

# THÈSE

Pour l'obtention du titre de :

DOCTEUR de L'UNIVERSITÉ DE LORRAINE

Spécialité: Métallurgie

Présentée par :

**JULIEN GUYON**

---

## **Evolution des microstructures et mécanismes de densification d'un alliage TiAl lors du frittage par Spark Plasma Sintering**

---

Thèse soutenue publiquement le 25 novembre 2015 à Metz devant le jury composé de :

M. Jérôme CREPIN	Directeur de recherche, Mines Paristech	Rapporteur
M. Damien FABREGUE	Professeur des universités, INSA Lyon	Rapporteur
M. Dominique DALOZ	Professeur des universités, Université de Lorraine	Examineur
M. Shigehisa NAKA	Directeur de recherche, ONERA	Examineur
M. Jean-Philippe MONCHOUX	Chargé de recherche, CNRS	Invité
M. Emmanuel BOUZY	Professeur des universités, Université de Lorraine	Directeur de thèse
M. Alain HAZOTTE	Professeur des universités, Université de Lorraine	Co-directeur de thèse

*LEM3 – UMR 7239 - Equipe 3TAM  
Ile du Saulcy - F-57045- Metz Cedex 01*

## Résumé

Les aluminures de titane (TiAl) commencent à être utilisés pour fabriquer les aubes de turbine des étages basse pression des moteurs d'avion. Ils remplacent les superalliages à base nickel, deux fois plus lourds. Cela permet de réduire la consommation en carburant. Cependant, ces alliages souffrent toujours d'une faible ductilité à température ambiante et d'une résistance au fluage limitée pour des températures supérieures à 800°C.

Des poudres de composition Ti<sub>48</sub>Al<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>Nb élaborées par atomisation ont été densifiées par le procédé SPS (Spark plasma Sintering). Ce procédé consiste en un chauffage rapide par passage d'un courant électrique de forte intensité au sein du métal et en l'application simultanée d'une pression uniaxiale. Un des objectifs de ce travail était d'étudier l'évolution des microstructures au cours du chauffage. Pour cela, les différentes transformations qui conduisent de la phase métastable alpha, présente dans les poudres atomisées, aux phases d'équilibre ont été finement caractérisées par MEB, MET et analyse EBSD à haute résolution. En particulier, les mécanismes de recristallisation d'une structure nanolamellaire gamma ont été identifiés et il a été établi que la force motrice, qui donne lieu à ce nouveau type de recristallisation (elle se produit sans déformation plastique préalable), provient uniquement de l'énergie élastique et de l'énergie interfaciale emmagasinée dans les lamelles en relation de cohérence. Un autre objectif de ce travail était d'étudier les mécanismes de densification au cours des premiers stades de la densification, lorsque les particules de poudres entrent en contact et forment des cous. Les gradients de microstructure observés ont permis de montrer qu'il existait un gradient thermique au niveau des cous lors de leur formation et d'estimer leur amplitude. Par ailleurs, la comparaison entre la densification par SPS de poudres broyées et celle de poudres non broyées a permis de mettre en évidence que les cinétiques, les microstructures et les mécanismes de densification étaient différents. Dans les deux cas, l'origine des hétérogénéités structurales présentes dans les échantillons complètement densifiés, a été discutée. En dernier lieu, un dispositif original qui permet d'appliquer une contrainte dynamique pendant le cycle SPS a été utilisé. L'effet de l'application de cette contrainte, à différents stades du cycle SPS, sur les microstructures et sur la cinétique de densification a été décrit et discuté.

## Abstract

The titanium aluminides (TiAl) are beginning to be used for producing the turbine blades of the low pressure stages of airplane engines. They replace nickel-based superalloys, twice as heavy. This reduces fuel consumption. However, these alloys still suffer from low ductility at room temperature and limited creep resistance at temperatures greater than 800 °C.

Ti<sub>48</sub>Al<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>Nb powders elaborated by atomization have been processed by SPS (Spark Plasma Sintering). This process consist in rapid heating by flowing a high intensity electrical current through the metal and by applying simultaneously an uniaxial pressure. One objective of this work was to study the evolution of the microstructures during the heating. For this, the different transformations during the return to equilibrium of the metastable alpha phase present in the atomized powder, have been finely characterized using SEM, TEM and high resolution EBSD analysis. Especially, the recrystallization mechanisms of a gamma nanolamellar structure have been identified. It is shown that the driving force of this new type of recrystallization (it occurs without prior plastic deformation), comes only from the elastic strain energy and the interfacial energy stored in the coherent nanolamellar structure. Another objective of this work was to study the mechanisms of densification during the early stages of the SPS densification when the powder particles come into contact and form necks. Observed microstructure gradients have shown that there was a temperature gradient at the level of the necks when they are formed and they were used to estimate the magnitude of this temperature gradient. Furthermore, the comparison of the SPS densification of milled powders and no milled powders has shown that the kinetics, the microstructures and the mechanisms were different. In both cases, the origins of the structure heterogeneities in the fully densified samples has been discussed. Finally, an original device has been used, which allows to apply a dynamic stress during the SPS cycle. The influence of this stress at different stages of the densification process has been described and discussed.