutée à l'apparition du phénomène. Cette condition est liée au caractère particulier des interfaces rencontrées dans la structure lamellaire, en particulier les interfaces lamellaires α_2/γ et γ/γ . La croissance discontinue des lamelles d'un grain se fait généralement perpendiculairement aux interfaces lamellaires, et débute préférentiellement au niveau des terminaisons lamellaires situées au joint de grains. Le phénomène de croissance discontinue est rarement observé dans le cas d'un joint de grain parallèle aux interfaces lamellaires du grain voisin. Une telle observation peut être expliquée par la grande stabilité des interfaces lamellaires.

Cette observation reste très qualitative et son explication repose simplement sur des considérations de stabilité des différentes interfaces. Un approfondissement serait nécessaire à une meilleure maîtrise de ce mode de croissance.

IV.2.3.2.5 - Caractéristiques microstructurales

- Croissance en simple et double couture

Les deux cas sont observés dans les alliages biphasés à base de TiAl. On peut classer les microstructures obtenues par croissance discontinue comme suit :

- la migration du joint dans une seule direction est observée essentiellement dans le cas de la croissance discontinue de haute température, c'est à dire dans les alliages traités à partir de l'état brut d'élaboration dans le domaine $\alpha+\gamma$.

- la croissance en double couture est observée dans les alliages trempés à partir de domaine α et maintenus dans le domaine $\alpha_2+\gamma$, à plus basse température (1000°C).

Cette observation est en parfait accord avec les études réalisées dans différents systèmes. Le mécanisme de formation de la structure dite "en double couture" appliqué aux structures lamellaires est similaire à celui qui est proposé à la figure 4.17a.

- Interfaces α_2/γ et relations d'orientation

Bien que les deux phases conservent la même relation d'orientation, les interfaces α_2/γ sont nettement moins régulières dans la structure secondaire que dans la structure primaire.

La relation d'orientation observée entre les deux phases est la relation d'orientation classiquement observée entre une phase dont la structure cristallographique est basée sur le réseau cfc, et une phase dont la structure est basée sur le réseau hc. Elle peut être indépendante du mécanisme de précipitation. En outre, puisque les lamelles secondaires ne sont généralement que l'extension des lamelles primaires derrière le joint de grain en migration, l'orientation relative des deux phases n'est pas modifiée.

En ce qui concerne les interfaces, leur régularité dans la structure lamellaire primaire est due au mécanisme de formation, qui met en jeu la propagation de dislocations partielles de Shockley. L'irrégularité des interfaces traduit un changement du mécanisme mis en jeu pour la formation de la structure lamellaire secondaire par rapport à la structure lamellaire primaire.

De manière plus générale, nous avons vu que les interfaces entre une matrice et son précipité sont généralement telles que l'énergie d'interface est minimisée. Une interface du type (111) ou (0001) possède cette qualité. Il existe cependant d'autres interfaces, telles que $(1\bar{1}0)$ ou $(1\bar{1}2)$, parallèles aux plans cristallographiques $(11\bar{2}0)$ et $(10\bar{1}0)$ de la phase hexagonale, respectivement, qui présentent des accolements cohérents, donc de faible énergie. A l'échelle du MET conventionnel, les interfaces entre les deux phases peuvent paraître légèrement irrégulières, tout en présentant globalement l'orientation (111) et (0001) des plans denses de chaque phase. Il est possible qu'à l'échelle atomique, les interfaces plans (111) présentent des décrochements parallèles aux plans cristallographiques $(1\bar{1}0)$ et $(1\bar{1}2)$. Dans ce cas, les conditions d'énergie d'interface minimum sont vérifiées.

IV.2.4 - Récapitulation du mécanisme proposé

La croissance discontinue est fréquemment rencontrée dans les alliages de structure lamellaire contenant typiquement moins de 46% d'Al. Le déclenchement de ce mécanisme est probablement dû à la grande stabilité des interfaces de la structure lamellaire primaire. De ce fait, les modifications de microstructures nécessaires à l'obtention d'une composition et d'une fraction volumique d'équilibre utiliseront la croissance des lamelles d'un grain dans le grain adjacent. Les principaux renseignements concernant ce mécanisme dans les alliages biphasés à base de TiAl sont les suivantes :

- 1) La croissance discontinue débute dès la formation de la structure lamellaire primaire et donne lieu à la formation de joints de grains dentelés sur les structures de l'état brut d'élaboration.
- 2) La force motrice nécessaire à son développement au cours d'un maintien en température peut être attribuée non seulement à une diminution de l'énergie d'interface mais également à une différence d'énergie libre chimique entre le produit initial et le produit de la réaction. Cette différence est probablement provoquée par une modification de la composition de la matrice, ainsi que par une modification des fractions volumiques avant et après la croissance discontinue.
- 3) Le mécanisme de croissance discontinue entre en compétition avec le mécanisme de croissance continue, ce qui explique son ralentissement avec le temps de maintien et sa disparition au-dessus d'une certaine température.
- 4) La connaissance des caractéristiques microstructurales développées par la croissance discontinue est très limitée car les échantillons présentant la structure lamellaire secondaire sont fragiles. Ceci a conduit également à l'échec de l'utilisation de la technique de sonde atomique. De ce fait, le mécanisme utilisé lors de la croissance discontinue est particulièrement difficile à appréhender. Il semble que le développement de la croissance discontinue se fasse essentiellement perpendiculairement aux interfaces lamellaires. Les deux phases conservent, lors de la croissance, l'orientation qu'elles possèdent dans le grain initial.
- 5) Pour une même composition, nous observons un développement en double couture aux températures les plus faibles, alors qu'un développement en simple couture semble prédominer aux températures les plus élevées. Cette observation est conforme aux études plus générales réalisées sur le mécanisme de croissance discontinue.

IV.3 - Transformation $\alpha \rightarrow \gamma$

Nous allons désormais nous intéresser à la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ observée dans les alliages contenant typiquement plus de 48% d'aluminium, après une trempe à partir du domaine monophasé α . Nous avons vu que la conversion brutale de la phase α en γ lors d'un refroidissement rapide relève d'une transformation sans changement de composition (cf § III.4.2.3). Les transformations qui mettent en jeu un changement de structure cristalline sans changement de composition sont de deux types : la transformation martensitique, dont le nom se réfère à la transformation sans diffusion observée dans les aciers, et la transformation massive, appelée comme telle à cause de l'aspect du produit de la transformation. La transformation martensitique est définie comme une transformation sans diffusion, du type militaire : la phase mère est cisailée par un mouvement coopératif des atomes au travers d'une interface glissile. La transformation massive quant à elle met en jeu la migration d'interfaces par sauts d'atomes thermiquement activés. Les mécanismes et, par conséquent, les caractéristiques microstructurales de chacune de ces transformations sont donc différentes. Afin de déterminer le mécanisme responsable de la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ observée dans les alliages à base de TiAl, nous allons comparer les caractéristiques microstructurales observées aux caractéristiques principales issues de ces deux mécanismes. Le mécanisme détaillé de la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ pourra alors être étudié.

IV.3.1 - Rappel des principales caractéristiques microstructurales de la phase γ_m

Les principales caractéristiques microstructurales de la phase γ_m issues du chapitre III sont les suivantes :

- 1) La phase γ_m se caractérise essentiellement par une microstructure formée de colonies irrégulières de domaines de phase γ .
- 2) Chacun de ces domaines contient une quantité importante de parois d'antiphase issues de la transformation, ainsi qu'un certain nombre de défauts, tels que dislocations, fautes d'empilement, ou micromacles. Les parois d'antiphase présentent un aspect d'antiphase thermique.
- 3) Les domaines de chaque colonie sont en relation de domaine d'ordre, de macle ou de pseudo-macle.
- 4) Les différentes colonies présentes dans un même grain initialement monophasé α ne montrent pas entre elles de relation d'orientation simple.
- 5) Ces différentes colonies ne présentent en outre pas de relation d'orientation simple avec la phase mère α du grain dans lequel elles sont observées.
- 6) Les interfaces γ/γ entre deux domaines ou entre deux colonies, et les interfaces $\alpha_2+\gamma/\gamma$ entre la structure lamellaire et la phase γ_m sont généralement courbes. Un aspect de facettes peut être observé entre deux domaines γ d'une même colonie.

IV.3.2 - Détermination du type de la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$

Nous avons défini les transformations massives et martensitiques de manière très générale dans l'introduction. Nous avons vu que ces deux transformations apparaissent toutes deux pour des refroidissements rapides, et qu'elles sont toutes deux susceptibles d'accomplir la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$. Un bref rappel des principales caractéristiques de ces deux transformations va nous permettre de déterminer lequel de ces deux types de transformations est le plus susceptible d'être responsable de la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$.

IV.3.2.1 - Caractéristiques générales de la transformation martensitique

IV.3.2.1.1 - Aspect cinétique

La formation de la martensite se manifeste au refroidissement par une transformation ultra rapide de certaines régions de la matrice. La quantité de phase transformée est généralement caractéristique de la température et n'augmente pas avec le temps de maintien. La vitesse de croissance de l'interface de transformation peut atteindre la vitesse du son. Lorsque la température est abaissée, la transformation progresse par la formation de nouveaux domaines et non par la croissance des domaines préalablement formés.

IV.3.2.1.2 - Mécanisme mis en jeu lors de la transformation

La transformation martensitique se fait sans diffusion. Cette caractéristique paraît évidente au vu des faibles températures auxquelles peut survenir cette transformation. Il est cependant assez surprenant qu'aujourd'hui encore, le mécanisme régissant la transformation martensitique n'est pas totalement compris [Porter et Easterling 1981]. La vitesse de formation de la martensite rend difficile l'étude expérimentale des processus de germination et de croissance. On sait cependant que la croissance de la phase martensitique est achevée par un mouvement coordonné des atomes, inférieur à une distance interatomique, et qui peut être assimilé à un cisaillement de certains plans atomiques à l'échelle microscopique. Ce cisaillement entraîne notamment un basculement de la région transformée qui se traduit par un effet de relief à la surface de l'alliage.

IV.3.2.1.3 - Aspect morphologique et cristallographique

Le mécanisme de la transformation martensitique implique l'existence d'une relation d'orientation entre la phase mère et la phase produit. Généralement, les plans denses de la phase mère et de la phase martensitique sont presque parallèles, et les directions denses divergent de quelques degrés [Wayman 1984]. Dans les transformations cfc→hc, comme dans le cas de la transformation allotropique du cobalt, la relation d'orientation obtenue est donc du type $(0001)_{hc} // (111)_{cfc}$ et $\langle 11\bar{2}0 \rangle_{hc} // \langle 1\bar{1}0 \rangle_{cfc}$. La transformation martensitique se fait dans ce cas par passage de dislocations partielles de Shockley dans les plans {111} de la structure cfc. Dans ce cas, les plans denses et les directions denses des deux phases sont parallèles.

Les interfaces entre la martensite et la matrice sont intimement liées au processus de croissance. De telles interfaces doivent être particulièrement glissiles pour expliquer la rapidité de la transformation. Les interfaces sont planes dans certaines transformations, plus ou moins régulières dans d'autres. Elles ne correspondent le plus souvent pas à un plan cristallographique d'indices simples. Dans tous les cas cependant, on peut définir un plan moyen d'orientation caractéristique dans un alliage de composition définie. Dans le cas particulier de la transformation cfc→hc du cobalt, ces interfaces sont parfaitement cohérentes.

On relève deux morphologies principales issues de la transformation martensitique :

- la martensite en lattes, constituée de domaines martensitiques parallèles,
- la martensite en plaquettes ou en aiguilles, dans laquelle les domaines martensitiques forment entre eux un angle ϕ .

Notons en outre que, la transformation s'effectuant sans diffusion même sur de courtes distances, le caractère ordonné ou désordonné de la phase mère doit être conservé dans la phase martensitique.

IV.3.2.2 - Caractéristiques générales de la transformation massive

IV.3.2.2.1 - Aspect cinétique

Lors de la transformation massive, une phase stable du diagramme d'équilibre se transforme en une autre phase du diagramme d'équilibre. Dans ce diagramme, les deux domaines monophasés correspondant à ces phases sont séparés par un domaine d'équilibre biphasé. Puisque les deux phases ont la même composition, la phase massive peut croître aussi rapidement que le permet le passage des atomes au travers de l'interface de croissance, sans avoir recours à la diffusion à longue distance [Porter et Easterling 1981].

IV.3.2.2.2 - Mécanisme mis en jeu lors de la transformation

Le mécanisme de la transformation massive est bien différent de celui de la transformation martensitique, bien qu'il soit lui aussi sujet à controverses. D'une manière générale, il semble admis que la croissance de la phase massive puisse être effectuée par sauts thermiquement activés d'atomes au travers de l'interface de croissance ou par le mécanisme de marches. Le mécanisme de germination reste encore très mal connu.

IV.3.2.2.3 - Aspects morphologique et cristallographique

Usuellement, les interfaces entre la phase massive et la matrice sont incohérentes. Dans certains cas cependant, on observe l'existence d'interfaces planaires entre la phase produit et la phase mère. La présence éventuelle d'une relation d'orientation est liée au mécanisme de germination de la phase massive, et constitue une des caractéristiques encore à présent très controversées. Disons simplement que l'existence d'une relation d'orientation entre les deux phases ne semble a priori pas évidente.

La morphologie de la phase issue de la transformation massive est caractérisée par des domaines de taille variable et de forme irrégulières. La transformation semble débiter essentiellement aux joints de grains [Porter et Easterling 1981].

IV.3.2.3 - Application à la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ des alliages à base de TiAl

La transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ obtenue dans les alliages à base de TiAl contenant typiquement plus de 48% d'aluminium semble relever d'avantage d'une transformation massive que d'une transformation martensitique. Différentes raisons peuvent être avancées pour appuyer cette supposition.

IV.3.2.3.1 - Considérations thermodynamiques

La première de ces raisons est que le diagramme d'équilibre Ti-Al possède toutes les conditions requises pour l'apparition d'une telle transformation : les deux domaines d'équilibre α et γ sont séparés par un domaine d'équilibre biphasé $\alpha + \gamma$. En outre, les possibilités d'apparition de la

transformation massive sont limitées aux compositions proches du domaine monophasé de la phase produit. Cette condition est parfaitement remplie pour les compositions supérieures à 48% d'aluminium dans le cas du système Ti-Al. Ainsi, une transformation massive permet d'expliquer facilement pourquoi la réaction $\alpha \rightarrow \gamma$ n'est pas observée dans les alliages contenant moins de 48% d'aluminium.

IV.3.2.3.2 - Considérations cristallographiques

L'absence apparente de relation d'orientation entre la phase produit et la phase mère dans la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ appuie l'hypothèse d'une transformation massive.

De plus, le caractère ordonné de la phase produit formée à partir d'une phase désordonnée est plus facilement explicable dans le cas d'une transformation effectuée par sauts d'atomes au travers de l'interface de croissance que dans le cas d'un cisaillement de certains plans atomiques de la matrice.

En outre, les transformations martensitiques qui mettent en jeu un changement de structure cristalline $\text{cfc} \rightarrow \text{hc}$, telles que la transformation martensitique du cobalt, donnent lieu à une structure lamellaire, dont le mécanisme de formation est - hormis le phénomène de diffusion - similaire à celui de la formation de la structure lamellaire des alliages biphasés à base de TiAl (passage de dislocations partielles de Shockley accomplissant la transformation structurale).

IV.3.3 - Transformation massive : étude bibliographique

Nous devons maintenant considérer les caractéristiques de la transformation massive de manière plus détaillée : ses conditions d'apparition et les mécanismes mis en jeu.

IV.3.3.1 - Considérations thermodynamiques [Doherty 1984, Perepezko 1984]

Définissons T_0 la température pour laquelle les deux phases de même composition ont la même énergie libre. On peut alors tracer, sur le diagramme d'équilibre, la courbe "énergie libre-composition" pour la température T_0 . Cette courbe se situe généralement au milieu du domaine biphasé. A une température T_0 , inférieure à la température de transformation d'équilibre T_e , on peut relier une composition critique $C(T_0)$ (figure 4.22). Pour un alliage contenant moins de soluté que cette composition critique, la phase β peut se transformer directement en α sans changement de composition. Pour cette gamme de compositions en effet, la formation de cette phase α_m par la transformation massive met en jeu un changement d'énergie libre ΔG_m inférieur au changement d'énergie libre ΔG_e atteint lors de la formation d'une structure biphasée d'équilibre. Si la transformation débute à la température T , ΔG_m est directement proportionnelle à $\Delta T = T_0 - T$. La force motrice de la transformation massive est souvent assimilée à la température à laquelle un alliage doit être refroidi pour rendre thermodynamiquement possible la transformation $\alpha \rightarrow \beta$ "sans diffusion". Cette température est située dans la région II de la figure 4.22.

Il est clair qu'une phase α de même composition, produite sans diffusion n'est pas le produit le plus stable dans la région II. Mais c'est un produit métastable dont la formation prend place seulement si

elle peut se produire à des vitesses significativement plus rapides que le produit stable dont la composition est dictée par le diagramme d'équilibre. Le concept de l'équilibre local au niveau de l'interface de transformation ne s'appliquant pas aux transformations rapides, il peut être possible, pour la transformation massive, de se produire dans la région biphasée du diagramme d'équilibre. L'expérience accumulée à partir de différents systèmes établit d'ailleurs clairement la pénétration de la transformation massive dans les domaines biphasés du diagramme d'équilibre. Notons toutefois que, selon Hillert [1984], les informations expérimentales disponibles sur la transformation massive semblent indiquer que c'est la ligne de solvus $\alpha/\alpha+\beta$ plutôt que la courbe T_0 qui représente la limite naturelle pour l'apparition de la transformation massive. L'apparition de la transformation à l'intérieur du domaine biphasé $\alpha+\beta$ est dans ce cas expliquée par l'influence de déformations dues à la différence entre les tailles atomiques des deux constituants, donnant lieu à un déplacement du solvus $\alpha/\alpha+\beta$.

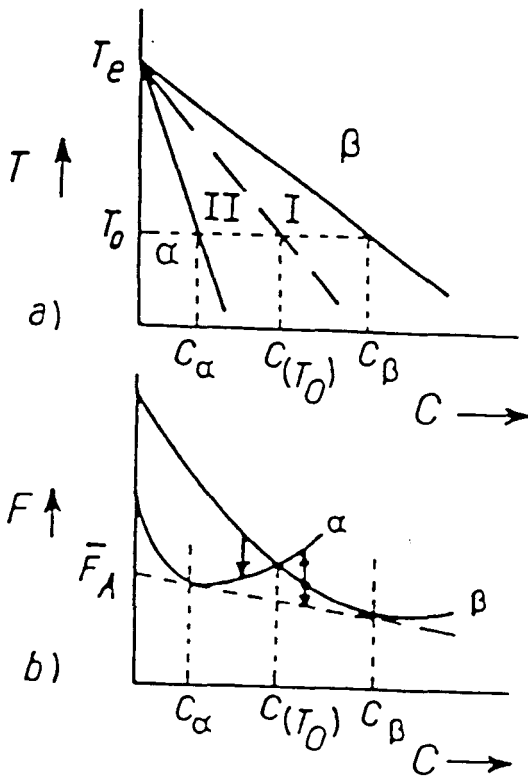


Figure 4.22 : (a) diagramme de phase schématique définissant l'équilibre en dessous d'une température de transition d'équilibre T_e , (b) courbe "énergie libre-composition" correspondante, présentant les possibilités d'une transformation sans diffusion de β en α , dans la région II.

IV.3.3.2 - Mécanismes de germination et de croissance

IV.3.3.2.1 - Mécanisme de germination

L'étude du mécanisme de germination de la transformation massive a fait l'objet d'un nombre important d'observations et de considérations théoriques. Parmi celles-ci, seule l'étude de Plichta, Perepezko, Aaronson et Lange [1980] compare les cinétiques de germination expérimentale et théorique. Puisque la transformation massive est généralement rapide, seule la théorie de la germination hétérogène permet l'obtention d'une vitesse suffisamment élevée. Il est par ailleurs bien connu que la phase massive germe principalement aux joints de grains.

Parmi les différents modèles de germination hétérogène existants, un modèle qui présente des interfaces cohérentes entre le précipité et la matrice, semble le modèle le plus approprié au mécanisme de germination de la transformation massive (figure 4.23) [Plichta, Perepezko, Aaronson et Lange 1980]. En effet, la formation d'interfaces de faible énergie entre le précipité et la matrice, même au niveau des joints de grains, diminue considérablement la barrière à la germination. Les calculs de Plichta et ses collaborateurs, concernant les alliages Ti-Au et Ti-Ag, indiquent en outre que le temps d'incubation nécessaire à la formation d'un tel précipité est plus proche des valeurs expérimentales que le temps obtenu dans le cas d'un modèle basé sur un précipité de la forme d'une calotte sphérique. Ces résultats montrent la nécessité de la présence d'interfaces de faible énergie entre le précipité et la matrice lors de la germination des transformations massives, et présument l'existence de relations d'orientations spécifiques entre la matrice et le précipité, alors que l'absence de relation d'orientation a été longtemps considérée comme une des caractéristiques de la transformation.

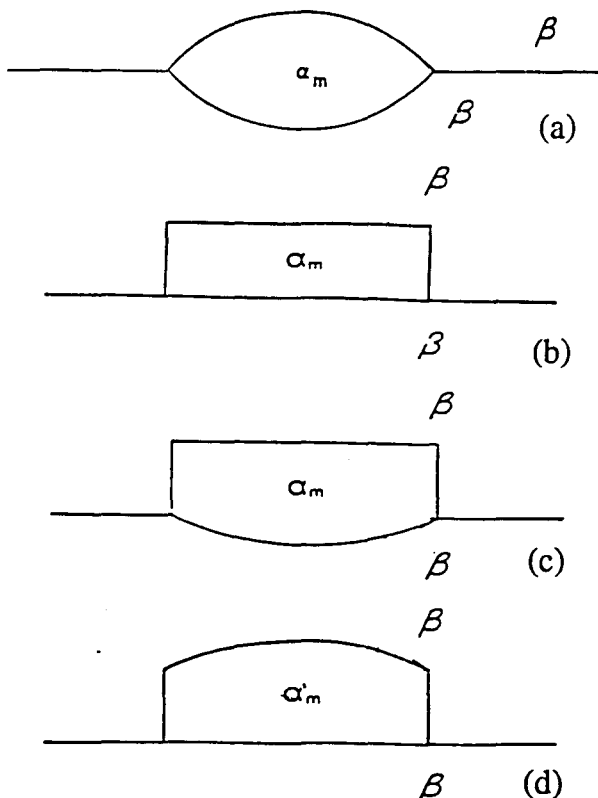


Figure 4.23 : Formes possibles du précipité massif, (a) dans le cas d'un germe incohérent approprié à une relation d'orientation irrationnelle entre les deux phases, (b) dans le cas d'un germe cohérent avec un grain, et présentant une interface plane avec le grain voisin, (c) dans le cas d'un germe cohérent avec un grain, et incohérent avec le grain voisin, (d) dans le cas d'un germe en partie cohérent avec un grain, et présentant une interface plane avec le grain voisin.

A ce propos, Plichta et Aaronson [1980, 1984] ont expérimentalement confirmé la présence quasi-systématique d'une relation d'orientation entre la matrice et les précipités massifs ayant germé aux joints de grains dans l'alliage Ag-26 at. % Al. Une relation d'orientation est observée avec au moins un des deux grains adjacents au précipité. Par ailleurs, quelle que soit cette relation d'orientation, les interfaces entre la matrice et la phase massive présentent une structure partiellement cohérente.

Toutefois, l'existence d'une relation d'orientation entre le précipité et la matrice n'est pas une caractéristique totalement établie de la transformation massive. La présence d'une relation d'orientation entre le précipité et un des deux grains adjacents est vérifiée dans le cas de l'alliage Ag-Zn, alors qu'elle ne l'est pas dans l'alliage Cu-Zn. Aaronson et ses collaborateurs [Plichta et Aaronson 1980; Plichta, Clark et Aaronson 1984] soulignent l'existence dans ce dernier alliage d'un grand nombre de macles qui peuvent masquer la présence d'une relation d'orientation entre le

germe et la matrice.

Les travaux plus récents effectués sur les alliages Cu-Ga montrent que la germination de la phase massive peut également s'effectuer à l'intérieur des grains [Subramanian, Massalski et Laughlin 1988]. Cette germination "en volume" peut s'effectuer sur les défauts de la matrice tels que les dislocations, ce qui permet également une diminution de la barrière à la germination.

IV.3.3.2.2 - Mécanisme de croissance

Dans la transformation massive, le processus qui contrôle la vitesse de la transformation est la germination. La germination effectuée, la croissance se produit très rapidement dans la plupart des systèmes, à des vitesses généralement comprises entre 10^{-4} m/s à 10^{-2} m/s. C'est pourquoi un grand nombre d'études concernent essentiellement le mécanisme de germination, alors que le mécanisme de croissance n'est que peu développé dans la littérature.

Le mécanisme de croissance généralement accepté consiste en des sauts d'atomes thermiquement activés au travers d'interfaces incohérentes. La présence d'interfaces incohérentes entre le précipité et la matrice est quelque peu contradictoire avec la théorie de la germination, qui semble promouvoir la formation d'interfaces cohérentes entre les deux phases. Plichta, Clark et Aaronson [1984] proposent, sur la base d'observations expérimentales, une croissance achevée par le mécanisme de marches.

Il résulte des diverses études cristallographiques concernant la transformation massive que les précipités massifs peuvent traverser les joints de grains de la matrice lors de la croissance. La possibilité de franchissement des joints de grains constitue désormais une des principales caractéristiques de la transformation massive [Plichta, Clark et Aaronson 1984]. Un précipité dont la germination est favorisée par la présence d'interfaces de faible énergie avec un grain de la matrice, tel que ceux de la figure 4.23 b et c, peut donc croître dans le grain adjacent. Le mécanisme de marches quant à lui peut être effectif à la fois dans le grain avec lequel le germe possède des interfaces cohérentes et dans le grain voisin.

Les observations microstructurales des interfaces entre les deux phases sont assez contradictoires. Dans certains cas, la microstructure issue de la transformation massive montre des interfaces caractéristiques du mécanisme de marches, des facettes planaires ainsi que des macles. Dans d'autres cas, la microstructure montre l'évidence d'une croissance directionnelle et des portions d'interfaces courbées. L'observation la plus rigoureuse consiste en une observation in situ de la transformation, effectuée par Kittl et Massalski sur l'alliage Cu-Ga [Perepezko 1984]. Le front de transformation se modifie. De courbé, il devient plan ou met en jeu la formation de macles. L'examen du contour de l'interface de croissance en cours de réaction a montré la nature flexible de l'interface.

On peut penser que le mécanisme opérant lors de la croissance est celui qui permet la croissance la plus rapide de la nouvelle phase, et que ce mécanisme s'adapte en fonction des propriétés cristallographiques des germes.

IV.3.3.3 - Microstructures caractéristiques issues de la transformation massive

Les microstructures caractéristiques des transformations massives varient en fonction du système considéré. Certaines microstructures présentent des caractéristiques morphologiques issues du mécanisme de marches, des facettes planaires ou des macles. Dans d'autres cas, on observe plutôt des domaines massifs de forme équiaxe, présentant des interfaces courbées. L'ensemble de ces caractéristiques peut être observé sur un même alliage. Enfin, certaines microstructures montrent un aspect de "plumeau" dans les alliages Cu-Ga et Ag-Cd, associé à l'apparition simultanée de deux transformations massives $\beta \rightarrow \zeta_m$ et $\beta \rightarrow \alpha_m$ [Perepezko 1984].

IV.3.4 - Etude du mécanisme de la réaction massive $\alpha \rightarrow \gamma$

L'ensemble des résultats bibliographiques présentés ci-dessus indique clairement que la transformation massive fait partie des transformations de phase les moins connues à ce jour. Cette mauvaise connaissance va rendre la détermination du mécanisme de la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ particulièrement ardue.

De plus, la réaction $\alpha \rightarrow \gamma$ ne peut être arrêtée en cours de transformation, puisqu'elle même requiert, pour apparaître, la vitesse maximale de refroidissement autorisée par notre appareillage. C'est donc au travers de l'étude morphologique et cristallographique des différents domaines ordonnés présents dans la phase γ_m que quelques propositions concernant les mécanismes de transformation pourront être avancées.

IV.3.4.1 - Mécanisme de germination

IV.3.4.1.1 - Détermination des sites de germination

Les observations réalisées à partir de nos échantillons tendent à montrer que la germination de la phase massive se fait essentiellement aux joints de grains. En effet, si l'alliage $Ti_{52}Al_{48}$ présente une structure entièrement massive, l'observation d'autres compositions après un traitement thermique similaire indique les joints de grains comme sites préférentiels de germination pour la phase γ_m . Ceci est particulièrement visible sur la figure 4.24. L'aspect en plumeaux de la structure lamellaire à partir des joints de grains observé sur les microstructures totalement massives corrobore cette observation.

Dans certains échantillons cependant, la structure massive se situe préférentiellement à l'intérieur des ex-grains α , les joints de grains étant bordés d'une structure lamellaire très fine (figure 4.25).

La confrontation de ces deux observations pourrait mener à la conclusion suivante : la germination de la phase massive se fait indifféremment au niveau des joints de grains, ou à l'intérieur des grains, probablement sur des défauts de la matrice. Dans les deux cas en effet, l'énergie d'interface est suffisamment diminuée par la formation d'interfaces cohérentes pour faciliter la germination de la nouvelle phase. Une seconde explication, proposée par Ramanath et Vasudevan [1993], est basée sur l'observation d'échantillons trempés avec des vitesses de refroidissement parfaitement contrôlées. Les auteurs pensent que la phase γ lamellaire peut germer et croître jusqu'à ce qu'un ΔT

suffisant au déclenchement de la transformation massive soit atteint.

Dans ce second cas, la phase γ de la structure lamellaire va servir de site préférentiel de germination pour la transformation massive. Ainsi, le mécanisme de germination de la transformation massive est biaisé par la présence préalable de la phase γ lamellaire. En l'absence de cette structure lamellaire, on peut supposer que la germination de la transformation massive est observée essentiellement sur les joints de grains de la phase mère α .

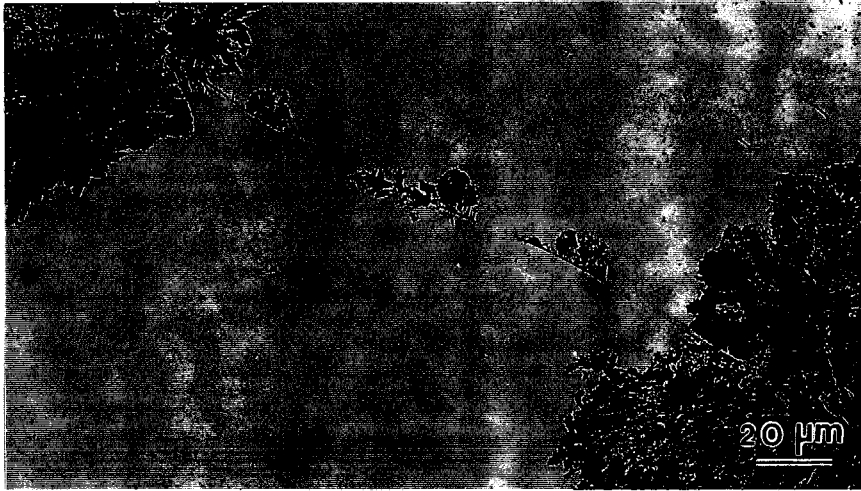


Figure 4.24 : Germination de la phase γ_m aux joints de grains.

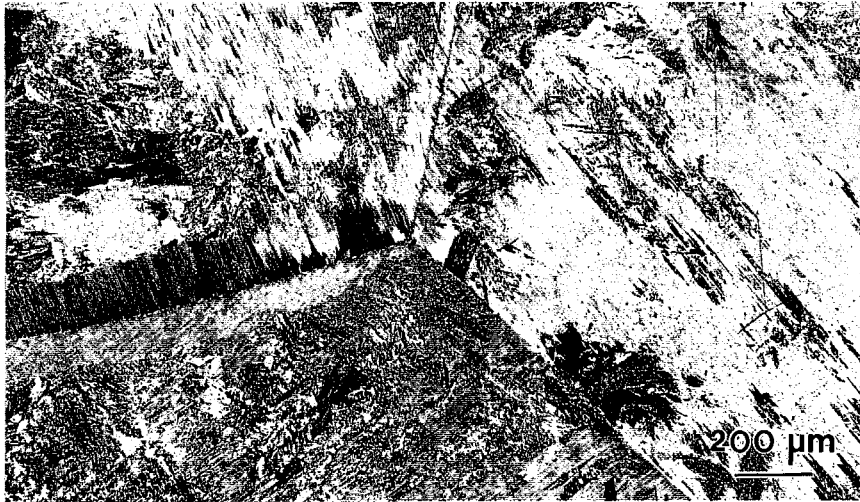


Figure 4.25 : Dans certains cas, la phase massive est séparée du joint de grains par une structure lamellaire fine .

IV.3.4.1.2 - Etude du mécanisme de germination

La seule détermination possible du mécanisme de germination de la phase γ_m réside en l'étude des relations d'orientation liant la phase produit γ_m à la phase mère α .

L'étude des relations d'orientation entre la phase α_2 de la structure lamellaire issue de la décomposition de la phase α et la phase γ_m n'a pas permis de mettre en évidence l'existence d'une relation d'orientation d'indice simple entre les deux phases situées dans un même grain. L'absence

apparente d'une relation d'orientation simple entre les deux phases d'un même grain a récemment été confirmée dans l'étude de Wang et Vasudevan [1993].

On pourrait donc supposer un mécanisme de germination hétérogène au niveau des joints de grains, qui ne mette en jeu aucune diminution de la barrière à la germination par formation d'interfaces de faible énergie entre le précipité et la matrice. Ce résultat est cependant quelque peu contradictoire avec le mécanisme général de germination de la phase massive présenté au paragraphe précédent.

Nous avons vu qu'un modèle qui met en jeu la formation d'interfaces cohérentes entre le précipité et un des deux grains adjacents au joint satisfait aux conditions de diminution de la barrière à la germination. Il laisse cependant présumer de l'existence d'une relation d'orientation entre la phase massive et la matrice de part et d'autre de l'interface de faible énergie. Deux explications permettent d'expliquer l'absence d'une relation d'orientation apparente entre la phase γ_m et la matrice.

Puisque le joint de grains ne constitue pas une barrière à la croissance de la phase massive, la croissance du précipité de phase γ_m peut se faire dans le grain avec lequel il ne possède aucune relation d'orientation. Un tel mécanisme respecte les caractéristiques générales de la transformation massive, les nécessités d'une diminution de la barrière à la germination permettant à la transformation une rapidité suffisante, ainsi que les caractéristiques cristallographiques issues des observations expérimentales. C'est notamment celui qui est proposé par Jones et Kaufman [1993].

L'absence apparente de relation d'orientation entre la phase γ_m et la matrice peut également être expliquée par l'influence du maclage, qui semble particulièrement actif lors de la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$. Comme nous l'avons vu (§ IV.3.3.2), le phénomène de maclage pourrait masquer la présence d'une relation d'orientation entre le précipité et la matrice. De ce fait, la détermination des relations d'orientation entre la phase γ_m et la phase α présentée au § III.4.2.1 a été menée avec une attention toute particulière, en vérifiant que chaque domaine présent dans une colonie ne possède pas une relation de macle avec les domaines des autres colonies. Puisque, malgré cela, aucune relation d'orientation n'a pu être mise en évidence, la première explication nous semble la plus valable.

IV.3.4.2 - Mécanisme de croissance

L'étude bibliographique effectuée au § IV.3.3.2 a montré que les mécanismes de croissance proposés sont essentiellement la croissance par sauts d'atomes thermiquement activés au travers d'une interface incohérente ou le mécanisme de marches. Le choix de l'un ou l'autre de ces mécanismes dans la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ va être basé sur l'observation des interfaces présentes aussi bien entre les différents domaines ordonnés de la phase γ_m qu'entre la phase γ_m et la phase mère α décomposée.

IV.3.4.2.1 - Aspect des différentes interfaces

Les observations en MET, qui ont mis en évidence un aspect généralement courbé de ces différentes interfaces, laissent supposer que le principal mécanisme de croissance réside en des sauts d'atomes individuels au travers d'interfaces incohérentes. La présence d'interfaces planes peut également être observée en certains endroits, mais ne constitue pas, d'après l'ensemble de nos observations, une caractéristique déterminante dans le mécanisme mis en jeu lors de la croissance.

Ces observations sont quelque peu contradictoires avec les observations reportées dans la littérature qui relatent la présence d'interfaces γ/γ planes ou facettées, favorisant ainsi le mécanisme de marches [Wang, Visvanathan et Vasudevan 1992; Wang et Vasudevan 1993]. Aucun auteur, cependant, n'a réuni suffisamment de preuves expérimentales pour trancher entre ces deux mécanismes de croissance.

La détermination du mécanisme de croissance à l'aide de la morphologie des interfaces entre la matrice et la phase produit est rendue d'autant plus difficile par l'apparition simultanée des phénomènes de maillage et de mise en ordre, qui peuvent conduire à une modification de l'aspect de ces interfaces.

IV.3.4.2.2 - Influence éventuelle du maillage

Si la mise en ordre, dont le mécanisme sera étudié ultérieurement, n'a probablement que peu d'effet sur les interfaces présentes dans la structure massive, le maillage, qui met en jeu un plan de macle du type $\{111\}$, peut influencer sur l'aspect des différentes interfaces. Nous avons vu, lors de la présentation générale des caractéristiques des différentes interfaces de la phase γ_m , que les domaines en relation de macle ou de pseudo-macle présentent quelques fois le plan de macle comme interface. L'opération de maillage donne invariablement lieu à la formation d'un domaine cristallographiquement symétrique au domaine dont il est issu. En outre, les deux domaines sont invariablement séparés par un plan de macle $\{111\}$ parfaitement défini. La croissance ultérieure des deux domaines en relation de macle peut conduire à la formation d'interfaces planes entre la phase massive et la matrice. La présence d'interfaces planes ou présentant des facettes cristallographiques entre deux domaines γ_m ne signifie donc pas obligatoirement un processus de croissance régi par le mécanisme de marches.

IV.3.4.3 - Mise en ordre

La compréhension générale des mécanismes de germination et de croissance de la transformation massive ne peut être achevée sans prendre en compte le caractère ordonné de la phase γ_m . Nous devons expliquer non seulement la présence de domaines ordonnés en relation de domaine d'ordre, de macle ou de pseudo-macle, rassemblés sous la forme de colonies, mais également l'existence des nombreuses parois d'antiphase présentes à l'intérieur de ces domaines.

Dans ce qui suit, différents mécanismes possibles de mise en ordre de la phase γ_m seront proposés. Ces propositions sont issues des mêmes références bibliographiques que celles utilisées lors de la mise en ordre de la phase γ de la structure lamellaire. Nous ne les développerons donc pas ici.

La mise en ordre de la phase γ_m peut s'effectuer à partir d'un état métastable désordonné, du type cfc, ou directement à partir de la phase hexagonale désordonnée α . Afin de schématiser les différents mécanismes possibles, nous allons distinguer, comme pour la structure lamellaire, deux cas, selon que la vitesse de croissance de la phase γ_m , V_C , est supérieure à la vitesse de mise en ordre, V_{DO} , ou que la vitesse de mise en ordre est plus rapide que la croissance de la phase massive. Dans chacun des mécanismes proposés, nous considérerons que la germination de la phase γ massive se situe aux joints de grains de la matrice α et que le mécanisme de croissance implique des sauts d'atomes thermiquement activés au travers d'une interface incohérente dans le grain avec lequel le précipité ne possède pas d'interfaces de faible énergie.

IV.3.4.3.1 - Premier cas : $V_C < V_{DO}$

Lorsque la vitesse de croissance est inférieure à la vitesse de mise en ordre, on assiste à la croissance d'une phase ordonnée dans une matrice désordonnée. La transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ peut ainsi être assimilée à une transformation directe d'une phase hexagonale désordonnée du type A3 à une phase ordonnée sur le réseau quasi-cfc de structure cristallographique $L1_0$.

- Croissance d'un domaine ordonné unique à partir d'un germe

Si différents domaines γ_m germent à partir de différentes fautes d'empilement situées dans un grain et croissent dans le grain adjacent, ils peuvent être en relation de macles, de pseudo-macles, de domaines d'ordre ou d'antiphase. Dans ce cas, cependant, chacun de ces domaines reste en contact avec le grain dans lequel il a germé. Un tel mécanisme peut donc difficilement expliquer l'existence de domaines regroupés en colonies observée à l'intérieur même des ex-grains α .

- Maillage interne

Nous reprenons ici un des mécanismes de formation de domaines d'ordre proposé lors de l'étude de la structure lamellaire (cf § IV.1.5.1.1). Un tel mécanisme conduit à un accollement parfait et à une distribution lamellaire des domaines d'ordre. La microstructure issue d'un tel mécanisme est donc très différente de celle observée dans la phase γ_m . Nous avons donc éliminé ce mécanisme pour les mêmes raisons que celles exposées lors de la détermination du mécanisme de mise en ordre dans la phase γ lamellaire.

- Introduction d'une faute d'ordre en cours de croissance

Nous avons fait l'hypothèse d'une croissance d'un précipité ordonné par sauts d'atomes thermiquement activés au travers d'une interface incohérente. La nature, Ti ou Al de l'atome qui traverse l'interface, est a priori indépendante de l'ordre dans le précipité. Comme nous le montre la figure 4.26, le positionnement incorrect d'un seul atome peut donner lieu, au cours de la croissance, à la formation d'un domaine d'antiphase ou d'un domaine d'ordre.

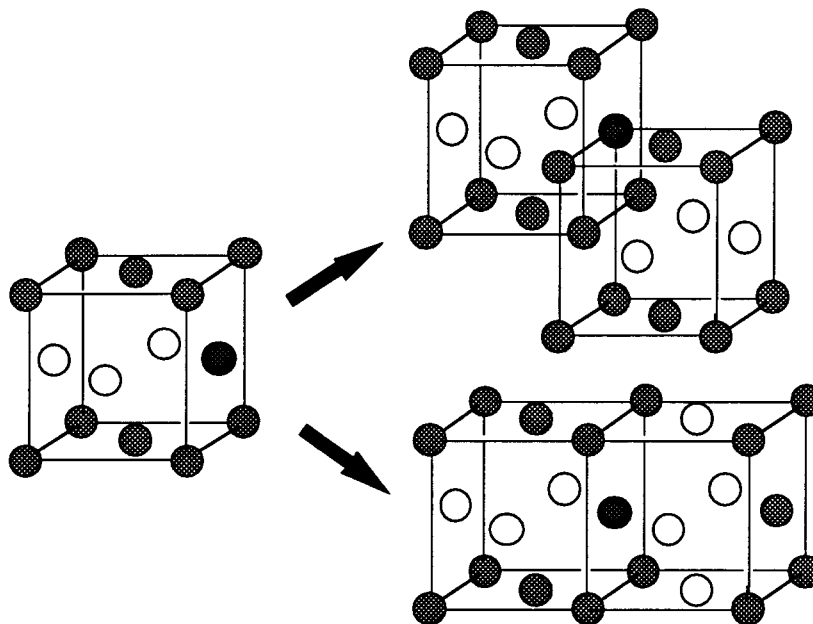


Figure 4.26 : Formation d'un domaine d'antiphase ou d'un domaine d'ordre à partir d'une mauvaise position atomique dans la structure $L1_0$.

