

12

**DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

21 Numéro de dépôt: 85401371.1

51 Int. Cl.<sup>4</sup>: **C 22 C 1/04**  
**C 22 C 32/00**

22 Date de dépôt: 05.07.85

30 Priorité: 06.07.84 FR 8410829

43 Date de publication de la demande:  
08.01.86 Bulletin 86/2

64 États contractants désignés:  
DE GB SE

71 Demandeur: **OFFICE NATIONAL D'ETUDES ET DE RECHERCHES AEROSPATIALES (O.N.E.R.A.)**  
29, avenue de la Division Leclerc  
F-92320 Chatillon(FR)

72 Inventeur: **Marty, Michel**  
9, rue Anatole France  
F-78530 Buc(FR)

72 Inventeur: **Octor, Henri**  
3, rue Abraham Lincoln  
F-92220 Bagneux(FR)

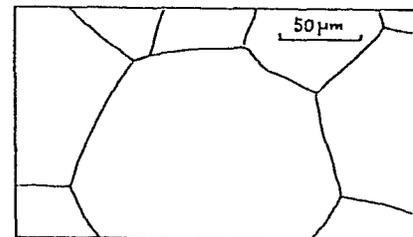
72 Inventeur: **Walder, André**  
20, allée Bertrand Dauvin  
F-94249 L'Hay Les Roses(FR)

74 Mandataire: **Fort, Jacques et al,**  
**CABINET PLASSERAUD 84, rue d'Amsterdam**  
F-75009 Paris(FR)

54 Procédé d'élaboration, par métallurgie des poudres, d'alliage à base de titane à faible dimension de grain.

57 On élabore un alliage à base de titane par compactage d'une poudre constituée de particules de titane préallié ou de particules de titane et d'alliage-mère, traitement thermique à température élevée et trempe. Le traitement thermique est effectué au moins en partie à une température supérieure au point de transformation en phase  $\beta$ . La poudre contient également une dispersion de particules fines d'un produit freinant la croissance de la taille de grain, produit constitué par une espèce chimique stable vis-à-vis du titane ou ayant au moins un élément très peu soluble dans le titane aux températures atteintes lors du traitement thermique. Le grossissement du grain  $\beta$  est ainsi bloqué.

FIG. 2



Procédé d'élaboration, par métallurgie des poudres, d'alliage à base de titane à faible dimension de grain.

L'invention a pour objet un procédé d'élabora-  
5 tion d'alliage à base de titane ayant une faible dimen-  
sion de grain, le terme "alliage" devant être interprété  
comme s'étendant à un produit ne contenant, en plus du  
titane, que des éléments d'addition à teneur suffisam-  
ment faible pour que la transformation de phase  $\alpha \rightarrow \beta$  sub-  
10 siste.

Le titane, pur et surtout sous forme d'alliage  
dont il est le constituant principal, présente des pro-  
priétés de légèreté, de tenue mécanique et en tempéra-  
ture qui conduisent à l'utiliser de plus en plus dans de  
15 nombreux domaines, et notamment en aéronautique. En  
règle générale, pour élaborer des pièces de titane par  
métallurgie des poudres, on part d'une poudre de titane  
contenant les éléments d'addition, on densifie par  
filage ou compression isostatique et on effectue un  
20 traitement thermique. On a jusqu'ici généralement jugé  
avantageux d'effectuer ce traitement à une température  
inférieure au point de transformation en phase  $\beta$ , car au  
delà de ce point on constate un grossissement excessif  
des grains métallurgiques, grossissement qui est préju-  
25 diciable à certaines caractéristiques mécaniques, par  
exemple à la ductilité et à la résistance en traction du  
produit obtenu, même après retour partiel de la phase  
monophasée  $\beta$  en phase  $\alpha$  lors du refroidissement à la  
température ambiante qui suit le traitement thermique.

30 Mais le choix d'une température inférieure au  
point de transformation conduit à se priver des avanta-  
ges que présente la structure de type aciculaire que  
donne la transformation partielle de la phase  $\beta$  obtenue  
à haute température, en phase  $\alpha$  : parmi ces avantages on  
35 peut citer la meilleure résistance à la propagation  
brutale de fissures (c'est-à-dire la ténacité de

l'alliage), à la propagation de fissures en fatigue, au fluage, et à la corrosion sous tension dans l'eau salée.

L'invention part de la constatation que l'influence néfaste d'un passage par une température supérieure au point de transformation n'est pas inhérente à la structure aciculaire, mais est liée à la taille du grain  $\beta$ , qui augmente très rapidement au cours du maintien en température jusqu'à atteindre et dépasser 0,5 mm, et conduit après l'opération finale de trempe à une structure dont la taille de grain (ex  $\beta$ ) dépend directement de celle obtenue en fin de traitement thermique.

Ce problème existe aussi pour certains alliages de titane dits "presque alpha" pour lesquels le traitement en phase  $\beta$  est couramment appliqué et conduit à un grossissement excessif du grain métallurgique.

