



**GDR "RELATIONS MICROSTRUCTURES PROPRIETES
DES ALLIAGES DE TITANE
TRANSFORMES A PARTIR DU DOMAINE β "**

GLOSSAIRE DES MICROSTRUCTURES

**rédacteurs: Jacques Béchet, Stéphanie Bein, CNAM Paris
Elisabeth Gautier, Ecole des Mines de Nancy
Christiane Quesne, Université Paris Sud**

**avec la collaboration d'Yves Combres, CEZUS
de Gilles Jago, CNAM Paris
de David Bourgarit, Université Paris Sud
s'Alain Vassel, ONERA**



**GDR "RELATIONS MICROSTRUCTURES PROPRIETES
DES ALLIAGES DE TITANE
TRANSFORMES A PARTIR DU DOMAINE β "**

GLOSSAIRE DES MICROSTRUCTURES

**rédacteurs: Jacques Béchet, Stéphanie Bein, CNAM Paris
Elisabeth Gautier, Ecole des Mines de Nancy
Christiane Quesne, Université Paris Sud**

**avec la collaboration d'Yves Combres, CEZUS
de Gilles Jago, CNAM Paris
de David Bourgarit, Université Paris Sud
s'Alain Vassel, ONERA**

Septembre 1995

Elisabeth GAUTIER
Laboratoire de Science et Génie des
Matériaux Métalliques
Ecole des Mines
Parc de Saurupt
54042 NANCY

DE MESTRAL
TURBOMECA
64511 BORDES Cedex

Jean-François UGINET
FORTECH Département Métallurgie
75 Bd de la Libération
09102 PAMBERS Cedex

Richard PENELLE
Laboratoire de Métallurgie Structurale
Université de Paris SUD
Bat 413
91405 ORSAY Cedex

Yves COMBRES
CEZUS
Centre de Recherche d'UGINE
BP 33
73400 UGINE

Jean-Yves MORAUX
AUBERT ET DUVAL
41 rue de Villiers
92200 NEUILLY SUR SEINE

Franck MONTHEILLET
Ecole des Mines
158 cours Fauriel
42023 SAINT ETIENNE Cedex 2

Elisabeth GAUTIER
Laboratoire de Science et Génie des
Matériaux Métalliques
Ecole des Mines
Parc de Saurupt
54042 NANCY

DE MESTRAL
TURBOMECA
64511 BORDES Cedex

Michel CLAVEL
UTC Division Mécanique
Laboratoire LG2MS
BP649
60206 COMPIEGNE Cedex

Richard PENELLE
Laboratoire de Métallurgie Structurale
Université de Paris SUD
Bat 413
91405 ORSAY Cedex

Yves COMBRES
CEZUS
Centre de Recherche d'UGINE
BP 33
73400 UGINE

José MENDEZ
Laboratoire de Mécanique et de Physique des
Matériaux
ENSMA
86036 POITIERS FUTUROSCOPE

Franck MONTHEILLET
Ecole des Mines
158 cours Fauriel
42023 SAINT ETIENNE Cedex 2

Claude BATHIAS - Jacques BECHET
Laboratoire de Métallurgie
2 rue Conté
75003 PARIS

Michel CLAVEL
UTC Division Mécanique
Laboratoire LG2MS
BP649
60206 COMPIEGNE Cedex

Jean-François UGINET
FORTECH Département Métallurgie
75 Bd de la Libération
09102 PAMBERS Cedex

José MENDEZ
Laboratoire de Mécanique et de Physique des
Matériaux
ENSMA
86036 POITIERS FUTUROSCOPE

Jean-Yves MORAUX
AUBERT ET DUVAL
41 rue de Villiers
92200 NEUILLY SUR SEINE

Claude BATHIAS - Jacques BECHET
Laboratoire de Métallurgie
2 rue Conté
75003 PARIS

Avant-propos

Ce Glossaire des microstructures des alliages de Titane est l'aboutissement d'un travail d'équipe amorcé dans les coulisses du GDR Titane :

"Relations microstructures / propriétés des alliages de Titane transformés à partir du domaine β ".

Quatre rédacteurs ont planché sur ce "digest", mais il est aussi le résultat de multiples discussions et échanges et la liste des personnes, qui de près ou de loin y ont participé, ne peut être exhaustive.

Les diverses réunions du Groupement Scientifique et des commissions thématiques (Analyse d'images, Alliage 6246, Comparaison des microstructures) ont mis en évidence la nécessité d'adopter non seulement un vocabulaire commun, mais également un contenu unique sous des termes que l'usage habituel fait employer dans la description de ces microstructures. Il était souhaitable également de canaliser l'exubérance des jeunes chercheurs et leur propension à imager leurs observations de touches très subjectives. Bref, il s'agit bien d'un glossaire, c'est-à-dire d'une liste thématique de termes empruntés au vocabulaire très spécialisé des microstructures propres aux alliages de Titane.

Quelques réserves et commentaires cependant.

- Cette liste n'est certainement pas limitative : on a cherché à regrouper les principaux termes employés dans la classe d'alliages étudiés ici. Pour d'autres classes d'alliages (alpha, super-alpha, intermétalliques, etc.) des compléments sont nécessaires.

- Ce fascicule ne prétend pas être autre chose qu'un glossaire. Cela nous a obligé à adopter des définitions aussi concises et précises que possible. De ce fait, tout n'est pas dit sur le sujet, mais des références sont données en parallèle pour permettre de compléter les indications fournies. Le risque d'être dans certains cas trop schématique ou trop simpliste existe également : nous avons cherché à privilégier davantage l'approche pragmatique des choses, plutôt que de mettre en oeuvre des notions conceptuelles difficiles à vérifier. C'est pourquoi sont donnés en parallèle des exemples de microstructures, effectivement observées dans le cadre des travaux réalisés.

- Pour un besoin de clarté, nous avons préféré adopter un classement par échelles de microstructures : échelles nano-, micro- et mésoscopiques. Cela oblige à des choix, car la microstructure réelle ne se décompose pas nécessairement en éléments typiques simples.

- Une microstructure ne se comprend bien en fait que dans une vision un peu dynamique des transformations qui s'y produisent. Une simple définition risque de ne donner qu'une idée figée. C'est pourquoi nous avons ajouté une partie intitulée "Séquences de transformation". Elle est une mise en situation - limitée encore une fois au cas des alliages étudiés - des différentes phases et morphologies que l'on peut rencontrer.

Ce Glossaire nous paraît bien traduire le travail commun réalisé dans ce GDR, chaque partenaire -industriel ou universitaire - apportant son éclairage spécifique. Tout n'est pas dit sur ces microstructures, mais l'échange est ouvert à partir de ces définitions fondamentales.

J. Béchet

Sommaire

AVANT-PROPOS

GLOSSAIRE

Définitions

Différentes phases rencontrées

Morphologies

 Echelle microscopique

 Echelle nanoscopique

 Echelle mésoscopique

SEQUENCES DE TRANSFORMATIONS

METALLOGRAPHIE DU TITANE ET DES ALLIAGES DE TITANE

texte préparé par la Commission Technique des Producteurs Européens de Titane

RELATIONS MICROSTRUCTURES / PROPRIETES : les grandes tendances

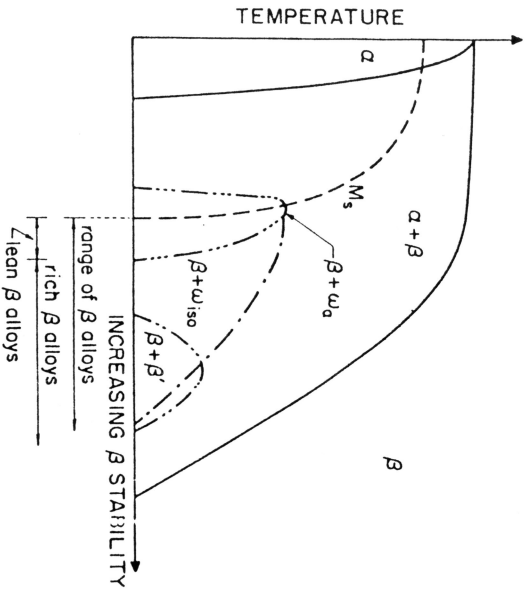
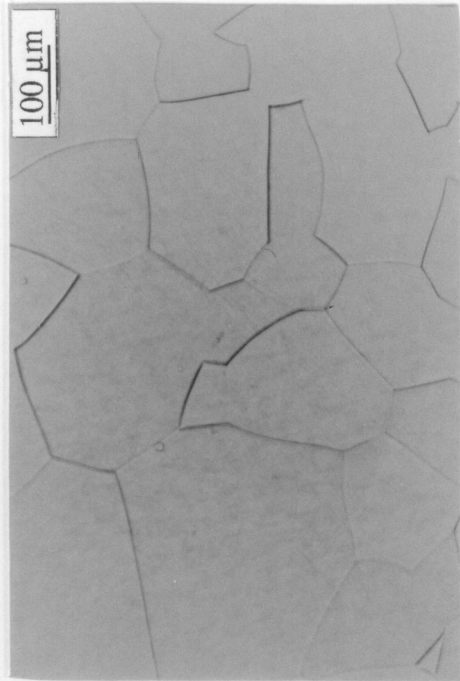


Schéma 1 :

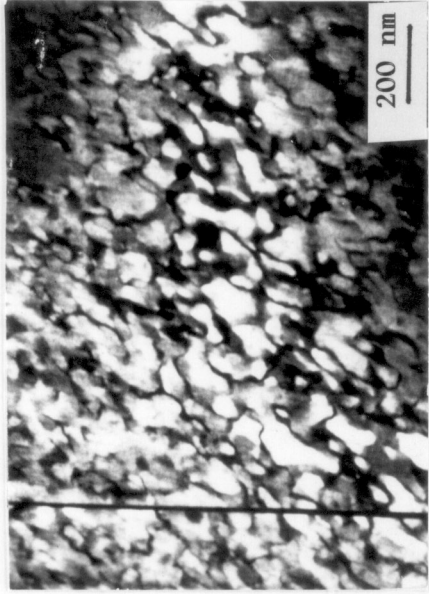
Diagramme de phases schématique d'un système Titane - éléments bétagènes indiquant le domaine de composition correspondant aux alliages β et la subdivision en domaine "d'alliages β pauvres" et "d'alliages β riches".

DIFFÉRENTES PHASES RENCONTRÉES

	Beta (β)	Phase C.C.	
Bêta (β)	Beta (β)		
β métastable	metastable β	Phase β hors d'équilibre, pouvant être transformée par traitement thermique ou sous contrainte.	<u>Attention</u> : il existe également le nom d'alliages β métastable, qui ont leur température Ms inférieure à la température ambiante <i>Micrographie 1</i>
β'	β'	Phase CC issue d'une décomposition de type spinodale (phase appauvrie en éléments β gènes dans la matrice enrichie).	taille de la phase de l'ordre de qqes nm <i>Micrographie 2</i>
β_2	β_2	Structure CC ordonnée de β dans les systèmes Ti-Mo-Al, Ti-Nb-Al, Ti-Nb-W-Al (Ne pas confondre avec β' autrefois appelée β_2)	
Alpha (α)	Alpha (α)	Phase H.C.P. $a \simeq 2,93 \text{ \AA}$ $c \simeq 4,69 \text{ \AA}$	
Type 1α		α ou 1α suit les relations de Burgers : $(0001)\alpha // (110)\beta$; $[1120]\alpha // [111]\beta$	ref : J.C. Williams <i>Titanium Technology</i> (1985) pp 75-86
Type 2α		2α ne suit pas les relations de Burgers et est obtenue à partir de β métastable	Ed. Froes, Eylon, Bomberger ; <i>The Titanium Development Association Dayton USA</i>

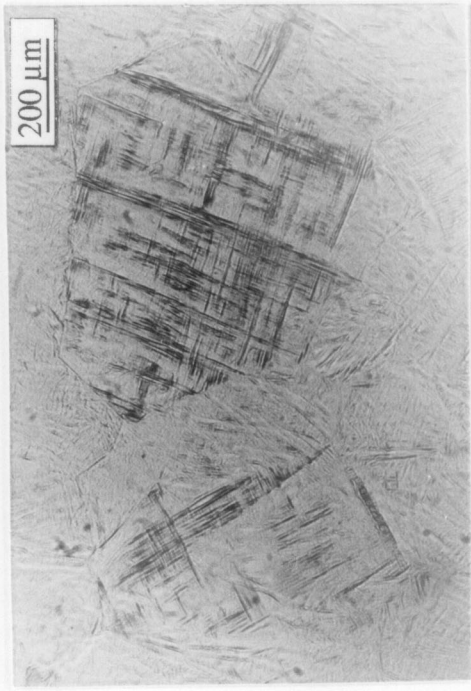


Micrographie 1.
Phase β métastable observée en M.O. Alliage β -Céz
mis en solution à $920^{\circ}\text{C}/30\text{min}$. refroidi à 47°C/s .
Observation des grains β .
C. Angelier, J. Béchet 1993.



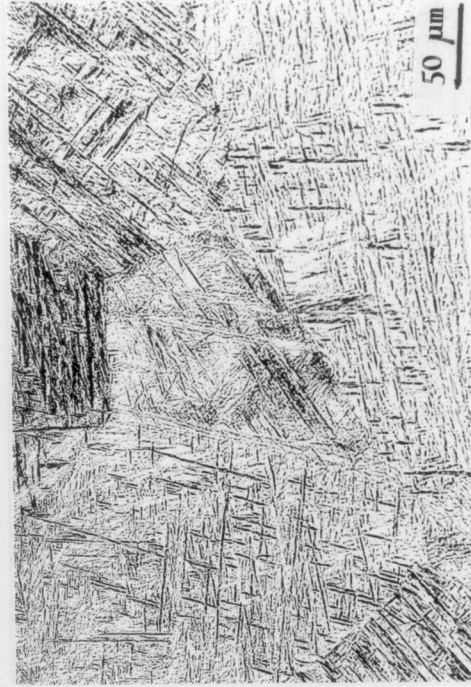
Micrographie 2.
Cliché en M.E.T. de la phase β' observée
en champ sombre. Alliage Ti-47% Nb
(pds) après trempe et revenu 20h à 254°C .
*O. Lyon, Thèse de Doctorat es Sciences Physiques
U.P.S. Orsay 1982*

α'	α'	Martensite de structure HCP, α' a la même composition chimique que la phase mère β Relations d'orientations : $(0001)\alpha' // (110)\beta ; [1120]\alpha' // [111]\beta$	<i>Micrographie 3</i>
α''	α''	Martensite de structure orthorhombique. Même composition chimique que la phase mère. A tendance à remplacer α' quand le taux d'éléments β gènes augmente Relations d'orientations : $(001)\alpha'' // (110)\beta \quad [101]\alpha'' // [111]\beta$	<i>Micrographie 4</i>
Omega (ω)	Omega (ω)	Phase Hexagonale qui précipite dans la phase β . Relations d'orientations : $(0001)\omega // (111)\beta ; [1120]\omega // [110]\beta$	<i>Micrographie 5</i>
ω_{remp}	ω_{ath}	ω_{ath} : phase ω formée au refroidissement	
ω_{revenu}	ω_{iso}	ω_{iso} : phase ω formée au cours d'un vieillissement	
Ti ₃ Al ou α_2	Ti ₃ Al ou α_2	Structure ordonnée	<i>Micrographie 6</i>
Composés eutectoïdes		Eutectoïdes lamellaires ou non suivant les systèmes et les conditions de refroidissement. ex lamellaire pour TiNi, TiCu, non lamellaire pour TiCr	



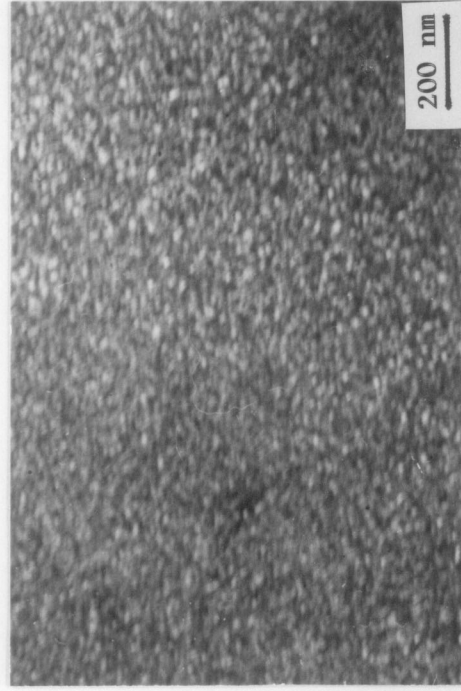
Micrographie 4 :

Phase α' observée en M.O. Alliage Ti 6246 mis en solution à $950^{\circ}\text{C}/1\text{h}$. trempé eau.
S. Bein, J. Béchet 1995.



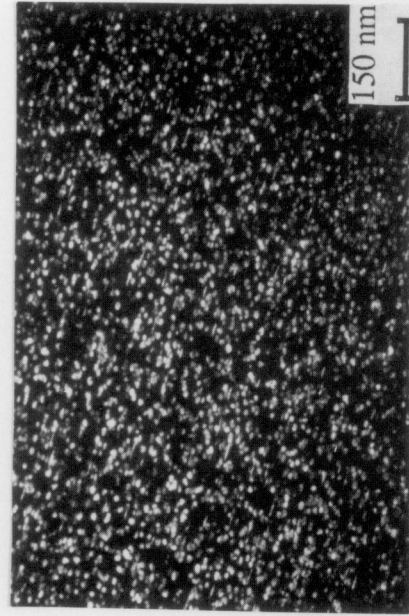
Micrographie 3 :

Phase α' observée en M.O. Alliage TA6Zr5D ou Ti IMI685 mis en solution à 1050°C trempé eau ($V_r=60^{\circ}\text{C/s}$).
C. Quesne (LMS Orsay non publié)



Micrographie 6 :

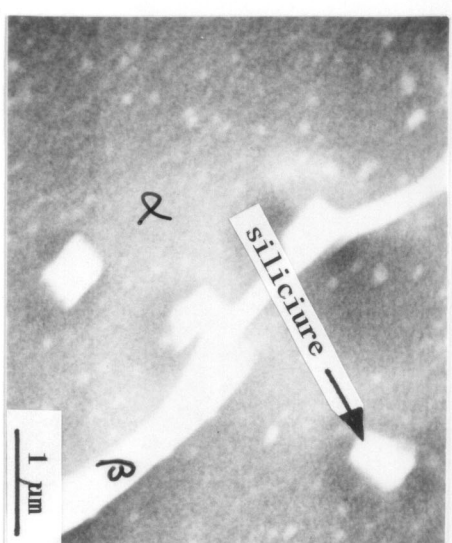
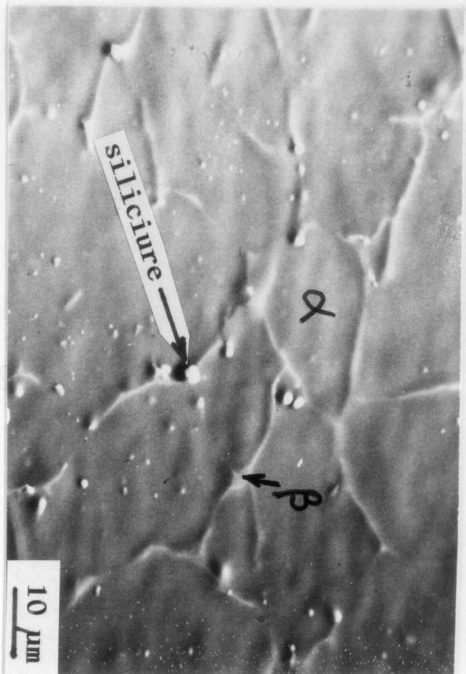
Cliché en champ sombre de la phase α_2 (Ti_3Al) observée en M.E.T. Alliage β TA6V6E2 ou Ti662 après trempe et revenu prolongé (200h à 450°C).
J.M. Chopin, A. Reyes, J.P. Fries et P. Lacombe dans *Titanium and Titanium Alloys* Ed. J.C. Williams et A.F. Belov, Plenum Press 1982 pp 1595-1603.



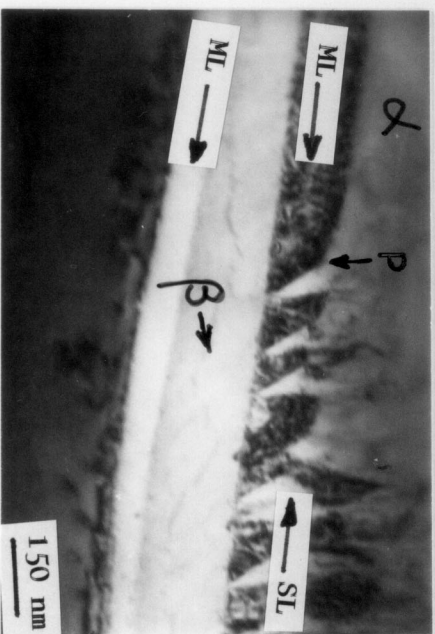
Micrographie 5 :

Cliché en champ sombre de la phase ω de revenu observée en M.E.T. Alliage β Cez mis en solution à $840^{\circ}\text{C}/4\text{h}$. refroidi à 50°C/s suivi d'un chauffage $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$. jusqu'à 375°C .
A. Henri, A. Vassel Actes du Colloque G.S.Titane Aussois 1991.