- Formation de domaines d'ordre induite par les déformations dues à la transformation

La formation des domaines d'ordre peut être provoquée par un changement de l'axe c du domaine en cours de croissance de manière à réduire les déformations induites par la formation d'une structure quadratique. Comme nous l'avons précédemment exposé (cf § IV.1.5.1.2), ce mécanisme nécessite une taille critique de domaine à partir de laquelle l'axe c va subir un changement de direction. La taille des domaines sera donc bien définie, ce qui ne correspond pas aux caractéristiques des domaines d'ordre de la phase γ_m .

IV.3.4.3.2 - Second cas : $V_{DO} < V_C$

Dans ce cas, la mise en ordre s'effectue à partir d'une structure désordonnée intermédiaire. Cette condition implique obligatoirement l'existence d'un état métastable désordonné. Notons que l'emploi de refroidissements rapides lors de la solidification des alliages de compositions proches de $Ti_{52}Al_{48}$ a montré l'existence d'un état cfc désordonné [Shao, Grosdidier et Tsakirooulos 1993], ce qui appuie d'une certaine manière cette hypothèse.

Le mécanisme permettant d'expliquer la présence de ces colonies de domaines ordonnés en relation d'orientation est le suivant : le mécanisme de germination laisse place à la formation d'un précipité de structure du type cfc désordonné. La croissance de ce précipité dans le grain adjacent donne lieu à la transformation $hc \rightarrow cfc$ par sauts d'atomes au travers de l'interface de croissance. Les précipités de structure cfc désordonnée subissent ensuite une mise en ordre $A1 \rightarrow L1_0$ qui procède par germination, croissance et rencontre de domaines ordonnés. Une telle séquence de transformation

conduit à l'obtention de colonies constituées de domaines d'ordre et de parois d'antiphase.

IV.3.4.3.3 - Détermination du mécanisme de formation des domaines d'ordre

De tous les mécanismes proposés, seuls deux mécanismes permettent d'expliquer la formation de domaines d'ordre et de domaines d'antiphase rassemblés en colonies dans la structure γ_m .

Il s'agit du mécanisme qui met en jeu la formation directe de différents domaines en cours de croissance de la phase massive, et du mécanisme incluant la mise en ordre de la structure $L1_0$ à partir d'un état métastable du type cfc désordonné.

Le premier de ces mécanismes est appuyé par l'absence d'une phase du type cfc désordonné au cours de nos observations et par le fait qu'il ne requiert aucune diffusion ultérieure pour donner naissance à une structure ordonnée; il est ainsi susceptible d'être plus rapide. En outre, il est le seul de ces deux mécanismes à pouvoir expliquer la légère désorientation parfois observée entre deux domaines ordonnés d'une même colonie.

Il est maintenant nécessaire d'éclaircir deux points particuliers des caractéristiques microstructurales de la phase γ_m :

- (1) Les parois d'antiphase sont observées uniquement à l'intérieur des domaines d'ordre, et leur fréquence est de ce fait plus importante que celle des variantes d'orientation,
- (2) Si les deux mécanismes présentés ci-dessus permettent d'expliquer la formation des domaines d'ordre, les colonies sont également constituées de domaines en relation de macle et de pseudo-macle.

IV.3.4.4 - Parois d'antiphase de la phase γ_m

La présence de parois d'antiphase à l'intérieur des domaines d'ordre est une caractéristique assez commune aux microstructures issues des transformations de mise en ordre, telles que celles étudiées dans l'alliage CuAu ou Ni_3V . Tanner [1968] explique cette caractéristique par le fait que chaque domaine ordonné devient le centre d'une distorsion du réseau environnant qui va faciliter la germination d'un domaine de même axe c en son voisinage immédiat. Cette explication peut être valable dans le cas où la formation des domaines d'ordre s'effectue dans une structure métastable de type cfc désordonné. Elle peut s'adapter au cas où la croissance du domaine ordonné s'effectue à partir d'une matrice cristallographiquement différente : la distorsion entourant le domaine ordonné va favoriser la formation d'un domaine de même axe c lorsque des fautes d'ordre seront effectuées au cours de la croissance.

IV.3.4.5 - Relations de macle ou de pseudo-macle

Si la formation de domaines d'ordre implique simplement une modification de l'emplacement des atomes de Ti et Al sur un réseau commun, la formation de domaines en relation de macle ou de pseudo-macle implique une modification dans la séquence d'empilement des plans atomiques du

type $\{111\}$. Une telle modification est moins évidente à expliquer que dans le cas de la formation de la structure lamellaire qui procède par passage de dislocations partielles de Shockley dans les plans de base de la matrice hexagonale. Le phénomène de maclage semble toutefois faire partie intégrante du mécanisme de croissance de la phase massive, puisque de nombreuses fautes d'empilement et des micromacles sont observées dans les domaines ordonnés. La présence de ces fautes d'empilements est attribuée, avec la présence de nombreuses dislocations, aux contraintes engendrées lors de la transformation [Jones et Kaufman 1993]

Si l'on considère la formation d'un état métastable cfc désordonné, le maclage de cette structure peut intervenir pendant la croissance, donnant lieu, après la mise en ordre, à la formation de domaines en relation de macle ou de pseudo-macle. De la même façon, le maclage de domaines ordonnés en cours de croissance va induire la formation de domaines en relation de macle ou de pseudo-macle. Leur croissance ultérieure sera indépendante du domaine dont ils sont issus. Dans certains cas, les domaines en relation de macle ou de pseudo-macle sont séparés par une paroi de macle de type $\{111\}$, parfaitement plane. Dans d'autres cas, cependant, les domaines en relation de macle ou de pseudo-macle ne présentent pas l'interface d'orientation $\{111\}$ habituellement observée entre deux cristaux. Il est possible qu'un domaine présentant la relation de macle ou de pseudo-macle avec un domaine de référence soit issu du maclage d'un domaine présentant, avec le domaine de référence, la relation d'antiphase ou de domaine d'ordre. Il se peut également qu'une faible portion d'interface du type $\{111\}$ entre la phase γ_m et la matrice soit suffisante pour provoquer la germination, puis la croissance, d'un domaine ordonné présentant une séquence d'empilement des plans $\{111\}$ différente.

La relation de macle ou de pseudo-macle observée entre les domaines d'une même colonie semble être issue d'avantage d'un maclage d'un domaine en cours de croissance que par maclage interne d'un domaine ordonné. En effet, dans le second cas, les deux domaines présenteraient comme interface une paroi de macle du type $\{111\}$.

IV.3.5 - Récapitulation du mécanisme proposé

La transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ fait partie des transformations massives. Dans le cas du système Ti-Al, les mécanismes proposés sont issus de raisonnements logiques basés sur les observations microstructurales de la phase γ_m . Le mécanisme général de la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ peut être résumé comme suit:

- 1) La transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ relève d'une transformation du type massif, dont les caractéristiques sont toutefois encore actuellement le sujet de nombreuses controverses.
- 2) En l'absence de toute structure lamellaire, la germination de la phase γ_m semble se situer préférentiellement aux joints de grains de la phase α , comme dans la plupart des transformations massives.
- 3) Les conditions énergétiques de germination laissent supposer une germination de la phase massive favorisée par la présence d'interface de faible énergie, voire d'une relation d'orientation, entre la matrice et le précipité.

- 4) Dans ces conditions, pour expliquer l'absence de relation d'orientation apparente entre la matrice et la phase γ_m , il est nécessaire que la croissance de la phase massive se fasse dans le grain avec lequel elle ne possède pas de relation d'orientation. Si tel n'est pas le cas, seule l'influence du maillage pourrait d'expliquer cette absence apparente de relation d'orientation.
- 5) La croissance se fait probablement par sauts d'atomes thermiquement activés au travers de l'interface de croissance plutôt que par l'intermédiaire du mécanisme de marches.
- 6) Les différentes colonies proviennent de germes indépendants qui se sont scindés en domaines ordonnés au cours de la croissance.
- 7) La mise en ordre peut se produire simultanément à la croissance de la phase massive. Les domaines d'ordre ainsi que les domaines d'antiphase sont alors initiés par une mauvaise position des atomes de Ti et Al, lors de la croissance d'un germe une fois l'interface traversée. L'hypothèse de l'existence d'un état métastable désordonné ne peut être toutefois éliminée. La mise en ordre de domaines du type cfc désordonné peut en effet également expliquer la présence de colonies de domaines et de nombreuses parois d'antiphase.
- 8) Le maillage fait partie intégrante du processus de croissance. Provoqué probablement par les contraintes dues à la transformation, il donne naissance aux relations de macles ou de pseudo-macle observées entre les domaines d'une même colonie.

IV.4 - Conclusion générale sur les mécanismes de transformation de phase

Nous avons étudié les mécanismes des trois principales transformations de phase intervenant dans les alliages biphasés à base de TiAl : la formation de la structure lamellaire biphasée, la croissance discontinue de cette structure lamellaire, et la transformation massive $\alpha \rightarrow \gamma$.

Nous avons montré que dans les conditions usuelles de refroidissement, la germination de la phase γ sous forme lamellaire à partir d'une phase hexagonale désordonnée (α) ou ordonnée (α_2) est favorisée par la présence de fautes d'empilement introduites par la propagation de dislocations partielles de Shockley. Ces fautes d'empilement présentant localement un empilement du type cfc, la germination de la phase γ ne requiert plus essentiellement qu'une mise en ordre. Le mécanisme de croissance par marches de ces précipités γ lamellaires ne constitue qu'une continuité de la formation de fautes d'empilement, puisqu'il met également en jeu la propagation de partielles de Shockley. Nous avons montré que la formation de la phase ordonnée γ implique probablement la germination, la croissance et la rencontre de domaines ordonnés à partir d'une même faute d'empilement.

En l'absence de ségrégation en aluminium favorisant la formation de grains monolithiques γ , les modifications microstructurales et compositionnelles de la structure lamellaire vont se faire par l'intermédiaire de la croissance des lamelles d'un grain dans le grain voisin. Un tel mécanisme est connu sous le nom de croissance discontinue. Cette croissance procède par dissolution des précipités du grain adjacent, migration du joint de grains et reprécipitation à l'arrière du joint. Nous pensons que l'intervention d'un tel mécanisme est provoqué par la présence d'interfaces

particulièrement stables entre les deux phases dans la structure lamellaire primaire. Les forces motrices sont essentiellement une diminution de l'énergie d'interfaces et une réduction de l'énergie libre chimique. Bien qu'il soit difficile de le démontrer expérimentalement, la composition et la fraction volumique des deux phases produites par croissance discontinue sont probablement plus proches des compositions et des fractions volumiques d'équilibre que les deux phases présentes dans la structure lamellaire primaire.

La transformation brutale $\alpha \rightarrow \gamma$ semble appartenir à la catégorie des transformations massives. La détermination du mécanisme de cette transformation est rendue difficile à cause du nombre important de controverses qui entourent les caractéristiques générales de ce type de transformation. Dans les alliages à base de TiAl, la transformation débute aux joints de grains. Les cinétiques de germination et de croissance de la phase γ massive doivent cependant être plus rapides que celles mises en jeu lors de la formation de la phase γ sous forme lamellaire. Ces conditions d'ordre cinétique impliquent la formation d'un germe présentant une bonne cohérence avec au moins un des deux grains adjacents au joint. De telles conditions de germination conduisent souvent à l'existence d'une relation d'orientation entre la phase mère et la phase produit, qui n'a pas été observée dans le cas de la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$. Nous avons discuté de l'absence apparente de relation d'orientation entre α et γ . Celle-ci peut être reliée au fait que le précipité croît dans le grain avec lequel il ne possède pas de relation d'orientation ou, de manière moins évidente, par un masquage dû au phénomène de maclage. L'absence d'interfaces planes entre les deux phases laisse supposer que la croissance du produit massif γ se fait par sauts d'atomes thermiquement activés au travers d'une interface incohérente. Ce mécanisme est en accord avec les conditions de cinétique imposées par la transformation. La mise en ordre nécessaire à la formation de la phase γ peut se produire soit directement lors de la croissance, soit par l'intermédiaire d'un état métastable cfc désordonné. Nous avons montré que ces deux cas permettent d'expliquer les caractéristiques microstructurales observées dans la phase γ issue de la transformation massive.

Notons que ces trois transformations débutent au niveau des joints de grains. En relation avec cette observation, nous pouvons présenter les mécanismes proposés pour ces trois transformations de la sorte : la formation de la structure lamellaire se produit vers l'intérieur des grains par propagation de dislocations partielles de Shockley (figure 4.27a). Les modifications chimiques et microstructurales de cette structure lamellaire vont se produire par la migration des joints de grains permettant une croissance des lamelles dans le grain voisin (figure 4.27b). Lorsque les vitesses de refroidissement à partir du domaine monophasé α sont importantes, la formation de la structure lamellaire est inhibée au profit d'une transformation massive. Nous supposons que la croissance de la phase γ massive se produit préférentiellement dans le grain avec lequel les germes ne possèdent pas d'interface cohérente (figure 4.27c).

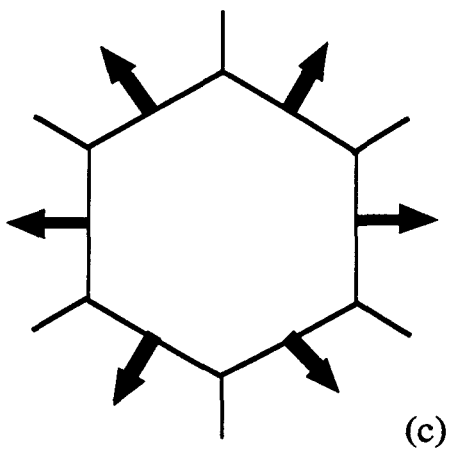
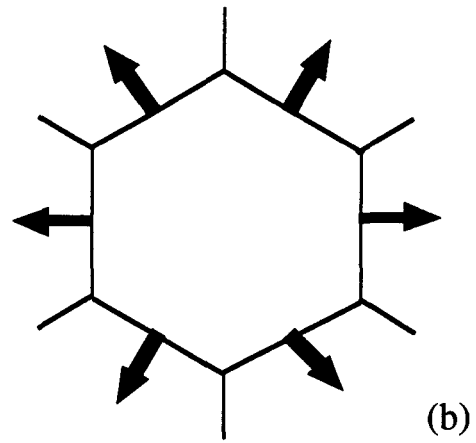
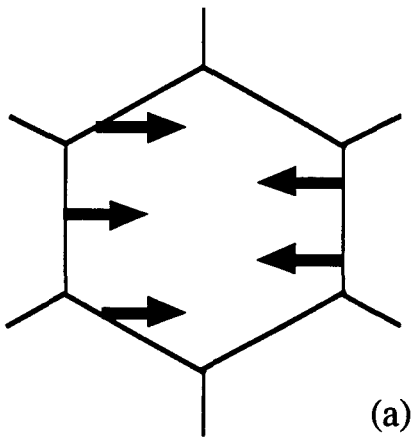


Figure 4.27 : Représentation schématique des mécanismes de transformations de phase proposés : (a) la formation de la structure lamellaire se produit vers l'intérieur des grains, (b) la croissance discontinue met en jeu la migration des joints de grains, (c) la transformation massive met en jeu un mécanisme de germination au niveau des joints de grains, et une croissance dans le grain avec lequel le germe ne possède pas d'interface cohérente.

- Chapitre V -

Comportement mécanique des alliages biphasés à base de TiAl

Ce dernier chapitre a pour objet la caractérisation mécanique des alliages biphasés à base de TiAl. Cette caractérisation mécanique ne constitue pas une étude détaillée, mais simplement une approche générale du comportement mécanique des alliages biphasés à base de TiAl. Un développement plus conséquent aurait nécessité en effet une focalisation du travail de recherche sur le comportement mécanique du matériau, qui ne pouvait se faire sans une connaissance approfondie des transformations de phase et des microstructures. Le but principal de ce chapitre est donc dégager les axes de recherche futurs les plus importants en vue du développement de cette catégorie d'alliages. Nous nous sommes focalisés sur deux propriétés essentielles :

- *Plasticité à température ambiante.* Contrairement aux alliages monophasés γ , la catégorie des alliages biphasés présente l'avantage d'une ductilité macroscopique à température ambiante. Bien que de nombreuses études s'attachent désormais à évaluer l'influence de la composition et de la microstructure sur cette propriété critique, son origine reste encore bien mal comprise. Il nous a donc semblé nécessaire de procéder à un examen critique des différents facteurs attribués à cette observation. Dans une seconde partie, nous aborderons les variations de la ductilité avec différents facteurs tels que la composition, la microstructure, et un certain nombre de facteurs externes au matériau.

- *Résistance mécanique en température.* Les alliages biphasés à base de TiAl sont caractérisés par une résistance mécanique importante jusqu'à typiquement 850°C. Cette propriété est particulièrement importante, puisqu'elle permet l'utilisation de cette catégorie d'alliages jusqu'à des températures élevées. Cependant, le nombre d'études détaillées concernant les variations de la limite élastique entre 20 et 950°C est encore très limité. Nous avons donc choisi d'examiner les variations de la limite élastique dans cette gamme de températures par l'intermédiaire d'essais de compression.

L'idée initiale de cette caractérisation mécanique reposait sur l'établissement des relations entre les microstructures résultant de diverses transformations de phase et les propriétés mécaniques à partir des six compositions définies au chapitre II (§ II.1.1). Cependant, comme nous le verrons, l'étude du comportement mécanique de cette catégorie d'alliages a montré l'influence d'un certain nombre de facteurs supplémentaires. Ceci nous a conduit à renvoyer, par souci de simplicité, la présentation des microstructures examinées sur le plan mécanique au paragraphe A4.1 de l'annexe 4.

Outre le développement de ces deux points principaux, le lecteur pourra également trouver les résultats de l'étude du comportement à haute température (fluage) abordée au cours de ce travail en annexe 5.

V.1 - Plasticité à température ambiante

V.1.1 - Origine de la ductilité macroscopique

L'amélioration de la ductilité introduite par le biphasage dans la catégorie des alliages base TiAl peut être attribuée à un grand nombre de facteurs. La littérature en offre une gamme impressionnante, qui va de la taille de grains aux dislocations responsables de la déformation. Le but de ce paragraphe est d'en examiner les principaux de façon critique. Un intérêt particulier sera ainsi porté à la purification de la phase γ par la phase α_2 , l'influence de la microstructure, et la modification du mécanisme de déformation, qui sont les facteurs les plus couramment associés à la ductilité macroscopique des alliages biphasés.

V.1.1.1- Purification de γ par α_2

De l'ensemble des facteurs microstructuraux avancés pour expliquer l'augmentation de ductilité introduite par le biphasage, le principal s'appuie sur l'effet de la purification de la phase γ par la présence d'une faible fraction volumique de phase α_2 , qui présente une plus grande solubilité en éléments interstitiels [Vasudevan, Stütcke, Court et Fraser 1989, Court, Löfvander, Stütcke, Kurath et Fraser 1989, Sriram, Vasudevan et Dimiduk 1991].

Le travail théorique relaté par Greenberg [Greenberg, Antonova, Indenbaum, Karkina, Notkin, Ponomarev et Smirnov 1991] montre que la distribution de densité de charges autour des atomes de Ti est anisotrope et cause la formation de vallées de Peierls profondes, qui affectent la mobilité des dislocations. Les segments de dislocations proches des directions $\langle 001 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ et $\langle 112 \rangle$, résidant dans des vallées profondes de Peierls, peuvent être relativement sessiles. Cela semble être notamment le cas des dislocations $a/2\langle 110 \rangle$ [Vasudevan, Stütcke, Court et Fraser 1989, Court, Vasudevan et Fraser 1990, Sriram, Vasudevan et Dimiduk 1991]. Il est ainsi possible d'expliquer pourquoi dans les alliages monophasés γ , la déformation est accomplie par les dislocations dont les segments vis et coin ne résident pas dans ces vallées de Peierls, telles que les superdislocations $a\langle 101 \rangle$.

Kawabata, Tadano et Izumi [1988] ont montré que la ductilité est améliorée en utilisant des matériaux de haute pureté ou possédant une faible fraction volumique de phase α_2 . Il est alors suggéré que le degré de directionnalité des liaisons entre les atomes de Ti peut être exacerbé par la présence d'éléments interstitiels. La diminution de la concentration en oxygène dans les alliages monophasés γ de haute pureté ou dans une phase γ purifiée par α_2 réduit donc l'anisotropie des vallées de Peierls, et donne lieu à une augmentation de mobilité des dislocations $1/2\langle 110 \rangle$, ainsi qu'à une diminution de l'énergie de faute d'empilement, favorisant la formation de macles [Vasudevan, Stütcke, Court et Fraser 1989, Court, Löfvander, Stütcke, Kurath et Fraser 1989, Sriram, Vasudevan et Dimiduk 1991].

Cependant, la purification de γ par α_2 dans les alliages de concentration nominale courante en éléments interstitiels n'a jamais été démontrée. Le résultat unique que propose la littérature repose

sur une étude qualitative de la répartition de l'oxygène entre les deux phases α_2 et γ d'un alliage contenant 50% d'Al fortement dopé en oxygène (> 3% atomiques) [Uemori, Hanamura et Morikawa 1992]. Les résultats obtenus d'après les analyses en sonde atomique de nos alliages, de pureté courante (\approx 2500 ppm atomique), donnent les premières indications quantitatives sur l'effet purificateur de la phase α_2 [Denquin, Naka, Huguet et Menand 1993].

Ces résultats sont présentés au tableau A2.2 de l'annexe 2. Les concentrations atomiques en oxygène et carbone de chacune des phases peuvent être comparées aux concentrations nominales présentées au tableau A2.1. Des fractions volumiques de phase α_2 aussi faibles que 10% (cf tableau A2.3) sont suffisantes pour abaisser la concentration en oxygène dans la phase γ d'un facteur 10 (2500 ppm dans l'alliage contre 250 ppm dans la phase γ). La figure 5.1 met parfaitement en évidence la localisation préférentielle de l'oxygène dans la phase α_2 . Il est important de noter que cette localisation préférentielle des éléments interstitiels est observée dès l'état brut d'élaboration, et que les concentrations en oxygène et en carbone sont identiques dans les deux alliages binaires $Ti_{54}Al_{46}$ et $Ti_{52}Al_{48}$, alors que les fractions volumiques de phase α_2 y sont différentes.

Nous avons vu, lors des deux chapitres précédents, que la phase γ se forme à partir de la phase hexagonale désordonnée, α , ou ordonnée, α_2 . La lamelle γ naissante possède donc probablement la même concentration en éléments interstitiels que la matrice, c'est à dire la concentration nominale de l'alliage en ces éléments. Cependant, les concentrations déterminées expérimentalement indiquent que ces éléments sont moins solubles dans la phase γ que dans la phase α_2 . Dès lors, on peut supposer que la sursaturation de la phase γ en ces éléments provoque leur transfert dans la phase α_2 . Ce phénomène s'arrête lorsque la limite de solubilité de la phase γ en éléments interstitiels est atteinte. Puisque les concentrations en oxygène et en carbone obtenues dans la phase γ sont approximativement identiques dans les deux alliages, ces valeurs expérimentales doivent être proches du maximum de solubilité de ces éléments dans la phase γ . Notons que le maximum de solubilité de ces éléments dans la phase α_2 est plus important que les concentrations expérimentales, et n'est pas atteint, du moins pour l'oxygène. Dans le cas contraire, en effet, une troisième phase, telle qu'un oxyde, devrait apparaître de manière à conserver la concentration nominale en ces éléments.

Ces considérations indiquent qu'il est important de considérer le diagramme ternaire Ti-Al-O pour le développement de cette catégorie d'alliage. La solubilité maximum de l'oxygène dans la phase γ à basse température donne lieu à l'établissement du diagramme ternaire approximatif Ti-Al-O de la figure 5.2. Celui-ci diffère du diagramme ternaire Ti-Al-O à 1100°C récemment déterminé par Li, Hillel, Teyssandier, Choi et Van loo [1992]. Le maximum de solubilité de l'oxygène dans la phase γ suggéré par ces auteurs est de 2 à 4 % atomiques. La solubilité de l'oxygène dans la phase γ varie donc de manière importante avec la température. Le cas du carbone est probablement plus compliqué, car nos résultats expérimentaux indiquent une tendance à la ségrégation au niveau des joints de grains et/ou des interfaces de la structure lamellaire (cf annexe 2).

L'examen des alliages "monophasés" γ (de concentration en aluminium supérieure à 52%) présentant une concentration en impuretés tout à fait usuelle a récemment été effectuée par sonde atomique à l'université de Rouen. Bien que les résultats n'entrent pas en compte dans la présente étude, il semble utile de signaler que la concentration en oxygène dans la phase γ de ces alliages

"monophasés" est identique à la valeur du maximum de solubilité déterminé à partir des alliages biphasés. Le surplus d'oxygène est dans ce cas probablement éliminé sous la forme de précipités d'oxyde (Al_2O_3) ou à l'intérieur des particules de phase H (Ti_2AlO), qui sont généralement observées dans la catégorie des alliages monophasés [Hug 1988].

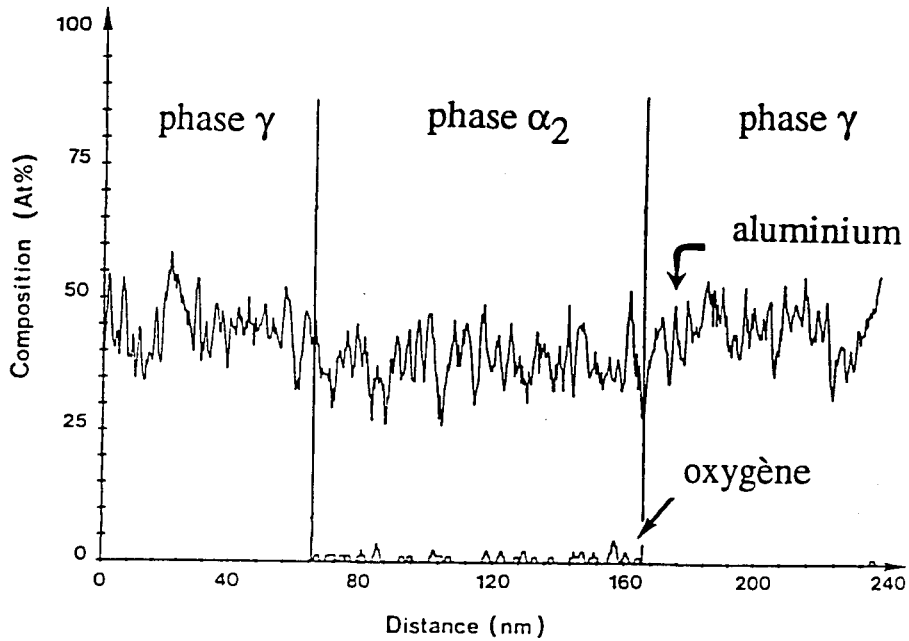


Figure 5.1: Profil de concentration en titane et en oxygène au travers d'interfaces $\gamma/\alpha_2/\gamma$ dans l'alliage $\text{Ti}_{54}\text{Al}_{46}$, qui met en évidence la localisation préférentielle de l'oxygène dans la phase α_2 .

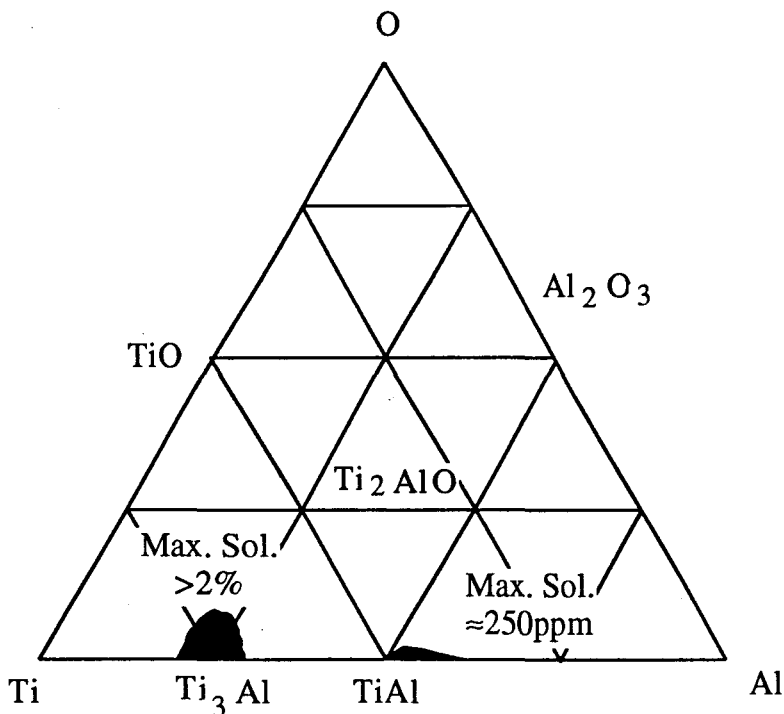


Figure 5.2 : Diagramme ternaire Ti-Al-O à température ambiante, tel qu'il peut être déduit des résultats de sonde atomique.

Il semble donc que, dans les alliages biphasés comme dans les alliages monophasés, la concentration de la phase γ en oxygène soit généralement égale à sa limite de solubilité maximum (≈ 250 ppm atomique). Ce résultat laisse supposer que l'amélioration de la ductilité par l'intermédiaire du biphasage telle qu'elle a été suggérée dans un grand nombre de publications peut difficilement être reliée à la purification de la phase γ par la phase α_2 . Seule une concentration en oxygène dans la phase γ inférieure au maximum de solubilité donnerait lieu à une modification effective de ces mécanismes de déformation. L'absence d'oxydes fortement ségrégués, donc fragilisants, dans les alliages biphasés pourrait dans ce cas constituer une explication plus plausible de la ductilité macroscopique observée dans cette catégorie d'alliages. En effet, la seconde phase α_2 , capable d'accueillir les éléments interstitiels en sursaturation, empêche la formation de tels oxydes. En outre, malgré le fait que la phase α_2 soit peu déformable, elle est répartie de façon homogène dans la structure lamellaire. Cette répartition va limiter considérablement les risques de fragilisation de cette seconde phase, et améliorer ainsi la ductilité.

V.1.1.2 - Microstructure

La microstructure spécifique aux alliages biphasés joue de manière évidente un rôle important sur leur ductilité macroscopique. Alors que seule la taille de grains peut être modifiée dans les alliages monophasés γ , le biphasage permet de faire varier les microstructures par traitement thermique ou thermomécanique. Ces modifications microstructurales peuvent alors permettre l'obtention d'une gamme de propriétés mécaniques variées. Rappelons notamment que la microstructure du type bimodale constituée de grains lamellaires et de grains monophasés γ est considérée comme favorable à la ductilité. Cependant, malgré cette connaissance très générale, l'influence exacte de la microstructure sur la ductilité est encore loin d'être comprise. Des facteurs microstructuraux d'origines diverses, tels que l'affinement de la microstructure ou l'influence des nombreuses interfaces dans la déformation peuvent simultanément être avancés pour expliquer la ductilité macroscopique observée sur cette catégorie d'alliages.

V.1.1.2.1 - Affinement de la microstructure

Les premières études relatent essentiellement l'affinement de la taille des grains monophasés γ à l'échelle macroscopique. Il est reporté en effet que la cinétique de croissance de ces grains est ralentie dans les alliages biphasés grâce à la présence d'une seconde phase, α ou α_2 , jusqu'à haute température [Kim 1989, 1991]. Cependant, comme l'a récemment signalé Huang [1992], il est peu probable que la taille des grains γ soit un facteur qui contrôle à lui seul la ductilité, car une taille de grain réduite dans les alliages monophasés ne montre pas de meilleure ductilité. Toutefois, l'affinement de la microstructure lié à l'introduction de la seconde phase α_2 peut être considéré à différentes échelles.

Les microstructures les plus usuelles des alliages biphasés sont caractérisées par la présence de grains lamellaires. A l'échelle microscopique, cette structure lamellaire est constituée d'une alternance de lamelles des deux phases α_2 et γ , d'une très grande finesse. De plus, les lamelles de phase γ sont généralement scindées en de nombreux domaines d'une taille de l'ordre de 1 à 5 microns. L'affinement microstructural lié à la présence de la seconde phase α_2 est donc très

important à l'intérieur même de la structure lamellaire. Ces domaines sont en outre séparés par de nombreuses interfaces qui, comme nous l'avons vu aux chapitres précédents, sont particulièrement stables lors d'un traitement thermique. La taille des domaines va donc peu varier au cours des traitements thermiques destinés à modifier la microstructure à l'échelle macroscopique. L'existence de ces nombreux domaines peut favoriser la ductilité en introduisant une déformation relativement homogène [Chan et Kim 1992].

Cependant, on conçoit mal que la ductilité puisse être seule attribuée à la finesse de la structure lamellaire, car une microstructure entièrement lamellaire offre, de l'ensemble des microstructures caractérisées mécaniquement, le moins de ductilité. La taille des grains dans une telle structure peut, dans ce cas, être un facteur restrictif de la ductilité, puisqu'elle est considérablement plus importante que dans les autres structures. Nous voyons que le rôle spécifique de la taille de grains et de la structure lamellaire sur la ductilité reste très ambigu, et il devient nécessaire de séparer ces deux effets. En partie pour répondre à ce problème, les recherches se tournent actuellement vers les possibilités d'obtention et la caractérisation mécanique d'une structure lamellaire à faible taille de grains [Huang 1991; Kim 1992]. Il serait alors primordial de quantifier les variations de la fraction volumique de phase α_2 et la taille des différents domaines (lamelles et domaines γ) avec la composition et le traitement thermique, car ces caractéristiques microscopiques vont déterminer la ductilité macroscopique.

V.1.1.2.2 - Interfaces de la structure lamellaire

En relation avec l'intérêt croissant porté au comportement microstructural et mécanique de la structure lamellaire se développe actuellement la caractérisation des nombreuses interfaces présentes dans cette structure [Court, Löfvander, Stuck, Kurath et Fraser 1989, Inui, Oh, Nakmura et Yamaguchi 1992, Mahon et Howe 1990, Zhao et Tangri 1991, 1992, Kad et Hazzledine 1992]. Il apparaît désormais que les nombreuses interfaces présentes dans la structure lamellaire peuvent servir de puits et de sources envers les dislocations participant à la déformation [Soboyejo, Schwartz et Sastry 1992] et favoriser ainsi la plasticité de la phase γ . Nous reviendrons d'avantage au paragraphe suivant sur la contribution de ces interfaces dans la déformation de la structure lamellaire.

V.1.1.3 - Mécanisme de déformation

L'augmentation de ductilité observée dans les alliages à base de TiAl lorsque la concentration en aluminium diminue est également attribuée à une modification du mécanisme de déformation entre la phase γ des alliages monophasés et la phase γ des alliages biphasés. Notons que dans ces derniers alliages, la phase α_2 , issue de la mise en ordre de la phase mère α , paraît peu ductile, alors que la phase γ de précipitation, majoritaire, semble assurer la déformation. C'est ce qui explique qu'il n'y ait essentiellement que le mécanisme de déformation de cette phase qui soit étudié, dans cette étude comme dans la littérature. Les modifications du mécanisme de déformation de la phase γ sont présentées dans une première partie.

Comme nous l'avons vu précédemment, la phase γ se rencontre non seulement sous la forme de

grains monophasés dans la structure bimodale, mais elle est également majoritaire dans la structure lamellaire caractéristique de cette catégorie d'alliages. Dans un grain lamellaire cependant, cette phase se présente sous la forme d'un nombre important de petits domaines de six orientations différentes. Chacun de ces domaines va se comporter, vis à vis d'une même sollicitation mécanique, de manière spécifique à son orientation. C'est donc le comportement de l'ensemble de ces domaines qui va déterminer le comportement plastique de la phase γ de la structure lamellaire. Dans une seconde partie, nous avons cherché à caractériser la déformation de la structure lamellaire en reliant les comportements individuels de chacun de ces six domaines. La structure lamellaire est en outre caractérisée par un grand nombre d'interfaces α_2/γ et γ/γ , qui, comme nous l'avons vu précédemment, peuvent jouer un rôle important dans le mécanisme de déformation de la structure lamellaire. De ce fait, dans cette seconde partie, une attention particulière sera également portée à la transmission de la déformation au travers des interfaces présentes dans une telle structure.

Ces deux études ont nécessité l'utilisation de matrices qui permettent de déterminer les coordonnées équivalentes d'une direction dans les différents domaines. Ces matrices de passages sont présentées au paragraphe A4.2 de l'annexe 4.

V.1.1.3.1 - Différentes dislocations de la phase γ

Avant d'aborder les mécanismes de déformation de la phase γ , il est nécessaire de présenter brièvement les dislocations responsables de la plasticité. La phase γ étant ordonnée sur un réseau quasi-cfc, les vecteurs de Burgers de certaines dislocations parfaites du réseau cfc ne correspondent pas à une dislocation unitaire du réseau ordonné, et leur propagation donne lieu à la création d'une paroi d'antiphase de déformation dans la structure ordonnée. Il est dès lors nécessaire d'introduire la notion de "superdislocation", correspondant à une translation du réseau ordonné.

Les plans de glissement généralement observés dans la phase γ sont les plans du type $\{111\}$. Dans ces plans, les vecteurs de Burgers des dislocations se classifient en trois catégories (figure 5.3) :

- (1) les dislocations simples ou ordinaires, du type $a/2\langle 110 \rangle$, dont le vecteur de Burgers n'est pas modifié par rapport au réseau cfc désordonné,
- (2) les superdislocations du type $a/2\langle 112 \rangle$, qui joignent les troisièmes voisins,
- (3) les superdislocations de vecteur de Burgers du type $a\langle 011 \rangle$, qui joignent les quatrièmes voisins.

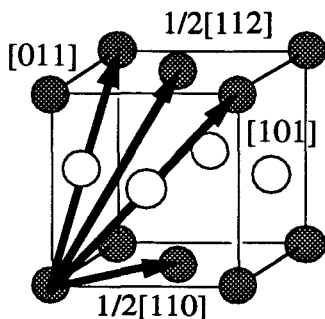


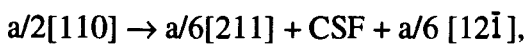
Figure 5.3 : Principaux vecteurs de Burgers sur les plan $\{111\}$ de la structure $L1_0$. On voit que les dislocations du type $1/2\langle 011 \rangle$, simples dans la structure cfc désordonnée, créent une faute d'ordre chimique dans la structure $L1_0$, puisqu'elles relient deux atomes de nature différente.

V.1.1.3.2 - Mécanismes de déformation de la phase γ : comparaison des états monophasés et biphasés

- Mécanismes de déformation dans les alliages γ monophasés

Les mécanismes de déformation du composé intermétallique TiAl ont été largement développés, tant sur le plan théorique qu'expérimental, et présenter l'ensemble des mécanismes proposés aurait été aussi fastidieux qu'inutile. Nous n'en offrons ici qu'une entrevue tout à fait succincte, nécessaire à la comparaison des mécanismes de déformation de la phase γ dans les alliages monophasés et biphasés à température ambiante.

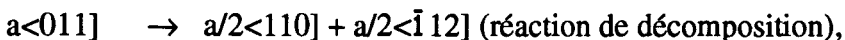
Les dislocations simples du type $a/2\langle 110 \rangle$ ne sont rencontrées qu'en faible quantité dans les alliages monophasés. Ces dislocations peuvent théoriquement se dissocier en deux partielles de Shockley suivant la réaction [Kawabata, Kanai et Izumi 1985] :



créant ainsi une faute d'empilement complexe (CSF), qui introduit à la fois une modification de l'emplacement des sites atomiques (faute d'empilement), et une modification du voisinage chimique des atomes situés au niveau de la faute. En pratique cependant, les limites de résolution de la technique du faisceau faible en MET n'ont pas permis de mettre en évidence ce type de dissociation.

Le maillage $\langle 112 \rangle\{111\}$ est reporté dans la littérature comme un mode de déformation apparaissant en faible quantité à basse température dans les alliages monophasés.

Les superdislocations $a\langle 011 \rangle$ et $a/2\langle 112 \rangle$ montrent des dissociations locales [Shechtman, Blackburn et Lipsitt 1974; Hug, Loiseau et Lasalmonie 1986] qui donnent lieu, à basse température, à la formation de dipôles fautés extrinsèques, suivant les réactions [Hug, Loiseau et Lasalmonie 1986] :

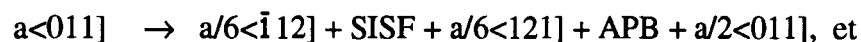


et $a/2\langle \bar{1}12 \rangle \rightarrow a/6\langle \bar{1}12 \rangle + \text{SESF} + 1/3\langle \bar{1}12 \rangle$ (réaction de dissociation), d'où:



créant une faute d'empilement simple extrinsèque (SESF).

A l'échelle du faisceau faible, les superdislocations du type $a\langle 011 \rangle$ peuvent également apparaître comme dissociées en trois partielles, et mettent en jeu la formation d'une faute d'empilement simple intrinsèque (SISF) et d'une paroi d'antiphase (APB), suivant la réaction [Hug, Loiseau et Veysière 1988] :



Les deux réactions (1) et (2) peuvent être observées sur une même dislocation.

- Mécanismes de déformation dans les alliages biphasés à base de TiAl

- Etude bibliographique

Les premières études concernant les mécanismes de déformation dans la catégorie des alliages biphasés ont été réalisées par l'équipe de Fraser [Vasudevan, Stucke, Court et Fraser 1989; Court, Löfvander, Stucke, Kurath et Fraser 1989] et l'équipe de Huang [Huang et Hall 1991a; Shih, Huang, Scarr, Jang, et Chesnutt 1991]. Ces auteurs ont montré que la déformation à température ambiante dans cette catégorie d'alliages se produit essentiellement par les dislocations du type $a/2\langle 110 \rangle$ non dissociées à caractère vis ou mixte (60°) et par un maclage suivant les plans $\{111\}$. Il est reporté que, comparativement aux alliages monophasés, peu de superdislocations sont observées. Plus récemment, l'équipe de Yamaguchi a confirmé la prépondérance du maclage et du glissement des dislocations simples devant le glissement des superdislocations [Inui, Nakamura, Oh et Yamaguchi 1992].

- Observations expérimentales

L'étude de la microstructure de déformation dans la structure lamellaire est rendue particulièrement difficile par la présence des interfaces lamellaires qui limitent considérablement le champ d'observation selon certaines orientations. Les observations succinctes réalisées sur un échantillon déformé de l'alliage $Ti_{52}Al_{48}$ à l'état brut d'élaboration montrent, en accord avec l'étude bibliographique précédente, une prédominance du maclage et du glissement des dislocations simples dans la structure lamellaire. La figure 5.4a en présente un bref aperçu. Dans une microstructure du type bimodale, les grains monophasés de phase γ semblent se déformer essentiellement par maclage (figure 5.4b) et, dans une densité moindre, par le glissement de dislocations simples. Il est important de noter que la phase α_2 présente peu de dislocations après 6% de déformation en compression (figure 5.5).

Dans la structure lamellaire, il est particulièrement intéressant de signaler que lorsqu'un des domaines présente comme mode de déformation majoritaire le glissement des dislocations du type $a/2\langle 110 \rangle$ dans des plans $\{111\}$ (figure 5.6a), le domaine d'ordre voisin montre le développement de deux systèmes de macles comme principal mode de déformation (figure 5.6b). Des superdislocations peuvent également être mises en évidence dans la plupart des domaines, mais restent en petite quantité (figure 5.7). En outre, nous n'avons pas observé de formation de dipôles fautés.