L'invention vise donc à fournir un procédé d'élaboration d'alliage à base de titane répondant mieux que ceux antérieurement connus aux exigences de la pratique, notamment en ce qu'il fournit les avantages liés à un traitement thermique à haute température, tout en évitant le grossissement exagéré de grain en phase  $\beta$ , grossissement néfaste aux propriétés mécaniques.

L'invention propose dans ce but un procédé d'élaboration d'alliage à base de titane comportant les étapes de compactage (ou densification) d'une poudre constituée de particules de titane préallié ou de particules de titane et d'alliage-mère, de traitement thermique à température élevée et de trempe, caractérisé en ce que la poudre contient également une dispersion de particules fines d'un produit freinant la croissance de la taille de grain à une teneur volumique inférieure à celle qui conduirait à la formation d'une couche continue de particules fines autour des particules de la poudre de titane, les particules de produit se présentant à la surface des grains de titane dans l'alliage élaboré.

Le produit sera constitué par un corps simple,

un composé ou un mélange d'une espèce chimiquement stable vis-à-vis du titane ou ayant au moins un élément très peu soluble dans le titane. Ce produit d'addition peut être stable au cours de l'élaboration, ou se transformer, par réaction avec les éléments de l'alliage.

On peut penser, sans que le caractère complet et rigoureux de cette explication doive être considéré comme un impératif pour la validité du présent brevet, que deux phénomènes interviennent pour limiter la taille de grain.

Un premier phénomène est constitué par un blocage des joints de grain  $\beta$  par les particules fines de l'espèce qui restent stables ou se transforment au cours de l'élaboration, réparties à la périphérie des autres particules de poudre. Les grains métallurgiques apparaissant lors du passage en phase  $\beta$  sont alors confondus avec les particules de la poudre d'origine.

Un second phénomène est constitué par un freinage de la migration du joint de grain  $\beta$  pendant le traitement thermique. Dans ce cas, les particules du produit d'addition, stables ou transformées, sont alors à l'intérieur du grain métallurgique  $\beta$  qui est plus gros que les grains de poudre initiaux, mais reste plus petit que les grains métallurgiques dans des échantillons témoins exempts de produit d'addition et ce jusqu'à de très basses teneurs en produit d'addition (ce qui constitue un facteur très favorable dans la mesure où l'on envisage l'emploi d'un produit d'addition ayant un effet fragilisant).

Les deux phénomènes ci-dessus ont été observés, l'un ou l'autre pouvant être seul présent ou prépondérant pour certains produits d'addition ou certaines plages de teneur.

On pouvait a priori penser qu'il serait impossible de trouver un produit pouvant être utilisé en fines particules et remplissant la fonction requise, du

fait de la très grande réactivité du titane vis-à-vis d'espèces chimiques pourtant réputées difficiles à décomposer. Par exemple la silice, le carbure de tantale, l'alumine sont rapidement dissous à des températures voisines de 1000°C, c'est-à-dire à proximité du point de transformation en phase  $\beta$ .

Cependant, l'examen de l'enthalpie libre de formation de certains oxydes, et notamment d'oxydes de terre rare, fait apparaître des valeurs à 1000°C suffisantes pour laisser espérer la possibilité d'obtenir des résultats favorables. De même, l'examen des propriétés de divers éléments fréquemment utilisés en métallurgie montrent une solubilité suffisamment faible pour répondre aux conditions requises. Effectivement, on a notamment pu utiliser divers oxydes, et notamment  $Y_2O_3$  et  $Dy_2O_3$ .

On a pu également utiliser des métalloïdes sous forme élémentaire ou de composés, notamment le bore, BN, B<sub>4</sub>C, B<sub>4</sub>Si, B<sub>6</sub>Si et LaB<sub>6</sub>. Le soufre, WS, MoS<sub>2</sub>, ZnS peuvent également être envisagés, ainsi que le phosphore, celui-ci nécessitant cependant des précautions particulières en raison de sa grande inflammabilité. On peut également utiliser des éléments des colonnes 5 et 6 du tableau périodique qui sont apparentés à S et à P (Se, Te, As). Tous ces éléments ont une faible solubilité dans le titane.

Des résultats satisfaisants sont obtenus moyennant le respect de diverses conditions portant sur la poudre de départ (particules pré-alliées ou mélange), produit d'addition et le traitement thermique.

Ces conditions seront maintenant envisagées, en faisant notamment référence au cas particulièrement intéressant de l'alliage de titane dénommé TA6V, à 6 % en poids d'aluminium et 4 % de vanadium.

Les particules de titane pré-allié (ou de titane et d'éléments d'addition) sont avantageusement élaborées

par un procédé donnant naissance à des particules approximativement sphériques, avec une granulométrie régulière et fine, la taille des particules conditionnant celle des grains. La plage de granulométrie allant de 40 à 300  $\mu\text{m}$  sera généralement acceptable.

On peut notamment utiliser des poudres de titane pré-allié obtenues par pulvérisation suivant un procédé à l'électrode tournante, actuellement bien connu et largement utilisé pour l'élaboration de poudres d'alliages de titane.

La valeur médiane du diamètre de particules d'alliage de TA6V obtenu par ce procédé est de l'ordre de 160  $\mu\text{m}$ . On peut par tamisage limiter autant qu'on le souhaite la fraction retenue.

