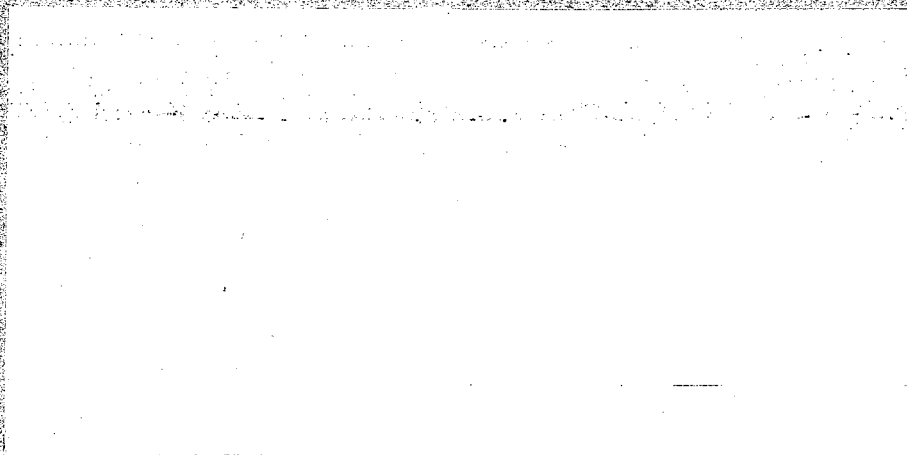


Centre d'Etude de l'Energie Nucleaire

C. E. N.

BRUXELLES



Studiecentrum voor Kernenergie

S. C. K.

BRUSSEL

## **DISCLAIMER**

**This report was prepared as an account of work sponsored by an agency of the United States Government. Neither the United States Government nor any agency Thereof, nor any of their employees, makes any warranty, express or implied, or assumes any legal liability or responsibility for the accuracy, completeness, or usefulness of any information, apparatus, product, or process disclosed, or represents that its use would not infringe privately owned rights. Reference herein to any specific commercial product, process, or service by trade name, trademark, manufacturer, or otherwise does not necessarily constitute or imply its endorsement, recommendation, or favoring by the United States Government or any agency thereof. The views and opinions of authors expressed herein do not necessarily state or reflect those of the United States Government or any agency thereof.**

## **DISCLAIMER**

**Portions of this document may be illegible in electronic image products. Images are produced from the best available original document.**

BLG 35

LE 13 MARS 1959

PREPARATION D'ALLIAGES URANIUM-NIOBIUM PAR  
REDUCTION EN BOMBE

J.J. HUET - H. MASSAUX

R. 1656

J. J. HUET et H. MASSAUX

Rapport C.E.N. - Big 35 - R.1656

PREPARATION D'ALLIAGES URANIUM-NIOBIUM PAR REDUCTION EN BOMBE.

Résumé. - Des alliages uranium-niobium ont été préparés par réduction directe par le calcium, du tétrafluorure d'uranium et du pentoxyde de niobium. Par contre, la réduction de l'oxyfluorobate de potassium n'a pas donné de résultats. Des alliages contenant jusqu'à 20 % de niobium ont été obtenus avec succès. De même, des alliages ternaires contenant du chrome et du vanadium ont été préparés par réduction simultanée de l'anhydride chromique ou du pentoxyde de vanadium. La préparation des alliages est décrite et les résultats sont discutés.

J. J. HUET et H. MASSAUX

Rapport C.E.N. - Big 35 - R.1656

PREPARATION D'ALLIAGES URANIUM-NIOBIUM PAR REDUCTION EN BOMBE.

Samenvatting. - Uranium-niobiumlegeringen werden bereid door direkte reductie, met calcium, van uraniumtetrafluoride en niobiumpentoxide. De reductie van potassiumoxyfluorobaat integendeel gaf geen resultaat. Legeringen met tot 20 % niobium werden met succes bekomen. Evenze werden ternaire legeringen, chroom en vanadium bevattend, bereid door gelijktijdige reductie van chroomanhydride of van vanadiumpentoxide. De bereiding van deze legeringen wordt beschreven en de resultaten werden besproken.

## TABLE DES MATIERES.

	<u>Pages.</u>
I. Introduction.	1
II. Mode d'élaboration et résultats expérimentaux.	2
III. Discussion.	4
IV. Conclusions	7
<i>Remerciements.</i>	8
<i>Bibliographie.</i>	9

---

## PREPARATION D'ALLIAGES URANIUM-NIOBIUM PAR REDUCTION EN BOMBE.

---

### I. INTRODUCTION.

Les alliages d'uranium retenant la phase  $\gamma$  sont intéressants pour leur stabilité à l'irradiation et leur résistance à la corrosion par l'eau à haute température. L'addition de niobium à l'uranium en quantité suffisante (à partir de 6 à 10 % environ) (1) (2) (3) permet de retenir la phase  $\gamma$  après trempe.

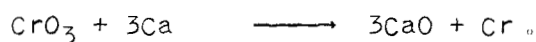
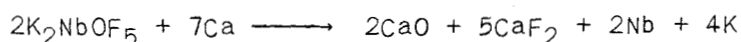
Le niobium métallique est très difficile à obtenir avec une pureté convenable, la teneur résiduelle en oxygène, azote et carbone est comprise entre 0,1 et 0,5 % en poids s'il n'est pas traité de façon très spéciale (dégazage à 2200°C à  $10^{-5}$  mm Hg pendant plusieurs heures) (4). De plus, la vitesse de dissolution du niobium dans l'uranium est très lente ; il faut donc, pour obtenir l'alliage à partir des deux métaux, un temps de maintien assez long à haute température, ce qui augmente encore la contamination par le creuset ou nécessite des fusions à l'arc répétées de façon à éviter l'inhomogénéité.

Une grande partie de ces inconvénients disparaissent s'il est possible de fabriquer par réduction directe, à partir des sels d'uranium et de niobium, l'alliage désiré ou un alliage mère.

Des recherches dans ce sens ont été conduites par O.N. Carlson (5)-(6), J.A. Fellows (7), B.R. Hayward (8).

## II. MODE D'ELABORATION ET RESULTATS EXPERIMENTAUX.

Les réactions entrant en jeu dans les réductions envisagées sont :



Il y a ensuite mixtion des métaux réduits à l'exception du potassium qui n'est pas soluble dans l'alliage obtenu.

La méthode classique de réduction "en bombe" a été employée. La charge est placée dans un cylindre d'acier qui peut être rendu étanche, mis sous vide et qui a un revêtement intérieur en fluorine damée. La charge est composée de tétrafluorure d'uranium anhydre, d'oxyfluoniobate ou oxyde de niobium, d'oxyde de vanadium ou de chrome et de calcium en granules.

La figure 1 donne la disposition adoptée pour les derniers essais. La bombe est placée dans un four vertical chauffé progressivement pour diminuer autant que possible les gradients de température et amener ainsi l'entière de la charge à une température aussi élevée que possible avant la réaction qui est décelée par l'augmentation brusque des températures. La figure 2 donne un enregistrement de la montée en température et de la réaction.

