

Ti à pont 184

ti à pont 76-44 -
Ti alliage de Ti
traitement Anodise -
les traitements thermiques

Essai all. nat
+ Inchi TA 3V 3,5

LES MÉMOIRES SCIENTIFIQUES
DE LA
REVUE DE MÉTALLURGIE

EXTRAIT DU T. LXIII, N° 12, Décembre 1966, pp. 1025-1058

5.21

Contribution
à l'étude métallographique et structurale de
l'alliage de titane TA 6 V

par R. CASTRO et L. SÉRAPHIN

EDITIONS DE LA REVUE DE METALLURGIE
47, RUE BOISSIÈRE, PARIS (XVI^e)

1967

Contribution à l'étude métallographique et structurale de l'alliage de titane TA 6 V^(*)

par R. CASTRO et L. SÉRAPHIN (**)

I. — INTRODUCTION

On sait que parmi les alliages de titane, le TA 6 V, contenant 6 % Al et 4 % V, est le plus largement utilisé dans les industries aéronautiques et spatiales. Connue depuis une dizaine d'années environ il a déjà fait l'objet de nombreuses études métallurgiques tant fondamentales que pratiques.

La présente étude a cependant été entreprise en vue de clarifier l'interprétation des structures métallographiques observées sur produits industriels lors des études ou des contrôles; en effet, l'examen en microscopie optique en est relativement délicat par suite de la finesse des structures rencontrées.

Par ailleurs, les produits industriels contenant toujours un certain nombre d'impuretés ou d'éléments mineurs, ceux-ci peuvent modifier de façon sensible le comportement de l'alliage par rapport au système ternaire Ti-Al-V.

Nous avons donc cherché à préciser en fonction de la température et du mode d'arrêt d'un traitement de recuit l'évolution de la dureté, de la nature, la quantité, la morphologie et la composition des phases présentes, tant à la température ambiante qu'à la température de traitement, compte tenu des transformations induites par le refroidissement. De plus une étude en micrographie optique des structures de décomposition isotherme à partir du domaine β a été entreprise.

Le mode de recuit utilisé étant de type industriel, la première partie de l'étude peut servir de guide quant aux structures observées dans la pratique; l'étude de la décomposition isotherme possède un caractère plus fondamental.

Nous allons donc exposer successivement la conduite de l'étude, les méthodes expérimentales utilisées, les résultats obtenus, et leur interprétation.

II. — CONDUITE DE L'ÉTUDE

1. Caractéristiques de l'alliage utilisé.

L'étude a porté sur des ronds laminés de 23 mm de diamètre, issus d'un lingot industriel de 500 kg obtenu par double refusion sous vide au four à l'électrode consommable; leur analyse moyenne est la suivante (*) (trois déterminations) :

	Moyenne	2 σ
Al %	5,72	0,17
V %	4,04	0,09
Fe %	0,147	0,035
C %	0,034	0,004
O ₂ %	0,080	0,014
N ₂ %	0,016	0,005
H ₂ ppm.	63	23

(*) Communication présentée aux Journées d'Automne de la Société française de Métallurgie, Paris (octobre 1965).

(**) Société d'électro-chimie, d'électro-métallurgie et des Aciéries Electriques d'Ugine à Ugine (Savoie).

(*) Dans cette note, nous donnerons autant que possible la précision des résultats par la valeur de deux écarts-types, ce qui correspond à un intervalle de confiance à 95 %. Un résultat ayant une valeur moyenne m et un écart-type σ sera donné sous la forme : $m (2 \sigma)$.

Les caractéristiques à l'état recuit après maintien à 730 °C pendant 1 h 30 mn et sortie air sont les suivantes :

R (kg/mm ²)	E 0,2 (kg/mm ²)	A % (5 d)	Σ %	K _{UF} (kgm/cm ²)
95	89,7	14,3	41,8	4,86
95,5	91	16,3	48,9	4,86

Le point de transformation de cet alliage, déterminé micrographiquement et par thermorésistivité, peut être fixé à 980 ± 5 °C (fig. 1).

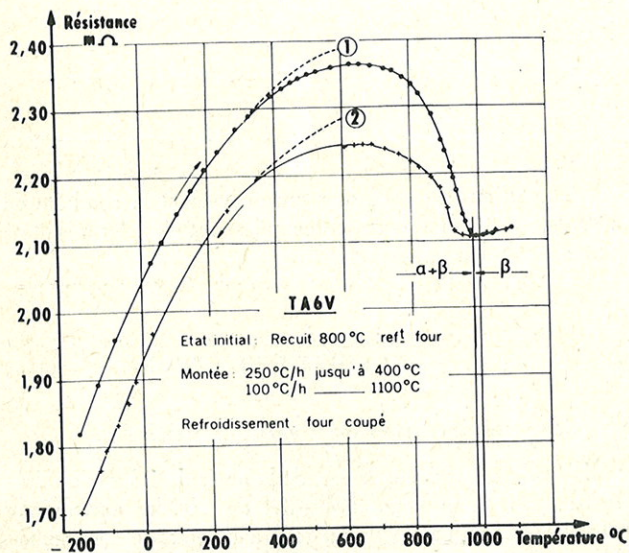


Fig. 1. — Courbes de thermorésistivité.

2. Prélèvement des échantillons.

Les barres laminées ont été écroûtées à Ø 20 mm pour éliminer de façon certaine la calamine et la couche contaminée sous-jacente.

Sauf en ce qui concerne les essais mécaniques, les traite-

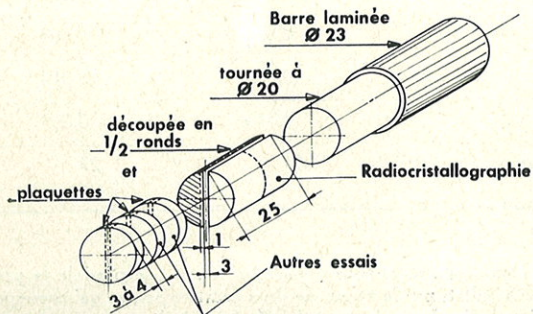


Fig. 2. — Schéma de prélèvement des échantillons.

ments ont généralement été effectués sur des échantillons de petites dimensions : plaquettes ou demi-ronds, découpés à la scie comme indiqué sur la figure 2.

3. Traitements thermiques.

a) Cycle de recuit :

Le cycle utilisé consiste en une montée à 950 °C avec un maintien d'une heure à température, suivie d'un refroidissement lent contrôlé à 25 °C/h, ce cycle étant interrompu tous les 50 °C par trempe à l'air, à l'huile ou à l'eau glacée sodée à 10 %. On obtient ainsi à chaque température une structure pratiquement à l'équilibre, comme cela peut se rencontrer lors de recuits industriels sur gros produits ou sur des charges massives.

Ces traitements ont été effectués dans des fours de laboratoire à bain de plomb, régulés à 5 °C près. Pour éviter une contamination superficielle des échantillons, les bains de traitements ont été protégés de la pollution par l'atmosphère par recouvrement avec des tournures de titane fréquemment renouvelées. De plus, les échantillons ont été rectifiés d'au moins 0,5 mm sur leurs faces planes avant examen.

Les échantillons étaient introduits dans un four préalablement porté à 950 °C.

b) Décompositions isothermes :

Les décompositions isothermes ont été effectuées sur des plaquettes Ø 20 × 3 ou 4 mm, avec une mise en solution à 1 025 °C pendant 30 mn (domaine β), dans un four à bain de sel neutre (*) préalablement porté à température et également protégé par des tournures de titane.

Les maintiens isothermes ont été effectués en bain de plomb dans les mêmes conditions que ci-dessus, le cycle étant interrompu par une trempe à l'eau glacée sodée. Les températures et temps de décomposition ont été les suivants :

- θ : 950, 900, 850, 800, 750, 700, 650, 600 °C ;
- t : 15 s, 30 s, 1 mn, 15 mn, 4 h.

Le temps de 15 s est le minimum pratiquement compatible avec les temps-morts de transfert (aussi courts que possible) et la mise à température de l'échantillon.

III. — MÉTHODES D'ANALYSE DES RÉSULTATS

Les échantillons ainsi traités ont été examinés en microscopie optique et électronique, analysés à la microsonde électronique, soumis à des essais de dureté et de microdureté et des mesures de résistivité. Ils ont été d'autre part examinés par radiocristallographie pour identification des phases, mesures de leurs paramètres et dosage quantitatif de la phase β.

Les examens micrographiques (optiques et électroniques) et radiocristallographiques ont été pratiqués sur des coupes en long sensiblement diamétrales de la barre initiale, alors

(*) Composition pondérale : Cl₂Ba : 90 % ; ClNa : 10 %.

que les mesures de dureté ont été exécutées sur des sections droites.

Nous avons généralement utilisé les méthodes d'examen classiques sauf pour certaines d'entre elles pour lesquelles nous donnerons une description plus détaillée.

1. Microscopie optique.

Les échantillons rectifiés ont été polis mécaniquement (jusqu'au grain 600) puis électrolytiquement dans un bain d'acide acétique pur (90 % en vol.) et perchlorique (10 % en vol.), refroidi par circulation d'eau et agité. L'attaque micrographique a été exécutée avec un réactif spécial, dont nous avons mis au point la composition et qui s'est montré beaucoup plus sélectif et moins agressif que les réactifs classiques tels que les mélanges acides fluorhydriques.

La composition est la suivante :

— acide lactique pur ($d : 1,24$)	50 ml
— acide fluorhydrique à 40 % en poids ($d : 1,14$)	0,5 ml
— eau	20 ml

Le temps d'attaque varie de 30 à 90 s suivant la structure de l'échantillon.

Sauf indication contraire, les micrographies présentées dans cette étude correspondent à cette attaque. Étant donné la finesse des éléments structuraux, les observations sont faites aux grossissements de 500 et surtout 1 000.

Coloration :

Nous avons également mis au point une méthode de coloration consistant à placer l'échantillon poli électrolytiquement en position anodique dans un électrolyte refroidi qui contient 2 à 10 % en poids d'acide oxalique pur dans 100 cm³ d'alcool dénaturé; la tension à vide est de l'ordre de 90 V.

Le temps de coloration est variable suivant la structure de l'échantillon, mais est généralement compris entre 10 s et 1 mn. Nous donnerons quelques exemples de micrographies en couleurs ainsi obtenues dans deux planches hors texte (p. 1039 et 1040).

2. Microscopie électronique.

Nous avons utilisé la technique des répliques de carbone, la vaporisation sous vide étant à 45° environ par rapport à la surface de l'échantillon, ce qui réalise un auto-ombrage. Les échantillons étaient initialement polis au Disselectropol à l'aide de la solution préconisée par Saulnier (1) et attaqués à l'aide d'une solution à 1 % en volume d'acide fluorhydrique à 40 % en poids, cette dernière solution servant également au décollement de la réplique.

Les grossissements utilisés varient de 1 400 à 10 000.

3. Dosages au micro-analyseur à sonde électronique.

Les analyses ont été effectuées sur des échantillons polis électrolytiquement et très légèrement attaqués. Les correc-

tions d'absorption et de fluorescence ont été effectuées suivant la méthode Philibert (2) les analyses ont porté sur les éléments Ti, Al, V, Fe à l'aide de leur rayonnement $K\alpha$, les tensions d'accélération étant respectivement de 21, 14, 20 et 21 kV. Nous avons vérifié l'absence d'autres éléments métalliques en quantités dosables.

4. Thermorésistivité.

L'éprouvette utilisée a un corps cylindrique $\varnothing 10$ mm, les prises de potentiels étant distantes de 100 mm. Elle est montée dans un four à programme sous atmosphère d'argon sec et purifié dont l'hétérogénéité en température ne dépasse pas 2 °C. La mesure de la résistance de l'éprouvette en cours du cycle thermique se fait potentiostatiquement par opposition à l'aide d'une méthode galvanométrique de zéro. On compare la chute de tension dans l'éprouvette à celle apparaissant aux bornes d'une résistance étalon placée en série, compte tenu de forces thermo-électriques parasites dont on obtient la valeur en inversant le sens de passage du courant. Les mesures peuvent être effectuées par points entre — 200 °C et + 1 100 °C; la figure 1 montre les résultats obtenus lors d'un cycle thermique, la montée en température étant effectuée à la vitesse de 150 °C/h et le refroidissement en four.

On notera le décalage entre la montée et la descente dû à la différence de structure (équiaxe et aciculaire). Lors d'un deuxième cycle effectué sur la même éprouvette, les courbes montée et descente se confondent pratiquement avec la descente du premier cycle.

5. Mesures de duretés et microduretés.

Les essais de dureté ont été exécutés sur plaquettes rectifiées à faces parallèles, en divers points de la section droite. Nous avons relevé les valeurs Rockwell C qui sont moins dispersées que les valeurs Vickers.

Les mesures de microdureté sous 25 g ont été effectuées avec l'appareil « microduromètre Leitz » sur plaquettes rectifiées, polies et attaquées. Ces mesures effectuées au grossissement $\times 400$ se sont révélées assez délicates en raison de la faible dimension des phases présentes.

6. Examens radiocristallographiques.

Les examens radiocristallographiques ont été exécutés sur l'appareillage Cristallobloc 30 (C.G.R.) à l'aide de la méthode Seeman-Bohlin avec monochromateur et chambre de 76 mm.

Les grandes longueurs d'onde excitant la fluorescence du titane, les seules radiations pratiquement utilisables dans nos conditions opératoires sont celles du Cu et du Mo. En fait, par suite de son plus grand pouvoir dispersif, la radiation principalement utilisée a été celle du Cu, mais dans ce cas nous avons dû réduire l'intensité du fond continu à un niveau acceptable par interposition d'une feuille d'Al de 4/100 mm d'épaisseur devant le film monocouche employé. Les temps de pose moyens sont de l'ordre de 4 à 6 h sous 40 kV et 3 mA.

a) Préparation des échantillons :

Comme nous le verrons plus loin, deux méthodes : l'une par transmission, l'autre par réflexion, ont été utilisées.

La préparation des échantillons massifs utilisés pour la réflexion se limite à un polissage électrolytique, dans les mêmes conditions que le polissage micrographique décrit ci-dessus, éliminant toute trace d'écrouissage dans la zone examinée. Un temps de polissage de 10 mn sous 0,5 A/cm² environ s'est révélé suffisant.

La préparation des lames minces utilisées en transmission est beaucoup plus délicate. Les demi-ronds ont d'abord été amincis mécaniquement par rectification suivant un plan sensiblement diamétral jusqu'à quelques dixièmes de mm d'épaisseur. Ils ont ensuite été amincis électrolytiquement dans le bain perchlorique acétique refroidi et agité déjà mentionné. Pour obtenir une lame mince de quelques centièmes de mm d'épaisseur, sensiblement uniforme, sur une surface de l'ordre du centimètre carré, nous avons éliminé les effets de bord en enserrant la plaquette ainsi obtenue dans un montage en Lucoflex comportant deux ouvertures circulaires situées face à face, suivant une technique analogue à celle développée par G. W. Briers et coll. (3). L'ensemble était placé en position anodique au centre d'un électrolyseur cylindrique à cathode circulaire; il a ainsi été possible d'obtenir régulièrement des lames de 3 à 4/100 mm d'épaisseur, le bord de l'ouverture étant marqué par une série de petites déchirures « en pointillé ». Pour éviter « l'oxydation » (développement de colorations), il convient de ne fermer le circuit qu'après avoir plongé le montage anodique dans l'électrolyte et d'avoir initialement une forte densité de courant que l'on réduit peu à peu.

Remarque :

Nous avons tenté d'amincir chimiquement les plaquettes rectifiées dans un bain classique de décapage à 10 % (en poids) HNO₃ et 2 % (en poids) HF, maintenu vers 60-70 °C. On obtient ainsi très facilement des lames très fines (de 5 à 10 μ); cependant, il en résulte généralement un chargement en H₂ qui modifie considérablement les paramètres de la phase β (par suite de son caractère bêta-gène) avec, dans certains cas, apparition des raies de l'hydrure de titane sur le cliché de diffraction; cette contamination est entièrement évitée dans la méthode électrolytique.

b) Dosage quantitatif de la phase β :

La méthode de dosage radiocristallographique de la phase β dans les alliages α-β est analogue à celle du dosage de l'austénite résiduelle dans les aciers, initialement développée par Cohen et ses collaborateurs (4) et aujourd'hui couramment utilisée. Des applications en ont été faites au titane ou ses alliages par H. Hiltz et S. L. Lopata d'une part, et par B. L. Averbach et coll. d'autre part, à l'aide de méthodes diffractométriques classiques (5) ou spéciales (6).

Les schémas des montages utilisés sont représentés à la figure 3; la description détaillée du mode opératoire et les calculs théoriques nécessaires à l'exploitation de la méthode sont reportés en annexe.

Les valeurs expérimentales obtenues par cette méthode ne sont valables que si l'on ne s'écarte pas trop des hypothèses fondamentales employées pour les calculs théoriques. Si l'on peut négliger, en première approximation, les phénomènes d'extinction primaire et secondaire (7) par suite

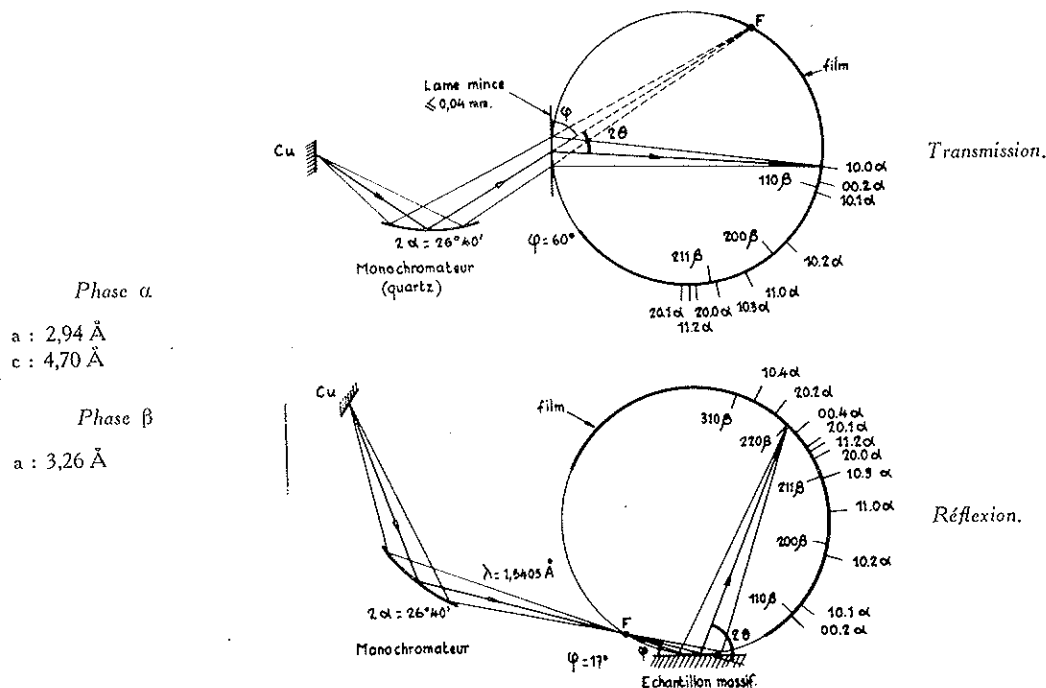


Fig. 3. — Schéma des montages radiocristallographiques.

de la finesse de la structure, la principale limitation provient de la texture des échantillons, à laquelle les alliages de titane sont très sensibles et qu'il est pratiquement impossible d'éliminer par traitement thermique-hérédité structurale (8). Bien qu'il soit possible d'effectuer un dosage quantitatif dans des matériaux fortement texturés (9), cette méthode est extrêmement longue et fastidieuse et peut difficilement s'envisager comme méthode courante.