Le critère essentiel du choix des particules initiales du produit d'addition destiné à freiner la croissance du grain est la stabilité dimensionnelle. Cette stabilité dimensionnelle peut être obtenue si le produit d'addition utilisé est stable chimiquement en présence de l'alliage de titane. Toutefois cette condition n'est pas indispensable. Il peut y avoir réaction et transformation chimique des particules sans qu'il y ait dissolution dans la matrice métallique. L'un des facteurs qui s'opposent à cette dissolution est la très faible solubilité dans le titane, d'un élément entrant dans la composition de la particule initiale et l'expérience a prouvé que ce facteur est prépondérant.

On peut donc adopter :

- les composés présentant une grande stabilité chimique vis-à-vis du titane, c'est-à-dire surtout les oxydes possédant une enthalpie libre de formation inférieure à celle de l'alumine, en particulier les composés de la famille des lanthanides comme l'oxyde de lutétium, l'oxyde de néodyme, l'oxyde de dysprosium ;

- les composés contenant au moins un élément très peu soluble dans le titane, c'est-à-dire notamment

ceux déjà évoqués ci-dessus et dont la solubilité dans le titane est (en % en poids) :

5	S	0,02	} à 790°C
	P	0,007	
	B	0,067	
	As	0,26	
	Se	0,25	
	Te	0,47	} à 900°C
10	Y	0,37	

La plage de concentration en produit d'addition la plus favorable dépend de nombreux facteurs, parmi lesquels la granulométrie des particules et celle de la poudre de départ. Elle pourra être déterminée par l'ex-  
 15 périence pour chaque produit particulier utilisé. Toutefois, la concentration en volume C des particules du produit d'addition devra en règle générale être maintenue entre deux valeurs, qui correspondent l'une à la formation d'une couche continue de particules sur les  
 20 grains de poudre de titane allié (couche qui pourrait conduire à une fragilisation de l'alliage par décohésion à la limite des grains de poudre primitifs), l'autre à un écartement excessif des particules du produit d'addition à la surface des grains de poudre métallique.

25 En supposant les particules sphériques, et si on désigne par :

-  $d$  le diamètre moyen des particules du produit d'addition,

30 -  $l$  la distance de centre à centre des particules du produit d'addition,

-  $D$  le diamètre moyen des particules de poudre d'alliage,

le revêtement de particules du produit d'addition sera efficace en général pour :

35  $d < l \leq 5d$

Or, dans le cas de particules sphériques

$$C = \frac{\pi}{4} \frac{d^3}{D^2}$$
 ce qui conduit, pour une valeur moyenne de D égale à 100  $\mu\text{m}$  qu'on peut considérer comme représentative, à :

5

$$8 d \cdot 10^{-4} \leq C < 7,85d \cdot 10^{-3}$$

Dans cette formule, C est un nombre sans dimension,  $d$  est en micromètres.

10

Ce critère conduira par exemple aux plages suivantes, exprimées en vpm (volume par million)

B avec  $d = 0,2 \mu\text{m}$  :  $63 \text{ vpm} \leq C < 1570 \text{ vpm}$

$\text{Y}_2\text{O}_3$  avec  $d = 2 \mu\text{m}$  :  $630 \text{ vpm} \leq C < 15.700 \text{ vpm}$

15

La granulométrie des particules initiales du produit d'addition agit sur la teneur C à adopter. On voit en conséquence que l'emploi de particules initiales trop grossières conduit à introduire une teneur élevée, néfaste aux propriétés mécaniques de l'alliage, notamment à sa ductilité. Dans la pratique, une granulométrie des particules inférieure de deux ordres de grandeurs ou davantage à celle de la poudre de titane donne en général de bons résultats.

25

Une réduction de la granulométrie des particules initiales du produit d'addition, à concentration C constante, entraîne une diminution de la distance entre particules  $\underline{l}$  et donc une plus grande efficacité dans la limitation de taille du grain  $\beta$ . Ce résultat a notamment été constaté en comparant les tailles de grain obtenues avec du bore de granulométrie d'environ  $0,2 \mu\text{m}$  et avec des particules de type céramique, telles que l'yttrine  $\text{Y}_2\text{O}_3$ , pour lesquelles la granulométrie est d'environ  $2 \mu\text{m}$ .

35

La température de traitement thermique a peu d'influence sur les résultats obtenus. Une température supérieure de  $50^\circ\text{C}$  environ au point de transformation

est en général satisfaisante. Lorsque par exemple, on veut élaborer l'alliage TA6V pour lequel le point de transformation  $\alpha + \beta/\beta$  est situé entre 995°C et 1000°C, un maintien d'une heure à une température comprise entre  
5 1050°C et 1100°C avant trempe est satisfaisant.

Le procédé suivant l'invention peut être mis en oeuvre en vue de l'obtention de résultats divers, mais tous liés à la possibilité de conserver une dimension de grain réduite en dépit du dépassement de la température  
10 de transformation en phase  $\beta$ .

