# JACQUES FARRAN

# Contribution à l'étude des propriétés optiques structurales et superficielles des cristaux métalliques au moyen du microscope métallographique polarisant

Annales de la faculté des sciences de Toulouse 4<sup>e</sup> série, tome 13 (1949), p. 1-55 <a href="http://www.numdam.org/item?id=AFST\_1949\_4\_13\_1\_0>">http://www.numdam.org/item?id=AFST\_1949\_4\_13\_1\_0></a>

© Université Paul Sabatier, 1949, tous droits réservés.

L'accès aux archives de la revue « Annales de la faculté des sciences de Toulouse » (http://picard.ups-tlse.fr/~annales/) implique l'accord avec les conditions générales d'utilisation (http://www.numdam.org/conditions). Toute utilisation commerciale ou impression systématique est constitutive d'une infraction pénale. Toute copie ou impression de ce fichier doit contenir la présente mention de copyright.

# $\mathcal{N}$ umdam

Article numérisé dans le cadre du programme Numérisation de documents anciens mathématiques http://www.numdam.org/

# ANNALES

# FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE, pour les sciences mathematiques et les sciences physiques.

# CONTRIBUTION A L'ÉTUDE DES PROPRIÉTÉS OPTIQUES STRUCTURALES ET SUPERFICIELLES DES CRISTAUX MÉTALLIQUES AU MOYEN DU MICROSCOPE MÉTALLOGRAPHIQUE POLABISANT.

par Jacques FARRAN

#### Résumé.

Ce travail met en évidence les applications pratiques du microscope métallographique polarisant.

a) L'étude de l'anisotropie optique superficielle des surfaces striées donne d'intéressants renseignements concernant la microgéométrie des surfaces. Elle permet, en outre, de définir pour chaque substance un facteur mécanique, fonction à la fois de sa dureté et de sa plasticité, qui rend compte de la facilité avec laquelle cette substance peut être polie.

b) Le microscope métallographique polarisant a été utilisé avec profit pour l'étude des composés intermétalliques des alliages légers. Son emploi a permis, en particulier, d'établir une table de caractères optiques de diagnose des constituants des alliages suivants : Al-Ba; Al-Ca; Al-Ce; Al-Co; Al-Cr; Al-Cu; Al-Fe; Al-Mn; Al-Ni; Al-Ti: Al-V.

## INTRODUCTION

Les rayons X et l'analyse micrographique sont actuellement les moyens les plus couramment employés par les métallographes pour l'identification des composés intermétalliques.

L'emploi des rayons X permet de définir, à l'échelle de l'atome, la structure cristalline de chacun de ces composés pris individuellement et de déceler leur présence au sein d'un alliage.

On ne peut pas cependant, par ce moyen, obtenir des renseignements sur les diverses étapes de la cristallisation ni sur les dispositions relatives des constituants. Il est nécessaire pour cela de s'adresser à l'analyse micrographique, qu'on doit en général faire précéder d'une attaque chimique, afin de révéler la structure de l'alliage et de mettre en évidence ses différentes phases.

Ces attaques chimiques présentent, cependant, de notables inconvénients dus, en particulier, à la grande diversité des réactifs, à l'influence de la température sur les résultats, à la durée des opérations. Les observations sont souvent imprécises et quelquefois ambiguës. Enfin, une attaque chimique détériore toujours une section polie; si l'on est amené à employer successivement plusieurs réactifs, il sera nécessaire chaque fois de repolir l'échantillon examiné.

Les méthodes de la cristallographie optique qui sont susceptibles de fournir, sans attaques, des caractères de diagnose souvent spécifiques peuvent ainsi rendre de précieux services dans les études métallographiques.

En étendant aux minéraux opaques les méthodes si fructueuses de la Pétrographie des cristaux transparents, les Minéralogistes ont déjà montré tout l'intérêt des observations cristallographiques par réflexion.

Ces méthodes, précieuses pour la diagnose, le sont aussi pour la recherche purement cristallographique; elles permettent en effet, de définir la symétrie de nombreuses substances, d'en repérer les faces cristallines, et par ce travail préalable, de simplifier considérablement les études de structures au moyen des rayons X.

Nous nous sommes proposés, à l'origine de ce travail, la détermination des propriétés optiques structurales des constituants de divers alliages légers [15].

Nous avons constaté, par la suite, combien l'observation de ces propriétés pouvait être affectée par les accidents de surface et en particulier par les fins réseaux de stries subsistant sur une section après le dernier polissage mécanique.

Il nous a donc paru logique de compléter ce travail par une étude des propriétés optiques superficielles des métaux striés.

Avant d'exposer l'ensemble de nos travaux, qu'il nous soit permis d'exprimer notre gratitude la plus profonde à Monsieur le Professeur L. CAPDECOMME, qui après nous avoir initié aux recherches métallographiques en lumière polarisée, nous a orienté vers cette étude et n'a cessé de nous guider de ses conseils précieux. C'est dans son Laboratoire et sous sa direction que nous avons travaillé.

Nous remplissons un agréable devoir en remerciant Monsieur F. TROMBE, Maître de Recherches au Centre National de la Recherche Scientifique, pour le très aimable accueil qu'il nous a réservé dans son Laboratoire et les facilités de travail que nous y avons trouvées.

Notre reconnaissance va également à Monsieur J. ORCEL, Professeur au Muséum d'Histoire Naturelle, et à Monsieur DELPY, Directeur de la Poudrerie Nationale de Toulouse, qui ont bien voulu s'intéresser à nos recherches.

La Société Française d'Exploitation des Matériels Hispano-Suiza, ainsi que la Compagnie Alais, Froges et Camargue ont grandement facilité l'exécution de nos alliages. Nous les en remercions très vivement.

Nous avons travaillé en cordiale collaboration avec notre camarade T. CAMBON, qui effectuait une étude analogue sur les bronzes et les siliciures.

# RAPPEL DES MÉTHODES FONDAMENTALES DE DIAGNOSE

Nous donnons ici un résumé succint de la théorie du microscope métallographique polarisant, telle qu'elle a été exposée par L. CAPDECOMME, dans diverses publications [10] [13].

Entre polariseurs croisés l'observation d'une surface optiquement isotrope montre une frange noire diamétrale, de part et d'autre de laquelle se développent des zones progressivement éclairées, dues aux rotations progressives des vibrations dans l'illuminateur (fig. 1).



FIG. 1.

Une section optiquement anisotrope possède deux directions privilégiées perpendiculaires entre elles, à chacune desquelles correspondent un indice de réfraction  $\nu$  et un indice d'extinction  $\chi$ .

A chaque direction affectée des indices v et  $\chi$  correspond un pouvoir réflecteur ou coefficient de réflexion :

$$R = \frac{(\nu - 1)^{2} + \chi^{2}}{(\nu + 1)^{2} + \chi^{2}}.$$

Une vibration lumineuse incidente OA, tombant normalement sur une lame cristalline, se décompose suivant les deux directions privilégiées en deux vibrations Oa et Oa' auxquelles s'appliquent respectivement les deux pouvoirs réflecteurs différents  $R_1$  et  $R_2$ . Les vibrations réfléchies Ob et Ob' ne sont plus dans le même rapport que Oa et Oa'.

La vibration résultante réfléchie OB tourne donc d'un angle  $_{(\alpha)}$ , constant dans tout le champ, en se rapprochant du plus grand des deux pouvoirs réflecteurs principaux (*fig.* 2).

Soit  $\alpha$  l'angle  $\widehat{AOR}_1$ , on démontre [22] que



F1G. 2.

Le rapport  $\frac{R_{_4}}{R_{_2}} = \rho$  est appelé l'anisotropie de réflexion de la section.

Dans la pratique  $\omega$  est maximum lorsque  $\alpha$  est voisin de 45° et sa valeur est alors :

$$\omega_m = \frac{\sqrt{\rho}-1}{\sqrt{\rho}+1};$$

 $\omega$  est nul quand  $\alpha = 0$  ou  $\alpha = \frac{\pi}{2}$ , c'est-à-dire quand la vibration incidente coïncide avec l'une des directions privilégiées de la section cristalline.

Conséquences.

## a) Caractères d'une section isotrope :

 ω est constamment nul; on observe une frange noire diamétrale qui ne bouge pas au cours des rotations de la platine, c'est-à-dire lorsque α varie.
 b) Caractères d'une section anisotrope :

la section provoque une rotation  $\omega$  qui varie lorsqu'on fait tourner la platine. La frange obscure se déplace alors de telle façon que  $\omega$  compense la rotation due à l'illuminateur. Quand on fait tourner la platine  $\omega$  varie et la frange obscure se déplace dans le champ (*fig. 3*).

Si on opère en lumière blanche, les rotations dues à l'illuminateur sont pratiquement les mêmes pour toutes les longueurs d'onde. Par contre, les rotations  $\omega$  dues à l'anisotropie peuvent varier avec la longueur d'onde. Les différentes couleurs ne seront donc pas éteintes dans la même région du champ; on observera, par conséquent, une série de franges colorées, la couleur dominant dans une région étant complémentaire de celle qui y est éteinte.



#### Conséquences pratiques pour l'étude optique d'une espèce cristalline opaque.

Nous envisagerons successivement deux cas :

a) Toutes les sections de l'espèce étudiée sont optiquement isotropes.

La frange noire reste toujours au centre lorsqu'on fait tourner la platine. Dans ce cas, l'espèce cristalline est de symétrie cubique.

b) Les sections sont généralement anisotropes :

1° Si l'on trouve quelques sections présentant l'isotropie optique, elles sont forcément perpendiculaires à un axe de symétrie d'ordre supérieur ou égal à 3; le cristal est donc uniaxe. Dans ce cas, on convient d'appeler Ke, le pouvoir réflecteur extraordinaire porté par la direction de l'axe principal de symétrie et Ro, le pouvoir réflecteur ordinaire situé dans le plan p (001).

Si Re > Ro le cristal sera dit uniaxe positif.

Si Ro > Re le cristal sera dit uniaxe négatif.

2° Si aucune section ne présente l'isotropie optique le cristal est biaxe. Il est alors possible, en général, de répartir les pouvoirs réflecteurs principaux suivant les éléments de symétrie du cristal.

Dans tous les cas où le composé étudié n'est pas cubique, l'anisotropie maximum se déduit du déplacement maximum de la frange au cours d'une rotation de la platine. A cet effet, le réticule porte une échelle graduée en degrés et préalablement étalonnée avec des sections d'anisotropie connue, [10].

Des deux côtés de la frange nous noterons les couleurs dues à la dispersion. La couleur que présente le bord intérieur de la frange est celle pour laquelle l'anisotropie est maximum; c'est en effet celle qui est éteinte le plus loin du centre.

Il est donc possible de reconnaître immédiatement si l'anisotropie varie dans le même sens que la longueur d'onde (r > v), ou en sens inverse (v > r).