Composés intermétalliques		<p>Résulte de la transformation α sursaturé $\rightarrow \alpha + \text{composé}$</p> <p>Pour certains alliages la précipitation est très lente, la réaction n'est pas observée</p> <p>réaction observée pour quelques systèmes binaires notamment :</p> <p>TiCu précipitation de Ti₂Cu dans α</p> <p>TiSi précipitation de Ti₅Si₃ dans α</p> <p>Rappel Ti₃Al</p>	<p><i>Micrographie 7</i></p>
Hydrures	Hydride phase	<p>TiH₂ composition stoechiométrique</p> <p>La phase hydrure γ (cfc) est stable jusqu'à 300°C et de composition comprise entre TiH et TiH₂</p> <p>Relations d'orientations observées :</p> <p>{001}_{TiH}//{0001}_{α}; <1210>_{TiH}//<110>_{α}</p> <p>{112}_{TiH}//{0001}_{α}; <1210>_{TiH}//<110>_{α}</p> <p>{110}_{TiH}//{0001}_{α}; <1210>_{TiH}//<110>_{α}</p> <p>{111}_{TiH}//{0001}_{α}; <1210>_{TiH}//<110>_{α}</p>	<p>T > 300°C</p> <p>$\gamma \rightarrow \alpha + \text{TiH}_2$ (ou δ)</p> <p>Les hydrures sont observés dans α</p> <p><i>Micrographie 8</i></p>

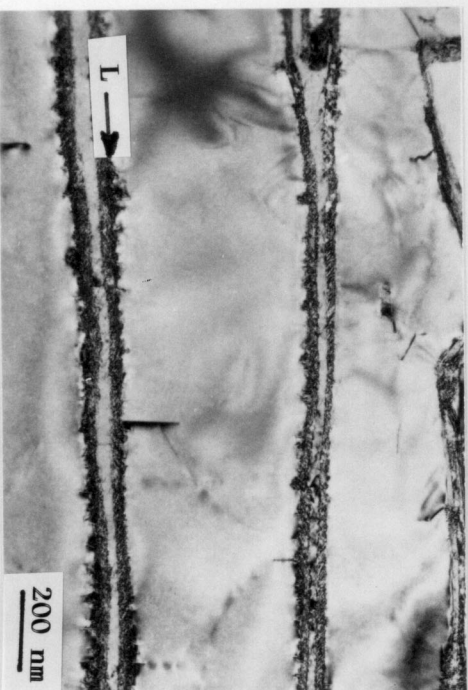


Phases d'interface	α/β Interface phase	<p>a) <u>Hydrure γ</u> serait un artefact de préparation des lames minces</p> <p>b) <u>Phase 2α</u> structure hexagonale plaquettes striées en relations de môle avec 1α mais pas en relation de Bürgers avec β</p> <p>c) phase L : liseré strié ou monolityque en relations d'orientations avec α et β . Phase cfc de transition entre α et β</p> <p>structure cfc</p> <p>Relations d'orientations :</p> <p>$(0001)\alpha // (111)\gamma ; <1120>\alpha // <110>\gamma$</p> <p>$(0002)\alpha // (111) \text{ cfc} // (110)\beta$</p> <p>$<1120>\alpha // <110>\text{cfc} // <111>\beta$</p>	<p><i>Micrographies 9 et 10</i></p>
--------------------	--------------------------------	--	-------------------------------------



Micrographie 9 :

Observation en M.E.T. de la phase L (champ clair). Liseré monolithique "ML" et strié "SL" de part et d'autre de la phase β à l'interface α/β . Alliage TA6Zr5D ou Ti IM1685. F. Chenu, C. Servant, C. Quesne et P. Lacombe. *Titanium'80, Science and Technology Proc. 4th Int. Conf. on Titanium* Kyoto 1980 pp729-733.



Micrographie 10 :

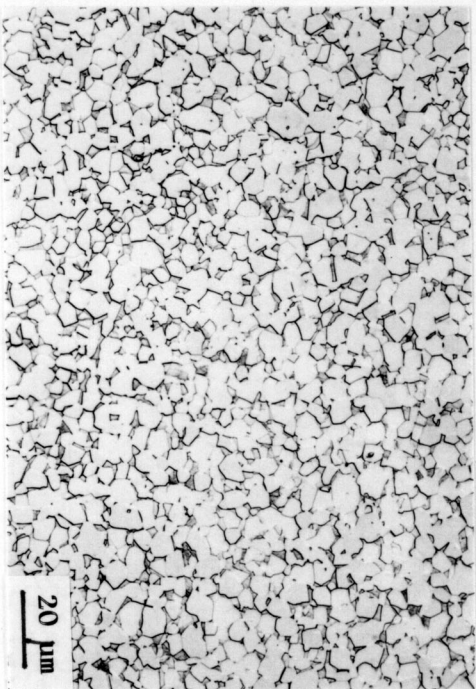
Observation en M.E.T. de la phase L (champ clair). Phase L à l'interface α'/β . Alliage TA6V4. C. Servant, C. Quesne et R. Penelle. *Colloque G.S. Titane CNRS Aussois 1991* pp197-215.

MORPHOLOGIE

ECHELLE MICROSCOPIQUE

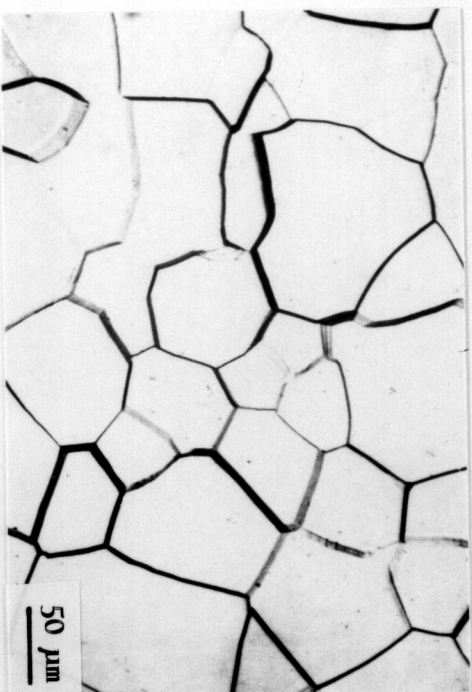
PHASE α

<u>α globulaire</u> α equiaxe α nodulaire	globular α equiaxed α nodular α	Micrographie 11 Micrographie 12	



Micrographie 11 :

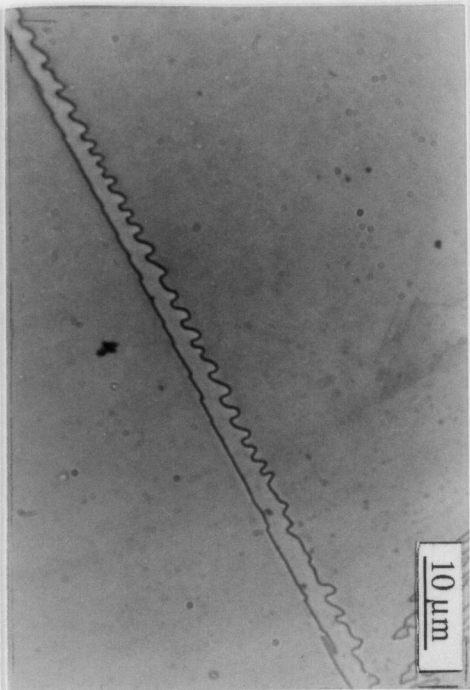
Observation en M.O. de la phase α globulaire. Alliage TA6V4.
Cézius.



Micrographie 12 :

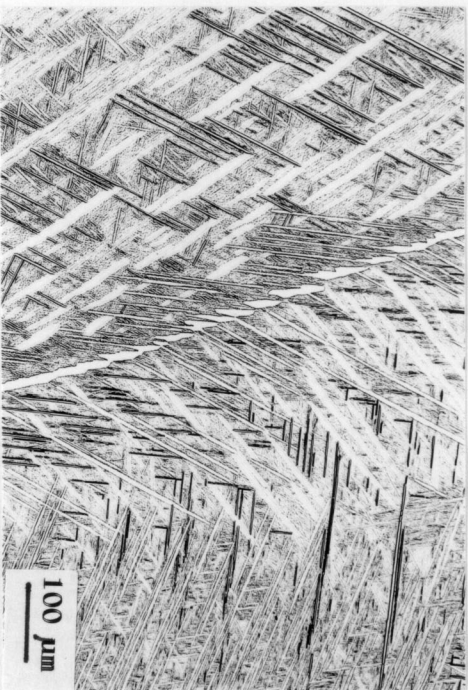
Observation en M.O. de la phase α équiaxe. Titane de pureté commerciale.
S.J. de Souza, C. Quesne, C. Servant et C. Severac,
Metallography 18 (1985) pp 353-365.

<p><u>αGB</u></p> <p><i>αGB continu</i></p>	<p>αGB</p> <p><i>αGB layer</i></p> <p><i>α film</i></p>	<p>Phase α précipitée le long du joint de grain.</p>	<p>MO</p> <p><i>Micrographie 13</i></p>
<p><i>αGB discontinu</i></p> <p><i>αGB allotriomorphe</i></p>	<p><i>αGB allotriomorphe</i></p>	<p><i>Précipitation discontinue le long du joint de grain.</i></p>	<p>MO</p> <p><i>Micrographie 14</i></p> <p><i>Micrographie 15</i></p>



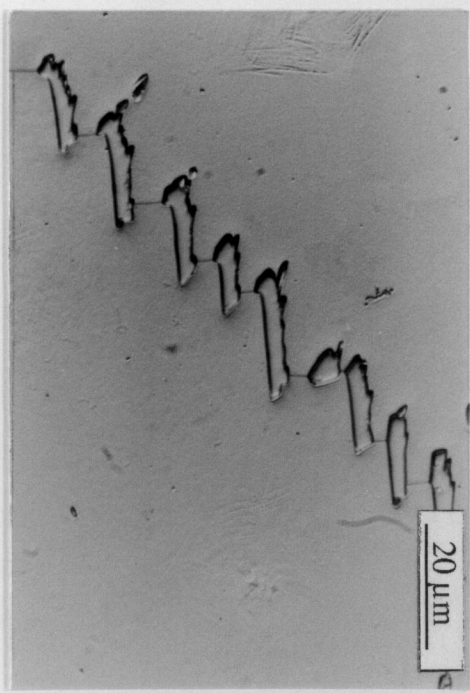
Micrographie 13 :

Observation en M.O. de la phase α GB en liseré continu.
Alliage β Cez mis en solution à 920°C/30min.,
refroidissement à 30°C/h interrompu à 800°C.
C. Angelier, J. Béchet CNAM Paris 1993.



Micrographie 14 :

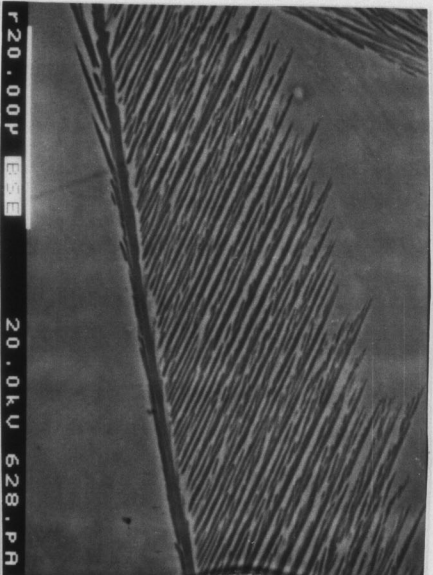
Observation en M.O. de la phase α GB allotriomorphe.
Alliage β Cez mis en solution à 920°C/30min.,
refroidissement à 30°C/h interrompu à 840°C.
C. Angelier, J. Béchet CNAM Paris 1993.



Micrographie 15 :

Observation en M.O. de la phase α GB allotriomorphe.
Alliage TA6V4
Cézus.

<p>α Widmanstätten (α <u>W</u>)</p>	<p>Widmanstätten α</p>	<p>Structure de type aciculaire, plaquette, ayant des relations d'orientations privilégiées.</p>	<p>MO Micrographies 16 a et b</p>
<p>α <u>WGB</u> <i>α plumes</i></p>	<p>α WGB <i>plate like α</i></p>	<p><i>Phase α de Widmanstätten ayant germé au voisinage du joint de grain et qui progresse dans le grain.</i></p>	<p>MO Micrographies 17 a et b</p>
<p>α <u>WI</u> <i>α WM</i> <i>structure aciculaire</i> <i>structure aiguillée</i></p>	<p><i>acicular structure</i> <i>needle like structure</i></p>	<p><i>Phase α de Widmanstätten, intragranulaire (ayant germé à l'intérieur du grain).</i></p>	

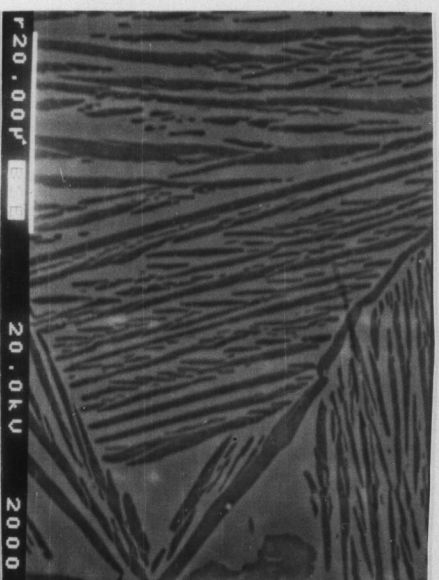


a

Micrographie 16:

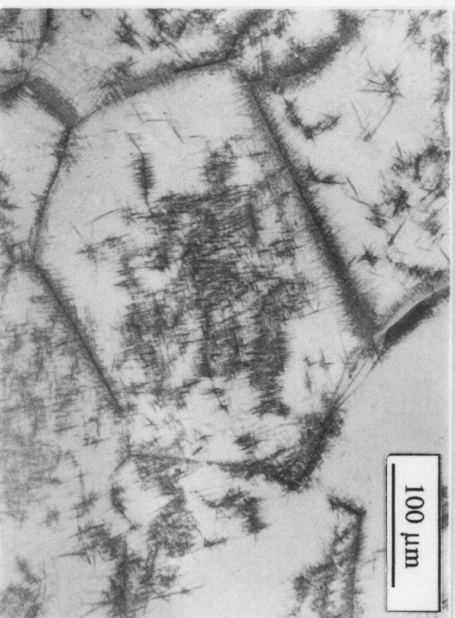
Observation en M.O. de la phase α WGB. Alliage β -Cez mis en solution à 920°C/30min,

a) transformation isotherme 755°C 16min.
E. Laude LSG2M Nancy 1995.



b

b) transformation isotherme 755°C 61min.

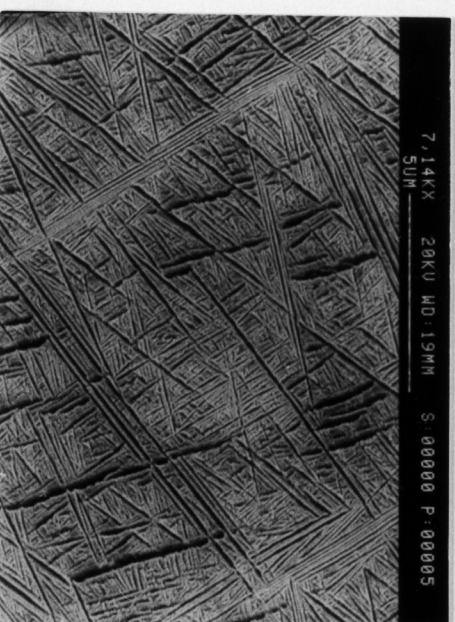


a

Micrographie 17:

Observation en M.O. de la phase α WY formée en début et fin de précipitation. Alliage β -Cez mis en solution à 920°C/15min.,

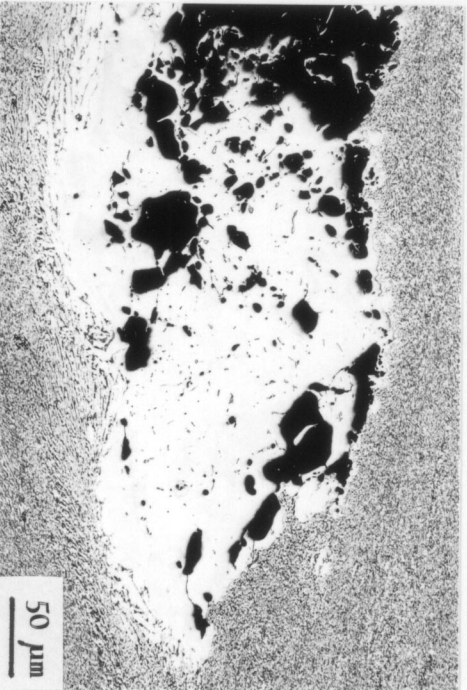
a) transformation isotherme 600°C 1min
S. Bein, J. Béchet CNAM Paris 1995.



b

b) transformation isotherme 600°C 2h

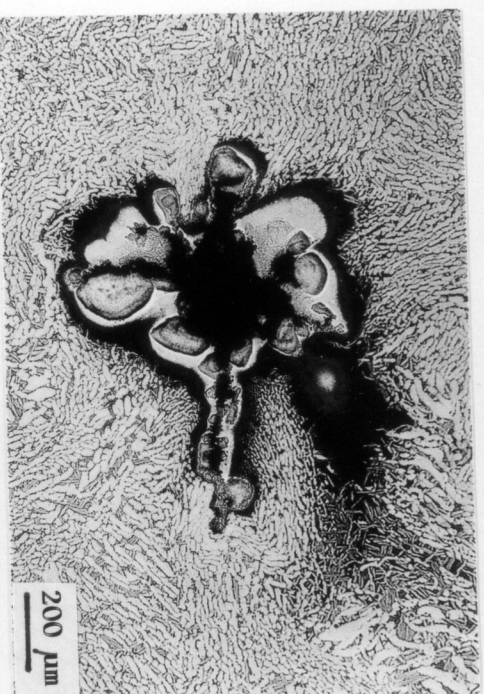
Hard alpha (LDI)	Hard alpha (LDI)	Inclusion exogène enrichie en éléments α gènes (N, O) appelée parfois HID	MO Taille moyenne 200 μm <i>Micrographie 18</i>
HDI	HDI	(High density inclusion) Inclusion de haute densité de tout type (ex WC)	MO <i>Micrographie 19</i>



Micrographie 18 :

Observation en M.O. d'une 'inclusion' d'éléments α gènes (L.D.I. low density inclusion ou H.I.D. high interstitial defect). Alliage TA6V4.

Cézius.



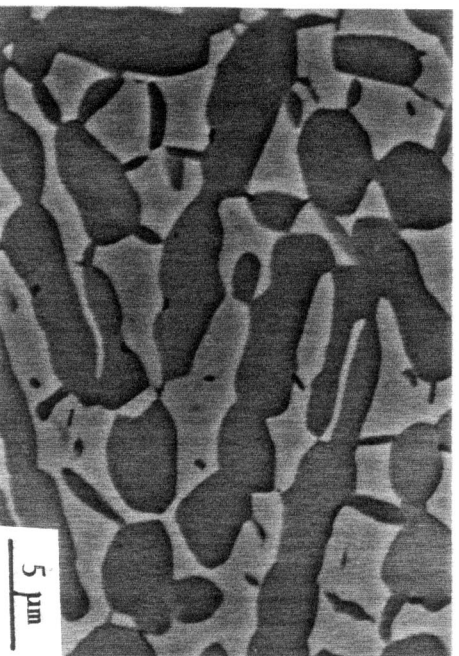
Micrographie 19 :

Observation en M.O. d'une inclusion (H.D.I.) à haute densité (WC). Alliage TA6V4.

Cézius.

PHASE β

<u>β résiduel</u>	Intergranular β	Phase β intergranulaire, quand la phase α est très connectée	MO, MEB, MET <i>Micrographie 20</i>
------------------------------------	-----------------------	---	--



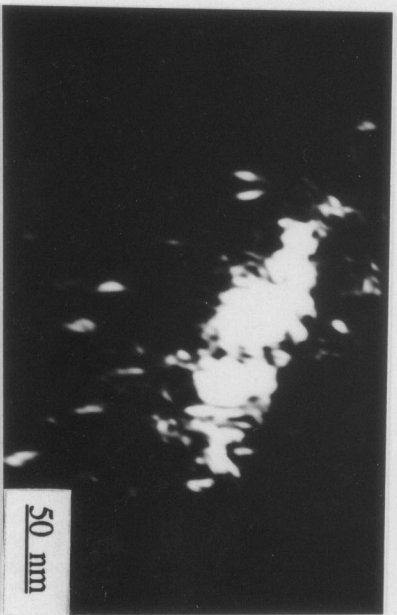
Micrographie 20 :

Observation en M.E.B. de la phase β résiduelle. Alliage β -CeZ.

CéZus.

