Obtention de la phase orthorhombique dans l'alliage **Ti₅₂Al₃₀Nb₁₈**

S. Lokmane, M. Guymont

► To cite this version:

S. Lokmane, M. Guymont. Obtention de la phase orthorhombique dans l'alliage Ti₅₂Al₃₀Nb₁₈. Journal de Physique IV Proceedings, 1996, 06 (C2), pp.C2-59-C2-64. 10.1051/jp4:1996208 . jpa-00254186

HAL Id: jpa-00254186

<https://hal.science/jpa-00254186>

Submitted on 1 Jan 1996

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Obtention de la phase orthorhombique dans l'alliage $\text{Ti}_{52}\text{Al}_{30}\text{Nb}_{18}$

S. Lokmane* et M. Guymont*,**

* Centre d'Etude de Chimie Métallurgique, CNRS, 15 rue Georges Urbain, 94407 Vitry-sur-Seine cedex, France

** Laboratoire de Métallurgie Structurale, Université de Paris XI, Bât. 413, 91405 Orsay cedex, France

Abstract. Several phases may appear in the ternary Ti-Al-Nb, among others : cubic β , hexagonal α , and (recently identified) orthorhombic O. The special composition $\text{Ti}_{52}\text{Al}_{30}\text{Nb}_{18}$ has lead to one-phased orthorhombic through adequate thermal treatment. The results of observations using X-ray diffraction, transmission and scanning electron microscopy, are shown. The untreated samples are mainly B2; the samples annealed at 1100°C or 900°C, and subsequently quenched, are many-phased α_2 +O+possibly B2; the long annealed (340 h; 900°C) samples are completely orthorhombic.

This final state O seems to be reached, both through a massive transformation $\text{B2} \rightarrow \text{O}$ and an ordering $\alpha_2 \rightarrow \text{O}$.

1. INTRODUCTION

Les alliages à base Ti-Al présentent, de par leur faible densité et leur bonne tenue mécanique, un grand intérêt pour l'aéronautique. Leur ductilité à haute température peut être améliorée par des additions de Nb, V ou Mo [1]. Nous nous sommes intéressés au ternaire Ti-Al-Nb.

Plusieurs phases peuvent y apparaître: la phase β cubique (A2) et sa forme ordonnée B2 (CsCl), une phase hexagonale α_2 de structure $\text{DO}_{19}(\text{P6}_3/\text{mmc})$ et une phase orthorhombique O(Cmcm), mise en évidence par Banerjee et al en 1988 [2].

Notre étude a pour but d'obtenir un alliage orthorhombique monophasé. Les données actuelles [3] nous ont incité à choisir la composition $\text{Ti}_{52}\text{Al}_{30}\text{Nb}_{18}$.

2. PROCEDURE EXPERIMENTALE

2.1 Elaboration de l'alliage

L'élaboration a été effectuée en trois étapes :

- 1) Préparation du binaire Ti-Nb dans un four à induction sur nacelle de cuivre refroidie.
- 2) Adjonction d'aluminium suivie de plusieurs refusions au four à induction.
- 3) Nouvelle fusion de l'ensemble dans un four à lévitation pour homogénéisation.

L'analyse chimique par spectrométrie d'émission plasma (I.C.P) et l'analyse X à dispersion d'énergie (E.D.X) montrent que l'échantillon est homogène et possède la bonne composition.

2.2 Traitements thermiques

Différents traitements thermiques en ampoules scellées ont été effectués sur les échantillons (Cf. Tableau 1).

On notera que tous les traitements thermiques à 900°C sont précédés d'un recuit à 1100°C pendant 3h, suivi d'un refroidissement dans l'eau sans casser l'ampoule.

3. RESULTATS

Les techniques de caractérisation utilisées sont la diffraction des rayons X (anticathode de cobalt), la diffraction et la microscopie électronique en transmission (MET), la microscopie électronique à balayage (MEB) et l'analyse X en dispersion d'énergie couplée au MEB.

3.1. Echantillon brut (monophasé B2):

L'échantillon brut d'élaboration est principalement monophasé B2 (Fig 1), avec néanmoins des pics de la phase orthorhombique de très faible intensité qui témoignent de l'instabilité de B2.

Les observations au MET à grandissement moyen font apparaître un aspect "tweed" qui se traduit en diffraction, par de la diffusion suivant {112} (Fig.2).

Figure 1: Spectre de diffraction X d'un échantillon à l'état brut.

Figure 2: Image en champ clair (MET) et cliché de diffraction électronique de l'échantillon à l'état brut.

3.2. Echantillon 1 (biphasé α_2 + B2):

L'échantillon 1 est biphasé (α_2 + B2), comme le montre le spectre de diffraction X (Fig.3). Ceci est confirmé par l'image au MET sur laquelle on voit des domaines de α_2 dans une matrice B2 (Fig.4).

L'analyse X en dispersion d'énergie montre que la phase α_2 est saturée en niobium, avec une teneur de 12,5% atomique. Il semblerait que cette phase apparaisse préférentiellement sur les joints de grains de la phase B2.

A l'intérieur des grains, la phase α_2 se présente sous forme de domaines allongés parallèles, dont la densité de répartition diminue en allant de la périphérie, vers le cœur de l'échantillon.

Figure 3: Spectre de diffraction X de l'échantillon 1.

Figure 4: Image en champ clair (MET) de l'échantillon 1.

Figure 5: Spectre de diffraction X de l'échantillon 5.

Figure 6: Image en champ clair (MET) de l'échantillon 5

Figure 7: Spectre de diffraction X de l'échantillon 2.