Tout d'abord, comme on l'a déjà indiqué, le procédé suivant l'invention permet de contrôler la taille de grain  $\beta$ , et, par voie de conséquence, celle des grains d'alliage après trempe. Cette taille ne dépend en  
15 effet pratiquement plus que de la granulométrie de la poudre d'origine. On peut en conséquence obtenir des combinaisons de propriétés mécaniques qui tirent parti des effets bénéfiques des structures aciculaires, tout en évitant le handicap d'un grain  $\alpha$  trop gros.

Le procédé suivant l'invention permet également d'accélérer l'homogénéisation d'un alliage, sans effet défavorable sur ses propriétés mécaniques finales. Le coefficient de diffusion d'un élément dans un alliage est en effet une fonction croissante de la température,  
25 ce qui montre l'intérêt de travailler à température aussi élevée que possible pour obtenir une homogénéisation rapide. De plus, dans le cas d'une matrice en titane, le coefficient de diffusion de nombreux éléments subit une discontinuité notable, dans le sens d'une augmentation,  
30 si à température fixée la phase  $\alpha$  se transforme en phase  $\beta$ . Donc l'homogénéisation d'un alliage contenant des particules enrichies en élément alphasène comme l'aluminium, l'oxygène, le carbone, l'azote sera accélérée si la température de traitement dépasse celle où la particule en question passe totalement en phase  $\beta$ . Des particules de ce genre, ainsi que des inclusions d'éléments  
35

étrangers à l'alliage, peuvent se rencontrer dans les produits obtenus par les procédés de la métallurgie des poudres.

En dépit de son intérêt dans ce cas, on ne peut  
5 cependant envisager un traitement d'homogénéisation à une température supérieure au point de transformation en phase  $\beta$  en l'absence de produit d'addition, car il conduit à un grossissement inacceptable du grain  $\beta$ . L'invention écarte cet inconvénient. De plus, comparée à un  
10 recuit de la poudre à haute température avant densification, elle offre l'avantage de permettre un échange d'éléments entre différents granules de poudre par diffusion à l'état solide.

Parmi les cas où l'accélération du processus  
15 d'homogénéisation présente un grand intérêt, on peut citer les suivants, à titre non limitatif :

- Amélioration de l'homogénéité chimique des alliages : cet effet trouve une application importante dans le processus de récupération des copeaux d'usinage  
20 de titane allié lorsque cette récupération comporte une transformation en poudre. Les copeaux d'usinage sont contaminés par l'oxygène, l'azote, le carbone et des particules étrangères à l'alliage. Le niveau moyen de contamination peut être abaissé en mélangeant, aux copeaux pulvérisés puis tamisés, de la poudre à teneur  
25 plus basse en interstitiels. Cette opération diminue au surplus la taille des particules les plus nocives. Dans la pratique le broyage de copeaux hydrurés permet d'obtenir des poudres particulièrement fines, jusqu'à envi-  
30 ron 40  $\mu\text{m}$ . Après mélange de ces poudres avec des particules de produit d'addition et densification, un traitement d'homogénéisation à haute température permet d'améliorer la qualité des produits finis, sans grossissement exagéré du grain  $\beta$ .

35 - Synthèse d'alliage par frittage d'un mélange

de parties fines d'éponge de titane et de poudre d'alliage-mère : cette solution, séduisante du point de vue économique, a l'inconvénient de conduire, lorsqu'elle est réalisée par les techniques actuelles à des produits  
5 contenant du chlore provenant de l'éponge de titane. Il en résulte une structure métallurgique qui présente une grande stabilité au cours des traitements thermiques mais dont la porosité ne peut être complètement fermée par pressage isostatique. La résistance à la fatigue de  
10 ces produits en est considérablement dégradée. L'élimination du chlore des parties fines de l'éponge entraîne un grossissement exagéré du grain  $\beta$  au cours de l'homogénéisation de l'alliage à une température supérieure au transus  $\beta$ . Ces produits peuvent être améliorés par mise  
15 en oeuvre du procédé suivant l'invention, car ce dernier permet d'effectuer les traitements de diffusion et de pressage isostatique dans le domaine  $\beta$  sans grossissement exagéré du grain métallurgique d'où une homogénéisation et la fermeture des pores.

20 Cette technique peut être combinée avec la précédente : elle permet d'utiliser un mélange de départ comprenant des poudres élaborées à partir de copeaux à teneur élevée en oxygène, azote et carbone, des parties fines d'éponge de titane et de la poudre d'alliage-mère,  
25 ces derniers composants étant peu chargés en éléments interstitiels.

- Mise en solution d'éléments tels que Si ou Ge dont la solubilité en phase  $\beta$  croît rapidement avec la température.

30 On décrira maintenant divers exemples particuliers de mise en oeuvre de l'invention, correspondant à l'élaboration d'alliage de titane TA6V par métallurgie des poudres. La description fait référence aux dessins qui l'accompagnent et dans lesquels les figures 1 à 10  
35 sont des reproductions simplifiées de micrographies d'alliages obtenus après traitement thermique et trempe,

les lignes en traits pleins montrant les joints de grain  $\beta$  et les lignes éventuelles en tirets montrant les limites de particules d'origine, lorsqu'elles ne coïncident pas avec les joints de grain  $\beta$ .