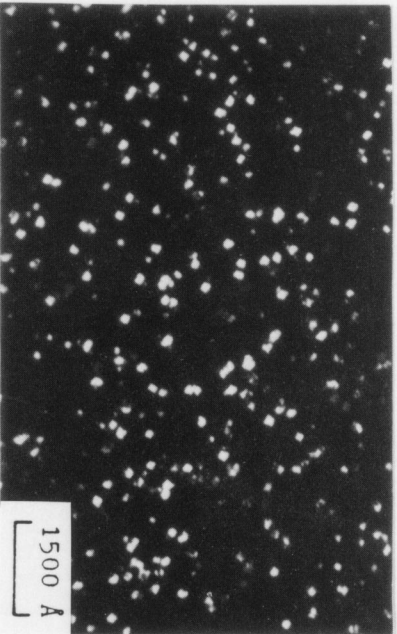
ECHELLE "NANOSCOPIQUE"

α amas	α clusters	Phase α sous forme de petits amas précipitée après trempe et revenu	MET <i>Micrographie 21</i>
α WGB ou WI		Phase α de morphologie aciculaire, précipitée à basse température d'aspect diffus en MO	<i>Micrographie 22</i>
ω revenu	ω iso	Morphologie cuboïdale ou ellipsoïdale	MET <i>Micrographie 23</i>
ω trempe	ω ath	Précipités très fins	MET <i>Micrographie 24</i>
β résiduel			



Micrographie 21 :

Observation en M.E.T. (champ sombre) de la phase α_{amas} .
Alliage β -Cez mis en solution à 920°C/30min, trempé eau
puis monté en température à 5°C/s jusqu'à 450°C.
R. Sanguinetti, E. Gautier

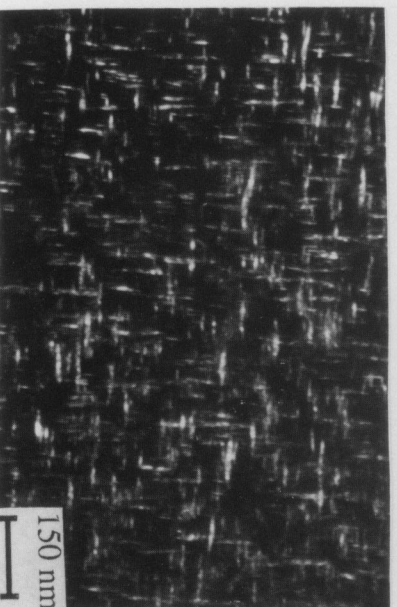


Micrographie 23 :

Observation en M.E.T. (champ sombre)
de la phase ω revenu. Alliage Ti 10 2 3
mis en solution à 780°C/2h, trempé eau
puis revenu à 300°C/1h.

M.H. Campagnac, Thèse de Doctorat de l'Université

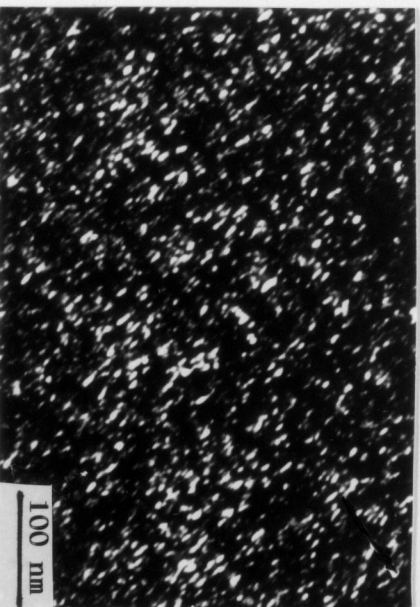
Pierre et Marie Curie (Métallurgie), Paris 1988.



Micrographie 22 :

Observation en M.E.T. (champ sombre)
de la phase α_{WI} . Alliage β -Cez mis en solution
à 830°C/4h/ref. 50°C/s, monté en température à
1°C/min jusqu'à 450°C.

A. Henri, A. Vassel Colloque "G.S. Titane", Aussois 1991



Micrographie 24 :

Observation en M.E.T. (champ sombre) de la phase ω de trempe
Alliage Ti 35%Nb (pds)

O. Lyon Thèse de Doctorat es Sciences Physiques UPS Orsay 1982

O. Lyon, C. Severac and C. Servant

Phil. Mag. A 48 (1983) 825-839.

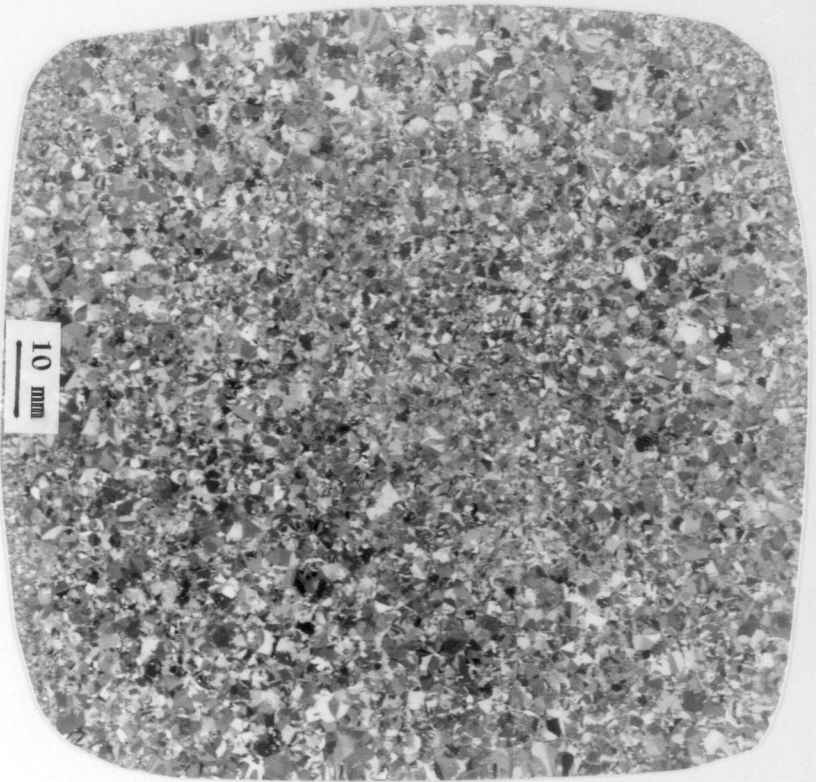
ECHELLE MESOSCOPIQUE

PHASE α

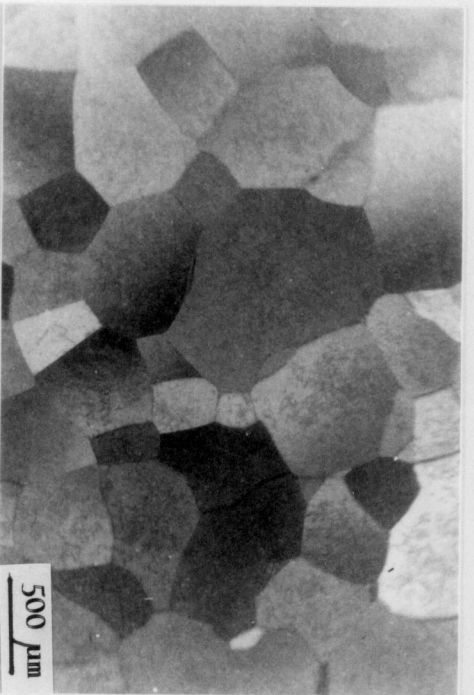
Colonie	Colony	Ensemble de lamelles α parallèles, ayant le plus souvent (en 2D), les mêmes relations d'orientation.	MO <i>Micrographie 25</i>
Panier tressé (Vannerie)	Basket wave	Mélange de plusieurs variants imbriqués de phase α Widmanstätten	MO <i>Micrographie 26</i>
Structure duplex	Duplex structure	Phase α "primaire" globulaire et lamellaire	MO <i>Micrographie 27</i>
Structure en collier	Necklace structure	Phase α globulaire à l'ex joint β Phase α Widmanstätten intragranulaire	MO <i>Micrographie 28</i>
Structure équiaxe	equiaxed structure	Phase α globulaire et β transformé	MO <i>Micrographie 29</i>
Structure lamellaire		β transformé	MO <i>Micrographie 30</i>
	Alpha case	Phase α produite par oxydation en surface	MO <i>Micrographies 31, 32</i>

PHASE β

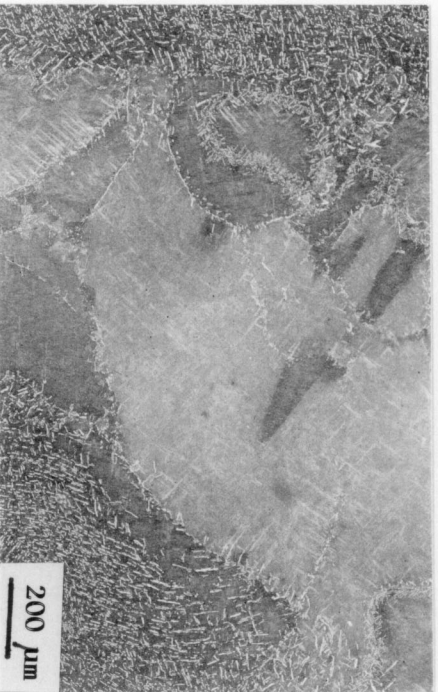
ex grain β	Prior beta grain	Grain β haute température (issu du T.T.M à $T > T_{\beta}$).	MO, MACRO <i>Micrographies 33, 34</i>
β fleck	β fleck	Zone enrichie en éléments β gènes	MO <i>Micrographie 35</i>



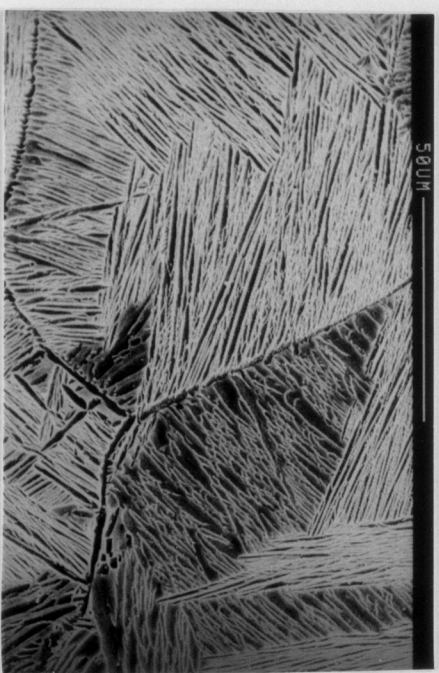
Micrographie 33 :
Ex grains β . Alliage TA6V4.
Observation Macro
Cézius



Micrographie 34 :
Ex grains β . Alliage β -Cez
Observation en M.E.B.
Contraste cristallin en B.S.E.
L. Mora, C. Quesne et R. Penelle
87th International Conference on Titanium Alloys
Birmingham



Micrographie 35 :
 β fleck. Alliage β -Cez
Observation en M.O.
Cézius



Micrographie 25 :

Colonies de phase α WGB Alliage Ti 6246

Mise en solution 990°C/15mn. Refroidissement 300°C/h.

Observation en M.E.B.

S. Bein, J. Bechet 1995



Micrographie 27 :

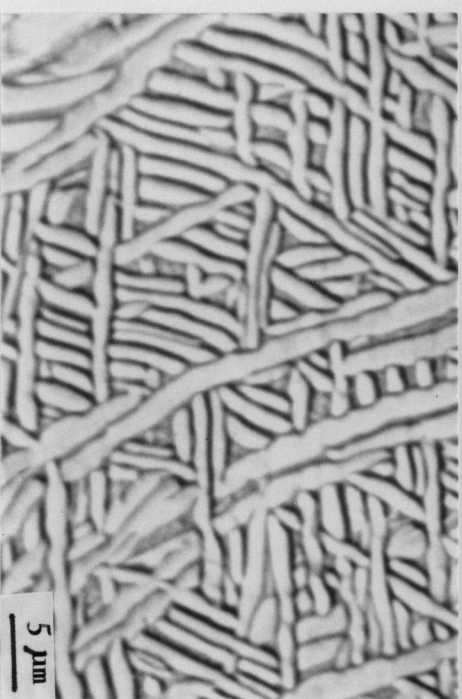
Structure duplex. Alliage TD5AC

Mise en solution 990°C/15mn. Refroidissement 300°C/h.

Observation en M.O.

S. Benhaddad, C. Quesne, R. Penelle

Contrat STCAN/MSN n° C8976



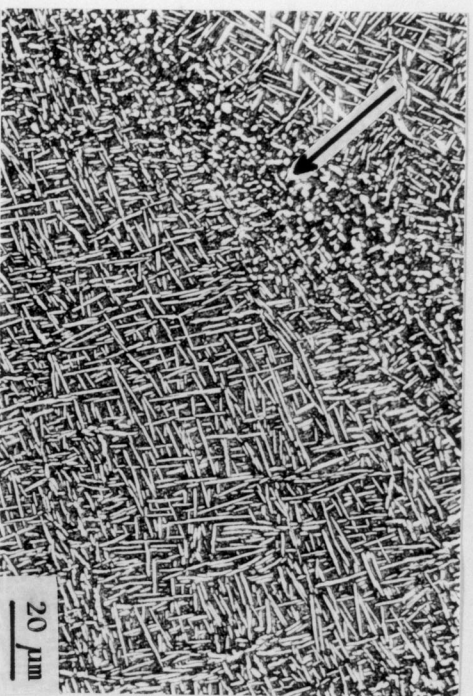
Micrographie 26 :

Structure en panier tressé Alliage TD5AC ou CORONA 5

Observation en M.E.B.

S. Benhaddad, C. Quesne, R. Penelle

Contrat STCAN/MSN n° C8976

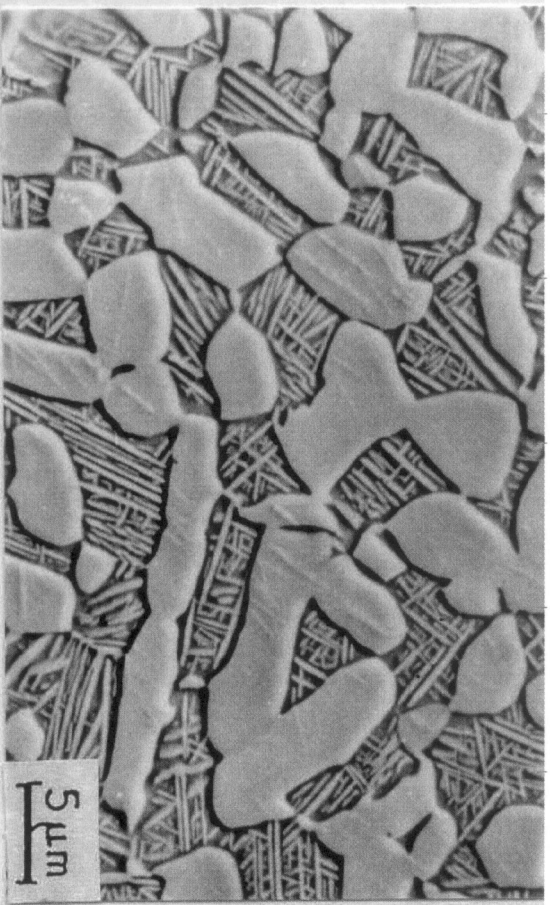


Micrographie 28 :

Structure en collier. Alliage β -Cez

Observation en M.O.

Cézius



Micrographie 29 :

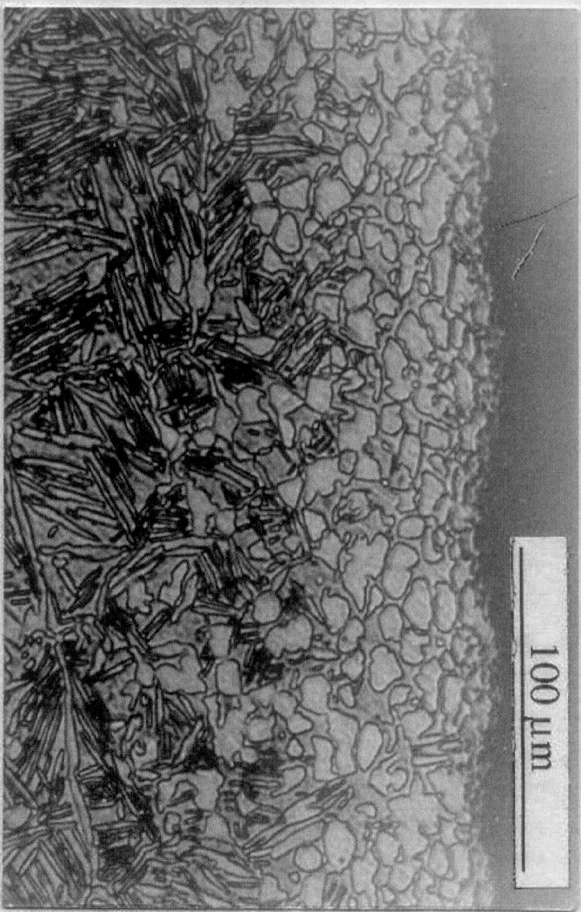
Structure équiaxe. Alliage TD5AC

Mise en solution 990°C/15mn. Refroidissement 300°C/h.

Observation en M.O.

S. Benhadad, C. Quesne, R. Penelle

Contrat STCAN/MSN n° C8976



Micrographie 31 :

α case. Alliage β -Cez

Refroidissement 20°C/s.

Observation en M.O.

C. Rain, I. Pichot 1005



Micrographie 30 :

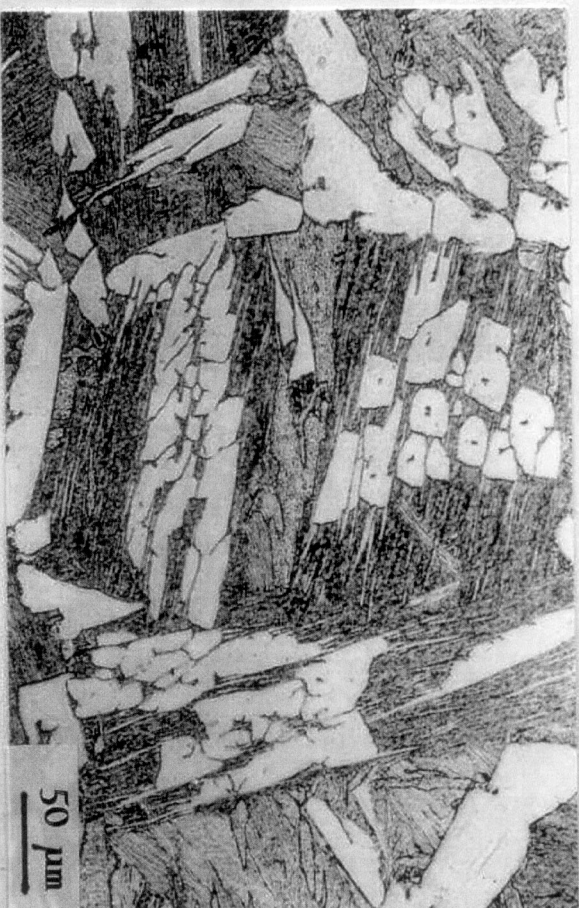
Structure lamellaire. Alliage β -Cez

Observation en M.O.

R. Sanguinetti Thèse de Doctorat de l'INPL

Science et Génie des Matériaux

16 Septembre 1994



Micrographie 32 :

α case. Alliage TA6Zr5D

Observation en M.O.

C. Quesne

SÉQUENCE DE TRANSFORMATION

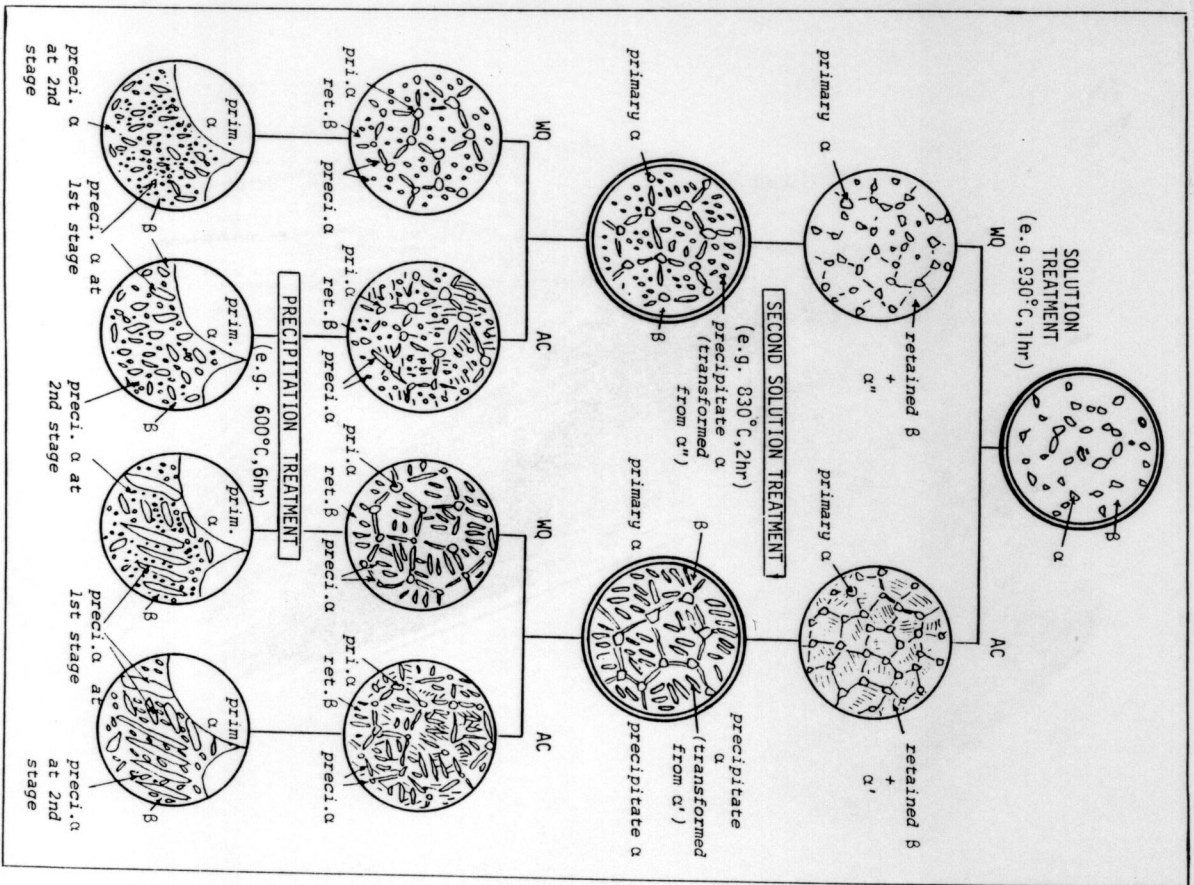
Formation des microstructures :

Schéma de formation cf extrait de l'article de Murakami (Schéma 2)

Exemple d'évolution des microstructures cas du Ti6246 (Séquence ci-dessus)

Devant la difficulté de définir et d'évaluer les taux de phases précipitées à chaque étape (mise en solution, refroidissement, chauffage....) deux types de phase α peuvent être considérées pour les relations microstructures-propriétés:

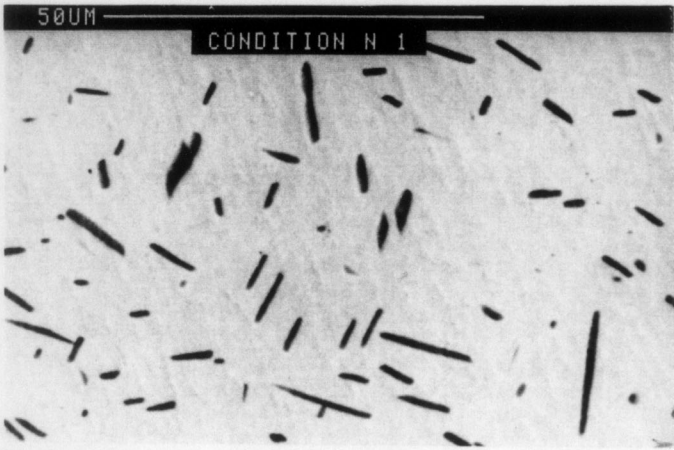
α primaire	Primary alpha	Phase α grossière, existant à la fin du dernier traitement de mise en solution. Attention : α primaire n'est pas forcément intragranulaire, elle peut être α_{GB} , α_{WGB} ou α_{WI} .	MO
α secondaire	Beta transformed	Phase α fine, formée au cours du refroidissement depuis la dernière mise en solution $\alpha+\beta$ (au joint ou intragranulaire) ou au cours du vieillissement (intragranulaire)	MEB, MET



Schematic Diagram showing Microstructures together with Heat Treatment Temperature Ranges obtained by Double Solution Treatment and Aging for (α + β) Alloy (by courtesy of Y. Ito)

Schema 2:
 Diagramme schématique montrant les microstructures obtenues en fonction des séquences de traitements thermiques (deux traitements de mise en solution et vieillissement pour un alliage α+β)
 Y. Murakami Titanium' 80 Science and Technology Eds H. Kimura and O. Izumi pp 153 - 167.