En résumé les observations à faire sont schématisées dans le tableau suivant :

Toutes les sections sont isotropes : le composé est cubique.



Sections en général anisotropes

- a) valeur de l'anisotropie maximum.
- b) couleurs de dispersion.
- c) variation de l'anisotropie en fonction de la longueur d'onde.

aucune section isotrope : cristal biaxe Repartition des pouvoirs réflecteurs sur les axes.

Ces observations peuvent être complétées, dans certains cas, par l'observation des formes géométriques.

## PREMIÈRE PARTIE.

# PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS

# ÉLABORATION DES ALLIAGES

Les alliages à point de fusion relativement bas et dont l'élaboration ne présentait pas de difficultés particulières, dues, par exemple, à la grande oxydabilité d'un de leurs éléments, ont été réalisés au four **Meke**r, alimenté par du méthane et de l'air comprimé.

Chaque fusion portait sur 5 kilogrammes, environ, de matière. La coulée s'effectuait en coquille, dans un moule de fonte en U dont les parois étaient préalablement enduites de carbonate de chaux afin d'éviter l'adhérence de l'alliage (fig. 4).



FIG. 4.

Après refroidissement le lingot était démoulé, tourné et découpé en rondelles de 2 cm. de diamètre sur 2 cm. de hauteur.

Pour réaliser certains alliages, présentant un point de fusion élevé, nous avons dû recourir à un four à haute fréquence, permettant également le traitement sous vide dans le cas des métaux très oxydables. La matière à fondre était placée dans un creuset en alumine, s'emboîtant lui-même à l'intérieur d'un manchon en carbone; ce manchon, surtout dans le cas des alliages légers, très conducteurs, est indispensable pour que la puissance transformée en chaleur dans le laboratoire du four soit maximum. L'emploi du four Meker nous a permis de réaliser les alliages suivants : Al-Cu à 3 %, 5 %, 7 %, 10 %, 15 %, 20 %, 25 %, 30 %, 45 %, 55 % de Cu.

Al-Fe à 2 %, 4 %, 7 %, 10 % et 20 % de Fe.

Al-Mn à 2 %, 4 %, 5 %, 6 %, 7 %, 8 %, 9 %, 10 %, 11 %, 12 %, 13 %, 14 % de Mn.

Al-Ni à 5 %, 7 %, 10 %, 15 %, 20 % et 33 % de Ni.

Al-Ti à 6 % et 12 % de Ti.

Les alliages :

Al-Co à 10 % de Co:

Al-Cr à 10 % de Cr,

Al-V à 2 % de V,

Al-Ca à 5 % et 10 % de Ca,

Al-Ce à 15 % de Ce,

ont été élaborés au four à haute fréquence.

Nous sommes partis des matières premières de base suivantes : Aluminium à 99,5 %, Cuivre électrolytique, Fer à 99,7 %, Manganèse pur, Nickel pur, Chrome pur, Vanadium pur, Calcium pur, Cérium pur, Cobalt pur, ainsi que des alliages-mères suivants : Al-Mn à 12 % de Mn, Al-Ni à 20 % de Ni, Al-Ti à 12 % de Ti, Al-Ba à 11 % de Ba.

#### GROSSISSEMENT DES GRAINS

Une simple fusion suivie d'une coulée nous a, en général, permis d'obtenir des grains de dimensions suffisantes pour qu'il soit possible de déterminer les propriétés optiques de leurs sections polies. Cependant, lorsque nous avons cherché le mode de répartition des pouvoirs réflecteurs sur les axes de symétrie d'un cristal, c'est-à-dire, lorsque nous avons voulu remonter des propriétés optiques d'une section cristalline aux propriétés du cristal lui-même, il a été nécessaire d'obtenir de gros grains à formes géométriques définies.

Nous avons été ainsi amenés à mettre en œuvre des procédés de grossissement de grains.

1° Cas des métaux purs ou des constituants de base des alliages.

Lorsque l'on veut grossir les grains d'un métal ou d'un composé intermétallique constituant la phase de base d'un alliage, on maintient cet alliage, pendant un certain nombre d'heures, à une température légèrement inférieure à son point de fusion commençante. Dans un tel recuit, la diffusion des molécules à l'état solide ou pâteux permet la coalescence qui aboutit au grossissement des grains.

Le champ de cette diffusion, très limité, est de l'ordre des intervalles réticulaires. Pour qu'un cristal soit susceptible de grossir au cours d'un recuit, il est donc nécessaire qu'il trouve dans son voisinage immédiat, pratiquement à son contact, un composé de même nature.

C'est le cas des métaux purs ou des constituants de base des alliages. 2° Cas d'un constituant dispersé au sein d'une phase différente.

Nous n'avons pas trouvé de renseignements sur les méthodes à utiliser dans cette circonstance.

Le procédé de recuit est absolument inefficace lorsqu'on se propose de grossir des grains automorphes, dispersés à l'intérieur d'une phase différente. Chaque cristal est, dans ce cas, trop éloigné de ceux de son espèce pour que la diffusion solide puisse permettre un grossissement.

La coalescence ne sera possible qu'en fondant la phase de base, afin que les cristaux automorphes puissent se déplacer en milieu liquide, entrer en contact et s'orienter mutuellement. C'est par un séjour prolongé de l'alliage à une température intermédiaire entre celles du liquidus et du solidus, que l'on arrivera pratiquement à obtenir de gros cristaux automorphes.

Pour chaque échantillon, de composition déterminée, les diagrammes thermiques donnent les températures de début et de fin de solidification. Il y aura avantage à maintenir l'alliage à une température légèrement supérieure à celle du solidus, pour laquelle on a un maximum de cristaux automorphes dans un fond encore liquide. A la faveur de la ségrégation, ces cristaux se rencontreront et s'orienteront mutuellement.

Il n'y a aucun intérêt à monter au-dessus de la température du liquidus, ni même à séjourner à une température nettement supérieure à celle du solidus. En effet, plus la proportion de composé automorphe cristallisé est faible, plus les chances de rencontre des grains et, par conséquent, de grossissement seront réduites.

En résumé, c'est dans la zone des températures légèrement supérieures à celle du solidus que se trouvent réalisées les conditions optima de grossissement des grains (*fig.* 5). Le facteur déterminant de ce grossis-



FIG. 5.

sement est le temps pendant lequel l'alliage sera maintenu dans cette zone de températures.

L'application de cette méthode nous a permis d'obtenir les résultats exposés dans le tableau suivant :

Composition de	Composé intermétallique	Températ. de	Durée du	Variation moyen dimension	ne d'une 1
ramage	automorphe	traitement	traitement	avanl	après
Al-Ca 10 % Ca	CaAl <sup>3</sup>	640°	3 h.	qq. 1/10 de ""	1 <sup>cm</sup>
Al-Cu 45 % Cu	<b>CuAl</b> <sup>2</sup>	570°	2 h.	1 mm	1 <sup>cm</sup> 5
Al-Fe 10 % Fe	FeAl <sup>3</sup>	700°	5 h.	5 <sup>mm</sup>	1 <sup>cm</sup>
Al-Ni 15 % Ni	NiAl <sup>a</sup>	650°	3 h.	1 mm	1 <sup>cm</sup>
Al-Ti 12 % Ti	TiAl <sup>3</sup>	680°	3 h.	1 <sup>mm</sup>	1 <sup>cm</sup>
Al-Ba 11 % Ba	BaAl <sup>4</sup>	700°	3 h.	qq. 1/10 de 🎬	1 °
Al-Co 10 % Co	Co <sup>3</sup> Al <sup>13</sup>	680°	3 h.	1 <sup>mm</sup>	1 <sup>cm</sup>

Les opérations de grossissement, portant chacune sur une cinquantaine de grammes d'alliage, ont été réalisées au four électrique à résistance, dont la température était bien définie et mesurée par un couple platineplatine rhodié. Dans le cas des alliages légers un four Chevenard avec réglage thermostatique conviendrait très bien à ces traitements.

## PRÉPARATION DES SECTIONS POLIES

Les échantillons sont profilés à la lime ou à la meule; ils sont ensuite dressés au touret à carborundum. Il est nécessaire de prolonger cette opération jusqu'à l'obtention d'une surface parfaitement plane afin d'éviter, par la suite, de trop longs passages sur les abrasifs plus fins.

Il est commode, quand cela est possible, d'abattre légèrement les angles des échantillons afin de ne pas déchirer les draps qui seront utilisés lors du finissage.

Lorsqu'on a obtenu une surface plane, il convient de procéder au dégrossissage au moyen d'abrasifs de plus en plus fins. Pour les alliages légers, nous avons utilisé successivement les papiers potée d'émeri  $N^{\circ \circ}$  1, 0, 00, 000, 0000 et 00000.

Avec les alliages légers il est nécessaire de paraffiner ces papiers, pour éviter que des grains d'abrasifs ne viennent s'incruster dans le métal et ne soient ensuite transportés sur des papiers plus fins. Cet inconvénient est d'autant plus marqué que le métal est plus mou.

Si l'échantillon est poreux ou fissuré il faut, après chaque abrasif, le nettoyer avec le plus grand soin. On peut le brosser, ou mieux, ainsi que nous l'avons constaté, diriger sur lui un jet d'air comprimé afin de débarrasser les cavités des grains qui auraient pu s'y introduire.

Afin d'effectuer simultanément plusieurs polissages nous avons utilisé, pour le dégrossissage, une machine automatique Jaudoin Prom, à

4 plateaux. Au moyen de plâtre on fixe les échantillons par groupes de 4 à 8 dans des porte-objets circulaires pouvant tourner autour d'un axe fixe; ces porte-objets reposent sur un plateau recouvert de papier abrasif et sont excentrés par rapport à lui de façon qu'une rotation du plateau entraîne une rotation du porte-objet. Ainsi, les stries sont constamment brouillées sur les échantillons et il n'y a aucune direction d'usure privilégiée.

La machine, comportant plusieurs plateaux, nous a rendu de grands services pour le polissage en série d'un certain nombre d'échantillons.

Cependant, si l'on ne veut polir qu'un seul échantillon, il est plus rapide d'opérer à la main en le promenant sur les divers abrasifs et en ayant soin de croiser les stries.

Pour le finissage, nous avons utilisé comme abrasif l'oxyde de chrome en suspension dans l'eau et répandu sur du drap de billard.

Cependant, les alliages légers s'oxydent rapidement et on n'a pas intérêt à prolonger l'abrasion en présence d'eau; il y a avantage, au contraire, à terminer l'opération par passage sur un disque recouvert de drap de billard propre, en l'absence de tout abrasif; on ajoute de temps à autre quelques gouttes d'alcool pour empêcher un trop grand échauffement de la section à polir.

Dans le cas d'alliages particulièrement oxydables, tels que ceux d'aluminium et de calcium par exemple, nous avons été amenés à n'utiliser l'oxyde de chrome qu'en suspension dans l'alcool.