Les premiers essais ont suivi d'assez près les données avancées par O.N. Carlson (5) pour l'obtention d'un alliage U-10 % Nb mais avec l'emploi d'un revêtement en fluorine au lieu du revêtement de dolomie. Comme l'oxyfluoniobate de potassium a pu être trouvé dans le commerce, ce sel a été employé malgré les



ennuis mineurs signalés par Carlson. La charge était légèrement dégazée pendant le début du chauffage et la bombe remplie d'argon "soudure" pour le reste de l'opération. Il est apparu qu'un dégazage prolongé était nécessaire tout au début du chauffage car l'humidité résiduelle provoque un démarrage prématuré de la réaction. Finalement, le dégazage a été fait de façon à obtenir un vide de 0,1 à 0,3 mm Hg pour une température intérieure de 250°C environ.

Les réductions à l'échelle de 500 g n'ayant pas donné de résultats, la charge a été doublée pour diminuer le rapport surface/volume et diminuer ainsi les pertes calorifiques immédiatement après la réaction. Après discussion avec J. Gérard, l'excès de calcium a été diminué car la chaleur absorbée par sa volatilisation est perdue pour l'élévation de la température de l'ensemble et l'oxyfluoniobate a été remplacé par le pentoxyde de niobium qui conduit, pour un alliage à 10 % en poids de niobium, à une scorie qui se rapproche plus de l'eutectique  $\text{CaO-CaF}_2$  <sup>(9)</sup>. Les loupes ainsi obtenues étaient bien séparées de la scorie et le rendement convenable mais elles contenaient de nombreuses porosités et un grand nombre d'inclusions (figure 3). En vue d'améliorer la qualité du métal, la méthode de chauffage intérieur du dessus de la charge employé par C. Decroly et al pour l'obtention du Zircaloy <sup>(10)</sup> a été utilisée et une disposition plus compacte de la charge a été adoptée. On a ainsi obtenu un métal sans porosité et contenant beaucoup moins d'inclusions (figures 4 à 12). Dans l'espoir de diminuer encore la quantité d'oxydes, un essai de réduction de l'oxyfluoniobate a de nouveau été tenté avec ces nouvelles dispositions mais ici encore, la séparation métal-scorie ne s'est pas faite, il s'est formé par ailleurs une quantité non négligeable de potassium métallique qui s'est condensé autour des fils du thermocouple.

Ayant constaté que certains alliages ternaires possédaient des propriétés intéressantes, des réductions d'alliages U-5 % Nb-0,5 % V ont été tentées sans grand succès. Par contre, les alliages U-10 % Nb-1 % V et U-10 % Nb-1 % Cr ont donné de bons résultats (figures 12 à 16). De même un alliage

U-20 % Nb a été obtenu avec succès (figures 17 et 18) quoiqu'il semble que l'on se trouve très près de la limite au-delà de laquelle la séparation métal-scorie ne se fait plus. Les micrographies montrent que la porosité reste très faible dans ces alliages bien que le nombre d'inclusions augmente légèrement.

Les principales caractéristiques de ces réductions sont reprises au tableau I.

Les analyses chimiques faites en différents endroits montrent, en général, une ségrégation du niobium vers le dessus et le milieu de la loupe ; ces différences peuvent être assez fortes mais à l'exception de l'essai BII où la teneur en niobium est trop faible, la teneur moyenne a approximativement la valeur nominale. Les impuretés courantes Fe, Al, Si, B sont en proportions relativement faibles, le carbone est légèrement élevé et l'azote assez fort, mais aucune précaution spéciale n'a été prise pour diminuer ces teneurs. Ces analyses sont reprises au tableau II.

### III. DISCUSSION.

La méthode décrite par O.N. Carlson (5) n'a pas donné de résultat si on remplace le revêtement dolomitique par de la fluorine et si le chauffage est fait lentement plutôt que rapidement. Un chauffage rapide, en principe, risque d'occasionner des gradients de température dans la masse, donc conduire à une quantité de chaleur moindre au moment de la réaction ce qui donne une température finale moins élevée. Le revêtement de fluorine employé ici est beaucoup moins réfractaire que la dolomie calcinée. Comme le point de fusion de la fluorine est certainement inférieur à la température atteinte lors de la réaction, une partie difficilement mesurable entre en fusion, cette chaleur de fusion est perdue pour l'élévation de température de la masse et ceci explique peut-être les différences de résultats.

Les mauvais résultats obtenus par J.A. Fellows pour la réduction de  $\text{UF}_4$  et  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  <sup>(7)</sup> proviennent du fait que c'est le magnésium qui a été employé comme réducteur. Cela est dû à deux raisons : chaleur de réaction moindre avec le magnésium qu'avec le calcium et teneur de la scorie trop élevée en  $\text{MgO}$ . En effet pour un alliage à 10 % de niobium, la teneur théorique en  $\text{MgO}$  est de 19 % ce qui est très loin de l'eutectique  $\text{MgF}_2 - \text{MgO}$  vers 5 % et comme la température du liquidus s'élève extrêmement rapidement au-delà de cet eutectique <sup>(7)</sup>, la quantité de scorie non liquide est élevée et la liquation difficile. La quantité de  $\text{MgF}_2$  provenant de la fusion du revêtement qui s'ajoute à la scorie n'est pas suffisante pour annihiler cet effet.

La réduction par le calcium donne de bons résultats si on emploie le  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  comme produit de départ, ce qui correspond aux données avancées par B.R. Hayward <sup>(8)</sup> quoiqu'il renseigne de bien meilleurs rendements, toujours au-dessus de 98 % et bien souvent au-delà de 99,5 % et cela malgré que ses loupes soient parfois poreuses. Les derniers essais ont donné lieu à des loupes pratiquement exemptes de porosités, où le nombre d'inclusions est nettement inférieur à celles montrées par Hayward. Cela indique peut-être que dans les derniers essais, les carbures et les nitrures ont le temps de liquater vers le dessus de la loupe et de se dissoudre dans la scorie.

En laissant toutes les autres conditions égales, l'insuccès obtenu en partant de l'oxyfluoniobate au lieu de l'oxyde comme produit de départ est sans doute dû au fait que la chaleur de vaporisation du potassium est perdue pour l'élévation de température de la masse au moment de la réaction. On remarque de même que le fait de ramener l'excès de calcium de 25 à 12,5 % améliore très fortement la qualité du métal obtenu (essais B12 et B13, figures 6 et 9) ; cela est dû ici à la chaleur de vaporisation du calcium en excès.