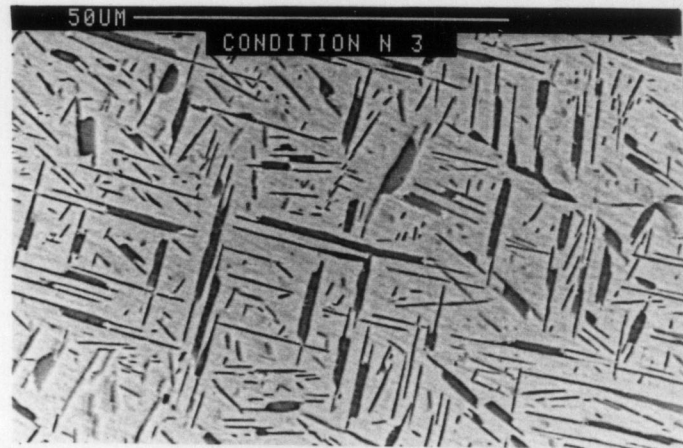
Transus α	α Transus		
Transus β	β Transus		
MS	MS	Température de début de la transformation martensitique (α' ou α'')	
MF	MF	Température de fin de la transformation martensitique (α' ou α'')	
MD	MD	Température limite supérieure pour laquelle la martensite est induite par déformation	
ω_S	ω_S	Température de début de la transformation ω athermique	



Une seule population de particules de phase α : présentes à l'état de livraison, elles n'ont pas été complètement dissoutes à la fin du maintien de la 1^o mise en solution.

% α total = 4
% β = 96%

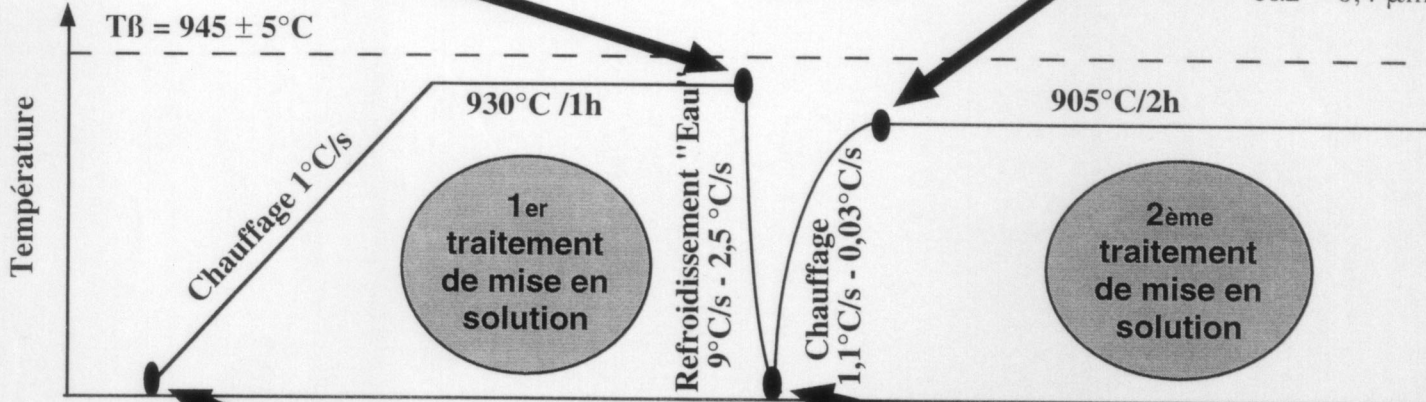
$\alpha_1 = 1,0 \mu\text{m}$



Deux populations de particules de phase α :
- celles non complètement dissoutes à la fin du maintien de la 1^o mise en solution.
- celles apparaissant lors du chauffage pendant le 2^o traitement de mise en solution (aiguilles très fines pouvant germer sur les particules déjà existantes).

% α total = 23%
% β = 77%

$\alpha_1 = 1,4 \mu\text{m}$
 $\alpha_2 = 0,4 \mu\text{m}$

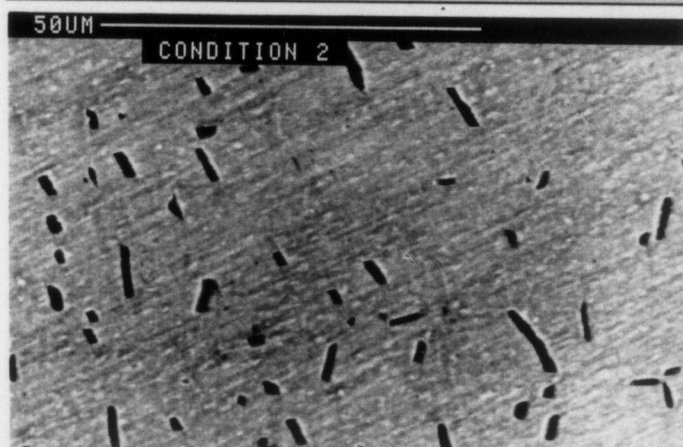


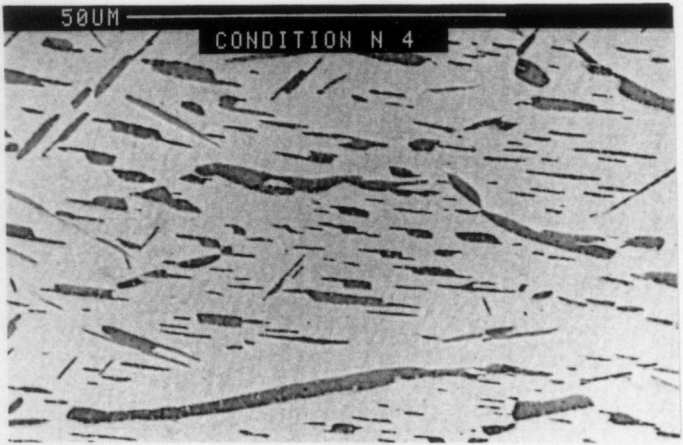
% α grossier = 44%
% α total = 72%
% β = 28%

Structure micrographique d'un échantillon d'alliage Ti-6246 provenant de la gamme 1.

% α grossier = 5%
% α secondaire et
% β = 95%

Deux populations de particules de phase α :
- celles non complètement dissoutes à la fin du maintien de la 1^o mise en solution.
- celles apparues lors du refroidissement en fin de la 1^o mise en solution (phase α très fine et non visible à cette échelle).

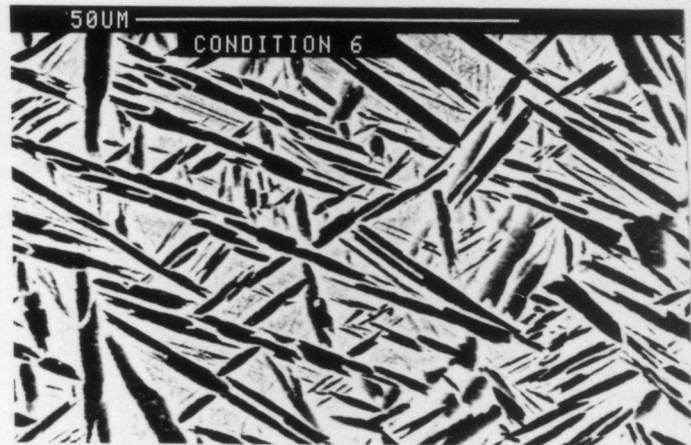




Deux populations de particules de phase α :

- celles non complètement dissoutes à la fin du maintien de la 1^o mise en solution,
- celles apparues lors du chauffage du 2^o traitement de mise en solution et partiellement redissoutes à la fin du maintien.

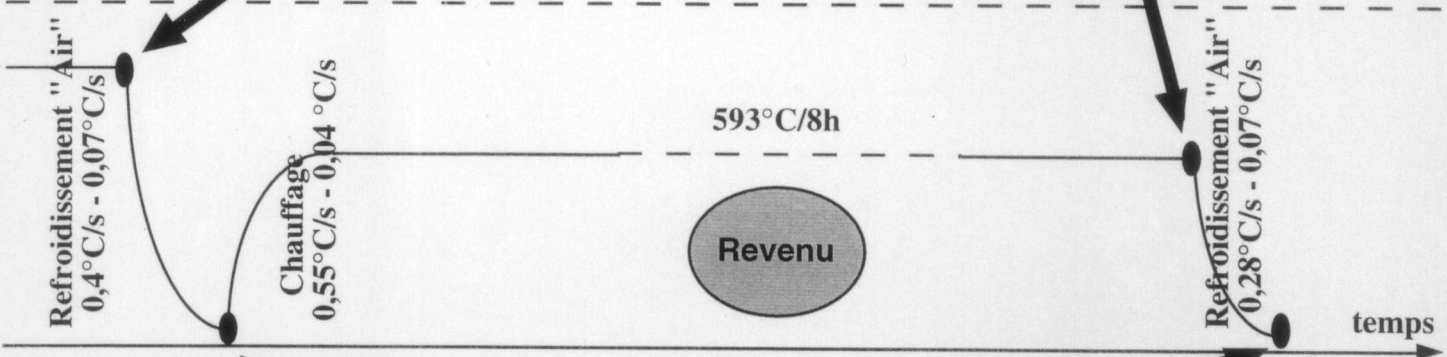
% α total = 17%
% β = 83%
 $e\alpha 1 = 1,7 \mu\text{m}$
 $e\alpha 2 = 0,5 \mu\text{m}$



Trois populations de particules de phase α :

- celles issues du 1^o traitement de mise en solution,
- celles apparues lors du chauffage du 2^o traitement de mise en solution,
- celles apparues lors du refroidissement consécutif à ce 2^o traitement.

% α total = 49,5%
% β = 50,5%
 $e\alpha 1 = 2,3 \mu\text{m}$
 $e\alpha 2 = 1,3 \mu\text{m}$
 $e\alpha 3 = 0,7 \mu\text{m}$



% α total = 49,5%
% β = 50,5%
 $e\alpha 1 = 2,2 \mu\text{m}$
 $e\alpha 2 = 1,1 \mu\text{m}$
 $e\alpha 3 = 0,4 \mu\text{m}$

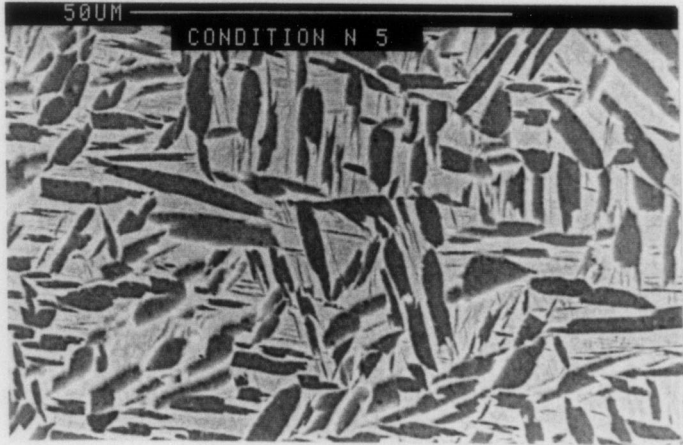
Trois populations de particules de phase α :

- celles issues du 1^o traitement de mise en solution et qui ont grossi,
- celles apparues lors du chauffage du 2^o traitement en partie dissoutes, particules qui ont aussi grossi,
- celles apparues pendant le refroidissement.

% α primaire total = 47,5%
 $e\alpha 1 = 2,3 \mu\text{m}$
 $e\alpha 2$ et $e\alpha 3 = 1,3 \mu\text{m}$
 $e\alpha 4 < 0,15 \mu\text{m}$

Quatre populations de particules de phase α :

- celles issues du 1^o traitement de mise en solution,
- celles apparues lors du chauffage du 2^o traitement,
- celles apparues pendant le refroidissement en fin du 2^o traitement de mise en solution,
- celles apparues au cours du refroidissement final.



29. **Structure de Widmannstätten**
Structure de plaquettes alpha ou alpha et bêta dans un arrangement géométrique orienté cristallographiquement, qui apparaît, dans des conditions particulières au cours du refroidissement depuis les températures supérieures au transus bêta (figure 2).
30. **Structure fibreuse**
Structure dans laquelle les composants sont orientés dans la direction de la déformation maximale en forme de fibres ou de plaquettes.
31. **Structure transformée**
Concerne les structures alpha ou alpha plus bêta produites par transformation de la phase bêta par germination et croissance. La transformation se produit pendant le refroidissement à partir de températures supérieures au transus bêta. La structure transformée consiste en plaquettes alpha ou, dans les structures pluriphasées en plaquettes alpha séparées par de la phase bêta.
32. **Transus alpha**
Température qui détermine la limite entre les domaines alpha et alpha plus bêta. Connue également comme température de transition alpha/alpha plus bêta.
33. **Transus bêta**
Température qui détermine la limite entre le domaine alpha plus bêta et le domaine bêta, également appelée température de transformation alpha plus bêta/bêta.

34. **Vannerie**
Plaquettes ou lamelles alpha avec ou sans phase bêta entre elles. Dans ce cas la phase alpha est orientée en groupes comme une vannerie (figure 1).
35. **Zones appauvries en alpha (bêta fleck)**
Zones avec peu ou pas d'alpha primaire dans une structure alpha plus bêta. Elles ont un transus alpha plus bêta/bêta notablement plus bas que la structure environnante.
36. **Zone dure d'alpha stabilisée (High Interstitial Defect, HID)**
Zone plus riche en alpha stabilisé, significativement plus dure que la structure environnante. Résulte normalement d'un enrichissement local en oxygène et/ou en azote. Une telle zone est aussi appelée inclusion à faible densité (Low Density Inclusion LDI).
37. **Zone enrichie en alpha (alpha grossier)**
Zone alpha grossière par comparaison au grain alpha primaire de la matrice. De telles zones alpha sont fréquemment accompagnées de liserés alpha intergranulaires. La microdureté n'est pas significativement différente de celle de la matrice.
38. **Zone enrichie en aluminium**
Zone dans laquelle une teneur accrue en aluminium alphaséne conduit à une proportion de phase alpha plus importante que celle de la matrice.
Par rapport à la matrice, de telles zones montrent une augmentation de dureté relativement faible, et ont la même forgeabilité.

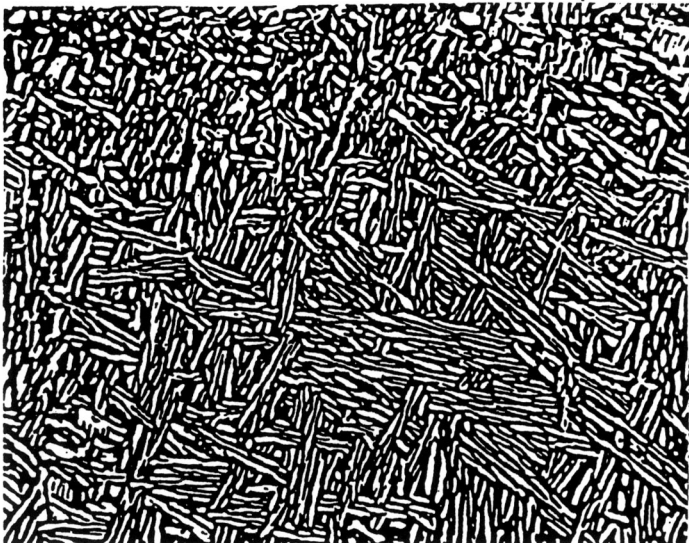


Fig. 1: Vannerie - 34

200:1

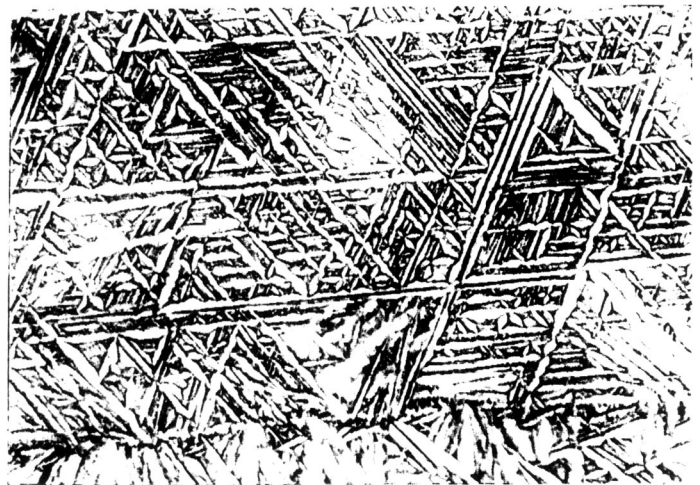


Fig. 2: Structure de Widmannstätten - 29

200:1

2 Méthodes de préparation du titane et de ses alliages pour examens de structures macro et micrographiques

2.1 Introduction

La préparation d'échantillons de titane et d'alliages de titane pour examen de structure macro et micrographique demande des soins minutieux pour éviter les effets parasites qui peuvent masquer la véritable structure.

Cette publication décrit les techniques disponibles pour l'examen métallographique de matériaux à base de titane, et comprend les procédures d'échantillonnage, les méthodes de préparation de surface par les procédés mécaniques et électrolytiques et les méthodes d'attaque recommandées pour les examens de structure macro et micrographique.

2.2 Procédure d'échantillonnage

2.2.1 Sélection des échantillons

Les procédures d'échantillonnage pour l'examen de routine des demi-produits ou des pièces, telles que pièces forgées, en titane ou alliages de titane, sont normalement régies par une spécification ou un agrément entre le fabricant et l'acheteur.

La macrostructure des barres pour reforgeage ou pour usinage est généralement examinée en travers par rapport à la direction de transformation et à cet effet des tranches sont prélevées perpendiculairement à l'axe du produit.

L'examen micrographique est effectué sur des échantillons représentant des coupes long ou travers suivant les exigences de la spécification.

2.2.2 Méthode de prélèvement

Les échantillons sont habituellement prélevés sur les produits qu'ils représentent par sciage, en utilisant des scies mécaniques à ruban ou alternatives, des tronçonneuses à disque abrasif ou par découpe au chalumeau.

Nota: les zones déformées mécaniquement ou affectées thermiquement doivent être éliminées complètement avant examen. L'échantillon doit avoir autant que possible une épaisseur supérieure à 10 mm.

2.3 Préparation de surface pour macrographie

La surface de l'échantillon est préparée par tournage, rabotage, fraisage ou abrasion, ou par une combinaison des ces techniques. L'état de surface recommandé pour l'examen macrographique est une rugosité Ra de 2 microns maximum. Si nécessaire, la surface ainsi préparée est nettoyée avec un solvant, par exemple de l'acétone rincée à l'eau et éventuellement séchée avant attaque.

2.4 Préparation de surface pour micrographie

Les échantillons pour examen micrographique sont préparés par abrasion, tournage, rabotage, fraisage, suivi si nécessaire par un polissage mécanique ou électrolytique. Les échantillons sont de préférence montés dans un enrobage en matière plastique thermodurcissable. Ceci facilite la manipulation et aide généralement à préserver les bords de l'échantillon.