5 Dans tous les cas, la poudre de départ a été obtenue par pulvérisation d'alliage TA6V suivant le procédé à l'électrode tournante à arc sous gaz neutre et tamisage à une granulométrie inférieure à 160  $\mu\text{m}$ .

Plusieurs teneurs, égales ou inférieures à 2200  
10 vpm de particules initiales, ont été essayées. Les mêmes traitements métallurgiques ont été appliqués au mélange contenant le produit d'addition et à un échantillon témoin de poudre d'alliage. Les traitements effectués  
15 ont comporté une densification par compression isostatique à chaud dans des conditions représentatives, c'est-à-dire à une température inférieure au point de transformation du TA6V, ou par filage, puis un traitement d'une heure au-dessus de la température de transformation, suivi d'une trempe.

20 Exemple 1

On a ajouté 0,16 g de poudre de bore ayant une granulométrie d'environ 0,2  $\mu\text{m}$  à 1 kg de poudre d'alliage TA6V tamisée à une granulométrie inférieure à 160  $\mu\text{m}$ . La teneur ainsi obtenue était de 300 vpm. Le mélange  
25 a été effectué dans un mélangeur rotatif en présence de billes de verre, de type "TURBULA", pendant 4 heures. Le mélange a été dégazé à chaud sous vide secondaire et en lit mince, suivant le processus connu en métallurgie des poudres. Il a été ensuite placé dans une enveloppe en  
30 acier doux de forme correspondant à celle de la pièce à obtenir. L'enveloppe a été fermée de façon étanche sous vide secondaire par soudage au faisceau d'électrons. L'alliage a été densifié par pressage isostatique à chaud à 950°C sous 1000 bars pendant trois heures. L'en-  
35 veloppe a été retirée par usinage ou attaque chimique. Enfin, un traitement thermique à 1050°C pendant une

heure, suivi d'une trempe à l'eau, a été effectué.

Les mêmes opérations ont également été réalisées sur un témoin contenant uniquement de la poudre d'alliage TA6V.

5            La figure 1 montre une fraction seulement de trois grains adjacents dans l'échantillon témoin ayant subi l'ensemble des traitements. Une comparaison avec la figure 2, qui correspond au cas de l'échantillon contenant 300 vpm de bore, montre qu'il y a eu blocage complet des joints de grain  $\beta$  et maintien d'une taille de grain très fine. Il est essentiel de noter que le grossissement optique n'est pas le même sur les figures 1 et 2.

#### Exemples 2 et 3

15            Les mêmes traitements que dans l'exemple 1 ont été effectués avec des teneurs en bore respectivement de 200 vpm et 100 vpm. Les figures 3 et 4 montrent les tailles de grain obtenues. On voit sur la figure 3, qui correspond à une teneur de 200 vpm, qu'on obtient un quasi-blocage des joints de grain. Les limites des grains  $\beta$  sont, dans la plupart des cas, confondues avec les limites des anciennes particules (indiquées en tirets là où il y a absence de coïncidence).

20            La figure 4 montre qu'une teneur de 100 vpm freine encore de façon notable la croissance de grain  $\beta$ , dont la taille reste très inférieure à celle de l'échantillon témoin.

#### Exemples 4, 5, 6 et 7

30            Le même traitement métallurgique a été appliqué à des échantillons contenant respectivement 400, 550, 1100 et 2200 vpm de bore. Dans tous les cas on a obtenu un blocage complet des joints de grain.

#### Exemples 8 et 9

35            Le même traitement métallurgique que dans les exemples précédents a été effectué sur des échantillons contenant respectivement 550 vpm et 1100 vpm de dysprosine  $Dy_2O_3$ . Les résultats obtenus apparaissent sur les

figures 5 et 6. Sur la figure 5, correspondant à une teneur de 550 vpm, on constate un freinage des joints de grains, limitant la croissance des grains  $\beta$ . Sur la figure 6, pour une teneur de 1100 vpm, un blocage complet apparaît, la limite des grains  $\beta$  étant confondue avec les limites des anciennes particules.

Exemples 10, 11 et 12

Le même traitement thermique que dans le cas précédent, si ce n'est que le maintien en température a été à 1100°C au lieu de 1050°C, a été appliqué à un échantillon témoin (figure 7), à un échantillon à 550 vpm de  $Y_2O_3$  (figure 8), à un échantillon de 550 vpm de  $Dy_2O_3$  (figure 9) et à un échantillon à 1100 vpm de  $Dy_2O_3$  (figure 10).

On a constaté un blocage du joint de grain  $\beta$ , pour 1100 vpm de  $Dy_2O_3$  et 550 vpm de  $Y_2O_3$ , un freinage notable pour 550 vpm de  $Dy_2O_3$ .

Les résultats ci-dessus et des résultats complémentaires sont résumés sur le tableau ci-après, où il faut noter que les résultats moins favorables obtenus avec  $B_6Si$  semblent attribuables à une répartition insuffisamment homogène du produit d'addition dans le mélange.