Le polissage des alliages légers demande beaucoup plus de soins et de temps que celui des métaux plus durs, comme les aciers ou la fonte. En nous conformant aux prescriptions ci-dessus nous avons pu, toutefois, obtenir des sections dont le poli était suffisant pour permettre une étude des propriétés optiques structurales.

Il faut, cependant, prendre garde que ces propriétés optiques peuvent être altérées par des accidents de surface et en particulier par de fins réseaux de stries parallèles qu'un polissage défectueux laisserait subsister.

Il est donc nécessaire, lors du dernier passage sur le drap de billard, de brouiller convenablement les stries et d'éviter toute direction d'usure privilégiée.

Dans le but d'obtenir des surfaces rigoureusement exemptes de stries nous avons essayé d'appliquer les techniques du polissage anodique aux alliages que nous avons étudiés.

Les résultats obtenus se sont révélés peu satisfaisants pour l'étude des propriétés optiques.

Les bains acide perchlorique-anhydride acétique [20], convenant parfaitement au brillantage de l'aluminium et de ses solutions solides, donnent, dans le cas d'alliages à plusieurs phases, des gravures et des reliefs gênants pour des mesures optiques ultérieures. Cet inconvénient est d'autant plus accusé que les phases sont plus finement mélangées. Dans ce cas, le traitement anodique permet seulement d'obtenir une micrographie de l'alliage; il révèle parfaitement les grains mais rend impossible l'étude de leurs caractères optiques.

Nous avons dû, après ces essais infructueux, nous en tenir au polissage mécanique pour la préparation de nos sections.

La difficulté d'élimination des stries nous a conduit à une étude systématique du phénomène optique superficiel qui en dérive. Nous avons pu, non seulement en montrer l'importance et reconnaître dans quelle mesure il pouvait perturber le phénomène optique structural, mais aussi déterminer ses relations avec les propriétés mécaniques du support.

#### DEUXIÈME PARTIE.

# ÉTUDE DE L'ANISOTROPIE OPTIQUE SUPERFICIELLE PROVOQUÉE PAR UN RÉSEAU DE STRIES SUR UNE SURFACE MÉTALLIQUE

#### Considérations théoriques.

L'examen de sections polies de cristaux cubiques portant de fins réseaux de stries parallèles permet de constater l'existence d'une anisotropie superficielle, dont l'explication donnée par L. CAPDECOMME [11], est basée sur les considérations théoriques ci-après.

Lorsqu'un rayon lumineux se réfléchit obliquement sur une surface optiquement isotrope, le pouvoir réflecteur  $R_p$ , relatif aux vibrations contenues dans le plan d'incidence, est plus petit que le pouvoir réflecteur  $R_p$  relatif aux vibrations normales à ce plan.

Si les angles d'incidence i ne sont pas trop grands ces pouvoirs réflecteurs sont donnés, en bonne approximation, par les formules :

$$R_{p} = R_{u} \left(1 - \frac{2i^{2}}{N}\right); \quad R_{u} = R_{u} \left(1 + \frac{2i^{2}}{N}\right)$$
  
où  $N = \frac{v + \chi^{2}}{v};$ 

 $(v \text{ et } \chi \text{ sont les indices de réfraction et d'extinction de la surface}).$ 

Considérons un réseau de stries parallèles porté par une section métallique. La normale à la surface réfléchissante en chaque point est contenue dans un plan perpendiculaire à la direction commune des stries. Si un tel réseau est frappé par un faisceau parallèle incident, normal à la section, tous les plans d'incidence seront perpendiculaires à la direction commune des stries.

Plaçons cette surface dans le champ d'un microscope métallographique polarisant; si l'on utilise un objectif faiblement grossissant, le faisceau incident sera pratiquement cylindrique.

On peut faire varier l'azimut du plan de polarisation de la lumière incidente et l'amener, en particulier, à être parallèle ou perpendiculaire à la direction générale des stries.

Dans le premier cas le plan de polarisation est normal à la direction commune des plans d'incidence, dans le second il lui est parallèle.  $R_{\mu}$  interviendra dans le premier cas,  $R_{\mu}$  dans le second.

### ÉTUDE DES PROPRIÉTÉS OPTIQUES DES CRISTAUX MÉTALLIQUES

Par conséquent, la surface striée étant fixe, lorsqu'on fera varier l'orientation du plan de polarisation, ou ce qui revient au même, le plan des vibrations incidentes étant fixe, lorsqu'on fera varier l'orientation du réseau de stries, on constatera une anisotropie superficielle, se traduisant par une variation des pouvoirs réflecteurs suivant l'orientation de la surface.

**Nous avons entrepris** |**16**<sup>†</sup> d'approfondir l'étude de ce phénomène, en ajoutant des résultats quantitatifs aux précédentes observations.

#### Préparation des réseaux.

Un réseau de stries parallèles, dans sa largeur, sa profondeur et sa régularité, dépend :

1° de la nature de l'échantillon;

2° de son état de surface préalable:

3° des abrasifs employés;

4° des conditions d'exécution.

Il importe, par conséquent, de définir chacun de ces facteurs avec soin.

#### I. --- Nature de l'échantillon.

Pour que les propriétés optiques structurales ne viennent pas perturber le phénomène superficiel, nous avons étudié d'abord ce dernier sur des cristaux isotropes de différentes duretés, tels que l'aluminium, le cuivre, le chrome et l'acier inoxydable  $V_2A$  (acier à 25 % de chrome et 6 % de nickel).

Nous avons ensuite utilisé le cadmium (hexagonal), en grains suffisamment fins pour que l'ensemble de la surface frappée par le faisceau lumineux puisse être considéré comme isotrope par compensation.

#### II. Etat de surface préalable.

Le polissage anodique permet d'obtenir des surfaces parfaitement décapées, aisément reproductibles et convenant par conséquent comme base de départ de cette étude.

L'aluminium et l'acier inoxydable  $V_2A$  ont été polis en milieu perchlorique-acétique. |20|: le cadmium, |14], et le cuivre. |19|, en milieu phosphorique.

Le chrome seul, dont le poli mécanique est facile à obtenir et aisément reproductible, n'a pas subi de traitement anodique.

Cette étude a nécessité la préparation d'un grand nombre de surfaces polies; or, en ce qui concerne l'aluminium, les méthodes classiques de polissage anodique sont d'un emploi très délicat. Les conditions opératoires, notamment la température, sont en effet imposées dans des limites resserrées.

L'obligation de multiplier les polissages nous a conduit à améliorer sensiblement les techniques classiques par l'emploi d'une anode tournante. L'échantillon à polir est constamment agité pendant le traitement. Le pol

 $2^*$ 

est alors réalisé très rapidement, sans précautions spéciales de température, avec des latitudes beaucoup plus grandes que dans les procédés usuels pour la concentration des bains et les limites de densité de courant.

## III. — Abrasifs employés :

Sur les surfaces ainsi réalisées nous avons imprimé des réseaux de stries de grosseurs différentes au moyen des abrasifs suivants :

1° drap de billard propre, à sec;

2° alumines fines calibrées, en suspension dans l'alcool pour éviter l'oxydation du métal, et répandues sur du drap de billard;

3° papiers émeri, série potée, N° 000, 00, 0, 1.

Ces papiers étaient paraffinés pour éviter l'engorgement des réseaux par les grains d'abrasifs. Ceux-ci ont, en effet, tendance à s'incruster sur les métaux mous, si on ne prend pas la précaution de les fixer convenablement au papier au moyen de paraffine.

#### IV. — Conditions d'exécution.

Les réseaux ont été réalisés en déplaçant sur l'abrasif la section guidée par une réglette. La pression à exercer pour produire les stries est d'autant plus faible que le métal est plus mou.

Il est nuisible de multiplier les passages sur l'abrasif au point de provoquer un échauffement de la surface et par conséquent une oxydation qui modifierait l'anisotropie superficielle.

#### Méthode de mesure des anisotropies.

La méthode utilisée est celle de J. ORCEL [22, 23], qui met en œuvre une cellule photoélectrique comme appareil de comparaison des flux lumineux réfléchis par les différentes orientations du réseau de stries sous le microscope.

La préparation est éclairée au moyen d'une source incandescente stabilisée par accumulateur, suivant le principe décrit par L. CAPDECOMME [8].

Le flux réfléchi est reçu par une cellule à couche d'arrêt, directement reliée à un galvanomètre. Le déplacement du spot lumineux sur une échelle graduée permet de mesurer les variations du pouvoir réflecteur.

La surface portant le réseau doit être orientée normalement à l'axe de rotation de la platine. Nous avons eu recours pour effectuer un réglage précis, à la surplatine réalisée et décrite par L. CAPDECOMME [9].

L'échantillon, monté dans un porte-objet, (tube de laiton à sections rigoureusement parallèles) est placé sur la surplatine. Nous donnons, ci-dessous, la suite des opérations qui conduisent au réglage le plus rapide.

On dispose l'échantillon de façon que la direction des stries soit très approximativement parallèle à un des axes de pivotement de la surplatine; par rotation de la platine, on amène ensuite le plan de polarisation de la lumière incidente à être perpendiculaire à la direction des stries. On cherche la position exacte de la platine pour laquelle l'intensité de la lumière réfléchie est minimum et on note la valeur  $Dm_1$  de la déviation du spot. On fait alors tourner la platine de 180° dans un sens adopté une fois pour toutes (1), et on note la nouvelle valeur de la déviation  $Dm_2$ . A partir de cette position de la platine et en faisant pivoter la surplatine autour de l'un de ses axes horizontaux XX' à l'exclusion de l'autre YY' on amène le spot de la graduation  $Dm_2$  à la graduation  $Dm'_2$ :

$$Dm'_{2} = \frac{Dm_{1} + Dm_{2}}{2}$$

Après rotation de la platine de 180°, on retrouve la position pour laquelle on avait précédemment noté  $Dm_1$ ; on lit cette fois-ci  $Dm'_1$ ; on fait alors pivoter la surplatine autour de l'axe XX' pour amener le spot à

$$Dm''_{4} = \frac{Dm'_{4} + Dm'_{2}}{2},$$

on continue ces opérations jusqu'à ce que l'on obtienne :

$$Dm^{(n)} = Dm^{(n)};$$

on est alors assuré que l'axe optique du microscope est perpendiculaire à une droite du plan de la surface striée.

L'expérience montre que 3 rotations complètes de la platine permettent en général d'arriver à ce résultat.

On fait alors tourner la platine de 90° pour obtenir la déviation maximum  $D_{M}$ ; on procède pour celle-ci comme pour la déviation minimum. mais en faisant cette fois, pivoter la surplatine autour de l'axe YY'.