L'abrasion est effectuée sur des papiers au carbure de silicium ou à l'alumine collés par une résine, et normalement fixés sur des disques rotatifs. Une succession de papiers à granulométrie décroissante dans l'intervalle 60 à 1000 peut être utilisée. L'échantillon est tourné de 90° après chaque étape d'abrasion. Une série typique de papiers abrasifs permettant d'obtenir une surface prête au polissage mécanique est 60, 100, 240, 400 et 600, avec les deux premiers papiers à l'alumine et les trois derniers au carbure de silicium. Si l'abrasion doit être suivie d'un polissage électrolytique, on se contente habituellement d'utiliser une série de granulométrie inférieure à 600.

La vitesse des tourets varie de 300 à 600 t/min, les vitesses les plus faibles étant réservées aux papiers les plus grossiers. On utilise normalement de l'eau pour arroser les tourets pendant l'abrasion pour éviter le mâclage ou la surchauffe de l'échantillon ainsi que pour éliminer les grains d'abrasif décollés.

Les nuances commerciales α non alliées de titane mâclent très facilement, et de ce fait un mâclage important peut apparaître au cours de l'abrasion. Ceci est éliminé par une technique de polissage/attaque décrite en 2.4.1.

2.4.1 Méthodes de polissage mécanique

On a trouvé que l'utilisation de poudre de diamant ne convenait pas particulièrement au polissage du titane, et les échantillons vont normalement directement de l'abrasion au polissage final sur tourets recouverts de drap

supportant un produit de polissage approprié. Les tourets tournent à une vitesse de 500 à 750 t/min. Le premier touret après l'abrasion porte une suspension de poudre de silice ou d'alumine dans l'eau. Le polissage final est fait avec de l'alumine alpha et gamma, la première avec un grain de 0,3 micron et la dernière avec un grain de 0,05 micron. Sur le touret d'alumine alpha, on utilise l'eau comme lubrifiant mais les vitesses de polissage peuvent être améliorées sur le touret d'alumine gamma en utilisant un réactif d'attaque comme lubrifiant. Une solution saturée d'acide oxalique est une possibilité, mais il est plus courant maintenant d'utiliser une solution aqueuse de 0,5% HF et 0,5% HNO₃. Ceci entraîne un polissage plus rapide, élimine la couche mâclée produite pendant l'abrasion, et donne une surface légèrement attaquée.

Si la préparation de routine laisse encore de légères traces de rayures, d'écroûssage ou de mâcles, celles-ci peuvent être éliminées en alternant une légère attaque avec le polissage.

Pour l'examen micrographique de grands échantillons tels que des tranches travers de barres pour reforgeage, il existe des techniques de polissage utilisant des brosses lamellaires convenablement imprégnées tournant à grande vitesse. Ces méthodes sont utilisées dans les cas où la surface à examiner est trop grande pour les techniques standard d'abrasion et de polissage mécanique ou électrolytique. La surface à préparer doit avoir un état de finition usiné fin, c'est à dire Ra égal 2 microns ou plus fin. Le polissage se fait en utilisant une série de brosses de tissus imprégnées d'un milieu de polissage convenable par exemple de la graisse chargée d'alumine. La brosse doit tourner à une vitesse d'environ 700 mètres/min. La surface polie est nettoyée avec un solvant tel que l'acétone, rincée à l'eau et séchée avant attaque.

2.4.2 Méthodes de polissage électrolytique

Les méthodes électrolytiques sont maintenant largement utilisées pour le polissage, en particulier pour le travail de routine. L'opération consiste essentiellement à niveler par dissolution anodique la surface de l'échantillon dans une cellule électrolytique. Les surfaces polies électrolytiquement sont produites sans déformation mécanique.

L'appareil comprend un réservoir pour l'électrolyte, une source de courant continu, une anode (l'échantillon) et une cathode.

Généralement, l'échantillon est poli jusqu'au papier au carbure de silicium de 600, bien qu'il puisse être, nécessaire d'aller jusqu'au stade silice/alumine grossière si on doit ultérieurement faire une microphotographie de l'échantillon. Des zones allant de 0,5 à 20 cm² peuvent ainsi être polies sélectivement en utilisant des masques appropriés.

Le tableau 1 donne des exemples d'électrolytes qui conviennent pour le polissage électrolytique. Les informations sur la concentration, la température, la densité de courant, la tension appliquée et le temps peuvent être modifiées si nécessaire. La solution la plus couramment utilisée est le numéro 1 (tableau 1).

2.5 Attaque

Le tableau 2 donne une liste des réactifs les plus courants pour développer les structures macro et micrographiques.

Bien que l'agitation de l'échantillon ou la simple immersion dans le bain soient présentées comme des alternatives avec la plupart des réactifs, l'agitation donne habituellement une attaque plus régulière, et est nécessaire avec certains alliages où l'un des constituants du matériau précipite. Par exemple dans les alliages de titane contenant du cuivre ou de l'étain, l'échantillon peut être recouvert d'un dépôt si on utilise la simple technique par immersion. L'agitation facilite son élimina-

tion et peut être aidée par des réactifs spéciaux (tableau 2).

Le temps d'attaque variera avec chaque alliage particulier et avec son état de traitement thermique. Il suffit généralement d'une dizaine de secondes, mais une attaque destinée à révéler les hydrures peut prendre plusieurs minutes.

2.6 Précautions générales

Les produits utilisés dans la préparation des échantillons pour macro et micro, par exemple les produits de polissage et les réactifs d'attaque peuvent avoir un effet irritant sur les poumons, la peau et les yeux. Il est recommandé de faire autant que possible toutes les opérations sous équipement d'extraction de fumées, et de maintenir les poudres humides pendant l'usage.

Tableau 1 Détails sur des techniques de polissage électrolytiques appliquées avec succès à des produits à base de titane

	Composition de l'électrolyte	Température du bain °C	Densité de courant A/dm ²	Tension appliquée V	Temps	Remarques
1.	590 ml méthanol (absolu) 350 ml 2 butoxyéthanol 70 ml acide perchlorique (65%)	10	-	40	20 sec.	-
2.	795 ml anhydride acétique 185 ml acide perchlorique 48 ml eau	amb.	20-30	40-60	Courant appliqué pendant 45-60 sec à la fois	0,2-0,3 mm hors du bain à chaque fois
3.	1000 ml acide acétique glacial 60 ml acide perchlorique	amb.	30-40	-	2 min.	Moins de risque d'explosion que 2.
4.	390 ml alcool méthylique 350 ml éthylène glycol 36 ml acide perchlorique 24 ml eau	amb.	-	30-50	10 sec.	-
5.	390 ml alcool méthylique 350 ml éthylène glycol 60 ml acide perchlorique	au dessous de 30°C	-	35	15 sec.	-
6.	88 ml éthylène glycol 6 ml acide fluorhydrique 6 ml eau	amb.	8-11	-	-	-
7.	90 ml alcool éthylique 10 ml alcool n. butylique 6 g AlCl ₃ anhydre 28 g ZnCl ₂ anhydre	23-30	20-80	30-60	1-6 min.	AlCl ₃ ajouté d'abord au mélange d'alcools. Ajouter AlCl ₃ lentement car réaction exothermique

Tableau 2 Attaque du Titane et des Alliages de Titane

	Reactifs	Volume % ml	Remarques	Utilisation
1.	Acide fluorhydrique (40%) Acide nitrique (65%) Eau q.s.p.	8 40 100	Agiter ou immerger	Attaque micro. Attaque macro (temps d'attaque jusqu'à plusieurs minutes).
2.	Acide fluorhydrique Acide nitrique Acide chlorhydrique Eau q.s.p.	30 10 10 100	Agiter ou immerger	Attaque macro.
3.	Acide fluorhydrique Acide chlorhydrique Eau q.s.p.	4 25 100	Agiter ou immerger	Attaque macro.
4.	Acide fluorhydrique Acide nitrique Eau q.s.p.	2 10 100	Agiter ou immerger	Attaque brillante des joints de grains de titane non allié et alliages.
5.	Acide fluorhydrique Chlorure de benzalkonium Alcool méthylique Glycerol	2-6 19 35 40	Agiter. Eviter de trop attaquer. Eviter l'eau dans la solution d'attaque.	Attaque colorante. Colore alpha ou bêta suivant les conditions de traitement thermique.
6.	Acide fluorhydrique Eau q.s.p.	½ 100	Agiter ou immerger	Attaque colorante.
7.	Acide fluorhydrique Acide nitrique Glycerol q.s.p.	2-20 5-25 100	Agiter. Le glycerol agit comme inhibiteur.	Attaque brillante plus lente que 1.
8.	Acide fluorhydrique Acide nitrique Acide lactique	2 40 58	Immerger	Révèle les hydrures.
9.	Acide fluorhydrique Eau q.s.p.	2 100	Agiter	Révèle les structures à grain très fin nécessitant l'usage d'une loupe binoculaire.
10.	Hydroxyde de potassium Peroxyde d'hydrogène (30%) Eau q.s.p.	10 15 100	Immerger à 70-80°C	Joints de grains, de sous grains. Colore alpha et bêta transformé. Ne colore pas bêta. Sensible à l'orientation, développe le contraste entre les grains.
11.	Acide fluorhydrique Acide nitrique Acide lactique	20 20 60	Agiter énergiquement	Polissage chimique et attaque.
12.	Acide chlorhydrique Acide nitrique Acide lactique	10 25 65	Agiter	Attaque générale.
13.	Acide fluorhydrique Acide nitrique Eau q.s.p.	10 15 100	Agiter ou immerger + 1 minute dans le bifluorure d'ammonium à 20 g/l.	Attaque pour ségrégation alpha.
14.	Acide nitrique Eau q.s.p.	25 100	Agiter ou immerger	Elimination de dépôt superficiel de cuivre.
15.	Acide fluorhydrique Acide nitrique Peroxyde d'hydrogène Eau q.s.p.	1 2 50 100	Asperger	Elimination de dépôt superficiel d'étain.

3 Détermination de la teneur en α primaire dans les alliages ($\alpha + \beta$) (Méthode par comptage de points et méthode d'interception)

3.1 Définition

On entend par α primaire la phase α des structures ($\alpha + \beta$) qui a été produite par recristallisation résultant d'une déformation à chaud en dessous de la température de transus β .

3.2 Échantillonnage et préparation des échantillons

La détermination de la teneur en α primaire est faite à l'état de livraison.

La position et la taille de l'échantillon sont libres s'il n'y a pas d'autres exigences. La taille de la zone à préparer ne doit cependant pas être inférieure à un cercle de 10 mm de diamètre ou à un carré de 10 mm de côté.

Pour la préparation de la surface à examiner, on utilise les méthodes métallographiques normales, voir 2^e partie. Pour l'attaque de l'échantillon, on utilise généralement le réactif n° 4 du tableau 2.

3.3 Evaluation

On peut déterminer la quantité d' α primaire par des règles généralement valables qui donnent la quantité présente dans la zone examinée. Ainsi, on préfère la méthode de comptage de points (méthode de la grille) et la méthode d'interception parce qu'elles peuvent être appliquées sans équipement supplémentaire.

3.3.1 Méthode par comptage de points (méthode de la grille)

Pour utiliser la technique d'analyse de points, on superpose une grille de points à la structure à examiner. Sa géométrie n'est pas fixée, mais en général on utilise une grille carrée (cf. figure 1).

La mesure est faite comme suit: on compte les points de la grille qui se trouvent sur une particule α primaire. La somme $N(\alpha)$ de ces points est alors rapportée au nombre total N de points de la grille.

Ce rapport donne:

soit sous forme d'une valeur individuelle ≤ 1 par:

$$\frac{N(\alpha)}{N} = X$$

soit sous forme d'un pourcentage par:

$$\frac{N(\alpha)}{N} \times 100 = X\%$$

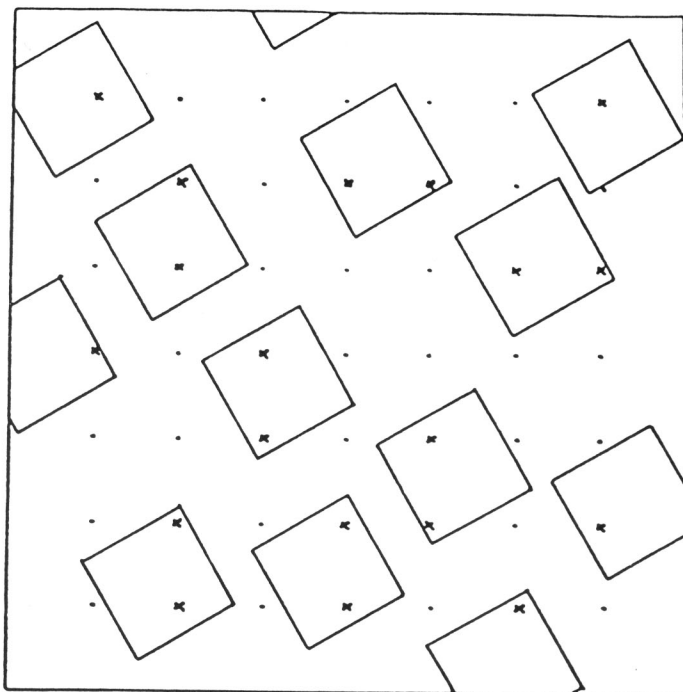
la teneur en α primaire X ou $X\%$ de la surface couvert par la grille

(un exemple de calcul est donné dans la figure 1).

Il est recommandé de faire le comptage en plusieurs endroits de la surface à examiner, car on aura ainsi une valeur plus exacte de la teneur en α primaire.

L'adaptation de la grille (nombre de points) à la surface à contrôler (sélection du grandissement) doit tenir compte de l'homogénéité en forme et en distribution des particules α primaires.

Fig. 1: Représentation schématique d'une structure ($\alpha + \beta$)
Les carrés représentent les grains α .



Exemple:

Nombre total de points de la grille: $N = 49$

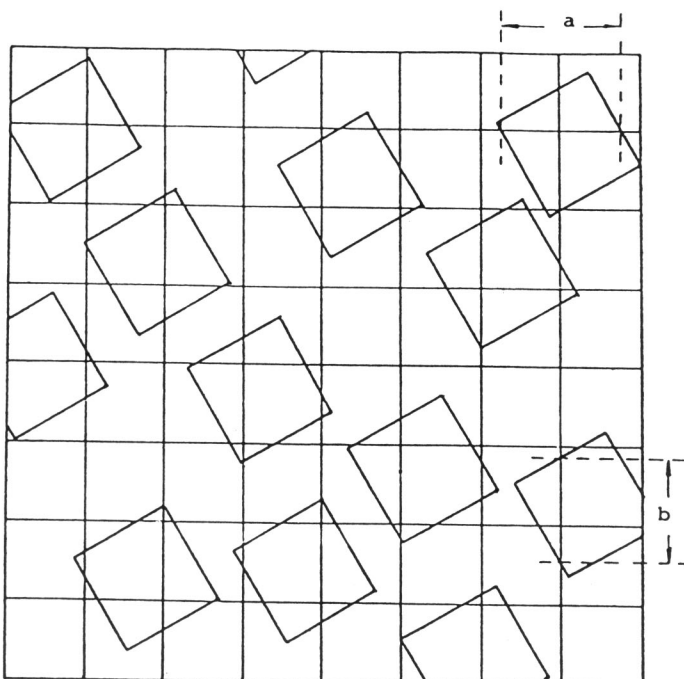
Nombre de points situés sur un grain α : $N(\alpha) = 19$

Calcul de la teneur en α suivant le point 3.3.1:

$$\text{Soit } \frac{N(\alpha)}{N} = \frac{19}{49} = 0,39$$

$$\text{Soit } \frac{N(\alpha)}{N} \times 100 = \frac{19}{49} \times 100 = 39\%$$

Fig. 2: Représentation schématique d'une structure ($\alpha + \beta$)
Les carrés représentent les grains α .



Exemple:

Longueur totale des lignes de la grille: $S = 1600$ mm

Somme des longueurs de tous les segments a et b: $S(\alpha) = 618$ mm

Calcul de la teneur en α primaire suivant le point 3.3.2:

$$\text{Soit } \frac{S(\alpha)}{S} = \frac{618}{1600} = 0,39$$

$$\text{Soit } \frac{S(\alpha)}{S} \times 100 = \frac{618}{1600} \times 100 = 39\%$$

36

3.3.2 Méthodes d'interception

Dans cette méthode, on superpose une grille (généralement droites perpendiculaires) à la surface à contrôler (cf. figure 2).

La mesure est faite comme suit: les longueurs de tous les segments de lignes de la grille qui sont sur une particule de phase α sont additionnées pour donner le total $S(\alpha)$. Ce comptage doit être fait dans les deux directions de la grille. De cette façon, la précision de la détermination (en particulier pour les structures orientées) est améliorée. La valeur $S(\alpha)$ est alors rapportée à la longueur totale S de toutes les lignes de la grille dans la surface à examiner.

Ce rapport donne:

soit sous forme d'une valeur individuelle ≤ 1 par:

$$\frac{S(\alpha)}{S} = X$$

soit sous forme d'un pourcentage par:

$$\frac{S(\alpha)}{S} \times 100 = X\%$$

la teneur en α primaire X ou $X\%$ de la surface couverte par la grille
(exemple de calcul dans la figure 2).

Il est recommandé de faire le comptage à plusieurs endroits de la surface à examiner pour avoir une indication plus exacte de la teneur en α primaire.

4 Détermination de la température de transus β - méthode métallographique -

4.1 Définition

La température de transus $(\alpha + \beta)/\beta$ (en abrégé transus β) définit la limite entre l'existence d'un domaine biphasé $(\alpha + \beta)$ et le domaine monophasé β .

4.2 Échantillonnage

En pratique, le transus β est déterminé par examen de la teneur en phase α primaire. A cet effet, l'échantillon doit être aussi homogène que possible, avec une distribution fine et homogène des phases α et β . Si nécessaire, on peut donner à l'échantillon une déformation supplémentaire, par exemple en le contre-forgeant aux températures normales de forgeage dans le domaine $\alpha + \beta$.

Les éprouvettes individuelles sont normalement en forme de cylindres de 10 mm de diamètre et de longueur, ou de cubes de 10 mm de côté. La section à examiner doit être de préférence une coupe travers.

4.3 Traitement thermique

Pour déterminer le transus β , une série d'éprouvettes est chauffée à différentes températures autour du transus β présumé.

Le nombre d'éprouvettes et les intervalles de températures doivent être déterminés suivant chaque cas particulier. Pour les déterminations de routine, trois températures échelonnées de 10 en 10°C sont normalement suffisantes.

4.3.1 Equipement

La température de l'éprouvette doit être dans une fourchette de $\pm 5^\circ\text{C}$ de la température nominale.

La température réelle de l'échantillon sera mesurée avec un thermocouple Pt/Pt Rh (NF C 42 321) (DIN 43 710) (BS 1041).

Il doit être possible de tremper à l'eau sans chute de température significative dans l'éprouvette.

4.3.2 Procédure

Chaque éprouvette sera maintenue à la température prescrite pendant 30 minutes et trempée immédiatement à l'eau à partir de cette température. Ensuite, pour améliorer le contraste de la structure dans l'examen métallographique, l'échantillon peut être recuit pendant 1 heure à 700-750°C et refroidi à l'air.

4.4 Metallographie

Dans la zone de surface à examiner, la structure ne doit pas avoir été influencée par l'atmosphère du traitement thermique. Cette condition peut être remplie en coupant l'éprouvette en 2 et en choisissant l'une des faces coupées pour l'examen.

4.4.1 Préparation

Pour la préparation de la surface à examiner, on utilise les méthodes métallographiques normales, cf. paragraphe 2. Pour l'attaque de l'échantillon, on utilise généralement le réactif n° 4 du tableau 2.

4.4.2 Mesures

On déterminera la teneur en α primaire sur des échantillons traités conformément au paragraphe 4.3 préparés conformément au paragraphe 4.4.1. Ceci peut normalement être fait suivant la procédure donnée dans le paragraphe 3).

D'autres méthodes et d'autres équipements peuvent être utilisés, tels que par exemple un équipement automatique d'analyse quantitative d'image, la méthode par pesée, la grille d'intégration accessoire du microscope, ou encore la simple estimation pour des déterminations approximatives.

Quand la température de traitement augmente, la teneur en α primaire des éprouvettes diminue.

En comparant les teneurs en α primaire de toutes les éprouvettes, on peut estimer le transus β .

La température de transus β se trouve entre l'éprouvette traitée ayant 0% d' α primaire et l'éprouvette traitée à température immédiatement inférieure, dans laquelle il y a encore de l' α primaire.

Une détermination plus précise est possible en extrapolant à partir de toutes les teneurs en α primaire par des méthodes graphiques ou par le calcul, ou encore en utilisant des intervalles de température de traitement plus petits.