Il est d'autre part certain que le refroidissement lent, s'il est favorable à l'obtention d'un métal pur, est défavorable au point de vue de la

ségrégation ; celle-ci semble inévitable car la différence entre le solidus et le liquidus dans le diagramme U-Nb est grande (11) entre 5 et 70 % Nb, différence qui, d'après certaines indications, semble encore plus grande que celle indiquée sur le diagramme (12) ; le solide riche en niobium, plus léger, a donc le temps de se concentrer vers le dessus de la loupe. La montée rapide du liquidus peut aussi expliquer les mauvais résultats obtenus avec les réductions d'alliages U-5 % Nb - 0,5 % V alors que l'alliage U-10 % Nb - 1 % V donne de bons résultats ; en effet, l'enthalpie de réaction supplémentaire apportée par la réduction du  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  au lieu de  $\text{UF}_4$  par le calcium n'est pas suffisante pour compenser l'élévation de température du liquidus pour les alliages à faible teneur alors que cette compensation est effective pour les alliages à plus forte teneur.

La quantité de métal  $\gamma$  transformée en  $\alpha + \gamma_2$  est plus élevée, pour une même teneur en niobium, dans les loupes contenant moins d'inclusions (figures 8 et 10) ; cela indique que l'énergie thermique emmagasinée dans le métal est plus grande et cela correspond à la mesure de l'élévation de température due à la réaction mesurée contre la paroi de la bombe en prenant les différences de pentes de la courbe temps-température (fig. 2) immédiatement avant et après la réaction ; les meilleures loupes sont celles où cette élévation est la plus grande. La réduction de  $\text{UF}_4$  et du  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  donne de bons résultats mais il serait évidemment souhaitable d'introduire moins d'oxygène dans la charge. Cela pourrait se faire si on parvient à préparer un fluorure simple de niobium qui ne soit pas trop volatil et relativement stable. Un fluorure double peut également convenir si le second métal ne se réduit pas par le calcium ou, si la réduction a lieu, il faut que ce second métal ne soit pas soluble dans l'alliage si on ne désire pas faire d'alliages ternaires et ne soit pas volatil comme le potassium qui a conduit à de mauvais résultats. Ces exigences conduisent à considérer l'obtention d'un fluorure double de niobium et de calcium dans le cas où un alliage binaire est demandé ou un fluorure double de niobium et d'un métal qui serait souhaité comme addition ternaire. L'utilisation de ces fluorures non oxygénés per-

mettrait peut-être, de plus, d'obtenir des alliages plus riches en niobium sans risque d'avoir une scorie trop riche en  $\text{CaO}$ .

Il apparaît enfin que l'on se trouve même dans le meilleur cas assez près de la limite en dessous de laquelle la liquation ne se fait plus bien ; en effet, une moins bonne qualité de calcium, un dégazage mal soigné conduisent à un échec. Il faudrait étudier les facteurs qui peuvent retarder le démarrage de la réaction qui se fait toujours au maximum vers  $620^{\circ}\text{C}$  pour augmenter la quantité de chaleur emmagasinée avant la réaction. Une marge de sécurité plus grande serait évidemment obtenue en travaillant à plus grande échelle.

#### **IV. CONCLUSIONS.**

La qualité du métal obtenu par la coréduction du tétrafluorure d'uranium et du pentoxyde de niobium par le calcium est supérieure à celle obtenue par la fusion des deux métaux. La première méthode est certainement moins onéreuse. Le métal obtenu n'a pas une composition homogène mais peut très bien convenir comme stock pour la refusion ou d'alliage mère. La méthode est valable jusqu'à des teneurs de 20 % au moins en niobium et pour des alliages ternaires contenant du chrome ou du vanadium.

**REMERCIEMENTS.**

Nous tenons à remercier tout particulièrement M. L. Habraken, Ingénieur en chef et M. P. Tyou, Licencié en Sciences, du Centre National de Recherches Métallurgiques (C.N.R.M.), Section de Liège, pour les délicates analyses d'oxygène par fusion sous vide, exécutées en leurs laboratoires, M. R. De Knock pour l'aide qu'il a apportée au début de ce travail et Mme M. Heylen pour les métallographies des alliages ainsi que Mme Constant, M. F. Lievens et M. Ph. Mechelynck pour les diverses analyses qu'ils ont bien voulu faire et mettre au point.

**BIBLIOGRAPHIE.**

- (1) R.K. Mc GEARY -  
*"Development of uranium base alloys corrosion resistant in high temperature water - Part. 1".*  
U.S.A.E.C. report WAPD-127, (1955).
- (2) J.R. MURRAY et F.L. JAGGER -  
*"The examination of uranium-molybdenum and uranium-niobium alloys for irradiation tests".*  
AERE M/M-182, (1958).
- (3) A.E. DWIGHT et M.H. MUELLER -  
*"Constitution of the uranium rich uranium-niobium and uranium-niobium zirconium systems".*  
USAEC report ANL-5581, (1957).
- (4) W.C. O'DRISCOLL et G.L. MILLER -  
*"Purification of niobium by sintering".*  
Journal of the Institute of Metals 85, p.379-83, (1956-7).
- (5) O.N. CARLSON -  
*"Preparation of ingots of uranium-niobium alloys".*  
U.S.A.E.C. report I.S.C.-743, (1955).
- (6) H.A. WILHELM et O.N. CARLSON -  
*"Semi-annual summary research report in metallurgy".*  
U.S.A.E.C. report I.S.C.-835, (1956).
- (7) J.A. FELLOWS -  
*"Bomb reduction, forging and extrusion of uranium and uranium alloys".*  
U.S.A.E.C. report TID-7546, (1958).

(8) B.R. HAYWARD -

*"Preparation of uranium-columbium alloys by bomb reduction".*

USAEC report. LA-1407, (1952).

(9) E.M. LEVIN, H.F. Mc MURDIE, F.P. HALL -

*"Phase diagrams for ceramists".*

The American Ceramic Society Inc, (1956).

(10) C. DECROLY, J. GERARD, D. TYTGAT -

*"Contribution à l'étude de la préparation du zirconium et de certains de ses alliages par réduction métallothermique".*

Rapport Blg.18, (1958).

(11) B.A. ROGERS et al. -

*"Uranium-Columbium alloy diagram".*

The American Society of Mechanical engineers - 2nd Nuclear Engineering and science conference, paper 57.NESC-5. (1957).

(12) J.A. FELLOWS -

Communication personnelle.



TABLEAU I.

Principales caractéristiques des réductions d'alliages U-Nb.