25

30

35

		B	$Y_2O_3$	$Dy_2O_3$	$WS_2$	$B_6Si$
	2200 vpm	Blocage	Blocage	Blocage	Blocage	Quasi- blocage
	1100 vpm	Blocage	Blocage	Blocage	Freinage	Freinage
	550 vpm	Blocage	Blocage	Freinage	Freinage	Freinage
5	400 vpm	Blocage	Freinage			
	300 vpm	Blocage				
	200 vpm	Quasi- blocage				
	100 vpm	Freinage				
10	50 vpm	Freinage				

REVENDICATIONS

1. Procédé d'élaboration d'alliage à base de titane comportant les étapes de compactage d'une poudre constituée de particules de titane préallié ou de particules de titane et d'alliage-mère, de traitement thermique à une température supérieure au point de transformation en phase  $\beta$ , et de trempe, caractérisé en ce que la poudre contient également une dispersion de particules fines d'un produit freinant la croissance de la taille de grain à une teneur volumique inférieure à celle qui conduirait à la formation d'une couche continue de particules fines autour des particules de la poudre de titane, les particules de produit se présentant à la surface des grains de titane dans l'alliage élaboré.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que ledit produit est constitué par une espèce chimique stable vis-à-vis du titane ou ayant au moins un élément très peu soluble dans le titane aux températures atteintes lors du traitement thermique.

3. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que ledit produit est choisi parmi S, P, B, As, Se, Te, Y et les lanthanides, à l'état élémentaire ou en combinaison.

4. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que les particules fines du produit ont une granulométrie inférieure d'au moins deux ordres de grandeur à celle de la poudre de particules de titane.

5. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes d'élaboration d'alliage TA6V, caractérisé en ce que le traitement thermique est effectué à une température supérieure d'environ 50°C au point de transformation en phase  $\beta$ , suivi d'une trempe.