Lorsqu'on est arrivé à  $D_{\mathfrak{M}}{}^{(n')}=D{}^{(n')}{}^{(b)}$ , on vérifie que l'on a encore  $Dm_{\mathfrak{s}}{}^{(n')}=Dm_{\mathfrak{s}}{}^{(n)}(a)$ . En général, l'obtention du deuxième réglage à quelque peu altéré le premier, mais une légère mise au point permet rapidement d'obtenir simultanément les égalités (a) et (b). L'axe optique du microscope est alors perpendiculaire à deux droites du plan de la surface striée, c'est-à-dire normal à ce plan.

Le rapport  $\frac{D^{u}}{Dm} = \circ$  représente la valeur du rapport des pouvoirs réflecteurs  $\frac{R_{u}}{R}$  de la surface striée suivant que la lumière incidente est

polarisée parallèlement ou perpendiculairement aux stries.

C'est ce rapport  $\rho$  qui mesure l'anisotropie superficielle d'une section striée.

<sup>1.</sup> Les rotations de la platine doivent toujours s'effectuer dans le même sens. On diminue ainsi, considérablement, l'influence permicieuse du balancement de l'axe de rotation de la platine entre ses colliers.

## Résultats des déterminations expérimentales.

L'anisotropie superficielle de chaque échantillon en lumière blanche a été mesurée en différents points de sa surface. Les tableaux suivants indiquent, pour chaque métal, les valeurs obtenues en 3 points différents, 1, 2, 3, en fonction de chaque grosseur d'abrasif utilisée.

- C	'n	R	0	М	E.
-----	----	---	---	---	----

	drap de billard	alumine	papier 000	papier 00	papier o	papier 1
$\left( \begin{array}{c} 1\\ 2\\ 3\end{array} \right)$	1,01 1,01 1,01	1,05 1,05 1,05	1,06 1,06 1,06	1,10 1,10 1,11	1,13 1,14 1,13	1,24 1,24 1,24
moyenne	1,01	1,05	1,06	1,10	1,13	1,24
			ACIER V <sub>2</sub> A	•		
	drap de billard	alumine	papier 000	papier oo	papier o	papier 1
$\left\langle \right\rangle \frac{1}{3}$	1,05 1,05 1,05	1,18 1,20 1,18	1,35 1,33 1,34	$1,44 \\ 1,46 \\ 1,46$	1,49 1,49 1,49	$1,52 \\ 1,52 \\ 1,52$
- movenne	1,05 ·	1,19	1,34	1,45	1,49	1,52
·			CUIVRE.			
	drap de billard	alumine	papier 000	papier oo	papier o	papier 1
	1,12 1,12 1,12	1,50 1,42 1,30	1,58 1,40 1,67	1,63 1,50 1,67	$1,62 \\ 1,75 \\ 1,61$	1,65 1,69 1,70
o moyenne	1,12	1,40	1,55	1,60	1,66	1,68
			Cadmium.			
	drap de billard	alumine	papier 000	papier oo	papier o	papier 1
$\circ ig egin{pmatrix} 1 \\ 2 \\ 3 \end{bmatrix}$	$1,15 \\ 1,15 \\ 1,16$	1,48 1,48 1,49	1,64 1,66 1,66	1,74 1,74 1,74	$1,82 \\ 1,79 \\ 1,80$	1,84 1,84 1,83
ρ moyenne	1.16	1,48	1,65	1,74	1,80	1,84
			Aluminiu	м.		
	drap de billard	alumine	papier 000	1 papier oo	papier o	papier 1
$\left\langle \begin{array}{c} 1\\ 2\\ 3\end{array} \right\rangle$	1,30 1,30 1,30	1,84 1,84 1,83	$1,95 \\ 1,95 \\ 1,95 \\ 1,95$	$2,00 \\ 2,00 \\ 2,00 \\ 2,00$	$2,02 \\ 2,02 \\ 2,01$	2,02 2,04 2,04
o movenne		1.84	1.95	2,00	2,02	2,04

L'écart entre les anisotropies mesurées en différents points d'un même réseau ne dépasse pas 2 %, sauf en ce qui concerne le cuivre. L'explication de l'anomalie présentée par ce métal doit être cherchée dans sa grande facilité d'altération chimique et la diversité d'oxydes et de sulfures susceptibles d'en recouvrir la surface.

Après avoir poli une seconde fois nos échantillons, nous avons imprimé de nouveaux réseaux, dans les mêmes conditions que précédemment. Les nouvelles valeurs de l'anisotropie superficielle restent les mêmes, à 2%près, que dans la première série d'essais.

On a donc affaire à un phénomène optique défini et reproductible.

Nous avons tracé les courbes  $\rho = f$  (*abrasif*), en portant en abscisses la grosseur des grains d'abrasifs et en ordonnées les anisotropies optiques.





L'anisotropie des métaux plastiques, Al, Cd, Cu, acier  $V_2A$ , montre une croissance rapide et régulière avec la grosseur des abrasifs fins et tend asymptotiquement vers une valeur limite avec les abrasifs les plus grossiers.

Métal	Al	Cd	Cu	$V_2A$
ρ limite	2,05	1,9	1,7	1,55

Le chrome, par contre, montre un accroissement très lent de l'anisotropie avec les abrasifs fins et une élévation beaucoup plus rapide avec des émeris plus grossiers que le N° 1.

Son anisotropie reste cependant très inférieure à celle des métaux mous.

Il apparaît, avec les métaux étudiés, que les anisotropies limites, de même que les anisotropies relatives à chaque finesse d'abrasif se classent comme les duretés.

#### Interprétation théorique des résultats expérimentaux.

Nous avons vu que, dans l'hypothèse d'une seule réflexion oblique, la valeur de l'anisotropie superficielle était donnée en bonne approximation par la formule :

$$\varphi = \frac{1 + \frac{2i^2}{N}}{1 - \frac{2i^2}{N}} = 1 + \frac{4i^2}{N} + \dots + (a),$$

La courbe théorique  $\rho = f(i)$  serait donc parabolique et tournerait sa concavité vers l'axe des  $\rho$ .

En outre, étant donné les valeurs relativement élevées de N par rapport à  $i^2$ , les anisotropies déduites de la formule (a) seront toujours très voisines de 1.

L'allure de la courbe relative au chrome, dans la zone des abrasifs fins, ainsi que les valeurs trouvées pour son anisotropie correspondent assez bien à ces données théoriques.

Les anisotropies obtenues sur les autres métaux restent explicables par la formule (a) en admettant que chaque rayon lumineux incident. avant de revenir dans l'objectif, subisse deux ou plusieurs réflexions successives sur les parois de la surface striée.

# Relation entre l'anisotropie superficielle et les propriétés mécaniques.

Considérons les valeurs que prennent les anisotropies des divers métaux pour un même abrasif, le papier 000 par exemple :

Chrome Acier V2ACuivre CadmiumAluminium1.061.351.581.641.95

Les différences entre ces valeurs proviennent de la variation du terme  $\frac{4i^2}{N}$  avec la nature du métal.

Nous donnons, ci-après, les valeurs approximatives de N pour le cuivre [21], le cadmium [34] et l'aluminium [35] déduites des mesures polarimétriques de différents auteurs.

Cu  $\begin{cases} \lambda = 0^{\mu}, 4800; & \lambda = 0^{\mu}, 5600; \\ N = 6,5; & N = 10,3. \end{cases}$ 

Cd  $\lambda = 0^{\mu},5890;$   $\lambda = 0^{\mu},6300;$ N = 23,3; N = 23.

Al  $(\lambda = 0^{\mu}, 4046; \lambda = 0^{\mu}, 4358; \lambda = 0^{\mu}, 4916; \lambda = 0^{\mu}, 5461; \lambda = 0^{\mu}, 5780; N = 38; N = 36,7; N = 37,1; N = 40,5; N = 38,5.$ 

On voit que N doit être plus grand pour l'aluminium que pour le cadmium, et plus grand pour le cadmium que pour le cuivre. Or les valeurs trouvées pour l'anisotropie  $\rho$  montrent que le terme  $\frac{4i^2}{N}$  où N figure en dénominateur est, lui aussi, plus grand pour l'aluminium que pour le cadmium, et plus grand pour le cadmium que pour le cuivre.

Cela prouve que pour un abrasif donné, l'angle i d'inclinaison des stries est variable avec la nature du métal, et qu'en outre ce sont les variations de i qui commandent essentiellement les variations de l'anisotropie superficielle.

Cette constatation montre que les profils des stries dues à un même abrasif ne sont pas géométriquement semblables lorsque l'on passe d'un métal à un autre.

Les valeurs que prend l'anisotropie prouvent, en outre, que l'angle *i* croît lorsque la dureté de l'échantillon diminue.

Il faut en conclure que l'inclinaison moyenne du flanc des stries augmente lorsque l'abrasif pénètre plus profondément dans le métal. La surface abrasive ne peut donc pas présenter un profil en « dents de scie ». Pour un abrasif donné, dont la forme est bien définie, ce profil entraînerait en effet la constance de l'angle i quelle que soit la dureté du métal.

L'explication la plus simple consiste à considérer que l'abrasif est formé de grains d'allure générale arrondie.

Le réseau de stries est alors constitué par des sillons à directrices courbes, et l'on conçoit aisément que l'angle moyen d'inclinaison des stries augmente avec la pénétration des grains d'abrasif (fig. 6).

Supposons que nous puissions, en première approximation, considérer la surface abrasive comme formée par un étalement de grains sphériques de même grosseur et tangents entre eux, comme l'indique la figure 7.





La rangée N° 1 abordant une surface polie, tendrait, si elle était seule. à creuser des sillons à directrices circulaires d'autant plus profonds que le métal est plus mou.



Cependant la rangée N° 2, venant immédiatement derrière, arase les crêtes telles que a, et ne laisse subsister que des arêtes b notablement moins inclinées sur le plan de la surface métallique (fig. 8).



Les rangées de grains suivantes creuseront davantage l'échantillon, mais ne modifieront guère le profil établi.

Le maximum d'inclinaison des arêtes b sera obtenu dès que la profondeur des sillons sera de 0,134 R. Cette inclinaison maximum est de 30°. dans l'hypothèse de grains sphériques de rayon R (fig. 9).

En réalité les grains d'abrasif ne sont pas absolument sphériques: 1,505 avons vu cependant que leur forme générale est arrondie: cela

#### ÉTUDE DES PROPRIÉTÉS OPTIQUES DES CRISTAUX MÉTALLIQUES

implique, par conséquent, l'existence d'un angle maximum d'inclinaison des arêtes. L'angle d'incidence intervenant dans la formule  $\rho = 1 + \frac{4i^2}{N}$ est donc limité supérieurement. Il en résulte que  $\rho$  tend vers une limite, atteinte avec des abrasifs d'autant plus fins que le métal est plus mou.





Ceci concorde bien avec l'allure asymptotique des courbes expérimentales.