OF STRUCTURAL TITANIUM ALLOYS

G. W. Kuhlman

Alcoa Forging Division
1600 Harvard Avenue
Cleveland, Ohio

Microstructure/Property Relationships in Titanium Aluminides and Alloys
Edited by Young-Won (Y-W.) Kim and Rodney R. Boyer
The Minerals, Metals & Materials Society, 1991

465

Table 1: Critical Microstructural Features of Titanium Alloys
Controllable by Thermomechanical Processing

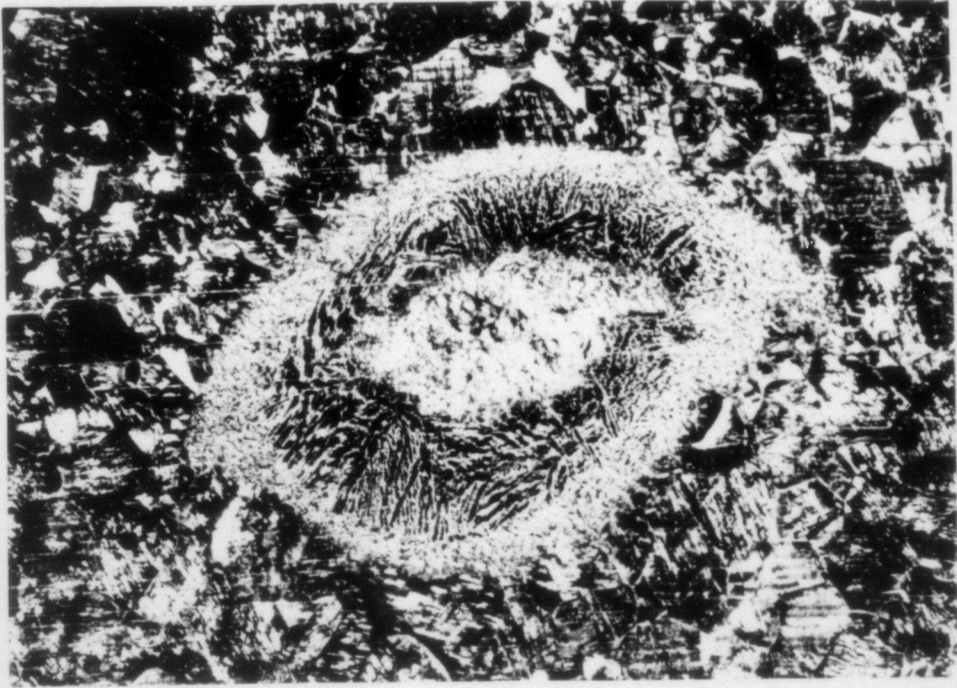
<u>FEATURE</u>	<u>DESCRIPTION</u>
I. Alpha Morphology	Equiaxed Primary Alpha Elongated Primary Alpha Widmanstätten Primary Alpha Bi-Modal Alpha Colony Alpha Secondary Alpha
II. Prior Beta Grain Morphology/Size	Grain Shape (Aspect Ratio) Coarse Grain Size (> 1.3 mm) Fine Grain Size (<1.3 mm) Mixed Mode Grain Size
III. Grain Boundary/ Sub-Grain Boundary Constituents	Alpha Films Grain Boundary Alpha Interface Phase
IV. Nature of Matrix:	Low Strength Medium Strength High Strength

Table 2: Relationships Between Critical Microstructural Features and Mechanical Properties of Titanium Alloys

<u>FEATURE</u>	<u>ENHANCES</u>	<u>DEGRADES</u>
Equiaxed Alpha	Strength Ductility Fatigue Initiation Low Cycle Fatigue	Fracture Toughness Fatigue Crack Growth Notched Fatigue
Elongated Alpha	Fracture Toughness Notched Fatigue Fatigue Crack Growth*	Ductility Fatigue Initiation Low Cycle Fatigue
Widmanstätten Alpha	Fracture Toughness Notched Fatigue Fatigue Crack Growth Creep	Ductility Fatigue Initiation Low Cycle Fatigue Strength
Bi-Modal Alpha	Strength Ductility Fatigue Initiation Low Cycle Fatigue	Fatigue Crack Growth Fracture Toughness
Colony Alpha	Fatigue Crack Growth Fracture Toughness Notched Fatigue	Strength Ductility Fatigue Initiation Low Cycle Fatigue
Secondary Alpha	Strength Ductility	Fracture Toughness
Grain Shape (Elongated)	Fracture Properties Fatigue Crack Growth Notched Fatigue	Fatigue Initiation
Coarse Prior Beta Grains	Fracture Toughness Fatigue Crack Growth Creep	Strength Ductility Low Cycle Fatigue Fatigue Initiation
Fine Prior Beta Grains	Strength Fatigue Initiation Ductility	Fatigue Crack Growth Fracture Toughness Notched Fatigue
Mixed-Mode Grain Size	Strength Fatigue Initiation	Fracture Toughness
Alpha Films	Fatigue Initiation Notched Fatigue	Fatigue Crack Growth
Grain Boundary Alpha	Fracture Toughness Fatigue Crack Growth Notched Fatigue	Ductility Fatigue Initiation Low Cycle Fatigue
Interface Phase	Fracture Toughness Notched Fatigue	Strength Ductility Fatigue Initiation

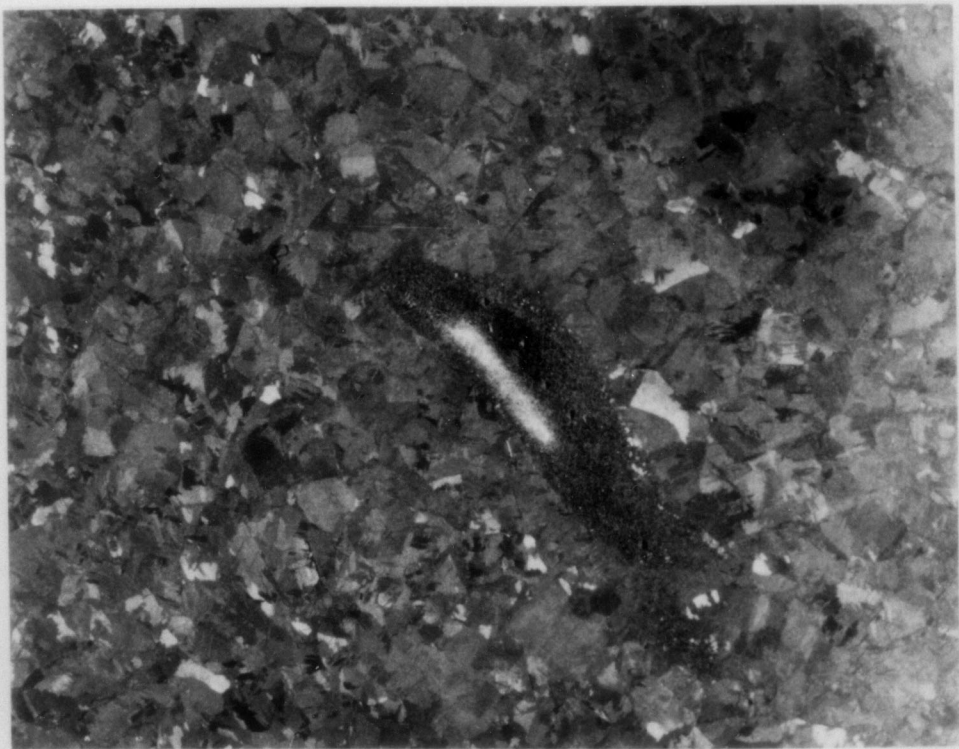
5,1 SEIGERUNGEN IN TA 6 Zr 5 D
SEGREGATIONS IN TA 6 Zr 5 D
SÉGRÉGATIONS DANS TA 6 Zr 5 D

5.1.1 HID (high interstitial defect)



Ätzverfahren 3.1
Etching process 3.1
Attaque 3.1

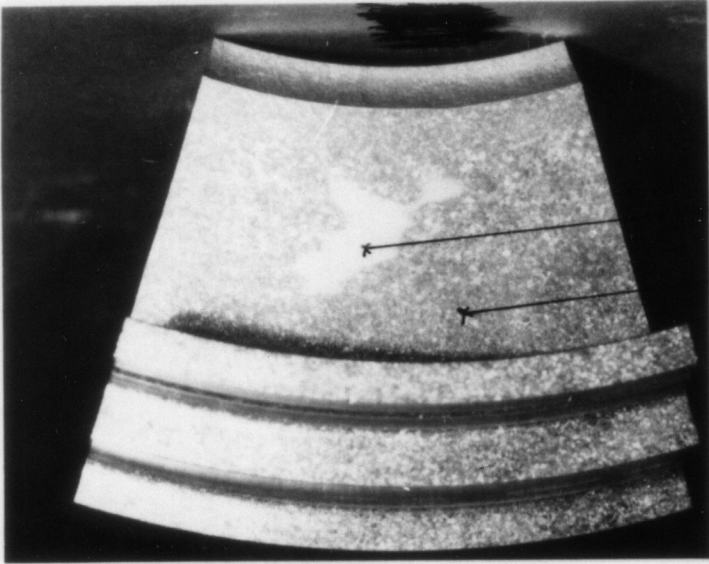
x 10



Ätzverfahren 3.5
Etching process 3.5
Attaque 3.5

x 3,5

HID (high interstitial defect)

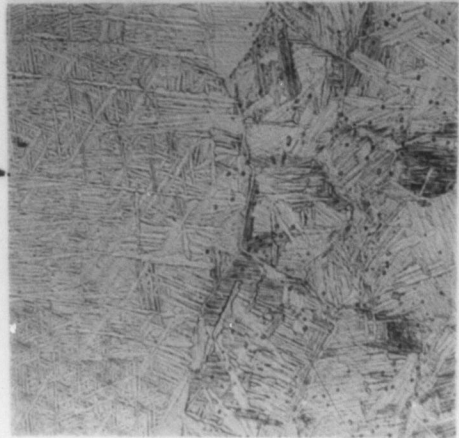
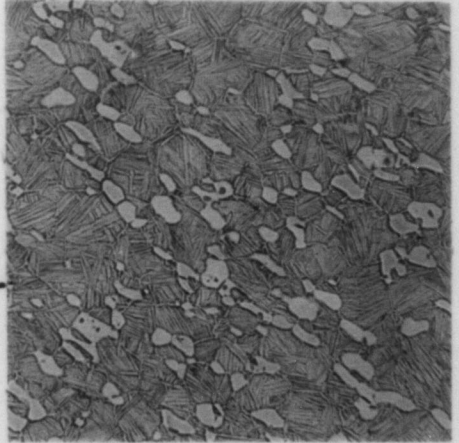
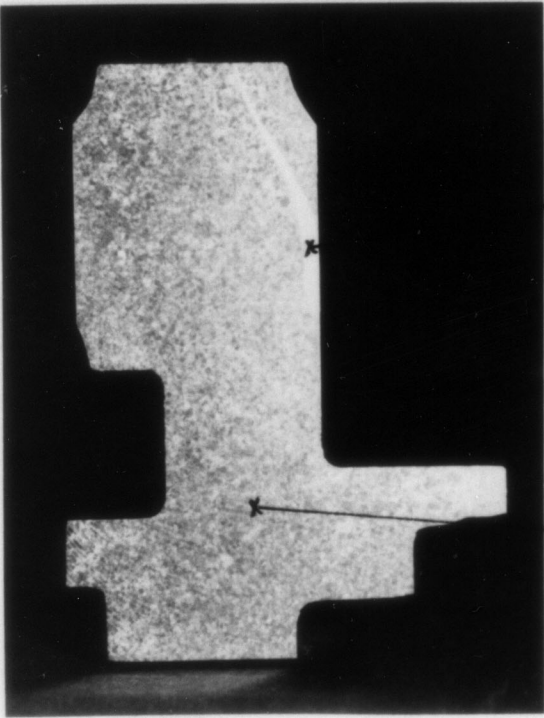


HV 430

HV 370

Ätzverfahren 3.1
Etching process 3.1
Attaque 3.1

x 0,6

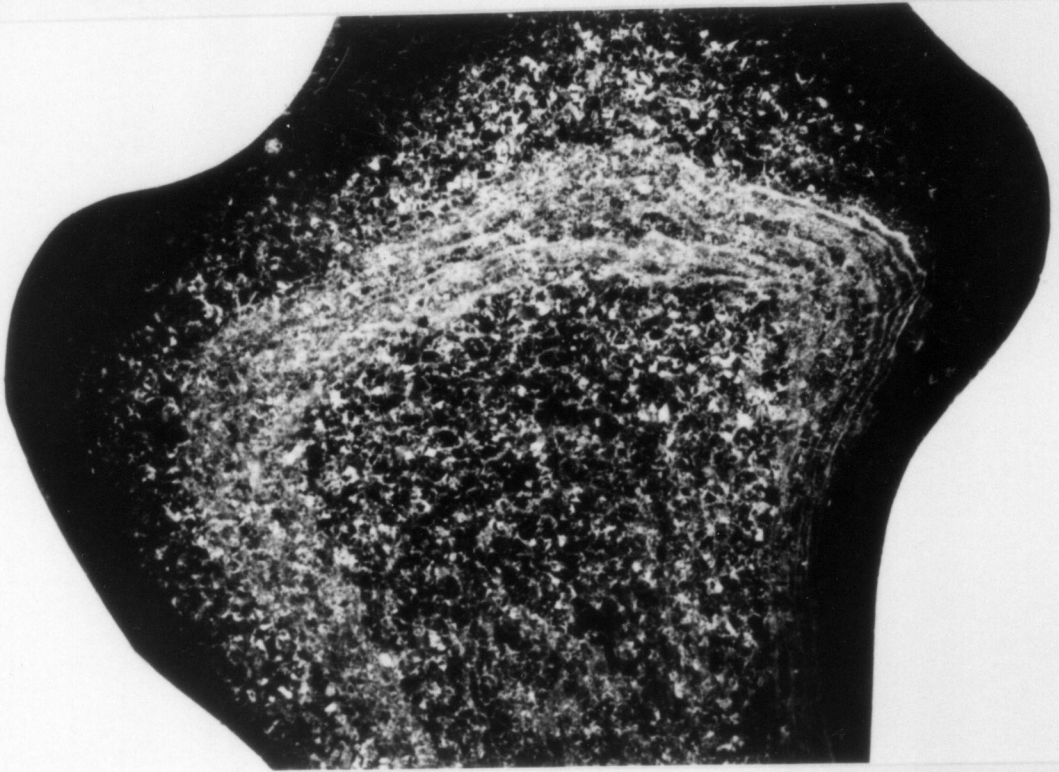


Ätzverfahren 3.1
Etching process 3.1
Attaque 3.1

x 0,9

x 100

5.1.2 Zeilenförmige Silizide
Aligned silicides
Siliciures alignés



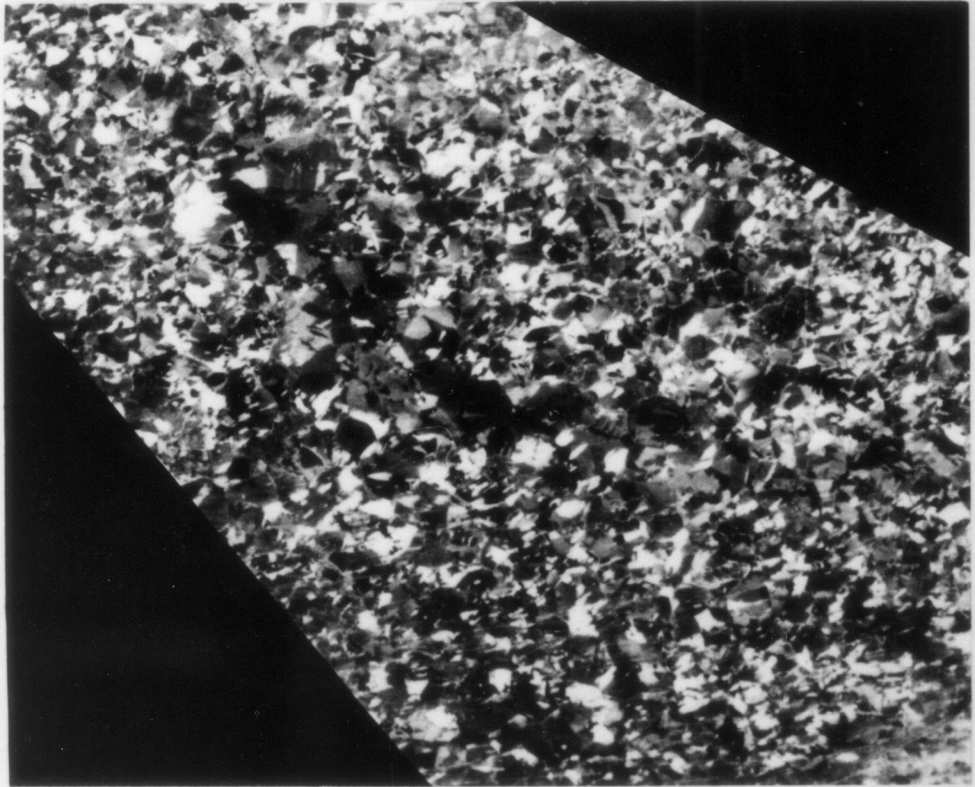
Ätzverfahren 3.1
Etching process 3.1
Attaque 3.1

x 2



x 100

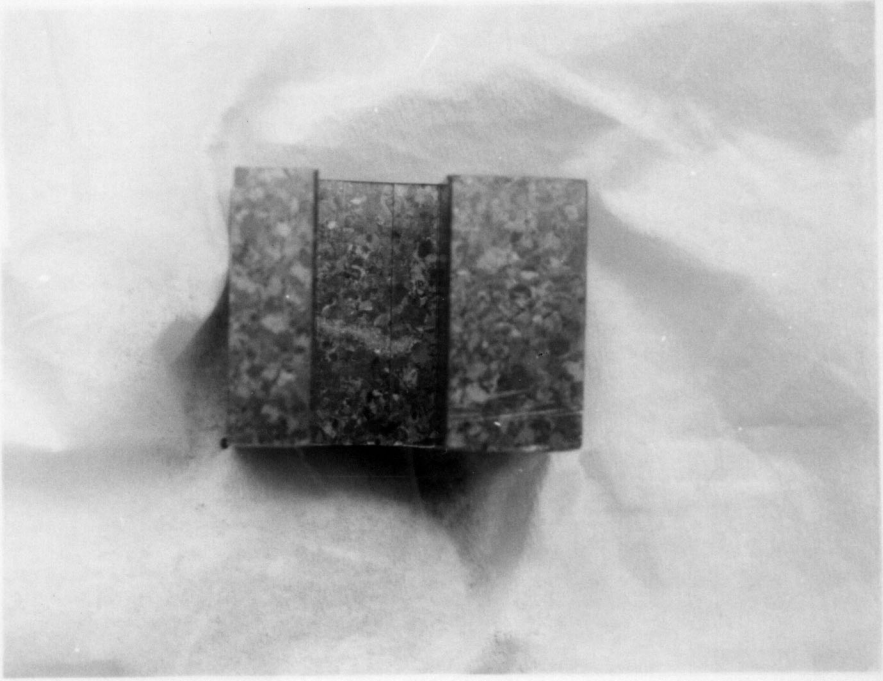
5.1.3 Zr/Al-Armut
Zr/Al-depletion
Appauvrissement en Zr/Al



Ätzverfahren 3.1
Etching process 3.1
Attaque 3.1

x 4

α -Seigerung
 α -Segregation
Ségrégation α



Ätzverfahren 3.2
Etching process 3.2
Attaque 3.2

x 1



x 20

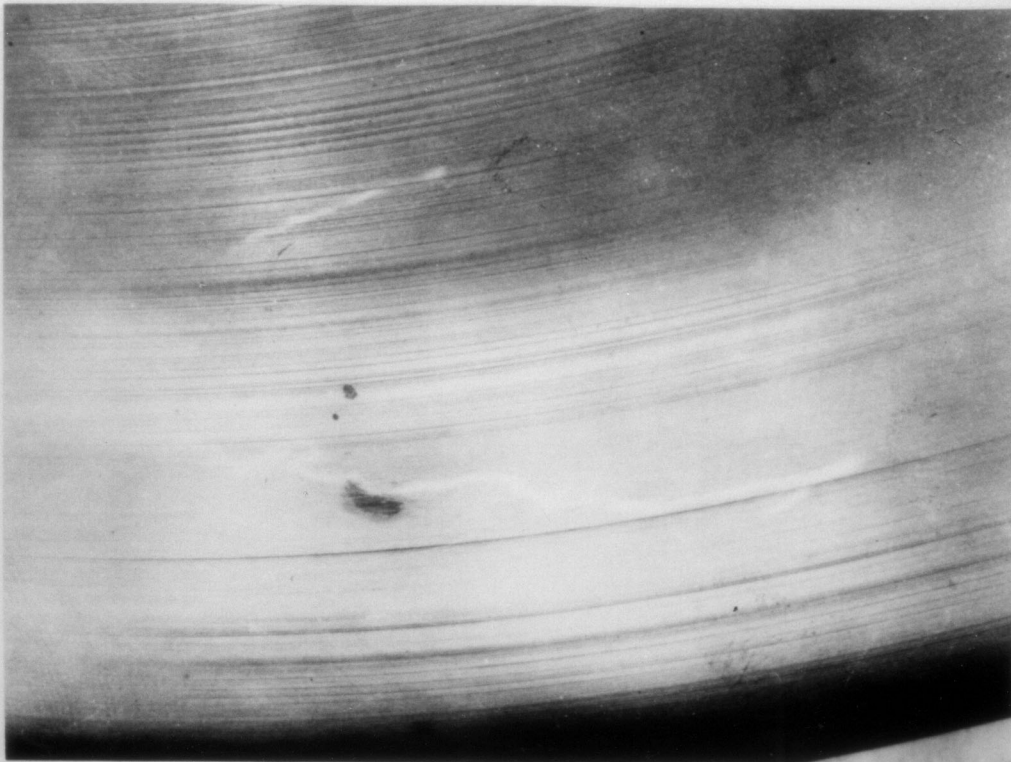
5.2 SEIGERUNGEN IN TA 6 V
SEGREGATIONS IN TA 6 V
SÉGRÉGATIONS DANS TA 6 V

5.2.1 α -Seigerungen
 α -Segregations
Ségrégation α



Ätzverfahren 3.5
Etching process 3.5
Attaque 3.5

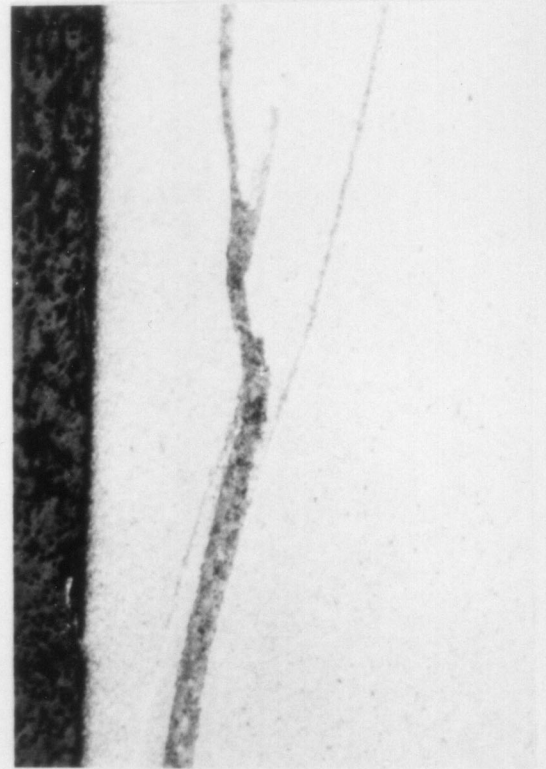
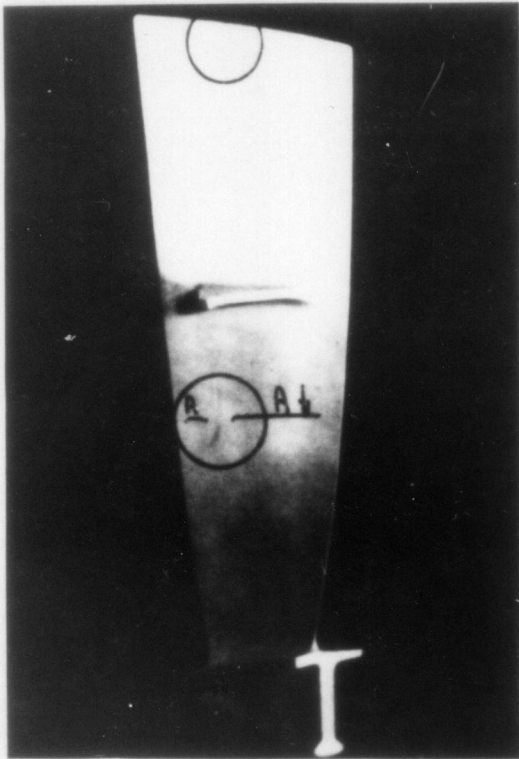
x 1