Pratiquement on peut cependant atténuer considérablement les effets de texture :

— en faisant tourner l'échantillon dans son plan suivant un axe perpendiculaire à la direction (barres, fils) ou au plan (tôles) de déformation à chaud ou à froid; ce prélèvement dans le sens « long » restitue donc à l'échantillon une pseudo-isotropie;

— en choisissant les raies les moins affectées par ce phénomène.

Des examens en réflexion ou en transmission sur échantillons fixes ont montré que les raies d'indice (00.2 n) (*) devaient être écartées et qu'il est préférable de choisir, autant que possible, des raies d'indices élevés.

Avec notre méthode, les résultats obtenus avec les raies 11.2 α et 20.1 α et une raie β (110 ou 200) peuvent être considérés comme valables en l'absence d'une texture accusée. Ceci se vérifie facilement en comparant visuellement la densité de noircissement des raies 10.0 α et 00.2 α , dont les intensités sont sensiblement égales en absence de texture.

Dans le domaine exploré (vol. $\beta < 15\%$) la précision obtenue est de l'ordre de 1 à 1,5 % en valeur absolue.

Cette méthode ne nécessitant théoriquement aucun étalonnage préalable est particulièrement utile dans le cas de structures aciculaires ou extrêmement fines pour lesquelles le dosage par voie micrographique — par analyse linéaire par exemple (10) — est très délicat, long et relativement imprécis. Cependant, on ne doit pas attribuer aux résultats obtenus une *valeur absolue certaine*, les échantillons, dont les caractéristiques peuvent être différentes des valeurs numériques utilisées pour les calculs, ne respectant que très rarement des hypothèses initiales. Par contre, les valeurs relatives obtenues dans des conditions *opératoires identiques* sont très significatives.

Les limites de sensibilité des deux méthodes sont de l'ordre de 2 à 3 % pour la réflexion et de 0,5 à 1 % pour la transmission.

c) Mesure des paramètres des phases :

Les clichés obtenus en transmission présentent la trace du faisceau direct, ce qui permet une estimation directe des paramètres des phases (alors que dans la méthode en réflexion un étalonnage préalable avec une substance de paramètres connus est nécessaire). Cette méthode étant cependant relativement imprécise, nous avons déterminé les paramètres de la phase α à l'aide de clichés Seeman-

Bohlin symétriques en retour. On a pour cela utilisé les raies 21.3, 30.2 et 00.6 α dont les angles de Bragg θ sont compris entre 70 et 80°.

Aucune raie de la phase β n'apparaissant sur ces diagrammes, la mesure du paramètre de cette phase a été effectuée à l'aide des clichés ayant servi à son dosage, en se servant de la phase α , de paramètres connus comme étalon interne. Pour cela, à l'aide des paramètres de la phase α , nous avons calculé avec précision les valeurs des angles de Bragg des raies α encadrant les raies β (principalement la raie 110 β). La distance angulaire entre les raies α et β est mesurée avec précision sur l'enregistrement photométrique (grandissement linéaire 25/1), préalablement étalonné par enregistrement d'une règle graduée, par la distance des pics des raies correspondantes (qui sont fines et bien définies); on en déduit ensuite la valeur du paramètre a de la phase β .

IV. — RÉSULTATS

1. Etude des structures obtenues par recuit suivi d'arrêt à l'eau, à l'huile ou à l'air.

a) Cycle de recuit arrêté à l'eau glacée sodée :

Morphologie des structures :

Nous examinerons celles-ci en températures décroissantes; la quantité de phase α augmente et la quantité de phase β diminue en même temps que sa stabilité augmente de façon continue depuis le point de transformation (980 °C) jusqu'à la température ambiante. Lors de la trempe, la phase β présente se transforme donc en martensite α' pour le domaine des hautes températures et subsiste à l'état métastable dans le domaine des basses températures (fig. 56).

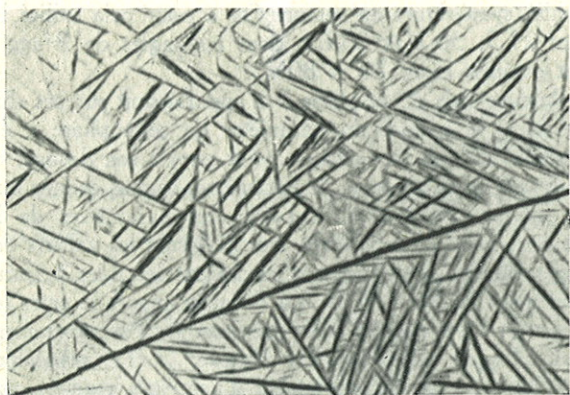
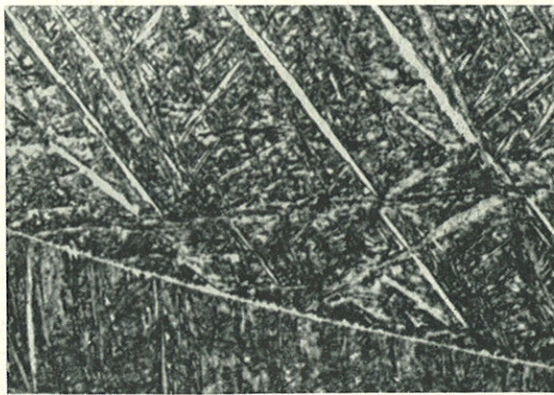
Pour en faciliter la description, nous affecterons d'un indice les différents faciès rencontrés pour une même phase.

Rappelons tout d'abord qu'une trempe énergétique à partir du domaine β (1 025 °C - 1 h - sel + TE glacée) donne naissance à une structure martensitique à gros grains. Contrairement à l'attaque classique (fig. 4), l'attaque spéciale (fig. 5) met en évidence une fine précipitation intergranulaire continue et délimite dans les grains de grandes aiguilles claires ayant une certaine épaisseur (et dont la longueur est du même ordre de grandeur que celle du grain) sur un fond fortement colorable et aiguillé; dans ce fond semble subsister entre les petites aiguilles colorées un constituant clair minoritaire. Nous désignerons par la suite ce constituant à aspect aiguillé par α'_1 .

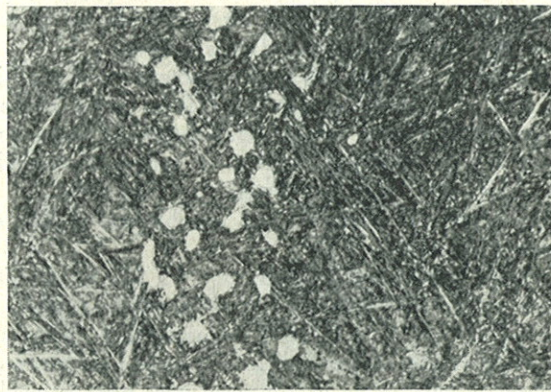
Au voisinage et au-dessous du point de transformation — soit 975 °C — il ne subsiste dans la structure que quelques éléments α , apparaissant sous forme de grains uniformes, clairs, bien délimités et légèrement en relief par rapport au fond type α'_1 ; nous le désignerons par la suite comme constituant α_1 (fig. 6 et 7). Ces éléments sont généralement disposés en bandes orientées dans le sens du corroyage, amas ou réseau très lâche et discontinu.

Dès 950 °C, la proportion de phase α augmente considérablement mais sous deux aspects différents (fig. 8 et 9) ;

(*) Pour la phase α hexagonale, nous utiliserons la notation à quatre indices simplifiée, les plans d'indice ($h, k, h+k, l$) étant notés ($hk.l$).

Fig. 4. — *Attaque classique.* $\times 1000$.Fig. 5. — *Attaque spéciale.* $\times 1000$.

Trempe eau 1 025 °C, 1 h (sel). Structure martensitique α'_1 .

Fig. 6. — *Attaque classique.* $\times 100$.Fig. 7. — *Attaque spéciale.* $\times 500$.

Trempe eau 975 °C, 1 h (sel). Structure : éléments α_1 sur fond α'_1 .

Fig. 8. — $\times 500$. (*Réduit de 2/7 à la reproduction.*)Fig. 9. — $\times 1000$.

Trempe eau 950 °C, 1 h (Pb). Structure : $\alpha_1 + \alpha_2$ sur fond α'_1 .

d'une part, le constituant α_1 d'allure généralement polygonale, d'autre part, un constituant à structure grenue, plus ou moins bien délimité, de même relief que le fond α'_1 que nous désignerons par α_2 . A 900 °C (fig. 10 et 11), on note la présence des constituants α_1 et α_2 ; le constituant α_1 évolue peu en quantité et morphologie alors que le constituant α_2 se différencie en grains plus ou moins foncés, de coloration homogène, mieux délimités par rapport au fond. Dans celui-ci, une zone claire apparaît au voisinage des grains α ou dans des plages de petites dimensions enserrées entre des grains α (fig. 11, flèche); nous désignerons ce constituant clair, présentant un relief en éclairage oblique, par α'_2 .

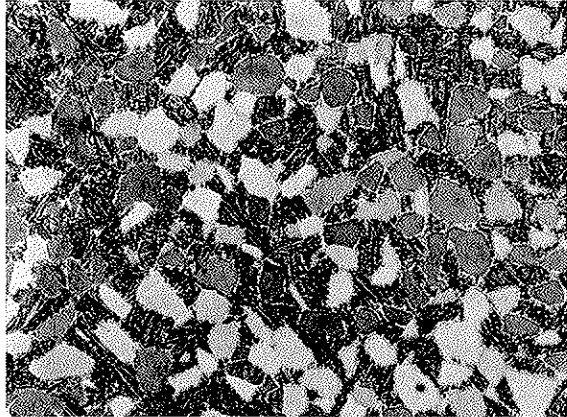


Fig. 10. — $\times 500$. (Réduit de 2/7 à la reproduction.)



Fig. 11. — $\times 1000$.

Fig. 10 et 11. — Cycle de recuit arrêté à l'eau à 900 °C.
Structure : $\alpha_1 + \alpha_2$ sur fond α'_1 et bordure α'_2 .

A 850 °C (fig. 12), seule la proportion de grains α_2 a augmenté et certains d'entre eux présentent des hétérogénéités plus ou moins marquées (flèche). Le fond est constitué d'aiguilles colorables α'_1 sur un fond clair α'_2 . A 800 °C (fig. 13), le constituant α_2 dont la colorabilité augmente jusqu'au noir présente une proportion importante de grains hétérogènes. Il ne subsiste dans le fond que quelques aiguilles type α'_1 sur un fond clair α'_2 en relief.

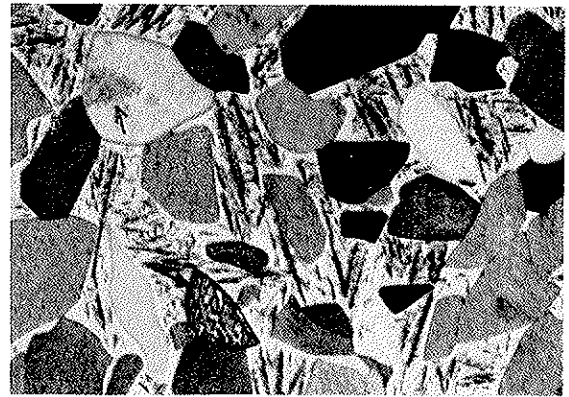


Fig. 12. — Cycle de recuit arrêté à l'eau à 850 °C. $\times 1000$.

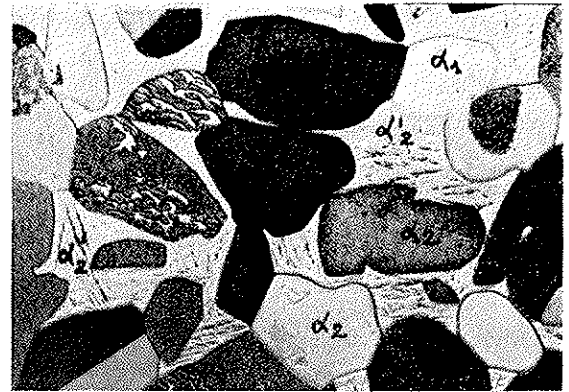


Fig. 13. — Cycle de recuit arrêté à l'eau à 800 °C. $\times 1000$.

Fig. 12 et 13. — Structure : $\alpha_1 + \alpha_2 + \alpha'_1 + \alpha'_2$.



Fig. 14. — Cycle de recuit arrêté à l'eau à 750 °C.

Structure : $\alpha_1 + \alpha_2 + \alpha'_2$. $\times 1000$.

Alors qu'à 750 °C (fig. 14) le fond conserve son aspect clair et aiguillé, en relief, il devient absolument plan et uniforme pour 700 °C (fig. 15). En effet entre ces deux températures la stabilité de la phase β devient suffisante pour interdire la transformation martensitique lors de la trempe. Si l'on interrompt le cycle à 725 °C,

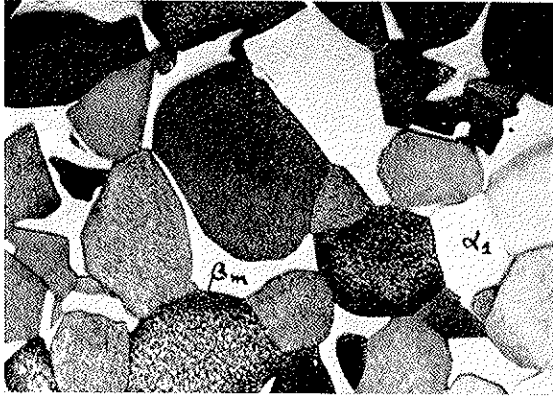


Fig. 15. — Cycle de recuit arrêté à l'eau à 700 °C.
Structure : $\alpha_1 + \alpha_2 + \beta_m$. $\times 1\,000$.

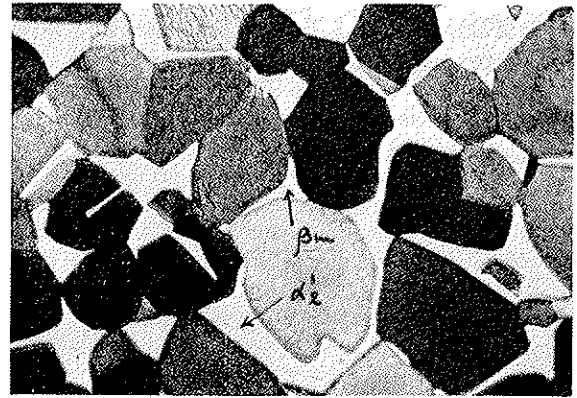


Fig. 16. — Cycle de recuit arrêté à l'eau à 725 °C.
Structure : $\alpha_1 + \alpha_2 + \alpha'_2 + \beta_m$. $\times 1\,000$.



Fig. 17. — Cycle de recuit arrêté à l'eau à 750 °C ($\alpha + \alpha'$).
 $\times 6\,000$.

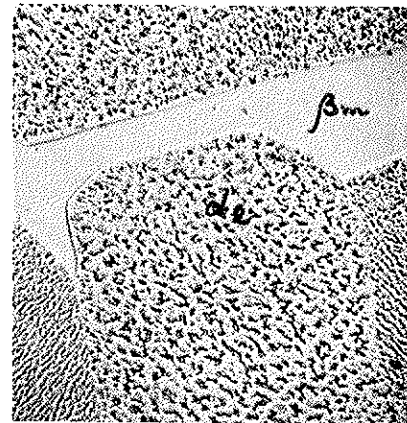


Fig. 18. — Cycle de recuit arrêté à l'eau à 700 °C ($\alpha + \beta_m$).
 $\times 6\,000$.

certaines plages les plus importantes deviennent martensitiques alors que les plus petites sont conservées sous forme bêta métastable β_m (fig. 16). Ces observations sont confir-

mées par les examens effectués en microscopie électronique (fig. 17 et 18). La figure 17 montre des plages α'_2 à structure martensitique en relief et la figure 18 une plage de β_m non transformée.

De 700 à 500 °C, la morphologie de la structure évolue peu; seule diminue légèrement la quantité de la phase β métastable.

Au-dessous de 700 °C et de façon plus marquée aux basses températures, le constituant α_2 devient hétérogène avec formation d'auréoles et orientations ou ponctuations au centre des grains (fig. 19). De plus, à 450 °C et surtout à 400 °C, un constituant aiguillé (flèche) apparaît au centre des phases β les plus importantes. Ce phénomène est plus nettement visible avec l'attaque classique qui délimite bien la phase β sans discriminer les différents constituants α (fig. 20 et 21).

Notons de plus que nous avons observé en microscope électronique et optique pour toute l'échelle des températures la présence de formations géométriques approximativement à 60 °C, mais seulement dans le constituant α_1 , comme représenté sur les figures 22 et 23.

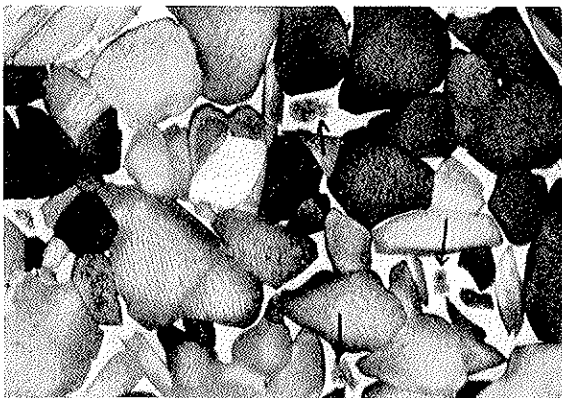


Fig. 19. — Attaque spéciale. Cycle de recuit arrêté à l'eau à 400 °C
($\alpha + \beta_m$ et précipité dans β_m). $\times 1\,000$.

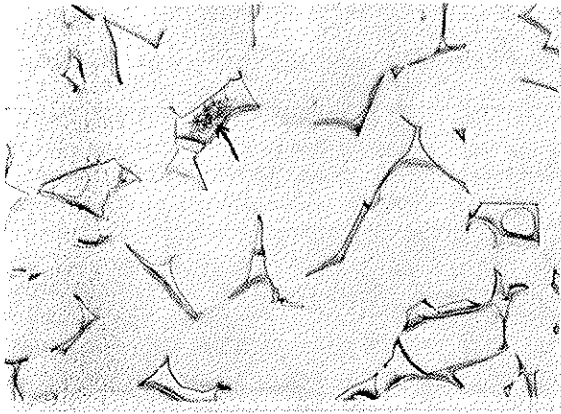


Fig. 20. — Attaque classique. Cycle de recuit arrêté à l'eau à 450 °C (précipité dans β_m). $\times 1\ 000$.

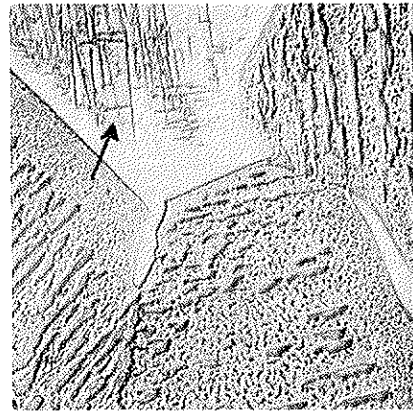


Fig. 21. — Cycle de recuit arrêté à l'eau à 400 °C. Précipitation dans β_m . $\times 6\ 000$.

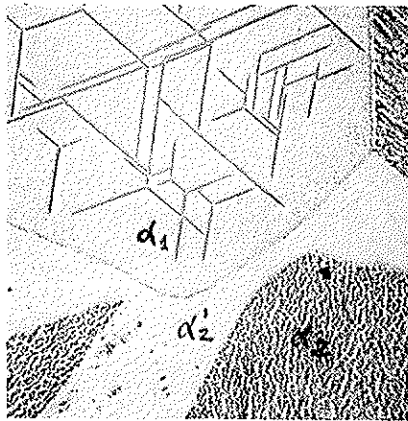


Fig. 22. — Cycle de recuit arrêté à l'eau à 850 °C. Formation géométrique dans α_1 . $\times 6\ 000$.