La dureté d'un échantillon, cependant, n'intervient pas seule dans l'établissement du profil définitif du réseau de stries. Il est évident qu'à pénétration égale de l'abrasif, les crêtes du réseau seront d'autant plus accusées que la plasticité du métal sera plus grande.

Considérons, en effet, deux grains d'abrasifs tangents, creusant deux sillons hémicirculaires sur une surface métallique. Si le métal est plastique, la région de l'arête sera bien profilée, alors que si l'on a affaire à un métal peu malléable l'arête éclatera au passage de l'abrasif et on ne conservera que le pied de la strie (fig. 10).



Or, la région de l'arête est celle où les angles d'incidence sont les plus grands, donc celle qui rend possible les réflexions multiples et provoque les anisotropies superficielles les plus élevées.

Il est d'ailleurs facile d'en donner une vérification expérimentale. Une section d'aluminium striée au papier N° 0 présente une anisotropie égale à 2,02; après lui avoir fait subir un très rapide polissage anodique. susceptible seulement d'arrondir les crêtes sans changer la topographie générale de la surface, on constate un abaissement considérable de l'anisotropie qui tombe à 1,2.

Ceci montre bien que l'anisotropie superficielle est liée à la forme des crêtes entre les stries, donc à la plasticité aussi bien qu'à la dureté du métal.

En résumé, l'anisotropie superficielle des sections opaques striées peut permettre de définir un nouveau facteur mécanique, tenant compte à la fois de la dureté et de la plasticité des substances.

Ce facteur est caractéristique du polissage puisqu'il rend compte de la facilité avec laquelle une substance peut être polie.

Les métaux tels que l'aluminium, le cadmium, présentant des anisotropies élevées se poliront plus difficilement que les métaux tels que le chrome et l'acier dont les anisotropies sont faibles.

Il conviendra cependant de définir les conditions d'exécution des réseaux; en effet, tant que l'on n'a pas atteint l'angle limite d'inclinaison des stries, l'anisotropie superficielle dépend en grande partie de la pénétration de l'abrasif, donc de la dureté de la substance. Par contre, dans la zone de l'inclinaison limite le rôle déterminant est joué par la plasticité qui permet des crêtes plus ou moins accusées donc des anisotropies plus ou moins élevées, suivant la nature du métal.

En fait, pour un abrasif donné, la valeur que présente l'anisotropie superficielle d'une substance, permet de définir le degré de polissage qu'il sera possible d'obtenir avec cet abrasif sur la substance considérée.

Cette étude a montré l'importance de l'état de surface dans la recherche des propriétés optiques des substances opaques. Elle a permis de constater que l'anisotropie superficielle d'une section sur laquelle subsiste un réseau de stries, dû à un polissage défectueux, pouvait atteindre des valeurs d'autant plus élevées que la substance est moins dure.

Lorsqu'on se propose d'étudier les caractères optiques structuraux de composés intermétalliques, il faut donc s'attacher à obtenir des polis d'autant plus soignés que ces composés sont plus mous.

## TROISIÈME PARTIE.

# PROPRIÉTÉS OPTIQUES STRUCTURALES DES ALLIAGES D'ALUMINIUM

### ÉTUDE DES ALLIAGES ALUMINIUM-NICKEL

#### Echantillons examinés.

3%, 5%, 7%, 10%, 15%, 20%, 33% de nickel.

D'après les diagrammes thermiques, [24], on doit trouver deux phases dans ces alliages : Al<sup>3</sup>Ni et une solution solide de nickel dans l'aluminium.

La solution solide est cubique, et le composé Al<sup>3</sup>Ni serait orthorhombique [5].

#### Phases observées au microscope.

a) Alliages de 7 % à 33 % de Ni :

Ces alliages présentent 2 phases :

1° composé Al<sup>3</sup>Ni en cristaux automorphes, de formes rhombiques ou allongées, optiquement anisotropes. Cette phase a cristallisé la première;

 $2^{\circ}$  fond isotrope dû à la solution solide.

b) Alliages à 3% et 5% de Ni :

L'ordre de cristallisation est inversé, Al<sup>3</sup>Ni s'est déposé en grains eutectiques très fins entre les cristaux de la solution solide de formation antérieure.

Ces observations concordent bien avec le diagramme thermique.

#### Caractères micrographiques.

Après polissage mécanique et en lumière naturelle, la combinaison Al<sup>3</sup>Ni se distingue remarquablement sur le fond; elle présente un fort relief résultant d'une dureté plus élevée que celle de l'aluminium. Son éclat est plus grand que celui du fond, nettement oxydé.

Après traitement anodique [20], le fond parfaitement décapé et blanc présente un éclat plus grand que celui des sections de Al<sup>3</sup>Ni dont les bords ont été arrondis.

Entre polariseurs croisés, la phase Al<sup>3</sup>Ni montre de vives couleurs d'anisotropie, tandis que le fond s'éteint avec une légère diffusion due à l'oxydation.

#### Caractères cristallographiques.

Les sections de Al<sup>3</sup>Ni se présentent au sein de la solution solide sous les différentes formes A, B, C, D, schématisées par la figure 11.



Dans les alliages coulés en coquille, donc rapidement refroidis, on constate la présence des types C et D, allongés en files parallèles dans de larges zones correspondant aux divers grains de la solution solide, comme le montre une attaque par NaOH à 10 %. Les caractères optiques de la phase Al<sup>3</sup>Ni, extinctions, éclairements, couleurs, sont les mêmes dans une même zone (*photogr. 1*). Les cristaux de Al<sup>3</sup>Ni sont donc orientés par la solution solide. C'est un phénomène d'épitaxie non douteux.

Un recuit d'une durée de 5 heures, à la température de  $550^{\circ}$ , amène chaque dendrite du type C ou D à se coaguler en un monocristal du type A ou B.

On obtient des cristaux encore plus gros en fondant la solution solide à 650°, ce qui permet la réunion et l'orientation mutuelle de plusieurs édifices dendritiques.

#### Caractères optiques de Al<sup>a</sup>Ni.

Les cristaux allongés présentent en général l'extinction droite.

Sur les éléments du type A (plan p) l'anisotropie maximum atteint  $0^{\circ},5$ : elle varie dans le sens de la longueur d'onde (r > v); sa dispersion provoque des teintes passant du vert à l'orangé. Le pouvoir réflecteur est plus grand suivant la petite diagonale *a*, que suivant la grande *b*.

Sur les éléments du type B (section suivant le plan  $h_1$ ), l'anisotropie provoque une rotation maximum de l'ordre de 1°. Elle varie dans le sens de la longueur d'onde (r > v) et sa dispersion donne des teintes jaunes et bleues.

Le pouvoir réflecteur maximum est dirigé suivant l'allongement (diagonale b).

 $\mathbf{26}$ 

# MICROPHOTOGRAPHIES DES ALLIAGES ALUMINIUM-NICKEL





27

2

**Photographie 1.** Alliage Al-Ni à 10 % de Ni. Les grains d'Al<sup>3</sup>Ni sont orientés géométriquement et optiquement par l'aluminium, dont chaque grain est mis en évidence par la similitude d'orientation des cristaux d'Al<sup>3</sup>Ni qu'il contient. Photographie en lumière polarisée (G = 30 X).

Photographie 2. — Alliagé Al-Ni à 20 % de Ni, coulé en coquille. Lumière polarisée (G = 50 X).

MICROPHOTOGRAPHIES DES ALLIAGES ALUMINIUM-NICKEL



Photographie 3. — Alliage Al-Ni à 15 % de Ni coulé en coquille (G = 50 X). Lumière naturelle.







Photographie 4. — Alliage Al-Ni à 15 % de Ni, recuit pendant 5 heures à la température de 550°. Photographie en lumière naturelle (G = 50 X).

Photographie 5. — La même section que sur la photographie 4, en lumière polarisée (G = 50 X).





Photographies 6 et 7. — Le même alliage à 15 % de Ni, maintenu pendant 3 heures à la température de 650°, puis refroidi à l'air. Lumière polarisée (G = 50 X).

Les éléments du type C présentent les mêmes caractères optiques que ceux du type A. Le pouvoir réflecteur est maximum perpendiculairement à l'allongement des dendrites.

En rapprochant cette constatation des résultats observés sur les éléments du type A, on en déduit sans ambiguïté que l'édifice dendritique est allongé suivant la macrodiagonale b.

Les éléments du type D présentent les mêmes caractères que ceux du type B.

Cet ensemble de constatations permet de classer les pouvoirs réflecteurs principaux dans le cristal de Al<sup>a</sup>Ni.

Sur une section p, (001), on trouve Ra > Rb.

Une section  $h_i$ , (100), montre d'autre part que Rb > Rc; on a donc la répartition suivante des pouvoirs réflecteurs :

Ra = Rg; Rb = Rm; Rc = Rp. (Fig. 12.)



FIG. 12. -- Répartition des pouvoirs réflecteurs dans le cristal Al\*Ni.

#### ALLIAGES ALUMINIUM-FER

#### Echantillons examinés.

2%, 4%, 7%, 10% et 20% de Fer.

Les phases prévues par l'analyse thermique, 25, sont :

1° Pour l'alliage à 2% de fer : une phase aluminium pur, cubique, cristallisant en premier lieu, et un composé Al<sup>\*</sup>Fe, orthorhombique, [2].

 $2^{\circ}$  Pour les alliages à 4%, 7%, 10% et 20% de fer : mêmes phases avec ordre de cristallisation inversé.

#### Phases observées au microscope.

a) Alliage à 2 % de fer — deux phases :

1° fond isotrope dû à l'aluminium;

- $2^\circ$  produit intersticiel en canaux rayonnants à attribuer à Al $^\circ$ Fe.
- b) Alliages à 4 %, 7 %, 10 % et 20 % de fer deux phases :
- 1° fond isotrope d'aluminium;

2° Al<sup>3</sup>Fe, en éléments automorphes, dont les traces sur une section polie sont toujours très allongées, ce qui implique une cristallisation lamellaire. Deux sections polies suivant un dièdre montrent les traces concourantes des lamelles d'Al<sup>3</sup>Fe, et il est aisé de vérifier que les plans de rupture de l'alliage sont les faces d'aplatissement de ces lamelles.

#### Caractères micrographiques.

Après polissage mécanique l'aluminium oxydé a des reflets jaunâtres; Al<sup>3</sup>Fe est en relief sur le fond; c'est le signe d'une plus grande dureté.

Si on examine des lamelles d'Al<sup>®</sup>Fe on constate qu'elles présentent la forme de losanges dont l'angle aigu est toujours voisin de 35°. Or, BACHMETEW [2] donne, pour le cristal orthorhombique d'Al<sup>®</sup>Fe, les paramètres suivants :

a = 15,48 A; b = 47,61 A; c = 8,11 A.

Les traces des faces m (110) définissent ainsi sur la base p (001) un losange d'angle B tel que :

$$tg \frac{\hat{B}}{2} = \frac{15,48}{47,61} = 0,325$$

soit :  $B = 36^{\circ}$ .