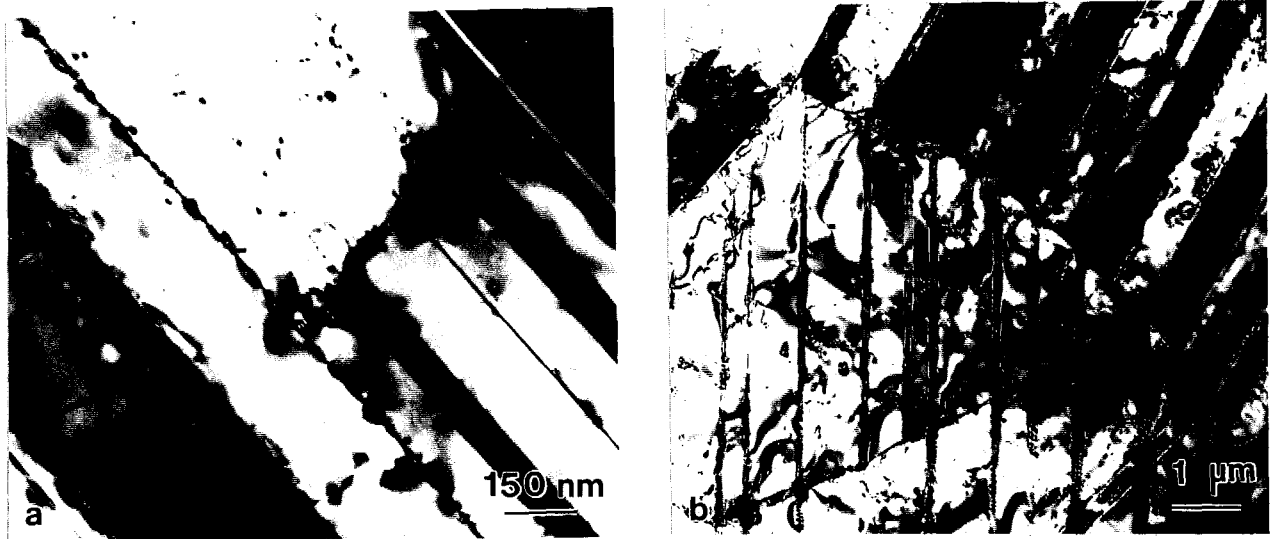


Figure 5.4 : Observation de la microstructure de déformation des alliages biphasés à température ambiante (après 3% de déformation), (a) dans la structure lamellaire, (b) dans les grains monophasés γ de la structure bimodale.

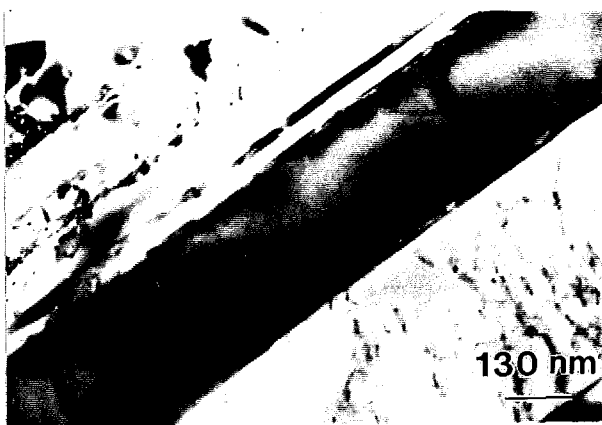


Figure 5.5 : Etat de déformation d'une lamelle α_2 après 6% de déformation à température ambiante.



Figure 5.6 : Observation des modes de déformation activés dans les différents domaines γ de la structure lamellaire, (a) le domaine de référence présente essentiellement des dislocations simples $a/2\langle 110 \rangle$, (b) le domaine d'ordre voisin présente deux systèmes de macles simultanés.

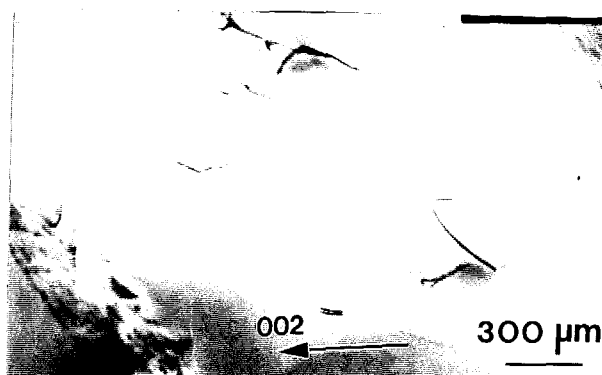


Figure 5.7 : Etude de la densité de superdislocations, $g = 002$.

V.1.1.3.2 - Comportement de la structure lamellaire face à une sollicitation mécanique

Les observations expérimentales nous ont confirmé le fait que chaque domaine γ d'un grain lamellaire se comporte de manière indépendante vis à vis d'une même sollicitation mécanique. Dès lors, comme nous l'avons précédemment exposé, le comportement plastique de la structure lamellaire sera donc en grande partie déterminé par l'ensemble des comportements plastiques de chacun des domaines γ . La structure lamellaire comprend également un grand nombre d'interfaces α_2/γ et γ/γ qui vont participer à la déformation. Ces deux points nous ont paru essentiels à détailler de manière à comprendre le comportement plastique global de la structure lamellaire.

- Activation des différents systèmes de glissement dans les domaines γ

Afin de vérifier de manière qualitative les observations expérimentales, nous avons voulu répondre à la question suivante par une approche plus théorique : si un domaine est orienté de manière à ce qu'un système de glissement particulier soit activé, quels vont être les systèmes de glissement activés dans les autres domaines γ du même grain lamellaire ? Dans ce but, nous avons choisi d'utiliser la loi de Schmid. Bien entendu, cette loi n'est rigoureusement applicable qu'aux monocristaux. Nos alliages sont polycristallins, et la phase γ de chaque grain est fractionnée en un nombre important de domaines. En outre, la loi de Schmid n'est valable que lorsqu'il n'y a pas d'influence du coeur de dislocation. Enfin, l'applicabilité d'une telle loi n'est pas garantie pour le cas du maillage. Cependant, en première approximation, nous avons considéré cette loi comme valable pour la phase γ de la structure lamellaire.

Pour évaluer les systèmes pouvant être activés dans les différents domaines sous une même sollicitation, nous avons calculé les facteurs de Schmid pour les différents systèmes de glissements, dans les divers domaines, lorsque le domaine de référence est orienté de manière à ce qu'un de ses systèmes de glissement possède un facteur de Schmid maximum. Nous avons ensuite sélectionné les facteurs de Schmid supérieurs à ou de l'ordre de 0,4, une valeur aléatoire qui se justifie par un souci de simplicité. Les résultats issus de cette sélection sont présentés au paragraphe A4.3 de l'annexe 4. Nous ne rapportons ici que les principales observations issues de ces calculs.

Notons que le maillage, qui met en jeu le glissement de dislocations partielles du type $a/6\langle 112 \rangle$ sur les plans $\{111\}$, et le glissement des superdislocations $a/2\langle 112 \rangle$ sur ces mêmes plans possèdent un facteur de Schmid identique. Dans ce qui suit, nous discuterons donc des valeurs obtenues pour les systèmes de glissement du type $\langle 112 \rangle\{111\}$ en considérant de manière très schématique le glissement de dislocations du type $a/x\langle 112 \rangle$, x étant égal à 2 ou 6.

Il est rare que le glissement des superdislocations $a\langle 101 \rangle$ se présente comme l'unique système présentant un facteur de Schmid important sur un plan déterminé. Dans tous les cas, nous voyons que le glissement de ces superdislocations présente un facteur de Schmid important simultanément aux dislocations $a/x\langle 112 \rangle$, situées dans le même plan de glissement. Dans certains cas particuliers, on remarque en outre un facteur de Schmid important, sur le même plan de glissement, pour les dislocations simples et des superdislocations $a\langle 101 \rangle$.

Nous voyons que lorsque le glissement des dislocations simples est activé dans un domaine, le maillage ou le glissement des superdislocations $a/2\langle 112 \rangle$ ou $a\langle 101 \rangle$ est activé principalement dans

les domaines en relation de domaine d'ordre ou de pseudo-macle et vice-versa, alors que le domaine en relation de macle présente généralement, sauf dans certains cas particuliers ($\langle 1\bar{1}2 \rangle (\bar{1}11)$ et $\langle 0\bar{1}1 \rangle (\bar{1}11)$) le même mode de déformation que le domaine de référence.

Ces résultats permettent d'appréhender de façon approximative la déformation de la phase γ dans la structure lamellaire. Conformément à nos observations expérimentales, lorsque le glissement des dislocations simples est activé dans un domaine de référence, le maclage est favorisé dans les domaines en relation de domaine d'ordre et de pseudo-macle. Les résultats issus du calcul des facteurs de Schmid ne permettent cependant pas de déterminer de manière définitive les systèmes de glissement mis en jeu dans chaque domaine. Pour qu'un système de glissement soit activé, il est en effet nécessaire que la dislocation subisse, dans son plan de glissement, une contrainte supérieure à la contrainte critique de cisaillement résolue $\tau_0 = F/S_0 \cdot \phi$, dont la valeur, si l'on considère la loi de Schmid applicable, garde une valeur constante quelque soit l'orientation de l'axe de sollicitation par rapport au réseau cristallin.

A ce niveau, le travail de Yamaguchi et ses collaborateurs sur des échantillons monograins de structure lamellaire (appelés par les auteurs "polysynthetically twinned cristal" ou PST) s'avère particulièrement riche d'informations puisqu'il permet de connaître et de faire varier l'orientation des lamelles par rapport à l'axe de sollicitation mécanique. Les principaux résultats de cette étude indiquent que les mécanismes de déformation de la phase γ de la structure lamellaire se traduisent par une forte contribution du maclage dans certains domaines, et par le glissement de dislocations simples dans les autres [Inui, Nakamura, Oh et Yamaguchi 1992], conformément à notre observation. Cependant, les contraintes critiques résolues initialement déterminées par ces auteurs [Fujiwara, Nakamura, Hosomi, Nishitani, Shirai et Yamaguchi 1990] ne prennent pas en compte l'existence des relations de pseudo-macle et de domaine d'ordre. Il s'avère en effet que la détermination des contraintes critiques résolues à partir de la structure lamellaire est particulièrement difficile, puisque différents systèmes de glissement sont simultanément mis en action dans les différents domaines. Les résultats issus de cette étude ne permettent qu'une évaluation des contraintes critiques résolues de la façon suivante :

$$\tau_{0a/6\langle 112 \rangle \{111\}} \leq \tau_{0a/2\langle 110 \rangle \{111\}} < \tau_{0a\langle 101 \rangle \{111\}}$$

Ces résultats sont quelque peu contradictoires avec les résultats issus d'autres études. Kawabata, Kanai et Izumi [1985] ont reporté en effet des valeurs de contraintes critiques résolues équivalentes (≈ 85 MPa) pour les systèmes de glissement qui mettent en jeu les dislocations simples $a/2\langle 110 \rangle$ et les superdislocations $a\langle 101 \rangle$ dans les alliages monophasés γ . En outre, une étude indirecte s'appuyant sur l'analyse de la texture à 450°C semble indiquer une valeur de contrainte critique résolue des superdislocations $a\langle 101 \rangle$ inférieure à celle des dislocations simples [Hartig, Fang, Mecking et Dahms 1992]. Les résultats de cette seconde étude sont cependant à considérer avec scepticisme car, comme nous le verrons, la température de 450°C est une température particulière pour la gamme des alliages biphasés. Notons en outre que les résultats de l'équipe de Yamaguchi sont les seuls à prendre en compte le maclage.

Les calculs concernant les facteurs de Schmid des différents systèmes de glissement mettent en évidence l'existence d'une certaine compétition entre le glissement des superdislocations $a\langle 101 \rangle$ et $a/2\langle 112 \rangle$ et le maclage d'une part, et le glissement des superdislocations $a\langle 101 \rangle$ et le glissement

des dislocations simples d'autre part. Seule la classification des valeurs de contraintes critiques résolues telle qu'elle a été approchée par l'équipe de Yamaguchi permettent d'expliquer la prépondérance du maillage et du glissement des dislocations simples devant le glissement des superdislocations tel que nous l'avons expérimentalement observé.

- Transmission de la déformation aux interfaces

La plasticité de la structure lamellaire nécessite le transfert de la déformation au travers des interfaces α_2/γ et γ/γ . Selon l'orientation, la déformation se fait parallèlement ou perpendiculairement aux interfaces lamellaires [Fujiwara, Nakamura, Hosomi, Nishitani, Shirai, et Yamaguchi 1990, Inui, Oh, Nakamura et Yamaguchi 1992]. Dans le premier cas, la transmission de la déformation se fait uniquement entre les domaines d'ordre appartenant à la même lamelle. Dans le second cas, la déformation doit se transmettre au travers des interfaces lamellaires du type α_2/γ et γ/γ . Nous n'avons pas étudié expérimentalement le franchissement de l'ensemble de ces parois. Aussi, nous nous contenterons de faire une synthèse des diverses observations que fournit la littérature et d'utiliser les résultats de nos rares observations, de manière à mettre en évidence le comportement de ces parois dans la déformation plastique de cette catégorie d'alliages.

La propagation des dislocations responsables de la déformation au travers des parois de macle d'ordre a beaucoup été étudiée dans les alliages CuAu de structure $L1_0$. Nous n'entrerons pas ici dans le détail des mécanismes de réorganisation des dislocations au niveau des parois de domaines d'ordre observés dans ces alliages, et qui peuvent être applicables au cas des domaines γ de la structure lamellaire en relation de domaine d'ordre. Pour de plus amples informations, le lecteur pourra se référer à la revue réalisée par Vanderschaeve [1984] et à l'étude de Greenberg et ses collaborateurs [Adrianovskii, Greenberg, Syutkina, Shashkov, Yakovleva 1971]. Rappelons cependant que les parois entre domaines d'ordre dans les alliages CuAu constituent généralement des parois de macle d'ordre et sont parfaitement cohérentes (voir Annexe 1). Dans la structure lamellaire des alliages biphasés à base de TiAl, ces interfaces ne présentent pas d'orientation particulière et sont caractérisées par une distribution de dislocations destinées à accommoder le désaccord de réseaux entre les deux domaines. Ces dislocations d'interfaces vont probablement agir sur la transmission de la déformation au travers des parois de domaines d'ordre, en participant soit directement à la déformation des domaines, soit à la recombinaison des dislocations de chaque domaine au niveau des interfaces.

Les études concernant la transmission de la déformation au travers des parois de macle ou de pseudo-macle sont généralement limitées à l'observation post-mortem de la transmission du maillage. Les premières études indiquent que le maillage ne se transfère que rarement d'une lamelle γ à l'autre [Shih, Huang, Scarr, Jang, Chesnutt 1991]. Sa faculté à traverser les interfaces semble extrêmement localisée. Cependant, la différenciation des interfaces de macle ou de pseudo-macle est rarement prise en compte dans ces travaux. Appel, Beaven et Wagner [1993] ont récemment montré que, de ces deux types d'interfaces, les parois de macle offrent probablement le moins de résistance. La propagation du maillage au travers de ces parois se fait en zig-zag, probablement de manière conforme au mécanisme proposé par Fleischer pour les métaux cfc [Fleischer 1959]. La propagation de la déformation au travers de parois de pseudo-macle est probablement plus

complexe, car les modes de déformation mis en jeu dans les deux domaines sont différents.

De l'ensemble des interfaces lamellaires, les interfaces α_2/γ constituent probablement les barrières les plus efficaces à la propagation de la déformation, car les systèmes de glissement sont limités dans la phase α_2 , et la contrainte critique résolue de ses systèmes de glissement est probablement plus élevée que celle des systèmes de glissement de la phase γ . La littérature indique que les dislocations du type $a/2\langle 110 \rangle$ peuvent dévier sur un plan prismatique du type $\{1\bar{1}00\}$ dans la phase α_2 et être directement transférées dans une superpartielle du type $a/2$ ou créer une dislocation du type a dans les plans prismatiques, ou $c+a/2$ dans les plans pyramidaux $\{\bar{2}111\}$, [Zhao et Tangri 1992; Zhang, Tichelaar et Schapink 1993; Zhang, Tichelaar, Schapink et Chaturvedi 1993]. Quant aux macles, elles sont généralement bloquées au niveau des interfaces α_2/γ . Ces blocages vont donner lieu à des concentrations de contraintes locales [Appel, Beaven et Wagner 1993], qui vont provoquer la formation de microfissures.

Les parois de macle sont généralement cohérentes. Cependant, la structure cristalline de la phase γ donne lieu à la formation de contraintes de compression et de traction au niveau des interfaces γ/γ de domaines d'ordre, de pseudo-macle ou des interfaces α_2/γ . Ces contraintes vont être relâchées par l'intermédiaire d'une distribution périodique de dislocations au niveau de l'interface, dont la caractérisation constitue actuellement le sujet de nombreuses publications [Court, Löfvander, Stucke 1989, Inui, Oh, Nakamura et Yamaguchi 1992, Mahon et Howe 1990, Zhao et Tangri 1991, 1992, Kad et Hazzledine 1992]. Comme nous l'avons annoncé pour le cas particulier des parois de domaine d'ordre, ces interfaces lamellaires peuvent servir de puits ou de sources de dislocations. Appel, Beaven et Wagner [1993] ont notamment montré que les interfaces α_2/γ et les interfaces γ/γ de pseudo-macle servent de source de maclage et de dislocations. Dès lors, le transfert de la déformation au travers des parois de macle ou de pseudo-macle va être considérablement affecté par les dislocations présentes aux interfaces.

L'ensemble de ces résultats montre que chacune des interfaces présentes dans la structure lamellaire va influencer sur le transfert de la déformation en fonction de sa structure. Pour appréhender le rôle exact de chacune de ces interfaces dans le comportement plastique de la structure lamellaire, il est nécessaire de considérer leurs caractéristiques à l'échelle atomique. Ce point n'a pas été développé dans la présente étude. Cependant, dans le cas d'un développement futur, la présence d'interfaces mixtes, mises en évidence au chapitre IV (cf § IV.1.5.3), doit être prise en considération.

V.1.1.4 - Paramètres de maille

Bien entendu, il existe d'autres facteurs susceptibles d'influer sur la ductilité. Citons notamment l'influence des paramètres de maille a et c ainsi que du rapport c/a [Kawabata, Tamura et Izumi 1989]. L'énergie d'une dislocation étant proportionnelle au carré de la longueur de son vecteur de Burgers, les valeurs des paramètres a et c vont influencer sur le type des dislocations responsables de la déformation. En outre, une réduction du volume élémentaire durcit les liaisons chimique et améliore la ductilité. Ces considérations de nature chimique constituent notamment la raison pour laquelle l'étude de l'influence d'un élément d'addition débute généralement par une étude de la variation des paramètres avec l'élément considéré.

Le rapport c/a peut également présenter une influence notable sur les mécanismes de déformation car l'énergie de faute d'empilement augmente avec ce rapport [Hall et Huang 1989]. Le rapport c/a augmente de 1,01 à 1,02 entre 48 et 52% d'aluminium. Ceci peut influencer sur l'activation du maclage, et expliquer l'augmentation de sa densité dans les alliages biphasés. Rappelons toutefois que même un rapport c/a égal à 1 ne peut donner lieu à une déformation isotrope dans la phase γ , simplement du fait du caractère ordonné anisotrope de la structure $L1_0$.

En outre, il ne faut pas oublier que, si la concentration nominale de l'alliage en aluminium diminue, la concentration de cet élément dans la phase γ reste généralement supérieure à 50%, surtout lorsque l'échantillon a subi un traitement thermique dans le haut du domaine $\alpha+\gamma$. La concentration en aluminium varie probablement peu entre la phase γ des alliages binaires monophasés et biphasés. Il est donc difficile d'expliquer une modification des mécanismes de déformation par une modification notable des paramètres de maille dans les alliages binaires.

V.1.1.5 - Discussion et conclusion

Dans un souci de synthèse, nous avons présenté de manière indépendante les principaux facteurs proposés pour expliquer l'obtention d'une ductilité macroscopique dans la catégorie des alliages biphasés à base de TiAl. Ces facteurs sont cependant en étroite corrélation. La concentration d'éléments interstitiels dans la phase γ influe sur les mécanismes de déformation. En outre, les nombreuses interfaces de la structure lamellaire vont, comme nous l'avons vu, servir de sources et de puits aux dislocations participant à la déformation. Enfin, les paramètres de maille peuvent influencer sur le type des dislocations responsables de la déformation.

La purification de la phase γ par la phase α_2 aurait constitué une explication séduisante de la modification du mécanisme de déformation de la phase γ entre l'état monophasé et l'état biphasé. Nous avons montré cependant que la concentration en oxygène de la phase γ ne semble pas modifiée par la présence de la seconde phase α_2 et reste égale au maximum de solubilité (≈ 250 ppm). Il serait intéressant à cet effet d'étudier le comportement plastique d'alliages biphasés ultra-purs dans lesquels la concentration d'oxygène est inférieure à 250 ppm atomiques ce qui équivaut à 80 ppm en poids. Une répartition plus homogène de l'oxygène dans la catégorie des alliages biphasés, introduite par l'intermédiaire d'une distribution uniforme de la phase α_2 dans la structure lamellaire, semble constituer une meilleure explication pour la ductilité macroscopique observée dans cette catégorie d'alliages.

Les nombreuses interfaces présentes dans la structure lamellaire jouent un rôle important sur le comportement plastique de cette catégorie de matériau. En premier lieu, ces interfaces peuvent servir de source de dislocations. En second lieu, la structure propre à chacune des interfaces (macle, pseudo-macle, domaine d'ordre, caractère mixte) va influencer sur le transfert de la déformation entre les différents domaines γ . C'est probablement la raison pour laquelle les études se tournent désormais vers la caractérisation de ces interfaces et leur comportement sous déformation. Une étude approfondie incluant des observations in situ du transfert de la déformation au travers de ces différentes interfaces serait particulièrement intéressante pour la compréhension du comportement de la structure lamellaire sous sollicitation mécanique.

V.1.2 - Variations de la ductilité

Ce paragraphe traite des résultats des essais de traction à température ambiante effectués sur différentes microstructures des six compositions initialement déterminées pour cette étude. Les résultats de ces essais sont présentés au paragraphe A4.4 de l'annexe 4. Dans les paragraphes suivants, nous allons discuter séparément de l'influence des facteurs propres au matériau tels que la composition ou la microstructure, et des facteurs externes tels que l'état de surface de l'éprouvette ou sa forme.

V.1.2.1 - Influence de la composition et de la microstructure

Les résultats des essais de traction effectués sur les différentes compositions avec différentes microstructures sont regroupés pour chaque alliage dans les tableaux A4.1 à A4.6 de l'annexe 4.

Notons en premier lieu que, de l'ensemble de ces résultats, les valeurs de ductilité n'excèdent pas 0,9%. De plus, les plus grandes valeurs de ductilité obtenues ne sont en général pas reproductibles. Le problème de la reproductibilité des résultats sera discuté au paragraphe V.1.4. Etant donné les faibles valeurs d'allongement obtenues, la comparaison des alliages ou des microstructures sur le plan de la ductilité ne peut être rigoureuse et n'est réalisée qu'à titre indicatif.

Précisons que la rupture de ces matériaux se produit sans striction, généralement une fois la limite élastique dépassée. Les ruptures prématurées observées sur quelques éprouvettes proviennent sans doute de défauts internes, au même titre que les éprouvettes ayant cassé lors de l'usinage.

Notons enfin que le module d'élasticité varie peu avec la composition et le traitement. Sa valeur moyenne est de 150 GPa. Le niveau de contrainte à rupture est de l'ordre de 450 MPa. Ces résultats montrent un bon accord avec les valeurs données dans la bibliographie [Kim 1989, Huang et Shih 1990, Kim et Dimiduk 1991].

- Influence de la composition

Les alliages plus riches en aluminium tendent à montrer une rupture plus tardive, en particulier l'alliage binaire $Ti_{52}Al_{48}$ de grande pureté et l'alliage ternaire $Ti_{51}Al_{47}Cr_2$. Un exemple est montré à la figure 5.8 sur les éprouvettes stabilisées. Dans le cas de l'alliage ternaire, les allongements à rupture plus importants sont probablement dûs à l'addition de chrome. D'après l'étude bibliographique, une addition de chrome de l'ordre de 2% atomiques améliore la ductilité de 2 à 2,8% [Huang et Hall 1991b]. Cependant, toujours d'après la bibliographie, l'influence de l'addition de chrome et de niobium devrait agir de manière aussi avantageuse sur la ductilité que la simple addition de chrome [Huang 1989], ce qui n'est pas observé dans le cas présent.

L'influence de la pureté sur la ductilité peut être appréhendée en considérant les tableaux A5.2 et A5.3 de l'annexe 5. L'alliage de grande pureté ne montre pas d'amélioration notable de la ductilité mais présente une meilleure reproductibilité des résultats. Rappelons que la concentration nominale en oxygène de l'alliage de grande pureté (≈ 1200 ppm atomiques) est supérieure à la limite de

solubilité maximum de la phase γ (≈ 250 ppm atomiques). Dès lors, la phase γ va posséder une concentration en oxygène identique, que l'alliage soit de grande pureté ou de pureté courante. Il est donc peu probable que ces deux alliages présentent des valeurs ductilités très différentes.

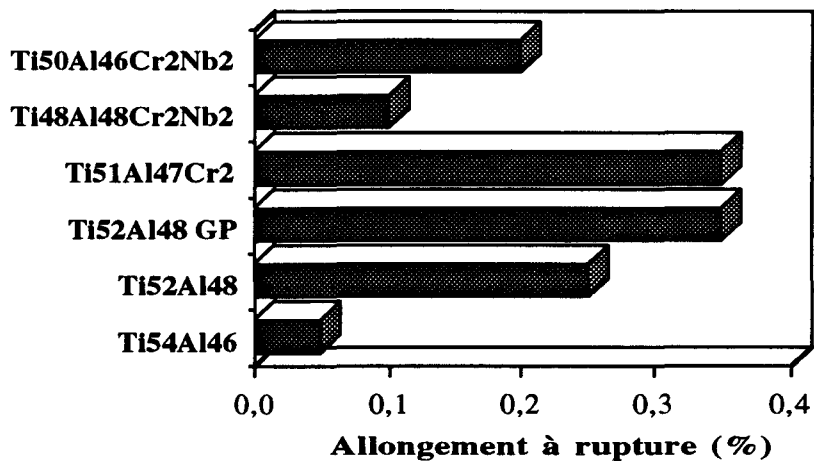


Figure 5.8 : Influence de la composition sur la ductilité. Les états de référence utilisés pour ce diagramme sont les états bruts d'élaboration.

- Influence de la microstructure

La comparaison des allongements à rupture est rendue particulièrement difficile par le fait que plusieurs des états traités présentent une ductilité inférieure à 0,1%. On peut cependant remarquer une légère amélioration de la ductilité des éprouvettes traitées dans les domaines $\alpha_2+\gamma$ et $\alpha+\gamma$, comme le montrent les figures 5.9 a et b.

La structure massive ne montre aucune amélioration de la ductilité. En outre, le forgeage et le PIC influent peu sur les caractéristiques mécaniques. La faible influence du PIC peut traduire le fait que les microporosités, de faible taille dans les alliages élaborés à l'ONERA ($\approx 2\mu\text{m}$), influent peu sur la rupture du matériau. Il est cependant assez étonnant que le forgeage ne provoque aucune amélioration de la ductilité. En effet, bien que l'influence d'un forgeage n'ait été clairement présentée dans la littérature, les ductilités les plus importantes qui y sont présentées proviennent généralement d'états forgés.

- Conclusion

La détermination de l'influence de la composition et de la microstructure sur la ductilité à température ambiante est rendue difficile par la disparité des résultats obtenus pour un même état et par des valeurs de ductilité constamment inférieures à 1%. Le problème de la reproductibilité des résultats sera traité au § V.1.4. Nous ne pouvons en outre que remarquer les faibles valeurs de ductilité obtenues dans la présente étude, comparativement aux résultats disponibles dans la littérature. Notons que plusieurs des résultats de ductilité fournis par la littérature sont issus d'essais de flexion. Ce type d'essais a tendance à favoriser la ductilité. En outre, la méthode de préparation des éprouvettes de traction y est rarement relatée. Il nous a donc semblé que des facteurs externes

au matériau, tels que l'état de surface des éprouvettes ou leur forme, pouvaient avoir des influences considérables sur la rupture de ce matériau fragile, et par conséquent sur la ductilité macroscopique. C'est pourquoi nous nous sommes attachés à l'étude de l'influence de tels facteurs. Ces résultats sont présentés dans le paragraphe suivant.

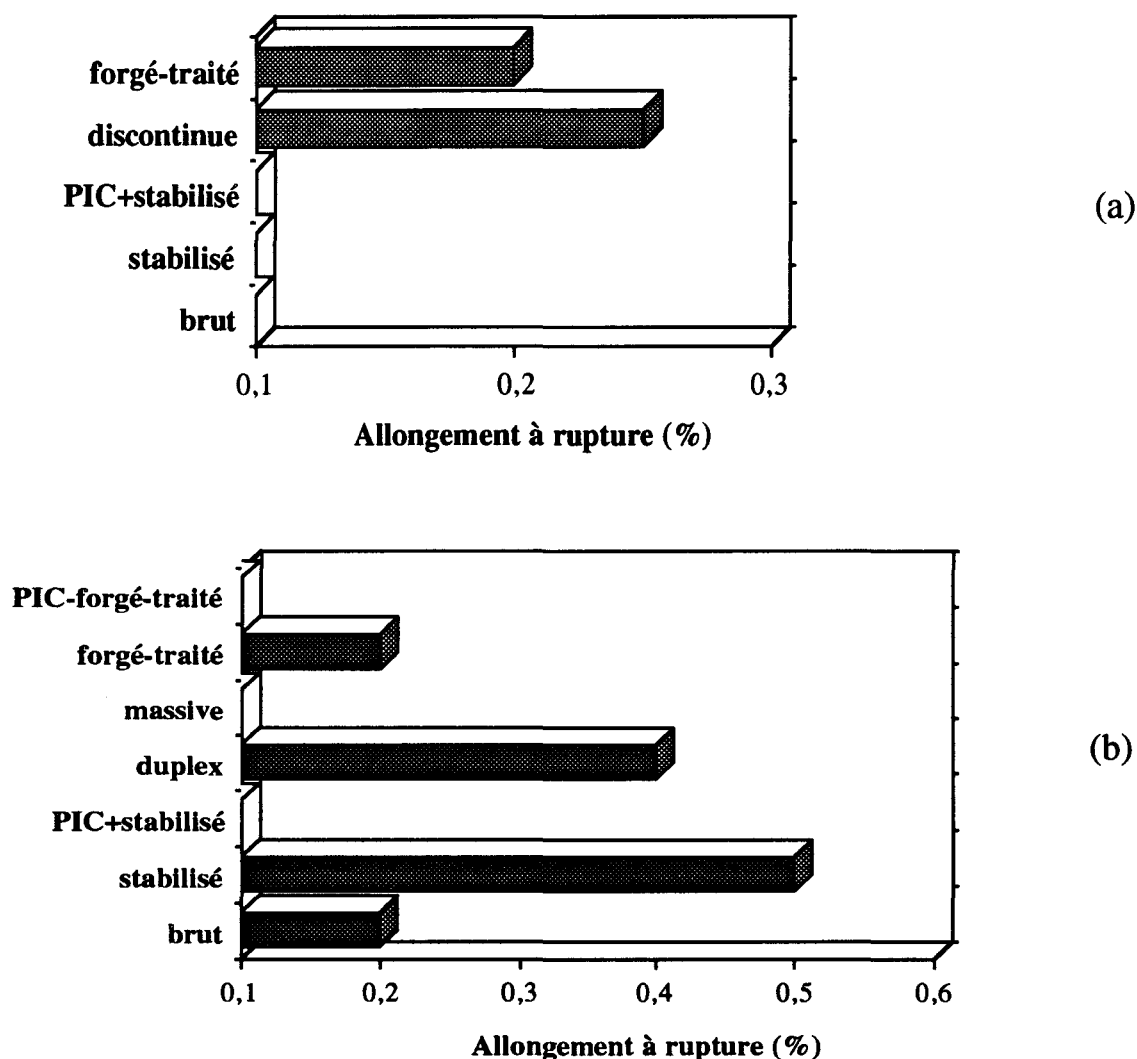


Figure 5.9 : Influence de la microstructure sur l'allongement à rupture, (a) cas de l'alliage Ti₅₄Al₄₆, (b) cas de l'alliage Ti₅₂Al₄₈. Les traitements thermiques et thermomécaniques relatifs à l'obtention de ces microstructures sont présentés au § A4.1.

V.1.2.2 - Influence des paramètres externes au matériau

Plusieurs paramètres externes peuvent influencer sur la ductilité macroscopique des alliages biphasés à base de TiAl. Lors des essais présentés précédemment, nous avons veillé à ce que toutes les éprouvettes aient subi une même méthode de préparation (usinage par électroérosion puis polissage mécanique jusqu'au grade 4000). Avec l'idée d'une caractérisation industrielle future, nous avons utilisé une méthode relativement facile à mettre en œuvre sans chercher à favoriser nos résultats en diminuant les risques de fragilisation externes au matériau. Etant donné les faibles valeurs de

ductilité obtenues par cette méthode, il devient désormais nécessaire de cerner ces facteurs externes de fragilisation. Trois de ces facteurs ont été étudiés de manière plus approfondie. Il s'agit de l'influence de l'état de surface des éprouvettes, de leur forme et de l'environnement.

- Influence de l'état de surface des éprouvettes

Les matériaux fragiles présentent généralement une sensibilité importante à l'état de surface. Il est donc concevable que la ductilité des alliages biphasés à base de TiAl soit fortement influencée par la méthode de préparation des éprouvettes. Afin de vérifier cette hypothèse, l'influence de l'état de surface a été étudié sur des éprouvettes plates. Ces éprouvettes ont été réalisées :

- (1) par électroérosion puis rectification sur les faces principales,
- (2) par simple rectification,
- (3) par rectification puis polissage de la surface principale des éprouvettes au grade 1200 puis 4000,
- (4) par rectification, puis polissage électrolytique avec ou sans polissage mécanique préalable.

Ces différents traitements donnent lieu à des états de surface très différents. La surface brute de rectification présente de nombreuses stries (figure 5.10a) qui peuvent jouer un rôle d'amorçage de rupture, ou provoquer la formation de contraintes au niveau de la surface. Après un polissage au grade 4000 (figure 5.10b), nous voyons que l'état de surface est beaucoup plus régulier, bien que présentant quelques rayures de polissage. Enfin, le polissage électrolytique présente une surface parfaitement polie (figure 5.10c). Notons que seul le polissage électrolytique permet d'obtenir un état de surface parfait des faces latérales de ces éprouvettes.

Lors de ces essais, nous avons en outre évité tout effet de concentration de contraintes due à la présence des couteaux de l'extensomètre en utilisant un extensomètre dont les couteaux reposent sur les têtes des éprouvettes. Les résultats sont présentés ici pour un alliage unique (figure 5.11). Ces résultats mettent en évidence l'influence bénéfique du polissage électrolytique sur la ductilité. L'amélioration de la ductilité par le biais du polissage électrolytique peut être observé sur d'autres compositions et états microstructuraux comme l'indiquent les tableaux A4.8 et A4.9 de l'annexe 4. L'état de surface des éprouvettes de traction joue donc un rôle important dans le niveau de ductilité macroscopique atteint lors de l'essai. En revanche, la nécessité d'une surface parfaitement polie pour dépasser le pour cent de ductilité n'est pas favorable à l'utilisation industrielle de ces matériaux.

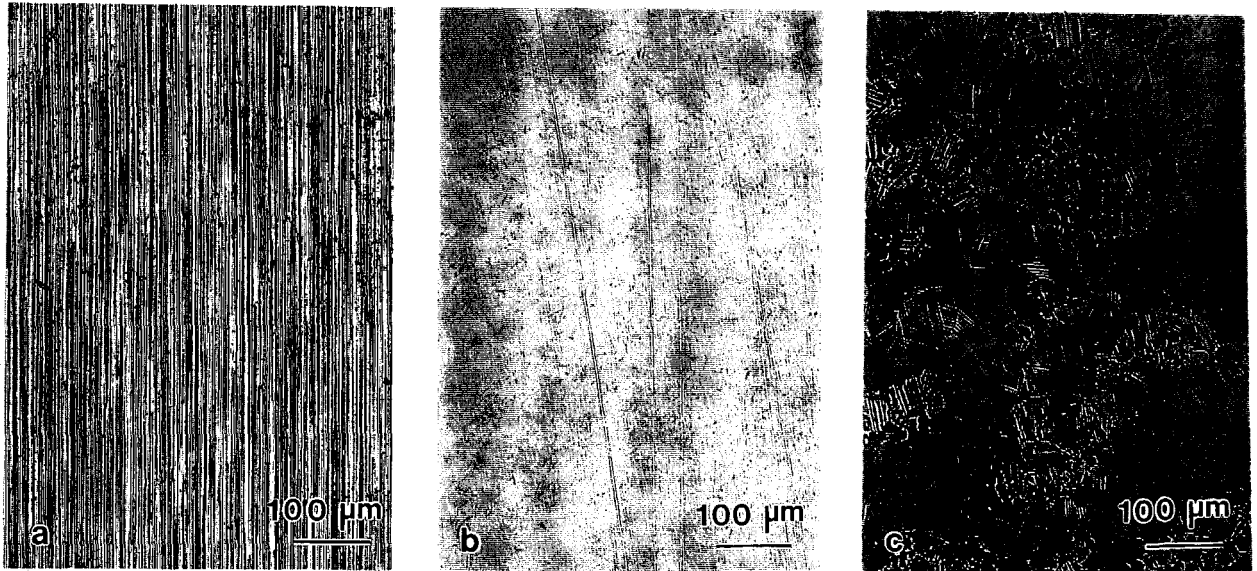


Figure 5.10 : Influence de l'état de surface des éprouvettes de traction, (a) brute de rectification, (b) après polissage mécanique jusqu'au grade 4000, (c) après polissage électrolytique.

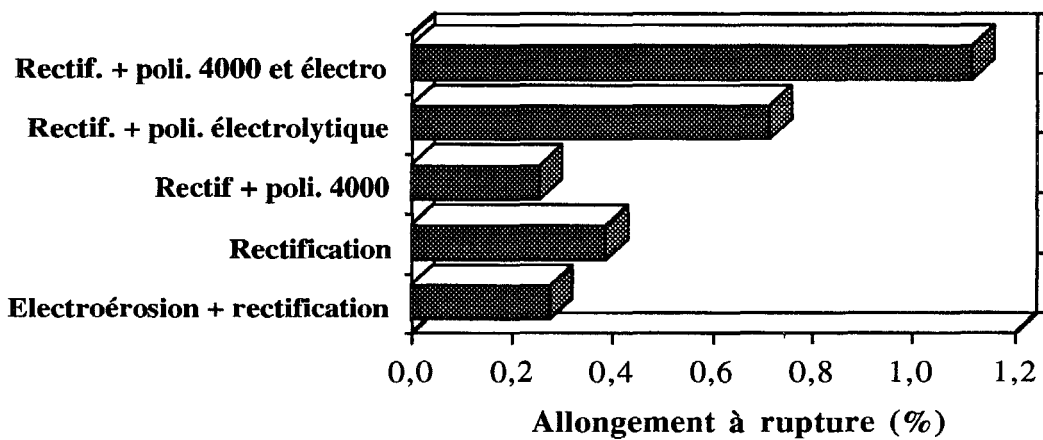


Figure 5.11 : Influence de l'état de surface des éprouvettes plates sur l'allongement à rupture .

- Influence de la forme de l'éprouvette

L'état de surface des éprouvettes n'est pas le seul facteur externe susceptible d'affecter la ductilité du matériau. La répartition de contraintes dans le matériau dépend de la forme de l'éprouvette utilisée lors de l'essai. Lors de l'étude précédente, nous nous sommes limités à l'utilisation des éprouvettes plates, dans un souci d'économie de matière et pour un usinage plus facile. Des éprouvettes cylindriques, de symétrie de révolution, peuvent présenter une meilleure ductilité que les éprouvettes plates. C'est ce que nous avons voulu vérifier. Notons cependant que les éprouvettes cylindriques sont particulièrement délicates à usiner, et sur deux éprouvettes initialement prévues, une seule a pu être tractionnée. La comparaison entre une éprouvette plate et l'éprouvette cylindrique est présentée au tableau A4.11 de l'annexe 4. L'éprouvette cylindrique

présente une ductilité de 0,73% alors que les éprouvettes plates ne présentent qu'une ductilité inférieure à 0,1%. Etant donné le manque de reproductibilité observé lors de nos essais, il est difficile de juger de l'influence de la forme de l'éprouvette sur la ductilité. Cependant, celle-ci ne semble pas affecter de façon exceptionnelle la ductilité. D'autant plus que, contrairement à l'éprouvette plate, l'éprouvette cylindrique a été polie électrolytiquement avant l'essai.

- Influence de l'environnement

Une étude récente effectuée par l'équipe de Yamaguchi [Oh, Inui, Misaki et Yamaguchi 1993] sur des éprouvettes de traction monograin de structure lamellaire (PST) a mis en évidence l'influence notable de l'environnement à température ambiante. Sur ces échantillons, la ductilité obtenue après un essai sous vide est considérablement améliorée par rapport à celle obtenue lors des essais sous air, ou dans un gaz chargé en hydrogène. Les auteurs supposent que le processus de diffusion, accéléré sous contrainte, contribue à la fragilisation de l'alliage. Ce phénomène semble fréquemment observé dans les composés intermétalliques, tels que FeAl, Fe₃Al, Fe₃V... . Le composé Ti₃Al lui-même est susceptible de fragilisation par l'hydrogène par l'intermédiaire de formation d'hydrures. Bien que n'ayant pas observé d'hydrures, les auteurs supposent que l'hydrogène peut abaisser la résistance des liaisons entre atomes, favorisant les décohésions entre les différents domaines présents au sein de la structure lamellaire.

Nous avons procédé à des essais sous vide sur un échantillon polycristallin de structure bimodale. Cependant, comme l'indique le tableau A5.11 de l'annexe 5, les résultats sont identiques pour les éprouvettes tractionnées sous air et sous vide. Conformément aux résultats présentés par Chan et Kim [1992], l'environnement semble avoir peu d'influence sur le comportement en traction des échantillons polycristallins.

V.1.3 - Etude fractographique

La ductilité est reliée d'une part aux mécanismes responsables de la déformation, et d'autre part, à la facilité de formation et de propagation de fissures dans le matériau. La rupture des éprouvettes survenant de manière brutale une fois la limite élastique microscopique dépassée, l'observation des faciès des éprouvettes de traction permet en principe d'appréhender les modes de rupture.

A faible grandissement, les surfaces de rupture des éprouvettes de traction présentent généralement un aspect plat, qui traduit un mode de rupture particulièrement fragile. Les surfaces de rupture des éprouvettes de structure lamellaire et bimodale ont été observées à plus fort grandissement au microscope électronique à balayage.

La structure lamellaire en particulier présente une rupture à la fois trans et intergranulaire (figure 5.12a). En ce qui concerne les ruptures intragranulaires, on peut remarquer des décohésions entre deux lamelles (figure 5.12b), des fractures intralamellaires, et la présence de surfaces planes caractéristiques du clivage dans certaines lamelles, probablement de phase γ .

Dans la structure bimodale, les grains γ monophasés montrent généralement un faciès caractéristique du clivage, tel qu'il est présenté à la figure 5.12c. De plus, des décohésions entre un

grain γ monophasé et un grain lamellaire sont fréquemment observées, et traduisent l'existence d'une rupture intergranulaire.