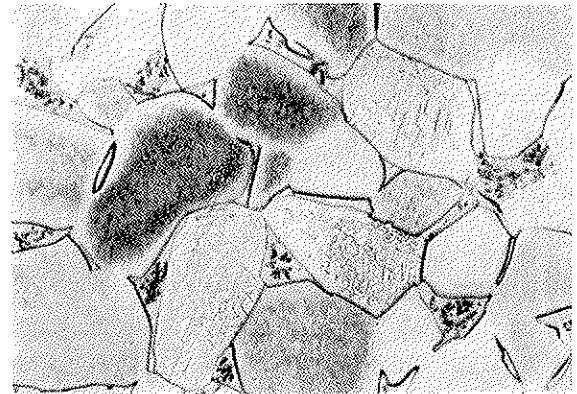


Fig. 23. — Attaque HF + ClH. Cycle de recuit arrêté à l'eau à 725 °C. Formation géométrique dans α_1 . $\times 1\ 000$.

Courbe de variation de la dureté et de microdureté :

Les résultats des mesures de la dureté R_c (moyenne d'au moins 10 mesures) sont reportés dans le tableau I et représenté graphiquement à la figure 24. On constate une diminution assez rapide des duretés quand la température de fin de recuit s'abaisse, avec un palier légèrement montant au-dessous de 650 °C; il existe une anomalie marquée entre 700 et 750 °C correspondant à la zone de transition entre la martensite α' et la phase β métastable comme nous le verrons plus loin.

Les résultats des mesures de microdureté (moyenne de 5 mesures) sont consignés dans le tableau II et représentés graphiquement à la figure 25. Ces mesures sont très délicates par suite de la finesse de la structure; leur précision est donc limitée et les pointés dans les plages β de faible dimension n'ont pu être effectués. Les segments verticaux au-dessus et au-dessous de chaque point indiquent les zones de dispersion.

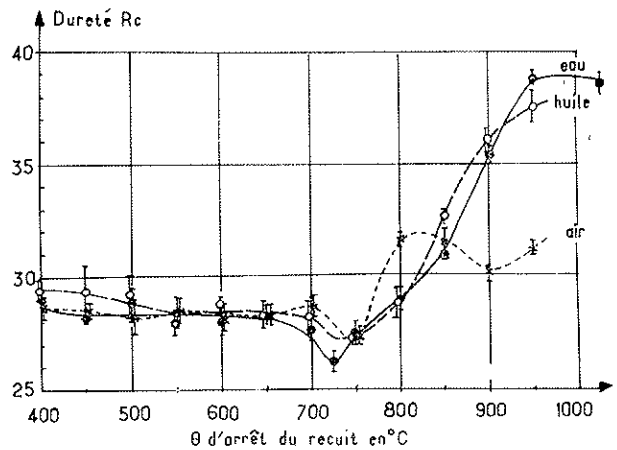


Fig. 24. — Variations de la dureté des échantillons après cycle de recuit arrêté à l'air, à l'huile ou à l'eau.

TABLEAU I

Duretés Rc après cycle de recuit arrêté à l'eau glacée, sodée, l'huile ou l'air

θ °C	Arrêt			θ °C	Arrêt		
	eau	huile	eau		eau	huile	eau
950	38,9 (0,3)*	37,6 (0,7)	31,3 (0,3)	600	28,3 (0,3)	28,5 (0,6)	28,3 (0,6)
900	35,5 (0,4)	36,1 (0,5)	30,1 (0,3)	650	28,4 (0,7)	27,9 (0,5)	28,5 (0,5)
850	31,0 (0,2)	32,7 (0,3)	31,5 (0,7)	500	28,8 (0,7)	29,2 (0,9)	28,2 (0,9)
800	29,0 (0,5)	28,8 (0,7)	31,7 (0,3)	450	28,1 (0,3)	29,3 (1,3)	28,5 (0,3)
750	27,5 (0,5)	27,3 (0,3)	27,6 (0,4)	400	28,9 (1,1)	29,4 (0,5)	28,6 (0,4)
725	26,2 (0,5)	—	—	1 025	—	—	—
700	27,6 (0,5)	28,2 (0,7)	28,7 (0,5)	(a)	36,8 (0,5)	—	—
650	28,3 (0,4)	28,3 (0,6)	28,3 (0,4)	(b)	40,5 (0,2)	—	—

* Moyenne (deux écarts-types).
(a) TE 1 025 °C, 1 h (sel).
(b) TE 1 025 °C, 1 h sel + azote liquide 30 mn.

TABLEAU II

Microduretés Vickers sous 25 g après cycle de recuit arrêté à l'eau glacée sodée

θ (°C) arrêt	Constituant				
	α 1 clair	α 2 gris	α 2 foncé	α'	β
950	558 (40)*	510 (20)	—	467 (27)	—
900	515 (20)	387 (16)	—	354 (32)	—
850	490 (48)	367 (32)	—	342 (10)	—
800	483 (10)	337 (10)	—	310 (49)	—
750	469 (33)	396 (58)	392 (30)	—	—
700	482 (25)	415 (16)	366 (24)	—	—
650	443 (23)	345 (25)	311 (13)	—	—
600	415 (33)	341 (17)	309 (18)	—	372 (10)**
550	400 (24)	307 (13)	—	—	—
500	386 (72)	319	296	—	—
450	426 (23)	314 (38)	—	—	—
400	399 (45)	360 (18)	—	—	—

* Moyenne (deux écarts-types).
** Sous 15 g.

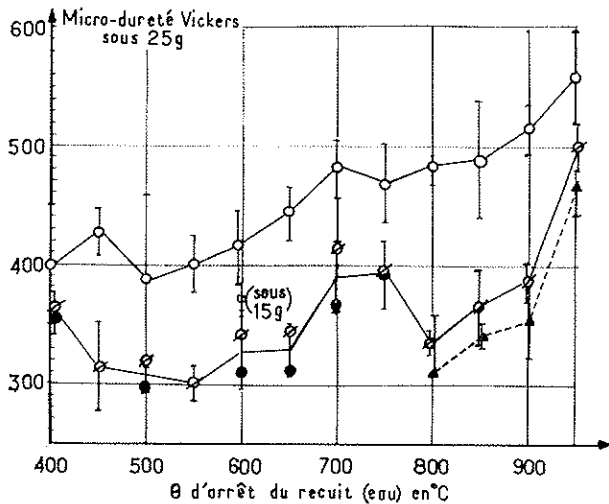


Fig. 25. — Microduretés des différents constituants après cycle de recuit arrêté à l'eau.

On peut constater que, de façon systématique, la dureté du constituant clair α_1 est supérieure à celle des constituants α_2 de couleur grise et foncée (dans l'ordre). Les constituants α_1 et α_2 présentent une différence de dureté moyenne de 95 vickers.

Notons également que la dureté de la martensite α' est inférieure à celle des constituants α .

Variations analytiques :

La composition des constituants principaux, déterminée à la microsonde, en fonction de la température d'arrêt du recuit, est reportée dans le tableau III et représentée graphiquement à la figure 26. Nous avons admis que les dosages étaient corrects quand l'analyse portant sur les éléments Ti, Al, V et Fe fermait entre 95 et 105 % (les valeurs indiquées sont les valeurs brutes non ramenées à 100 %). Les différents constituants sont de composition homogène et la dispersion des dosages correspond sensiblement à l'erreur statistique de comptage; chaque valeur représente la moyenne d'au moins cinq déterminations.

Pour les constituants de petites dimensions (phase β aux basses températures par exemple) les valeurs données peuvent être entachées d'erreur (par défaut sur les éléments bêtagènes : V, Fe — par excès sur les alphagènes : Ti, Al) par suite de leur dimension du même ordre de grandeur que le diamètre effectif de la sonde, de la difficulté de localisation à l'aide du microscope (grossissement 400, faible contraste) et de la possibilité de présence d'autres phases immédiatement sous-jacentes à la surface de l'échantillon.

Les éléments se répartissent évidemment entre les phases α et β (ou α') suivant leurs caractères alphagènes ou bêtagènes. On notera les variations importantes des teneurs en V de la phase β qui passe de 4 % (teneur nominale de l'alliage) à 18,5 % à 400 °C; le fer qui se concentre pratiquement tout dans la phase β passe également de 0,15 % environ à 1,15 % à cette dernière température. Les autres éléments subissent des variations beaucoup plus

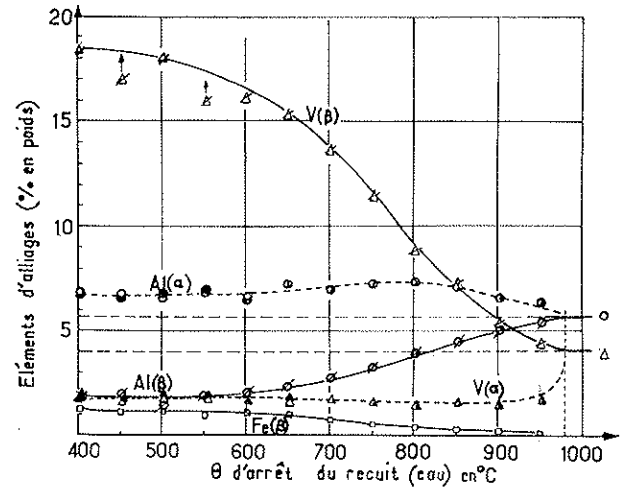


Fig. 26. — Composition chimique des différents constituants déterminée à la microsonde.

faibles; remarquons cependant que la teneur en Al de la phase α tend à dépasser 7 % entre 700 et 850 °C environ.

Par suite de la trempe énergique appliquée aux échantillons les valeurs indiquées représentent la composition des phases α et β présentes à la température considérée.

Il nous a été impossible de mettre en évidence une différence analytique *significative* entre les constituants α_1 et α_2 , α'_1 et α'_2 , la précipitation dans la phase β aux basses températures et la zone adjacente, les différents faciès du constituant α_2 à aspect lamellaire.

Examens radiocristallographiques :

— Nature des phases :

Les diagrammes de diffraction X révèlent la présence des phases α (et/ou α') hexagonale et de la phase β cubique centrée (fig. 27) qui n'apparaît qu'au-dessous de 725 °C. De plus les diagrammes relatifs aux températures de 850, 800 et surtout 750 °C, possèdent quelques raies supplémentaires que l'on peut identifier comme étant les raies les plus intenses d'un composé type Ti_3Al , de structure hexagonale.

On peut remarquer que les diagrammes relatifs aux températures élevées présentent des raies larges et floues, ce qui traduit la nature martensitique de la phase α' alors majoritaire. Puis, au fur et à mesure que la température diminue, les raies s'affinent et se précisent, la quantité de phase α augmentant rapidement au détriment de α' , laquelle est remplacée par la phase β métastable au-dessous de 725 °C.

Dans nos conditions opératoires, en particulier en l'impossibilité d'obtenir un rayonnement purement monochromatique ($K\alpha_1$) suffisamment puissant et stable, la discrimination entre les phases α et α' de paramètres très voisins (5) n'a pu être réalisée; cependant un examen soigné du profil des raies (dissymétrie, largeur) permet de déduire que leurs paramètres a seraient pratiquement égaux alors que c (α') doit être légèrement inférieur à c (α).

TABLEAU III
Composition chimique des divers constituants
(Analyse à la microsonde)

Traitement	Constituant	Ti (%)	Al (%)	V (%)	Fe (%)	Total (%)
Analyse chimique globale		Différence	5,72 (0,17)*	4,04 (0,09)	0,147 (0,35)	—
TE 1 025 °C 30 mn (sel)	α'	91,7 (1)	5,71 (0,2)	3,95 (0,1)	0,13	101,4
Recuit (°C) : 950	α_1	91,5 (1)	6,3 (0,2)	1,7 (0,1)	0**	99,5
	α_2	91,5 (1)	6,3 (0,2)	1,7 (0,1)	0	99,5
	α'	88,8 (1)	5,35 (0,2)	4,4 (0,1)	0,13	98,7
900	α_1	92,8	6,5	1,63	0	100,9
	α_2	92,8	6,55	1,66	0	101,0
	α'	92,8	5,0	5,45	0,19	103,4
850	α_1	91,7	7,1	1,6	0	100,4
	α_2	91,4	7,1	1,6	0	100,1
	α'	88,3	4,45	7,3	0,29	100,3
800	α_1	92,8	7,25	1,57	0	101,6
	α_2	92,5	7,25	1,6	0	101,4
	α'	88,1	3,8	8,9	0,41	101,2
750	α_1	91,7	7,2	1,71	0	100,6
	α_2	91,9	7,2	1,76	0	100,9
	α'	85,3	3,2	11,5	0,58	100,6
700	α_1	91,8	6,9	1,7	0	100,4
	α_2	91,6	6,8	1,7	0	100,1
	β_m	83,2	2,7	13,65	0,74	100,3
650	α_1	90,4	7,2	1,77	0	99,4
	α_2	90,4	7,2	1,70	0	99,3
	β_m	81,0	2,35	15,4 (0,2)	0,97	99,8
600	α_1	92,0	6,5	1,64	0	100,1
	α_2	92,0	6,4	1,66	0	100,1
	β_m	81,2	1,9	16,2 (0,3)	1,02	100,3
550	α_1	91,3	6,75	1,82	0	99,9
	α_2	90,1	6,85	1,99	0	98,9
	β_m	79,8	1,8 (0,1)	16,0	0,99	98,6
500	α_1	91,1	6,75	1,78	0	99,6
	α_2	91,2	6,45	1,90	0	99,5
	β_m	79,5	1,6	18,1	1,23	100,4
450	α_1	91,2	6,7	1,63	0	99,5
	α_2	91,0	6,55	1,72	0	99,3
	β_m	78,9	1,85	17,05	1,13	98,9
400	α_1	92,4	6,77	1,64	0	100,8
	α_2	91,1	6,68	1,67	0	99,5
	β_m	79,8	1,58	18,43	1,16	101,0

* Moyenne (deux écarts-types).
** Signifie que la valeur est inférieure au seuil de dosage (environ 0,05 %).

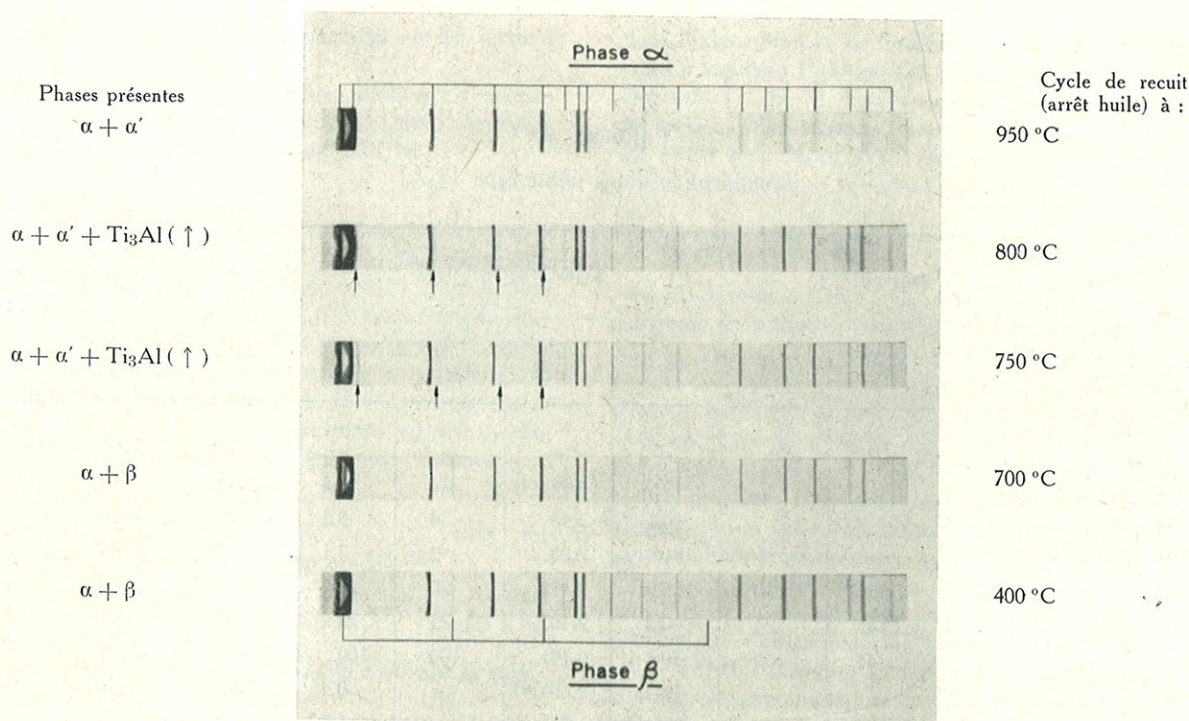


Fig. 27. — Diagramme de rayons X (méthode Seeman-Bohlin en réflexion avec radiation du Cu et monochromateur).

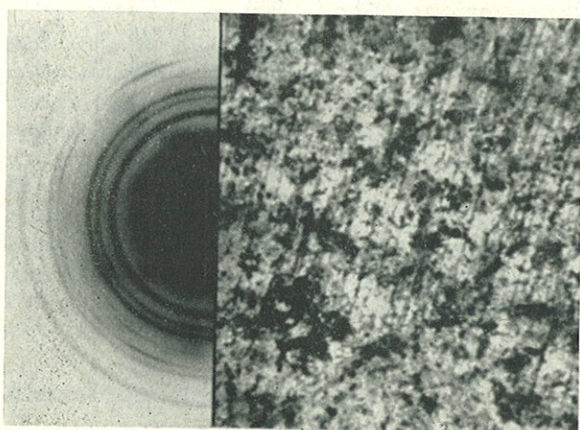


Fig. 28. — Diagramme de diffraction électronique sur lame mince (phase type Ti_3Al) et micrographie électronique correspondante. $\times 21\ 000$.

La présence d'une phase type Ti_3Al est confirmée par diffraction électronique par transmission sur lame mince; la figure 28 présente un des diagrammes obtenus, la micrographie électronique de la plage correspondante présentant une certaine trame de lignes parallèles.

Nous donnons au tableau IV les valeurs des distances interréticulaires calculées à partir de ce diagramme, l'étalement étant effectué à l'aide de ZnO , comparativement aux valeurs données par Goldak et Parr (11), système Ti-25 at. % Al; et celles de Farrar et Margolin (12), système Ti-10-12 % Al-1 % V en poids.

On constate une bonne concordance des distances interréticulaires, sauf au centre du diagramme, sujet à une certaine distorsion.

— Dosage quantitatif de la phase β :

Les résultats des dosages quantitatifs de la phase β par radiocristallographie ainsi que les résultats du dosage de phases par analyse linéaire figurent dans le tableau V et sont représentés graphiquement à la figure 29. On peut constater une bonne concordance des deux méthodes, aux erreurs expérimentales près, dans le domaine d'existence de la phase β ; les dosages radiocristallographiques sont beaucoup moins dispersés que les valeurs « micrographiques ».

On peut, en première approximation, représenter le pourcentage en volume de la phase β à la température d'arrêt du cycle de recuit par une relation de la forme :

$$\% \beta (\text{vol.}) = A e^{-a(\tau-t)} + (100 - A) \quad [1]$$

Avec les valeurs suivantes :

A : 92,5;

a : 0,0085;

τ : 980 °C (point de transformation $\alpha + \beta \rightleftharpoons \beta$);

t : température en °C.

obtenues par ajustements successifs, l'écart relatif moyen avec les valeurs expérimentales est de 2 %. Cette formule traduit bien la variation très rapide de la quantité de phase β au voisinage du point de transformation.