Ceci montre que le plan d'aplatissement des lamelles d'Al<sup>®</sup>Fe est bien le plan p.

#### Caractères optiques d'Al<sup>3</sup>Fe.

Sur les faces rhombiques p (001), les extinctions sont parallèles aux diagonales. Le pouvoir réflecteur suivant la macrodiagonale est supérieur au pouvoir réflecteur suivant la brachydiagonale. L'anisotropie provoque des rotations de l'ordre de 1°,5. Elle varie en sens inverse de la longueur d'onde (v > r). La dispersion donne lieu à des teintes jaune foncé et gris bleuté.

Les sections allongées suivant  $h_1$  (100) présentent leur pouvoir réflecteur maximum parallèlement à l'allongement, c'est-à-dire dans le plan p. L'anisotropie amène des rotations de 1°, et varie ici dans le même sens que la longueur d'onde (r > v). La dispersion provoque des teintes jaunes et gris clair.

## MICROPHOTOGRAPHIE DES ALLIAGES ALUMINIUM-FER



8

Photographie 8. — Alliage Al-Fe à 10 % de Fe. Attaque HF à 2 %. Sections de lamelles d'Al<sup>\*</sup>Fe, dans un fond d'aluminium. Lumière naturelle (G = 200 X).

# MICROPHOTOGRAPHIE DES ALLIAGES ALUMINIUM-BARYUM



9

**Photographie 9.** — Alliage Al-Ba à 11 % de Ba. Lumière naturelle. Sections de lamelles d'Al<sup>4</sup>Ba, dans un fond d'aluminium (G = 50 X).

Enfin, sur les sections  $g_1$  (010), le pouvoir réflecteur est plus grand perpendiculairement au plan p que dans ce plan.

Dans ces sections, l'anisotropie proyoque des rotations de 1°, et varie en sens inverse de la longueur d'onde (v > r).

La dispersion donne des teintes jaunes et gris sombre.

De ces résultats découle la répartition des pouvoirs réflecteurs principaux dans le cristal d'Al<sup>3</sup>Fe.

Le pouvoir réflecteur principal Rm est, sans ambiguïté, porté par l'axe c, perpendiculaire au plan p d'aplatissement des lamelles; en effet, cet axe c porte le plus petit pouvoir réflecteur dans les sections  $g_1$  et le plus grand dans les sections  $h_1$ .

D'autre part, nous avons vu que dans le plan p, Rg se place suivant la macrodiagonale b, et Rp suivant la brachydiagonale a.

On a donc Ra = Rp; Rb = Rg; Rc = Rm (fig. 13).



FIG. 13. -- Répartition des pouvoirs réflecteurs dans le cristal Al<sup>3</sup>Fe.

Une particularité remarquable du cristal Al<sup>3</sup>Fe tient au fait que dans les plans p et  $g_1$ , l'anisotropie varie en sens inverse de la longueur d'onde (v > r), alors que dans le plan  $h_1$  elle varie dans le même sens (r > v).

Ce fait a déjà été signalé et étudié dans quelques minerais opaques [12].

#### ALLIAGES ALUMINIUM-BARYUM

#### Echantillons examinés.

11 % de Baryum.

Phases prévues par l'analyse thermique [18] : fond d'aluminium et cristaux automorphes d'Al<sup>4</sup>Ba.

ANDRES et ALBERTI [1] indiquent qu'Al<sup>4</sup>Ba est de symétrie quadratique.

#### Phases observées au microscope. -- Deux phases.

#### 1° Fond isotrope dû à l'aluminium.

2° Cristaux automorphes d'Al<sup>4</sup>Ba à sections toujours allongées signe d'une cristallisation lamellaire. Ces sections présentent des stries parallèles à leur allongement qui sont la trace d'un plan de clivage facile.

#### Caractères micrographiques.

1

L'eau attaque Al<sup>4</sup>Ba pour donner Ba(OH)<sup>2</sup>; elle doit par conséquent être exclue des solutions entrant en contact avec les échantillons à polir. Nous avons employé l'alumine et l'oxyde de chrome en suspension dans l'alcool.

Après polissage mécanique, Al<sup>4</sup>Ba est légèrement en relief sur le fond; c'est le signe d'une dureté un peu supérieure à celle de l'aluminium.

#### Caractères optiques d'Al<sup>4</sup>Ba.

Sur une section quelconque, allongée, les extinctions droites concordent avec la symétrie quadratique. Le signe optique des sections est toujours négatif.

Les faces clivées sont optiquement isotropes; on a donc affaire à un clivage p(001).

D'autre part, le pouvoir réflecteur dans le plan p est plus petit que dans toutes les autres directions; d'où Re > Ro. Le cristal d'Al<sup>4</sup>Ba est donc uniaxe et optiquement positif (*fig. 14*).



FIG. 14. -- Répartition des pouvoirs réflecteurs dans le cristal Al'Ba.

La dispersion provoque des teintes jaune-sombre et gris très clair. L'anisotropic entraîne des rotations maxima de 1° et varie dans le même sens que la longueur d'onde (r > v).

## ALLIAGES ALUMINIUM-TITANE

#### Echantillons examinés.

6 % et 12 % de Titane.

D'après les diagrammes thermiques [26], on doit trouver dans ces alliages deux phases : Aluminium et Al<sup>3</sup>Ti.

L'aluminium est cubique et Al<sup>3</sup>Ti est quadratique [17].

#### Phases observées au microscope.

L'examen au microscope, en lumière naturelle, fait bien apparaître deux phases, l'une formée par des cristaux automorphes d'Al<sup>3</sup>Ti, dont les sections, toujours allongées, présentent des stries parallèles à l'allongement; l'autre phase est constituée par l'aluminium pur qui a cristallisé en second lieu, ce qui est conforme au diagramme thermique.

Le fait que Al<sup>3</sup>Ti présente en général des sections très allongées conduit à penser qu'il a cristallisé en lamelles.

D'autre part, les stries parallèles à l'allongement des sections indiquent la présence d'un clivage suivant le plan de ces lamelles; ce clivage, très facile à provoquer, explique la grande fragilité de ces alliages.

#### Caractères micrographiques.

Après polissage mécanique, les cristaux d'Al<sup>3</sup>Ti sont fortement en relief sur le fond. C'est le signe d'une dureté bien supérieure à celle de l'aluminium.

Le polissage anodique décape parfaitement l'aluminium et lui donne son pouvoir réflecteur maximum, mais Al<sup>3</sup>Ti prend un fort relief gênant pour les observations. Cependant, nous avons constaté que la méthode de polissage anodique en bain perchlorique-acétique, [20], s'applique à Al<sup>3</sup>Ti, à condition de prendre une lamelle clivée, ne comportant que la seule phase Al<sup>3</sup>Ti.

#### Caractères optiques d'Al<sup>3</sup>Ti.

Toutes les sections allongées sont optiquement anisotropes et à extinctions droites, ceci concorde avec la symétrie quadratique. Le plan d'aplatissement des lamelles est parfaitement isotrope, ce qui confirme l'uniaxie et indique que le clivage et l'aplatissement se font suivant la face p(001) du prisme quadratique.

Le pouvoir réflecteur est toujours plus petit suivant l'allongement des sections que perpendiculairement. Par conséquent, on a Re > Ro, et le cristal est optiquement positif (fig. 15).





L'anisotropie est faible et provoque des rotations de  $0^{\circ},5$ ; elle varie dans le même sens que la longueur d'onde (r > v).

Les teintes dues à la dispersion sont jaune-brun et gris-bleu.

#### ALLIAGES ALUMINIUM-COBALT

#### Echantillons examinés.

10 % de Cobalt.

L'analyse thermique, [27], prévoit deux phases :

1° aluminium pur;

2° composé intermétallique Al<sup>13</sup>Co<sup>3</sup> ou Al<sup>4</sup>Co, suivant les auteurs [27, 18].

Aucun résultat n'a été donné, à notre connaissance, sur la structure de ce composé.

#### Phases observées au microscope.

Au microscope, en lumière naturelle, on observe bien deux phases; les cristaux d'Al<sup>13</sup>Co<sup>3</sup> sont automorphes et donnent des sections allongées, présentant des stries parallèles à l'allongement. Al<sup>13</sup>Co<sup>3</sup> cristallise donc en lamelles qui se clivent suivant le plan d'aplatissement.

# MICROPHOTOGRAPHIE DES ALLIAGES ALUMINIUM-TITANE



*Photographie* 10. — Alliage Al-Ti à 12 % de Ti. Sections de lamelles d'Al<sup>a</sup>Ti dans un fond d'aluminium (G = 50 X). Lumière naturelle.

## MICROPHOTOGRAPHIES DES ALLIAGES ALUMINIUM-COBALT



11



; .

Photographies 11 et 12.--- Alliage Al-Co à 10 % de Co, maintenu pendant 3 heures
à la température de 680°, puis refroidi à l'air. Sections de lamelles d'Al<sup>13</sup>Co<sup>3</sup> dans un fond d'aluminium. Lumière naturelle (G = 50 X).

Après polissage mécanique, ce composé est légèrement en relief sur l'aluminium.

#### Caractères optiques d'Al<sup>13</sup>Co<sup>3</sup>.

Les sections allongées présentent toujours l'extinction droite.

D'autre part, le plan d'aplatissement des lamelles est optiquement isotrope. On a donc affaire à un cristal uniaxe aplati suivant le plan p(001).

Le pouvoir réflecteur est plus grand suivant l'allongement des sections, c'est-à-dire dans le plan p, que suivant toutes les autres directions. Nous sommes donc en présence d'un cristal uniaxe et optiquement négatif : Ro > Re.

L'anisotropie est faible et provoque des rotations allant jusqu'à  $0^{\circ},5$ . Elle varie dans le même sens que la longueur d'onde (r > v). La dispersion provoque des teintes passant du jaune clair au gris bleuté.

### ALLIAGES ALUMINIUM-MANGANÈSE

#### Echantillons examinés.

2 %, 4 %, 5 %, 6 %, 7 %, 8 %, 9 %, 10 %, 11 %, 12 %, 13 % et 14 % de Manganèse.

D'après le diagramme thermique le plus récent [28], ces alliages comportent deux phases à la température ordinaire :

1° une solution solide de manganèse dans l'aluminium;

2° un composé intermétallique Al<sup>5</sup>Mn.

D'après ISHIWARA [28], Al<sup>3</sup>Mn se forme d'abord vers 950°, puis réagit, à 670°, sur le liquide restant pour donner Al<sup>5</sup>Mn (*fig. 16*).



FIG. 16. -- Diagramme Al-Mn d'après Ishiwara.

Sur Al<sup>5</sup>Mn aucune indication de structure n'a été donnée à notre connaissance. Al<sup>3</sup>Mn serait pseudo-tétragonal et probablement de structure plus compliquée [4].