Enfin, sur toutes les surfaces de rupture examinées, on remarque une quantité assez importante de microporosités d'une taille proche de $2\ \mu\text{m}$ (figure 5.12d). Ces microporosités sont présentes même après le PIC ainsi qu'après le forgeage. La taille de ces microporosités est probablement trop faible pour influencer de manière conséquente sur la ductilité du matériau. Il est cependant important de signaler que chacun des lingot utilisés pour cette étude présente une localisation préférentielle de porosités de taille macroscopique. Le nombre important de telles porosités au centre du lingot de 50 kg réduit de $2/3$ le volume de matière utilisable. Même dans un lingotin de 200 g, on observe la localisation préférentielle de porosités au niveau de la retassure. Il s'agit donc d'être particulièrement vigilant sur l'endroit choisi pour le prélèvement des éprouvettes nécessaires aux essais mécaniques.

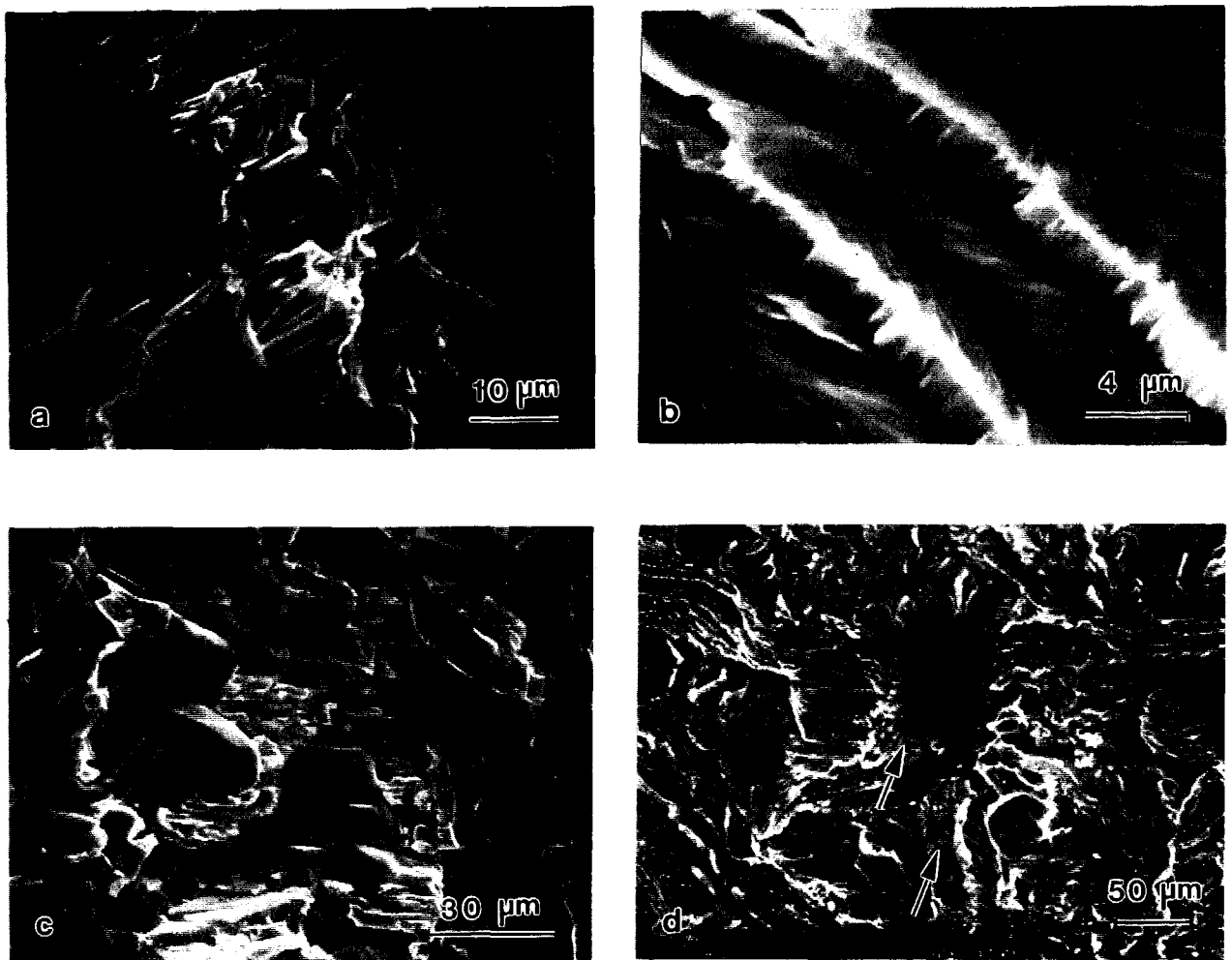


Figure 5.12 : (a) faciès de rupture de la structure lamellaire, présentant des arrachements interlamellaires, et des fractures translamellaires, (b) décohésions entre deux lamelles, (c) faciès de rupture de la structure bimodale, le grains γ montrent généralement un aspect caractéristique du clivage, (d) présence de microporosités au sein du matériau. La taille de ces microporosités est d'environ $2\ \mu\text{m}$.

Outre la mention de microporosités, ces observations sont en parfait accord avec les résultats présentés dans la littérature [Huang et Hall 1991, Mitao, Tsuyama, et Minakawa 1991, Seeger, Bartels et Mecking 1991, Chan et Kim 1992, 1993, Inui, Oh, Nakamura et Yamaguchi 1992, Oh, Inui, Misaki et Yamaguchi 1993, Yamaguchi et Inui 1992]. Il est intéressant de mentionner que la rupture des alliages biphasés présente un aspect fragile, même pour les échantillons monograins de structure lamellaire (PST), dont l'allongement à rupture suivant certaines orientations peut dépasser 20% à température ambiante [Inui, Oh, Nakamura et Yamaguchi 1992, Oh, Inui, Misaki et Yamaguchi 1993]. Les niveaux de ductilité atteints dans ce cas ne traduisent donc pas un comportement ductile du matériau, mais uniquement le fait que certaines orientations présentent une rupture plus tardive.

Les observations réalisées sur les échantillons polycristallins traduisent une grande diversité dans les mécanismes de propagation de fissure. Le clivage est une caractéristique commune de la rupture des alliages à base de TiAl. Il constitue le mécanisme essentiel de la rupture des alliages monophasés γ . Kawabata, Takezono, Kanai et Izumi [1988] ont montré que le clivage suivant les plans {111} tel qu'il est observé dans les alliages biphasés peut survenir suite à la formation de configurations sessiles, et l'empilement des dislocations derrière ces configurations bloquantes. Dans les alliages biphasés, la structure lamellaire introduit des mécanismes supplémentaires tels que la rupture intralamellaire ou la délamination. La délamination peut être expliquée par le fait que le plan d'interface (111) est un des plans dans lequel le clivage apparaît, et que la propagation de la fissure le long des interfaces annihile l'énergie de désaccord de réseau [Hazzledine, Kad, Fraser et Dimiduk 1992]. La variété des modes de rupture observés dans les structures lamellaires ou bimodales laissent supposer une propagation de fissure tortueuse, subissant fréquemment des déviations au niveau des nombreuses interfaces telles que les joints de grains ou les interfaces lamellaires. C'est d'ailleurs ce que montrent les études de propagations de fissures [Barinov et Andriashvili 1988; Gao, Wang, Chu, Hsiao et Thompson 1992; Chan et Kim 1992]. Il est cependant particulièrement difficile de déterminer la cause de la rupture à partir de la simple observation du faciès des éprouvettes de traction. Le mécanisme responsable de la formation de fissure pourrait être approché par des essais de traction *in situ*.

V.1.4 - Reproductibilité des résultats

Les valeurs de ductilité issues des essais de traction à température ambiante sont marquées par un manque de reproductibilité qui limite considérablement la détermination de l'influence des différentes compositions et microstructures. Comme il est possible de le remarquer à partir des tableaux de l'annexe 4, ce manque de reproductibilité concerne également les valeurs de limite élastique et de contrainte à rupture. Outre l'état de surface susceptible de varier d'une éprouvette à l'autre (présence d'une rayure, distribution hétérogène des contraintes internes provoquées par l'usinage), d'autres facteurs peuvent affecter les résultats.

V.1.4.1 - Présence de défauts internes

Comme nous l'avons mentionné lors de l'étude fractographique, les alliages biphasés à base de TiAl présentent généralement après élaboration la présence d'une quantité importante de porosités, distribuées de façon inhomogène dans le lingot. Nous avons veillé à ce que le prélèvement des éprouvettes de traction ne se situe pas dans la zone présentant une densité importante de ces porosités. Cependant, il est impossible d'écarter la possibilité d'une porosité de taille importante dans la longueur utile de l'éprouvette, provoquant une rupture anticipée. Nous n'avons toutefois pas noté de signe particulier de la présence de telles porosités sur les surfaces de rupture des éprouvettes et n'avons observé que des microporosités d'une taille généralement inférieure à 2 μm . Ces microporosités ont été observées sur l'ensemble des éprouvettes examinées. Il est donc peu probable que le manque de reproductibilité soit uniquement lié à une distribution hétérogène de tels défauts.

V.1.4.2 - Hétérogénéité de microstructure

Une hétérogénéité de microstructure peut agir de manière défavorable sur les caractéristiques mécaniques. C'est ce que l'on observe notamment sur les états forgés, dont la microstructure est généralement très inhomogène. Citons comme exemple l'éprouvette issue de l'alliage $\text{Ti}_{50}\text{Al}_{46}\text{Cr}_2\text{Nb}_2$ forgé et traité, qui présente une grande inhomogénéité de microstructure après traitement (zones lamellaires étendues au milieu d'une structure équiaxe à petits grains), et qui montre une rupture prématurée. Il va sans dire que l'influence de l'homogénéité de la microstructure joue un rôle très important dans l'homogénéité de déformation et donc dans les propriétés mécaniques macroscopiques. On relève à ce propos dans la littérature un nombre important de publications concernant l'homogénéisation de la microstructure [Bryant et Semiatin 1991; Semiatin et McQuay 1992; Nekkanti, McQuay et Semiatin 1992; Semiatin, Frey, El-Soudani et Bryant 1992; Semiatin, Nekkanti, Alam et McQuay 1993].

V.1.4.3 - Influence de la texture

La mauvaise reproductibilité des résultats peut également s'expliquer par un effet de texture, relatif à l'orientation générale des lamelles par rapport à l'axe de sollicitation mécanique. Inui, Oh, Nakamura et Yamaguchi [1992] ont montré que, sur leurs échantillons PST, la ductilité varie de manière importante avec l'angle ϕ entre les interfaces lamellaires et l'axe de sollicitation mécanique (l'allongement à rupture est égal à 12% pour $\phi = 0$, 20% pour $\phi = 31^\circ$ et 1% pour $\phi = 90^\circ$). L'observation microstructurale de deux éprouvettes du même état présentant des allongement à rupture différents ($\text{Ti}_{52}\text{Al}_{48}$ stabilisée au tableau A5.2) confirme qualitativement l'influence de la texture sur la ductilité sur des échantillons polycristallins.

Cet effet de texture, qui influence de manière plus prononcée la limite élastique, est particulièrement net sur les essais de compression. C'est la raison pour laquelle nous le détaillerons d'avantage au paragraphe V.2.1.

V.1.5 - Conclusion

Les études de plasticité microscopique ont montré que la phase γ des alliages biphasés à base de TiAl se déforme essentiellement par le glissement des dislocations simples $a/2\langle 110 \rangle$ et par le maclage, qui met en jeu la propagation de partielles de Schockley du type $a/6\langle 112 \rangle$. La microstructure de déformation observée dans cette catégorie d'alliages diffère de celle qui est reportée dans la catégorie des alliages monophasés γ . Les résultats issus des analyses de sonde atomique nous ont permis de déduire que la phase γ des alliages biphasés possède généralement la même concentration en éléments interstitiels que la phase γ des alliages monophasés, soit une limite de solubilité d'environ 220 ppm atomiques. Une répartition plus homogène de l'oxygène dans la structure lamellaire est proposée pour expliquer la ductilité macroscopique observée sur cette catégorie d'alliages. D'autres hypothèses, telles que l'affinement de la microstructure et la présence de nombreuses interfaces agissant comme source de dislocations, peuvent être formulées pour expliquer la modification du mécanisme de déformation.

L'étude macroscopique de la plasticité révèle que la ductilité de l'ensemble des compositions et microstructures étudiées est généralement inférieure à 1%. Il apparaît que l'état de surface de l'éprouvette, peuvent jouer un rôle important dans la fragilisation, et donc l'allongement à rupture. Les résultats de ductilité sont en outre marqués par un manque de reproductibilité que notre étude a permis d'attribuer à l'hétérogénéité de microstructure, un effet de texture lié à l'orientation des interfaces lamellaires par rapport à l'axe de sollicitation, et dans une moindre mesure, à la présence de porosités au sein du matériau.

V.2 - Variations de la limite élastique avec la température

Comme nous l'avons précédemment mentionné, peu d'études s'intéressent aux variations de la limite élastique de cette catégorie d'alliages avec la température, et il nous a paru intéressant d'aborder ce point particulier tout en considérant l'influence de la composition et de la microstructure sur cette propriété.

Plus faciles à mettre en œuvre que les essais de traction, les essais de compression permettent d'obtenir des informations rapides sur la variation de la limite élastique avec la température. Sur les matériaux fragiles, ils permettent en outre d'obtenir des valeurs de limite élastique à 0,2% en évitant les problèmes liés à leur faible ductilité. Etant donné le nombre important d'essais de compression réalisés pour la caractérisation des six alliages biphasés à base de TiAl, nous ne présenterons que les principales observations issues de cette étude. Nous utiliserons également les résultats des essais de traction réalisés à température ambiante.

Avant d'aborder l'étude de l'influence de la composition et de la microstructure sur la résistance mécanique et les variations de la limite élastique avec la température, il est nécessaire d'évoquer le problème important de la reproductibilité des résultats.

V.2.1 - Reproductibilité des résultats

La figure 5.13 relate les résultats de plusieurs essais effectués pour chaque température sur l'alliage Ti₅₂Al₄₈ brut d'élaboration. Cette figure met parfaitement en évidence une variation importante de la limite élastique avec l'échantillon. Des variations de l'ordre de 50% peuvent être observées.

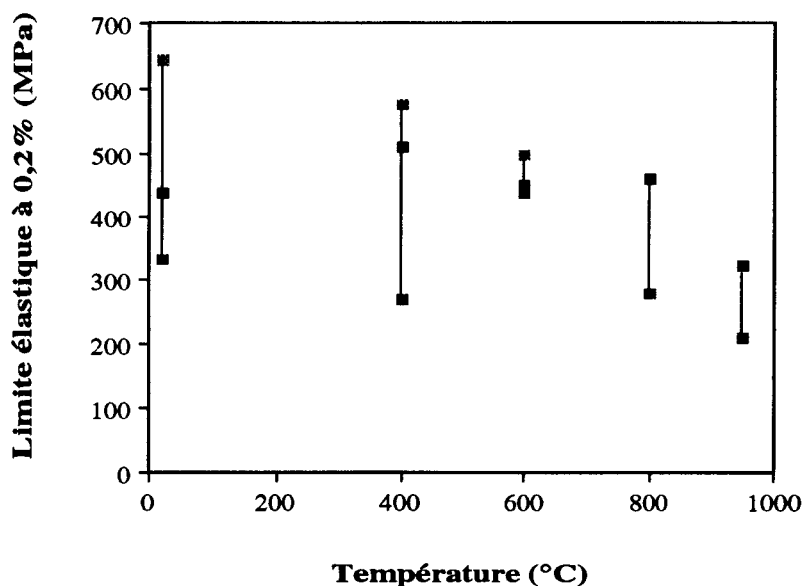


Figure 5.13 : Variations de la limite élastique à 0,2% avec l'échantillon.

La mauvaise reproductibilité des résultats peut être associée à une hétérogénéité de la microstructure entre les deux éprouvettes d'un même état. La répartition de la phase γ issue de la ségrégation dans un échantillon d'une petite taille peut influencer considérablement sur la limite élastique obtenue. Un second facteur microstructural peut être associé à ce manque de reproductibilité. Il s'agit de l'influence de la texture, associée à l'orientation des lamelles par rapport à l'axe de sollicitation mécanique.

L'étude réalisée par l'équipe de Yamaguchi sur des échantillons monograins de structure lamellaire a montré que l'orientation des lamelles par rapport à l'axe de sollicitation mécanique joue un rôle important sur les propriétés mécaniques et notamment la limite élastique [Fujiwara, Nakamura, Hosomi, Nishitani, Shirai et Yamaguchi 1990, Inui, Oh, Nakamura et Yamaguchi 1992, Yamaguchi et Inui 1992]. Des rapports de 1 à 8 peuvent ainsi être obtenus à température ambiante sur ces échantillons monograins en faisant varier l'orientation des lamelles par rapport à l'axe de sollicitation. Les niveaux de contrainte les plus élevés ont été obtenus pour des lamelles parallèles ou perpendiculaires à l'axe de sollicitation. La ductilité varie avec l'axe de sollicitation de manière inverse à la résistance mécanique. L'explication de telles variations repose sur les divers systèmes de glissement sollicités pour chaque orientation [Inui, Oh, Nakamura et Yamaguchi 1992, Yamaguchi et Inui 1992, Inui, Nakamura, Oh et Yamaguchi 1992].

Dans les alliages coulés, non forgés, l'orientation de la structure lamellaire est étroitement liée à l'orientation de la phase α avant la formation des lamelles. La texture microscopique ainsi définie est particulièrement visible sur le lingot de 50 kg de composition Ti₄₈Al₄₈Cr₂Nb₂, dont la

microstructure à l'état brut élaboration est caractérisée par de grands grains colonnaires, qui présentent une orientation des lamelles approximativement identique (figure 5.14). Cette texture marquée permet l'étude de l'influence de l'orientation des interfaces lamellaires par rapport à l'axe de sollicitation mécanique dans les échantillons polycristallins.

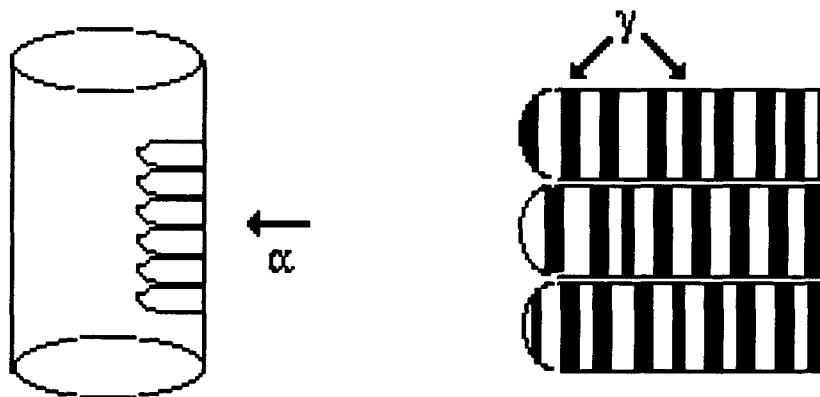


Figure 5.14 : Formation d'une texture très prononcée dans les alliages biphasés à base de TiAl lors du refroidissement de l'alliage après solidification.

Dans les lingotins de 200 grammes élaborés à l'ONERA, la quantité de matière est en effet insuffisante pour permettre une découpe d'échantillons de texture identique. Du lingot de 50 kg, nous avons donc sélectionné trois orientations des interfaces lamellaires par rapport à l'axe de compression.

- (1) Perpendiculaire : les interfaces lamellaires sont perpendiculaires à l'axe de compression (figure 5.15a),
- (2) Parallèle : les interfaces lamellaires sont approximativement parallèles à l'axe de compression (figure 5.15b),
- (3) à 45° : les interfaces lamellaires sont orientées de manière approximative à 45° de l'axe de compression (figure 5.15c).

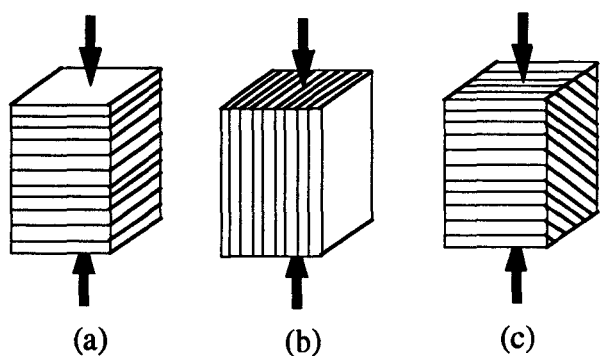


Figure 5.15 : Schéma présentant l'orientation des lamelles dans les trois types d'éprouvettes de compression issues du lingot : (a) perpendiculaire, (b) parallèle, (c) à 45°.

Les résultats de compression réalisés à partir de ces éprouvettes sont présentés à la figure 5.16, et mettent parfaitement en évidence l'influence

de l'orientation des lamelles sur la limite élastique dans les échantillons polycristallins de texture marquée. Les résultats obtenus à température ambiante peuvent être comparés avec les résultats de l'équipe de Yamaguchi, reportés à la figure 5.17. Conformément à ces résultats, les échantillons

dont les lamelles sont orientées approximativement à 45° de l'axe de compression présentent une limite élastique inférieure à celle des éprouvettes dont les interfaces lamellaires sont perpendiculaires ou parallèles à l'axe de sollicitation.

Néanmoins, on peut remarquer que, contrairement à nos résultats, l'équipe japonaise présente une limite élastique plus élevée pour une orientation des interfaces lamellaires perpendiculaire à l'axe de sollicitation mécanique, en traction comme en compression. De légères fluctuations de l'orientation des lamelles entre les différents grains, la présence de joints de grains, ou de phase γ issue de la ségrégation lors de la solidification de l'alliage peuvent donner lieu à de telles variations de limite élastique.

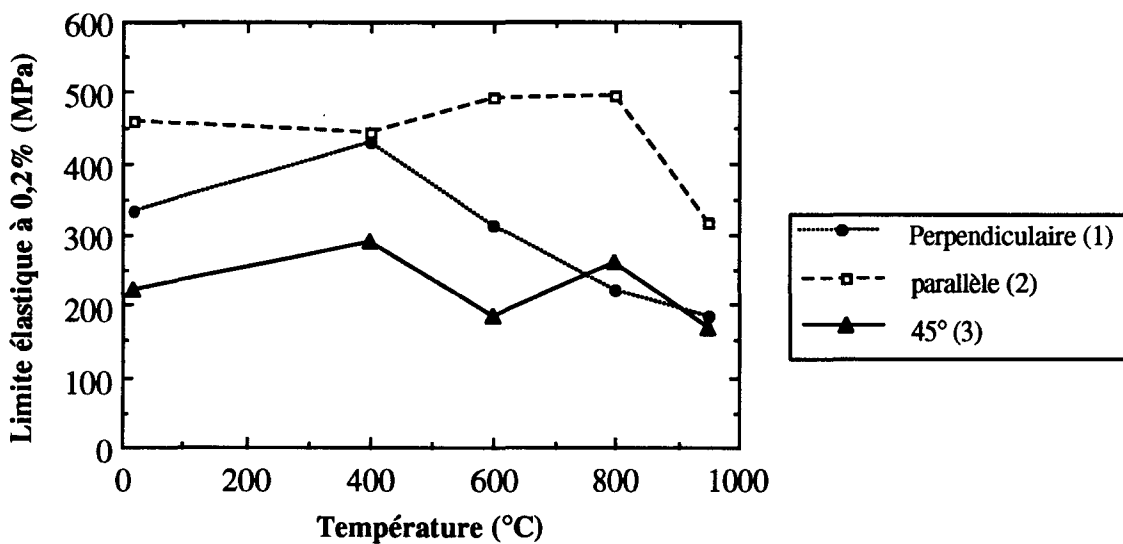


Figure 5.16 : Influence de l'orientation des lamelles par rapport à l'axe de compression

Enfin, on remarque la présence d'anomalies dans la variation de la limite élastique à 0,2% avec la température qui se traduit par la présence de pics dans la variation de la limite élastique avec la température. La position de ces pics varie avec l'orientation des lamelles par rapport à l'axe de compression. Un pic est observé vers 400°C pour les orientations (1) et (3), alors que les orientations (2) et (3) présentent un pic vers 800°C. En réalité, l'orientation (3) semble combiner les caractéristiques observées à la fois dans les orientations (1) et (2). Nous reviendrons ultérieurement sur ces anomalies.

L'étude de l'influence de la texture sur la limite élastique nous montre que des variations importantes peuvent être obtenues lorsque l'orientation des interfaces lamellaires varie par rapport à l'axe de sollicitation mécanique. Les résultats obtenus sur nos échantillons polycristallins présentent qualitativement les mêmes variations que celles obtenues sur des échantillons lamellaires monograins. Dans ce contexte, il sera particulièrement difficile de déterminer l'influence de la composition et de la microstructure sur la variation de la limite élastique à 0,2% sur les éprouvettes issues des lingotins de 200 grammes, dans lesquels la texture ne peut être contrôlée.

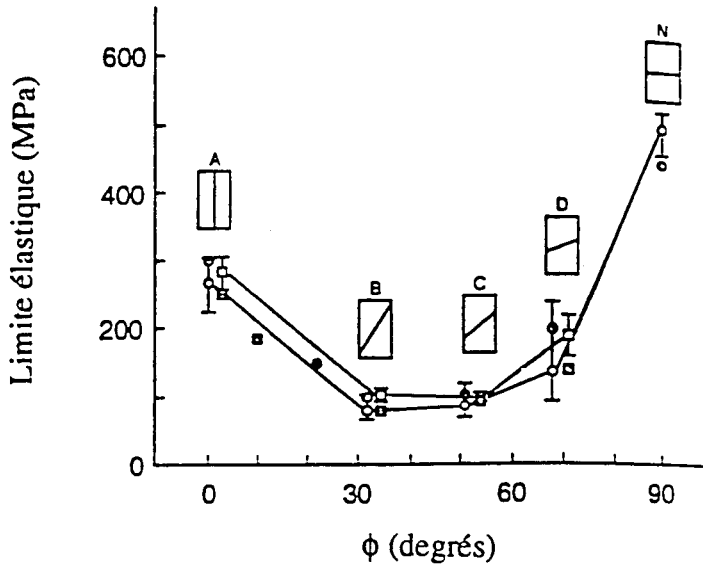


Figure 5.17 : Variations de la limite élastique avec l'orientation des interfaces lamellaires par rapport à l'axe de traction ou de compression dans les échantillons PST [Yamaguchi et Inui 1992].

V.2.2 - Influence de la composition et de la microstructure

Etant donné la disparité des résultats issus des essais de compression, il est difficile de juger de l'influence de la composition et de la microstructure sur la limite élastique. A température ambiante cependant, nous disposons des résultats de traction présentés en annexe 4 qui semblent montrer d'avantage de reproductibilité. L'influence de la texture y est probablement diminuée car la taille des éprouvettes est plus grande. Pour les températures comprises entre 20 et 950°C, nous ne disposons que des résultats des essais de compression, ce qui limite considérablement la comparaison.

V.2.2.1 - Température ambiante

Comme nous l'avons précédemment exposé, l'influence de la composition et de la microstructure peut être appréhendée à partir des essais de compression et des essais de traction. Malheureusement, la comparaison des valeurs de limite élastique à 0,2% issues des essais de traction est particulièrement ardue, car de nombreuses éprouvettes ont rompu avant d'atteindre cette valeur. Il semblerait cependant que d'une manière générale, l'alliage binaire $Ti_{54}Al_{46}$ et l'alliage ternaire $Ti_{51}Al_{47}Cr_2$ présentent une limite élastique plus élevée que celle des autres alliages (cf tableaux A4.1 à A4.6 de l'annexe 4). Les résultats de compression semblent confirmer une limite élastique plus élevée dans l'alliage binaire $Ti_{54}Al_{46}$ car les valeurs obtenues varient entre 500 et 800 MPa, alors que les valeurs obtenues pour les autres compositions varient généralement entre 300 et 600 MPa, quelque soit la microstructure.

La caractérisation microstructurale présentée au chapitre III a montré que la modification de la structure lamellaire est particulièrement lente pour la composition binaire $Ti_{54}Al_{46}$. De plus, la fraction volumique de phase α_2 présente dans une telle structure est plus importante que dans les

autres alliages (30% à l'état brut d'élaboration). En outre, les modifications de cette structure se font essentiellement par croissance discontinue plutôt que par la formation de grains monolithiques γ . Or, comme nous l'avons vu lors de l'étude de la plasticité de la phase γ dans la structure lamellaire, la phase α_2 transmet difficilement la déformation. La résistance mécanique plus importante de cet alliage provient donc probablement d'un effet microstructural lié à une fraction volumique importante de phase α_2 .

L'augmentation de résistance mécanique de l'alliage ternaire peut provenir d'un durcissement dû probablement à l'addition de chrome. Comme nous l'avons précédemment mentionné, l'addition de chrome est en effet connue pour favoriser la limite élastique et l'allongement à rupture [Kawabata, Tamura et Izumi 1989; Huang et Hall 1991].

Nous n'observons pas d'influence notable de la microstructure sur la limite élastique à température ambiante.

V.2.2.2 - Températures comprises entre 20 et 950 °C

En ce qui concerne les résultats en température, nous ne disposons que des résultats des essais de compression. Il semblerait que, d'une manière générale, l'alliage binaire $Ti_{54}Al_{46}$ montre une limite élastique à 0,2% plus élevée que les autres alliages. La figure 5.18 nous montre l'exemple des états bruts d'élaboration.

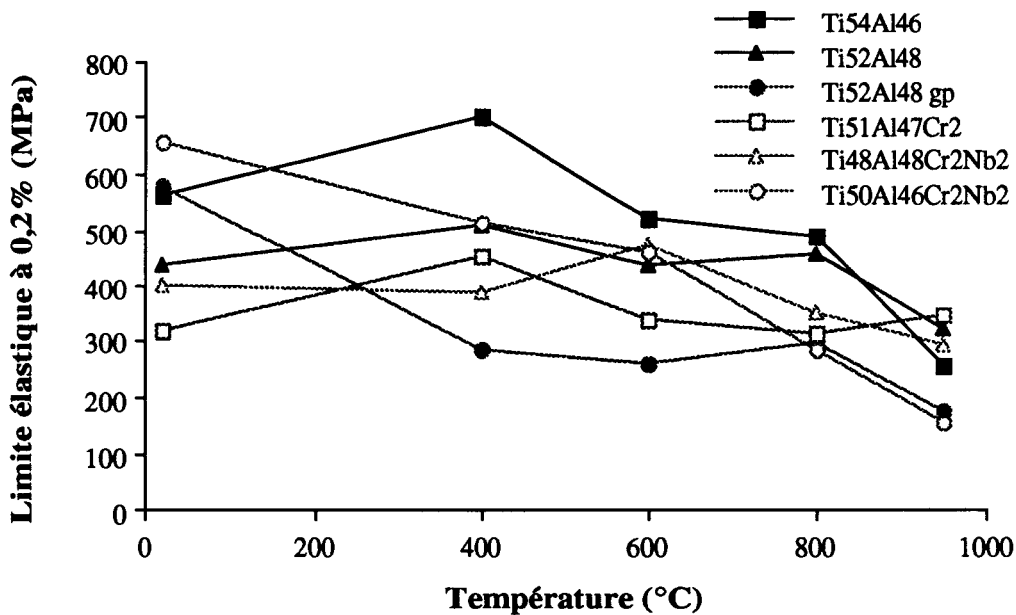


Figure 5.18 : Variations de la limite élastique avec la température pour les différents alliages, considérés à l'état brut d'élaboration.

En tenant compte des écarts obtenus pour un même état, on ne remarque pas de modification importante de la limite élastique avec la pureté ou avec la microstructure. Les figures 5.19 et 5.20 illustrent ces observations.

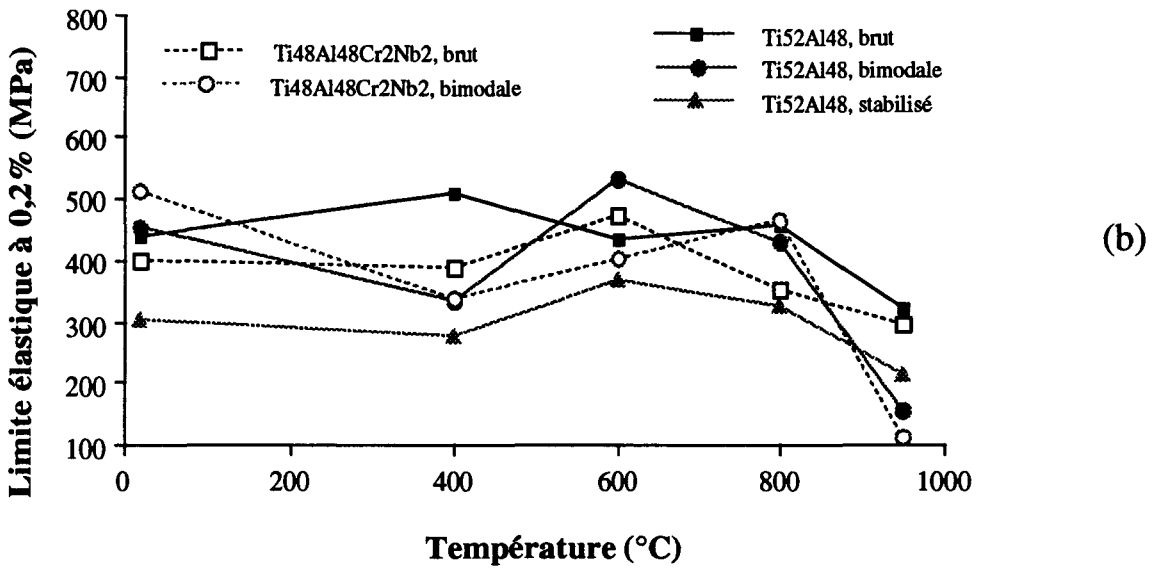
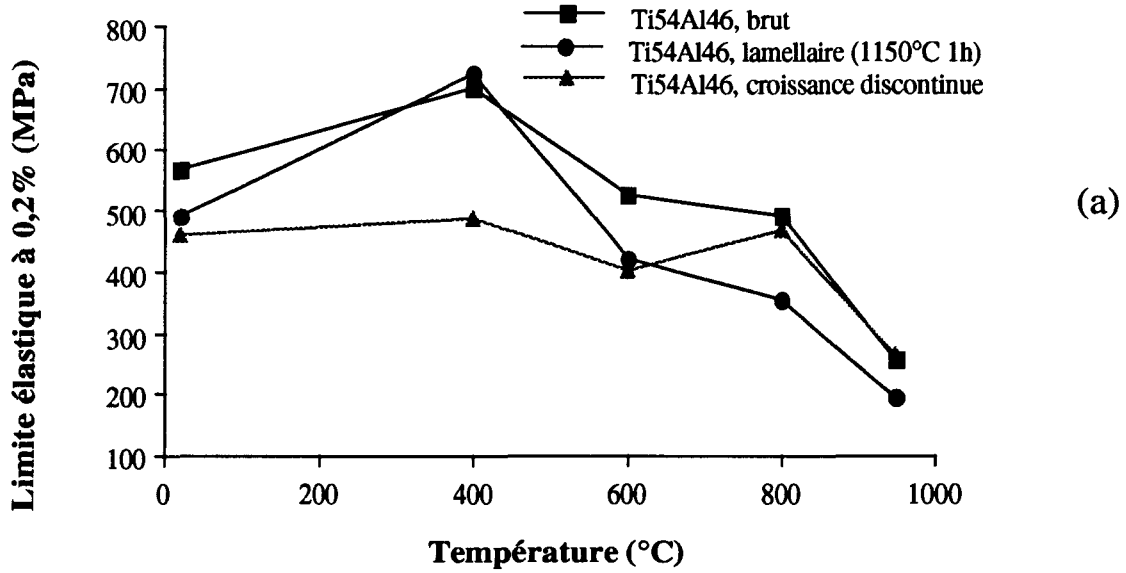


Figure 5.19 : Influence de la microstructure sur la limite élastique à 0,2%. Les traitements utilisés pour obtenir ces microstructures sont présentés au § A.4.1

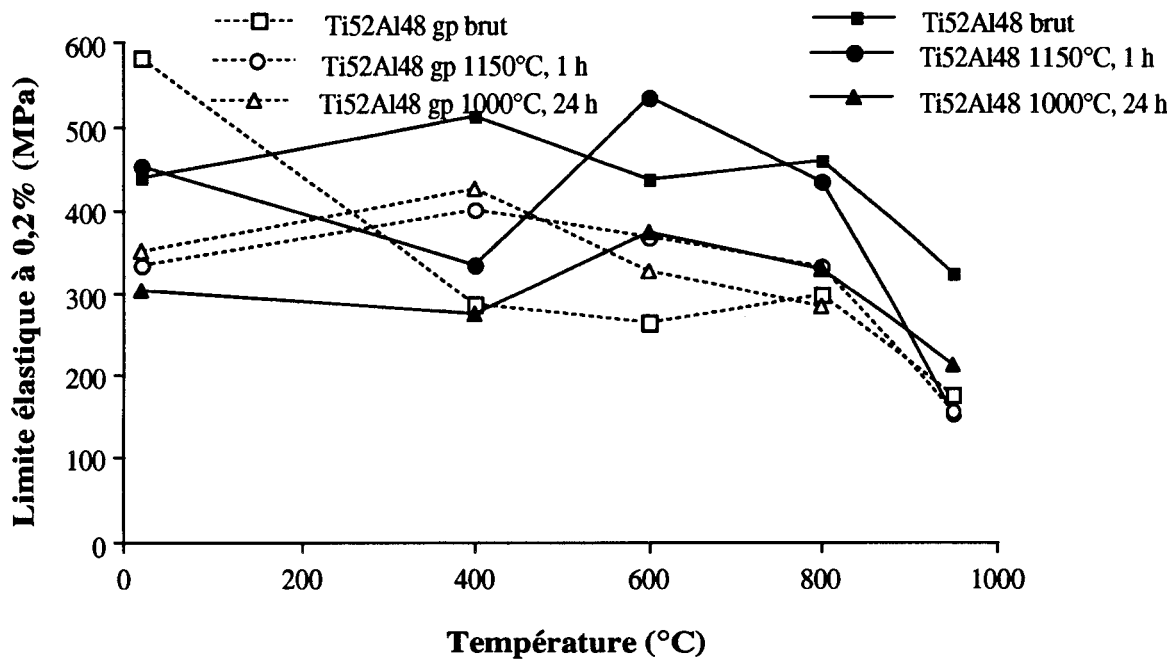


Figure 5.20 : Influence de la pureté sur les variations de limite élastique (gp = grande pureté)

De manière générale, les résultats obtenus sur les différentes compositions et microstructures laissent supposer l'existence d'un comportement anormal de la limite élastique entre 400 et 800°C. En considérant l'ensemble des résultats obtenus pour une même composition, il semblerait que l'alliage $Ti_{54}Al_{46}$ présente deux pics de limite élastique situés respectivement autour de 400°C et de 800°C (figure 5.19a), alors qu'un pic unique se situerait d'avantage vers 600°C pour les alliages $Ti_{52}Al_{48}$ et $Ti_{48}Al_{48}Cr_2Nb_2$ (figure 5.19b). L'existence de ces pics dans la variation de la limite élastique avec la température pourrait être mise en doute par le manque de reproductibilité des résultats. Rappelons toutefois à cet effet que ces anomalies ont été observées sur les échantillons dont la texture est contrôlée.

Le pic de limite élastique n'est pas la seule anomalie observée à la température de 400°C. On peut remarquer également à cette même température l'apparition d'un effet du type Portevin-Le Châtelier (PLC), associé à la présence de hachures sur la courbe de déformation pour certaines compositions et microstructures ($Ti_{54}Al_{46}$, $Ti_{51}Al_{47}Cr_2$ et $Ti_{50}Al_{46}Cr_2Nb_2$ à l'état brut d'élaboration). En outre, les études de variations de la vitesse de déformation en cours d'essai montrent, pour l'ensemble des compositions et microstructures, une sensibilité à la vitesse nulle à 400°C. La figure 5.21 relate les variations du volume d'activation V/b^3 avec la température, b étant le module du vecteur de Burgers des dislocations responsables de la déformation (que nous avons assimilées ici à des dislocations simples). Ce volume d'activation est proportionnel à l'inverse de la sensibilité à la vitesse S , définie au § II.2.5.2.

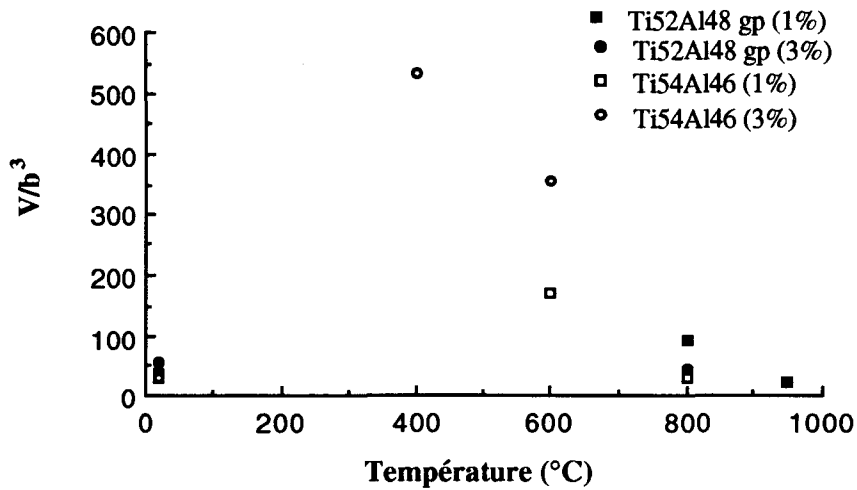


Figure 5.21 : Etude de la sensibilité à la vitesse de déformation par sauts de vitesse d'un facteur 20. Exemple des alliages Ti₅₂Al₄₈ et Ti₅₄Al₄₆. Des variations identiques sont observées pour toutes les compositions et microstructures. Les variations indiquées sur le schéma sont celles du volume d'activation V/b^3 , inversement proportionnel à la sensibilité à la vitesse et qui devient infinie lorsque S est nul.

Toujours à la température de 400°C, on observe une augmentation du taux de durcissement. Cette augmentation peut être observée même lorsque les variations de limite élastique n'accusent aucun pic (figure 5.22).

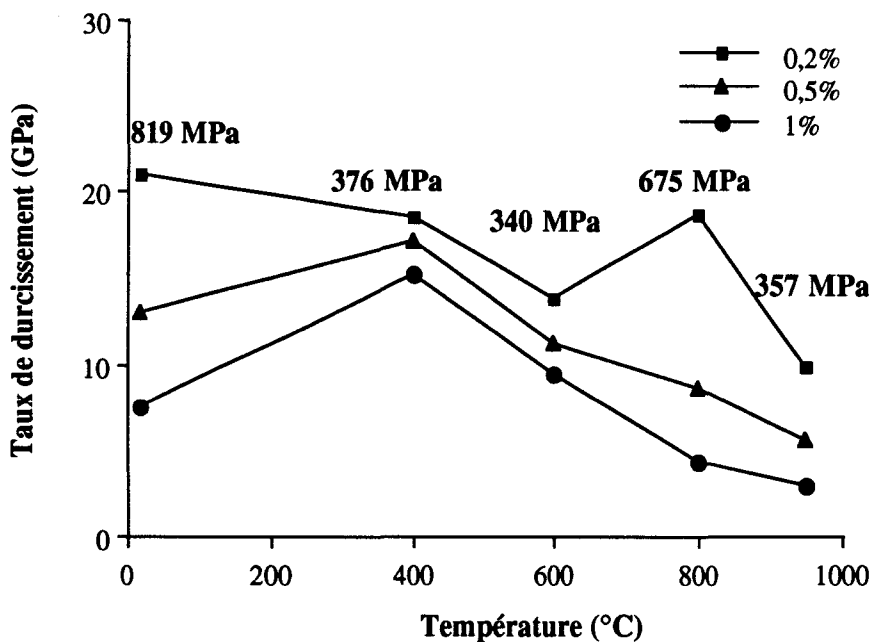


Figure 5.22 : Variations du taux de durcissement avec la température. Les taux de durcissement ont été relevés à 0,2, 0,5 et 1% de déformation, par mesure de la tangente à la courbe. Les valeurs de limite élastique obtenues pour ces essais sont indiquées sur la courbe.