35

1

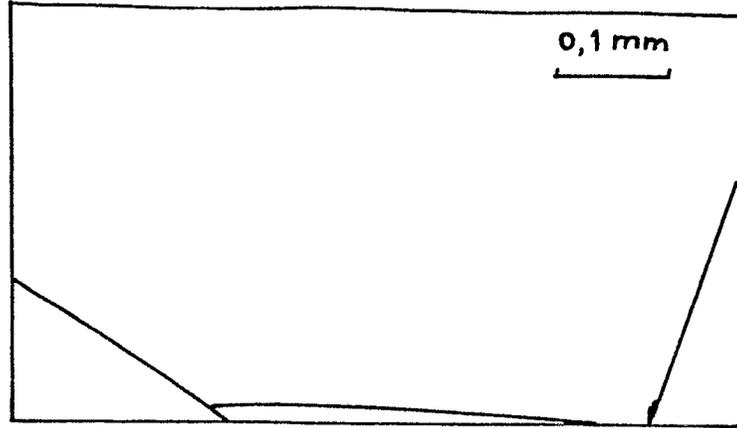


FIG. 1

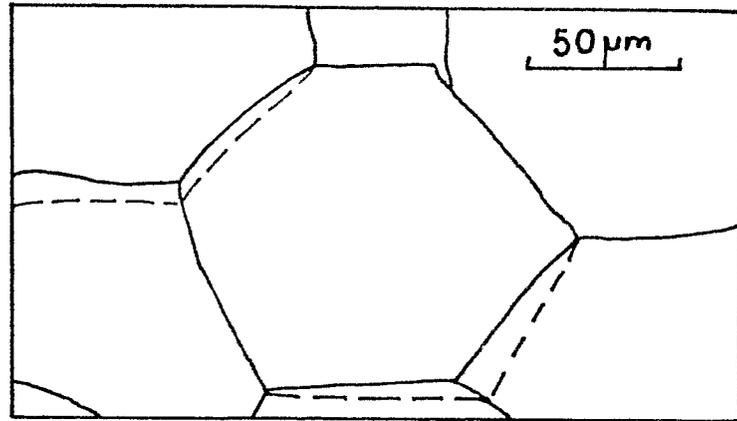


FIG. 3

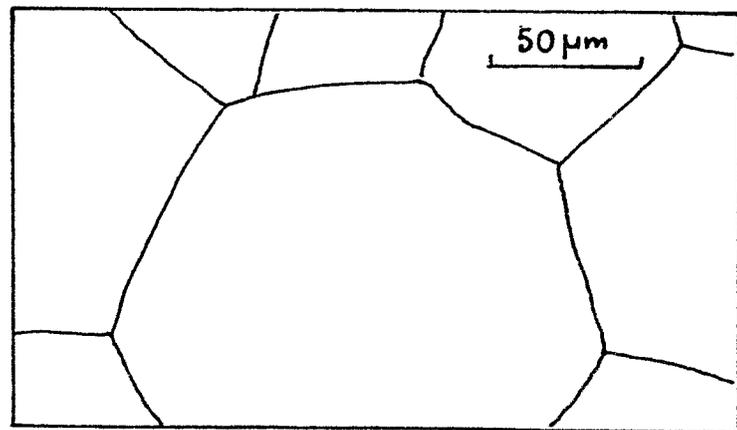


FIG. 2

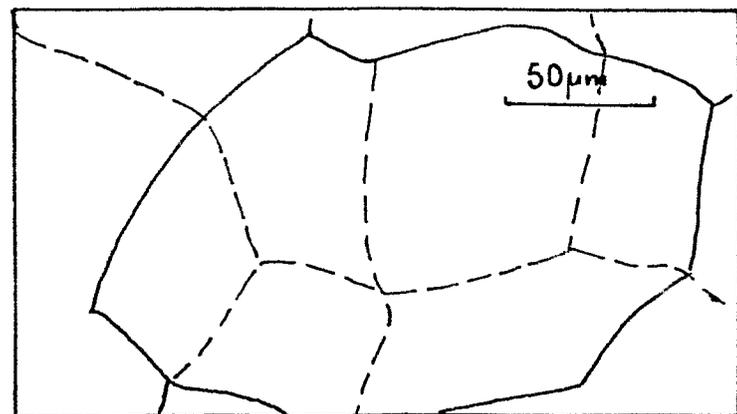


FIG. 4

FIG. 5

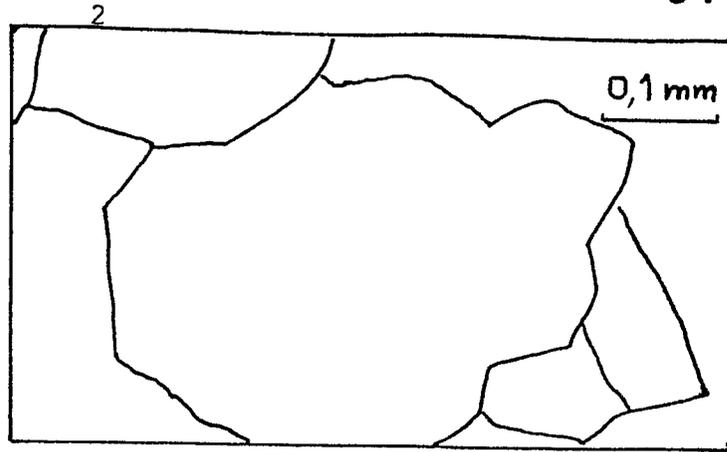


FIG. 6

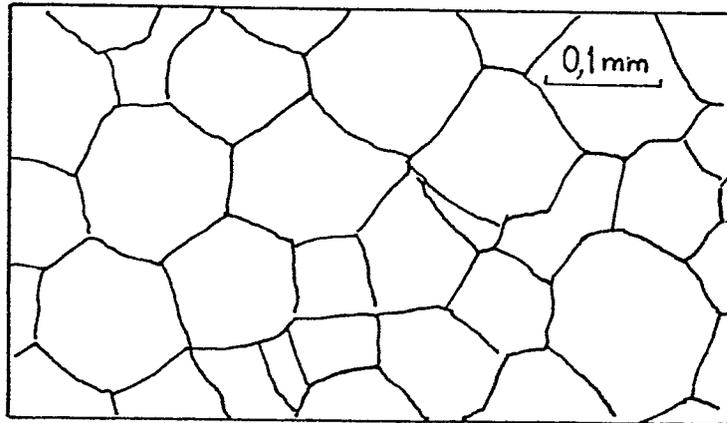


FIG. 7

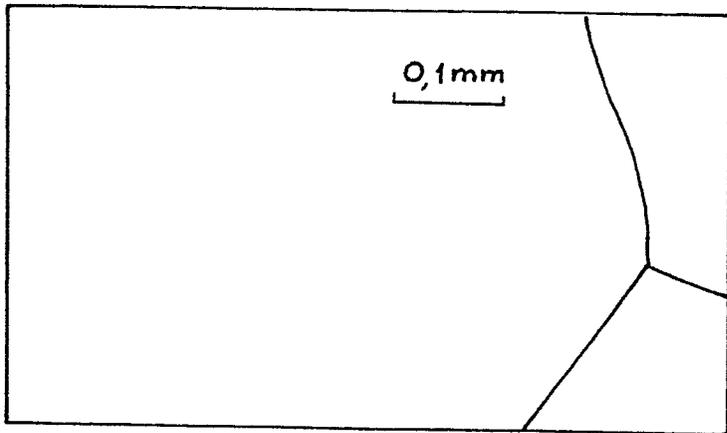
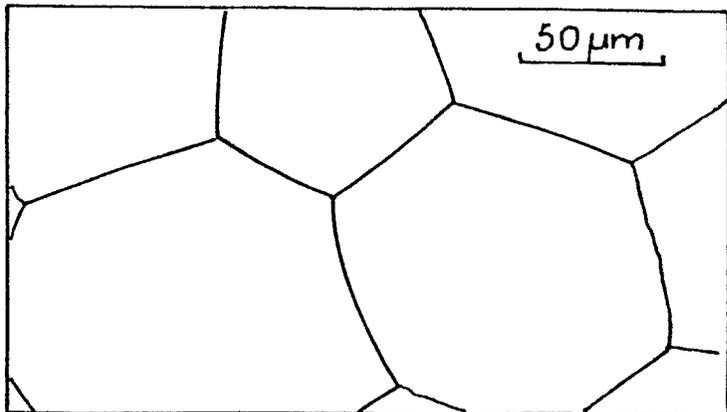