#### Phases observées au microscope.

- a) Alliages trempés à 2 % de Mn deux phases :
  - 1° fond isotrope dû à l'aluminium qui a cristallisé le premier;
  - 2° phase intersticielle constituée par un composé intermétallique Mn-Al que nous appellerons A.
- b) Alliages trempés à 4 % et 5 % de Mn deux phases :

1° fond isotrope constitué par l'aluminium;

 $2^{\circ}$  composé intermétallique A, qui a ici cristallisé en premier lieu. c) Alliages trempés à 6 %, 7 %, 8 %, 9 %, 10 %, 11 %. 12 % de Mn deux phases :

- 1° fond dû à l'aluminium;
- 2° on constate, grâce aux caractères optiques que nous donnerons ci-dessous, que le composé A a fait place à un deuxième composé B. Ce dernier se présente toujours en sections allongées, il est par conséquent lamellaire.
- d) Alliages trempés à 13 % et 14 % de Mn deux phases :
  - 1° fond d'aluminium;
  - 2° un composé C a pris la place de A et de B. Il est bien formé, en grains généralement polygonaux. Entre polariseurs croisés il s'éteint parfaitement et, par conséquent, est cubique.

Nous avons fait subir à ces alliages des recuits à la température de 600°, dans le but de préciser les conditions de formation des composés A, B et C. Après ce traitement thermique, on observe les phases suivantes :

- a) Alliages à 4 % et 5 % de Mn deux phases :
  - 1° fond d'aluminium;

2° composé A automorphe en grains rectangulaires ou rhombiques.

- b) Alliages de 6 % à 12 % de Mn trois phases :
  - 1° fond d'aluminium;
  - 2° composé B lamellaire et qui a cristallisé le premier;
  - 3° sur le pourtour des lamelles B est accolé un composé que ses caractères optiques identifient sans ambiguïté à A. L'emploi du microscope polarisant permet de constater qu'autour d'un monocristal B l'enveloppe est constituée par plusieurs cristaux A ne présentant pas d'orientation commune.

c) Alliages à 13 % et 14 % de Mn.

Ces alliages mettent en évidence la transformation des cristaux C en cristaux B puis en cristaux A. Chaque cristal de B est orienté par le cristal de C aux dépens duquel il s'est formé. Il y a là un phénomène remarquable d'épitaxie que la microphotographie  $N^{\circ}$  19 montre bien.

Ces résultats conduisent au diagramme d'équilibre aluminium-manganèse représenté par la figure 17.



FIG. 17.

Jusqu'à 6% de manganèse, le liquide en se refroidissant laisse déposer le composé A et la solution solide.

Au-dessus de 6 % et jusqu'à 13 % de manganèse, c'est le composé B qui se forme à haute température et qui, aux environs de  $670^{\circ}$ , réagit sur le liquide restant pour donner A. Si ces alliages sont rapidement refroidis on obtient le composé B à la température ordinaire; c'est ce que nous avons constaté. Si, au contraire, ces alliages sont maintenus assez longtemps à une température voisine de  $670^{\circ}$ , la transformation des cristaux B en cristaux A est totale.

L'apparition d'un troisième composé intermétallique C à partir de 13 % de manganèse indique, au-dessus de cette teneur, l'existence d'un second palier péritectique de transformation.

Le microscope polarisant confirme ainsi expérimentalement l'existence de ce second palier, déjà envisagée par Léon GUILLET [18].

Les trois phases A, B et C possèdent les caractères micrographiques et optiques ci-après :

## Caractères micrographiques.

Après polissage mécanique, l'aluminium, oxydé, prend des reflets jaunâtres. La phase A se distingue nettement sur le fond et présente un léger relief dû à une dureté un peu plus élevée. Son pouvoir réflecteur moyen est plus grand que celui du fond :  $Rm^A > Rm_A$ 

# MICROPHOTOGRAPHIES DES ALLIAGES ALUMINIUM-MANGANÈSE



Photographie 13. — Alliage Al-Mn à 4 % de Mn : le composé A automorphe. Lumière naturelle (G = 50 X).

*Photographie* 14. — Alliage Al-Mn à 8 % de Mn, coulé en coquille. Sections de lamelles du composé B (G = 50 X). Lumière polarisée.









Photographies 15 et 16. – Le même alliage à 8 % de Mn, refroidi lentement dans le four. Au centre du grain, le composé B. La transformation  $B \rightarrow A$ s'est effectuée sur les bords (G = 50 X). Lumière polarisée.

# MICROPHOTOGRAPHIES DES ALLIAGES ALUMINIUM-MANGANÈSE





17

Photographie 17. — Alliage Al-Mn à 8 % de Mn, maintenu pendant 12 heures à la température de 670°. Tout le composé B s'est transformé en composé A. Lumière naturelle (G = 50 X).

Photographie 18. — Alliage à 14 % de Mn refroidi en 30 minùtes. Coexistence de sections du composé B et de grains du composé A. Lumière naturelle (G = 50 X).



19

Photographie 19. Alliage à 14 % de Mn trempé à partir de 800°. (Attaque HF à 2 %). Les grains du composé C ont orienté les lamelles du composé B qui se sont formées. Lumière naturelle (G = 200 X).

La phase B présente un relief plus net que celui de la phase A, ce qui permet de classer les duretés dans l'ordre suivant :  $D_f < D_A < D_B$ . Par contre, l'éclat de B est beaucoup plus petit que celui de A, mais reste supérieur à celui du fond. Les pouvoirs réflecteurs moyens se classent donc dans l'ordre suivant :  $Rm_f < Rm_B < Rm_A$ .

Le traitement anodique décape bien le fond mais donne aux composés A, B, C un relief gênant.

#### Caractères optiques.

a) *Phase C* : Elle s'éteint très bien entre nicols croisés sur le fond qui s'illumine par suite de la présence d'un film d'oxyde. Elle est donc optiquement isotrope et par suite, de symétrie cubique.

b) Phase B: Les directions d'extinction des sections allongées sont droites. Le plan d'aplatissement des lamelles est optiquement isotrope. Le plus petit pouvoir réflecteur est situé dans le plan p d'aplatissement. Les cristaux B sont donc uniaxes positifs : Re > Ro.

L'anisotropie, peu élevée, provoque des rotations de  $0^{\circ},5$ ; elle varie en sens inverse de la longueur d'onde (v > r).

La dispersion est nette, elle entraîne des teintes passant du jaune orangé au bleu-violacé.

c) Phase A: L'étude de la phase A dans les alliages à plus de 6% de Mn est malaisée. Le composé A provient, en effet, de la réaction de B sur le liquidus et, dans cette transformation, chaque cristal B donne de nombreux cristaux A orientés suivant des directions quelconques et sans allongement bien défini.

Par contre, dans les alliages de 3 % à 6 % de Mn on obtient le composé A en cristaux automorphes, présentant des sections rectangulaires ou rhombiques.

Les extinctions sont droites, sur les sections allongées. Nous n'avons pas trouvé de sections optiquement isotropes, ce qui indique une symétrie au maximum orthorhombique.

Sur les sections allongées le plus grand pouvoir réflecteur est toujours dirigé suivant l'allongement des prismes. Sur les sections rhombiques le pouvoir réflecteur le plus grand est dirigé suivant la grande diagonale. Ceci entraîne les égalités suivantes : Ra = Rp; Rb = Rm et Rc = Rg (fig. 18). L'anisotropie est marquée, provoquant des rotations allant jusqu'à 2°. Elle varie, dans toutes les sections, dans le sens de la longueur d'onde (r > v).

La dispersion, très faible, provoque des teintes passant du jaune clair au gris bleuté (<sup>1</sup>).





# ALLIAGES ALUMINIUM-CUIVRE

#### Echantillons examinés.

3 %, 5 %, 7 %, 10 %, 15 %, 20 %, 25 %, 30 %, 45 %, 55 % de Cuivre. D'après les diagrammes thermiques, [18]. à la température ordinaire ces alliages comportent deux phases :

1° une solution solide de Cu dans Al:

2° un composé défini Al<sup>2</sup>Cu.

Pour les teneurs en cuivre inférieures à 33 %, c'est la solution solide qui cristallise la première. Au delà et jusqu'à 54 % Cu, Al<sup>2</sup>Cu cristallise en premier lieu. Les recherches les plus récentes admettent que l'aluminium dissout à chaud jusqu'à 5,65 % de cuivre et 0,3 % à la température ordinaire.

Al<sup>2</sup>Cu est quadratique [3].

#### Phases observées au microscope.

a) Alliages bruts de coulée :

I. — Alliages de 3 % à 30 % Cu — 2 phases.

1° solution solide en grains dendritiques;

<sup>1.</sup> Suivant les auteurs A serait Al<sup>+</sup>Mn ou Al<sup>+</sup>Mn ou Al<sup>5</sup>Mn. B serait Al<sup>4</sup>Mn ou Al<sup>3</sup>Mn. Aucune précision n'a été trouvée sur C.

2° dans les interstices de la solution solide l'eutectique contenant Al<sup>2</sup>Cu a cristallisé en second.

II. — Alliages à 45 % et 55 % Cu — 2 phases.

1° Al<sup>2</sup>Cu a ici cristallisé en premier lieu; il se présente en dendrites quadratiques à formes géométriques régulières. Ces dendrites sont formées d'un ensemble de prismes quadratiques allongés suivant le  $\Lambda_4$ . La section par un plan perpendiculaire au  $\Lambda_4$  présente l'allure d'un quadrillage.

 $2^{\circ}$  Entre les dendrites et à l'intérieur de chacune d'elles, dans les intervalles entre les prismes élémentaires est venue se déposer la solution solide.

b) Alliages à 3 % et 5 % de Cuivre revenus pendant 6 heures à 200°.

On voit apparaître ici à l'intérieur des grains d'aluminium des filonnets d'Al<sup>2</sup>Cu provenant du rejet de ce constituant, à l'état solide, par la solution.

#### Caractères micrographiques.

Après polissage mécanique et en lumière naturelle, Al<sup>2</sup>Cu plus dur que l'aluminium se distingue nettement de celui-ci. Son éclat est plus grand que celui du fond.

#### Caractères optiques.

a) Alliages à moins de 33 % de Cu.

Entre polariseurs croisés, la phase correspondant à la solution solide, cubique, s'éteint parfaitement. Al<sup>2</sup>Cu, quadratique, provoque de vives couleurs d'anisotropie. Il est remarquable qu'au sein de l'alliage l'orientation des grains de Al<sup>2</sup>Cu, formés en dernier lieu, soit constante dans de larges domaines.