Figure 8: Spectre de diffraction X de l'échantillon 3.

3.3. Echantillon 5 (état triphasé O + α_2 + B2 résiduel):

L'échantillon 5, refroidi plus lentement (four coupé), présente les trois phases : O, α_2 , et des résidus de B2 (Fig.5 et 6).

3.4. Echantillons 2 et 3 (polyphasés):

Ces échantillons ont tous subi les traitements A puis B, pendant différentes durées, suivis d'une trempe à l'eau (Cf. Tableau.1).

Après 30 minutes de recuit à 900°C, la phase B2 se transforme majoritairement en O. L'échantillon 2 est constitué de α_2 initial, de O provenant de B2, et de B2 résiduel (Fig.7). Si on augmente le temps de recuit jusqu'à 100 heures, le résidu B2 disparaît totalement (Fig.8). L'observation au MEB montre par ailleurs une autre phase très riche en niobium ($\approx 30\%$ at de Nb) qui précipite dans α_2 (Fig.9).

Figure 9: Image au MEB de l'échantillon 3.

3.5. Echantillon 4 (monophasé O):

Cet échantillon, recuit pendant 340 heures, est totalement orthorhombique (Fig.10,11).

Figure 10: Image en champ clair (MET) de l'échantillon 4

Figure 11: Spectre de diffraction X de l'échantillon 4.

4. Discussion:

L'alliage $\text{Ti}_{52}\text{Al}_{30}\text{Nb}_{18}$ à l'état brut d'élaboration est complètement ordonné B2 ; aucune paroi d'antiphase n'a été observée. Cependant, les réflexions de surstructures B2 observées en diffraction électronique, sont invisibles sur le spectre de diffraction X. Il semble que leur intensité soit très faible par rapport à l'intensité des pics fondamentaux, ce qui confirme les travaux de Hsiung [4].

4.1. Transformation B2 -----> α_2 :

Un recuit à 1100°C suivi d'un refroidissement à l'eau, transforme une partie de B2 en α_2 . Cette transformation s'effectue par germination et croissance de α_2 préférentiellement sur les joints de grains de B2, mais aussi à l'intérieur des grains.

La phase α_2 étant saturée au maximum à 13% de niobium [5], la transformation B2 --> α_2 , pour notre composition (18% at. de Nb), est contrôlée par la diffusion anti-Fick du niobium.

4.2. Transformation B2 -----> O:

Le chauffage à 900°C de l'échantillon 1, constitué de $(\text{B2}+\alpha_2)$, provoque la transformation massive de B2 en O [6-7]. Cette transformation se fait sans changement de composition, avec la relation d'orientation suivante entre la phase mère et la phase fille:

$$(001)_O // (110)_{B2} \quad \text{et} \quad [110]_O // [111]_{B2}$$

4.3. Transformation α_2 ----->O:

La transformation de α_2 en O à 900°C se fait lentement [8]. Pour notre composition, la transformation n'est complète qu'après 340 heures.

Comme l'ont montré Banerjee et Muraleedharan [9], les plans $(0001)_{\alpha_2}$ et $(001)_O$ sont semblables dans les deux structures. La transformation de α_2 en O se fait alors par une légère distorsion, accompagnée d'un faible changement de composition.

5. Conclusion:

La transformation de B2 en O peut se faire par 2 chemins différents:

- 1 - Chemin direct: B2 se transforme massivement en O sans changement de composition.
- 2 - Chemin indirect: B2 se transforme tout d'abord par germination et croissance en α_2 , donnant ensuite O ; la cinétique de cette deuxième transformation est très lente.

Echantillons	Température	Temps	Mode de refroidissement	Phases présentes
TRAITEMENT A				
1	1100°C	3 h	dans l'eau (sans casser l'ampoule)	B2 + α_2
TRAITEMENT B				
2	900°C	30 mn	trempe à l'eau	α_2 + O + B2 résiduel
3		100 h		α_2 + O
4		300 h		O
TRAITEMENT C				
5	1100°C	3 h	four coupé	α_2 + O + B2

Tableau 1: Ensemble des traitements thermiques effectués et des phases obtenues.

References

- [1] Ward C. H., Inter. Mater. Rev. **38**(1993) 79-101.
- [2] Banerjee D., Gogia A. K., Nandy T. K. et Joshi V.A., Acta. Metall., **36**(1988) 871-882.
- [3] Rowe R. G., Banerjee D., Muraleedharan K., Larsen M., Hall E., L., Konitzer D. G. et Woodfield, A. P., Titanium '92 Science and Technology, 1993., F. H. Froes and I. L. Caplan Eds. (Warrendale, Pennsylvania: Metallurgical Society of AIME), p. 1259.
- [4] Hsiung L. M. and Wadley H. N. G., Mater. Sci. Eng. A **192/193**(1995) 908-913.
- [5] Muraleedharan K., Nandy T. K. Banerjee D. et Lele S., Intermetallics **3** (1995) 187-199.
- [6] Kestner- Weykamp H. T., Ward C. H., Broderick T. F. et Kaufman M. J., Scripta Met. **23**(1989) 1697-1702.
- [7] Weykamp H. T., Baker D. R., Paxton D. M. and Kaufman M. J., Scripta Metall. Mater **24**(1990) 445-450.
- [8] Muraleedharan K., Banerjee D., Scripta Metall. Mater **29**(1993) 527.
- [9] Muraleedharan K., Banerjee D., Philos. Mag. A **71**(1995) 1011-1036.