Essai n°	Quantités chargées (g)				Excès de Ca %	Poids de la loupe (g)	Rende- ment %	Composition théorique	T° de démarrage (°C)		Vitesse d'élévat. de T° app. la réac- tion = (°C/min)	Remarques.
	UF <sub>4</sub>	Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Ca					à l'ext. de la paroi.	à 2 cm au- dessous de la charge.		
B 1	650	147(1)	—	336	40	—	—	8,9 % Nb	—	—	—	Séparation très mauvaise du métal et de la scorie.
B 2	650	147(1)	—	336	40	—	—	8,9 % Nb	300	—	—	Mauvais dégazage - mét. spongieux.
B 3	650	147(1)	—	336	40	—	—	8,9 % Nb	660	—	—	Mélange de billes métalliques et de scorie.
B 4	1000	230(1)	—	460	35	—	—	8,8 % Nb	7(2)	—	—	Séparation très mauvaise.
B 5	1300	261	—	565	25	1042	94,8	10,3 % Nb	602	—	1,6	Bonne séparation - porosité.
B 6	1300	261	—	565	25	1025	93,3	10,3 % Nb	597	337	1,5	Bonne séparation - porosité.
B 7	1000	230(1)	—	460	35	—	—	8,8 % Nb	545	378	—	Mauvaise séparation.
B 8	1300	75	9,3	450	12,5	—	—	5 % Nb + 0,5 % V	530	340	—	Mauvais dégazage - mauv. séparat.
B 9	1300	75	9,3	450	12,5	820	78,7	5 % Nb + 0,5 % V	598	360	1,6	Séparation incomplète.
B10	1300	75	9,3	450	12,5	—	—	5 % Nb + 0,5 % V	645	345	—	Calcium de mauvaise qualité - séparation très mauvaise.
B11	1300	161	—	565	25	1050	95,5	10 % Nb	(>550)(2)	(>550)(2)	—	Très bonne séparation - augmentation du $\phi$ .
B12	1300	161	—	565	25	1060	96,4	10 % Nb	628	650	2,4	Très bonne séparation - chauffage du dessus de la charge.
B13	1300	161	—	510	12,5	1047	95,3	10 % Nb	593	(1)(2)	6,4	Très bonne loupe.
B14	1187	303(1)	—	510	12,5	—	—	10 % Nb	626	678	—	Potassium métallique - mauvaise séparation.
B15	1247	71,5	9,0	430	12,5	904	90,4	5 % Nb + 0,5 % V	616	628	3,7	Séparation incomplète.
B16	1318	161	20,4	540	12,5	1051	93,8	10 % Nb + 1 % V	587	580	7,1	Bonne loupe.
B17	1318	161	21,5(3)	550	15	1080	95,2	10 % Nb + 1 % Cr	645	645	4,2	Bonne loupe.
B18	1186	322	—	626	15	1030	91,6	20 % Nb	562	568	3,6	Bonne séparation, mais la scorie colle à la loupe.

(1) K<sub>2</sub>NbOF<sub>5</sub> au lieu de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.

(2) Appareil ou thermocouple défectueux.

(3) CrO<sub>3</sub> au lieu de V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.

TABLEAU II.

Résultats des analyses chimiques des réductions U-Nb.

n° de l'essai	Pourcentages théoriques			Pourcentages trouvés en différents endroits								Moyenne des impuretés (p.p.m.)						
				Niobium (x) (+)				V ou Cr (x) (+)										
	Nb	V	Cr	1	2	3	4	1	2	3	4	Si (+)	Fe (+)	Al (+)	B (+)	C (o)	N (-)	O (l)
B 5	10,3	—	—	10,65	9,25	10,2	8,7	—	—	—	—	0,7	42	11	0,5	3000	—	—
B 6	10,3	—	—	11,55	9,1	9,7	7,8	—	—	—	—	1,3	24	18	1,4	970	400	170
B 9	5	0,5	—	7,45	6,5	3,5	3,5	0,44	0,54	0,48	0,62	0,8	30	22	0,3	2050	260	160
B11	10,3	—	—	6,15	5,6	7,6	6,7	—	—	—	—	0,9	32	24	0,9	740	820	90
B12	10,3	—	—	10,3	8,9	6,9	9,6	—	—	—	—	5,5	9	4	0,1	640	580	100
B13	10,3	—	—	10,7	9,9	7,0	9,2	—	—	—	—	29	12	8,4	0,1	640	610	320
B16	10	1	—	12,7	10,4	12,3	12,3	1	1,25	0,85	1	22	18	4,5	0,4	820	920	290
B17	10	—	1	12,1	6,7	8,6	11,7	0,96	0,91	0,86	1,05	22	50	13	0,5	840	820	280
B18	20	—	—	23,3	21	22,1	21	—	—	—	—	38	10,5	4	0,4	1150	670	500

- (x) 1 : milieu de la face supérieure  
 2 : bord de la face supérieure  
 3 : milieu de la face inférieure  
 4 : bord de la face inférieure

(+) analyse spectrographique

(o) analyse par combustion

(-) analyse par la méthode de Kjeldahl

(l) analyse par fusion sous vide (au CNRM, Liège).

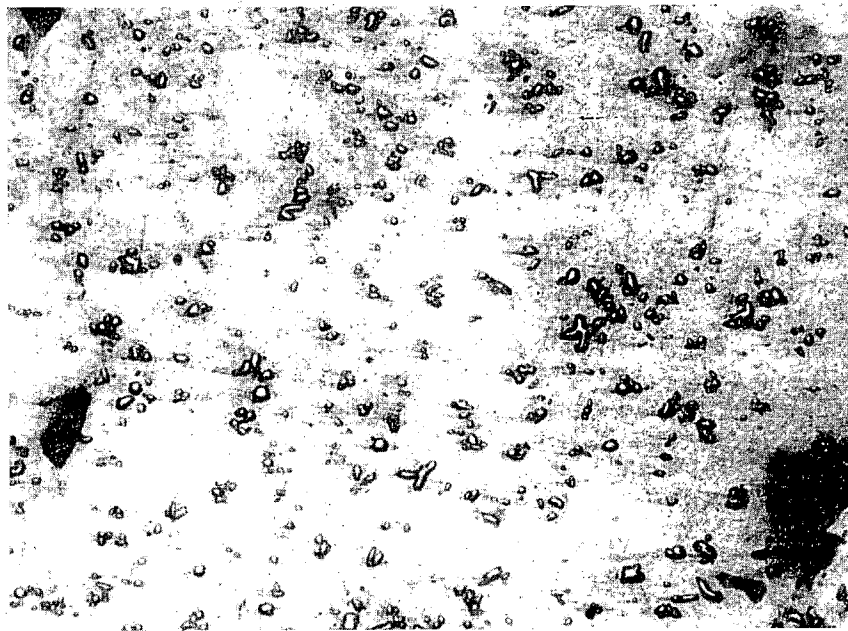


Figure 3 : Essai n° 5-polissage mécanique (250x). Présence de nombreuses inclusions de nitrures et de la porosité.