Sur la base de ces observations, nous allons essayer de dégager les raisons possibles de l'existence d'un pic de limite élastique à 400°C dans la catégorie des alliages biphasés à base de TiAl.

V.2.3 - Etude du pic de limite élastique vers 400°C

Avant de discuter des mécanismes associés à l'anomalie de limite élastique que nous avons observé dans les alliages biphasés polycristallins, procédons à une brève revue bibliographique concernant l'existence d'une telle anomalie dans la catégorie des alliages à base de TiAl.

Dès 1985, Kawabata, Kanai et Izumi [1985] ont mis en évidence la présence d'une anomalie de limite élastique vers 400/600°C dans des échantillons monocristallins de phase γ . Ces auteurs ont par ailleurs montré que cette anomalie est reliée à une diminution de la sensibilité à la vitesse de déformation, qui tend à devenir nulle à la température du pic. Les travaux de Lipsitt, Shechtman et Schafrik [1975] et de Huang [1988] ont longtemps laissé supposer que cette anomalie était limitée aux alliages monophasés monocristallins. Son existence a cependant récemment été remarquée dans des alliages monophasés polycristallins possédant une taille de grain importante ($\approx 250 \mu\text{m}$) [Rao et Tangri 1991]. Dans la catégorie des alliages biphasés, malgré de nombreuses études de déformation en température [Huang 1988, Huang et Shih 1990, Huang et Hall 1991a, Kim 1991, Krishnamurthy et Kim 1991], aucune anomalie de limite élastique n'a été reportée jusqu'à très récemment par Morris [1993]. L'utilisation d'échantillons monograins de structure lamellaire, tels que les échantillons PST utilisé par l'équipe de Yamaguchi, aurait donné des résultats particulièrement intéressants sur une telle anomalie dans cette catégorie d'alliage. Cependant, les travaux reportés par cette équipe dans la littérature n'ont jamais relaté l'influence de la température sur la limite élastique.

Pour expliquer l'anomalie observée à 400°C sur nos échantillons biphasés, deux interprétations peuvent être proposées. Ces interprétations sont toutes deux basées sur un mécanisme de blocage des dislocations responsables de la déformation. La première utilise les mécanismes de blocage proposés pour expliquer l'anomalie de limite élastique dans la catégorie des alliages monophasés γ . La seconde est basée sur l'hypothèse d'un phénomène de vieillissement dynamique que traduisent l'existence d'un effet PLC à 400°C sur certains échantillons, et une sensibilité à la vitesse nulle à cette température pour l'ensemble des compositions et des microstructures.

V.2.3.1- Blocage des dislocations par formation de configurations sessiles

Le pic de limite élastique observé dans les alliages monophasés peut être associé à un blocage des dislocations $a\langle 101 \rangle$ par le mécanisme de glissement dévié de Kear-Wiltsdorf. Dans ce mécanisme, les dislocations du type $b=a\langle 011 \rangle$ dissociées suivant la réaction $a\langle 011 \rangle \rightarrow a/2\langle 110 \rangle + a/6\langle \bar{1}12 \rangle + \text{SISF} + a/6\langle 121 \rangle + \text{APB} + a/2\langle \bar{1}01 \rangle$, passent de $\{111\}$ à $\{010\}$, plan dans lequel elles deviennent bloquées [Hug, Loiseau et Veyssi re 1988]. Rappelons pour information que le mécanisme de blocage de Kear-Wiltsdorf ne peut survenir que lorsque le plan d'APB de plus basse  nergie est diff rent de celui de la plus faible force de Peierls. Dans TiAl, l' nergie d'APB est plus faible dans le plan $\{010\}$ [Hug 1988], alors que la contrainte de Peierls est plus faible suivant le plan $\{111\}$. Le m canisme de Kear-Wiltsdorf est donc parfaitement applicable.

Greenberg a proposé d'autres mécanismes de blocage qui mettent en jeu des dissociations de superdislocations donnant lieu à des configurations sessiles, tels que, par exemple la dissociation de $a\langle 011 \rangle$ sur $(\bar{1}1\bar{1})$ et $(11\bar{1})$, qui produit une dislocation sessile à l'intersection de ces deux plans [Greenberg, Antonova, Indenbaum, Karkina, Notkin, Ponomarev et Smirnov 1991].

Cependant, la plupart des modèles prennent en compte le blocage des superdislocations. Or, si les superdislocations sont considérées comme prenant une part importante à la déformation dans la catégorie des alliages monophasés, nous avons vu au paragraphe V.1 que la déformation de la phase γ des alliages biphasés est assurée principalement par les dislocations simples du type $a/2\langle 110 \rangle$ et par le maclage. Ces mécanismes ne parviennent donc pas à expliquer, même de façon qualitative, le pic de limite élastique observé dans nos alliages, pour lesquels il est nécessaire de considérer d'avantage les dislocations unitaires ou le maclage.

Un mécanisme de blocage des dislocations unitaires a été proposé par Greenberg et ses collaborateurs [Greenberg, Antonova, Indenbaum, Karkina, Notkin, Ponomarev et Smirnov 1991]. Ce mécanisme fait référence à l'existence de vallées profondes de Peierls dans les directions $\langle 110 \rangle$ et $\langle 112 \rangle$. Les auteurs classifient en deux catégories distinctes les dislocations simples dont la ligne est parallèle à des directions spécifiques dans le plan $\{111\}$, et les dislocations simples dont la ligne diffère légèrement de ces directions. Les dislocations appartenant à la première catégorie souffrent d'un blocage spontané dans les vallées de Peierls, alors que les dislocations appartenant à la seconde catégorie sont la proie d'un processus thermiquement activé qui provoque un changement de leur direction vers les vallées profondes de Peierls, et donc leur blocage. Ce mécanisme est en accord avec les observations faites par ces auteurs, qui montrent une densité importante de dislocations simples rectilignes vers 400°C .

V.2.3.2 - Vieillessement dynamique

Nos observations ont mis en évidence la présence d'un phénomène PLC sur certains échantillons, ainsi qu'une diminution de la sensibilité à la vitesse à la température de 400°C . Ces deux observations laissent supposer l'existence d'un vieillissement dynamique qui peut expliquer le pic de limite élastique observé à 400°C .

Le phénomène de vieillissement dynamique est dû à des interactions entre les dislocations et les impuretés mobiles. La présence dans un alliage d'impuretés interstitielles ou substitutionnelles dont la mobilité est comparable à la vitesse moyenne de déplacement des dislocations est a priori suffisante pour que ce phénomène apparaisse. Il peut alors se traduire, dans un intervalle de valeurs précis de température, de vitesse et d'amplitude de la déformation, par le phénomène de PLC, associé à la présence de hachures sur la courbe de déformation. En dehors de ce phénomène, le vieillissement dynamique se traduit par un certain nombre d'autres anomalies [Perrier 1989], qu'un nombre important d'études a permis de mettre en évidence. La plupart de ces anomalies sont celles que nous observons à 400°C dans les alliages biphasés à base de TiAl.

V.2.3.2.1 - Anomalies associées au phénomène de vieillissement dynamique

- Les essais différentiels de déformation (sauts de vitesse dans le domaine plastique) montrent un comportement anormal, conséquence directe de la contribution négative du vieillissement dynamique à la sensibilité à la vitesse, $S_{DSA} < 0$. Ce comportement anormal se traduit par la présence d'un stade transitoire avant l'établissement du nouveau régime stationnaire, tel que l'apparition d'un crochet après le saut de vitesse, et par la diminution de la sensibilité à la vitesse (faible augmentation de la contrainte d'écoulement lors d'une augmentation de la vitesse) (figure 5.23a). L'effet Portevin - Le Châtelier est la conséquence d'un vieillissement dynamique suffisamment marqué pour rendre la sensibilité à la vitesse négative.

- Le vieillissement dynamique est également associé à une anomalie de limite élastique. En son absence, la déformation est contrôlée par un processus thermiquement activé, et la limite élastique décroît avec la température. Le vieillissement dynamique se manifeste alors par la superposition à cette courbe d'un durcissement σ_{DSA} , avec un maximum au milieu du domaine de vieillissement dynamique, créant ainsi l'anomalie (figure 5.23b).

- On observe également fréquemment un minimum de ductilité dans le domaine de vieillissement dynamique.

- Le taux de durcissement est généralement plus fort dans le domaine de vieillissement dynamique, du fait des blocages plus fréquents des dislocations mobiles.

Nous voyons donc que le phénomène de vieillissement dynamique permet d'expliquer l'ensemble des observations réalisées à 400°C : anomalie de limite élastique, diminution de la sensibilité à la vitesse, apparition d'un pic de durcissement.

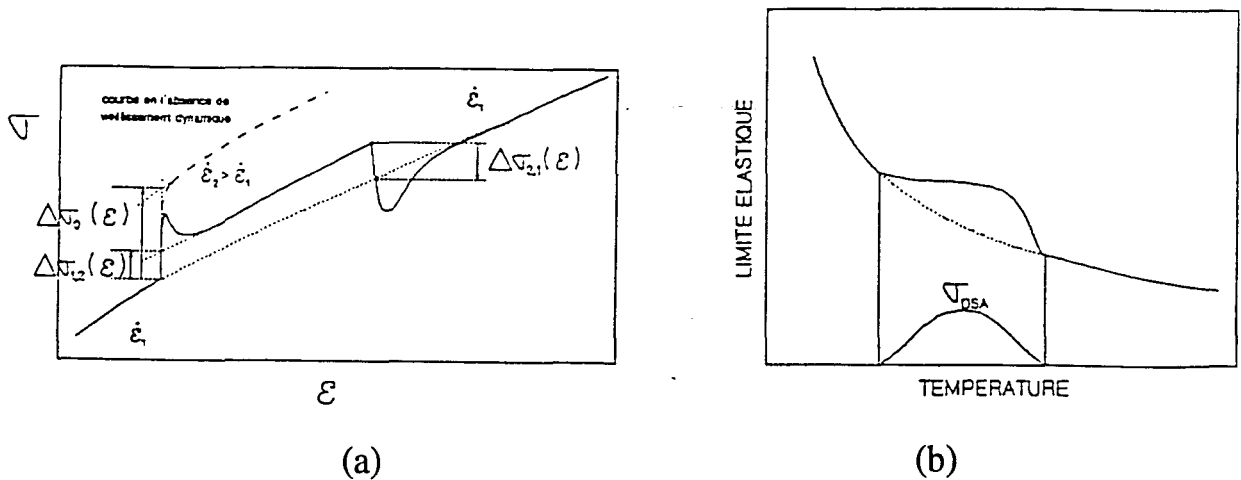


Figure 5.23 : Anomalies liées au phénomène de vieillissement dynamique, (a) anomalie liée à une diminution de la sensibilité à la vitesse de déformation lors des sauts de vitesse, (b) anomalie de limite élastique, liée à la superposition d'un durcissement σ_{DSA} à la variation de la limite élastique avec la température.

V.2.4 - Conclusion

L'étude de l'influence de la composition et de la microstructure sur la limite élastique est rendue particulièrement difficile du fait d'un manque de reproductibilité important dans les résultats de compression. Nous avons mis en évidence l'influence de l'orientation des interfaces lamellaires par rapport à l'axe de sollicitation mécanique sur la limite élastique à 0,2%. Cet effet de texture, raison principale du manque de reproductibilité observé pour les essais de compression, peut également avoir une influence notable sur la ductilité. Il s'agit donc d'être particulièrement vigilant envers les résultats fournis à partir d'échantillons de texture non contrôlée.

Les essais de compression ont cependant permis de mettre en évidence l'existence de deux pics dans la variation de la limite élastique avec la température, l'un se situant vers 400°C et l'autre vers 800°C. Deux interprétations peuvent être proposées pour expliquer l'existence du premier de ces pics. La première de ces interprétations est basée sur un blocage thermiquement activé des dislocations simples dans les vallées de Peierls. La seconde est basée sur un phénomène de vieillissement dynamique qui traduit un blocage des dislocations par des impuretés mobiles.

Il serait particulièrement intéressant d'essayer de synthétiser dans une étude future ces deux interprétations en couplant des observations en MET de la structure de déformation à 400°C, et en approfondissant le phénomène de vieillissement dynamique, qui n'est présenté ici que d'une manière très succincte. En outre, pour être rigoureux, il serait nécessaire d'appréhender le comportement du mécanisme de maclage à cette température de 400°C. Comme nous l'avons vu en effet, ce mécanisme semble constituer le mode de déformation prédominant de cette catégorie d'alliages. A ce propos, M. Morris [1993] a récemment montré que les dislocations simples semblent subir vers 400°C une formation de crans ou de points d'ancrage thermiquement activés. La formation de ces crans est attribuée à une augmentation de la densité des dislocations de la forêt provoquée par l'émission de dislocations aux intersections de macles. Le maclage et le blocage des dislocations simples peuvent ainsi être étroitement reliés.

V.3 - Synthèse et perspectives

Nous avons montré que l'origine de la ductilité macroscopique observée dans les alliages biphasés à base de TiAl peut difficilement être reliée à une purification importante de la phase γ de précipitation, responsable de la déformation, par la phase α_2 . Une repartition homogène de la phase α_2 , l'affinement de la microstructure et la présence de nombreuses interfaces dans la structure lamellaire caractéristique de cette catégorie d'alliages semblent jouer un rôle non négligeable sur les modes de déformation de la phase γ et par conséquent sur la ductilité macroscopique. Il devient donc désormais nécessaire d'approfondir les mécanismes de transfert de la déformation au travers des différents interfaces α_2/γ et γ/γ présentes dans les alliages biphasés.

L'étude de la plasticité à température ambiante n'a cependant pas permis de mettre en évidence de façon catégorique l'influence de la composition et de la microstructure sur la ductilité. Il semble que des facteurs externes au matériau, tels que l'état de surface de l'éprouvette, influent de manière considérable sur la rupture. Il convient donc d'être particulièrement vigilant sur la méthodologie

employée pour réaliser les éprouvettes (usinage, traitement de surface ultérieur ...), avant de pouvoir raisonnablement comparer les résultats.

Les variations de la limite élastique avec la température sont affectées par un manque important de reproductibilité, que nous avons attribué essentiellement à l'influence de l'orientation des lamelles par rapport à l'axe de sollicitation mécanique. Ces variations accusent en outre un pic de limite élastique vers 400°C, associé à une augmentation du taux de durcissement et une diminution de la sensibilité à la vitesse pour cette même température. La présence de ce pic peut être expliquée par un blocage des dislocations responsables de la déformation. Ce blocage peut se produire soit par la formation de configurations sessiles thermiquement activée, soit par une interaction entre les dislocations et les impuretés mobiles. Un travail plus approfondi, qui consiste en une étude détaillée des microstructures de déformations de différentes température, associée à un approfondissement du phénomène de vieillissement dynamique dans cette catégorie d'alliages, donnerait probablement des résultats très intéressants sur le mécanisme de blocage des dislocations vers 400°C.

Conclusion générale

Nous avons cherché à établir une base de connaissances générales sur les alliages biphasés à base de TiAl. Le présent mémoire présente les résultats d'un examen détaillé des transformations de phases observées dans cette catégorie d'alliages ainsi qu'une étude approfondie des mécanismes responsables des principales transformations. Nous pensons en effet qu'une caractérisation microstructurale précise constitue une étape nécessaire à l'établissement des relations entre les microstructures et les propriétés mécaniques. Une approche générale du comportement mécanique de cette catégorie d'alliages a également été effectuée. Nous présentons ici une synthèse des principaux résultats afin d'établir les perspectives des activités nécessaires au développement des alliages biphasés à base de TiAl.

- Nous avons montré que la formation de la structure lamellaire peut se faire aussi bien dans le domaine $\alpha_2+\gamma$, suivant la réaction $\alpha \rightarrow \alpha_2 \rightarrow \alpha_2+\gamma$, que dans le domaine $\alpha+\gamma$, suivant la réaction $\alpha \rightarrow \alpha+\gamma \rightarrow \alpha_2+\gamma$. Les modifications microstructurales de cette structure lamellaire se font essentiellement par croissance discontinue. Cependant, pour les concentrations typiquement supérieures à 48% d'Al, la ségrégation en aluminium est suffisante pour favoriser la formation de grains monolithiques γ au cours d'un traitement effectué à partir de l'état brut d'élaboration dans les deux domaines biphasés $\alpha+\gamma$ et $\alpha_2+\gamma$ du diagramme d'équilibre. Nous avons également montré que la formation de la structure lamellaire est inhibée par des refroidissements rapides à partir du domaine de mise en solution α . Elle est alors remplacée soit par la mise en ordre de la phase α suivant la réaction $\alpha \rightarrow \alpha_2$ pour les compositions typiquement inférieures à 46% d'aluminium, soit par une transformation brutale de α en γ suivant la réaction $\alpha \rightarrow \gamma$ pour des concentrations en aluminium plus importantes. Les transformations de phase dans cette catégorie d'alliage sont donc bien plus complexes que ne laissait supposer une étude bibliographique préliminaire.

- Les mécanismes proposés pour la formation de la structure lamellaire, la croissance discontinue et la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ permettent d'expliquer l'ensemble des caractéristiques microstructurales observées dans le produit de la transformation. Ces mécanismes sont les suivants :

La formation de la structure lamellaire met en jeu la propagation de dislocations partielles de Shockley le long des plans de base de la structure hexagonale. Les fautes d'empilement issues de cette propagation présentent un empilement du type cfc qui favorise la germination de la phase γ . La propagation de ces partielles est également responsable du mécanisme de croissance par marches. Nous pensons que différents domaines ordonnés peuvent germer sur une même faute d'empilement. Leur rencontre va donner lieu à la formation de domaines d'ordre à l'intérieur de chaque lamelle γ . L'existence de deux séquences d'empilement (ABC ou ACB) dès la formation de fautes d'empilement dans la matrice hexagonale permet d'expliquer la présence des relations de macle et de pseudo-macle.

L'apparition de la croissance discontinue dans cette catégorie d'alliages est liée essentiellement à l'existence de parois lamellaires planes et particulièrement stables. Dès lors, les modifications de composition nécessaires aux conditions d'équilibre seront effectuées au niveau des têtes des lamelles situées aux joints de grains. Le mécanisme de croissance discontinue met en jeu une

dissolution des précipités γ d'un grain, la migration du joint dans la zone libre de précipités, et une re-précipitation de la phase γ à l'arrière du joint en mouvement. La phase γ produite par cette re-précipitation est continue à la phase γ de la structure lamellaire primaire. Peu d'informations expérimentales ont toutefois été obtenues sur ce mécanisme.

La transformation brutale $\alpha \rightarrow \gamma$ est associée à une transformation massive. Nous supposons que la nucléation se fait essentiellement aux joints de grains. L'existence d'une interface cohérente entre le germe et l'un des deux grains adjacents au grain satisfait aux conditions de minimisation de l'énergie de germination. L'absence apparente de relation d'orientation entre la phase mère α et la phase produit γ peut être expliquée soit par l'influence du maillage, soit par le fait que le précipité croît dans le grain avec lequel il ne possède pas d'interface cohérente (et donc pas de relation d'orientation). Cette seconde explication semble la plus probable d'un point de vue cinétique, puisqu'elle met en jeu une croissance par sauts d'atomes thermiquement activés au travers d'interfaces incohérentes entre le précipité et la matrice. Les caractéristiques de la microstructure issue de cette transformation peuvent être expliquées soit par une mise en ordre instantanée à l'arrière de l'interface α/γ , soit par la mise en ordre d'une structure métastable cfc désordonnée.

- Lors de l'approche du comportement mécanique de cette catégorie d'alliages, nous avons montré, à partir des résultats de sonde atomique, que l'origine de la ductilité macroscopique observée dans la gamme des alliages biphasés peut difficilement être expliquée par la purification de la phase γ par la phase α_2 . En outre, les nombreuses interfaces de la structure lamellaire vont influencer de manière considérable sur le comportement macroscopique. Nous avons par ailleurs mis en évidence l'influence de l'état de surface des éprouvettes sur le comportement macroscopique à température ambiante de ces matériaux. L'étude des variations de la limite élastique avec la température a montré l'influence prépondérante de l'orientation des lamelles par rapport à l'axe de sollicitation mécanique sur la reproductibilité des résultats. Il s'agit donc à l'avenir d'être particulièrement vigilant à la texture des échantillons afin de déterminer avec exactitude les variations de la limite élastique avec la température, la composition et la microstructure. Un pic de limite élastique vers 400°C a été observé. Cette anomalie est associée à un blocage des dislocations responsables de la déformation. Deux mécanismes distincts peuvent être avancés. L'un prend en considération la formation thermiquement activée de configurations sessiles des dislocations simples. Le second correspond à un phénomène de vieillissement dynamique.

Perspectives

- La confirmation des mécanismes proposés pour chaque transformation de phase nécessite désormais l'éclaircissement d'un certain nombre de points délicats. Expérimentalement, seule une observation in situ de la formation de la phase γ sous forme lamellaire doit permettre de vérifier l'hypothèse de la formation de domaines ordonnés par germination indépendante sur une même faute d'empilement. Une telle expérience est cependant difficile à réaliser sur les compositions proches de 46% d'Al du fait des températures élevées auxquelles se produit la transformation dans les conditions usuelles de refroidissement. On peut alors penser à une observation in situ de la formation des lamelles γ dans un alliage contenant moins de 46% d'Al, trempé à partir du domaine monophasé α et maintenu à une température de l'ordre de 900°C. Dans ce cas, cependant, la

formation des lamelles γ est extrêmement rapide. Une meilleure solution consisterait en l'utilisation de compositions proches de la composition eutectoïde. De telles compositions présentent en effet l'avantage d'une formation de lamelles γ par un simple traitement thermique dans le domaine $\alpha_2+\gamma$ à partir de l'état brut d'élaboration.

Puisque l'analyse en sonde atomique s'est avérée particulièrement difficile, une alternative pour la détermination de la force motrice de la croissance discontinue consiste en une analyse spectrométrique à dispersion d'énergie en MET de la matrice, de part et d'autre du joint en migration. Il serait ainsi possible de vérifier le caractère chimiquement discontinu de la transformation et de connaître l'énergie libre chimique mise en jeu lors de la transformation. Il serait en outre fort important d'observer l'évolution de la croissance discontinue au cours de la réaction. Ceci pourrait être abordé au travers d'une observation en MET de la structure secondaire après différents temps de maintien.

Les détails du mécanisme de la transformation massive sont difficiles à étudier expérimentalement car la cinétique de la réaction est importante. Il serait cependant nécessaire de déterminer clairement les raisons de l'absence apparente de toute relation d'orientation entre la phase produit γ et la phase mère α . L'observation d'une structure massive moins développée pourrait être réalisée par l'utilisation de compositions binaires, ternaires ou plus complexes. Afin de vérifier le rôle du joint de grains dans cette transformation, il serait intéressant de tester l'apparition de la transformation massive dans un échantillon monocristallin. Enfin, une observation détaillée de la structure Widmanstätten doit compléter l'étude des mécanismes de transformations.

En vue du développement de cette catégorie d'alliages, il est par ailleurs nécessaire d'aborder un aspect plus quantitatif de ces transformations. Une connaissance précise pour chaque composition (ternaire ou plus complexe) des cinétiques de formation des grains monophasés γ en fonction du traitement thermique ou thermomécanique serait particulièrement indispensable à une caractérisation mécanique rigoureuse. Les modifications de la structure lamellaire au cours de ces traitements (fractions volumiques, épaisseur des lamelles et composition de chaque phase) devront être simultanément abordées.

Dans le présent mémoire, les mécanismes ont été proposés à la suite d'observations expérimentales et sur la base des résultats reportés dans la bibliographie concernant d'autres systèmes d'alliages. Contrairement à la plupart de ces données bibliographiques, cependant, les transformations de phase dans les alliages biphasés à base de TiAl impliquent la formation d'une phase ordonnée. De manière plus théorique, les caractéristiques microstructurales liées au caractère ordonné de la phase produit peuvent fournir des renseignements importants sur les mécanismes généraux de ces transformations (mécanisme de marches, transformation massive).

- Il est désormais nécessaire de procéder à une étude plus approfondie des principaux facteurs intervenant dans les propriétés mécaniques macroscopiques de cette catégorie d'alliages. Une observation détaillée des microstructures de déformation serait nécessaire à une étude du comportement plastique de ces alliages biphasés. Une attention particulière devrait être portée à l'influence des nombreuses interfaces α_2/γ et γ/γ présentes dans la structure lamellaire.

- Annexe 1 -

Défauts plans des phases γ et α_2 : présentation et caractérisation

Plusieurs types de défauts plans sont observés dans les phases ordonnées γ et α_2 . Un premier type de défaut consiste en une mauvaise séquence d'empilement des plans denses de ces deux phases. Ces fautes sont appelées fautes d'empilement et sont liées au réseau de base de chaque phase: cfc pour γ et hc pour α_2 . Un second type de défauts est lié à un mauvais emplacement des atomes de chaque espèce sur le réseau de base. Ces fautes sont liées au caractère ordonné $L1_0$ et DO_{19} des deux phases γ et α_2 et sont appelées défauts d'ordre. Enfin, il existe dans les structures ordonnées, des fautes d'empilement complexes, qui introduisent à la fois une modification de l'emplacement des sites atomiques et une modification du voisinage chimique des atomes situés au niveau de la faute.

A1.1 - Défauts d'empilement dans les structures cfc et hc

Les structures des phases basées sur les réseaux cfc ou hc peuvent être décrites par la séquence d'empilement de leurs plans compacts, (0001) pour les structures basées sur le réseau hc, et (111) pour les phases basées sur la structure cfc. Dans ces deux plans, pour les deux structures, les positions atomiques sont identiques (figure A1.1a). Si l'on considère un plan dense pour lequel les centres des atomes sont placés en position A, le plan supérieur peut être placé indistinctement en position B ou C, de manière à former un empilement compact (figure A1.1b). Ces deux empilements produisent, à ce stade, la même configuration. Prenons l'exemple d'un empilement de deux couches atomiques en position AB. Le troisième plan dense peut alors être placé en position A, donnant lieu à la séquence d'empilement ABA. L'addition de trois couches identiques sur ces trois premiers plans, ABABABA possède une symétrie hexagonale, et constitue l'empilement hexagonal compact hc (figure A1.2a). Si le troisième plan est placé en position C, la séquence d'empilement devient alors ABC. La répétition de cette séquence d'empilement, ABCABC, donne lieu à un empilement compact cubique, avec une maille cfc (figure A1.2b). Un défaut d'empilement correspond à une faute dans l'empilement compact de ces plans, soit par la soustraction (faute intrinsèque) ou l'addition (faute extrinsèque) d'un plan dense.

Dans le réseau cfc, une faute intrinsèque peut être décrite par la séquence ABCABCA \downarrow CABC. Ce défaut peut être produit par condensation de lacunes sur un plan (111) ou par le glissement le long d'un plan (111) d'une partie du cristal par rapport à l'autre, faisant passer les atomes de la position B, en position C (figure A1.3). Le déplacement relatif des deux parties du cristal peut être représenté par un vecteur $1/6\langle 112 \rangle$ appartenant au plan (111), et qui relie deux des positions A, B ou C. Une faute extrinsèque est caractérisée par la séquence ABCA \downarrow CBCABC. Cette faute peut être obtenue par condensation d'atomes interstitiels sur un plan (111), ou par la superposition de deux fautes intrinsèques sur deux plans consécutifs. La translation du cristal correspondante est l'opposée du vecteur définissant le défaut intrinsèque.

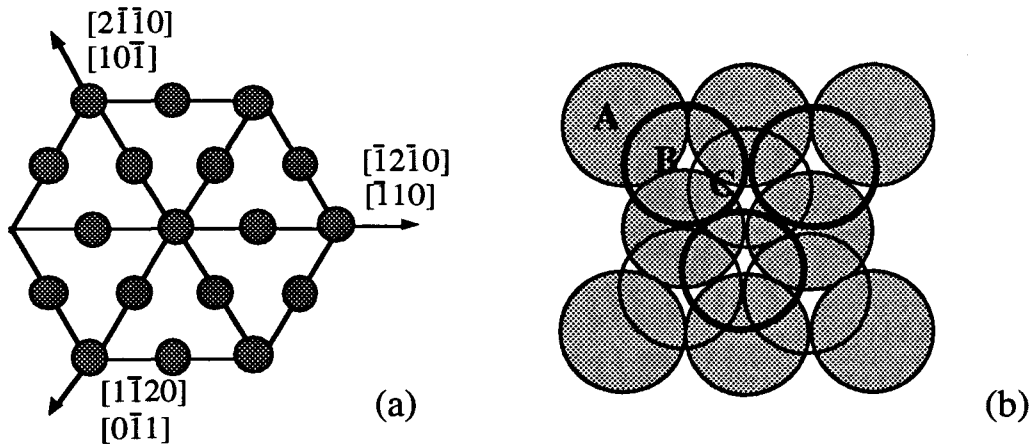


Figure A1.1 : (a) positions atomiques dans les plans compacts $\{111\}$ et (0001) des structures cfc et hc, (b) définition des positions atomiques A, B ou C dans ces deux structures.

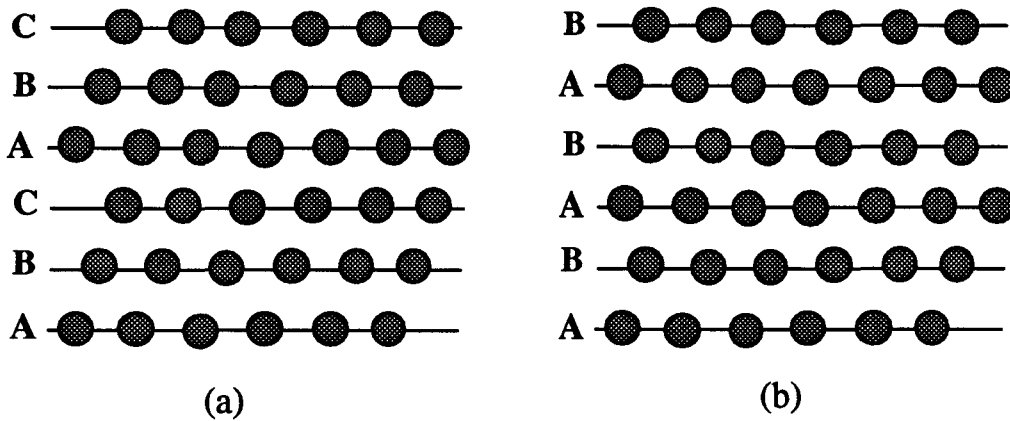


Figure A1.2: Empilement des plans denses (111) et (0001) dans les structures : (a) cfc, (b) hc. L'empilement des plans (111) dans la structure cfc est noté ABC, celui des plans (0001) dans la structure hc est noté ABAB.

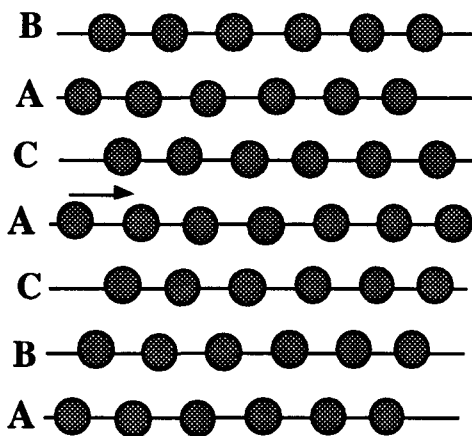


Figure A1.3: Faute d'empilement des plans (111) dans la structure cfc.

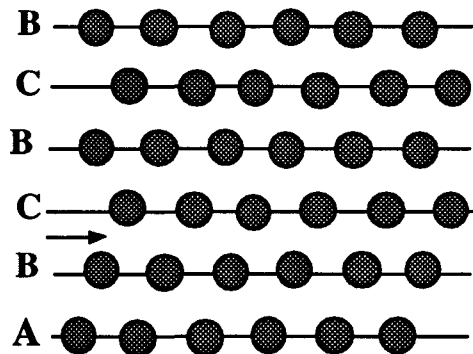


Figure A1.4: Faute d'empilement des plans (0001) dans la structure hc.

La répétition d'un défaut intrinsèque à chaque plan conduit à un cristal maclé : ABCABC | A | CBACB. La répétition de ce même défaut tous les deux plans conduit à la séquence d'empilement de la structure hc : ABCABC | ABABAB.

Le même type de défaut est rencontré dans la structure hc (figure A1.4). Une faute intrinsèque est caractérisée par un empilement du type ABAB[↓]CBCB, alors qu'une faute extrinsèque présente un empilement de deux plans identiques ABABA[↓]ABAB, généralement suivi par la réorganisation d'un des deux plans A, de manière à le transformer en un plan C, pour donner l'empilement ABABA[↓]CBAB.

Les plans (0001) ne peuvent constituer un plan de macle dans la structure hc, cependant, comme dans le cas de la structure cfc, la répétition de ce défaut tous les deux plans conduit à la séquence d'empilement de la structure cfc : ABABAB | CABACB.

Les défauts d'empilement sont généralement observés lors des études de plasticité, car ils sont créés par dissociation d'une dislocation parfaite de vecteur de Burgers $b = 1/2\langle 110 \rangle_{\text{cfc}}$ ou $b = 1/3\langle 11\bar{2}0 \rangle_{\text{hc}}$ ou en deux dislocations partielles de Shockley $b_s = 1/6\langle 112 \rangle_{\text{cfc}}$ ou $b_s = 1/3\langle 10\bar{1}0 \rangle_{\text{hc}}$. Ce phénomène de dissociation est fréquent dans les structures hc et cfc car l'énergie élastique des deux dislocations partielles est inférieure à l'énergie élastique de la dislocation parfaite. La distance entre les deux partielles est déterminée par l'équilibre des forces s'exerçant sur ces dislocations (force répulsive s'exerçant entre les deux partielles et force attractive due à la présence de la faute), et sera donc proportionnelle à $\mu b_s^2 / 8\pi\gamma$, avec b_s , le module du vecteur de Burgers de la partielle de Shockley et γ , l'énergie du défaut par unité de surface.

A1.2 - Défauts liés au caractère ordonné des structures L1₀ et DO₁₉.

On observe généralement dans les structures ordonnées, outre les fautes d'empilement, un certain nombre d'interfaces, qui constituent des défauts d'ordre créés au cours de la transition ordre-désordre. Ces défauts modifient l'environnement chimique des divers types d'atomes. Rappelons brièvement quelques propriétés des transitions ordre-désordre.

Pour certaines de ces transformations, dites isostructurales, la symétrie du système cristallin reste inchangée, comme c'est le cas de la transformation A₃→DO₁₉, qui résulte de la mise en ordre de la phase α . Si la transformation ordre-désordre donne lieu à un changement de symétrie cristalline, la transformation est dite néostructurale [Tanner et Leamy 1975]. La transformation A₁→L1₀ fait partie de ce second type de transformation.

A1.2.1 - Parois d'antiphase

Un premier type de défauts d'ordre, indifférent de la nature iso- ou néo-structurale de la mise en ordre, peut être observé dans les alliages ordonnés, sous certaines conditions de traitements thermiques : il s'agit des parois d'antiphase ou de translation. Le terme de paroi de translation résume parfaitement la relation entre ces domaines. Ces défauts résultent de la rencontre de petits

domaines ordonnés qui ont nucléés de manière indépendante dans la matrice désordonnée. La jonction de deux domaines peut présenter un déphasage. Prenons l'exemple de la structure $L1_0$. Dans cette structure, on définit deux types de sites, A et B. Dans un domaine, les atomes de titane choisissent les sites A et les atomes d'aluminium, les sites B, alors que dans le domaine voisin, les sites A sont occupés par des atomes d'aluminium et les sites B par des atomes de titane. La rencontre de ces deux domaines va introduire un déphasage p entre les deux structures.

Ce déphasage est un vecteur du réseau désordonné, le vecteur de translation, qui relie deux atomes de natures différentes. Dans la structure $L1_0$, ce déphasage est du type $p=a/2\langle\bar{1}01\rangle$, les autres vecteurs d'antiphase étant équivalents à une translation de réseau près (figure A1.5). Le même type de défaut d'ordre est observé dans la structure DO_{19} pour laquelle nous ne citerons en exemple que le vecteur le plus représentatif, $p=a/6\langle 11\bar{2}0\rangle$ (figure A1.6), situé dans le plan de base (0001).

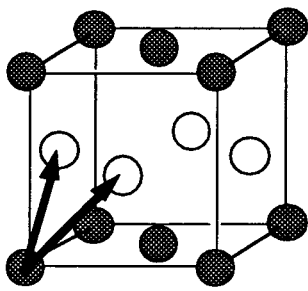


Figure A1.5 : Vecteurs d'antiphase dans la structure $L1_0$.

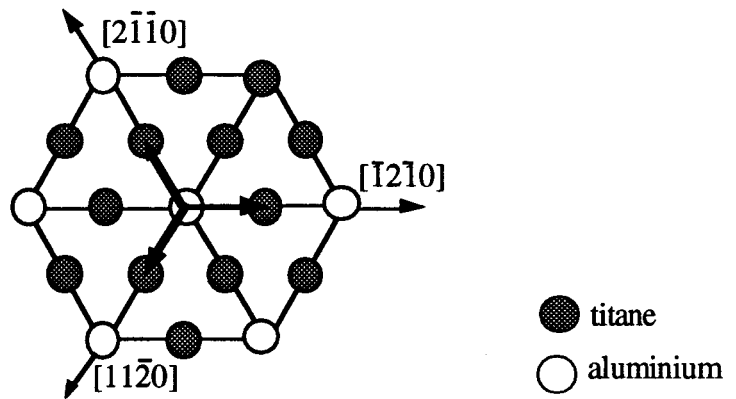


Figure A1.6 : Vecteurs d'antiphase dans le plan de base de la structure DO_{19} .

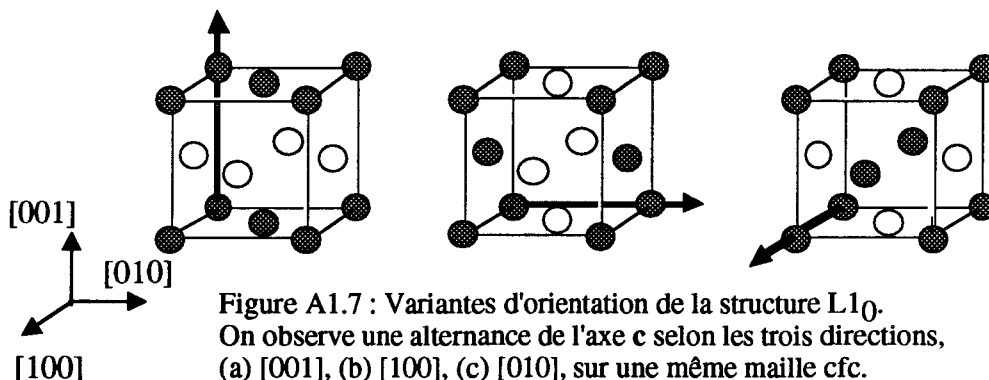
Nous avons défini ici la formation de parois d'antiphase thermiques, résultant de la rencontre de domaines ordonnés au cours de la mise en ordre. Les parois d'antiphase peuvent également être formées au cours de la déformation d'une structure ordonnée. La dissociation de superdislocations, par exemple, peut donner naissance à des parois d'antiphase [Hug 1988]. L'aspect des parois d'antiphase thermiques est généralement ondulé, alors que les parois d'antiphase produites par déformation sont confinées au plan de glissement des dislocations qui les bordent.

A1.2.2 - Parois de domaine d'ordre

La mise en ordre sur les sites atomiques d'une structure désordonnée est généralement accompagnée d'une distorsion du réseau. Dans les cas de transformation isostructurales, cette distorsion est isotrope, et la symétrie du réseau ordonné reste identique à la symétrie du réseau désordonné. Ainsi, le groupe d'espace de la structure DO_{19} est identique à celui de la structure désordonnée A_3 , de groupe $P6_3/mmc$, d'ordre 24. Les changements dimensionnels qui accompagnent la transformation $\alpha \rightarrow \alpha_2$ sont donc symétriques.

Par contre, ces distorsions sont anisotropes dans le cas des transformations néostructurales, et la symétrie de la phase ordonnée est d'ordre inférieur à celle de la phase désordonnée. Cette perte de symétrie se traduit par la fragmentation d'un monocristal désordonné en plusieurs domaines, appelés

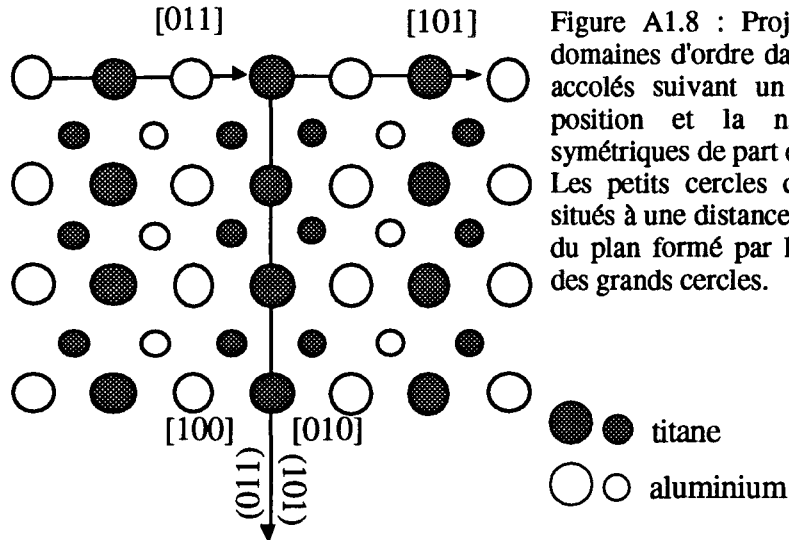
variantes d'orientation, dont le nombre dépend de la symétrie spécifique de la surstructure [Vanderschaeve 1984]. La transformation $A_1 \rightarrow L1_0$ donne lieu à la formation de trois variantes d'orientation, qui correspondent aux trois directions possibles de l'axe c dans un référentiel commun. Ces variantes sont présentées à la figure A1.7.



Par souci de simplicité, nous utiliserons désormais un référentiel propre à chaque variante, l'axe c étant toujours l'axe [001], et les deux axes a_1 et a_2 , les axes [100] et [010], respectivement. Les relations entre variantes (a), (b) et (c) peuvent donc être écrites $[001]_{(a)} // [100]_{(b)} // [010]_{(c)}$. Les variantes d'orientation seront généralement appelées dans ce mémoire domaines d'ordre, qui est une traduction littérale du terme utilisé dans les études de la structure lamellaire [Feng 1989, 1990, Yang et Wu 1990, 1991, 1992, Yamaguchi et Umakoshi 1990]. Remarquons que dans le cas des alliages "monophasés" de phase γ (>50% d'Al), on n'observe pas de variantes d'orientation, car la structure s'ordonne dès la solidification. La présence de ces variantes est donc l'indication de la transformation d'une phase de plus grande symétrie en une structure quadratique $L1_0$. Cette particularité revêt un caractère particulièrement important dans l'étude des transformations de phase des alliages biphasés à base de TiAl.