FIG. 8



3

FIG. 9

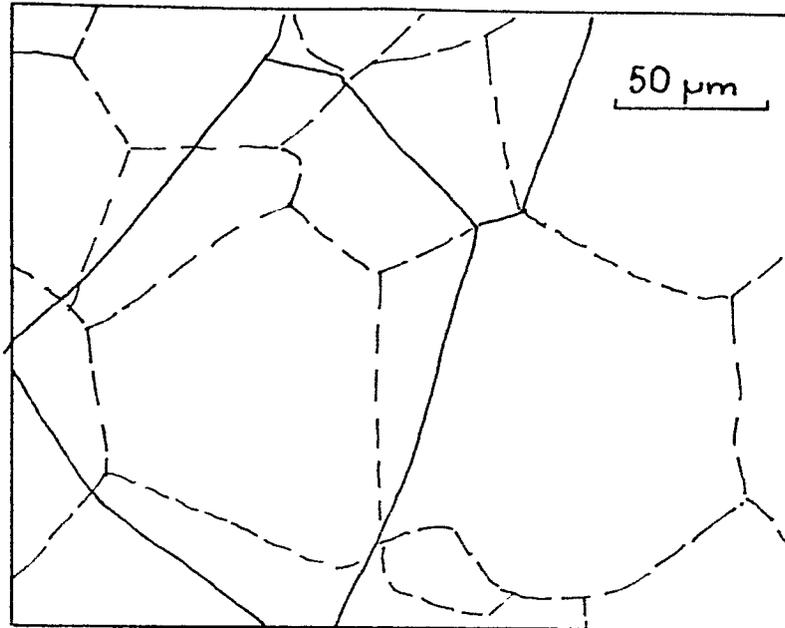
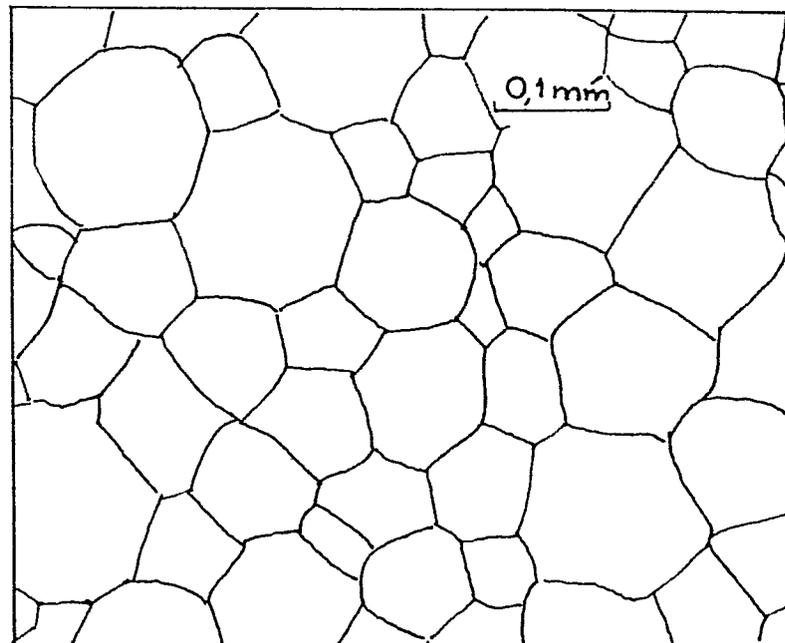


FIG. 10





DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Categorie	Citation du document avec indication en cas de besoin des parties pertinentes	Revendication concernee	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl. 4)
Y	GB-A- 928 407 (DU PONT DE NEMOURS) * Page 1, ligne 27 - page 3, ligne 40 *	1-6	C 22 C 1/04 C 22 C 32/00
Y	--- GB-A- 887 922 (THE GENERAL ELECTRIC) * Revendications 1,4-7, page 2, example 1 *	1-6	
Y	--- FR-A-1 600 154 (CONTIMET) * Résumé, points 1-2; page 5, lignes 40-45 *	1-6	
Y	--- US-A-3 181 947 (M.B. VORDAHL) * Colonne 2, ligne 3 - colonne 3, ligne 15 *	2-5	
Y	--- FR-A-2 091 242 (REACTIVE METALS INC.) * Page 1, ligne 27 - page 2, ligne 39; revendications 1-6 *	3	
	-----		
Le présent rapport de recherche a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 13-08-1985	Examinateur SCHRUERS H.J.
<p>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul  Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie  A : arrière-plan technologique  O : divulgation non-écrite  P : document intercalaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention  E : document de brevet antérieur mais publié à la date de dépôt ou après cette date  D : cité dans la demande  L : cité pour d'autres raisons  &amp; : membre de la même famille, document correspondant</p>			