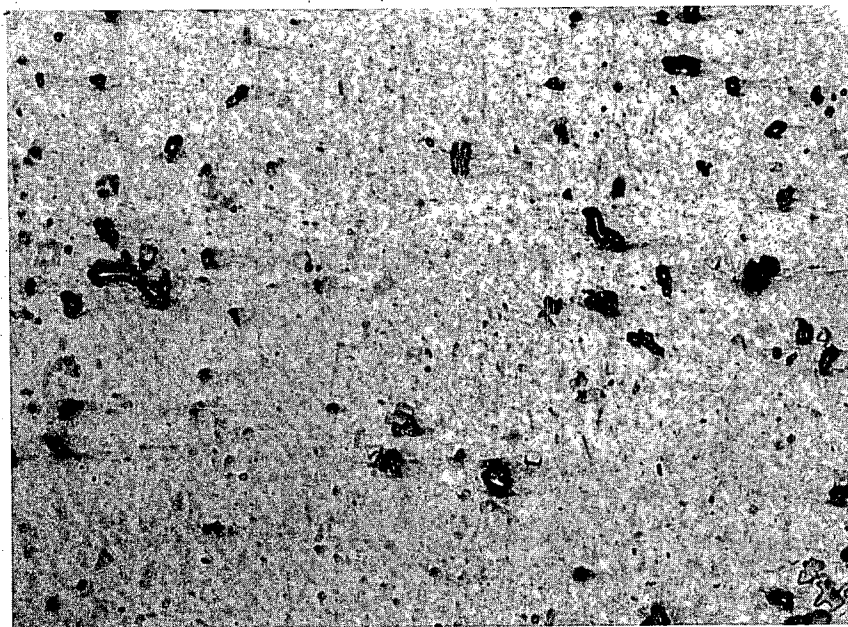


Figure 4 : Essai n° 11-polissage mécanique (250x). Présence d'inclusions de nitrures (blanches) et de carbures (grises), encore quelques porosités.

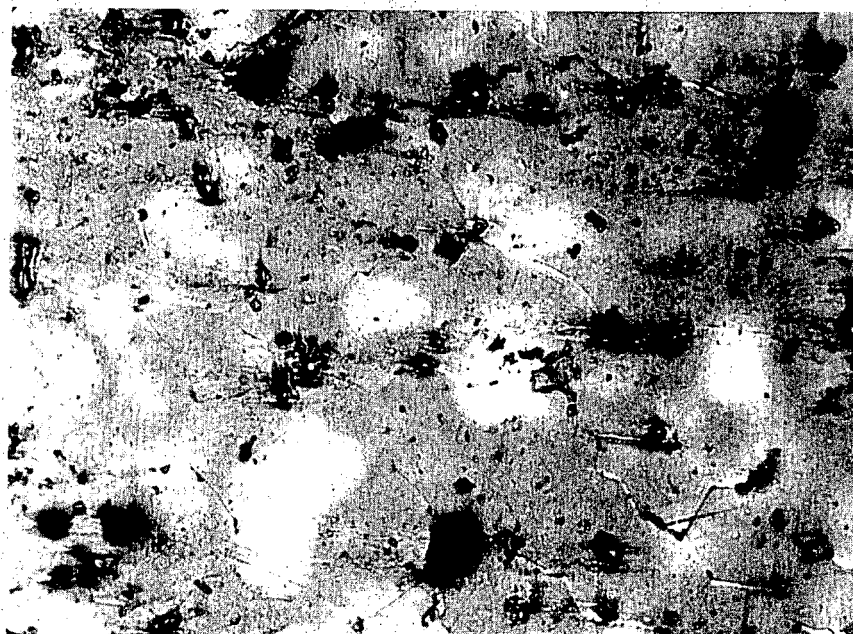


Figure 5 : Essai n°11-polissage mécanique et électrolytique, attaque chimique (250×). Présence d'inclusions et de porosité ; un début de décomposition aux joints de certains grains et une homogénéité microscopique.

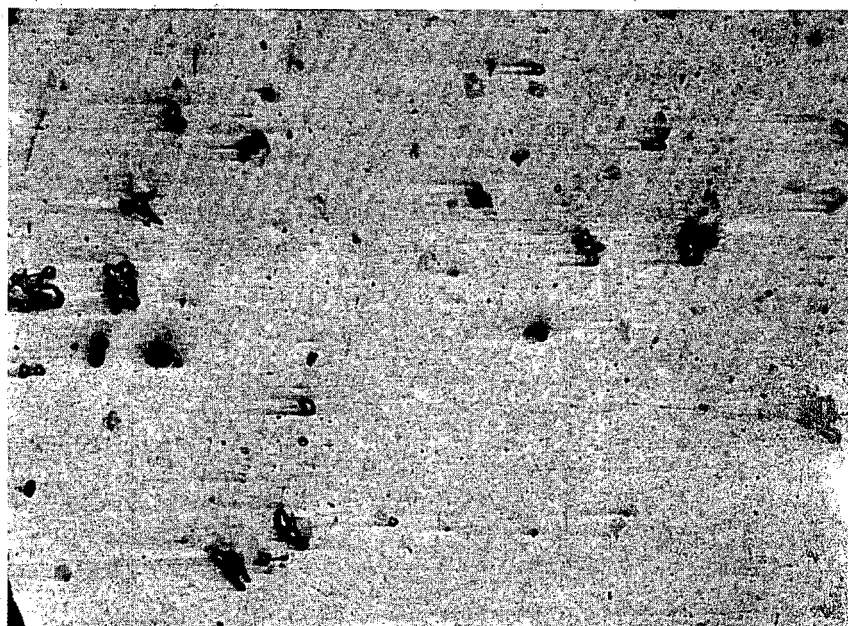


Figure 6 : Essai n°12-polissage mécanique (250×). Il y a encore des inclusions de carbure et de nitrure et un peu de porosité.

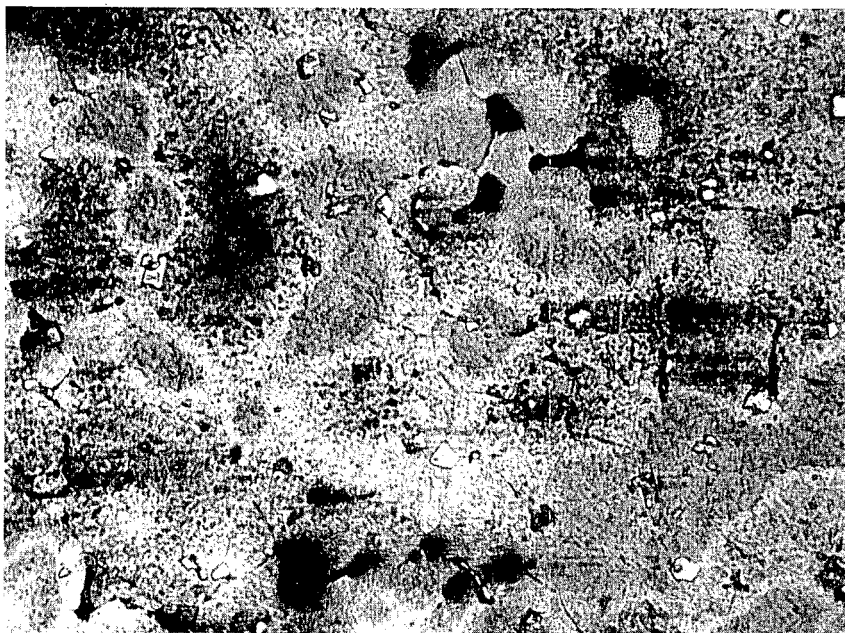


Figure 7 : Essai n°12-polissage mécanique et électrolytique, attaque chimique (250x). Mêmes remarques que pour la figure 1.