TABLEAU IV
 Identification d'une phase type Ti_3Al

Présente étude		Titane (α) ^(a)			Ti_3Al d'après (11) ^(b)				Ti_3Al d'après (12) ^(c)		
d (Å)	Int. rel.	$hk.l$	d (Å)	I/I	$hk.l$	d (Å) calc.	I/I_l observ.	I/I calc.	$hk.l$	d (Å) calc.	I/I
(3,51)	f				—	—	—	—	11.0	5,775	ttf
(3,17)	»				10.0	(4,99) ^(d)	—	2,3	20.0	5,001	»
2,875	»				10.1	3,38	4	5,2	20.1	3,407	»
2,495	F	10.0	2,557	30	11.0	2,88	2	2,1	22.0	2,887	»
2,32	»	00.2	2,342	26	20.0	2,498	20	24	40.0	2,501	m
2,195	TF	10.1	2,244	100	00.2	2,307	25	27	00.2	2,328	f
—	—	—	—	—	20.1	2,191	100	100	40.1	2,203	F
—	—	—	—	—	10.2	(2,10) ^(d)	—	0,4	20.2	2,110	ttf
—	—	—	—	—	21.1	(1,75)	—	1,2	42.1	1,751	»
1,685	F	10.2	1,726	19	20.2	1,699	18	14	40.2	1,704	m
1,470	f	—	—	—	10.3	(1,47)	—	0,4	20.3	1,482	ttf
1,443	m	11.0	1,475	17	22.0	1,440	18	16	44.0	1,444	m
1,337	f	—	—	—	30.2	(1,35)	—	0,3	60.2	1,355	ttf
1,315	»	10.3	1,332	16	20.3	1,310	30	18	40.3	1,318	m
1,250	»	20.0	1,276	2	40.0	1,249	2	2,3	80.0	1,250	ttf
—	—	11.2	1,247	16	22.2	1,225	30	17	44.2	1,227	m
1,208	f	20.1	1,233	13	40.1	1,204	18	12	80.1	1,208	»
1,160	»	00.4	1,171	2	00.4	1,156	4	3	00.4	1,164	f
1,099	»	20.2	1,122	2	40.2	1,099	4	3	80.2	1,101	tf
1,047	»	10.4	1,065	3	20.4	1,049	4	3	40.4	1,055	f
0,973	»	20.3	0,9895	6	40.3	0,970	10	7			
0,947	»	21.0	—	—	42.0	(0,943)	—	3			
0,918	»	21.1	0,9158	10	42.1	0,925	18	16			
0,903	»	21.2	—	—	22.4	0,903	18	10			
0,880	»	21.2	0,8927	4	42.2	0,874	4	6			
—	—	10.5	0,8796	4	20.5	0,868	10	8			
—	—	20.4	0,8634	2	40.4	(0,848)	—	4			
0,834	—	30.0	0,8514	4	60.0/21.5	0,832	25	7/4			

Tf : très forte; F : forte; m : moyenne; f : faible; tf : très faible; ttf : très très faible.
 (a) Fiche A.S.T.M. 5-0682 . $a = 2,550$ Å; $c = 4,686$ Å; $c/a = 1,588$.
 (b) Fiche A.S.T.M. 14-451 : $a = 5,77$ Å; $c = 4,62$ Å; $c/a = 0,801$.
 (c) $a = 11,55$ Å; $c = 4,655$ Å; $c/a = 0,404$.
 (d) Valeur calculée à partir des données 11.

TABLEAU V

Variation du pourcentage en volume des différentes phases en fonction de la température d'arrêt du recuit (eau)

Temp. (°C)	Analyse linéaire		D'après formule (1)		Radiocristallographie**			
	nbre	% β (vol.)	% β (vol.)	% écart relatif	nbre	struct.	% (vol.) λ Cu	% (vol.) λ Mo
980		100	100	0	—	α'	non détectée	
950	10	81,6 (2,4)*	79,2	— 2,9	—	α + α'	»	
900	10	57,2 (3,8)	54,4	— 4,9	—	»	»	
850	10	37,2 (4,5)	38,1	+ 2,4	—	»	»	
800	10	25,5 (4,5)	27,5	+ 7,8	—	»	»	
750	10	20 (3)	20,6	+ 3	—	»	»	
725	—	—	—	—	5	α + β	10,2 (1,4)*	10,2 (0,7)*
700	10	17,7 (4)	16,05	— 9,3	5	»	11,3 (1,7)	—
650	10	12,5 (2)	13,1	+ 4,6	—	»	—	—
600	10	9 (2,1)	11,15	+ 25	5	»	7,7 (1,6)	9,6 (1,1)
550	10	9,4 (2,6)	9,9	+ 5,3	5	»	6,6 (0,9)	—
500	10	9,6 (1,75)	9,15	— 4,7	5	»	—	—
450	10	8,3 (1,6)	8,5	+ 2,4	5	»	5,7 (0,8)	—
400	10	8,5 (2)	8,15	— 5,3	5	»	6,3 (0,8)	7,2 (0,6)

* Moyenne (deux écarts-types).
 ** Méthode S.B. en transmission raie β : 110; raies α : 10,0; 10,2; 11,0; 11,2; 20,1.

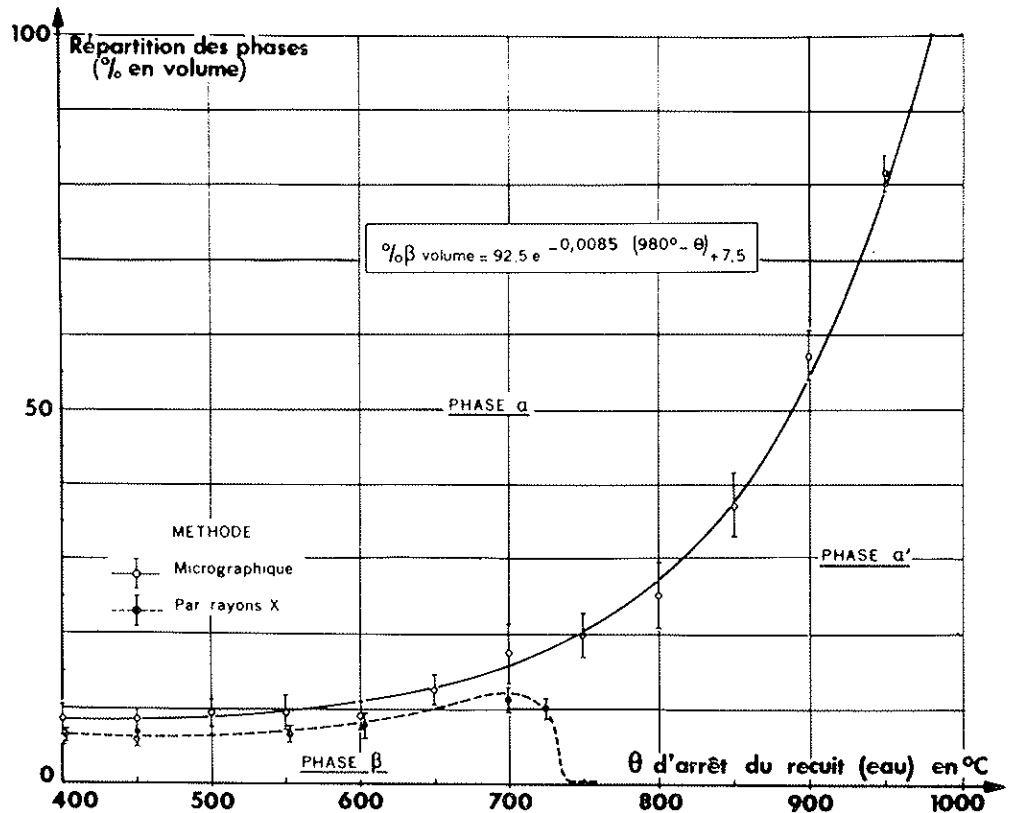


Fig. 29. — Répartition des phases après cycle de recuit arrêté à l'eau.

TABLEAU VI

Valeurs de paramètres des phases α et β
 en fonction de la température d'arrêt (eau) du cycle de recuit

Température (°C)	Phase α^*			Phase β
	a (Å)	c (Å)	c/a	a (Å)
950	2,9313 ($10 \cdot 10^{-4}$)	4,6813 ($10 \cdot 10^{-4}$)	1,5969	—
900	2,9320 ($1,5 \cdot 10^{-4}$)	4,6798 ($15 \cdot 10^{-4}$)	1,5962	—
850	2,9288 ($6,5 \cdot 10^{-4}$)	4,6750 ($6,5 \cdot 10^{-4}$)	1,5963	—
800	2,9281 ($6,5 \cdot 10^{-4}$)	4,6729 ($6,5 \cdot 10^{-4}$)	1,5960	—
750	2,9259 ($10 \cdot 10^{-4}$)	4,6711 ($10 \cdot 10^{-4}$)	1,5966	—
725	2,9261 ($2,5 \cdot 10^{-4}$)	4,6706 ($2,5 \cdot 10^{-4}$)	1,5962	3,2530 (0,002)
700	2,9255 ($6,5 \cdot 10^{-4}$)	4,6709 ($6,5 \cdot 10^{-4}$)	1,5966	3,2510 (0,002)
650	2,9243 ($1 \cdot 10^{-4}$)	4,6706 ($1 \cdot 10^{-4}$)	1,5972	3,2295 (0,001) **
600	2,9254 ($2,5 \cdot 10^{-4}$)	4,6711 ($2,5 \cdot 10^{-4}$)	1,5969	2,2250 (0,002)
550	2,9254 ($5 \cdot 10^{-4}$)	4,6716 ($5 \cdot 10^{-4}$)	1,5970	3,2160 (0,002)
500	2,9245 ($2,5 \cdot 10^{-4}$)	4,6718 ($2,5 \cdot 10^{-4}$)	1,5974	3,2145 (0,001) **
450	2,9246 ($1,3 \cdot 10^{-4}$)	4,6705 ($1,3 \cdot 10^{-4}$)	1,5970	3,2150 (0,002)
400	2,9240 ($1,3 \cdot 10^{-4}$)	4,6718 ($1,3 \cdot 10^{-4}$)	1,5977	3,2120 (0,002)

* Raies α : 21.3, 30.2 et 00.6.
 ** Paramètres calculés à partir de la distance des raies (10.1 α , 110 β), sauf (**) calculés à partir de la distance des raies (10.2 α , 200 β).

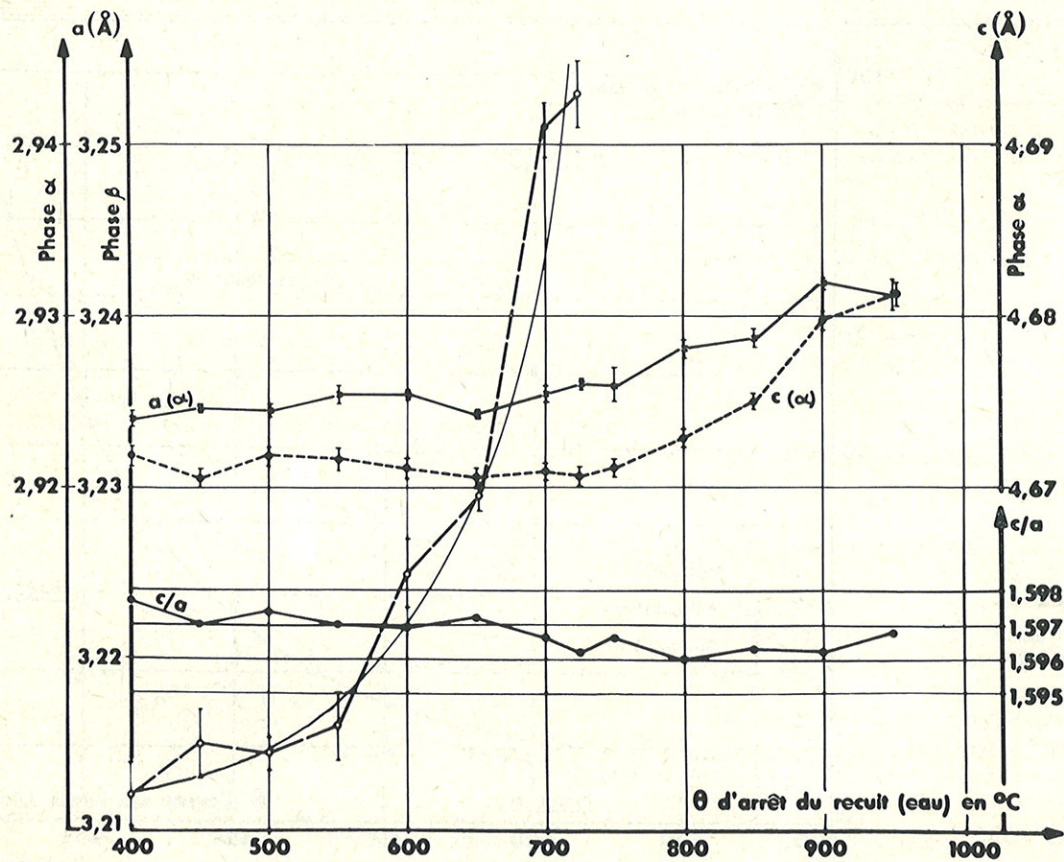


Fig. 30. — Variation des paramètres des phases en fonction de la température d'arrêt du recuit (eau).

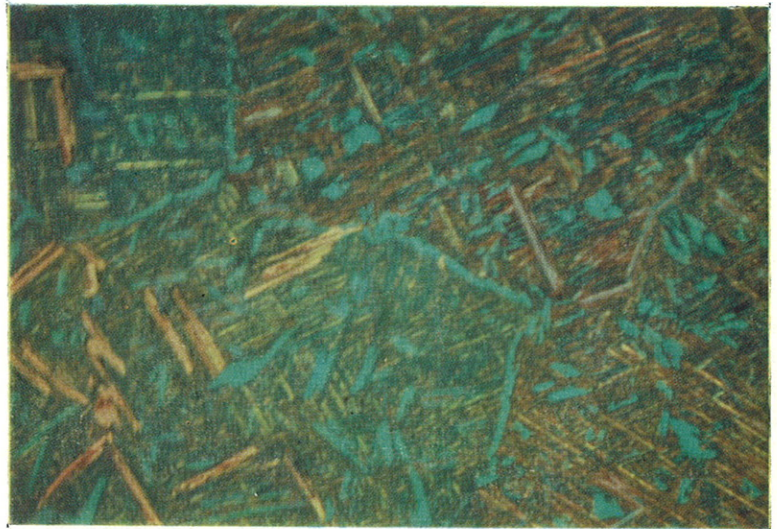
Décomposition isotherme :

1 025 °C 30 mn ↘ 900 °C 1 mn, arrêt eau. Structure $\alpha + \alpha'$. $\times 1000$. (Réduit de 3/23 à la reproduction.)



Décomposition isotherme :

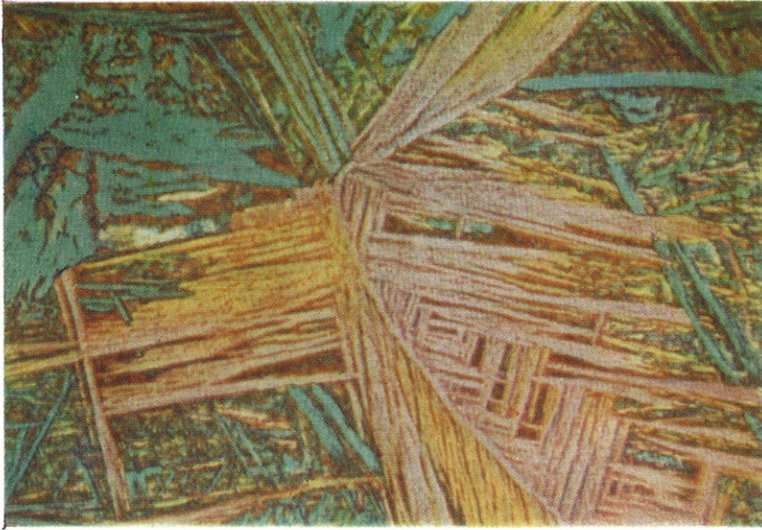
1 025 °C 30 mn ↘ 900 °C 15 mn, arrêt eau. Précipitation α inter- et intragranulaire sur fond α' . $\times 200$. (Réduit de 3/23 à la reproduction.)



Décomposition isotherme :

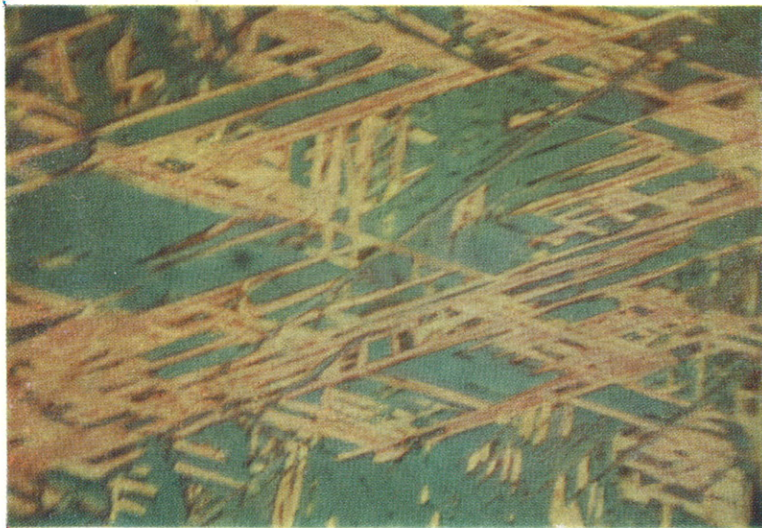
1 025 °C 30 mn ↘ 850 °C 15 s, arrêt eau. Précipitation intergranulaire de α sous forme de « peigne » ou « plumes ». $\times 200$. (Réduit de 3/23 à la reproduction.)





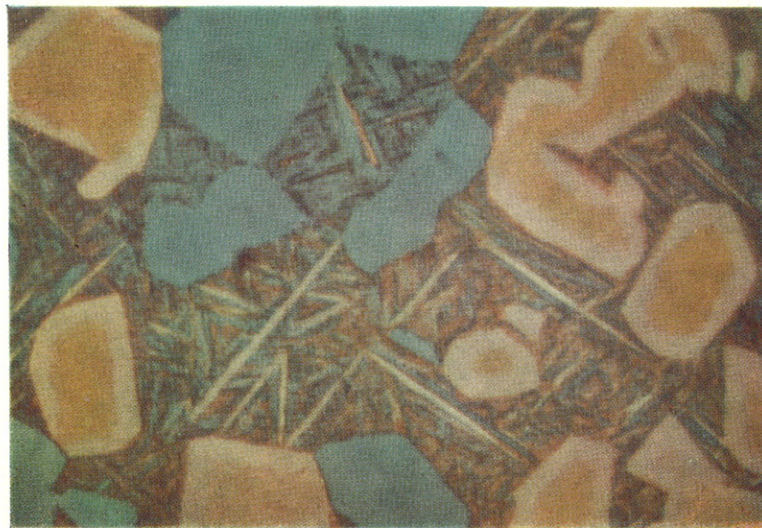
Décomposition isotherme :

1 025 °C 30 mn \searrow 850 °C 15 s, arrêt eau. Détail de la précipitation α sur fond α' . $\times 1\ 000$. (Réduit de 3/23 à la reproduction.)



Décomposition isotherme :

1 025 °C 30 mn \searrow 600 °C 15 s, arrêt eau. Structure martensitique α' . $\times 1\ 000$. (Réduit de 3/23 à la reproduction.)