Ätzverfahren 3.2
Etching process 3.2
Attaque 3.2

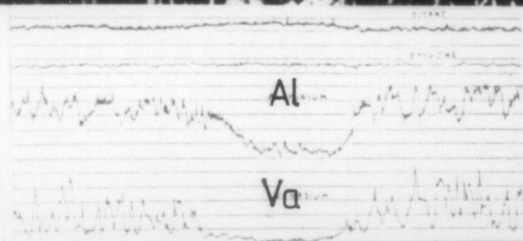
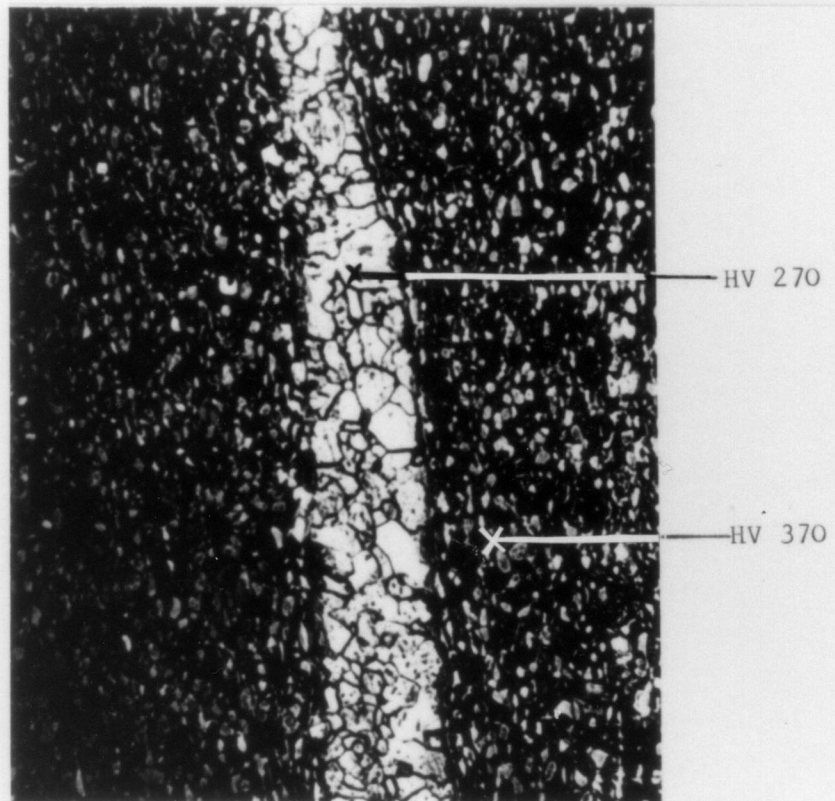
x 1

α -Seigerung
 α -Segregation
Ségrégation α



Ätzverfahren 3.1
Etching process 3.1
Attaque 3.1

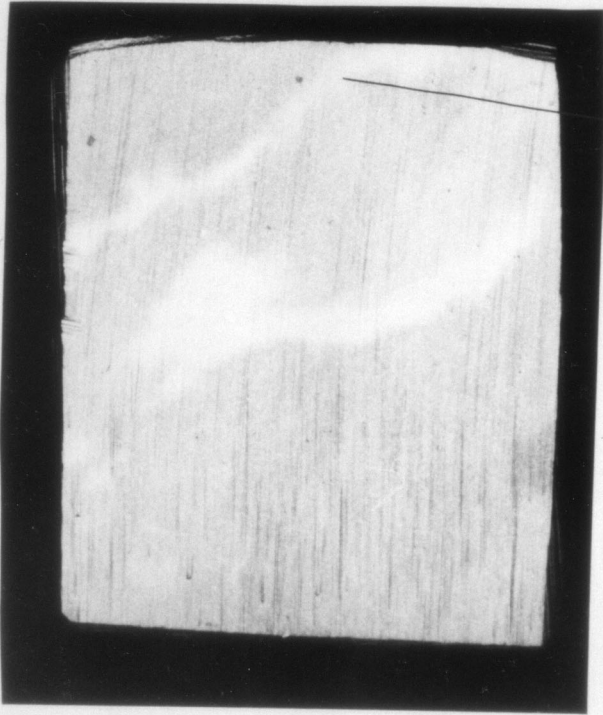
x 50



x 200

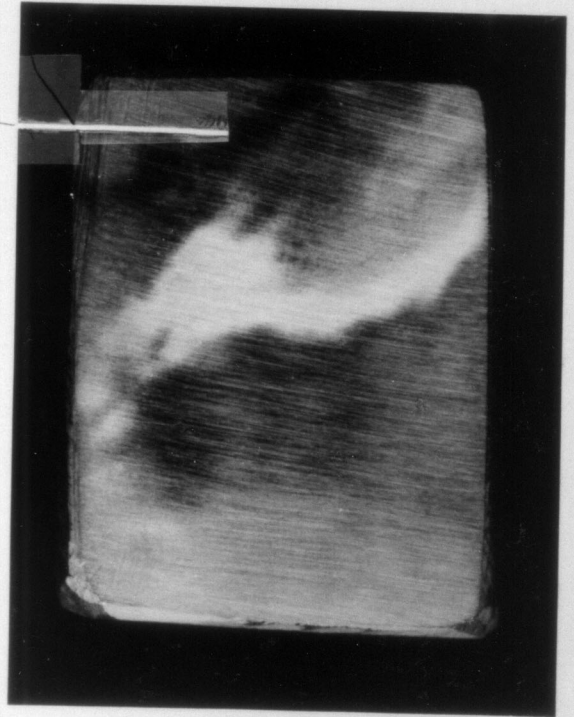
Analyse
Analysis

α -Seigerung
 α -Segregation
Ségrégation α



Ätzverfahren 3.2
Etching process 3.2
Attaque 3.2

x 4



Ätzverfahren 3.5
Etching process 3.5
Attaque 3.5

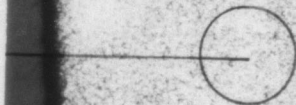
x 4

HV338

HV368

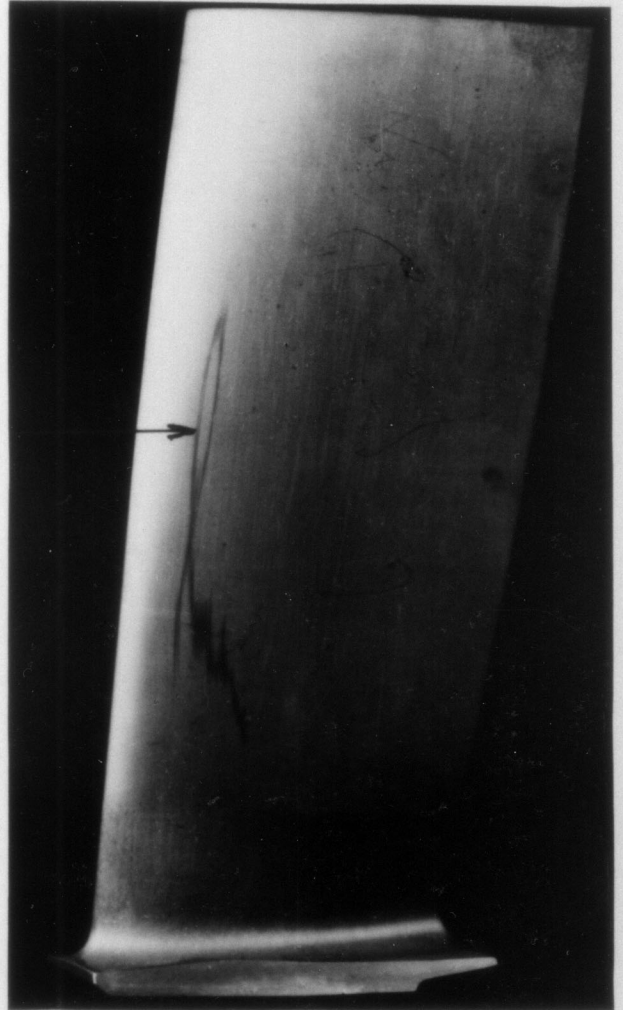
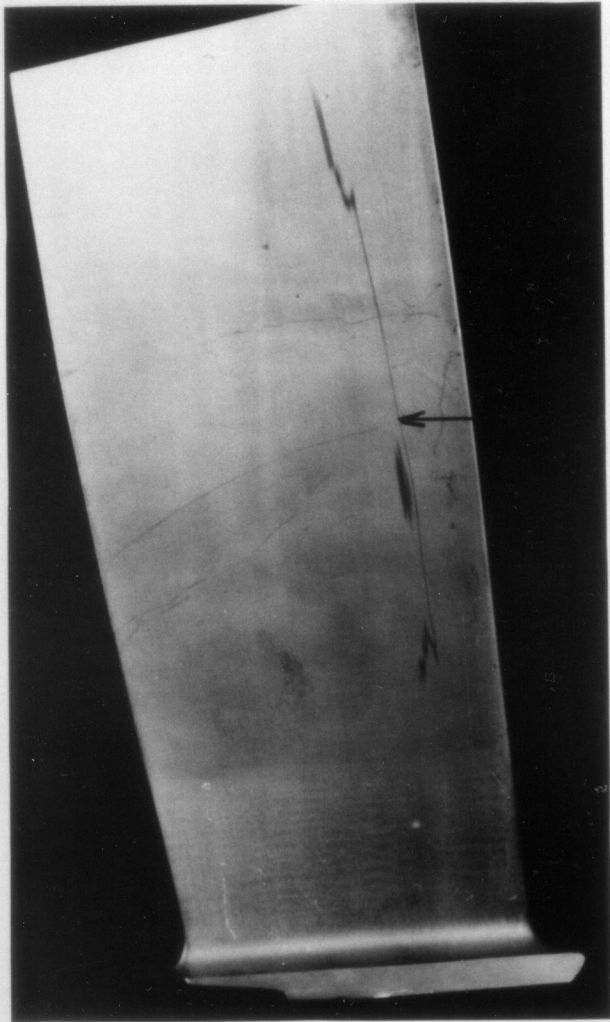


HV316



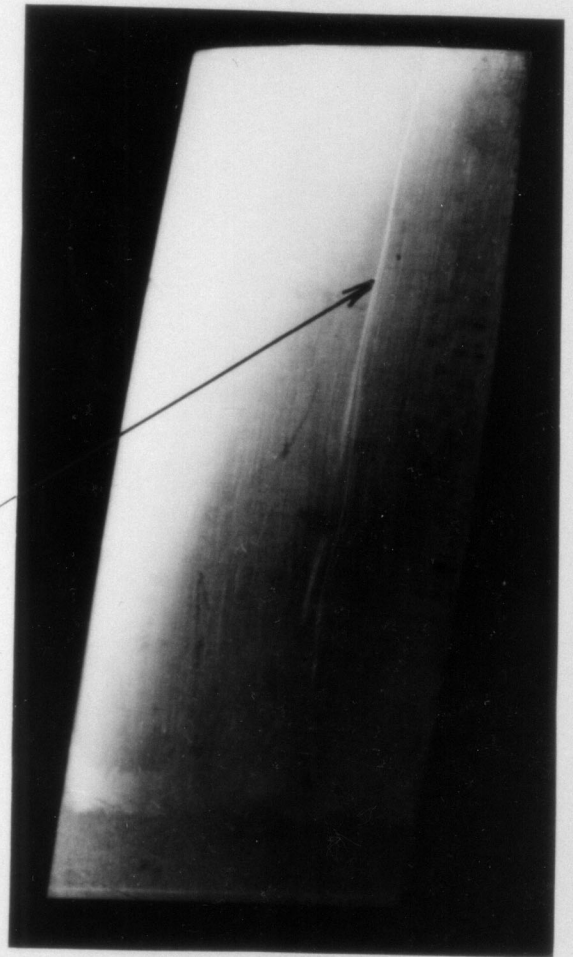
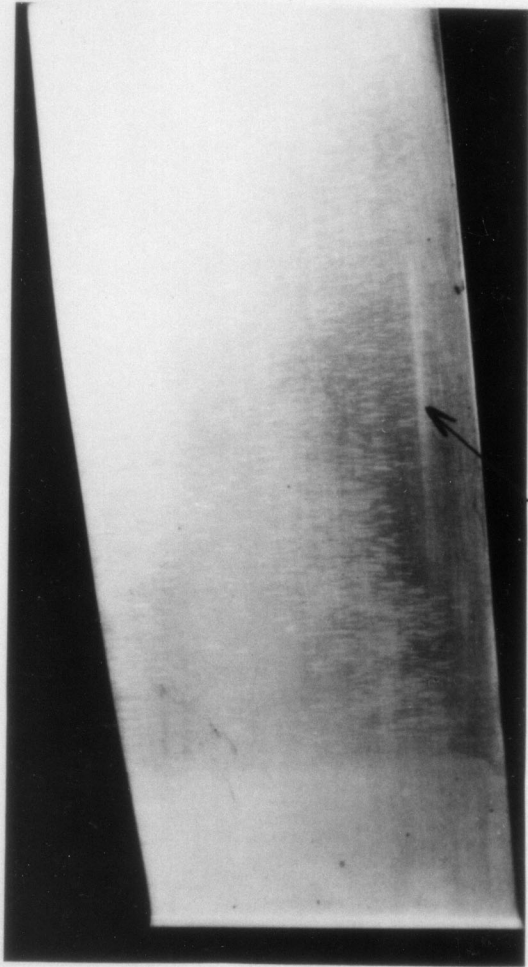
x 10

α -Seigerung
 α -Segregation
Ségrégation α

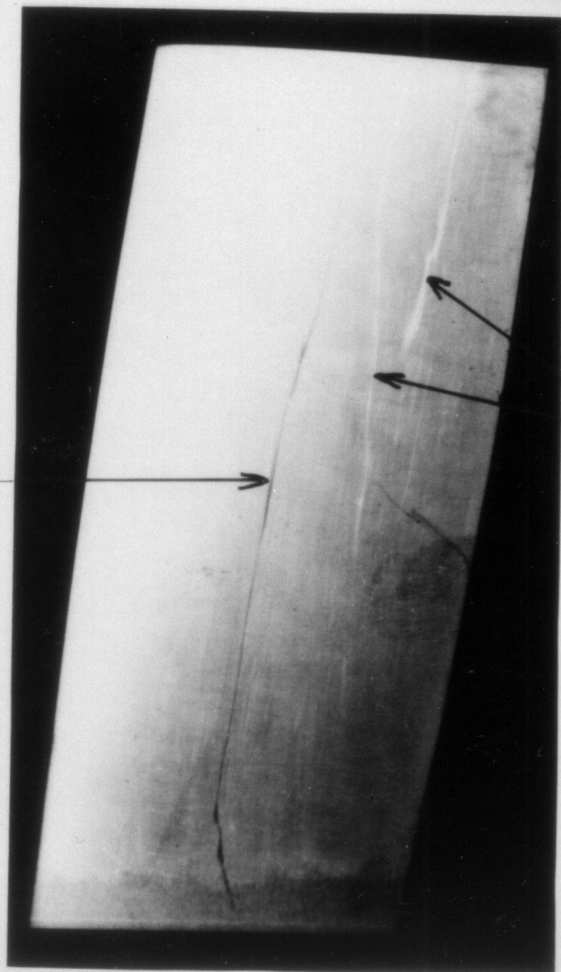


Ätzverfahren 3.5
Etching process 3.5
Attaque 3.5

5.2.2 β -Seigerungen
 β -Segregation
Ségrégation β



β

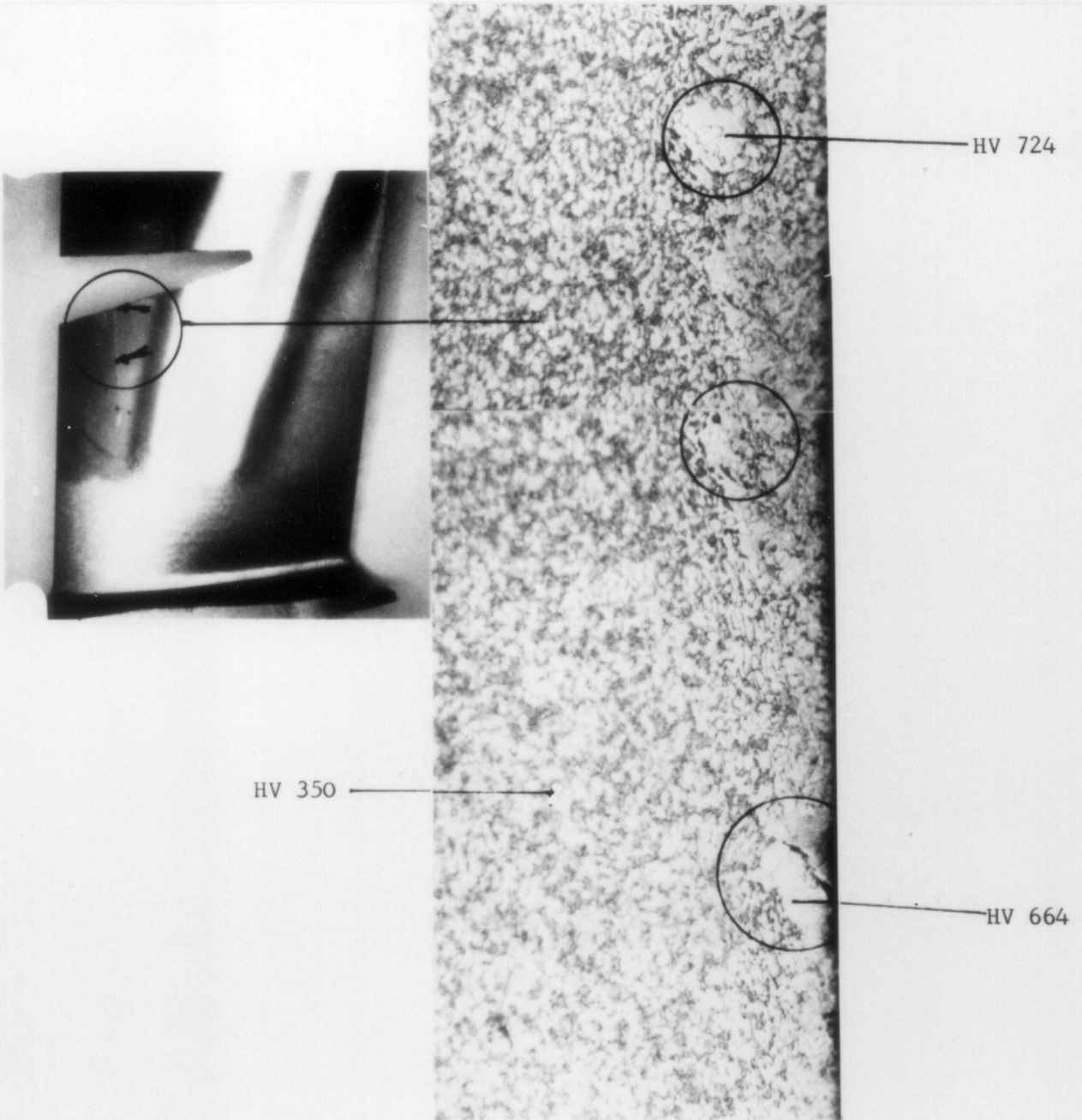


(α)