Les interfaces créées entre ces domaines seront appelées parois d'orientation ou parois de domaine d'ordre. Dans certains cas particuliers, ces interfaces sont également appelées parois de macle d'ordre [Tanner 1968, Tanner et Ashby 1969, Tanner et Leamy 1974, Vanderschaeve 1981]. Dans la plupart des composés présentant la formation de variantes d'orientation, en effet, l'interface entre deux variantes est généralement plane et présente une orientation cristallographique répondant aux conditions d'énergie minimum. Dans le composé CuAu de structure $L1_0$, deux domaines sont accolés suivant leur plan commun {101}. Comme l'indique la figure A1.8, les positions et la nature des atomes sont symétriques de part et d'autre de cette interface.

L'opération de symétrie qui fait passer de l'une à l'autre variante est soit une symétrie par rapport au plan {101} commun, soit une rotation de $\pi/2$ autour de l'axe du type $\langle 010 \rangle$ commun aux deux variantes [Vanderschaeve 1981].



Si l'on tient compte de la légère déformation du réseau, ces deux opérations ne sont plus équivalentes, comme le montre la figure A1.9. Dans le premier cas (figure A1.9a), les plans $\{001\}$ subissent une légère rotation de part et d'autre du plan commun $\{101\}$, alors que dans le second cas (figure A1.9b), les plans $\{001\}$ ne subissent aucune désorientation, et restent parallèles aux plans de la structure désordonnée.

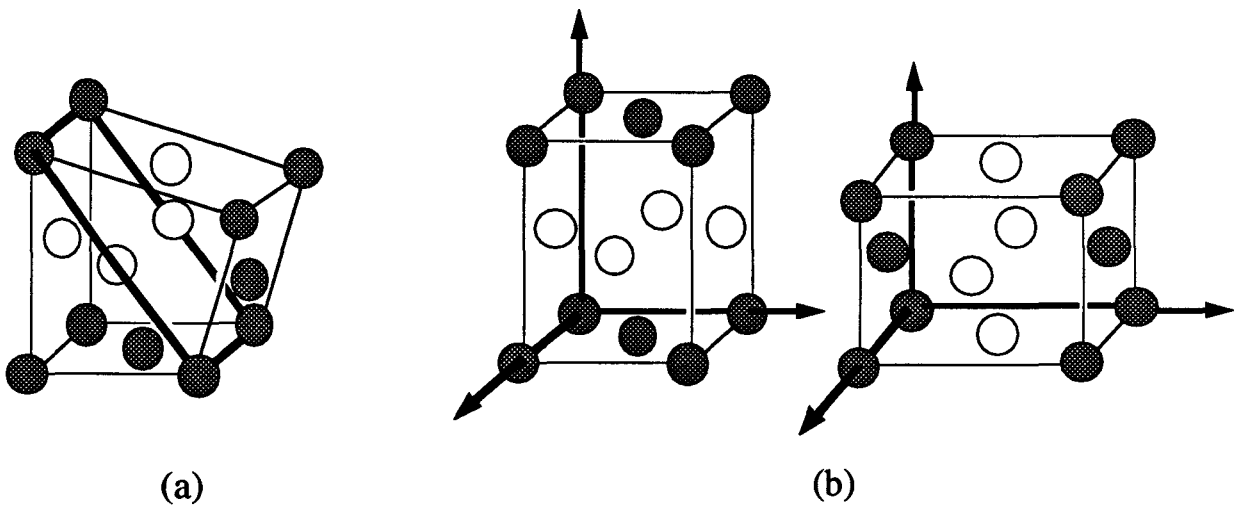


Figure A1.9 : Les deux opérations de symétrie, (a) réflexion et (b) rotation, ne sont plus équivalentes lorsque l'on tient compte de la quadraticité de la maille.

A1.2.3 - Fautes d'empilement complexes

Dans une structure ordonnée, la création d'une faute d'empilement peut donner lieu, suivant certaines directions de translation, à une modification de l'environnement chimique des atomes. C'est ce qu'on appelle une faute d'empilement complexe. Dans la structure $L1_0$ par exemple (figure A1.10 a), un déplacement du type $a/6\langle\bar{2}11\rangle$ dans le plan (111) modifie l'entourage chimique, en premiers voisins, de chaque atome situé au niveau de l'interface. Un déplacement du type $a/6\langle 11\bar{2}\rangle$ ne crée pas de faute chimique. On parle dans ce cas de faute d'empilement du super-réseau [Hug

1988].

Dans la structure DO_{19} , on distingue les fautes d'empilement du type $a/6\langle 10\bar{1}0 \rangle$, qui sont des fautes complexes, aux fautes d'empilement du type $a/3\langle 10\bar{1}0 \rangle$ qui ne créent pas de modification de l'entourage chimique (figure A1.10 b).

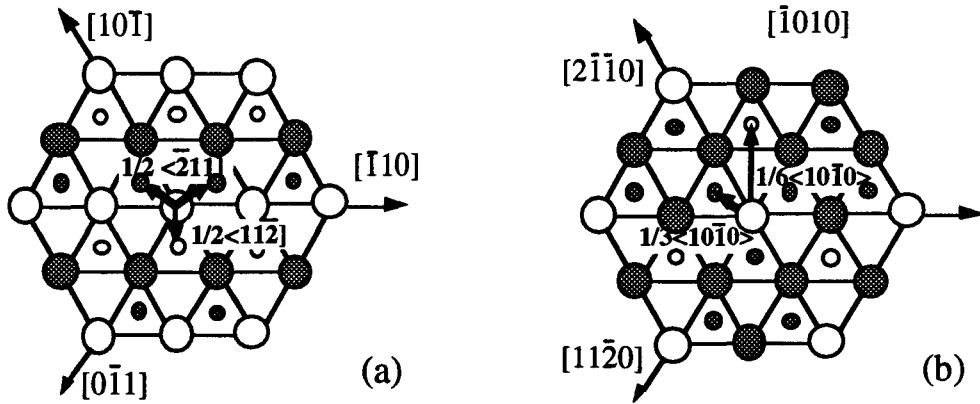


Figure A1.10 : Projection de (a) la structure $L1_0$ suivant (111), et (b) DO_{19} suivant (0001). On remarque clairement la distinction entre les fautes d'empilement complexes, et les fautes d'empilement du super-réseau.

A1.3 - Théorie des contrastes appliquée aux défauts plans: **cas particulier des phases γ et α_2**

Sans entrer dans le détail de la théorie du contraste en MET, nous voulons ici présenter les contrastes caractéristiques des défauts plans, afin de pouvoir tirer le maximum de renseignements de nos observations. L'origine des différents facteurs utilisés dans cette annexe ne peut être explicitée dans sa totalité. Le lecteur pourra se référer à l'ouvrage publié par Edington [1975].

Les défauts plans sont caractérisés par un vecteur de déplacement R d'une partie du cristal par rapport au cristal non fauté. Ce défaut introduit un facteur de phase $\alpha = 2\pi \mathbf{g} \cdot \mathbf{R}$ entre le faisceau transmis et le faisceau diffracté, \mathbf{g} étant la réflexion utilisée dans l'image en deux ondes. Le contraste du défaut dépend donc de la valeur $\mathbf{g} \cdot \mathbf{R}$.

Pour $\mathbf{g} \cdot \mathbf{R} = 0$, le facteur de phase devient nul et le défaut est invisible. Ce critère d'invisibilité permet la détermination du vecteur R . Cette détermination est effectuée en utilisant deux réflexions opératives \mathbf{g} pour lesquelles le défaut est invisible. R sera ainsi la direction commune aux deux plans réflecteurs.

Lorsque $\mathbf{g} \cdot \mathbf{R} \neq 0$, le contraste du défaut plan est caractérisé par un système de franges alternées blanches et noires, parallèles à l'intersection entre le plan du défaut et la surface de la lame. L'étude de ce contraste permet d'obtenir certaines informations supplémentaires sur le type et les caractéristiques du défaut observé.

A1.3.1 - Images caractéristiques des fautes d'empilement

Les fautes d'empilement sont étudiées en utilisant des valeurs de α égales à 0, $\pm 2\pi/3$, $\pm 4\pi/3$ et $\pm 2\pi$.

Lorsque $\alpha=0$ ou $\pm 2\pi$, le défaut est invisible. Lorsque $\alpha= \pm 2\pi/3$ ou $\pm 4\pi/3$, l'image du défaut est constituée, en champ clair, d'une alternance de franges blanches et noires parallèles. Les franges externes sont toutes deux blanches ou noires, de sorte que l'image est symétrique par rapport au centre de la lame. L'image en champ sombre montre elle aussi une série de franges alternées, mais le contraste des franges externes est assymétrique.

L'étude du contraste des fautes d'empilement sous $\alpha=\pm 2\pi/3$ ou $\pm 4\pi/3$ permet notamment la détermination du caractère extrinsèque ou intrinsèque des fautes d'empilement dans les structures basées sur le réseau cfc ou hc. Nous présenterons brièvement les méthodes qui permettent ces déterminations.

A1.3.1.1 - Cas des structures basées sur le réseau cfc

Il existe plusieurs méthodes permettant de déterminer la nature extrinsèque ou intrinsèque du défaut. Nous ne présenterons ici que la méthode la plus simple, utilisée au cours de l'étude des défauts observés lors des transformations de phase.

De manière pratique, le contraste du défaut est maximisé lorsque l'écart à la position de Bragg est nul, c'est à dire pour $s=0$, et $w= s.\epsilon_g=0$, ϵ_g étant la distance d'extinction relative au défaut. L'analyse du caractère extrinsèque ou intrinsèque du défaut est la suivante. Elle utilise une image en champ clair et une image en champ sombre pour la même valeur de g telle que $\alpha=\pm 2\pi/3$ ou $\pm 4\pi/3$. L'origine du vecteur g est tracé au centre de la faute sur le positif de l'image en champ sombre (en tenant compte, bien entendu, des rotations de la lentille entre le diagramme de diffraction et l'image). Pour les réflexions opératives 200, 222 et 440, g pointe vers la frange extérieure claire, si la faute est intrinsèque, et en sens opposé si la faute est extrinsèque. Si la réflexion opérative est 400, 111, ou 220, l'inverse est à considérer.

A1.3.1.2 - Cas des structures basées sur le réseau hc

Les mêmes contrastes peuvent être observés dans la structure hc. Le caractère intrinsèque ou extrinsèque du défaut d'empilement peut être déterminé sur les même bases que celles utilisées dans le cas de la structure cfc. De manière pratique, l'origine du vecteur g tel que $\alpha=\pm 2\pi/3$ est tracé au centre de la faute sur le positif de l'image en champ sombre (en tenant compte, bien entendu, des rotations de la lentille entre le diagramme de diffraction et l'image). Pour la réflexion opérative $20\bar{2}0$, g pointe vers la frange extérieure sombre si la faute est intrinsèque.

A1.3.2 - Images caractéristiques des défauts d'ordre

A1.3.2.1 - Parois d'antiphase

Les parois d'antiphase présentent un cas spécial de parois, avec $\alpha=\pi$, et possèdent des images caractéristiques. Le facteur de phase α est dû à un changement de la valeur des facteurs atomiques au travers de la paroi, correspondant au changement dans la séquence d'ordre de part et d'autre de cette paroi.

Appelons P le vecteur de translation du réseau de part et d'autre de la paroi d'antiphase. P est une translation du réseau désordonné. Par conséquent, $g.P = 0, 1, 2$ pour les réflexions fondamentales et $\alpha = 0, 2\pi, 4\pi, \dots$. La paroi d'antiphase est donc toujours invisible pour les réflexions fondamentales.

Pour les réflexions de surstructure, $g.P$ prend des valeurs égales à $0, 1/2, \dots$, et $\alpha = 0, \pi, 3\pi, \dots$. L'image de franges apparaît donc pour $\alpha=\pi$. Cette image consiste, comme dans le cas des fautes d'empilement, en une alternance de franges blanches et noires parallèles à l'intersection du plan du défaut avec la surface de la lame. Les caractéristiques de cette images sont également obtenues dans les conditions à deux ondes, avec $w=0$. Cependant, à la différence des images caractéristiques des fautes d'empilement, les images réalisées en deux ondes sont symétriques par rapport au centre de la lame en champ clair comme en champ sombre. De plus, les images en champ clair et en champ sombre sont opposées, c'est à dire que si les franges externes sont noires en champ clair, elles apparaîtront blanches en champs noir, et inversement. La nature de ces franges externes est déterminée par l'épaisseur de matière traversée par le faisceau d'électrons.

A1.3.2.2 - Parois de domaines d'ordre

Le contraste des parois de domaines d'ordre a été étudié par Boulesteix, Van Landuyt et Amelinckx [1976], et Vanderschaeve [1981]. Nous présentons ici brièvement le résultat des considérations théoriques présentées par ces auteurs, en l'appliquant à la structure $L1_0$, qui présente de grande similitudes cristallographiques avec les alliages de structure DO_{22} étudiés par Vanderschaeve.

Dans la structure $L1_0$, deux variantes d'orientation ne possèdent pas de réflexion de surstructure commune. Dès lors, l'une des variantes se comporte vis à vis des électrons comme le vide si une telle réflexion est utilisée pour imager l'interface. Si l'interface est inclinée, on obtient donc un contraste similaire à celui d'une lame mince en biseau, constituée de franges d'égale épaisseur.

Si la réflexion qui participe à la formation de l'image est une réflexion fondamentale, le contraste sera dû à la faible différence Δg entre les deux vecteurs de diffraction de part et d'autre de l'interface. Le contraste observé sera fonction de l'opération de symétrie qui relie les deux variantes.

Dans le cas d'une symétrie par rapport à un plan, le vecteur Δg est perpendiculaire au plan de macle. Si la macle est cohérente, l'interface est parallèle au plan miroir. Elle est alors imagée par un système de franges δ , asymétrique en champ clair, et pseudo-symétrique en champ sombre. Si la macle n'est pas cohérente, Δg a une composante parallèle à l'interface, et il se superpose alors aux franges un système de franges de moiré. En outre, le contraste est absent pour les plans réflecteurs en zone avec l'axe $\{101\}$ du réseau direct appartenant au plan de macle.

Dans le cas d'une symétrie de rotation, Δg est perpendiculaire à l'axe de rotation. Il n'est jamais nul. Si la paroi est perpendiculaire à l'axe de rotation, Δg lui est parallèle, et l'interface est alors imagée par un système de franges de moiré. Si elle lui est parallèle, Δg a généralement une composante parallèle, et une composante perpendiculaire à l'axe de rotation, qui donnent lieu à une superposition de franges δ et de franges de moiré.

Un autre critère de distinction proposé par Boulesteix, Van Landuyt et Amelinckx [1976] consiste à regarder dans le réseau direct les lignes de Kikuchi de part et d'autre de l'interface, lorsque celle-ci est parallèle au faisceau d'électrons. Si ces lignes sont parallèles de chaque côté de l'interface, la symétrie qui relie les deux variantes est une symétrie de rotation, si ces lignes sont symétriques, la symétrie qui relie les deux variantes est une symétrie de réflexion.

A1.3.3 - Application aux phases γ et α_2

A1.3.3.1 - Phase γ

- Fautes d'empilement

La caractérisation des défauts d'empilement dans la structure γ est basée sur le cas bien connu de la structure cfc désordonnée.

- La valeur du vecteur de déplacement des plans compacts (111) par addition ou soustraction d'un de ces plans est $R_f = 1/3[111]$ (le même défaut peut également être caractérisé par le déplacement $1/6[112]$). Cependant, ces deux vecteurs sont équivalents modulo une translation du réseau). La faute sera donc invisible en utilisant les réflexions g du type 110, 202, et 022, telles que $g \cdot R_f = 0$.

- La nature extrinsèque ou intrinsèque des défauts d'empilement est indépendante du caractère simple ou complexe de la faute et peut être étudiée à l'aide des réflexions g fondamentales telles que $\alpha = 2\pi g \cdot R_f = \pm 2\pi/3$ ou $\pm 4\pi/3$.

- En outre, comme l'indique le tableau A1.1, si des réflexions de surstructure sont utilisées, il est alors possible de mettre en évidence la caractère simple (faute d'empilement du super-réseau) ou complexe de la faute.

Tableau A1.1 : Calcul des des valeurs $\alpha = 2\pi g \cdot R$ pour les divers types de défauts possibles de la structure $L1_0$ (SF : faute d'empilement, CSF : faute d'empilement complexe, APB : paroi d'antiphase)

R/g	111	110	1 $\bar{1}$ 0	001	202	220	002	200	
$1/6\langle 11\bar{2} \rangle$	0	$2\pi/3$	0	$2\pi/3$	$-2\pi/3$	$4\pi/3$	$-4\pi/3$	$2\pi/3$	SF
$1/6\langle 1\bar{2}1 \rangle$	0	$-\pi/3$	π	$\pi/3$	$4\pi/3$	$-2\pi/3$	$2\pi/3$	$2\pi/3$	CSF
$1/2[101]$	0	π	π	π	0	2π	2π	2π	APB

La figure A1.11 nous montre une faute d'empilement du super-réseau dans la structure γ_m (cf § III.4.2.1.1.), présentant un contraste symétrique en champ clair et asymétrique en champ sombre sous $g=110$. La figure A1.12 met en évidence la caractère intrinsèque du défaut, étudié sous $g=002$.

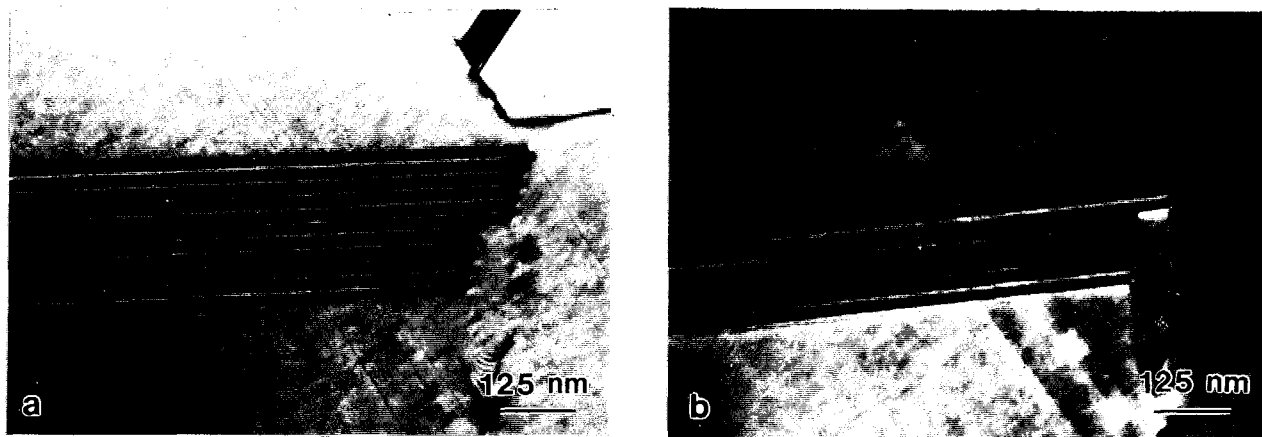


Figure A1.11 : Image (a) en champ clair, (b) en champ sombre des fautes d'empilement de la structure γ_m , avec $g=110$. Ce contraste est caractéristique des fautes d'empilement du super-réseau.

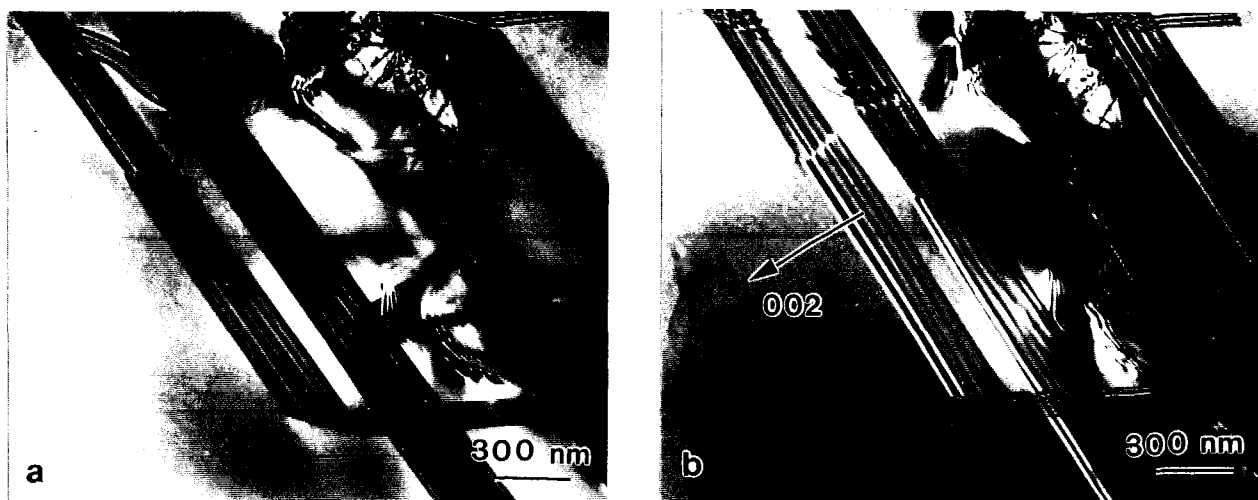


Figure A1.12 : Image (a) en champ clair, (b) en champ sombre des fautes d'empilement de la structure γ_m , sous $g=002$, précisant le caractère intrinsèque de la faute. Le vecteur g pointe vers la frange extérieure claire (cf Edington [1975]).

- Défauts d'ordre

- Parois d'antiphase

Le vecteur de translation des parois d'antiphase de la phase γ est du type $1/2\langle 101 \rangle$. Les autres vecteurs d'antiphase, tels que $1/2\langle 121 \rangle$ lui sont équivalents, à une translation du réseau près. La vérification de la direction de ce vecteur de translation dans la structure $L1_0$ s'effectue d'une manière particulière dans la mesure où il n'existe pas de réflexion de surstructure telle que le critère d'invisibilité $g \cdot P$ soit vérifié. Par conséquent, cette vérification est effectuée en utilisant le contraste $\alpha = \pi$ pour deux réflexions de surstructures (usuellement 001 et 110). C'est ce que montre la figure A1.13.

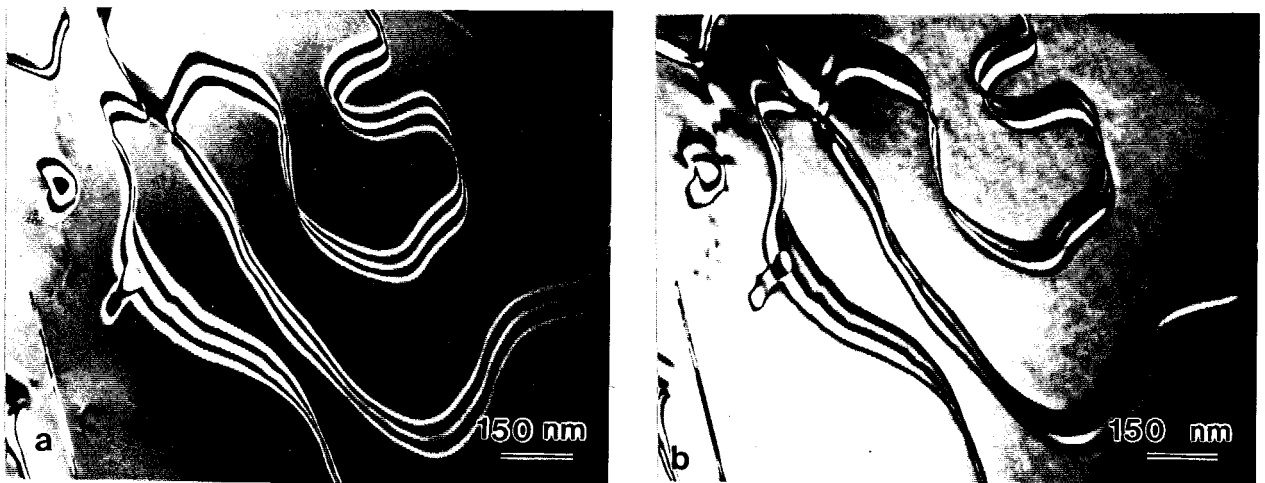


Figure A1.13: (a) champ clair, (b) champ sombre, avec $g = 001$, des parois d'antiphase dans la structure γ_m . Les parois sont symétriques en champ sombre comme en champ clair, ce qui traduit un vecteur de translation du type $a/2\langle 101 \rangle$

- Parois de domaines d'ordre

La théorie du contraste présentée au §A1.3.2.2 est difficilement applicable au cas des parois de domaines d'ordre dans la phase γ lamellaire. En effet, ces parois ne sont généralement pas planes et contiennent un certain nombre de dislocations qui rendent compliquée l'étude de leur contraste. La déformation n'est en outre pas détectable sur les clichés de diffraction, les réflexions fondamentales des deux domaines étant superposées. De par leur aspect, les interfaces entre les domaines d'ordre ne sont de toute évidence pas cohérentes. En outre, Inui, Oh, Nakamura et Yamaguchi [1993] ont récemment montré que les axes du type $\langle 110 \rangle$ des deux domaines présentent un angle d'environ $0,4^\circ$. Un tel angle correspond à l'angle entre les deux directions $\langle 110 \rangle$ et $\langle 101 \rangle$ dans la phase γ . Nous en déduisons donc que les axes $\langle 100 \rangle$ de chaque domaine d'ordre sont parallèles. La symétrie qui relie les deux variantes est donc probablement une rotation de $\pi/2$ autour d'un des trois axes $\langle 100 \rangle$.

A1.3.3.2 - Phase α_2

- Fautes d'empilement

La détermination du vecteur de déplacement de la faute est basé sur les résultats du tableau A1.3 [Ehrhart 1989]. On peut remarquer que les contrastes sont différents, selon que la faute est simple ou complexe.

Les fautes d'empilement observées dans un alliage $Ti_{54}Al_{46}$ refroidi de 1400 à $1250^\circ C$, puis maintenu 10 mn avant une trempe huile sont invisibles sous $g = 11\bar{2}0$, ce qui indique que ces fautes sont des fautes d'empilement du super-réseau, qui ne produisent aucune faute d'ordre chimique. En outre, lorsque la réflexion utilisée est du type $20\bar{2}1$, ces fautes sont symétriques en champ clair et asymétriques en champ sombre (figure A1.14).

- Défauts d'ordre: parois d'antiphase

Les vecteurs de translation dans les plans de base de la structure DO_{19} de la phase α_2 sont du type $1/6\langle 11\bar{2}0 \rangle$. Ces parois sont invisibles sous $g = 0001$. La figure A1.15 présente une étude des vecteurs de translation sous $g = 10\bar{1}1$.

Tableau A1.2 : Calcul des des valeurs $\alpha = 2\pi g \cdot R$ pour les divers types de défauts possibles de la structure DO_{19} (SF : faute d'empilement du super réseau, CSF : faute d'empilement complexe, APB: paroi d'antiphase).

R/g	0001	$1\bar{2}1X$	$11\bar{2}X$	$2\bar{1}X$	$0\bar{1}1X$	$1\bar{1}0X$	$\bar{1}01X$	
$1/6\langle 10\bar{1}0 \rangle$	0	0	$-\pi$	$-\pi$	$\pi/3$	$-\pi/3$	$2\pi/3$	CSF
$1/3\langle 10\bar{1}0 \rangle$	0	0	-2π	-2π	$2\pi/3$	$-2\pi/3$	$4\pi/3$	SF
$1/6\langle 11\bar{2}0 \rangle$	0	$-\pi$	2π	π	$-\pi$	0	$-\pi$	APB

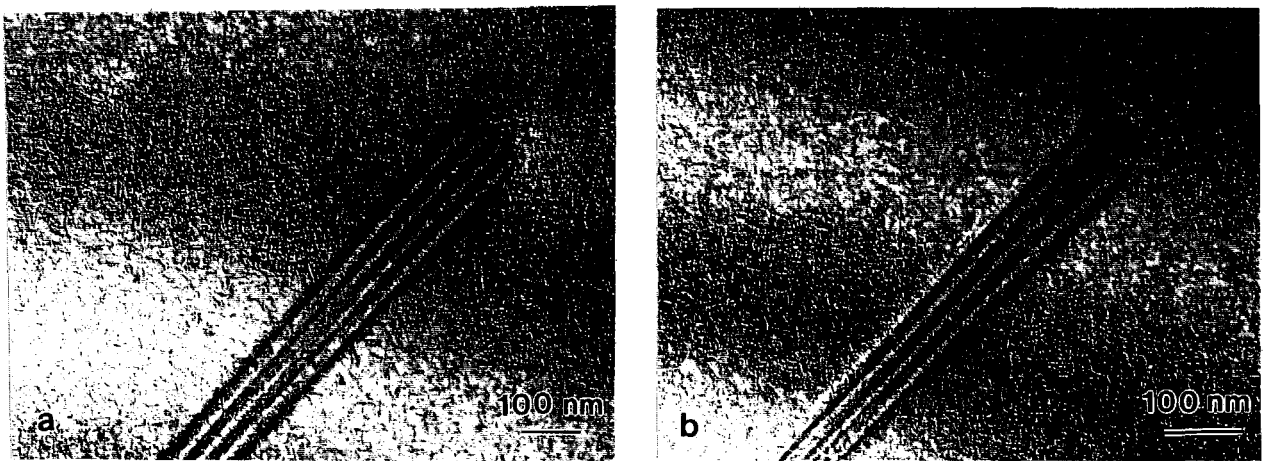


Figure A1.14 : (a) champ clair, (b) champ sombre sous $g = 20\bar{2}1$, d'une faute d'empilement dans la matrice α_2 .

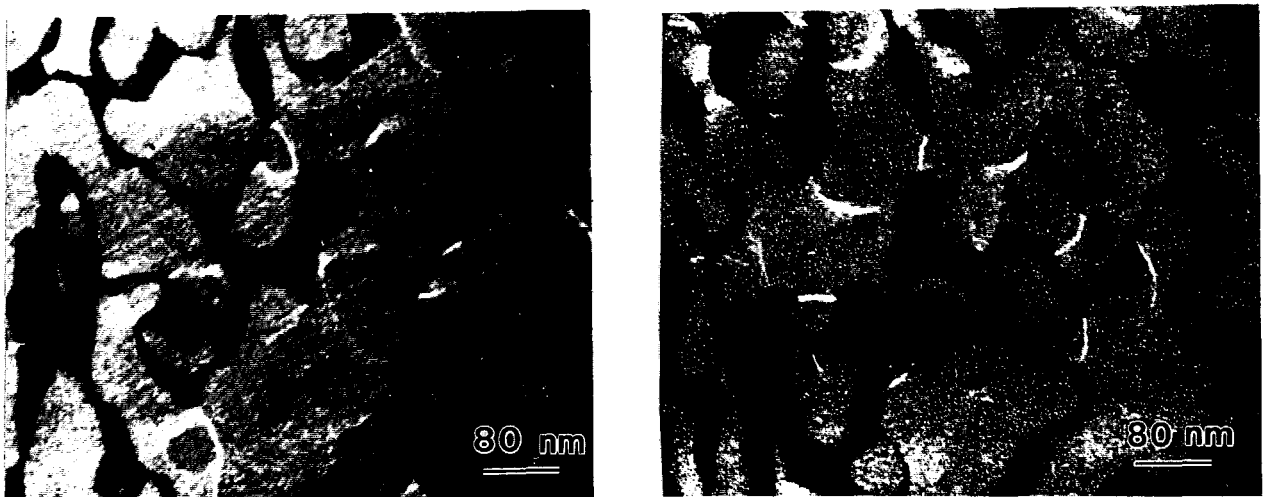


Figure A1.15 : Etude du vecteur de parois d'antiphase dans la phase α_2 . Les réflexions utilisées sont du type $10\bar{1}1$.

- Annexe 2 -

Résultats des analyses par sonde atomique

Nous nous permettons de présenter les résultats des analyses par sonde atomique réalisées par A. Huguet et A. Menand. Ces analyses ont été effectuées dans le cadre d'une collaboration entre l'ONERA et le laboratoire de microscopie ionique de l'université de Rouen. Le but de cette collaboration résidait notamment en la détermination de la force motrice de la croissance discontinue et l'évaluation de la concentration de chaque phase en oxygène (cf § V.1.1.1). L'ensemble des résultats issus de ces analyses permet cependant d'appuyer chacun des mécanismes de transformations de phase. C'est pourquoi nous présentons dans cette annexe une synthèse des résultats de l'ensemble de ces analyses. Pour de plus amples informations sur la technique comme sur les résultats présentés succinctement dans cette annexe, il est nécessaire de se référer au travail complet présenté par Anne Huguet [Huguet 1994].

Les compositions et les états microstructuraux des échantillons analysés sont les suivants :

- Ti₅₄Al₄₆ et Ti₅₂Al₄₈ à l'état brut d'élaboration,
- Ti₅₄Al₄₆, traité 168 heures à 1000°C,
- Ti₅₄Al₄₆, trempé à partir de 1400°C,
- Ti₅₄Al₄₆, trempé à partir de 1400°C et maintenu 1 heure à 1000°C,
- Ti₅₄Al₄₆, trempé à partir de 1400°C et maintenu 168 heures à 1000°C.

L'analyse des états bruts d'élaboration est destinée à l'étude de faisabilité ainsi qu'à l'étude de la répartition de l'oxygène entre les deux phases α_2 et γ . L'analyse des états traités est destinée à l'étude du phénomène de croissance discontinue. Les résultats obtenus par cette technique seront utiles à la détermination des mécanismes relatifs aux différentes transformations de phase.

La quantification de l'oxygène dans chacune des phases est a priori difficile à effectuer, car les alliages étudiés contiennent une quantité considérable de titane, ce qui rend le dosage de l'oxygène particulièrement délicat [Denquin, Naka, Huguet, Menand, 1992]. Cependant, une étude de la répartition des isotopes du titane a montré que l'oxygène est principalement, sinon totalement, détecté sous la forme des ions moléculaires (TiO)²⁺ et TiO⁺, rendant ainsi possible l'analyse quantitative de la concentration en oxygène dans chacune des phases. Les atomes de carbone quant à eux sont détectés sous la forme d'ions C⁺ ou C²⁺.

La vérification des analyses effectuées par sonde atomique se fait par la comparaison de la valeur de fraction volumique de la phase α_2 calculée à partir des résultats des analyses, et la valeur évaluée, pour le même état, par analyse d'image.

La fraction atomique de la phase α_2 , f_{α_2} , est donnée par : $C_{n(x)} = C_{\alpha_2(x)} f_{\alpha_2} + C_{\gamma(x)} f_{\gamma}$, d'où $f_{\alpha_2} = C_{n(x)} - C_{\gamma(x)} / C_{\alpha_2(x)} - C_{\gamma(x)}$. $C_{n(x)}$ est la concentration nominale de l'élément x dans l'alliage. $C_{\alpha_2(x)}$ est la concentration de l'élément x dans la phase α_2 , et $C_{\gamma(x)}$ est la concentration de l'élément x dans la phase γ . f_{α_2} et f_{γ} sont les fractions volumiques des phases α_2 et γ , respectivement. C'est l'oxygène qui constitue généralement l'élément x.

La fraction volumique de la phase α_2 peut être obtenue expérimentalement par analyse d'image.

L'évaluation de cette fraction volumique est réalisée, dans la structure lamellaire primaire, à partir de plusieurs champs sombres sur la phase α_2 . Dans un grain lamellaire, il n'existe qu'une orientation unique de lamelles, qui peuvent être considérée comme continues dans tout le volume du grain. La fraction volumique est donc équivalente à la fraction surfacique mesurée à partir des images en champ sombre au MET. Précisons que lors de cette étude, nous avons veillé à ce que les parois entre lamelles soient strictement parallèles au faisceau d'électrons. De cette manière, nous avons minimisé les erreurs de mesure dans l'épaisseur des lamelles α_2 , qui auraient tendu à avantager les valeurs de fraction volumique. Dans les cas particuliers pour lesquels la microstructure considérée n'est plus lamellaire mais beaucoup moins régulière, cette méthode d'évaluation de la fraction volumique se fait à une échelle trop petite pour permettre l'obtention d'une valeur globale de la fraction volumique recherchée. C'est pourquoi nous avons dans ce cas utilisé la technique de l'analyse d'images, en électrons rétrodiffusés, par MEB (cf § II. 2.3.3).

Puisque le volume occupé par un atome (Ti ou Al) dans la maille unitaire est à peu près équivalent pour les deux phases α_2 et γ , les fractions atomiques obtenues à partir des résultats des analyses pourront être directement comparées aux fractions volumiques mesurées par l'analyse d'image.

Un bref rappel des compositions nominales des alliages analysés est présenté avant les résultats de ces analyses.

A2.1 - Compositions nominales des alliages analysés

Les compositions nominales des deux alliages, $\text{Ti}_{54}\text{Al}_{46}$ et $\text{Ti}_{52}\text{Al}_{48}$, analysés par sonde atomique sont issus des analyses chimiques réalisées à l'ONERA. Ces résultats, convertis en % atomiques, sont présentés au tableau A2.1.

Tableau A2.1 : Compositions nominales des deux alliages $\text{Ti}_{54}\text{Al}_{46}$ et $\text{Ti}_{52}\text{Al}_{48}$ analysés en sonde atomique, déterminées par analyse chimique. Les résultats sont donnés en % et ppm atomiques.

	$\text{Ti}_{54}\text{Al}_{46}$	$\text{Ti}_{52}\text{Al}_{48}$
Aluminium	46±0,4 %	47,9±0,4 %
Titane	53,7±0,4 %	51,8±0,4 %
Oxygène	2505±250 ppm	2290±230 ppm
Carbone	480±30 ppm	560±30 ppm

A2.2 - Résultats des analyses

A2.2.1 - Composition des phases α_2 et γ dans la structure lamellaire des états bruts d'élaboration

Le tableau A2.2 présente les résultats des analyses de chacune des phases de la structure lamellaire à l'état brut d'élaboration.

Tableau A2.2 : Composition des deux phases dans la structure lamellaire de l'état brut d'élaboration.

	Ti ₅₄ Al ₄₆		Ti ₅₂ Al ₄₈	
	α_2	γ	α_2	γ
Titane	59,20±0,4 %	51,20±0,3 %	64,10±0,5 %	50,90±0,2 %
Aluminium	40±0,4 %	48,7±0,3 %	34,70±0,5 %	49,10±0,2%
Oxygène	8140±700 ppm	220±100 ppm	19420±1590 ppm	220±60 ppm
Carbone	660±200 ppm	300±120 ppm	1010±360 ppm	320±70 ppm

Les fractions volumiques de phase α_2 déterminées à partir des concentrations de chaque phase en oxygène et en carbone peuvent être comparées aux fractions volumiques déterminées par analyse d'image. Les résultats sont présentés au tableau A2.3.

F _v α_2	Ti ₅₄ Al ₄₆	Ti ₅₂ Al ₄₈
O	29 %	10 %
C	55 ± 20 %	20 ± 14 %
MET	30 ± 5 %	10 ± 5 %

Tableau A2.3 : Valeurs des fractions volumiques de phase α_2 , déterminées à partir des concentrations de chaque phase en oxygène (O) et en carbone (C) issues des analyses de sonde atomique, et en MET, par analyse d'images.

Nous voyons notamment que les fractions volumiques calculées à partir des concentrations en carbone de chaque phase diffèrent des résultats obtenus par analyse d'image, ou à partir des concentrations en oxygène de chaque phase. Ceci suggère que les concentrations en carbone sont sous estimées, ce qui peut provenir de deux possibilités: (1) une partie des ions carbone sont détectés sous la forme d'ions moléculaires et sont masqués par d'autres pics (C²⁺ dans Ti²⁺ par exemple), (2) une fraction des atomes de carbone peut être distribuée de manière hétérogène dans le matériau. La seconde explication paraît être plus plausible, car un enrichissement de carbone aux interfaces α_2/γ a pu être détecté (figure A2.1). Dans ce qui suit, les valeurs de fractions volumiques évalués à partir des résultats de sonde atomique seront calculées à partir de la concentration en aluminium ou en oxygène, et non plus en carbone.

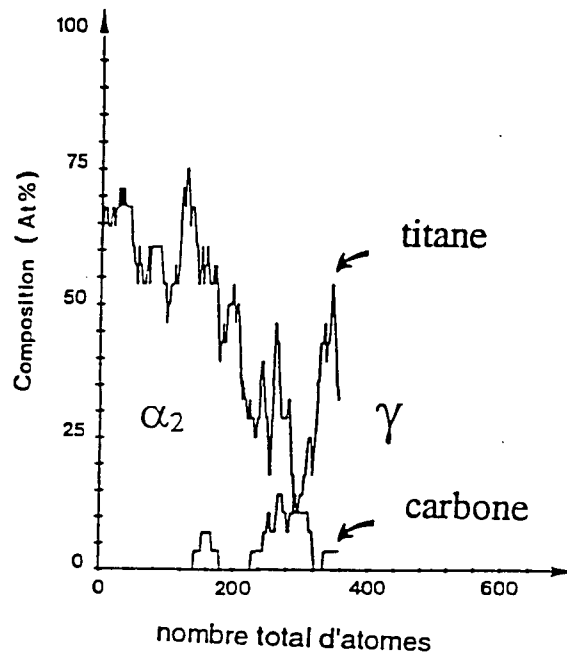


Figure A2.1 : Profils de concentration du carbone et du titane au travers des interfaces α_2/γ .

A2.2.2 - Evolution de la composition des deux phases de la structure lamellaire au cours d'un maintien de stabilisation

Le tableau A2.4 présente l'évolution de la composition des deux phases de la structure lamellaire au cours d'un maintien de stabilisation de 168 heures à 1000°C.

Tableau A2.4: Evolution de la structure lamellaire primaire lors d'un maintien de 168 heures à 1000°C. Les valeurs de fractions volumiques présentées sont issues des résultats d'analyse (SA), ou évaluées à partir de l'analyse d'image en microscopie électronique (MET).

	Ti ₅₄ Al ₄₆ (brut)		Ti ₅₄ Al ₄₆ (1000°C, 168 h)	
	α_2	γ	α_2	γ
Titane	59,20±0,4 %	51,20±0,3 %	63,40±0,3 %	50,20±0,4 %
Aluminium	40±0,4 %	48,7±0,3 %	35,20±0,3 %	49,7±0,4 %
Oxygène	8140±700 ppm	220±100 ppm	12660±780 ppm	120±80 ppm
Carbone	660±200 ppm	300±120 ppm	1180±240 ppm	270±120 ppm
F _v α_2 (SA)	30 %		20 %	
F _v α_2 (ME)	30± 5 %		18± 5 %	

Les compositions de chacune des phases à l'état brut d'élaboration en éléments de substitution sont différentes de celles prévues par le diagramme d'équilibre proposé par McCullough, Valencia, Levi et Mehrabian [1989], que nous avons pris comme référence lors de cette étude. Un maintien en température donne lieu à une redistribution des éléments dans chaque phase et une modification des valeurs de fractions volumiques qui tendent ainsi à se rapprocher des compositions et des fractions volumiques données par le diagramme d'équilibre pour cette température.

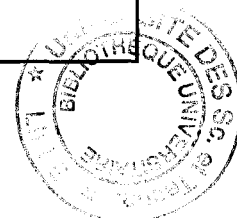
A2.2.3 - Etude de la croissance discontinue

A l'origine, nous voulions réaliser une analyse de chacune des phases avant et après croissance discontinue. Nous avons donc déterminé deux traitements thermiques permettant une telle expérience. Le maintien d'une heure à 1000°C après une mise en solution dans le domaine α donne lieu à la formation d'une structure lamellaire primaire, dont la composition de la phase α_2 , vu la rapidité de la transformation $\alpha \rightarrow \alpha_2 + \gamma$, est probablement très éloignée de la concentration d'équilibre. Une augmentation du temps de maintien jusqu'à 168 heures donne lieu à une microstructure majoritairement transformée par croissance discontinue. Une analyse de chacune des phases après un tel traitement aurait donc permis de connaître les modifications de compositions mises en jeu lors de la croissance discontinue. Malheureusement, les échantillons présentant une structure lamellaire transformée par croissance discontinue se sont avérés particulièrement fragiles. L'analyse des états traités pendant 168 heures à 1000°C après une mise en solution n'a donc permis que de connaître la composition de la structure lamellaire primaire.