Cycle de recuit arrêté à l'eau à 850 °C. Constituants : α_1 , auréoles de croissances sur α_2 et fond α' . $\times 1\ 000$. (Réduit de 3/23 à la reproduction.)

— Détermination des paramètres des phases α et β :

Les valeurs obtenues par les méthodes précédemment décrites sont reportées dans le tableau VI et représentées graphiquement à la figure 30.

On peut constater que les paramètres de la phase α évoluent peu, a et c augmentant légèrement quand la température augmente, alors que c/a a tendance à diminuer.

Par contre, les variations du paramètre a de la phase β cubique centrée sont très importantes et rapides en fonction de la température.

b) Influence de la cinétique de refroidissement (arrêts huile ou air) :

Morphologie des structures :

La morphologie et la structure des constituants α qui dépendent essentiellement de la température d'arrêt restent inchangées; par contre, la phase β subit divers types de transformation en fonction de sa composition (température d'arrêt) et de la cinétique de trempé.

Les structures obtenues après arrêt à l'huile sont très voisines de celles décrites précédemment; seule une légère différence apparaît dans le haut du domaine exploré. A partir de 950 °C (fig. 31), la phase β se transforme en grandes aiguilles rectilignes type α'_1 sur un fond α'_2 et pour 900 °C, la structure est relativement plus riche en constituant α'_2 que pour l'arrêt à l'eau.

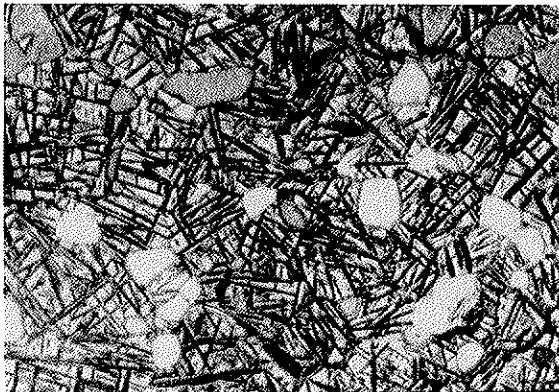


Fig. 31. — Cycle de recuit arrêté à l'huile à 950 °C ($\alpha_1 + \alpha_2 + \alpha'_1 + \alpha'_2$). $\times 1000$.

Les structures sont nettement plus différenciées lors de l'arrêt à l'air. A 950 °C (fig. 32), la phase β se transforme en une structure aciculaire $\alpha + \beta$ à disposition de Widmanstätten (dite « en vannerie ») et la quantité de phase α globulaire semble légèrement plus importante (régression de la phase α); à 900 °C (fig. 33), la phase β donne naissance à une structure mixte type $\alpha + \beta$ en éléments difformes ou disposés parallèlement avec des éléments type α'_1 ou même α'_2 ; ensuite la structure évolue vers le type $\alpha'_1 + \alpha'_2$ à 850 °C pour devenir essentiellement type α'_2 à 800 °C. A 750 °C et aux températures inférieures les structures sont analogues à celles obtenues lors de l'arrêt à l'eau.



Fig. 32. — Cycle de recuit arrêté à l'air à 950 °C $\alpha_1 + (\alpha + \beta)$. $\times 1000$.



Fig. 33. — Cycle de recuit arrêté à l'air à 900 °C [$\alpha_1 + \alpha_2 + \alpha'_1 + \alpha'_2 + (\alpha + \beta)$]. $\times 1000$.

Mesures de dureté :

Les mesures de dureté sont reportées dans le tableau I et représentées graphiquement en fonction de la température sur la figure 24. Leur sens de variation confirme les observations micrographiques faites ci-dessus et on peut remarquer que l'anomalie de dureté se place vers 725-750 °C pour l'arrêt à l'huile et vers 750 °C pour l'arrêt à l'air.

Examens radiocristallographiques et dosages de la phase β :

L'examen des clichés de diffraction montre qu'une phase du type Ti_3Al est présente après arrêt à l'huile aux températures de 850, 800 et surtout 750 °C, alors qu'elle n'apparaît seulement, et de façon très diffuse, que pour 750 °C si l'arrêt est pratiqué à l'air.

Les résultats des dosages de la phase β sont reportés dans le tableau VII et représentés graphiquement à la figure 34. Alors que pour l'arrêt à l'huile la répartition de la phase β est pratiquement identique à celle de l'arrêt eau, on constate que lors de l'arrêt air il subsiste une proportion notable de phase β résiduelle; d'autre part, la structure obtenue à partir de 950 °C contient une proportion de

TABLEAU VII

Dosages radiocristallographiques de la phase β après cycles de recuit arrêtés à l'huile ou à l'air

Température d'arrêt (°C)	Arrêt huile			Arrêt air		
	Méthode	Couples de raies utilisées	% β (vol.)	Méthode	Couples de raies utilisées	% β (vol.)
950			non détecté	S.B.	raie β : 110	7 (1,2)
900			»	en	raies α : 10,0	5,9 (0,5)
850			»	transmission	10,2	6,3 (1,5)
800			»	λ Cu	11,0	3,9 (1,1)
750			»		11,2	7,3 (2,2)
700	S.B.	raie β : 200	13,2 (1,9)		20,1	9,2 (2,2)
650	en	raies α : 10,2	14,7 (1,7)			7,5 (1,8)
600	réflexion	11,0	10,3 (1,3)	S.B.	raie β : 200	10,4 (1)
550	λ Cu	11,2	6,3 (1)	en	raies α : 11,2	7,1 (1,7)
500		20,1	6,1 (1)	réflexion	20,1	7,5 (4)
450		20,2	5,5 (1)	λ Cu		7,3 (1,7)
400		10,4	6,4 (0,7)	Transmission		5,3 (0,8)

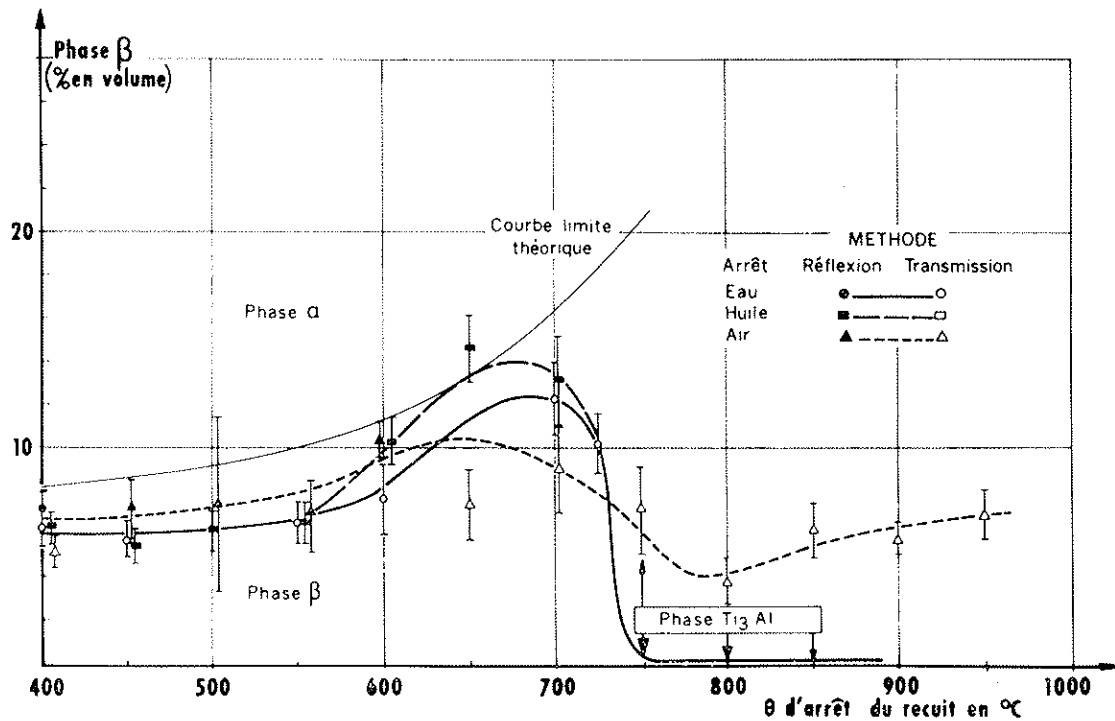


Fig. 34. — Dosage radiocristallographique de la phase β après cycle de recuit arrêté à l'air, l'huile ou l'eau.

phase β identique à celle que l'on obtient lors d'un refroidissement lent jusqu'à 400 °C.

2. Etude des structures de décomposition isotherme à partir de la phase β .

Etant donné les vitesses de décomposition isotherme relativement rapides de la phase β , seules les durées de maintien relativement courtes ont été prises en considération. Nous rappelons que la mise en solution a été pratiquée à 1 025 °C pendant 30 mn avant transfert à la température d'isothermie.

A 950 °C (15 s), les joints de grains β sont marqués par un liseré clair, en général non résoluble; quelques joints particuliers sont marqués par un précipité rectiligne nettement défini (fig. 35) en relief, du type α_1 , sur un fond α'_1 .

Au bout de 1 mn, la précipitation intergranulaire α_1 qui a augmenté s'oriente et devient plus ou moins discontinue, en même temps que se dessine une précipitation intragranulaire (fig. 36). La précipitation intergranulaire se développe en forme de peignes suivant des directions particu-

lières dans chaque grain (fig. 37) et même temps qu'apparaît une précipitation inter ou intragranulaire type α_2 , colorable et diffuse (fig. 38).

Au-delà de 5 mn (fig. 39), la structure évolue très lentement et est pratiquement équivalente à celle obtenue

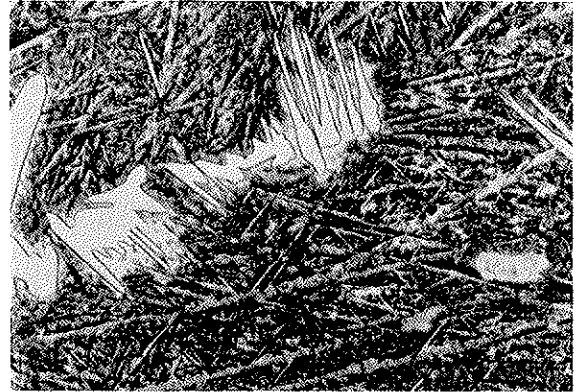


Fig. 37. — Trempe isotherme \searrow 950 °C 1 mn (eau).
Précipitation α_1 intergranulaire. \times 1 000.

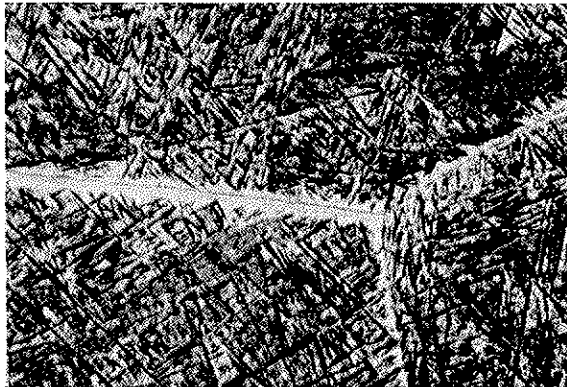


Fig. 35. — Trempe isotherme 1 025 °C 30 mn \searrow 950 °C 15 s (eau).
Structure ($\alpha_1 + \alpha'_1$). \times 1 000.



Fig. 38. — Trempe isotherme \searrow 950 °C 30 s (eau).
Précipitation α_2 inter- et intragranulaire. \times 1 000.



Fig. 36. — Trempe isotherme 1 025 °C 30 mn \searrow 950 °C 1 mn (eau).
Précipitation α inter- et intragranulaire. \times 500. (Réduit de 2/7 à la reproduction.)



Fig. 39. — Trempe isotherme 1 025 °C 30 mn \searrow 950 °C 5 mn (eau).
Précipitation α_1 et α_2 inter- et intragranulaire. \times 500. (Réduit de 2/7 à la reproduction.)

au bout de 4 h. On peut cependant remarquer que les précipitations inter ou intragranulaires sont mieux définies, et en particulier que les grandes aiguilles claires parallèles dans la phase martensitique α'_1 sont de même nature et orientation cristallines que le constituant α_1 intergranulaire

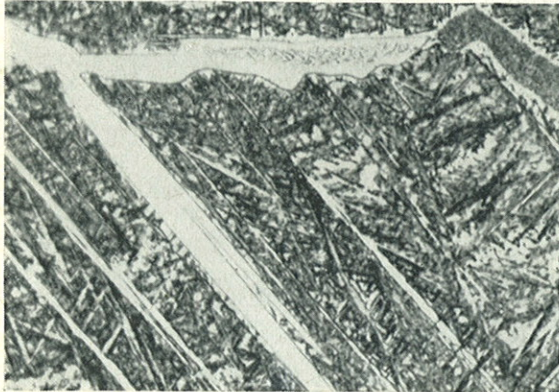


Fig. 40. — $\times 1000$.

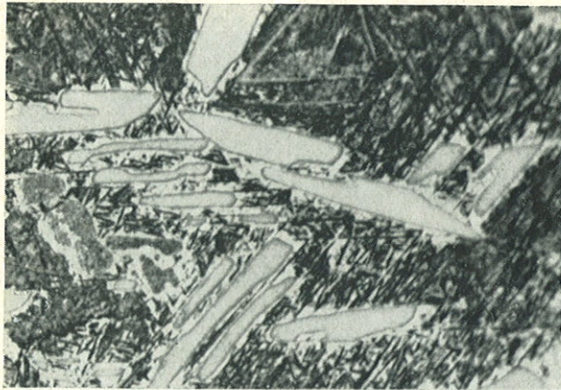


Fig. 41. — $\times 1000$.

Fig. 40 et 41. — Trempe isotherme
1 025 °C 30 mn \searrow 950 °C 5 mn (eau).
Précipitation α inter- et intragranulaire.

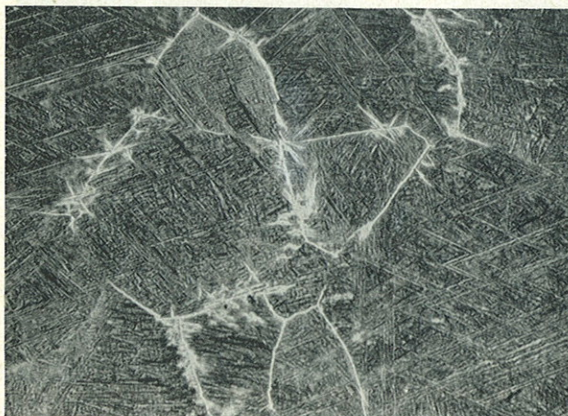


Fig. 42. — Trempe isotherme \searrow 900 °C 30 s (eau). Précipitation α_1
sur fond α'_1 . $\times 500$. (Réduit de 2/7 à la reproduction.)

MEMOIRES SCIENTIFIQUES REV. MÉTALLURG., LXIII, N° 12, 1966

(fig. 40). Le phénomène de « bordure » type α'_2 apparaît nettement autour des précipités α (fig. 41).

A 900 °C, une précipitation intergranulaire relativement abondante de constituants α_1 et α_2 avec quelques prolongements d'allure étoilée est déjà formée dès 15 s de maintien isotherme; celle-ci est plus marquée pour 30 s (fig. 42). Les prolongements intragranulaires ont des allures de rosette ou lamellaires orientées (fig. 43) sur fond α'_2 . Au bout de 1 mn la décomposition de la phase β atteint 50 % environ, la précipitation α ayant une disposition aciculaire caractéristique de Widmanstätten. La structure finalement obtenue au bout de 4 h est constituée de plaquettes α sur un fond α'_2 contenant des aiguilles type α'_1 surtout dans les plages les plus importantes (fig. 44).

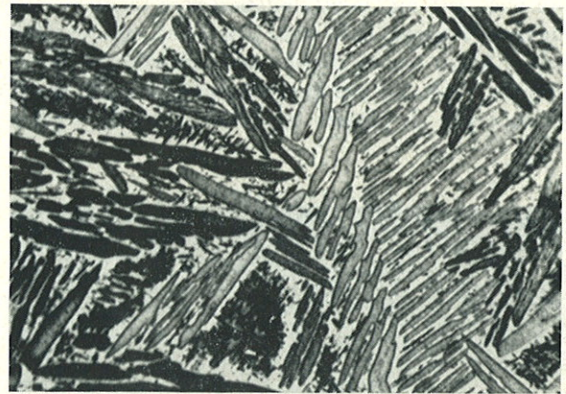


Fig. 43. — Trempe isotherme \searrow 900 °C 1 mn (eau). Précipitation
 α_2 sur fond $\alpha'_1 + \alpha'_2$. $\times 1000$.



Fig. 44. — Trempe isotherme \searrow 900 °C 4 h (eau). Précipitation
 α_2 sur fond $\alpha'_1 + \alpha'_2$. $\times 1000$.

A 850 °C, la décomposition de la phase β atteint 50 % environ dès 15 s de maintien (nez de la courbe) — et est pratiquement terminée au bout de 5 mn (fig. 45). La structure « en vannerie » initialement composée d'un ensemble d'éléments aciculaires α avec des espaces type α'_2 sur un fond α'_1 (fig. 46) donne finalement une struc-

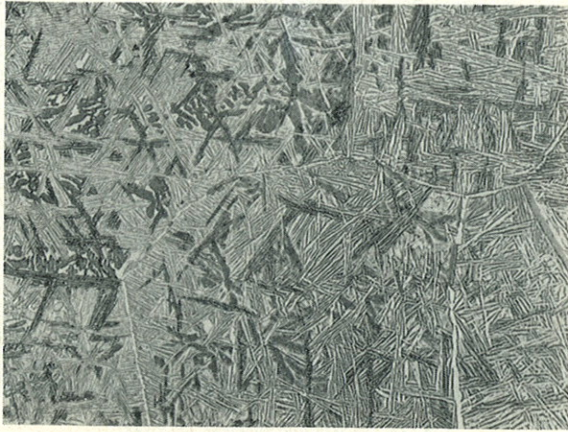


Fig. 45. — Trempe isotherme \searrow 850 °C 5 mn (eau). Structure $\alpha + \beta$ en « vannerie ». $\times 500$. (Réduit de 2/7 à la reproduction.)

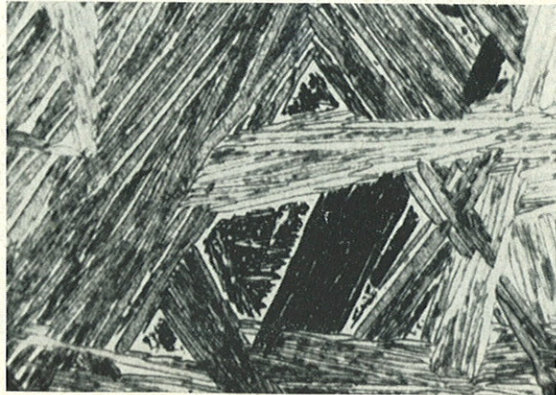


Fig. 46. — Trempe isotherme \searrow 800 °C 1 mn (eau). Structure $\alpha_2 + \alpha'_1 + \alpha'_2$. $\times 1000$.



Fig. 47. — Trempe isotherme \searrow 800 °C 15 s (eau). Précipitation α intergranulaire sur fond α'_1 . $\times 500$. (Réduit de 2/7 à la reproduction.)

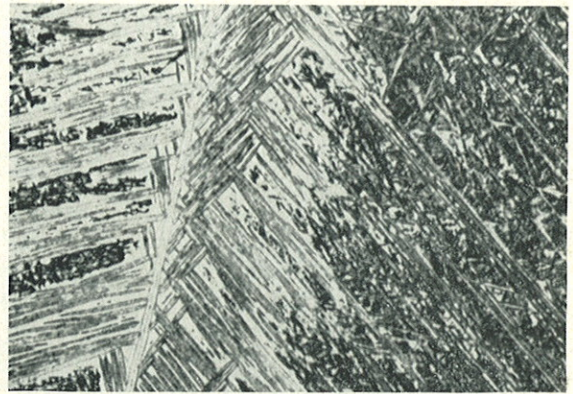


Fig. 48. — Trempe isotherme \searrow 750 °C 15 s (eau). Précipitation intergranulaire α sur fond α'_1 et α'_2 . $\times 1000$.