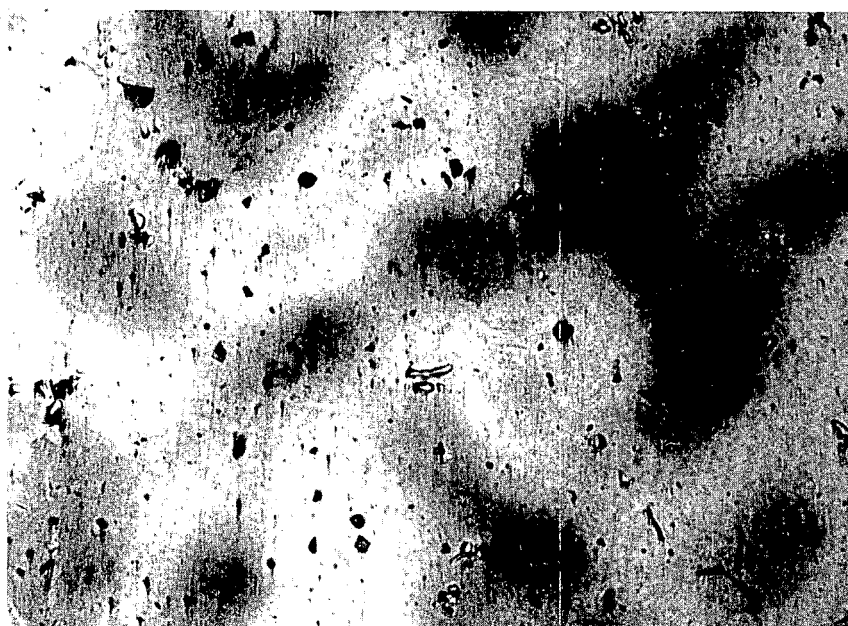


Figure 8 : Essai n°12 après 24 h à 950°C et trempa au mercure. Polissage mécanique et électrolytique, attaque chimique (250x). Un chauffage de 24 h à 950°C ne suffit pas à éliminer l'hétérogénéité métallurgique.

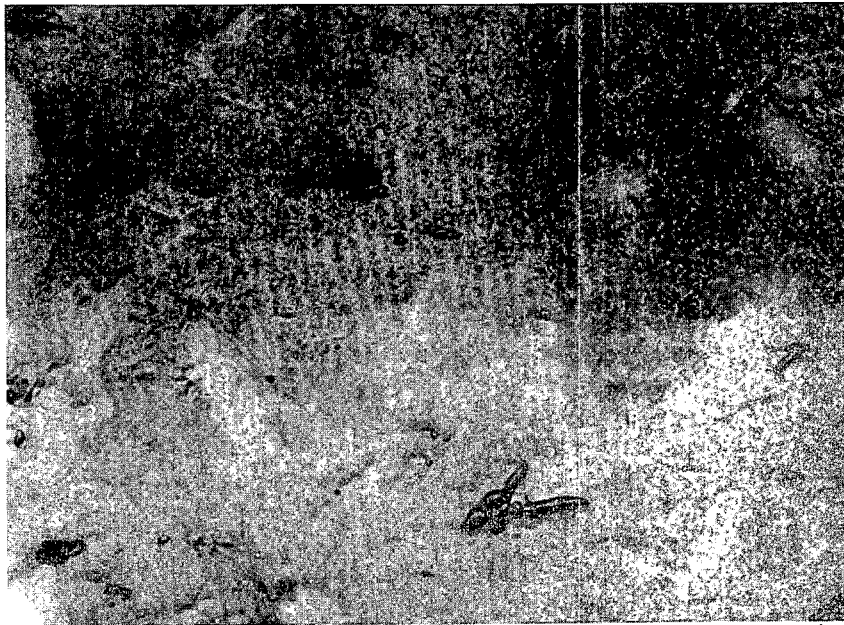


Figure 9 : Essai n°13-polissage mécanique (250×). Il y a beaucoup moins d'inclusions et pas de porosité. Le métal  $\gamma$  est presque entièrement décomposé.

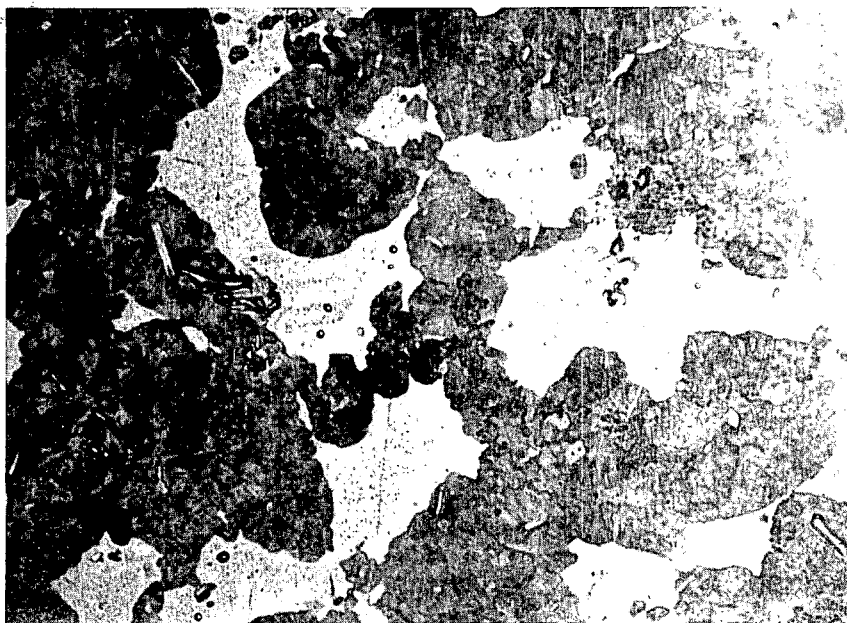


Figure 10 : Essai n°13-polissage mécanique et électrolytique, attaque chimique (250×). Mise en évidence par l'attaque, de l'état de décomposition de la phase  $\gamma$ .