Le tableau A2.5 nous présente l'évolution de cette structure lamellaire primaire au cours d'un maintien à 1000°C, sur un échantillon ayant subi une mise en solution dans le domaine α suivi d'une trempe à l'huile. Nous voyons que la composition de la phase α_2 tend à se rapprocher de la composition obtenue sur l'état de référence au cours du maintien (traitement de 168 heures à 1000°C à partir de l'état brut d'élaboration, tableau A2.4).

Tableau A2.5 : Evolution de la composition des deux phases et de la fraction volumique de la phase α_2 de la structure lamellaire primaire après trempe à partir du domaine α (1400°C) et maintien à 1000°C.

Temps de maintien:	1 h		168 h	
	α_2	γ	α_2	γ
Titane	60,80±0,5 %	52,5±0,2 %	62,5±0,3 %	52,3±0,1 %
Aluminium	37,80±0,5 %	47,4±0,2 %	35,8±0,3 %	47,60±0,1 %
Oxygène	13760±1100 ppm	460±90 ppm	15640±900 ppm	360±60 ppm
Carbone	570±220 ppm	350±80 ppm	770±200 ppm	160±40 ppm
$F_v \alpha_2$ (SA)	15 %		14 %	
$F_v \alpha_2$ (ME)	12 ± 5 %		16 ± 5 %	



A2.2.4 - Composition de la phase γ de la structure massive

Le tableau A2.6 présente les résultats obtenus sur l'alliage $Ti_{52}Al_{48}$ ayant subi une transformation massive. On peut comparer ces résultats à la composition nominale de l'alliage présentée au tableau A2.1. Nous voyons que la phase γ massive est très riche en aluminium, et que sa composition en aluminium et en titane est proche de la composition nominale de l'alliage. Ce résultat confirme un mode de transformation sans diffusion. Nous pouvons remarquer cependant que les concentrations en éléments interstitiels sont différentes des concentrations nominales. Ceci laisse supposer une ségrégation de ces éléments dans la phase γ_m . La présence d'une phase discrète au niveau des parois d'antiphase confirme cette hypothèse.

Tableau A2.6: Composition de la phase γ_m de la structure massive.

	$Ti_{52}Al_{48} (\gamma_m)$
Titane	$53,5 \pm 0,6 \%$
Aluminium	$46,5 \pm 0,6 \%$
Oxygène	230 ± 190 ppm
Carbone	230 ± 190 ppm

- Annexe 3 -

Rappel thermodynamique des mécanismes généraux de germination et de croissance

A3.1 - Force motrice de germination

De manière générale, les principales contributions au changement d'énergie libre associé à la germination d'une phase β dans une matrice α sont les suivantes :

- à une température pour laquelle la phase β est stable, la création d'un volume V_β de phase β cause une réduction de l'énergie libre de $V_\beta \cdot \Delta G_{\alpha\beta}$, $\Delta G_{\alpha\beta}$ étant l'énergie libre de changement de phase par unité de volume,
- la formation d'un nombre i d'interfaces de surface $A_{i\beta}$ entre la matrice et le précipité va provoquer une augmentation d'énergie libre de $\sum A_{i\beta} \cdot \sigma_i$, σ_i étant l'énergie de l'interface i ,
- en général, le volume de β formé est différent du volume initialement occupé par la matrice et donne lieu à une énergie de déformation élastique, ΔG_e , par unité de volume de β ,
- lorsque la germination se fait de manière hétérogène sur un défaut de la matrice ou un joint de grain, comme c'est généralement le cas, la formation d'un germe donne lieu à la destruction d'un défaut d'énergie ΔG_d , qui va entrer en compte dans l'énergie libre associée à la germination.

La force motrice pour la germination d'un précipité β dans une matrice α est donc donnée par l'expression:

$$\Delta G = -V_\beta \cdot (\Delta G_{\alpha\beta} - \Delta G_e) + \sum A_{i\beta} \cdot \sigma_i - \Delta G_d \quad (A3.1)$$

A3.2 - Croissance contrôlée par diffusion ou par l'interface

Lorsque plusieurs mécanismes sont simultanément en action, la vitesse de croissance de la réaction est gouvernée par le mécanisme le plus lent. Lorsque les deux phases ne possèdent pas la même composition, la croissance de la nouvelle phase requiert une diffusion des atomes de soluté et leur passage au travers de l'interface matrice/précipité.

Si la réaction d'interface est rapide (c'est à dire si le transfert d'atomes au travers de l'interface est un processus facile) la vitesse de croissance à laquelle la nouvelle phase va croître sera gouvernée par la vitesse à laquelle la diffusion de la matrice peut faire migrer les atomes en excès vers l'interface. Le processus est ainsi gouverné par la diffusion. Si la réaction d'interface est plus lente que la diffusion dans la matrice, la vitesse de croissance va être déterminée par les cinétiques d'interfaces. La réaction à l'interface et le processus de diffusion peuvent présenter des vitesses équivalentes. Dans ce cas, l'interface migre sous contrôle mixte de l'interface et de la diffusion.

Regardons maintenant la migration d'une interface séparant deux phases de composition différente. Considérons un précipité β , riche en B, de composition X_β , qui croît derrière une interface planaire incohérente dans la phase α , de composition initiale $X_0 < X_\beta$ (figure A3.1) Lorsque le précipité croît, la phase α adjacente à l'interface s'appauvrit en soluté, de telle sorte que la composition de la phase α adjacente à l'interface, X_i , devient inférieure à la composition nominale X_0 . Puisque la croissance d'un précipité requiert un flux net d'atomes B de α vers β , il existe nécessairement une force motrice positive au travers de l'interface, $\Delta\mu_B^i$.

Pour une solution idéale diluée, cette force motrice est donnée par :

$$\Delta\mu_B^i = RT(X_i - X_e) / X_e \quad (A3.2)$$

X_e étant la composition d'équilibre de l'interface.

Le flux d'atomes traversant l'interface est donné par :

$$J_B^i = M \Delta\mu_B^i / V_m^2 \quad (A3.3)$$

M étant la mobilité de l'interface et V_m , le volume molaire de B.

En outre, le flux d'atomes B de la phase α vers l'interface est donné par :

$$J_B^\alpha = D(\delta C_B / \delta x) \quad (A3.4)$$

$\delta C_B / \delta x$ étant le gradient de concentration en élément B à l'interface.

A l'état stationnaire, les deux flux s'équilibrent, et :

$$J_B^i = J_B^\alpha \quad (A3.5)$$

Si la mobilité de l'interface est très élevée, comme c'est le cas pour une interface incohérente, $\Delta\mu_B^i$ va être très petit, et $X_i \approx X_e$. Dans ces circonstances, il y a effectivement un équilibre local à l'interface. La croissance est alors contrôlée par la diffusion. La vitesse de croissance peut être déterminée comme une fonction du temps, en résolvant l'équation de diffusion A3.4, avec des conditions à l'interface telles que $X_i = X_e$, et $X_\beta(\infty) = X_0$. Cette vitesse sera donnée par l'expression [Porter et Easterling 1981] :

$$v = dx/dt = D/(X_\beta - X_e) \cdot dC/dx = \Delta X_0 / 2(X_\beta - X_e) \sqrt{(Dt)} \quad (A3.6)$$

où $\Delta X_0 = X_0 - X_e$ est la sursaturation avant précipitation, et :

$$x = \Delta X_0 / (X_\beta - X_e) \sqrt{(Dt)} \quad (A3.7)$$

Dans le cas extrême d'une très faible mobilité, $X_i \approx X_0$ et $(\delta C_B / \delta x)$ est proche de zéro. Dans ces conditions, la croissance est contrôlée par l'interface et la vitesse de croissance peut être déterminée à partir de l'équation :

$$v = M \Delta\mu_B^i / V_m \quad (A3.8)$$

On peut remarquer que la vitesse de croissance sous le contrôle de l'interface est proportionnelle à l'écart à l'équilibre de la concentration de l'interface ($X_i - X_e$). Quand l'interface présente une mobilité intermédiaire entre ces deux cas extrêmes, il va apparaître un écart aux conditions d'équilibre local à l'interface. L'interface va alors migrer sous contrôle mixte de l'interface et de la diffusion. La valeur de X_i choisie doit être capable de satisfaire à l'équation A3.5.

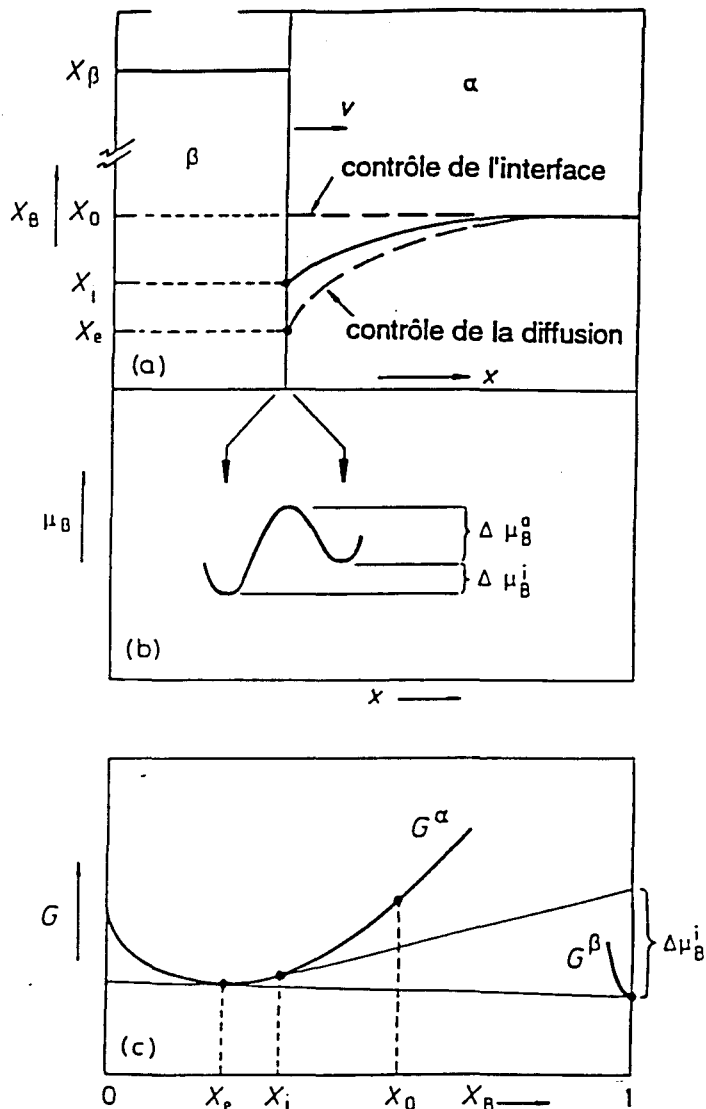


Figure A3.1 : Migration d'une interface par diffusion à longue distance. (a) profils de composition au travers de l'interface, (b) origine de la force motrice de migration de l'interface dans la phase α , (c) diagramme schématique d'énergie libre, montrant les relations entre $\Delta \mu_B^i$, X_i et X_e [Porter et Easterling, 1981].

A3.3 - Cas du mécanisme de marches

Nous allons brièvement considérer la cinétique d'une transformation régie par le mécanisme de marches.

Dans l'approche générale de ce mécanisme, on considère généralement que la vitesse de migration des marches est contrôlée par la diffusion. La vitesse de croissance des précipités lamellaires par le mécanisme de marches peut donc être établie à partir des données générales de la diffusion, précédemment exposées.

Le calcul théorique de la vitesse de croissance d'une interface par le mécanisme de marches a été effectué initialement par Jones et Trivedi [1971]. Ce calcul, très complexe, constitue la référence en matière de cinétique de transformation pour ce mécanisme. Cependant, dans la présente étude,

nous n'avons étudié en aucune façon la cinétique de formation de la structure lamellaire, la température élevée de transformation rendant impossible l'observation in situ de la transformation. C'est pourquoi nous avons choisi de présenter ces cinétiques de croissance de manière très simplifiée, et la présentation de Porter et Easterling [1981] nous a semblé suffisante aux besoins du présent travail.

La vitesse d'épaississement à mi-largeur de la lamelle est donnée par la relation $v = uh/\lambda$ (figure A3.2). On considère par ailleurs que la croissance de chaque marche est indépendante des autres, et que les champs de diffusion des différentes marches ne se recouvrent pas. Si les rebords des marches sont incohérents, leur croissance va être contrôlée entièrement par la diffusion. Dans ces conditions, la vitesse de migration latérale des marches est donnée par:

$$u = D\Delta C_0/k(C_\beta - C_e)h \quad (A3.9)$$

avec D , le coefficient d'interdiffusion; k , constante numérique proche de 1, qui définit la distance caractéristique de diffusion (c'est à dire la largeur de la zone appauvrie en soluté); et $\Delta C_0 = C_0 - C_e$, la sursaturation avant précipitation.

La vitesse d'épaississement est alors donnée par:

$$v = D\Delta C_0/k(C_\beta - C_e)\lambda \quad (A3.10)$$

Ainsi, la vitesse d'épaississement des précipités lamellaires par le mécanisme de marches est inversement proportionnelle à l'espacement entre marches λ .

La validité de l'équation A3.10 dépend toutefois d'un apport constant de marches. Le problème de génération de nouvelles marches (cf § IV.1.3.2.3) peut donner lieu à un certain degré de contrôle de l'interface sur la vitesse globale à laquelle une interface (semi)cohérente peut avancer [Porter et Easterling 1981]. Laird et Aaronson [1969], considérant le système Ag-Al, ont montré qu'il existe des intervalles de temps appréciables pendant lesquels aucune augmentation de l'épaisseur des lamelles n'est perceptible, suivis par des périodes où l'épaisseur varie rapidement, notamment lors du passage d'une marche. Cette observation peut être étendue au système Cu-Si [Kinsman, Aaronson et Eichen, 1971].

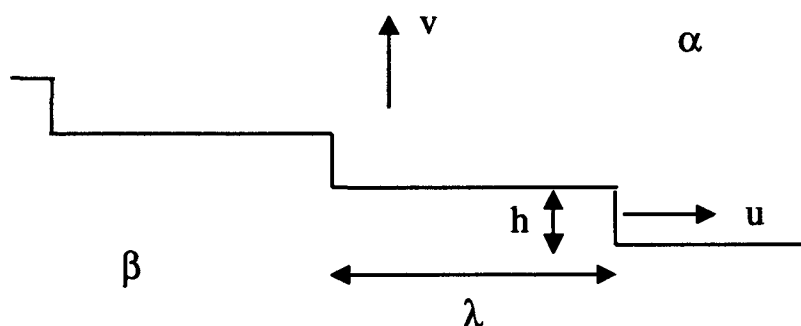


Figure A3.2 : Épaississement de précipités lamellaires par le mécanisme de "marches".

A3.4 - Cas de la croissance discontinue

Plusieurs théories ont été développées pour tenter de modéliser les cinétiques de croissance des réactions discontinues. La première de ces théories, développée par Zener, est basée sur le modèle d'une cinétique contrôlée par la diffusion en volume. Le développement d'un tel modèle utilise les similitudes entre les réactions eutectoïdes et les réactions discontinues. Cependant, les réactions discontinues apparaissent contrôlées d'avantage par la diffusion au joint de grains que par la diffusion en volume (cf § IV.2).

Des théories plus récentes, qui tiennent compte du mécanisme de diffusion aux joints de grains, ont donc été développées. On en relève essentiellement deux : la théorie de Livingston et Cahn [1974], qui ne prend en compte que la réduction de l'énergie d'interface comme force motrice de la réaction, et la théorie de Peterman et Hornbogen, utilisée par Ju et Fournelle [1985], qui prend en compte à la fois la diminution d'énergie d'interface et l'énergie libre chimique comme principaux constituants de la force motrice de la réaction.

La théorie de Livingston et Cahn est basée sur l'hypothèse d'un front de croissance plan entre la structure lamellaire primaire, d'espacement interlamellaire λ_1 , et la structure lamellaire secondaire, d'espacement interlamellaire λ_2 . La cinétique de la croissance discontinue est donnée par la relation:

$$v = 8C_b^e / (C_\beta - C_\alpha) f_\alpha^2 f_\beta^2 \cdot D_b \delta / \lambda_2^2 \cdot \gamma \nu RT (1/\lambda_1 - 1/\lambda_2) \quad (A3.11)$$

La cinétique de croissance discontinue issue des travaux de Peterman et Hornbogen [Ju et Fournelle 1985] donne la relation un peu différente :

$$v = 8 D_b \delta \Delta F / RT \lambda_2^2, \text{ avec } \Delta F = \Delta G_c + 2 \gamma \nu (1/\lambda_1 - 1/\lambda_2) \quad (A3.12)$$

avec : D_b , coefficient de diffusion au joint de grain; C_b^e , la composition d'équilibre du joint de grain; C_β , et C_α , les compositions des phases β et α (supposées identiques dans les structures lamellaires primaire et secondaire), f_β et f_α leur fraction volumique; δ l'épaisseur du joint; γ l'énergie libre d'interface lamellaire; ν , le volume molaire; ΔG_c le changement d'énergie libre chimique et ΔF le changement d'énergie libre total (chimique et interfacial).

A3.5 - Cas de la transformation massive

La figure A3.3 montre la variation d'énergie libre par atome au travers de l'interface α/β en dessous de la température de transition, quand la phase de basse température α est la plus stable. Il existe une différence $\Delta F_{\beta\alpha}$ dans l'énergie libre et une barrière d'activation ΔF_a pour la migration atomique au travers de l'interface. Dans ce traitement, l'interface est considérée comme étant incohérente, ce qui a deux conséquences : d'abord, la barrière au transport atomique est de l'ordre de l'énergie d'activation. Elle est donc plus faible que la barrière présentée par une diffusion en volume.

Ensuite, il n'existe aucune difficulté pour les atomes de trouver un site après avoir traversé l'interface. Le flux d'atomes de β à α , $J_{\beta\alpha}$, et le flux inverse, $J_{\alpha\beta}$, sont donnés par :

$$J_{\beta\alpha} = \nu C_{ac} \exp(-\Delta F_a/kT) \tag{A3.13}$$

$$J_{\alpha\beta} = \nu C_{ac} \exp[-(\Delta F_a + \Delta F_{\beta\alpha})/kT] \tag{A3.14}$$

où ν est la fréquence de vibration atomique des atomes de l'interface, et C_{ac} est la coefficient d'accomodation (soit la fraction des atomes qui, ayant quitté un des cristaux, peuvent immédiatement trouver un site dans l'autre cristal). Pour une interface incohérente, C_{ac} est usuellement considéré comme étant un terme constant, entre 0.5 et l'unité.

Le flux net, donné par la différence de $J_{\beta\alpha}$ et $J_{\alpha\beta}$, s'exprime comme :

$$J_{\beta\alpha}(\text{net}) = \nu C_{ac} [\exp(-\Delta F_a/kT)] [1 - \exp(-\Delta F_{\beta\alpha}/kT)] \tag{A3.15}$$

La vitesse de l'interface v , est le produit du flux net par site atomique et de l'espacement atomique b , dans la phase produit α . Pour de faibles refroidissements, $\Delta F_{\beta\alpha} \ll kT$, d'où :

$$v = b J_{\beta\alpha}(\text{net}) = M \Delta F_{\beta\alpha} \text{ avec } M = \nu C_{ac} \exp(-\Delta F_a/kT)/kT \tag{A3.16}$$

La relation linéaire entre la vitesse de l'interface et la force motrice n'est plus valable si le coefficient d'accomodation, C_{ac} , n'est plus constant. Ceci peut arriver pour certaines interfaces planes pour lesquelles on rencontre une difficulté à former une nouvelle couche atomique. C'est notamment le cas pour des interfaces cohérentes [Doherty, 1983].

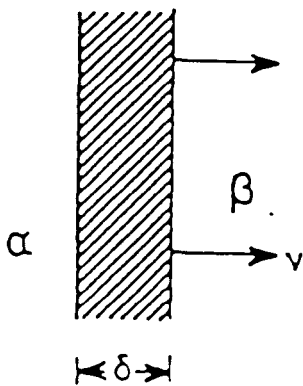
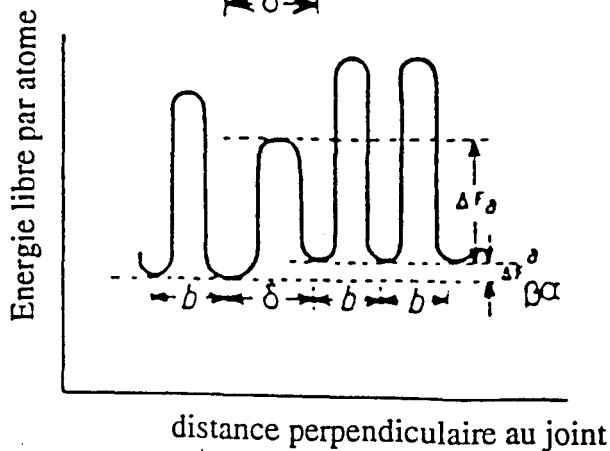


Figure A3.3 : Mouvement thermiquement activé; ΔF_a : barrière d'activation lors du passage de l'interface, $\Delta F_{\beta\alpha}$: force motrice par atome, pour la croissance de α aux dépens de β .



- Annexe 4 -

Compléments de l'étude du comportement mécanique des alliages biphasés à base de TiAl

A4.1 - Présentation des microstructures examinées sur le plan mécanique

Les six compositions initialement définies pour cette étude ($Ti_{54}Al_{46}$, $Ti_{52}Al_{48}$ de pureté usuelle, $Ti_{52}Al_{48}$ de grande pureté, $Ti_{51}Al_{47}Cr_2$, $Ti_{48}Al_{48}Cr_2Nb_2$, et $Ti_{50}Al_{46}Cr_2Nb_2$) ont été utilisées lors de l'étude du comportement mécanique de la catégorie d'alliages biphasés à base de TiAl. Nous avons présenté au § II.1 l'intérêt de chacune de ces compositions.

A partir des résultats issus des chapitres I (étude bibliographique) et III (étude microstructurale), nous avons sélectionné un certain nombre de microstructures, à priori intéressantes à caractériser sur le plan mécanique. Ces microstructures peuvent être classées en quatre catégories :

- microstructure lamellaire,
- microstructure bimodale ou duplex (composée de grains lamellaires et de grains monolithiques γ),
- microstructure massivement transformée, γ_m ,
- microstructure lamellaire grossière obtenue après croissance discontinue.

Notons pour information que les structures γ_m et lamellaire grossière transformée par croissance discontinue n'ont encore jamais été testées mécaniquement, du moins dans la bibliographie.

Les six alliages ont subi traction et compression à l'état brut d'élaboration ou à la suite d'un traitement unique de stabilisation de 24 heures à 1000°C, suivi d'un refroidissement air. Ces deux états présentent une structure essentiellement lamellaire pour l'ensemble des compositions.

La structure bimodale a été caractérisée pour les alliages $Ti_{52}Al_{48}$ de pureté normale et de grande pureté ainsi que sur l'alliage $Ti_{48}Al_{48}Cr_2Nb_2$. Le traitement choisi pour obtenir une telle structure est un traitement d'une heure à 1150°C, suivi d'une stabilisation de 24 heures à 1000°C.

La microstructure massivement transformée (1400°C, 1 h, trempe huile + 1000°C, 24 h, refroidissement air) a été testée uniquement sur l'alliage $Ti_{52}Al_{48}$. Quant à la microstructure obtenue après croissance discontinue, elle a été testée principalement sur l'alliage $Ti_{54}Al_{46}$ (1150°C, 72 h, refroidissement air + 1000°C, 24 h, refroidissement air).

Des états forgés (à 1150°C, 80% de taux de réduction), traités au milieu du domaine $\alpha+\gamma$, puis stabilisés à 1000°C pendant 24 heures ont également été testés en traction et en compression. Ce traitement, permettant d'obtenir une structure bimodale à petits grains, doit améliorer la ductilité [Kim et Dimiduk 1991]. La température du traitement varie dans le domaine $\alpha+\gamma$ en fonction de la composition de l'alliage :

-1250°C pour les alliages $Ti_{54}Al_{46}$ et $Ti_{50}Al_{46}Cr_2Nb_2$,

-1310°C pour les alliages $Ti_{52}Al_{48}$,

-1340°C pour l'alliage $Ti_{48}Al_{48}Cr_2Nb_2$.

Après un tel traitement, les alliages $Ti_{54}Al_{46}$ et $Ti_{50}Al_{46}Cr_2Nb_2$ montrent en majorité de structure lamellaire dont les grains sont bordés par une faible quantité de grains monophasés γ . Les alliages $Ti_{52}Al_{48}$ et $Ti_{48}Al_{48}Cr_2Nb_2$ sont constitués essentiellement de petits grains de phase γ et d'une faible fraction volumique de grains lamellaires.

Dans certains cas, un compactage isostatique à chaud a été réalisé avant traitement (thermique ou thermomécanique), suivant les conditions mentionnées au § II.2.2.1.

A4.2 - Matrices de passage entre les différents domaines de la structure lamellaire

Les coordonnées équivalentes d'une même direction dans chacun des six domaines de la phase γ de la structure lamellaire peuvent être déterminées à partir des matrices présentées ci-dessous. Ces matrices ont été déterminées en utilisant les opérations de symétrie qui relient un domaine de référence à chacun des cinq autres. Ainsi, les domaines en relation de domaine d'ordre sont reliés par une rotation de $\pi/2$ autour d'un des deux axes a . Les domaines en relation de macle sont reliés par une opération de symétrie par rapport au plan commun (111), et les domaines en relation de pseudo-macle, par une combinaison des deux opérations précédentes. Ces matrices peuvent classées en trois catégories, selon qu'elles relient les domaines en relation de domaine d'ordre, en relation de macle, ou de pseudo-macle :

$$(1) \text{ Domaine de référence} \rightarrow \text{domaine d'ordre:} \quad \begin{vmatrix} 0 & 0 & 1 \\ 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \end{vmatrix} \quad \text{ou} \quad \begin{vmatrix} 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \\ 1 & 0 & 0 \end{vmatrix}$$

$$(2) \text{ Domaine de référence} \rightarrow \text{macle:} \quad 1/3 \begin{vmatrix} -2 & 1 & -2 \\ 1 & -2 & -2 \\ -2 & -2 & 1 \end{vmatrix}$$

$$(3) \text{ Domaine de référence} \rightarrow \text{pseudo-macle:} \quad 1/3 \begin{vmatrix} -2 & -2 & 1 \\ -2 & 1 & -2 \\ 1 & -2 & -2 \end{vmatrix} \quad \text{ou} \quad 1/3 \begin{vmatrix} 1 & -2 & -2 \\ -2 & -2 & 1 \\ -2 & 1 & -2 \end{vmatrix}$$

A4.3 - Calculs des facteurs de Schmid

Ces calculs permettent de déterminer les systèmes de glissement pouvant être activés dans les différents domaines lorsque que chaque système de glissement du domaine de référence possède un facteur de Schmid ($\phi = \cos(F, n) \cdot \cos(F, b)$, F étant l'axe de sollicitation mécanique, n la normale au plan de glissement, et b la direction du vecteur de Burgers de la dislocation) maximum ($\phi = 0,5$).

Les tableaux se consultent de la façon suivante : pour chaque système de glissement activé dans le domaine de référence, les systèmes de glissement des divers domaines présentant un facteur de Schmid supérieur à ou proche de 0,4 sont classifiés en fonction du plan de glissement. Il est ainsi possible de connaître les systèmes de glissement qui entrent en compétition pour un même plan de glissement. Les valeurs des facteurs de Schmid pour chacun de ces systèmes sont donnés en italique.

système sollicité : $[\bar{1}\bar{1}0] (111)$				
Plan de glissement :	(111)	($\bar{1}\bar{1}$)	($\bar{1}\bar{1}$)	($\bar{1}\bar{1}$)
Référence	$[\bar{1}\bar{1}0] (0,5)$		$[\bar{1}\bar{1}0] (0,47)$	
Macle	$[\bar{1}\bar{1}0] (0,5)$		$[\bar{1}\bar{1}0] (0,47)$	
Domaine d'ordre 1	$[\bar{1}\bar{1}\bar{2}] (0,43)$ $[0\bar{1}1] (0,5)$	$[\bar{1}\bar{1}2] (0,38)$ $[011] (0,47)$		
Domaine d'ordre 2	$[\bar{1}\bar{1}\bar{2}] (0,43)$ $[10\bar{1}] (0,5)$			$[\bar{1}\bar{1}2] (0,44)$ $[101] (0,47)$
Pseudo-macle 1	$[\bar{1}\bar{1}\bar{2}] (0,43)$ $[0\bar{1}1] (0,5)$	$[\bar{1}\bar{1}2] (0,38)$ $[011] (0,47)$		
Pseudo-macle 2	$[\bar{1}\bar{1}\bar{2}] (0,43)$ $[10\bar{1}] (0,5)$			$[\bar{1}\bar{1}2] (0,44)$ $[101] (0,47)$

système sollicité : $[\bar{1}\bar{1}0] (11\bar{1})$				
Plan de glissement :	(111)	($\bar{1}\bar{1}$)	($\bar{1}\bar{1}$)	($\bar{1}\bar{1}$)
Référence		$[\bar{1}\bar{1}0] (0,5)$		$[\bar{1}\bar{1}0] (0,47)$
Macle		$[\bar{1}\bar{1}0] (0,39)$ $[101] (0,41)$		
Domaine d'ordre 1			$[\bar{1}\bar{1}2] (0,43)$ $[011] (0,5)$	$[\bar{1}\bar{1}2] (0,38)$ $[0\bar{1}1] (0,47)$
Domaine d'ordre 2		$[\bar{1}\bar{1}2] (0,44)$ $[101] (0,47)$	$[\bar{1}\bar{1}2] (0,43)$ $[10\bar{1}] (0,5)$	
Pseudo-macle 1				$[\bar{1}\bar{1}0] (0,41)$ $[0\bar{1}1] (0,39)$
Pseudo-macle 2			$[\bar{1}\bar{1}2] (0,46)$ $[011] (0,41)$	

système sollicité :		[110] ($\bar{1}\bar{1}$)			
Plan de glissement :	(111)	($\bar{1}\bar{1}$)	($\bar{1}\bar{1}$)	($\bar{1}\bar{1}$)	
Référence	[$\bar{1}\bar{1}$] (0,47)		[110] (0,5)		
Macle	[$\bar{1}\bar{1}$] (0,47)		[110] (0,48)		
Domaine d'ordre 1	[$\bar{1}\bar{1}\bar{2}$] (0,43) [0 $\bar{1}$ 1] (0,5)	[112] (0,38) [011] (0,47)			
Domaine d'ordre 2	[$\bar{1}\bar{1}\bar{2}$] (0,44) [10 $\bar{1}$] (0,47)			[$\bar{1}\bar{1}\bar{2}$] (0,43) [101] (0,5)	
Pseudo-macle 1	[$\bar{1}\bar{1}\bar{2}$] (0,44) [0 $\bar{1}$ 1] (0,47)	[112] (0,46) [011] (0,48)			
Pseudo-macle 2	[$\bar{1}\bar{1}\bar{2}$] (0,38) [10 $\bar{1}$] (0,47)			[$\bar{1}\bar{1}\bar{2}$] (0,38) [101] (0,48)	

système sollicité :		[110] ($\bar{1}\bar{1}$)			
Plan de glissement :	(111)	($\bar{1}\bar{1}$)	($\bar{1}\bar{1}$)	($\bar{1}\bar{1}$)	
Référence	[$\bar{1}\bar{1}$] (0,47)			[110] (0,5)	
Macle	[$\bar{1}\bar{1}$] (0,41)			[110] (0,43)	
Domaine d'ordre 1	[$\bar{1}\bar{1}\bar{2}$] (0,44) [0 $\bar{1}$ 1] (0,47)		[$\bar{1}\bar{1}\bar{2}$] (0,43) [011] (0,5)		
Domaine d'ordre 2	[$\bar{1}\bar{1}\bar{2}$] (0,38) [10 $\bar{1}$] (0,47)	[112] (0,43) [101] (0,5)			
Pseudo-macle 1	[$\bar{1}\bar{1}\bar{2}$] (0,38) [0 $\bar{1}$ 1] (0,47)		[$\bar{1}\bar{1}\bar{2}$] (0,38) [011] (0,48)		
Pseudo-macle 2	[$\bar{1}\bar{1}\bar{2}$] (0,44) [10 $\bar{1}$] (0,47)	[112] (0,46) [101] (0,48)			

système sollicité :		[$\bar{1}\bar{1}\bar{2}$] (111)			
Plan de glissement :	(111)	($\bar{1}\bar{1}$)	($\bar{1}\bar{1}$)	($\bar{1}\bar{1}$)	
Référence	[$\bar{1}\bar{1}\bar{2}$] (0,5) [0 $\bar{1}$ 1] (0,43) [10 $\bar{1}$] (0,39)	[112] (0,39)			
Macle	[$\bar{1}\bar{1}\bar{2}$] (0,5) [0 $\bar{1}$ 1] (0,43) [10 $\bar{1}$] (0,43)	[112] (0,39)	[$\bar{1}\bar{1}\bar{2}$] (0,46) [011] (0,44)	[112] (0,46) [101] (0,44)	
Domaine d'ordre 1	[$\bar{1}\bar{1}$] (0,43) [10 $\bar{1}$] (0,43)				
Domaine d'ordre 2	[$\bar{1}\bar{1}$] (0,43) [0 $\bar{1}$ 1] (0,43)				
Pseudo-macle 1	[$\bar{1}\bar{1}$] (0,43) [10 $\bar{1}$] (0,43)	[101] (0,44)	[110] (0,44)		
Pseudo-macle 2	[$\bar{1}\bar{1}$] (0,43) [0 $\bar{1}$ 1] (0,43)	[011] (0,44)		[110] (0,44)	

système sollicité : $[112] (\bar{1}\bar{1})$				
Plan de glissement :	(111)	$(\bar{1}\bar{1})$	$(\bar{1}\bar{1})$	$(\bar{1}\bar{1})$
Référence	$[11\bar{2}] (0,39)$	$[112] (0,5)$ $[101] (0,43)$ $[011] (0,43)$		
Macle	$[11\bar{2}] (0,39)$	$[101] (0,43)$	$[011] (0,43)$	
Domaine d'ordre 1				$[110] (0,43)$ $[101] (0,43)$
Domaine d'ordre 2			$[110] (0,43)$ $[011] (0,43)$	
Pseudo-macle 1		$[112] (0,39)$ $[101] (0,43)$	$[110] (0,43)$	
Pseudo-macle 2		$[112] (0,39)$ $[011] (0,43)$		$[110] (0,43)$

système sollicité : $[\bar{1}12] (1/\bar{1})$				
Plan de glissement :	(111)	$(\bar{1}\bar{1})$	$(\bar{1}\bar{1})$	$(\bar{1}\bar{1})$
Référence	$[11\bar{2}] (0,46)$ $[0\bar{1}1] (0,44)$	$[112] (0,5)$ $[101] (0,43)$	$[\bar{1}12] (0,46)$ $[10\bar{1}] (0,44)$ $[011] (0,43)$	
Macle	$[11\bar{2}] (0,46)$ $[10\bar{1}] (0,44)$			
Domaine d'ordre 1	$[10\bar{1}] (0,43)$	$[\bar{1}\bar{1}0] (0,43)$ $[101] (0,44)$		$[110] (0,44)$
Domaine d'ordre 2	$[\bar{1}\bar{1}0] (0,44)$		$[011] (0,44)$	$[110] (0,43)$ $[0\bar{1}1] (0,43)$
Pseudo-macle 1	$[\bar{1}\bar{1}0] (0,44)$			
Pseudo-macle 2	$[0\bar{1}1] (0,44)$			

système sollicité : $[\bar{1}\bar{1}2] (\bar{1}\bar{1})$				
Plan de glissement :	(111)	$(\bar{1}\bar{1})$	$(\bar{1}\bar{1})$	$(\bar{1}\bar{1})$
Référence	$[11\bar{2}] (0,44)$ $[10\bar{1}] (0,43)$	$[112] (0,46)$ $[011] (0,44)$	$[\bar{1}12] (0,39)$	$[\bar{1}\bar{1}2] (0,5)$ $[101] (0,44)$ $[0\bar{1}1] (0,43)$
Macle		$[\bar{1}\bar{1}0] (0,41)$		$[110] (0,49)$
Domaine d'ordre 1	$[\bar{1}\bar{1}0] (0,44)$		$[10\bar{1}] (0,44)$	$[101] (0,43)$
Domaine d'ordre 2	$[0\bar{1}1] (0,44)$	$[\bar{1}\bar{1}0] (0,43)$ $[011] (0,43)$	$[110] (0,44)$	
Pseudo-macle 1	$[10\bar{1}] (0,44)$			
Pseudo-macle 2				

système sollicité :		[0 $\bar{1}$ 1] (111)		
Plan de glissement :	(111)	(11 $\bar{1}$)	($\bar{1}$ 1)	($\bar{1}$ 1)
Référence	[11 $\bar{2}$] (0,43) [0 $\bar{1}$ 1] (0,47)		[$\bar{1}$ 12] (0,44) [011] (0,5)	
Macle	[11 $\bar{2}$] (0,43) [10 $\bar{1}$] (0,5)	[112] (0,38) [101] (0,47)		
Domaine d'ordre 1	[11 $\bar{2}$] (0,38) [10 $\bar{1}$] (0,47)	[112] (0,43) [101] (0,5)		
Domaine d'ordre 2	[$\bar{1}$ 10] (0,47)			[110] (0,5)
Pseudo-macle 1	[$\bar{1}$ 10] (0,5)			[110] (0,47)
Pseudo-macle 2	[11 $\bar{2}$] (0,43) [0 $\bar{1}$ 1] (0,5)		[$\bar{1}$ 12] (0,44) [011] (0,47)	

système sollicité :		[011] (11 $\bar{1}$)		
Plan de glissement :	(111)	(11 $\bar{1}$)	($\bar{1}$ 1)	($\bar{1}$ 1)
Référence	[11 $\bar{2}$] (0,38) [0 $\bar{1}$ 1] (0,47)	[112] (0,43) [011] (0,5)		
Macle	[11 $\bar{2}$] (0,38) [10 $\bar{1}$] (0,47)			[$\bar{1}$ 12] (0,38) [101] (0,48)
Domaine d'ordre 1	[11 $\bar{2}$] (0,44) [10 $\bar{1}$] (0,47)			[$\bar{1}$ 12] (0,43) [101] (0,5)
Domaine d'ordre 2	[$\bar{1}$ 10] (0,47)		[110] (0,5)	
Pseudo-macle 1	[$\bar{1}$ 10] (0,47)		[110] (0,48)	
Pseudo-macle 2	[11 $\bar{2}$] (0,44) [0 $\bar{1}$ 1] (0,47)	[112] (0,46) [011] (0,48)		

système sollicité :		[011] ($\bar{1}$ 1)		
Plan de glissement :	(111)	(11 $\bar{1}$)	($\bar{1}$ 1)	($\bar{1}$ 1)
Référence	[11 $\bar{2}$] (0,44) [0 $\bar{1}$ 1] (0,47)		[$\bar{1}$ 12] (0,43) [011] (0,5)	
Macle	[11 $\bar{2}$] (0,44) [10 $\bar{1}$] (0,47)	[112] (0,46) [101] (0,48)		
Domaine d'ordre 1	[11 $\bar{2}$] (0,38) [10 $\bar{1}$] (0,47)	[112] (0,43) [101] (0,48)		
Domaine d'ordre 2	[$\bar{1}$ 10] (0,47)			[110] (0,5)
Pseudo-macle 1	[$\bar{1}$ 10] (0,47)			[110] (0,48)
Pseudo-macle 2	[11 $\bar{2}$] (0,38) [0 $\bar{1}$ 1] (0,47)		[$\bar{1}$ 12] (0,38) [011] (0,48)	

système sollicité :		[0 $\bar{1}$ 1]($\bar{1}$ 1)		
Plan de glissement :	(111)	(11 $\bar{1}$)	($\bar{1}$ 1)	($\bar{1}$ 1)
Référence		[112] (0,44) [011] (0,47)		[$\bar{1}$ 12] (0,43) [0 $\bar{1}$ 1] (0,5)
Macle			[110] (0,41) [10 $\bar{1}$] (0,39)	
Domaine d'ordre 1			[$\bar{1}$ 12] (0,43) [10 $\bar{1}$] (0,5)	[112] (0,38) [101] (0,47)
Domaine d'ordre 2		[$\bar{1}$ 10] (0,5)	[110] (0,47)	
Pseudo-macle 1		[$\bar{1}$ 10] (0,39) [011] (0,41)		
Pseudo-macle 2				[$\bar{1}$ 12] (0,46) [0 $\bar{1}$ 1] (0,39)

A4.4 - Résultats des essais de traction à température ambiante

A4.4.1 - Influence de la composition et de la microstructure

Ces résultats ont été obtenus sur des éprouvettes de traction plates conformes à la figure 2.6 du chapitre II. Chacune de ces éprouvettes a subi après usinage par rectification un polissage mécanique au papier 1200 puis 4000. Deux éprouvettes ont généralement été testées pour chaque état sauf dans le cas particulier où des éprouvettes se sont cassées en cours d'usinage. Du fait de la disparité de certains résultats, les deux valeurs obtenues pour chaque état ont été présentées. Les valeurs d'allongement inférieures à 0,1% n'ont pas été relevées. En outre, seule une valeur du module d'élasticité et de la contrainte à rupture a été relevée pour les états brut d'élaboration car l'extensomètre a été utilisé uniquement sur les états traités.

Tableau A4.1 : Résultats des essais de traction à température ambiante effectués sur l'alliage Ti₅₄Al₄₆.

Microstructure	E (GPa)	σ_r (MPa)	$\sigma_{0,2}$ (MPa)	A (%)
Brut d'élaboration	155,5	430	-	-
Stabilisée	149 / 172	486 / 610	- / -	- / -
Croissance discontinue	170 / 198	588 / 531	575 / -	0,25 / 0,2
Forgé et traité	168	622	622	0,2
CIC-stabilisé	162 / 166	623 / 520	- / -	- / -

Tableau A4.2 : Résultats des essais de traction à température ambiante effectués sur l'alliage Ti₅₂Al₄₈.

Microstructure	E (GPa)	σ_r (MPa)	$\sigma_{0,2}$ (MPa)	A (%)
Brut d'élaboration	- / 134	460 / 486	- / 486	- / 0,2
Stabilisée	132 / 164	427 / 435	377 / -	0,5 / -
Bimodale (1150°C)	139 / 182	407 / 365	381 / -	0,4 / 0,2
Transformation massive	135 / 143	302 / 376	- / -	- / -
Forgé et traité	145 / 165	380 / 351	380 / -	0,2 / -
CIC-stabilisé	142 / 155	290 / 238*	- / -	- / -
CIC-forgé-traité	170 / 160	297* / 392	- / 389	- / 0,3

(*) : rupture prématurée

Tableau A4.3 : Résultats des essais de traction à température ambiante effectués sur l'alliage Ti₅₂Al₄₈ de grande pureté.

Microstructure	E (GPa)	σ_r (MPa)	$\sigma_{0,2}$ (MPa)	A (%)
Brut d'élaboration	- / 170	421 / 567	- / 533	- / 0,3
Stabilisée	140 / 147	407 / 420	381 / 398	0,4 / 0,3
Bimodale (1150°C)	154 / 142	413 / 446	370 / 362	0,5 / 0,9
Forgé et traité	140 / 146	388 / 410	375 / 368	0,3 / 0,5
CIC-stabilisé	154 / 126	460 / 337	450 / -	0,3 / 0,1

Tableau A4.4 : Résultats des essais de traction à température ambiante effectués sur l'alliage Ti₅₁Al₄₇Cr₂.