Fig. 49. — Trempe isotherme \searrow 750 °C 15 s (eau). Précipitation α_1 intergranulaire. $\times 1000$.

ture composée d'éléments α en plaquettes sur un fond α'_2 ne contenant que quelques petites aiguilles résiduelles α'_1 .

A 800, 750, 700 et 650 °C, la précipitation intergranulaire initiale apparente dès 15 s de maintien se présente sous des formes caractéristiques « en peignes » ou en « plumes » (fig. 47), cependant en quantité décroissant avec les températures d'arrêt. Cette précipitation commençante est soit aiguillée et orientée (fig. 48), soit sous forme d'un liseré clair et uniforme relativement rectiligne type α_1 (fig. 49) et séparée du fond α'_1 par une bordure α'_2 .

Les structures évoluent initialement très vite (à 800 °C par exemple au bout de 30 s la décomposition atteint environ 80 %, fig. 50), puis plus lentement et deviennent très rapidement confuses (fig. 51). En particulier il est extrêmement difficile de fixer la fin de transformation par voie micrographique.

A 600 °C par contre, il n'apparaît pratiquement pas de précipitation intergranulaire et la morphologie de la structure change légèrement. La structure de fond est formée d'aiguilles longues, rectilignes, bien définies et dispo-

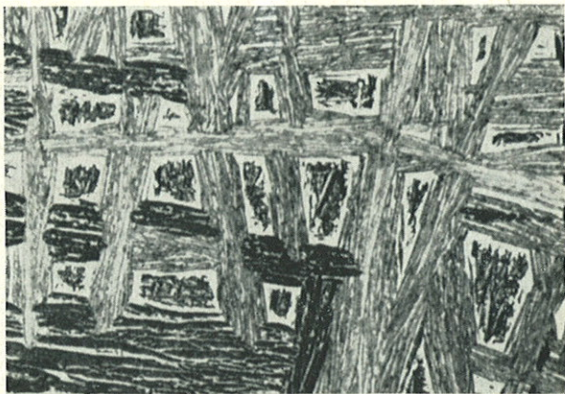


Fig. 50. — Trempe isotherme \searrow 800 °C 30 s (eau).
Plaquettes α_2 sur fond α'_1 bordé par α'_2 . \times 1 000.

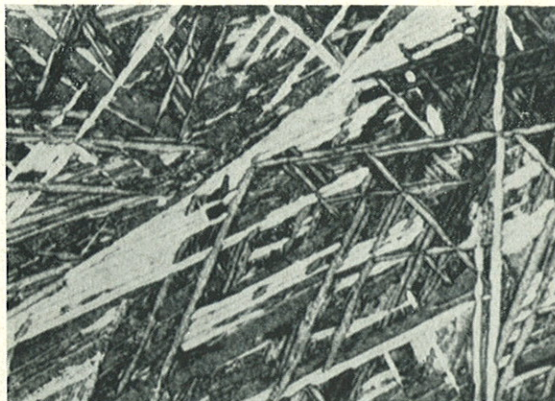


Fig. 53. — Attaque spéciale. \times 1 000.

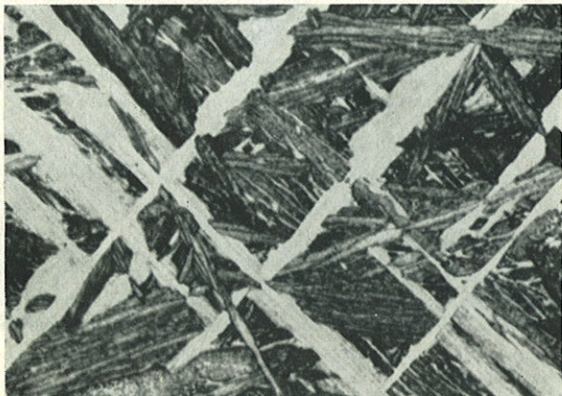


Fig. 51. — Trempe isotherme \searrow 650 °C 1 mn (eau). \times 1 000.

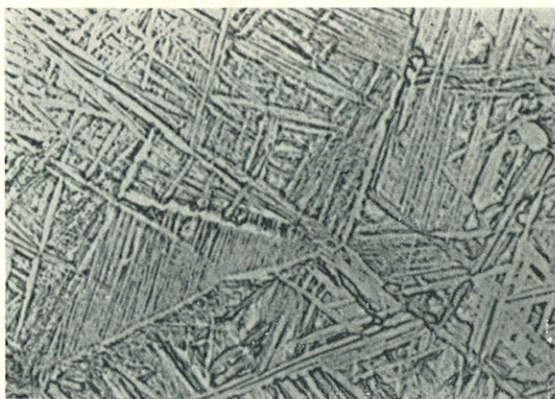


Fig. 54. — Attaque classique. \times 1 000.

Fig. 53 et 54. — Trempe isotherme
1 025 °C 30 mn \searrow 600 °C 4 h arrêt eau.
Structure aciculaire $\alpha + \beta$.



Fig. 52. — Trempe isotherme 1 025 °C 30 mn \searrow 600 °C 15 s (eau).
Structure martensitique α' . \times 500. (Réduit de 2/7 à la reproduction.)

MÉMOIRES SCIENTIFIQUES REV. MÉTALLURG., LXIII, N° 12, 1966

sées géométriquement (fig. 52). Cette structure n'évoluant pratiquement pas dans le temps, on peut en conclure que le point M_s de l'alliage se situe entre les deux dernières températures, soit vers 625 °C. A cette température et au-dessous, la décomposition consiste en un retour de la structure martensitique α' contenant éventuellement de la phase β résiduelle vers l'état d'équilibre $\alpha + \beta$ (fig. 53 et 54).

Ces observations permettent de tracer le diagramme TTT de la nuance pour les conditions expérimentales utilisées; nous l'avons reporté à la figure 55, comparativement à celui donné par L. E. Tanner (13) dont le tracé a été effectué pour une mise en solution à 1 020 °C pendant 20 mn ($\alpha + \beta \rightleftharpoons \beta$ à 980/1 000 °C). Notons que les mesures de dureté Rockwell C effectuées, assez dispersées sur un même échantillon et peu variables d'un échantillon à l'autre, ne permettent pas de localiser de façon précise le tracé des courbes de début et de fin de transformation.

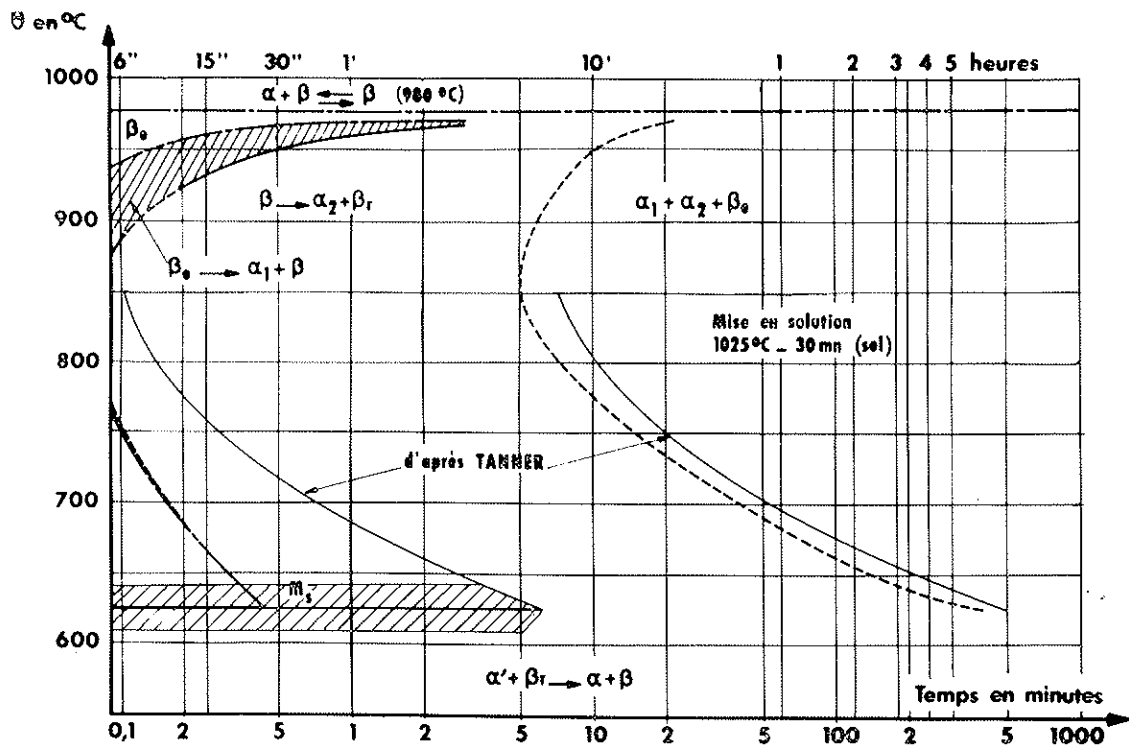


Fig. 55. — Courbes T.T.T. après mise en solution à 1025 °C 30 mn.

V. — DISCUSSION ET INTERPRÉTATION

1. Structures obtenues.

L'ensemble des observations effectuées dans cette étude peut être reporté schématiquement sur un diagramme pseudo-binaire, représenté à la figure 56.

Alors que l'alliage a un point M_s de l'ordre de 625 °C, la phase β obtenue lors du cycle de recuit se transforme en martensite α' entre 950 et 735 °C environ (compositions pour lesquelles M_f se situe au-dessus et à la température ambiante), et se trouve totalement conservée sous forme métastable pour les températures inférieures à 710 °C environ (compositions pour lesquelles M_s se trouve à la température ambiante et au-dessous).

La stabilisation de la phase β dans les alliages de titane a été reliée à la valence et au rayon ionique du soluté considéré (14). Dans un travail relatif aux alliages binaires, Luke, Taggart et Polonis (15) donnent des valeurs critiques de la concentration électronique atomique conduisant (ou non) à la formation de martensite lors de la trempe; ces valeurs sont respectivement de 4,06 et de 4,14 électrons/atome. Des calculs analogues effectués dans notre cas sur les seuls éléments: Ti (valence: 4), Al (valence: 3), V (valence: 5) et Fe (valence: 6), dosés à la microsonde dans la phase β et en faisant abstraction de l'oxygène (essentiellement concentrée dans la phase α), conduisent aux valeurs de 750 et 600 °C, valeurs du même ordre de grandeur que les valeurs expérimentales ci-dessus.

La phase β obtenue lors du cycle de recuit arrêté à l'eau à 725 ou 600 °C par exemple présente une grande stabilité thermique; en effet, des trempes avec un maintien de 30 mn, soit à -70 °C (acétone + neige carbonique), soit à -196 °C dans l'azote liquide, pratiquées immédiatement après l'arrêt eau, ne modifient pas de façon significative la dureté des échantillons; les dosages radiocristallographiques montrent d'autre part que la quantité de phase β de ceux-ci n'est pas modifiée par les traitements décrits ci-dessus. Ces observations permettent de penser que les courbes M_s et M_f présentent l'allure reportée sur la figure 56 avec une pente quasi infinie au voisinage de la température ambiante.

Il est difficile de préciser la position de ces courbes. On peut en avoir une première approximation très grossière en supposant que les éléments principaux de la phase β abaissent le point M_s d'une quantité égale à celle observée pour les alliages binaires Ti-V, Ti-Fe (16); nous avons également supposé que l'aluminium abaissait M_s d'une quantité proportionnelle à sa teneur, par analogie à son action observée dans les alliages Ti-Mo (17), courbe en pointillé.

Les anomalies de duretés observées dans le domaine 725-750 °C (fig. 24) sont en relation directe avec la stabilité de la phase β . Alors que la phase β obtenue en-dessous et au voisinage de 725 °C présente une grande stabilité thermique, comme nous venons de le voir, elle est mécaniquement instable et se transforme en martensite α' sous l'influence d'un écrouissage tel que celui réalisé par

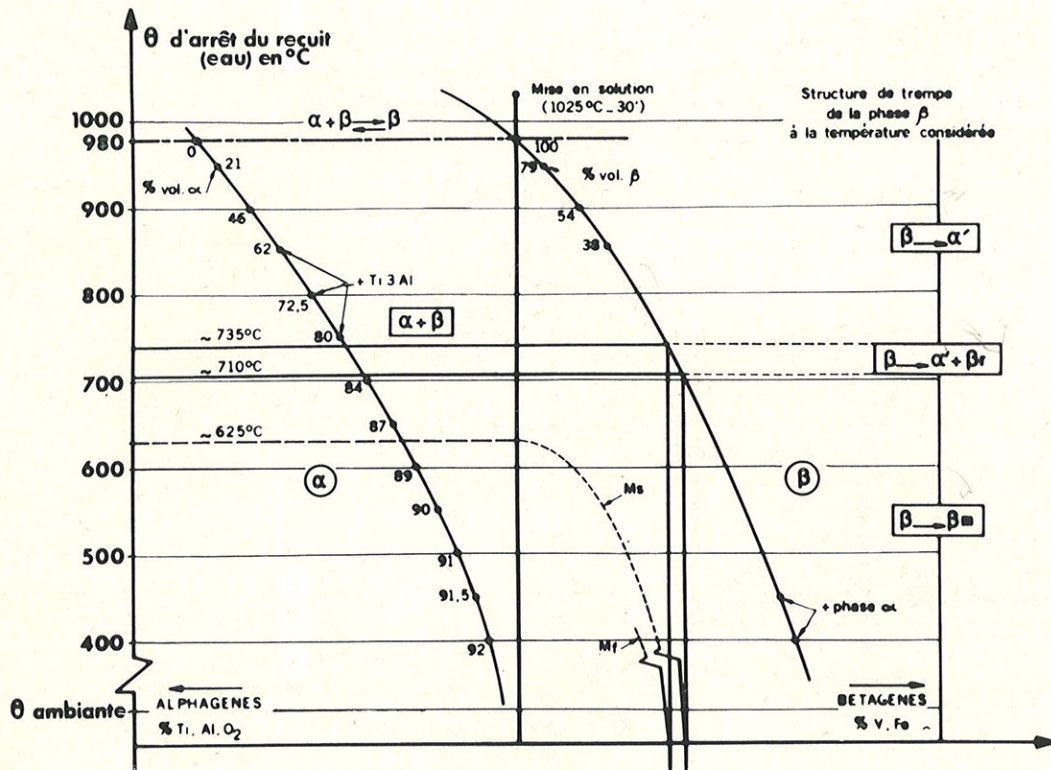


Fig. 56. — Diagramme pseudo-binaire schématique du TA6V.

l'empreinte des mesures de dureté elles-mêmes. Cette anomalie, se traduisant par une diminution de dureté, il faut supposer que la martensite obtenue s'écroute moins vite que la phase β dont elle est issue; cette hypothèse semble appuyée par les mesures de microdureté effectuées sur les phases α' et β au voisinage de l'anomalie considérée (fig. 25). Ce « creux » de dureté se déplace vers les hautes températures en fonction des cinétiques de refroidissement décroissantes car la régression de la phase β au cours du refroidissement et son enrichissement corrélatif en éléments bêtagènes l'amènent à sa composition critique, mécaniquement instable. On sait par ailleurs de façon empirique que cet état très favorable aux opérations de déformation à froid (grand domaine plastique : R-E) est obtenu sur des produits industriels (dont la vitesse de refroidissement est plus faible) par une trempe eau à partir de 850 °C environ.

a) Phase type Ti_3Al :

Bien qu'il existe des divergences assez importantes quant aux limites et à la nature des phases des diagrammes binaires Ti-Al les plus récents (18, 19, 20), les divers auteurs sont d'accord sur le fait qu'il existe, au-delà d'une teneur en Al de l'ordre de 7-8 % (en poids), une phase intermétallique Ti_3Al de structure hexagonale et ordonnée. La radiocristallographie et la diffraction électronique nous ont permis de mettre nettement en évidence, aux températures de 850, 800 et 750 °C, l'existence d'un composé de ce type ayant pratiquement les mêmes distances inter-réticulaires que celles données dans la littérature (11, 12). Les diagrammes ont généralement été interprétés comme

une structure hexagonale ayant des c/a multiples les uns des autres, mais un c sensiblement égal à celui du titane α . Cependant la comparaison des intensités relatives des deux raies (10.2) α et de la raie voisine de Ti_3Al montre, d'après les formules d'intensité (voir Annexe), que les valeurs c/a de 1,6, 0,8 et 0,4 conduisent à des rapports (% vol. Ti_3Al : % vol. α) de l'ordre de 0,65, 10,5 et 160 respectivement, puisque, toutes choses égales par ailleurs proportionnels au carré du volume des mailles élémentaires (cliché relatif au cycle de recuit arrêté à l'huile à 750 °C). Seule la première valeur semble compatible avec le fait que, comme observé dans un autre alliage de titane par P.-J. Soltis (21), la phase type Ti_3Al n'a pu être observée, ni localisée, ni en microscopie optique, ni en microscopie électronique.

Dans ces conditions, les paramètres de cette phase seraient :

$$a - 2,89 \text{ \AA} \quad c - 4,64 \text{ \AA} \quad c/a - 1,6$$

et la présence de raies supplémentaires aux faibles angles peut alors être interprétée comme des raies de surstructure; celles-ci sont originaires des plans (10,0) — faces de l'hexagone — comme observé par Saulnier et ses coll. (1) en microscopie électronique.