β

Ätzverfahren 3.5
Etching process 3.5
Attaque 3.5

5.2.3 HID (high interstitial defect)



Ätzverfahren 3.1
Etching process 3.1
Attaque 3.1

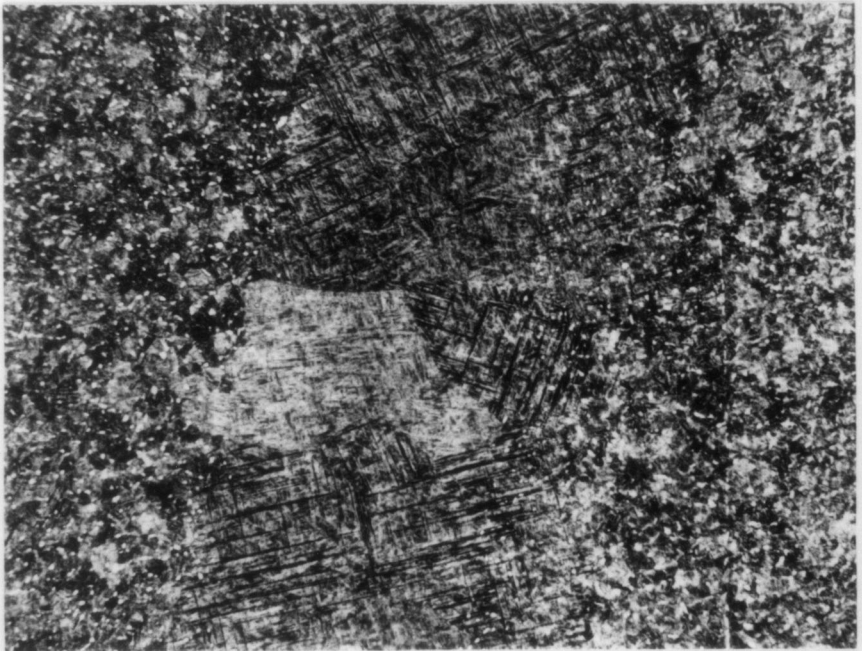
x 200

β -Fleck



Ätzverfahren 3.1
Etching process 3.1
Attaque 3.1

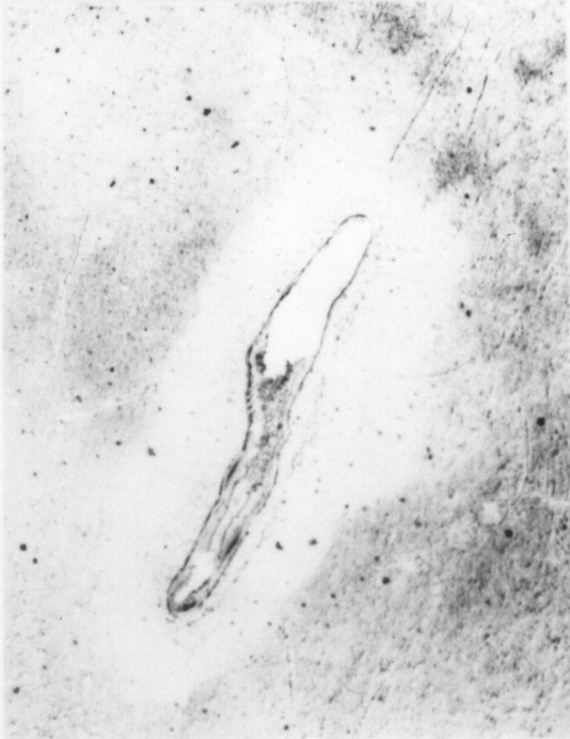
x 2



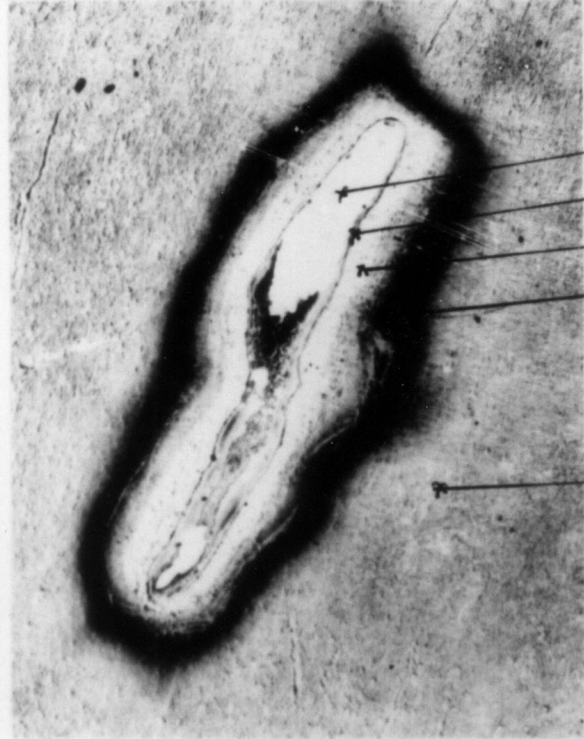
x 50

5.3 SONSTIGE FEHLER IN TITANLEGIERUNGEN
 OTHER DEFECTS IN TITANIUM ALLOYS
 AUTRES DÉFAUTS DANS LES ALLIAGES DE TITANE

5.3.1 Molybdän-Einschluß in TA 6 V
 Molybdenum inclusions in TA 6 V
 Inclusions de molybdène dans TA 6 V



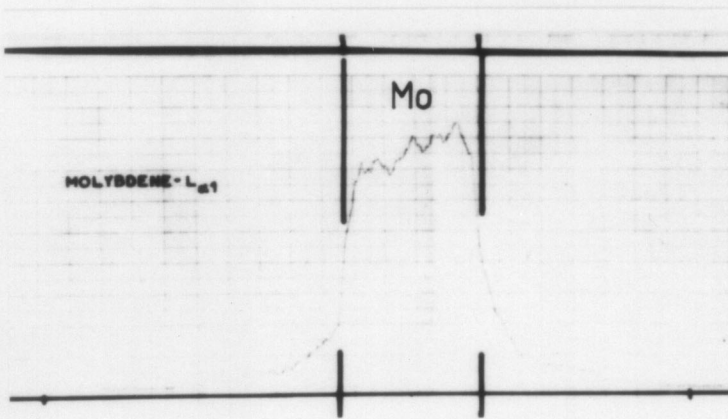
elektropoliert
 electropolished
 solissage électrolytique



x 25 geätzt, Ätzverfahren 3.1
 etched, etching process 3.1
 attaqué, attaque 3.1

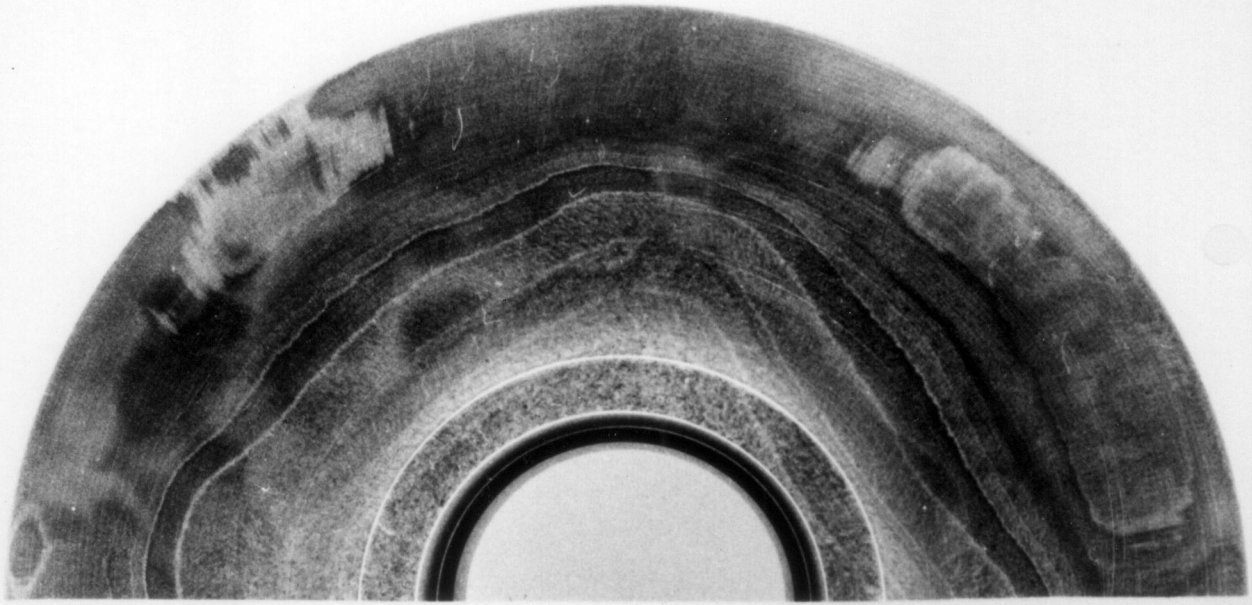
HV
 212
 287
 336
 405
 401

x 30



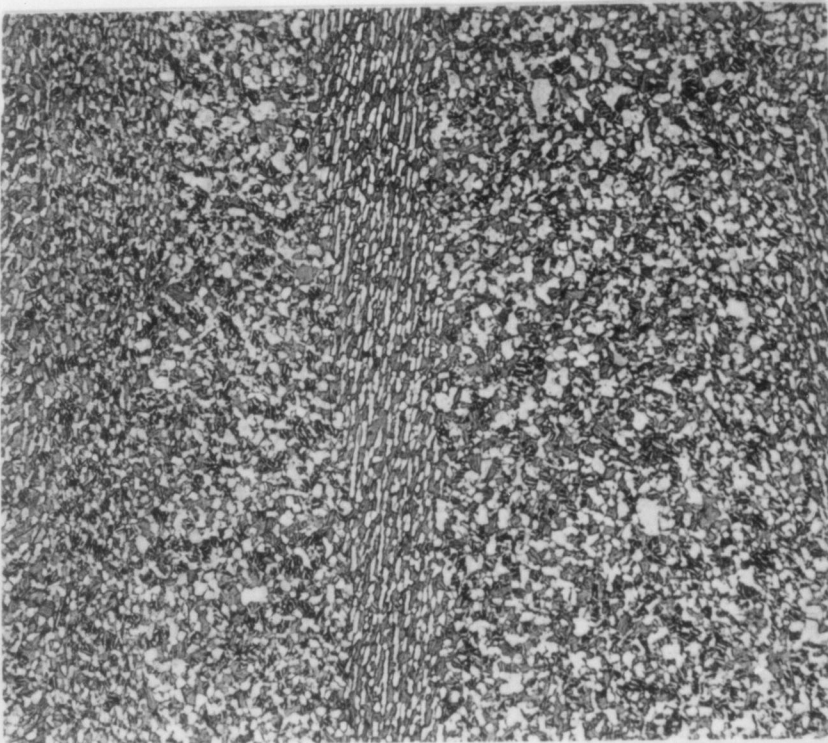
Analyse
 Analysis

5.3.2 Baumring-Orientierungen in TA 6 V
Tree ring orientation in TA 6 V
Ségrégations annulaires (tree-rings) dans TA 6 V



Ätzverfahren 3.2
Etching process 3.2
Attaque 3.2

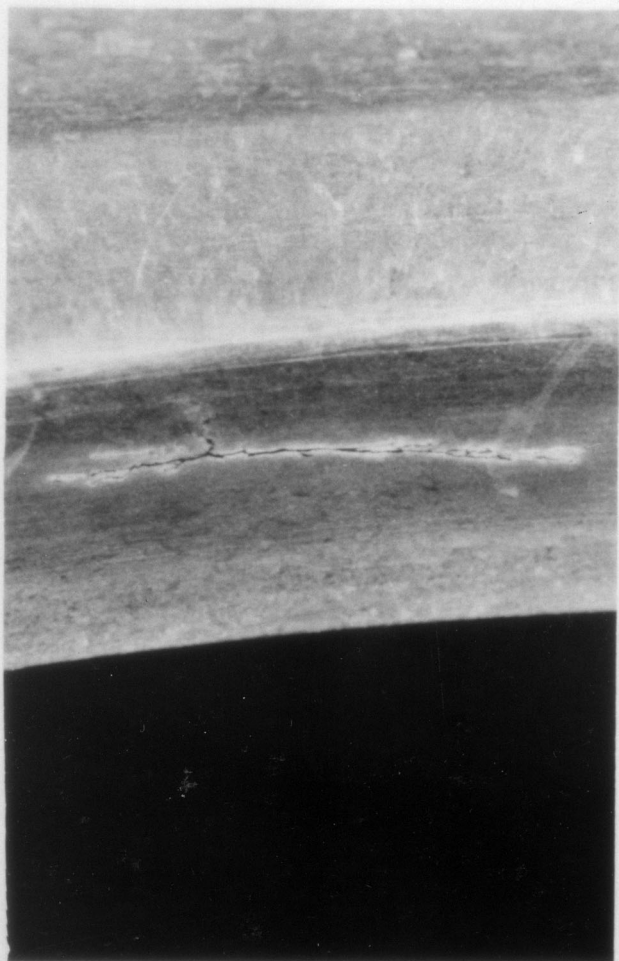
x 0,5



x 100

5.3.3 Überlappung in TA 6 V
Forging laps in TA 6 V
Repli de forge sur TA 6 V

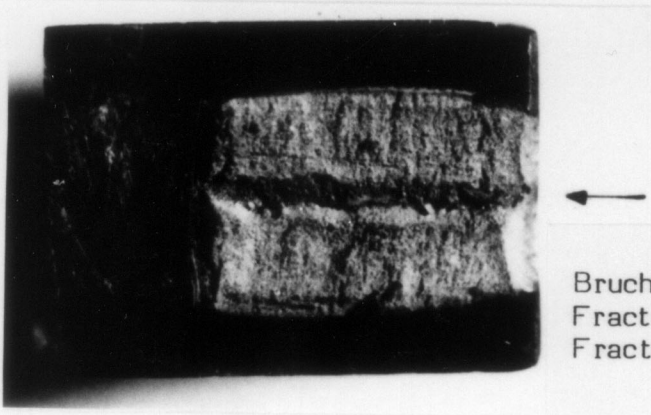
myla



Ätzverfahren 3.5
Etching process 3.5
Attaque 3.5

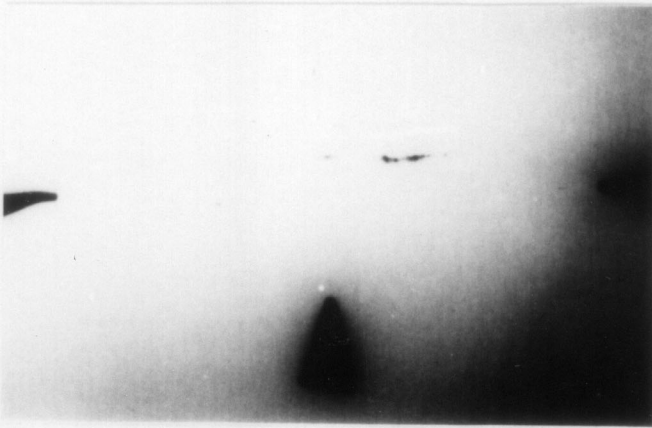
x 2

5.3.4 Wolfram-Einschluß in TA 6 V
Tungsten inclusion in TA 6 V
Inclusion de tungstène dans TA 6 V



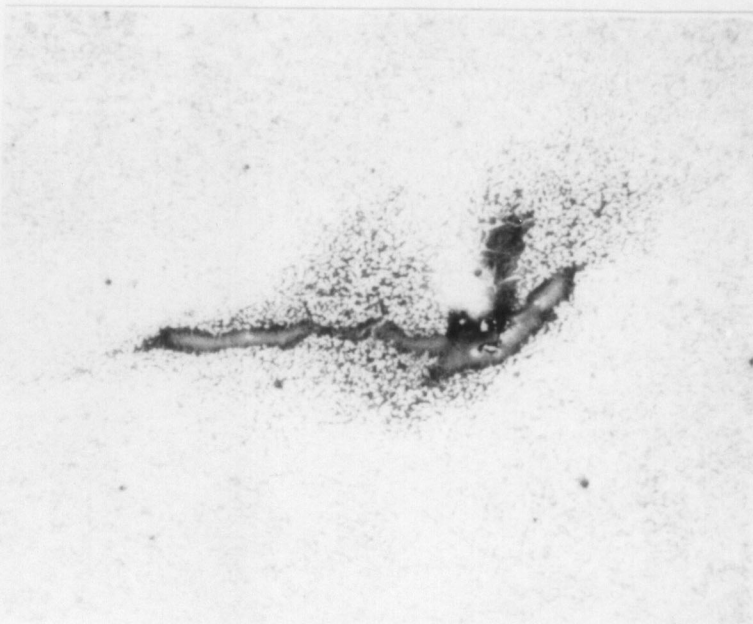
Bruchfläche
Fracture surface
Fractographie

x 4



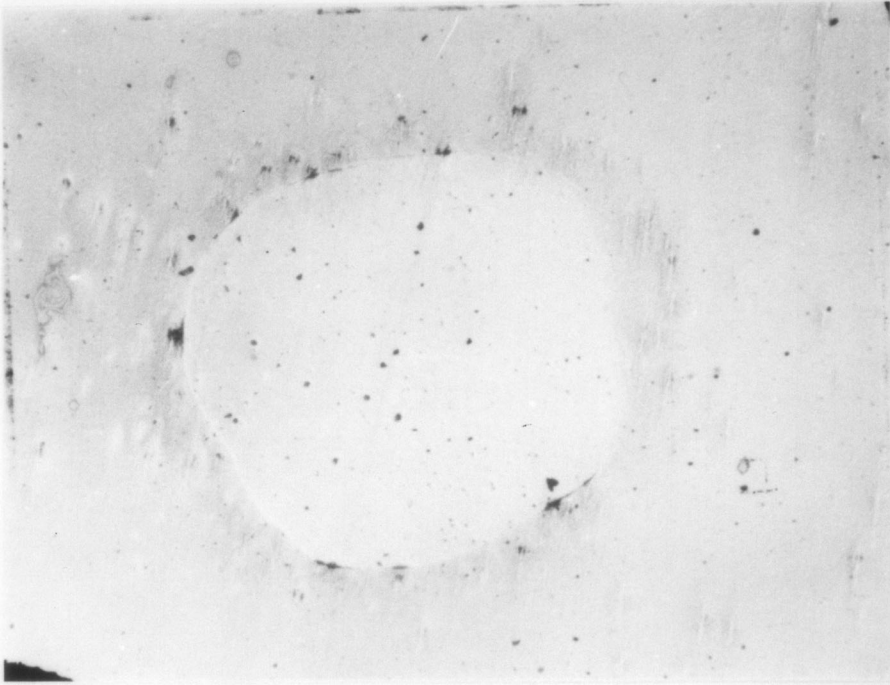
Röntgenbild
Radiograph
Radiographic

x 1



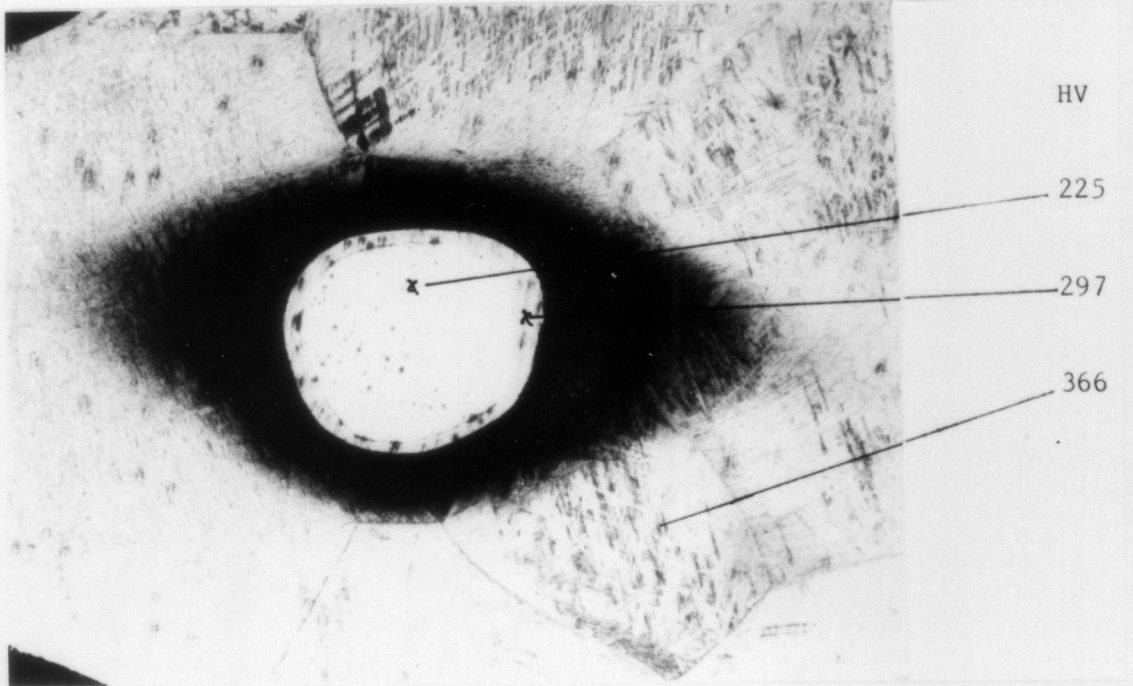
x 100

5.3.5 Molybdän-Einschluß in TA 6 Zr 5 D
Molybdenum inclusion in TA 6 Zr 5 D
Inclusion de molybdène dans TA 6 Zr 5 D



poliert
polished
poli

x 100



geätzt
etched
attaqué

x 50