Microstructure	E (GPa)	σ_r (MPa)	$\sigma_{0,2}$ (MPa)	A (%)
Brut d'élaboration	- / 159	639 / 529	520 / 529	0,8 / 0,2
Stabilisé	147 / 148	537 / 516	496 / 486	0,4 / 0,3
CIC-stabilisé	189 / 163	550 / 377	520 / -	0,3 / -

Tableau A4.5 : Résultats des essais de traction à température ambiante effectués sur l'alliage Ti₄₈Al₄₈Cr₂Nb₂.

Microstructure	E (GPa)	σ_r (MPa)	$\sigma_{0,2}$ (MPa)	A (%)
Brut d'élaboration	- / 165	264 / 623	- / 617	- / 0,2
Stabilisée	161 / 156	411 / 383	- / -	0,1 / 0,1
Bimodale (1150°C)	164 / 170	377 / 394	- / 394	0,1 / 0,2
Forgé et traité	151 / 154	326 / 337	- / -	- / -
CIC-stabilisé	123 / 169	223* / 344	- / -	- / -

Tableau A4.6 : Résultats des essais de traction à température ambiante effectués sur l'alliage Ti₅₀Al₄₆Cr₂Nb₂.

Microstructure	E (GPa)	σ_r (MPa)	$\sigma_{0,2}$ (MPa)	A (%)
Brut d'élaboration	143 / 135	351* / 376	- / -	- / -
Stabilisée	151 / 150	368 / 341	355 / -	0,4 / -
Forgé et traité	141 / 154	601 / 345*	575 / -	0,9 / -
CIC-stabilisé	165 / 177	400 / 577	- / -	- / -

(*) : rupture prématurée

A4.4.2 - Influence de l'état de surface de l'éprouvette

L'étude de l'influence de l'état de surface des éprouvettes plates s'est avérée utile dans le but de déterminer l'influence de divers facteurs externes au matériau. La vérification de l'influence de l'état de surface de l'éprouvette sur la ductilité a été effectuée sur des éprouvettes issues de l'alliage Ti₅₂Al₄₈ de pureté normale, compacté, forgé et traité suivant les conditions reportées au §A4.1. Les résultats sont reportés au tableau A4.7.

Pour éviter tout éventuel effet d'entaille dû aux couteaux de l'extensomètre, tout en conservant une bonne résolution sur la valeur de la ductilité, nous avons réalisé ces essais avec un extensomètre de base 20 mm, dont les couteaux reposent sur les têtes des éprouvettes.

L'influence favorable du polissage électrolytique peut également être mis en évidence sur d'autres compositions et microstructures, comme l'indiquent les tableaux A4.8 et A4.9.

Tableau A4.7 : Influence de l'état de surface de l'éprouvette plate sur les résultats de traction à température ambiante. Alliage Ti₅₂Al₄₈ CIC - forgé - traité.

Traitement de surface	σ_r (MPa)	$\sigma_{0,2}$ (MPa)	A (%)
Electroérosion + rectification	400 / 364	392 / 361	0,35 / 0,28
Rectification	368	348	0,39
Rectification + polissage 4000	392	389	0,26
Rectification + polissage électrolytique	409	373	0,72
Rectification + polissage 4000 et électrolytique	434	368	1,12

Tableau A4.8 : Influence de l'état de surface de l'éprouvette plate sur les résultats de traction à température ambiante. Alliage Ti₅₂Al₄₈ de grande pureté forgé et traité.

Traitement de surface	σ_r (MPa)	$\sigma_{0,2}$ (MPa)	A (%)
Rectification + polissage 4000	388/410	375/368	0,3/0,5
Rectification + polissage 4000 et électrolytique	375	332	0,91

Tableau A4.9 : Influence de l'état de surface de l'éprouvette plate sur les résultats de traction à température ambiante. Alliage $Ti_{48}Al_{48}Cr_2Nb_2$ de structure bimodale.

Traitement de surface	σ_r (MPa)	$\sigma_{0,2}$ (MPa)	A (%)
Rectification + polissage 4000	377/394	- /394	0,1/0,2
Rectification + polissage 4000 et électrolytique	444	360	1,25

A4.4.3 - Influence de la forme de l'éprouvette

L'étude de l'influence de la forme de l'éprouvette sur les résultats de traction à température ambiante a été réalisée sur l'alliage $Ti_{48}Al_{48}Cr_2Nb_2$, forgé et traité suivant les conditions reportées au § A4.1. L'éprouvette cylindrique a en outre subi un polissage électrolytique, de manière à optimiser les résultats. Nous comparons les valeurs obtenues avec celles obtenues sur une éprouvette plate après rectification et polissage mécanique au grade 4000.

Tableau A4.10 : Influence de la forme de l'éprouvette sur les résultats de traction à température ambiante.

Eprouvette	E (GPa)	σ_r (MPa)	$\sigma_{0,2}$ (MPa)	A (%)
Plate	150	337	-	-
Cylindrique	142	454	383	0,73

A4.4.4 - Influence de l'environnement

Nous avons comparé les propriétés mécaniques sous vide et sous air, d'une éprouvette plate de l'alliage $Ti_{48}Al_{48}Cr_2Nb_2$ de structure bimodale. Chacune des éprouvettes a subi un polissage mécanique au grade 4000, puis un polissage électrolytique destiné à optimiser les valeurs obtenues. Les résultats de cette étude sont présentés au tableau A4.11.

Tableau A4.11 : Influence de l'environnement sur les résultats de traction à température ambiante.

Environnement	E (GPa)	σ_r (MPa)	$\sigma_{0,2}$ (MPa)	A (%)
Vide	-	454	391	1,06
Air	175	444	360	1,25

- Annexe 5 -

Comportement à haute température : étude du fluage

Le développement des alliages biphasés à base de TiAl s'effectue actuellement dans une optique d'utilisation jusqu'à des températures proches de 900°C. Dans ce contexte, il est nécessaire d'étudier le comportement à haute température de cette catégorie d'alliages. Un fluage important est une caractéristique qui peut limiter considérablement le domaine d'utilisation de ces matériaux. Une approche de leur comportement sous contrainte à température élevée est donc nécessaire à leur développement.

Quelques résultats de fluage sont fournis dans la littérature générale concernant les alliages biphasés à base de TiAl. Nous avons vu dans l'étude bibliographique du chapitre I qu'une structure lamellaire est favorable au comportement en fluage de cette catégorie d'alliages. Une comparaison quantitative de ces deux structures est reportée par Huang, McKee, Shih et Chesnutt [1991] pour l'alliage quaternaire $Ti_{48}Al_{48}Cr_2Nb_2$. Hormis cette information, il est particulièrement difficile d'établir à partir de la littérature une différenciation nette entre les différentes compositions et microstructures, car les conditions de fluage (température et contrainte) sont différentes pour chaque étude. Nous nous sommes donc intéressés à l'influence de la composition et de la microstructure sur le comportement en fluage de cette catégorie d'alliages en choisissant une condition identique pour l'ensemble des six compositions initialement définies avec différentes microstructures. Une approche plus phénoménologique concernant les mécanismes susceptibles de gouverner la déformation a également été développée.

A5.1 - Influence de la composition et de la microstructure

La comparaison des différentes nuances et microstructures peut être effectuée à plusieurs niveaux : en fluage primaire, en fluage secondaire, ou d'une manière plus générale en considérant le niveau de déformation atteint au bout d'un temps déterminé. Rappelons que cette étude a été effectuée à partir d'essais de fluage en compression, qui ne permettent pas d'atteindre le stade de fluage tertiaire. La comparaison des compositions et microstructures au niveau en fluage secondaire se fait essentiellement au travers des vitesses de fluage stationnaire. La vitesse de fluage primaire peut être appréhendée en relevant les valeurs de temps et de déformation pour lesquelles la tangente au stade secondaire linéaire quitte la courbe. Une vitesse moins élevée se traduira donc par des temps plus longs et un niveau de déformation plus faible. Pour une approche plus générale du comportement en fluage, nous avons relevé le niveau de déformation atteint au bout de 200 heures qui se situe, pour l'ensemble des essais, dans le stade de fluage secondaire. Ces résultats sont présentés au tableau A6.1.

Ces résultats semblent indiquer que l'alliage binaire $Ti_{52}Al_{48}$ de pureté courante présente un fluage primaire et secondaire moins rapide que les autres compositions. Cette observation est en

accord avec les résultats présentés par Mitao, Tsuyama et Minakawa [1991]. La différenciation du comportement en fluage des microstructures lamellaire et bimodale se fait essentiellement au niveau de la vitesse de fluage secondaire des alliages $Ti_{52}Al_{48}$, plus importante dans le second cas. La structure massive ne présente pas d'amélioration notable de la tenue au fluage, tant au niveau du fluage primaire que secondaire. En revanche, la structure lamellaire grossière provoquée par croissance discontinue présente une tenue au fluage meilleure que l'état brut d'élaboration.

Tableau A5.1 : Caractéristiques de fluage des différentes compositions et microstructures testées sous une contrainte de 160 Mpa et une température de 800°C (cf § II.2.5.3). Les traitements thermiques utilisés pour obtenir les différentes microstructures sont présentés au § A4.1

Alliage	traitement	fluage primaire % / temps	déformation à 200 h	vitesse de fluage secondaire (/s)
$Ti_{54}Al_{46}$	brut	1,7% / 80 h	2,4%	$0,7 \cdot 10^{-8}$
	croissance discontinue	0,55% / 80 h	0,77%	$5 \cdot 10^{-9}$
$Ti_{52}Al_{48}$	brut	0,5% / 130 h	0,6%	$4 \cdot 10^{-9}$
	bimodale	0,7% / 80 h	1,05%	10^{-8}
	transformation massive	0,75% / 100 h	1,05%	$8 \cdot 10^{-9}$
$Ti_{52}Al_{48}$ gp	brut	2% / 65 h	4,2%	$4 \cdot 10^{-9}$
	bimodale	1% / 33 h	3,65%	$3,5 \cdot 10^{-8}$
	stabilisée	1,15% / 40 h	1,74% à 100 h *	$3,5 \cdot 10^{-8}$
$Ti_{51}Al_{47}Cr_2$	brut	0,8% / 100 h	1%	10^{-8}
$Ti_{48}Al_{48}Cr_2Nb_2$	brut	0,7% / 68 h	1,3%	10^{-8}
$Ti_{50}Al_{46}Cr_2Nb_2$	brut	1,6% / 80 h	2,5%	$2 \cdot 10^{-8}$

(*) : problèmes de température

Ces résultats sont toutefois à aborder avec beaucoup de scepticisme et ne sont présentés qu'à titre indicatif. En effet, un certain manque de reproductibilité des résultats a pu être mis en évidence (tableau A5.2).

Tableau A5.2 : Résultats obtenus sur deux éprouvettes de l'alliage $Ti_{52}Al_{48}$ à l'état brut d'élaboration.

Alliage	Fluage primaire % / temps	Déformation à 200 h	Vitesse de fluage secondaire (/s)
$Ti_{52}Al_{48}$ (1)	0,5% / 130 h	0,6%	$4 \cdot 10^{-9}$
$Ti_{52}Al_{48}$ (2)	1,2% / 90 h	1,6%	10^{-8}

A5.2 - Reproductibilité des résultats

Divers facteurs peuvent être avancés pour expliquer le manque de reproductibilité de résultats observé à haute température. Parmi ceux-ci, nous avons considéré avec plus d'attention l'influence de l'orientation des lamelles par rapport à l'axe de sollicitation mécanique et le phénomène de recristallisation dynamique récemment reporté dans la littérature.

A5.2.1 - Influence de l'orientation des lamelles par rapport à l'axe de sollicitation mécanique

L'étude des variations de la limite élastique avec la température a montré que l'orientation des lamelles par rapport à l'axe de sollicitation mécanique joue un rôle important dans la reproductibilité des résultats jusqu'à une température de l'ordre de 800°C (§ V.2.1). Nous avons utilisé des éprouvettes présentant une orientation lamellaire déterminée lors d'essais de fluage. La figure A5.1 nous montre que l'influence de l'orientation des interfaces lamellaires par rapport à l'axe de sollicitation mécanique joue également un rôle important dans le comportement en fluage de cette catégorie d'alliages.

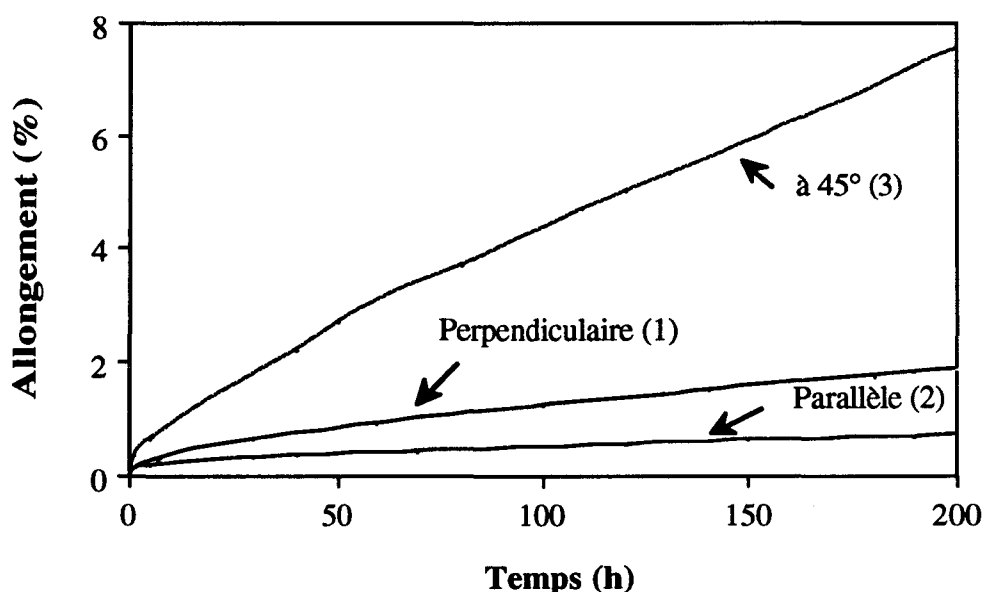


Figure A5.1 : Influence de l'orientation des interfaces lamellaires par rapport à l'axe de sollicitation mécanique sur le comportement en fluage de l'alliage $Ti_{48}Al_{48}Cr_2Nb_2$.

A5.2.2 - Influence de la recristallisation dynamique

Mitao, Tsuyama et Minakawa [1991] ont mis en évidence l'existence d'une recristallisation de la phase γ en fluage dans la structure biphasée lamellaire. Cette recristallisation est observée dès 800°C sous 196 MPa le long des joints de grain lamellaires dans la composition binaire de 48% d'Al. Ce phénomène de recristallisation dynamique réduit la résistance au fluage et joue donc un rôle primordial dans le comportement à haute température de cette catégorie d'alliage.

Pour une même température et contrainte, l'étendue de ce phénomène va dépendre de la densité de joints de grains présents dans l'échantillon ainsi que de l'orientation relative des deux grains lamellaires par rapport à l'axe de sollicitation mécanique. Le phénomène de recristallisation dynamique peut donc prendre une part importante dans la reproductibilité des résultats.

A5.3 - Approche phénoménologique du comportement en fluage

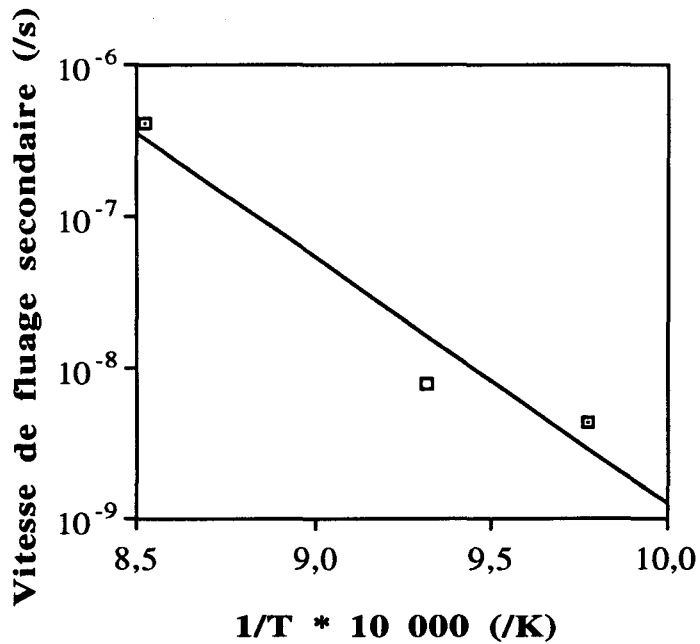
La dépendance en température de la vitesse de fluage secondaire $d\epsilon/dt$ est généralement décrite sous la forme d'une loi d'Arrhénius : $d\epsilon/dt \propto e^{-Q/RT}$, Q étant l'énergie d'activation du fluage, R , la constante des gaz parfaits et T , la température. Q varie avec le mécanisme responsable du fluage : la montée des dislocations est caractérisée par une énergie d'activation égale à l'énergie d'autodiffusion, alors que l'énergie de diffusion aux joints de grains (mécanisme de Cobble) présente une valeur égale à la moitié de l'énergie d'activation d'autodiffusion.

En outre, dans la plupart des cas, la relation de $d\epsilon/dt$ avec σ peut être représentée sous la forme d'une loi-puissance du type : $d\epsilon/dt \propto \sigma^n$. Le coefficient n est l'exposant de contrainte, couramment utilisé pour décrire le fluage. Ce coefficient, tout comme l'énergie d'activation, dépend du mécanisme contrôlant la déformation, et peut varier dans de très larges limites. Aux contraintes pour lesquelles la déformation se fait usuellement par mouvement des dislocations, n varie typiquement de 4 à 6, et prend une valeur proche de 1 pour les faibles contraintes, auxquelles la déformation se produit par mouvement de lacunes sans dislocations mobiles.

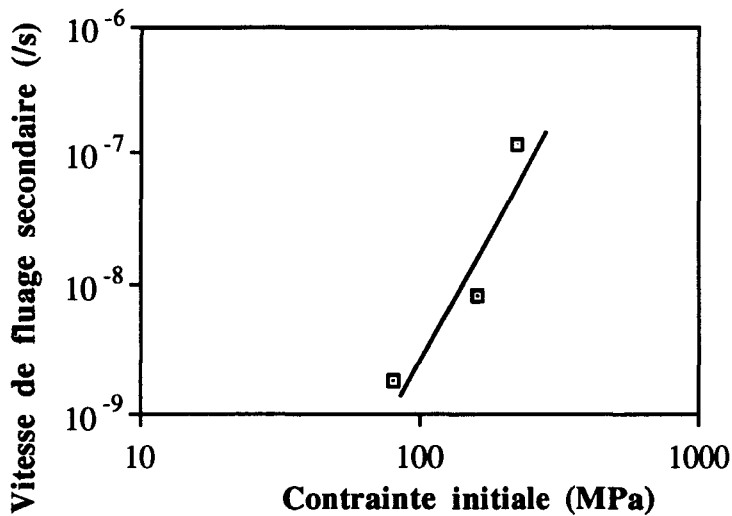
La détermination de Q et n permet donc en principe d'obtenir des renseignements sur le mécanisme responsable du fluage.

Afin de déterminer ces valeurs dans les alliages biphasés à base de TiAl, nous avons procédé à des essais incluant des variations de contrainte et de température pour un même état. Etant donné le manque de reproductibilité observé précédemment, nous avons veillé à ce que les éprouvettes utilisées soient prélevées à un même endroit du lingot, de manière à diminuer les inhomogénéités de microstructure. Les courbes permettant la détermination de ces deux valeurs sont présentées à la figure A5.2. Les valeurs de Q et n issues de ces courbes sont de 335 kJ/mole et 4,04, respectivement.

Ces valeurs montrent un bon accord avec les valeurs relevées dans la bibliographie, qui varient d'une manière générale entre 300 et 370 kJ/mole pour Q , et entre 4 et 5 pour n dans la gamme de température 750-950°C [Shih, Huang, Scarr, Jang, et Chesnutt 1991; Hayes et London 1992]. Les valeurs de Q sont proches des valeurs récemment reportées d'autodiffusion de Ti dans TiAl [Viswanathan et Vasudevan 1993]. Il paraît donc raisonnable de proposer un processus de montée de dislocations gouvernant la vitesse de fluage secondaire [Hayes et London 1992; Viswanathan et Vasudevan 1993]. L'existence du phénomène de recristallisation dynamique est conforme à ce mécanisme, puisqu'il est indicatif d'une montée difficile des dislocations.



(a)



(b)

Figure A5.2 : Etude du fluage secondaire, (a) dépendance en température de la vitesse de fluage secondaire. La pente de la courbe représente $-Q/R$, et permet la détermination de l'énergie d'activation Q , (b) dépendance de la vitesse de fluage secondaire avec la contrainte appliquée, la pente de la courbe correspond à l'exposant de contrainte n .

A5.4 - Conclusion

Nous avons montré que l'orientation des interfaces lamellaires par rapport à l'axe de sollicitation mécanique et le phénomène de recristallisation dynamique semblent jouer un rôle important dans le comportement en fluage du matériau. La détermination de l'énergie d'activation Q et de l'exposant de contrainte n nous a en outre permis de proposer un mécanisme de déformation en fluage par montée des dislocations.

Cette approche du comportement en fluage des alliages biphasés à base de TiAl reste toutefois limitée par une mauvaise reproductibilité des résultats. Ce manque de reproductibilité rend difficile la détermination précise de l'influence de la composition et de la microstructure sur les propriétés de fluage, qui constituait le but principal de cette étude. Il s'agira dans l'avenir d'être particulièrement vigilant envers les différents facteurs susceptibles d'agir sur la reproductibilité des résultats. En premier lieu, il est nécessaire de s'affranchir des problèmes liés à la microstructure par un contrôle rigoureux de l'homogénéité et de la texture avant essai. En second lieu, il est nécessaire de caractériser de manière plus approfondie le phénomène de recristallisation dynamique que nous avons mentionné. L'étendue de ce phénomène peut varier pour un même état avec l'orientation des lamelles par rapport à l'axe de sollicitation mécanique ou avec les conditions de température et de contrainte imposées lors de l'essai. L'appréhension du comportement à haute température de cette catégorie d'alliages nécessite une connaissance parfaite des conditions d'apparition de ce phénomène. Elle nécessite également une étude détaillée des mécanismes de déformation. Différents niveaux de déformation devront être examinés au MET de manière à obtenir une connaissance approfondie des mécanismes de fluage primaire et secondaire.

Références

- AARONSON, H. I., 1993, *Metall. trans A*, **24**, 241.
- AARONSON, H.I., FURUHARA, T., RIGSBEE, J.M., REYNOLDS, W.T., Jr., et HOWE, J.M., 1990, *Metall trans. A*, **21**, 2369.
- ADRIANOVSKII, B.P., GREENBERG, B.A., SYUTKINA, V.I., SHASKOV, O.D., et VAKOVLEVA, C.S., 1971, *Phys. Stat. Sol. (a)*, **6**, 323.
- APPEL, F., BEAVEN, P.A., et WAGNER, R., 1993, *Acta metall.*, **41** (6), 1721.
- BARINOV, S.M., ANDRIASHVILI, P.I., 1988, *Metally*, *Izvestiya Akademii Nauk SSSR*, **2**, 148.
- BEAVEN, P.A., APPEL, F., DOGAN, B., et WAGNER, R., 1992, *Ordered Intermetallics - Physical Metallurgy and Mechanical Behaviour*, éd. C.T. Liu et al., Kluwer Academic publishers, Netherlands, 413.
- BELAYGUE, P., 1993, *Rapport de stage de DEA*, Université de Lyon.
- BLACKBURN, M.J., 1970, *The Science, Technology and Applications of Titanium*, éd. R.I. Jaffee et N.E. Promisel, Pergamon Press, Oxford, 633.
- BÖGEL, A., GUST, W., PREDEL, B., 1992, *Z. Metallkd.*, **83** (1), 11.
- BOULESTEIX, C., VAN LANDUYT, J., et AMELINCKX, S., 1976, *Phys. Stat. Sol.*, **33**, 595.
- BRYANT, J.D. et SEMIATIN, S.L., 1991, *Scripta metall. mater.*, **25**, 449.
- CAHN, J.W., 1959, *Acta metall.*, **7**, 18.
- CHAN, K.S., et KIM, Y.W., 1992, *Metall. Trans.*, **23A**, 1663; 1993, *Metall. Trans.*, **24A**, 113.
- CHRISTIAN, J.W., 1951, *Proc. of the Royal Soc*, **204**, 1084, 51.
- COURT, S.A., LÖFVANDER, J.P.A., STUCKE, M.A., KURATH, P., et FRASER, H.L., 1989, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, **133**, 675.
- COURT, S.A., VASUDEVAN, V.K., et FRASER, H.L., 1990, *Phil. Mag. A*, **61** (1), 141.
- DOHERTY, R.D., 1983, *Physical Metallurgy, 3^e édition*, éd. R.W. Cahn and P. Haasen, Elsevier Science Publisher BV, chapitre 14 (Diffusive Phase Transformations in the solid state).
- DENQUIN, A., et NAKA, S., 1991, *Rapport technique ONERA N°5/3728M*; 1992, *Ibid*, N°9/3728M.
- DENQUIN, A., NAKA, S., et KHAN, T., 1992, *Titanium'92 Science and Technology*, Vol. II, éd. F.H. Froes et I.L. Caplan, TMS, Proceedings de la 7^e Conférence Internationale sur le Titane, San Diego (CA), Juin-Juillet 1992, 1017.
- DENQUIN, A., NAKA, S., HUGUET, A., et MENAND, A., 1993, *Scripta metall. mater.*, **28**, 1131.
- DENQUIN, A., et NAKA, S., 1993, *Phil Mag Letters*, **68** (1), 13.
- EDINGTON, J.W., 1975, *Practical Electron Microscopy in Material Science*, Macmillan Philips Technical Library, **3**.
- EHRHART, I., 1991, Thèse de doctorat, Université d'Orsay.
- EHRHART, I., THOMAS, M., VASSEL, A. et VEYSSIERE, P., 1989, *Revue de Physique Appliquée*, **24**, 699.
- FENG, C.R., MICHEL, D.J., et CROWE, C.R., 1988, *Scripta metall. mater.*, **22**, 1481; 1989, *Ibid*, **23**, 241; 1990, *Phil. Mag. Letters*, **61** (3), 95.

- FLEISCHER, R.L., 1959, *Acta metall.*, **7**, 134.
- FOURNELLE, R.A., et CLARK, J.B., 1972, *Metall. Trans.*, **3**, 2757.
- FUJIWARA, T., NAKAMURA, A., HOSOMI, M., NISHITANI, S.R., SHIRAI, Y., et YAMAGUCHI, M., 1990, *Phil. Mag. A*, **61** (4), 591.
- GAO, K.W., WANG, Y.B., CHU, W.Y., HSIAO, C.M., et THOMPSON, A.W., 1992, *Scripta metall mater*, **26**, 813.
- GREENBERG, B.A., 1970, *Phys. Stat. Sol.*, **42**, 459; 1973, *Phys. Stat. Sol.*, **55**, 59.
- GREENBERG, B.A., et YAKOVENKOVA, L.I., 1972, *Fiz. metal. metalloved.*, **33** (5), 1086.
- GREENBERG, B.A., ANTONOVA, O.V., INDENBAUM, V.N., KARKINA, L.E., NOTKIN, A.B., PONOMAREV, M.V., et SMIRNOV, L.V., 1991, *Acta metall.*, **39** (2), 233.
- GRONSKY, R., et THOMAS, G., 1975, *Acta metall.*, **23**, 1163.
- HALL, E.L., et HUANG, S.C., 1989, *J. Mater. Res.*, **4** (3), 595.
- HARTIG, Ch., FANG, X.F., MECKING, H. et DAHMS, M., 1992, *Acta metall.*, **40** (8), 1883.
- HAYES, R.W., et LONDON, B., 1992, *Acta metall.*, **40** (9), 2167.
- HAYES, R.W., 1993, *Scripta metall mater*, **29**, 1229.
- HELLWIG, A., 1990, *Mémoire de doctorat*, Dortmund.
- HILLERT, M., 1972, *Metall. trans.*, **3**, 2729; 1982, *Acta metall.*, **30**, 1689; 1984, *Metall. Trans.*, **15A**, 411.
- HIRABAYASHI, M., et WEISSMAN, S., 1962, *Acta metall.*, **10**, 25.
- HOWE, J.M., DAHMEN, U., et GRONSKY, R., 1987, *Phil. Mag. A*, **56** (1), 31.
- HREN, J.A., et THOMAS, G., 1963, *TMS AIME*, **227**, 308.
- HUANG, S.C., 1988, *Scripta metall. mater.*, **22**, 1885; 1989, U.S. Patent N°4 879 092; 1992, *Metall. Trans.*, **23A**, 375.
- HUANG, S.C., McKEE, D.W., SHIH, D.S. et CHESNUTT, J.C., 1991, *Proceedings of International Symposium on Intermetallics Compound, Structure and Mechanical Properties*, éd. O. Izumi, The Japan Inst. of Metals, 363.
- HUANG, S.C., et HALL, E.L., 1991a, *Metall. Trans.*, **22A**, 427; 1991b, *Metall. Trans.*, **22A**, 2619 .
- HUANG, S.C., ET SHIH, D.S., 1990, *Microstructure/Property Relationships in Titanium Aluminides and Alloys*, éd. Y.W. Kim et R.R. Boyer, TMS Warrendale (PA), 105.
- HUG, G., LOISEAU, A., et LASALMONIE, A., 1986, *Phil. Mag. A*, **54** (1), 45.
- HUG, G., LOISEAU, A., et VEYSSIERE, P., 1988, *Phil. Mag. A*, **57** (3), 499.
- HUG, G., 1988, *Thèse de doctorat*, Université d'Orsay.
- HUGUET, A., 1994, *Thèse de Doctorat* (à paraître), Université de Rouen.
- INUI, H., NAKAMURA, A., OH, M.H., et YAMAGUCHI, M, 1992, *Phil. Mag. A*, **66** (4), 539;
- INUI, H., OH, M.H., NAKAMURA, A., et YAMAGUCHI, M, 1992, *Acta metall. mater.*, **40** (11), 3095.
- JACKSON, A.G., 1993, *Scripta metall. mater.*, **28**, 673.
- JONES, S.A., SHULL, R.D., McALISTER, A.J., et KAUFMAN, M.J., 1988, *Scripta metall. mater.*, **22**, 1235.
- JONES, S.A., et KAUFMAN, M.J., 1993, *Acta metall.* , **41** (2), 387.

- JONES, G.J., et TRIVEDI, R.K., 1971, *J. of appl. Physics*, **42** (11), 4299.
- JU, C.P., et FOURNELLE, R.A., 1985, *Acta metall.*, **33** (1), 71.
- KAD, B.K., et HAZZLEDINE, P.M., 1992, *Phil Mag Letters*, **66** (3), 133.
- KATTNER, U.R., LIN, J.C., et CHANG, Y.A., 1992, *Met. Trans.*, **23A**, 2081.
- KAWABATA, T., KANAI, T., et IZUMI, O., 1985, *Acta metall.*, **33**, 1355.
- KAWABATA, T., TADANO, M., et IZUMI, O., 1988, *Scripta. metall. mater.*, **22**, 1725.
- KAWABATA, T., TAKEZONO, Y., KANAI, T., et IZUMI, O., 1988, *Acta metall.*, **36** (4), 963.
- KAWABATA, T., TAMURA, T., IZUMI, O., 1989, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, **133**, 329; 1993, *Metall. Trans.*, **24A**, 141.
- KAWABATA, T., ABUMIYA, T., et IZUMI, O., 1992, *Acta metall.*, **40** (10), 2557.
- KIKUCHI, M., et YAMABE, Y., 1991, *Proceedings of International Symposium on Intermetallics Compound, Structure and Mechanical Properties*, éd. O. Izumi, The Japan Inst. of Metals, 815.
- KHACHATURYAN, A.G., et SHATALOV, G.A., 1969, *Soviet Physics JEPT*, **29** (3), 557.
- KIM, Y.W., 1989, *J. of Metals*, **41**, 24; 1991, *High-Temperature Ordered Intermetallics Alloys IV*, éd. L.A. Johnson, D.P. Pope et J.O. Stiegler, MRS, Pittsburg (PA), **213**, 777; 1992, *Acta metall.*, **40**, 1121.
- KIM, Y.W. et DIMIDUK, D.M., 1991, *J. of Metals*, **43** (8), 40.
- KINSMAN, K.R., AARONSON, H.I., EICHEN, E., 1971, *Metall. Trans.*, **2**, 1041.
- KRISHNAMURTHY, S., et KIM, Y.W., 1991, *Microstructure/Property Relationships in Titanium Aluminides and Alloys*, éd. Y.W. Kim et R.R. Boyer, The Minerals, Metals and Materials Society, 149.
- LAIRD, C., et AARONSON, H.I., 1969, *Acta metall.*, **17**, 505.
- LI, X.L., HILLEL, R., TEYSSANDIER, F., CHOI, S.K., et VAN LOO, F.J.J., 1992, *Acta metall.*, **40**, 3149.
- LI, Y.G., et LORETTO, M.H., 1993, *Acta metall.*, **41** (12), 3413.
- LIPSITT, H.A., SHECHTMAN, D., SCHAFRIK, R.E., 1975, *Metall. Trans.*, **6A**, 1991.
- LIVINGSTON, J.D., et CAHN, J.W., 1976, *Acta metall.*, **22**, 495.
- LOISEAU, A., 1985, Thèse d'état, Université P. et M. Curie.
- McCULLOUGH, C., VALENCIA, J.J., LEVI, C.G., et MEHRABIAN, R., 1989, *Acta metall.*, **37**, 1321.
- McQUAY, P.A., DIMIDUK, D.M., et SEMIATIN, S.L., 1991, *Scripta metall. mater.*, **25**, 1689.
- MASSALSKI, T.B., 1984, *Metall. Trans.*, **15A**, 421.
- MAHAJAN, S., GREEN, M.L., et BRASEN, D., 1977, *Metall. Trans.*, **8A**, 283.
- MAHON, G.J., et HOWE, J.M., 1990, *Metall. Trans.*, **21A**, 1655.
- MARCINKOWSKI, M.J., BROWN, N., et FISHER, R.M., 1961, *Acta metall.*, **9**, 129.
- MARTIN, C., BLAVETTE, D., et SARRAU, J.M., 1984, *Revue de Physique Appliquée*, **19**, 27.
- MARTIN, P.L., LIPSITT, H.A., NUHFER, N.T., et WILLIAMS, J.C. 1980, *Proceedings de la 4^e conférence internationale sur le titane*, Metall. Soc. AIME, Warrendale (PA), éd. H. Kimura et O. Izumi, 1245.
- MURRAY, J.L., 1988, *Metall. Trans.*, **19A**, 243.

- MITAO, S., TSUYAMA, S., et MINAKAWA, K., 1991, *Materials Science and Engineering*, **A143**, 51.
- MITAO, S., et TSUYAMA, S., 1991, *Proceedings of International Symposium on Intermetallics Compound, Structure and Mechanical Properties*, éd. O. Izumi, The Japan Inst. of Metals, 809.
- MORRIS, M. A., 1993, *Structural Intermetallics*, éd. R. Darolia, J.J. Lemanski, C.T. Liu, P.L. Martin, D.B. Miracle et M.V. Ntahal, TMS, 257.
- NAKA, S., THOMAS, M., BACHELIER, A. et DENQUIN, A., 1992, *Rapport Technique ONERA*, N°8/3728M.
- NEKKANTI, R., McQUAY, P.A., et SEMIATIN, S.L., 1992, *Scripta metall. mater.*, **26**, 1089.
- NICHOLSON, R.B., et NUTTING, J., 1961, *Acta metall.*, **9**, 332.
- OCTOR, et NAKA, S., 1989, *Phil. Mag. Letters*, **59** (5), 229.
- OH, M.H., INUI, H., MISAKI, M. et YAMAGUCHI, M., 1993, *Acta metall.*, **41** (7), 1939.
- PEREPEZKO, J.H., 1984, *Metall. Trans.*, **15A**, 437.
- PERRIER, C., 1989, *Thèse de Doctorat*, Orsay.
- PLICHTA, M.R., AARONSON, H.I., et PEREPEZKO, J.H., 1978, *Acta metall.*, **26**, 1293.
- PLICHTA, M.R., PEREPEZKO, J.H., AARONSON, H.I., et LANGE III, W.F., 1980, *Acta metall.*, **28**, 1031.
- PLICHTA, M.R., et AARONSON, H.I., 1980, *Acta metall.*, **28**, 1041.
- PLICHTA, M.R., CLARK, W.A.T., et AARONSON, H.I., 1984, *Metall. Trans.*, **15A**, 427.
- PORTER, D.A., et EASTERLING, K.E., 1981, *Phase Transformation in Metals and Alloys*, éd. Van Nostrand Reinhold Co LTD., International Student Edition.
- RAMANATH, G., et VASUDEVAN, V.K., 1993, *Mat. Res. Symp. Proc.*, **288** (5), 223 .
- RAO, P.P., et TANGRI, K., 1991, *Mat. Sci. Eng.*, **A132**, 49.
- RICOLLEAU, C., DENQUIN, A., et NAKA, S., 1994, à paraître dans *Phil Mag Letters*, Avril 1994.
- SCHWARTZ, D.S., et SASTRY, S.M.L., 1991, *Mat. Res. Symp. Proc.*, **229**, 207.
- SEEGER, J., BARTELS, A. et MECKING, H., 1991, *Scripta metall. mater.*, **25**, 2523.
- SEMIATIN, S.L. et McQUAY, P.A., 1992, *Metall. Trans.*, **23A**, 149.
- SEMIATIN, S.L., FREY, N., EL-SOUDANI, S.M. et BRYANT, J.D., 1993, *Metall. Trans.*, **23A**, 1719.
- SEMIATIN, S.L., NEKKANTI, R., ALAM, M.K. et McQUAY, P.A., 1993, *Metall. Trans.*, **24A**, 1295.
- SHAO, G., GROSDIDIER, T., et TSAKIROPOULOS, P., 1993, *Proceedings de la 3^{ème} conférence Européenne sur les matériaux avancés* (à paraître), Paris 8-10/06/93.
- SHECHTMAN, D., BLACKBURN, M.J., et LIPSITT, H.A., 1974, *Metall. Trans.*, **5**, 1373.
- SHIH, D.S., HUANG, S.C., SCARR, G.K., JANG, H., et CHESNUTT, J.C., 1991, *Microstructure/Property Relationship in Titanium Aluminides and Alloys*, éd. Y.W. Kim et R.R. Boyer, TMS Soc., 135.
- SHONG, D.S., et KIM, Y.W., 1989, *Scripta metall. mater.*, **23**, 257.
- SINGH, S.R., et HOWE, J.M., 1992, *Phil. Mag. A*, **66** (5), 739.
- SOBOYEJO, W.O., SCHWARTZ, D.S., et SASTRY, S.M.L., 1992, *Metall. Trans.*, **23A**, 2039.
- SOBOYEJO, W.O., et LOU, K., 1993, *Scripta metall. mater.*, **29**, 1335.
- SRIRAM, S., VASUDEVAN, V.K., et DIMIDUK, D.M., 1991, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, **213**, 375.

- SUBRAMANIAN, P.R., MASSALSKI, T.B., et LAUGHLIN, D.E., 1988, *Acta metall.*, **36** (4), 937.
- SYUTKINA, V.I., SYREVA, L.P., et ABDULOV, R.Z., 1982, *Fiz. Metal. Metalloved.*, **53** (2), 385.
- TANNER, L.E., 1968, *Phys. Stat. Sol.*, **30**, 685.
- TANNER, L.E., et ASHBY, M.F., 1969, *Phys. Stat. Sol.*, **33**, 59.
- TANNER, L.E., et LEAMY, H.J., 1974, *The Microstructures of order-disorder transformations*, in *Order-Disorder Transformations in alloys*, éd. H. Warlimont, Springer-Verlag, Berlin, 180-239.
- TONG, H.C., et WAYMAN, C.M., 1973, *Acta metall.*, **21**, 1381.
- UEMORI, R., HANAMURA, T., et MORIKAWA, H., 1992, *Scripta metall. mater.*, **26**, 969.
- UMAKOSHI, Y., et NAKANO, T., 1993, *Acta metall.*, **41** (4), 1155.
- VANDERSCHAEVE, G., 1969, *Phys. Stat. Sol.*, **36**, 103; 1981, *Thèse d'état*, Université de Lille; 1984, *Ecole d'hiver sur l'ordre et le désordre dans les matériaux*, Aussois, éd. F. Reynaud, N. Clément et J.J. Coudert, Les éditions de Physique, 135.
- VASUDEVAN, V.K., STÜCKE, M.A., COURT, S.A., et FRASER, H.L., 1989, *Phil Mag. Letters*, **59** (6), 299.
- VISWANATHAN, G.B., et VASUDEVAN, V.K., 1993, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, **288** (5), 787.
- WAYMAN, C.M., 1983, *Physical Metallurgy, 3^e édition*, éd. R.W. Cahn and P. Haasen, Elsevier Science Publisher BV, chapitre 15 (Phase transformations, nondiffusive).
- WANG, P., VISWANATHAN, G.B., VASUDEVAN, V.K., 1992, *Metall. Trans.*, **23A**, 690.
- WANG, P., et VASUDEVAN, V.K., 1992, *Scripta metall. mater.*, **27**, 89; 1993, *Mat. Res. Symp. Proc.*, **288** (5), 229.
- WILLIAMS, D.B., et EDINGTON, J.W., 1976, *Acta metall.*, **24**, 323.
- WILLIAMS, D.B., et BUTLER, E.P., 1981, *International Metals Review*, (3), 153.
- YAMABE, Y., HONJO, N., et KIKUCHI, M., 1991, *Proceedings of International Symposium on Intermetallics Compound, Structure and Mechanical Properties*, éd. O. Izumi, The Japan Inst. of Metals, 821.
- YAMAGUCHI, M., et UMAKOSHI, Y., 1990, *Progress in Material Science*, éd. J.W. Christian, P. Haasen et T.B. Massalski, Pergamon Press, Oxford, **34** (1).
- YAMAGUCHI, M., et INUI, 1992, *Orderd intermetallics - Physical Metallurgy and Mechanical Behaviour*, éd. C.T. Liu et al., Kluwer Academic Publishers, Netherland, 217.
- YANG, Y.S., et WU, S.K., 1990, *Scripta metall.*, **24**, 1801; 1991, *Scripta metall.*, **25**, 255; 1992, *Phil Mag. A*, **65** (1), 15.
- YANG, Y.S., WU, S.K., et WANG, J.Y., 1993, *Phil Mag. A*, **67** (2), 463.
- YASUDA, K., et KANZAWA, Y., 1977, *Trans JIM*, **18**, 46.
- ZHANG, X.D., et LORETTO, M.H., 1993, *à paraître dans Phil. Mag. Letters*.
- ZHANG, Y.G., TICHELAAAR, F.D. et SCHAPINK, F.W., 1993, *soumis à Phil. Mag. A*.
- ZHANG, Y.G., TICHELAAAR, F.D., SCHAPINK, F.W. et CHATURVEDI, M.C., 1993, *soumis à Phil. Mag. A*.
- ZHAO, L., et TANGRI, K., 1991, *Acta metall. mater.*, **39** (10), 2209, 1992, *Phil. Mag. A*, **65** (5), 1065.