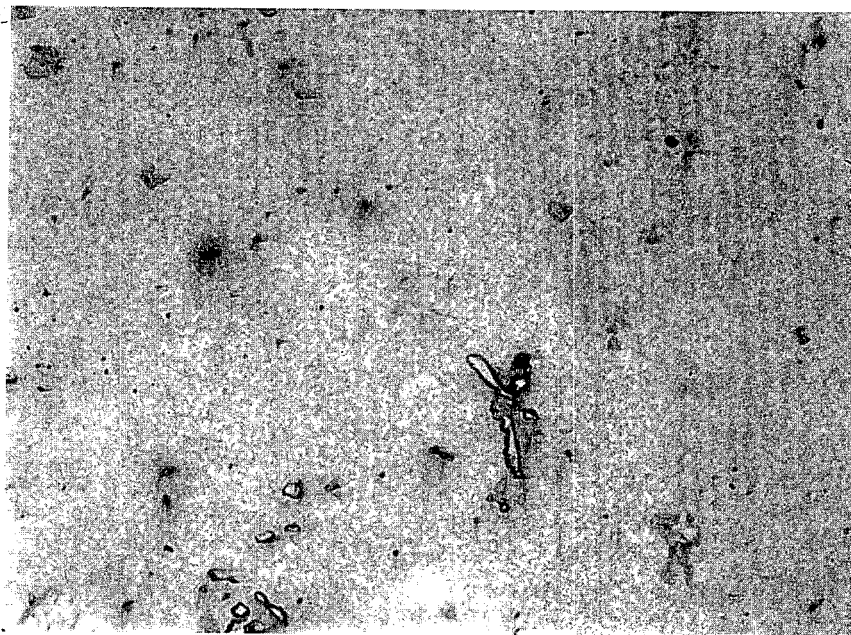


Figure 11 : Essai n°13 après 24 h à 950°C et trempe au mercure. Polissage mécanique. Le métal est de nouveau en phase  $\gamma$ . (250x)

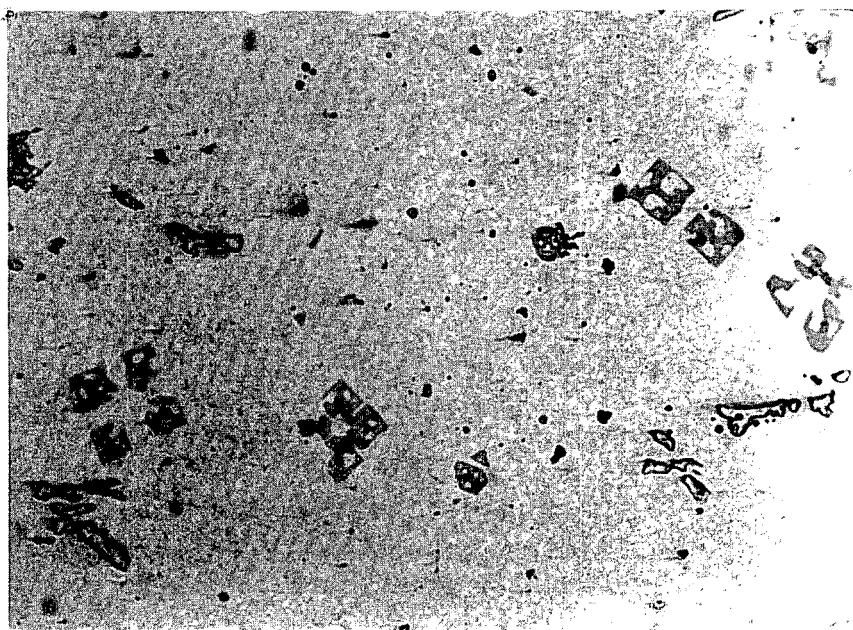


Figure 12 : Essai n°16-polissage mécanique (250x). Présence d'inclusions de carbure plus grandes que précédemment.

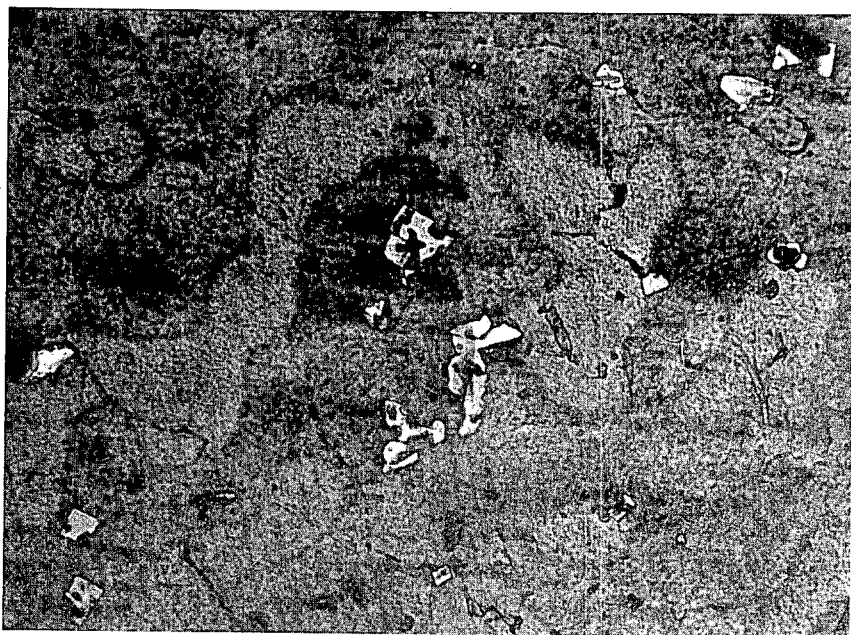


Figure 13 : Essai n°16-polissage mécanique et électrolytique, attaque chimique (250×). Inhomogénéité microscopique et début de décomposition aux joints des grains.

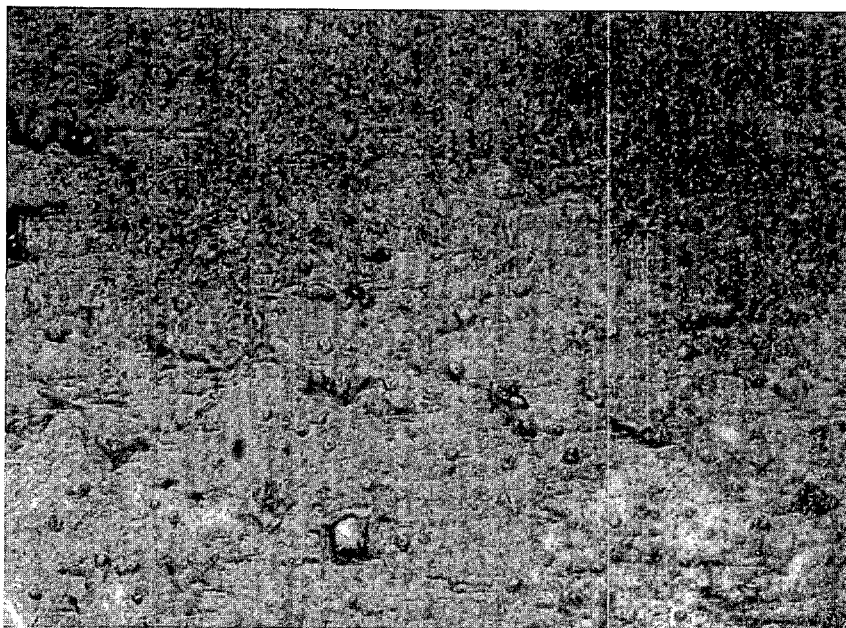


Figure 14 : Essai n°17-polissage mécanique (250×). Inclusions de nitrure très visibles.