On sait d'autre part, d'après Guinier (7), que l'élargissement des raies en radiocristallographie peut être dû soit à des contraintes internes (comme par exemple dans une structure trempée martensitique), soit à une faible dimension de la taille des cristallites; mais dans ce dernier la largeur de la raie est proportionnelle à la longueur

TABLEAU VIII. — Résistivité électrique à 35 °C après cycle de recuit (arrêt eau)

d'onde incidente, alors qu'elle en est indépendante dans le premier cas. Les raies de Ti_3Al étant beaucoup plus fines en microdiffraction électronique — pour laquelle la longueur d'onde associée a pour valeur :

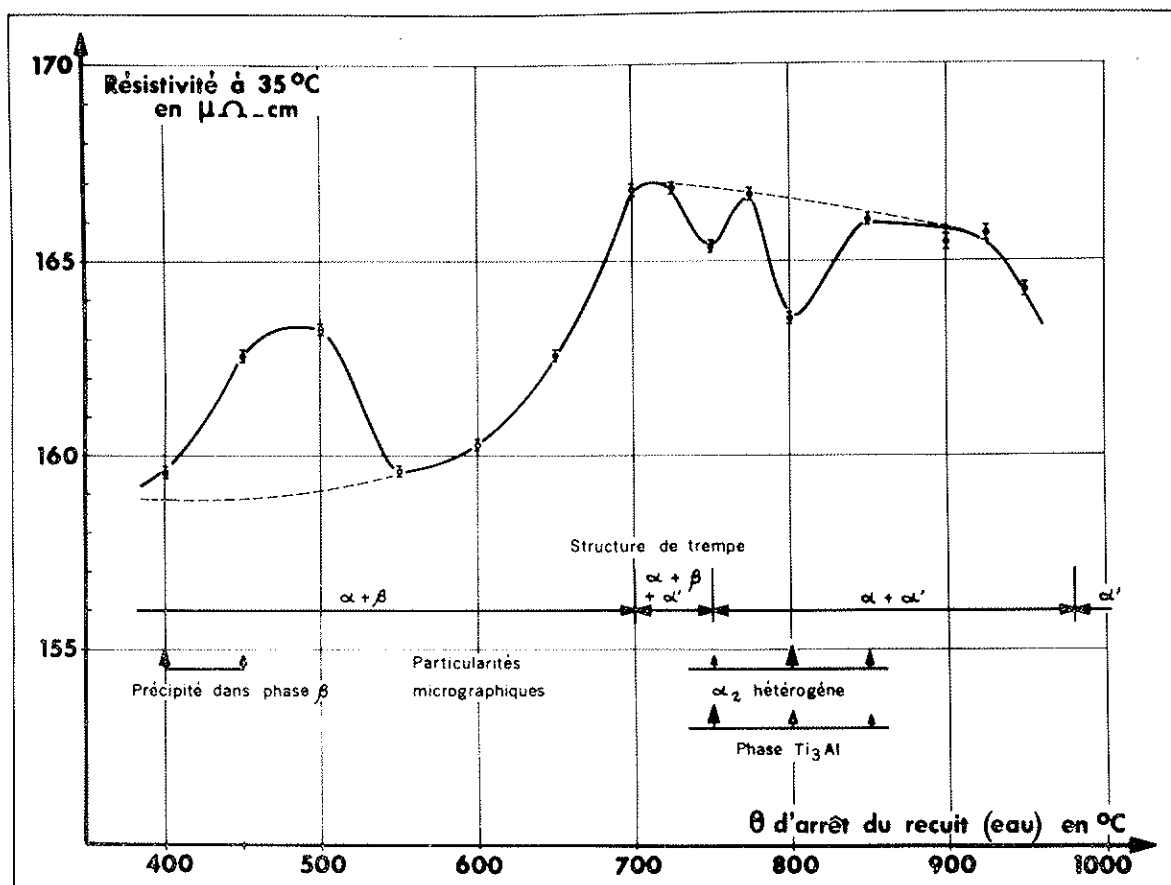
$$\lambda (\text{Å}) = \frac{12,4}{V (\text{kV})} \text{ soit } \frac{12,4}{70} = 0,177 \text{ Å}$$

qu'en radiocristallographie — $\lambda (\text{Cu}) = 1,5405 \text{ Å}$ — on peut en déduire qualitativement qu'elle est présente dans l'échantillon sous forme de micro-cristallites.

Les phases ordonnées présentent généralement une résistivité nettement plus faible que la phase non-ordonnée correspondante (22). Aussi avons-nous essayé de préciser ce point en faisant subir à une série d'éprouvettes $\varnothing 8 \times 150$ le cycle de recuit, une éprouvette étant trempée à l'eau glacée sodée tous les 50 °C. La mesure de leur résistivité électrique, après rectification, a été effectuée à 35 °C et les résultats obtenus sont reportés au tableau VIII et représentés graphiquement à la figure 57. Remarquons que la précision des mesures est essentiellement déterminée par la définition géométrique de l'échantillon.

Température d'arrêt (°C)	ρ ($\mu\Omega$ - cm)
950	164,25 (0,2)
925	165,7 (0,25)
900	165,45 (0,25)
850	166,1 (0,2)
800	163,5 (0,25)
775	166,7 (0,2)
750	165,35 (0,2)
725	166,9 (0,3)
700	166,7 (0,2)
650	162,6 (0,25)
600	160,0 (0,25)
550	159,6 (0,2)
500	163,6 (0,2)
450	162,3 (0,2)
400	152,6 (0,2)

Fig. 57. — Evolution de la résistivité électrique après cycle de recuit arrêté à l'eau.



La courbe accuse effectivement une diminution de résistivité dans le domaine d'existence de la phase Ti_3Al , qui est donc probablement ordonnée (du moins partiellement), mais sous forme d'un double minimum; ce double minimum peut cependant être mis en corrélation avec les observations micrographiques, le minimum supérieur (à 800 °C) intervenant lorsque la densité maximale de constituant α_2 lamellaire et le minimum inférieur à 750 °C correspondent à la quantité la plus importante de phase type Ti_3Al déterminée par radiocristallographie. Il n'est d'ailleurs pas impossible que ces deux phénomènes soient liés.

Le caractère transitoire de l'existence de cette phase type Ti_3Al peut s'interpréter de deux façons :

— soit par une remise en solution dans la phase α comme suggéré par la courbe de la variation de teneur en Al en fonction de la température (fig. 26) ; celle-ci est en effet supérieure à 7 % environ entre 700 et 850 °C ;

— soit par la décomposition eutectoïde, proposée par certains auteurs (18) en phase $\alpha + Ti_2Al$; cette décomposition, qui doit être relativement rapide (puisque pratiquement plus observable lors de la trempe air) se produirait vers 735 °C, mais n'a pu être observée micrographiquement.

NOTA. — Les examens radiocristallographiques n'ont pas révélé la présence d'une phase ω , du moins dans le domaine de températures exploré.

b) Constituants α_1 et α_2 :

Les différences de dureté et d'attaquabilité des constituants α_1 et α_2 peuvent être attribuées, du moins en partie, à l'anisotropie cristalline de la phase α hexagonale; cependant, les températures de mise en solution différentes au voisinage du point de transformation $\alpha + \beta \rightleftharpoons \beta$ montrent clairement qu'ils présentent de plus une différence analytique; celle-ci porte vraisemblablement sur des éléments de faible masse atomique puisqu'aucune différence significative n'a pu être mise en évidence sur les éléments dosables à la microsonde ($Z \geq 11$). La variation de dureté observée ne peut donc être attribuée qu'à l'oxygène, l'azote ou le carbone, éléments entrant en solution interstitielle dans la phase α et augmentant considérablement sa dureté. Si on assimile en première approximation l'action de ces éléments à celle observée sur le titane non allié (23, 24) la variation de dureté observée correspondrait à 0,2 % ou à 0,5 % O_2 (en poids) ou 0,12 % N_2 , le carbone ne permettant pas d'atteindre cette dureté. La solubilité de l'azote à la température ambiante dans la phase α étant très limitée, cet élément pourrait être responsable des « précipitations » géométriques observées dans le constituant α_1 (fig. 22 et 23) ; mais ce point n'est pas clairement établi. En effet, il apparaît que la densité de ces formations géométriques est en relation avec le mode de préparation de l'échantillon, et que celles-ci peuvent être pratiquement éliminées quand l'échantillon, poli électrolytiquement, est soumis à un recuit à 650 °C pendant 1 h sous vide poussé, avant attaque. Leur densité est beaucoup plus élevée lorsque le polissage électrolytique et l'attaque

sont précédés d'une abrasion mécanique violente; il se pourrait donc que ces formations soient induites mécaniquement lors de la préparation de l'échantillon (maclage?). En raison de sa grande solubilité dans la phase α l'élément en cause est donc vraisemblablement l'oxygène; une différence morphologique entre constituants α à également été observée dans les alliages Ti-Cr (25) et a été attribuée à une ségrégation d'oxygène dans les joints de grains dans la phase β (dans le domaine de température immédiatement supérieur au point de transformation $\alpha + \beta \rightleftharpoons \beta$). Nous avons d'autre part remarqué au cours de l'établissement des courbes TTT que la précipitation initiale intergranulaire est toujours de type α_1 , ce qui confirme cette hypothèse. Elle est également compatible avec le fait que les courbes TTT sont décalées vers la gauche et vers le haut, comme dans le cas des alliages Ti-Mo à teneurs en oxygène croissantes (26), l'oxygène augmentant considérablement les cinétiques de réaction. Les aspects micrographiques du constituant α_2 présentent, par ailleurs, une grande analogie morphologique avec les couches oxydées observées sur les produits transformés à chaud.

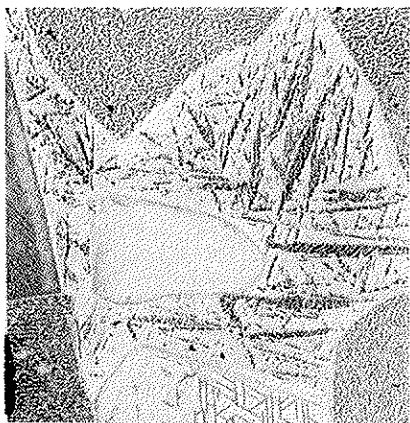
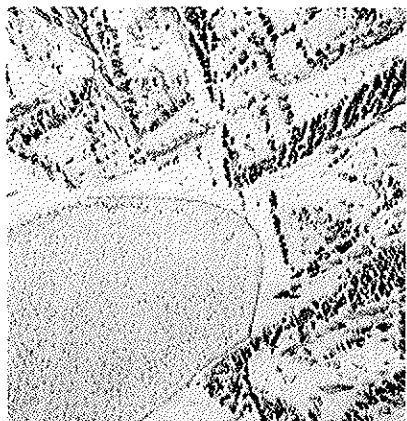
c) Constituants α'_1 et α'_2 :

Les constituants α'_1 et α'_2 sont vraisemblablement de nature martensitique (14, 27) et leurs raies de diffraction sont larges et floues. L'existence de deux martensites est en bonne concordance avec les résultats des déterminations radiocristallographiques de A. J. Griest et coll. (28) faites sur du TA 6 V trempé à l'eau à partir de 980 °C (alors qu'il n'en apparaît qu'une seule après trempe à 870 °C). Leurs paramètres sont très voisins : même valeur de « c » et $a = 2,90 \text{ \AA}$ pour α' et $a = 2,93 \text{ \AA}$ pour α'' .

Les aiguilles α'_1 apparaissent au microscope électronique comme striées (maclage interne?) (fig. 58 et 59) alors que le constituant α'_2 est continu et présente des aiguilles homogènes plus ou moins en relief (fig. 17). Leur morphologie différente peut être attribuée à un mode de formation différent et/ou à des variations analytiques relativement importantes de la phase β dont elles sont issues. La stabilisation de la phase β en températures descendantes s'accompagne en effet d'une variation progressive de la forme α'_1 à la forme α'_2 ; des analyses locales à la microsonde montrent clairement que la bordure α'_2 des grains α'_1 est nettement enrichie en éléments bêtagènes et appauvrie en éléments alphagènes par rapport au cœur du grain $\alpha-\beta$. Les valeurs trouvées sur une même direction perpendiculaire au joint de grain α/α' sont les suivantes :

	grain α	bordure α'_2	grain α'_1
Al. . . .	6,5 (0,3)	5,2 (0,3)	5,9 (0,3)
V. . . .	2,5 (0,15)	5,3 (0,15)	4,2 (0,15)
Ti. . . .	90 (1)	90 (1)	90 (1)
	99,0	100,5	100,1

Lorsqu'on s'approche du point de transformation

Fig. 58. — $\times 1400$.Fig. 59. — $\times 6000$.

Cycle de recuit arrêté à l'eau à 900 °C. Aiguilles α' striées.

$\alpha + \beta \rightleftharpoons \beta$ dans le domaine biphasé $\alpha + \beta$, la stabilité de la phase β diminue et sa vitesse critique de trempe augmente considérablement comme le montrent nos courbes TTT (fig. 55). Il n'est donc pas impossible que le constituant α' soit d'origine anisotherme, une certaine décomposition $\beta \rightarrow \alpha$ par germination et croissance ne pouvant être évitée lors de la trempe eau.

Nous pensons que les grandes aiguilles claires observées dans la phase β trempée à partir d'une température supérieure ou égale à 850 °C environ (nez des courbes de décomposition) sont de cette nature (voir fig. 5 et 40).

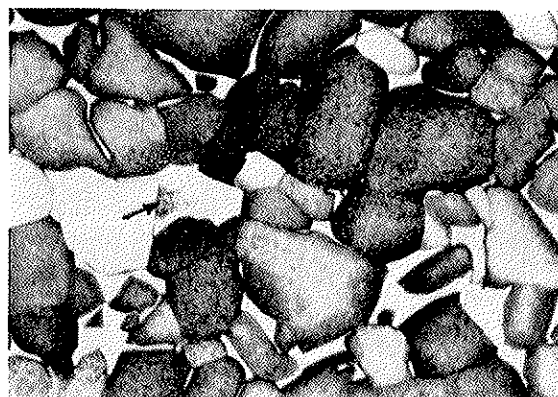
L'existence même de l'hétérogénéité chimique de la phase α' montre que, malgré le refroidissement relativement lent utilisé, l'état structural de l'alliage est encore loin de l'équilibre théorique, lequel ne doit être pratiquement atteint qu'au voisinage des interfaces α/β . Ceux-ci, en se déplaçant par suite de la croissance des grains α_2 , accumulent devant eux les éléments bêtagènes (et derrière eux les éléments alphagènes), lesquels n'ont pas le temps de diffuser et de se répartir de façon homogène dans la masse de

chacune des phases. Nous allons en voir un autre exemple ci-après.

d) Précipitations dans la phase β vers 400-450 °C :

Il s'agit vraisemblablement d'une précipitation aiguillée, fine et orientée de phase α , résultant d'un auto-vieillessement de la phase β métastable au cours du cycle de recuit. Bien que ce durcissement structural n'ait pas une influence marquée sur les caractéristiques de dureté (car il intervient dans une phase minoritaire), celui-ci est nettement mis en évidence par les mesures de résistivité (voir fig. 57) ; on distingue le maximum de résistivité (stade de pré-précipitation) précédant l'apparition du précipité (en microscopie optique) comme cela a été montré (29) sur un alliage austénitique à durcissement structural.

Cette précipitation n'intervient que dans les parties centrales des plages β les plus importantes qui, par suite du mécanisme indiqué plus haut, sont relativement plus riches en éléments alphagènes et plus pauvres en éléments bêtagènes. Cependant quand les plages β sont bordées par des constituants α_1 , dont la croissance et la morphologie sont rapidement stabilisées au début de cycle de recuit, la précipitation α s'étend jusqu'en bordure de la plage β (fig. 60).

Fig. 60. — Cycle de recuit arrêté à l'eau à 400 °C. $\times 1000$.

Alors que la décomposition isotherme à 850 °C par exemple est pratiquement terminée au bout de 5 mn, l'équilibre n'est pas atteint au bout du cycle de recuit complet lequel dure 23 h ; ceci peut être rattaché aux trajets de diffusion beaucoup plus courts dans le cas des décompositions en structures fines et aciculaires (comme c'est le cas pour la perlite ou la bainite dans les aciers) par rapport aux traitements de coalescence sur des germes ou phases préexistantes (coalescence des carbures dans l'acier à roulement au C-Cr par exemple).

2. Paramètres des phases.

Nous avons vu (fig. 30) que c'est la phase β qui présente la plus grande variation de paramètre, associée à une variation importante de sa teneur en V (fig. 26). Les

teneurs des autres éléments sont peu variables. On peut vérifier qu'en première approximation ces variations déduites des courbes moyennes suivent la loi de Vegard (par suite des masses atomiques voisines de Ti et du V et de la précision des mesures, la teneur atomique en V a été assimilée à la teneur pondérale). Il est par conséquent possible de déduire la teneur en V de la phase β et par suite le volume de celle-ci de la mesure précise du paramètre a (fig. 61).

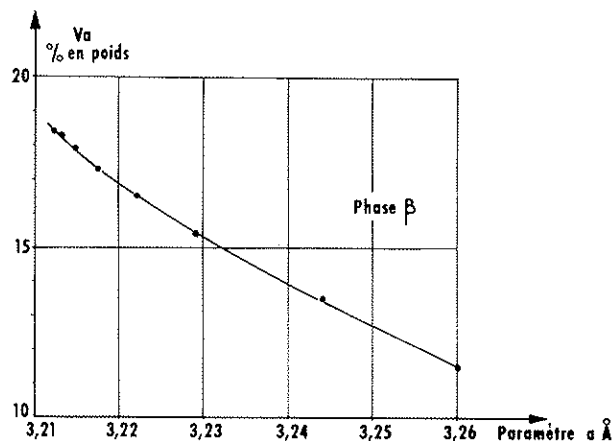


Fig. 61. — Variation du paramètre de la phase β en fonction de la teneur en vanadium de celle-ci.

3. Courbes de thermorésistivité (fig. 1).

On sait que le titane et certains de ses alliages binaires (Ti-Al, Ti-Sn, Ti-O, Ti-N) ne présentent pas une conduction métallique « normale » en fonction de la température dans le domaine monophasé (30). Au-dessus d'une température de l'ordre de $0,5 \Theta$ (Θ température de Debye) soit 350°K , on doit normalement avoir une loi linéaire (22) :

$$\rho = A + BT$$

L'expérience montre qu'une loi empirique de la forme :

$$\rho = \rho_0 + aT - \rho \exp\left(-\frac{q}{T}\right)$$

permet de rendre compte de la variation de ρ avec la température, le terme ρ_0 ne dépendant que des imperfections physiques (joints de grains, dislocations, macles, etc.) ou/et chimiques (impuretés, éléments d'alliages) d'après la règle de Matthiessen.

Cette formule s'applique bien à notre cas, avec une erreur inférieure à 0,5 %, pour la partie initiale de nos courbes, qui sont effectivement parallèles. Les valeurs des coefficients ci-dessus, déterminées par une méthode graphique, conduisent aux équations suivantes :

$$\rho = 162 + 0,097 t -$$

$$133 \exp\left(-\frac{1345}{t+273}\right) (1 + \alpha t) \text{ — courbe [1]}$$

$$\rho = 152 + 0,097 t -$$

$$174 \exp\left(-\frac{1540}{t+273}\right) (1 + \alpha t) \text{ — courbe [2]}$$

dans lesquelles :

ρ est la résistivité en $\mu\Omega\text{-cm}$;

t la température en $^\circ\text{C}$;

α le coefficient moyen de dilatation entre C et t (de l'ordre de $9 \cdot 10^{-6}/^\circ\text{C}$).

Ces courbes [2] et [3] se séparent de la courbe expérimentale vers 300°C , température à laquelle les phénomènes de diffusion commencent donc à avoir une influence sensible. Les valeurs expérimentales obtenues permettent également de calculer la conductibilité thermique avec une bonne approximation par application de la loi de Wiedemann-Franz-Lorenz modifiée (31) :

$$K = A\sigma T + B$$

formule dans laquelle :

K est la conductibilité thermique $\text{cal/s} \cdot \text{cm} \cdot ^\circ\text{C}$;

σ la conductibilité électrique en $(\Omega\text{cm})^{-1}$;

T la température absolue en $^\circ\text{K}$;

$A = 0,626 \cdot 10^{-8}$ et $B = 0,00497$

4. Application pratique.

Le cycle de recuit utilisé conduisant à une structure particulièrement équiaxe et homogène peut être éventuellement employé pour restituer des caractéristiques de ductilité convenables à une structure accidentellement surchauffée (c'est-à-dire portée dans le domaine β lors des déformations à chaud de finition ou lors du traitement thermique). Pour obtenir une restitution aussi complète de la structure, il faut voisiner autant que possible le point de transformation $\alpha + \beta \rightleftharpoons \beta$ avant le refroidissement lent, compte tenu d'une part de l'hétérogénéité en température du four considéré, et d'autre part de la ségrégation dans les produits qui entraîne une variation locale du point de transformation. Une marge de 50°C paraît suffisante dans la plupart des cas. Un traitement effectué sur l'alliage étudié dans un four industriel, après une surchauffe intentionnelle préalable par TE 1025°C 10 mn, et consistant en une montée à 950°C et refroidissement du four jusqu'à 500°C environ (en 12 h) et sortie air, a donné les résultats suivants sur un \varnothing de 18 mm de diamètre :

	R (kg/mm ²)	E 0,2 (kg/mm ²)	A % (5 d)	Σ %
Etat initial (surchauffé)	110,8	96,6	9	19,5
	108	94	6	20,5
Etat « traité »	88,4	80,2	16	37,5
	90,9	82,6	15	37,2

On constate une amélioration considérable des caractéristiques de ductilité (A % et surtout striction).