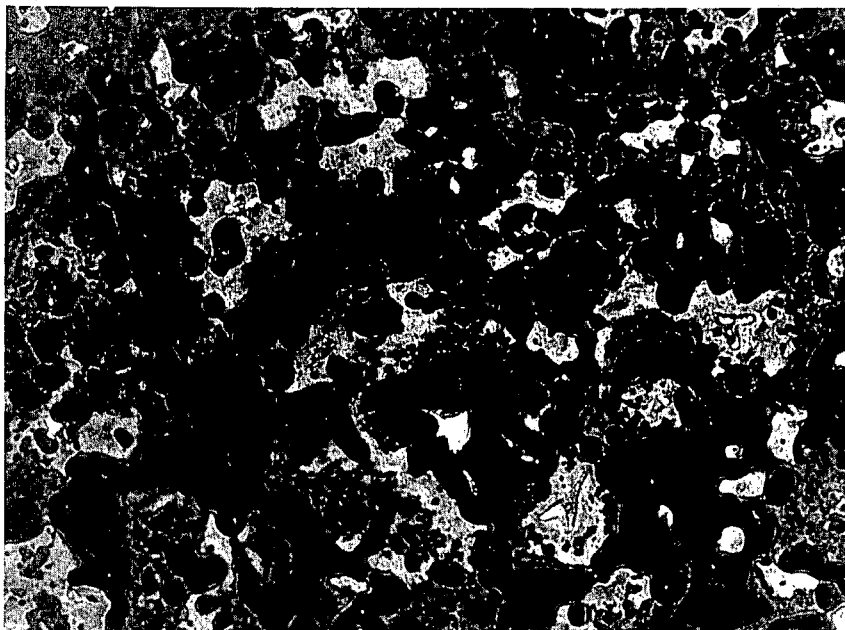


Figure 15 : Essai n°17-polissage mécanique et électrolytique, attaque chimique (250×). Le métal  $\gamma$  est partiellement décomposé.



Figure 16 : Essai n°17 après 24 h à 950°C et trempe au mercure-polissage mécanique et électrolytique, attaque chimique (250×).  
Le métal est de nouveau en phase  $\gamma$  avec peu d'inhomogénéité microscopique.



Figure 17 : Essai n°18-polissage mécanique (250×). Il y a plus d'inclusions que dans les essais précédents et quelques pores.



Figure 18 : Essai n°18-polissage mécanique et électrolytique, attaque chimique (250×). Le métal  $\gamma$  n'est pas décomposé, il y a de l'inhomogénéité microscopique.

Fig:1 - SCHEMA DE MONTAGE DE LA BOMBE -

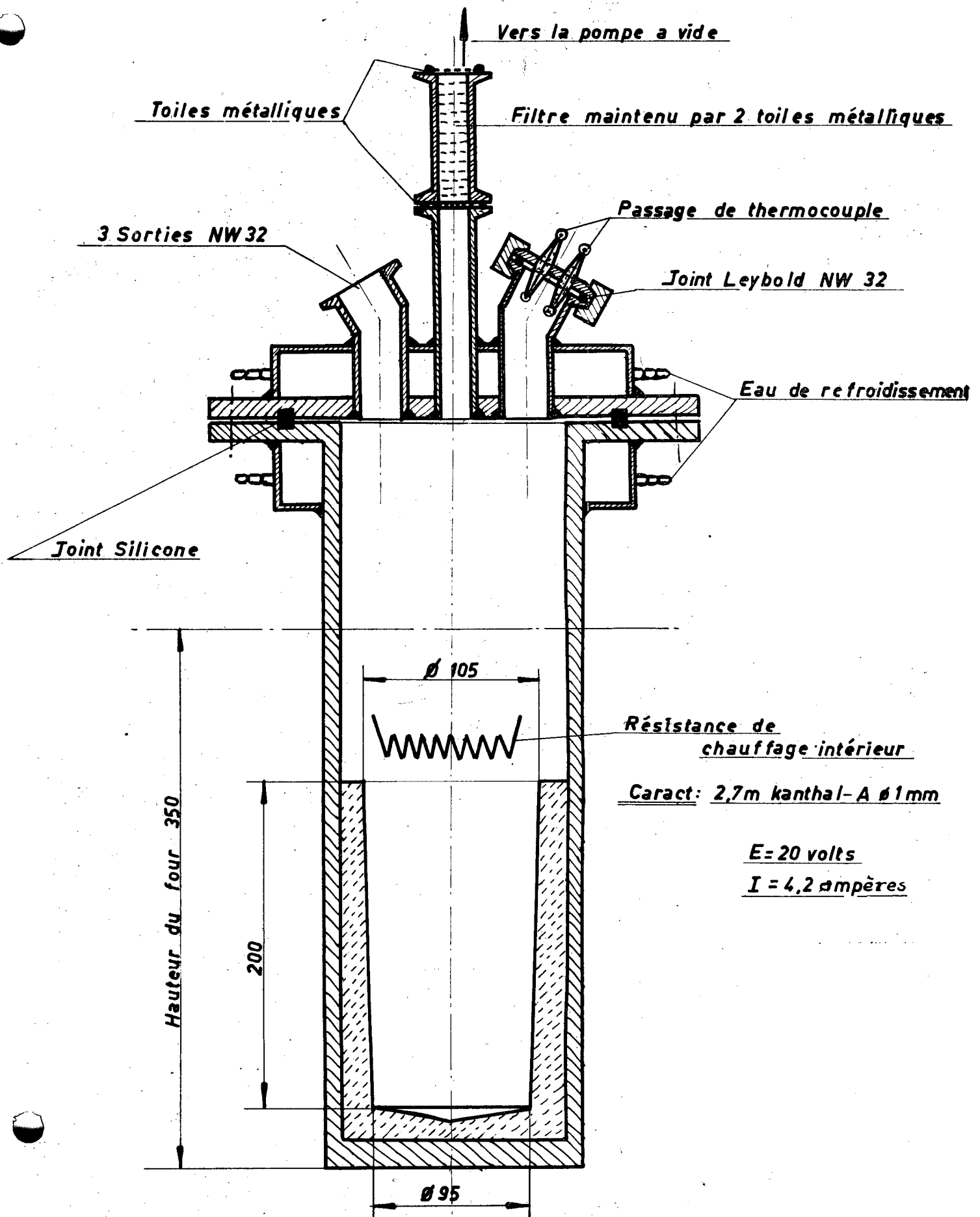


FIG: 2 - DIAGRAMME DE MONTEE EN TEMPERATURE -