VI. — CONCLUSIONS

Dans cette étude, nous avons montré qu'elle est l'évolution de la morphologie des constituants rencontrés lors d'un cycle de recuit arrêté à l'eau, à l'huile ou à l'air.

En fonction de la température d'arrêt, nous avons étudié la nature et la quantité des phases présentes, leur composition, leurs paramètres et leurs caractéristiques de dureté ou de résistivité.

Nous avons mis en évidence l'existence transitoire d'une phase type $Ti_{13}Al$ hexagonale ordonnée, de deux types de phase α différents (vraisemblablement par suite de la ségrégation locale d'un élément interstitiel — O_2), d'une précipitation α dans la phase β aux basses températures, et de deux martensites α'_1 et α'_2 . La quantité de phase α présente dans l'alliage est très rapidement variable au voisinage du point de transformation $\alpha + \beta \rightleftharpoons \beta$ (980 °C)

et la phase β accuse des variations analytiques très importantes, en particulier en V (jusqu'à 20 % environ).

L'augmentation de la stabilité de la phase β en température descendante se manifeste par la transition de la structure $\alpha + \alpha'$ à la structure $\alpha + \beta_m$, lors d'une trempe énergétique, dans le domaine 735-710 °C; il lui correspond une anomalie sur les courbes de dureté par suite de l'instabilité « mécanique » de la phase β (martensite d'écroissage).

Contrairement au cycle de recuit, les courbes TTT montrent que les vitesses de décomposition en structures aciculaires sont extrêmement rapides; la courbe de précipitation commençante a la forme d'un C avec un nez vers 850 °C pour des temps très courts (< 15 s). Le point Ms peut être situé vers 625 °C.

Ces données permettent de mieux lire et interpréter les structures obtenues lors de l'étude ou du contrôle de produits industriels. Elles confirment notamment le caractère faiblement trempant bien connu de cet alliage; d'autre part, le cycle de traitement restitue de bonnes caractéristiques de ductilité à un produit accidentellement surchauffé.

BIBLIOGRAPHIE

- (1) A. SAULNIER et M. CROUTZELLES. — Examen par micrographie et microdiffraction électronique sur coupes minces d'alliages de titane à 7,10 et 15 % Al. *Mém. Sci. Rev. Métallurg.*, **56**, n° 4 (1959), 379-387.
- (2) PHILIBERT. — L'analyse quantitative en micro-analyse par sonde électronique. *Mét. Corros. Ind.*, n° 465 (mai 1964), 157-176; n° 466 (juin 1964), 216-240; n° 469 (septembre 1964), 325-342.
- (3) G. W. BRIERS, D. W. DAWE, M. A. P. DEWEY et I. S. BRAMMAR. — A technique for the rapid preparation of thin foils for electron microscopy from bulk materials. *J. Inst. Metals.*, **93** (1964-1965), 77-80.
- (4) B. L. AVERBACH et M. COHEN. — X-Ray determination of retained austenite by integrated intensities. *Trans. A.I.M.E.*, **176** (1948), 401.
- (5) M. HILTZ JR. et S. L. LOPATA. — Quantitative phase analysis in titanium by X-ray diffraction. *Advances in X-ray analysis*. Ed. W. M. MUELLER, **1** (1958), 39-57.
- (6) B. L. AVERBACH, M. F. COMERFORD et M. B. BEVER. — An X-ray method for determination of beta phase in a titanium alloy. *Trans. A.I.M.E.*, **215** (1959), 682-685.
- (7) GUINIER. — Théorie et technique de la radiocristallographie. Ed. Dunod, troisième édition (1964).
- (8) L. SÉRAPHIN. — Réponse des alliages de titane aux traitements thermiques. *Mém. Sci. Rev. Métallurg.*, **62**, n° 4 (1965), 291-304.
- (9) S. L. LOPOTA et E. B. KULA. — Quantitative phase analysis in textured materials. *Trans. A.I.M.E.*, **233** (février 1965), 288-293.
- (10) R. T. HOWARD et M. COHEN. — Quantitative metallography by point-counting and lineal analysis. *Trans. A.I.M.E.*, **172** (1947), 413.
- (11) A. G. GOLDAK et J. G. PARR. — The structure of $Ti_{13}Al$. *Trans. A.I.M.E.*, **221** (juin 1961), 639-640.
- (12) P. A. FARRAR et H. MARGOLIN. — The titanium rich region of Ti-Al-V system. *Trans. A.I.M.E.*, **221** (décembre 1961), 1214-1221.
- (13) L. E. TANNER. — Time-temperature-transformation diagrams of the titanium sheet-rolling-program alloys. D.M.I.C., Report 46 G (19 octobre 1959).
- (14) M. K. McQUILLAN. — Phase transformation in titanium and its alloys. *Metallurgical Rev.*, **8**, n° 29 (1963), 41-104.
- (15) C. A. LUKE, R. TAGGART et D. M. POLONIS. — The metastable constitution of quenched titanium and zirconium-base binary alloys. *Trans. A.S.M.*, **57** (mars 1964), 142-149.
- (16) P. DUWEZ. — The martensite transformation temperature in titanium binary alloys. *Trans. A.S.M.*, **45** (1953), 934-940.
- (17) H. D. KESSLER et M. HANSEN. — Transformation kinetics and mechanical properties of Ti-Al-Mo alloys. *Trans. A.S.M.*, **46** (1954), 587-608.
- (18) E. ENCE et H. MARGOLIN. — Phase relations in Ti-Al system. *Trans. A.I.M.E.*, **221** (février 1961), 151-157.
- (19) Y. L. YAO. — Magnetic susceptibilities of titanium rich Ti-Al alloys. *Trans. A.S.M.*, **54** (1961), 241-246 (Disc., 779-781).
- (20) D. CLARK, K. S. JEPSON et G. I. LEWIS. — A study of Ti-Al system up to 40 at. % Al. *J. Inst. Metals*, **91** (1962-1963), 197-203.
- (21) P. J. SOLTIS. — Instability and evidence of ordering in Ti-8 Al-1 Mo-1 V alloy. *Trans. A.I.M.E.*, **233** (mai 1965), 903-910.
- (22) J. K. STANLEY. — Electrical and magnetic properties of metals. *A.S.M.*, Metals Park, Ohio (U.S.A.) 1963.
- (23) A. D. McQUILLAN et M. K. McQUILLAN. — Titanium. Butterworths Scientific Publications, London (1956).
- (24) E. S. BUMPS, H. D. KESSLER et M. HANSEN. — The system Ti-O. *Trans. A.S.M.*, **45** (1953), 1008.

- (25) H. I. AARONSON. — Influence of thermal history upon transformation kinetics in Ti-Cr alloys. *Trans. A.I.M.E.*, **224** (août 1962), 693-705.
- (26) D. J. DE LAZARO et W. ROSTOKER. — The influence of oxygen contents on transformation in titanium alloy containing 11 % Mo. *Acta Metallurgica*, **1**, 6 (1953), 674-678.
- (27) W. K. ARMITAGE. — Metallography of titanium martensites. Physical properties of martensite and bainite. *The Iron and Steel Institute*, special report n° 93, 76-82.
- (28) A. J. GRIEST, J. R. DOIG et P. D. FROST. — Correlation of transformation behavior with mechanical properties of several titanium-base alloys. *Trans. A.I.M.E.*, **215** (août 1959), 627-632.
- (29) R. CASTRO et R. TRICOT. — Durcissement structural des aciers inoxydables austénitiques du type 15 % Cr-25 % Ni au titane. I. Etude du durcissement par traitements isothermes. II. Etude de la réversibilité. *Mém. Sci. Rev. Métallurg.*, **61**, n° 9 (septembre 1964), 573-591, 593-604.
- (30) R. J. WASILEWSKI. — Electrical resistivity of Ti-O alloys. *Trans. A.I.M.E.*, **224** (février 1962), 8-12.
- (31) H. W. DEEM, W. D. WOOD et C. F. LUCKS. — The relationship between electrical and thermal conductivities of titanium alloys. *Trans. A.I.M.E.*, **212** (août 1958), 520-523.
- (32) A. H. COMPTON et S. K. ALLISON. — X-ray in theory and experiment. Ed. 1957, 313.
- (33) SEITZ. — Théorie moderne des solides. Masson (1949), 121.

ANNEXE

DOSAGE RADIOCRISTALLOGRAPHIQUE DE LA PHASE BÊTA

I. — MODE OPÉRATOIRE

La phase β étant minoritaire dans l'alliage considéré, il convient pour avoir une précision et une sensibilité suffisante, d'obtenir ses raies les plus intenses. Celles-ci se trouvant dans la zone des faibles angles de diffraction, seuls les montages par réflexion avec incidence aussi rasante que possible ou par transmission sont pratiquement utilisables; même dans le premier cas, avec une incidence $\varphi = 17^\circ$ (minimum permis par le montage) l'obtention de la raie principale de la phase β (raie 110, $\Theta = 19^\circ 30'$) n'a pu être obtenue qu'en allongeant légèrement la fenêtre de la chambre employée. Cette raie n'étant pas dans la zone focalisée du diagramme n'est pas utilisée pour le dosage quantitatif de la phase β , mais permet de juger de l'absence ou de la présence de cette phase à la simple vue du diagramme de diffraction.

Dans ce cas, on utilise pour le dosage la raie 200 β qui est bien séparée des raies α voisines. Le montage utilisé est un montage en U afin de minimiser le dédoublement des composantes du doublet $K\alpha_1 - K\alpha_2$ du rayonnement utilisé (λ Cu).

La méthode par réflexion a l'avantage d'être simple et relativement rapide (par suite du pouvoir réflecteur élevé en incidence faible), mais possède une sensibilité limitée; nous l'avons donc complétée par la méthode en transmission sur lame mince qui permet d'obtenir la raie intense 110 β dans la zone focalisée du diagramme. Cette raie étant encadrée par deux raies voisines α (00.2 et 10.1), des superpositions plus ou moins partielles peuvent se produire par suite des variations des paramètres de ces phases. On peut alors avoir recours à la radiation du Mo qui,

dans les mêmes conditions d'incidences, place la raie 200 β dans la zone focalisée du diagramme.

Le dédoublement $K\alpha_1 - K\alpha_2$ est minimisé par un montage en S.

II. — CALCULS THÉORIQUES

1. Principe.

On sait que pour un solide polycristallin, à grains très fins, et isotrope, l'intensité par unité de longueur d'une raie de diffraction donnée (I_i) est proportionnelle au volume irradié de la phase considérée (V_i) :

$$I_i = Cte K_i V_i$$

Pour un échantillon constitué de n phases, le pourcentage en volume de chacune d'elles se déduit facilement des relations suivantes :

$$\frac{V_i}{V_j} = \frac{I_i}{I_j} \times \frac{K_j}{K_i} \quad \text{et} \quad \sum_1^n V_i = 100$$

Les valeurs de I_i étant mesurées expérimentalement, le problème se réduit à la connaissance des valeurs de K_i à un facteur commun près.

2. Valeurs de K.

Le facteur K a pour valeur :

$$K = (P.L.) * F_{hkl}^2 m \frac{1}{v^2} \exp. (-2D) . A$$

formule dans laquelle :

(P.L) * est un facteur correspondant au facteur de polarisation Lorentz dans la méthode Debye et Scherrer;

F_{hkl} le facteur de structure des plans hkl ;

m le facteur de multiplicité des plans hkl ;

v le volume de la maille élémentaire;

exp. (— 2 D) facteur de température ou de Debye-Waller;

A un terme tenant compte de l'absorption du rayonnement.

a) Facteur de polarisation. Lorentz :

Il est proportionnel à l'expression :

$$(P.L) * \propto \frac{1 + \cos^2 2\theta \cos^2 2\alpha}{r \sin^2 \theta \cos \theta}$$

expression dans laquelle :

θ est l'angle de Bragg de la raie considérée;

α est l'angle de Bragg du monochromateur;

r la distance film-échantillon pour la raie considérée.

Comme $r = 2R (\sin 2\theta \pm \varphi)$, R étant le rayon de la chambre, φ l'angle d'incidence (voir fig. 3) avec les signes : + méthode en transmission et — en réflexion, on a finalement :

$$(P.L) * \propto \frac{1 + \cos^2 2\theta \cos^2 2\alpha}{\sin^2 \theta \cos \theta \sin (2\theta \pm \varphi)}$$

b) Facteur de structure :

On a (7, p. 118-121) :

$$F_{hkl} = n \cdot f$$

avec f facteur de diffusion atomique;

n dépendant des indices des plans hkl et du système cristallin, avec $f = f_0 + \Delta f$;

f_0 étant une valeur théorique donnée par les tables internationales de structure;

et Δf une correction de la forme.

$$\Delta f = a + \frac{b}{f + a}$$

a et b étant donnés par des courbes (7, p. 33) en fonction de λ/λ_K , rapport de la longueur d'onde de la radiation incidente à la discontinuité d'absorption de l'élément diffuseur (Ti).

c) Facteur de multiplicité :

m tient compte du nombre de plans équivalents par suite de la symétrie de la maille (7, p. 233).

d) Volume de la maille :

$$v_a = a_a^2 c_a \cos 30^\circ \quad v_b = a_b^3$$

a et c étant les paramètres de chacune des mailles.

e) Facteur de température :

La valeur D est donnée par (7, p. 514) :

$$D = \frac{6 h^2}{mk\Theta} \left[0,25 + \frac{T}{\Theta} \oslash \left(\frac{\Theta}{T} \right) \right] \frac{\sin^2 \theta}{\lambda^2} = B \frac{\sin^2 \theta}{\lambda^2}$$

avec h constante de Planck;

k constante de Boltzmann;

m masse de l'atome;

Θ température de Debye de l'échantillon;

$\oslash (\Theta/T)$ une fonction dont les valeurs sont tabulées dans les tables internationales de structure (p. 574, table IV) qui donnent également les valeurs de exp. (— D) = $f (B, \sin \theta/\lambda)$ p. 574, table III;

T la température absolue de l'échantillon.

f) Absorption :

Le coefficient de transmission d'un matériau a pour valeur :

$$A = \frac{I}{I_0} = \exp. (— \mu \rho x)$$

I_0 étant l'intensité incidente;

I étant l'intensité émergente;

μ le coefficient d'absorption massique;

ρ la densité;

et x le chemin parcouru.

Le coefficient de transmission d'une lame d'épaisseur a , sous l'incidence φ , et émergeant sous l'angle 2θ , a pour valeur :

$$A_1 = \frac{\exp. [— \mu \rho a / \sin (2\theta + \varphi)] \exp. (— \mu \rho a / \sin \varphi)}{\mu \rho a [1 / \sin \varphi + 1 / \sin (\varphi + 2\theta)]}$$

Le coefficient de réflexion d'un échantillon massif a pour valeur :

$$A_1 = \frac{\sin (2\theta - \varphi)}{\sin \varphi + \sin (2\theta - \varphi)}$$

En négligeant l'absorption due à l'air et à la feuille de papier protégeant le film, le coefficient de la feuille d'Al d'épaisseur a' a pour valeur approchée :

$$A_2 = \exp. [— \mu' \rho' a' / \sin (2\theta \pm \varphi)]$$

+ ou — correspondant respectivement à la transmission et à la réflexion.

On a finalement :

$$A = A_1 \cdot A_2$$

Facteurs		Valeurs		Observations
Paramètres :				Déterminés expérimentalement sur du TA 6 V (recuit industriel).
— phase α		$a = 2,94 \text{ \AA}$, $c = 4,70 \text{ \AA}$		
— phase β		$a = 3,26 \text{ \AA}$		
Longueurs d'onde		$\lambda (\text{Cu}) = 1,5405 \text{ \AA}$ $\lambda (\text{Mo}) = 0,70926 \text{ \AA}$		—
Angles de Bragg du monochromateur (quartz).		$\alpha = 13^\circ 20'$ ($\lambda \text{ Cu}$) $\alpha = 12^\circ 10'$ ($\lambda \text{ Mo}$)		—
Géométriques		$\varphi = 60^\circ$ en transmission $\varphi = 17^\circ$ en réflexion		—
f_0, f		celles du titane		Voir (a). Δf assez peu variable et voisin de 0,3 dans tous les cas.
Volume de la maille		$v_\alpha = 35,182 \text{ \AA}^3$ $v_\beta = 34,636 \text{ \AA}^3$		Voir (b).
Température de Debye		celle du titane $\theta = 350 \text{ }^\circ\text{K}$		Voir (c). $T = 293 \text{ }^\circ\text{K}$, $B \approx 0,6 \cdot 10^{-16}$.
Absorption	A 1	$\lambda (\text{Cu})$ $\mu = 200 \text{ cm}^2/\text{g}$ $\rho = 4,5$	$\lambda (\text{Mo})$ $23,2 \text{ cm}^2/\text{g}$ $4,5$	Les valeurs de μ sont les valeurs moyennes de μ (titane) et μ (TA 6 V).
	A 2	$a' = 4/100 \text{ mm}$ $\mu' = 48,7 \text{ cm}^2/\text{g}$ ($\lambda \text{ Cu}$) $\rho' = 2,7 \text{ g/cm}^3$		Avec les radiations du Mo, les corrections d'absorption peuvent être négligées.
<p>(a) N'est valable qu'en première approximation, la phase α contenant de l'Al et du V mais de composition sensiblement constante. Pour la phase β contenant Al et Fe et qui accuse des variations importantes en V, l'erreur se trouve minimisée par le fait que Ti et V ont des numéros atomiques voisins. La valeur a de Δf étant peu variable avec le numéro atomique de l'atome diffuseur (32), nous avons adopté la valeur donnée pour le Fe par (7).</p> <p>(b) Les paramètres sont en fait variables (fig. 30) mais comme ils varient dans le même sens l'erreur sur le rapport se trouve dans les limites de dispersion de la méthode.</p> <p>(c) La valeur $\theta = 350 \text{ }^\circ\text{K}$ est celle donnée par Seitz (33) et sensiblement égale à celle que l'on peut calculer à partir des chaleurs spécifiques aux basses températures (23, p. 143). Averbach et coll. (6) indiquent la valeur de $320 \text{ }^\circ\text{K}$.</p>				

Les valeurs numériques utilisées pour faire les calculs sont consignées dans le tableau ci-dessus.

REMARQUE. — On peut calculer l'épaisseur optimale a^* de la lame conduisant à une absorption minimale pour une raie donnée; elle a pour valeur :

$$a^* = \frac{1}{\mu \rho} \frac{\sin(2\theta + \varphi) \sin \varphi}{\sin(2\theta + \varphi) - \sin \varphi} \text{Ln} \left[\frac{\sin(\varphi + 2\theta)}{\sin \varphi} \right]$$

Dans nos conditions opératoires, cela conduit aux valeurs :

$$a^*_{\text{Cu}} (110 \beta) = 10,3 \mu$$

$$a^*_{\text{Mo}} (110 \beta) = 88,1 \mu$$

$$a^*_{\text{Mo}} (200 \beta) = 88,9 \mu$$

III. — PHOTOMETRIE DES CLICHÉS

Les diagrammes sont ensuite enregistrés sur un microphotomètre Kipp et Zonen type Moll, à alimentation basse tension stabilisée. Les raies étant fines, la plus faible vitesse de défilement a été utilisée pour ne pas tronquer le « sommet » des raies par suite de l'inertie du galvanomètre. L'agrandissement linéaire utilisé était de 25/1.

Les intensités des raies sont proportionnelles à l'aire sous-tendue par la courbe de densité photométrique, obtenue par transformation logarithmique de l'enregistrement obtenu ci-dessus, correction faite de la valeur du fond continu.

Pour les dosages, nous avons écarté la raie $10,1 \alpha$, très intense, dont la densité photométrique est très imprécise, son maximum étant voisin du noir absolu.