Ceci est mis en évidence par la simultanéité des extinctions et des changements de teintes, observation elle-même facilitée par l'énorme dispersion. Une attaque par NaOH à 20 % permet de reconnaître que les domaines où l'orientation de Al<sup>2</sup>Cu est constante sont constitués par les différents grains d'aluminium. C'est donc à l'aluminium que l'on doit attribuer l'orientation de Al<sup>2</sup>Cu. Nous avons ici affaire à un remarquable phénomène d'épitaxie.

b) Sur les alliages à plus de 33 % Cu la majeure partie de Al<sup>2</sup>Cu a cristallisé en prismes quadratiques automorphes et le reste en filonnets au sein de la solution solide. Ces filonnets sont optiquement orientés dans de larges plages, et cette orientation est celle du gain d'Al<sup>2</sup>Cu le plus proche. En lumière polarisée chaque cristal d'Al<sup>2</sup>Cu est entouré d'une auréole de filonnets possédant la même orientation que lui et prenant, par conséquent, les mêmes colorations.

Nous avons pu, sur ces alliages, déterminer les caractères optiques de Al<sup>2</sup>Cu.

Sur les sections allongées, Rg est situé suivant l'allongement, c'est-à-dire suivant le  $\Lambda_4$ .

Les sections suivant le plan p sont optiquement isotropes, ce qui confirme l'uniaxie. Puisque Rg est suivant le  $\Lambda_4$  on a Re > Ro. Al<sup>2</sup>Cu est donc optiquement positif.

L'anisotropie varie dans le même sens que la longueur d'onde (r > v)et provoque des rotations maxima de 1°,5 vers le milieu du spectre visible, et de 2° dans le rouge.

La dispersion, très forte, entraîne des couleurs orangées, vertes et bleues, très vives.

#### ALLIAGES ALUMINIUM-CALCIUM

#### Echantillons examinés.

5 %, et 10 % de Calcium.

D'après le diagramme thermique de MATSUYAMA, [29], ces alliages doivent présenter deux phases :

1° un composé Al<sup>3</sup>Ca;

2° une solution solide de calcium dans l'aluminium.

L'aluminium est cubique.

Nous n'avons trouvé aucune étude sur la structure de Al<sup>3</sup>Ca.

#### Phases observées au microscope.

Deux phases.

1° fond d'aluminium;

2° Al<sup>3</sup>Ca en cristaux automorphes, se présentant toujours en sections allongées, ce qui est le signe d'une cristallisation lamellaire. L'étude macroscopique montre que ces lamelles constituent des plans de rupture très facile de l'alliage et lui confèrent une grande fragilité.

#### Caractères micrographiques.

Après polissage mécanique, les cristaux d'Al<sup>3</sup>Ca sont en relief sur le fond d'aluminium et paraissent bien décapés.

Dans le polissage anodique Al<sup>3</sup>Ca, moins facilement soluble que Al, prend un relief gênant pour l'observation des caractères optiques.

#### Caractères optiques d'Al<sup>3</sup>Ca.

Les sections allongées sont toutes anisotropes et présentent des extinctions droites. Le plan d'aplatissement des lamelles est optiquement isotrope, ce plan est donc le plan p (001). Le plus grand pouvoir réflecteur du cristal est dans ce plan p; on a par conséquent Ro > Re et le cristal est uniaxe négatif. **MICROPHOTOGRAPHIE DES ALLIAGES ALUMINIUM-CUIVRE** 

 $\mathbf{20}$ 

*Photographie* 20. – Alliage Al-Cu à 20 % de Cu. Lumière polarisée. On voit ici 4 grains d'aluminium dendritiques mis en évidence, en lumière polarisée, par des colorations dues à Al<sup>2</sup>Cu qui a été orienté par l'aluminium (G = 50 X).



21



22

Photographie 21. Alliage Al-Cu à 45 % de Cu. Lumière polarisée. Le composé Al<sup>2</sup>Cu a cristallisé en arborescences quadratiques. Le grain du centre et celui de droite présentent des sections sensiblement perpendiculaires à l'axe quaternaire. Ils sont éteints en lumière polarisée (G = 50 X).

Photographie 22. — Alliage Al-Cu à 45 % de Cu. Lumière naturelle (G = 50 X).

.



# MICROPHOTOGRAPHIES DES ALLIAGES ALUMINIUM-CALCIUM



 $\mathbf{23}$ 

Photographie 23.Alliage Al-Ca à 10 % de Ca. Lumière naturelle (G = 50 X).Photographie 24.Alliage Al-Ca à 10 % de Ca. Lumière polarisée (G = 50 X).

# MICROPHOTOGRAPHIE DES ALLIAGES ALUMINIUM-CÉRIUM



25

Photographie 25. – Alliage Al-Ce à 15 % de Ce. Lumière naturelle (G = 84 X)

Pour les sections les plus anisotropes on note des rotations de l'ordre de 1°,5. L'anisotropie croît avec la longueur d'onde (r > v). La dispersion, très nette, provoque des teintes allant du vert au violet.

#### ALLIAGES ALUMINIUM-CÉRIUM

## Echantillons examinés.

15 % de Cérium.

Le diagramme thermique [31] prévoit deux phases : Al<sup>4</sup>Ce et aluminium. Nous n'avons trouvé aucune indication sur la structure de Al<sup>4</sup>Ce.

#### Phases observées au microscope.

Deux phases :

1° fond d'aluminium;

2° Al<sup>4</sup>Ce en sections toujours allongées, c'est le signe d'une cristallisation lamellaire.

Comme dans les cas précédents, ces lamelles entraînent une grande fragilité de l'alliage.

#### Caractères micrographiques et optiques.

Après polissage mécanique, les cristaux d'Al<sup>4</sup>Ce sont légèrement en relief sur l'aluminium. Ils sont donc plus durs que celui-ci.

En lumière polarisée, le plan d'aplatissement des lamelles est optiquement isotrope, ce qui entraîne l'uniaxie du cristal.

Les sections allongées présentent l'extinction droite.

L'anisotropie ne dépasse pas  $0^{\circ},5$  à son maximum et varie en sens inverse de la longueur d'onde (v > r). Les couleurs dues à la dispersion sont jaune clair et gris bleuté.

Le pouvoir réflecteur est plus grand dans le plan p que suivant l'axe principal, Ro > Re. Le cristal est donc uniaxe négatif.

### ALLIAGES ALUMINIUM-VANADIUM

#### Echantillons examinés.

2 % V.

L'étude de ces alliages n'a pas été jusqu'à présent très poussée et les résultats connus sont très imprécis. СZAKO, [30], cependant indique à partir de 1 % de Vanadium, la présence dans un fond d'aluminium pur du composé intermétallique Al<sup>a</sup>V. Nous n'avons trouvé aucune étude sur la structure d'Al<sup>a</sup>V.

#### Phases observées au microscope.

Deux phases :

1° fond isotrope dû à l'aluminium;

2° cristaux automorphes d'Al<sup>3</sup>V en grains arrondis, quelquefois carrés *(phot. 26)*. Après polissage mécanique ils prennent un relief accentué et paraissent bien décapés; c'est l'indication qu'ils sont plus durs et moins oxydables que l'aluminium.

Entre polariseurs croisés, Al<sup>3</sup>V s'éteint parfaitement sur le fond légèrement oxydé par suite de la formation d'une pellicule d'alumine.

Ceci montre que Al<sup>3</sup>V est optiquement cubique.

#### ALLIAGES ALUMINIUM-CHROME

#### Échantillons examinés.

10 % Cr.

D'après les diagrammes thermiques, [32, 33], ces alliages sont constitués par des cristaux automorphes de Al<sup>6</sup>Cr (ou Al<sup>7</sup>Cr) dans un fond d'aluminium. Les différents auteurs indiquent, en général, une montée très rapide du liquidus par l'addition de chrome à l'aluminium. C'est ce que nous avons constaté en élaborant ces alliages.

Aucun résultat ne semble avoir été donné sur la structure de la phase intermétallique.

#### Examen microscopique.

La phase intermétallique communique aux alliages une grande fragilité; elle se détache aisément en plaquettes à faces brillantes.

#### Phases observées au microscope.

Deux phases :

1° fond isotrope d'aluminium;

2° cristaux automorphes de la combinaison intermétallique ne présentant aucune direction d'allongement. Après polissage mécanique, ces grains sont très blancs et prennent un relief très accentué.

Entre polariseurs croisés, ils s'éteignent parfaitement sur le fond légèrement éclairé par suite de l'oxydation de l'aluminium. Le composé Al<sup>6</sup>Cr ou Al<sup>7</sup>Cr est donc probablement cubique.

# MICROPHOTOGRAPHIE DES ALLIAGES ALUMINIUM-VANADIUM



26

Photographie 26. — Alliage Al-V à 2 % de V. Lumière naturelle (G = 84 X). Grain d'Al $^{*}$ V dans un fond d'aluminium.

MICROPHOTOGRAPHIE DES ALLIAGES ALUMINIUM-CHROME



Photographie 27. · · · Alliage Al-Cr à 10 % de Cr. Lumière naturelle (G = 84 X).

# TABLEAUX RÉCAPITULATIFS

Espèce	Symétrie	Signe optique	Ordre de grandeur de l'ani- sotropie maximun	Sens de varia- tion de l'aniso- tropie en fonc- tion de la lon- gueur d'onde.	Couleurs de dispersion à partir du centre du champ.
Al' Ba	Q	positif	10	croissante	jaune sombre et gris très clair.
Al³ Ti	Q	positit	0.5	croissante	jaune brun et gris bleu.
Alº Cu	Q	positif	$2^{\circ}$	croissante	orangé et bleu vif.
Al <sup>13</sup> Co <sup>3</sup>	?	négatif	0.72	croissante	jaune clair et gris bleu.
Al <sup>®</sup> Ca	?	négatif	1	croissante	vert et violet.
Al <sup>4</sup> Ce	?	négatif	0, 5	décroissante	jaune clair et gris bleuté.
B des Allia ges A1-Mn	?	positif	0.5	décroissante	jaune orangé et bleu violacé.

# I. -- Composés intermétalliques uniaxes

# II. – Composés intermétalliques orthorhombiques

Espèce	Répartition de Rg, Rp, Rm sur les axes α. b, c,	Ordre de grandeur de l'anisotro- pie maxi- mum sur :	Sens de variation de l'anisotropie en fonction de la lon- gueur d'onde sur :	Couleurs de disper- sion à partir du cen- tre sur :
	Rg Rm R p	ph, g,	ph, g,	p h <sub>i</sub> g <sub>i</sub>
Al <sup>a</sup> Ni	a b c	0°5 1° 1° 1	croissante	orangé jaune jaune vert et et bleu bleu
Al <sup>3</sup> Fe	b c a	1°5 1° 1 °	dé- crois- dé crois- sante crois- sante sante	jaune jaune jaune brun et et gris gris gris bleuté clair samba
A des alliages Al Mn	c b a	2° 2 2	croissante	jaune clair et gris bleuté

# CONCLUSION

Ce travail a eu essentiellement pour but de mettre en évidence les applications pratiques du microscope métallographique polarisant.

Nous avons tout d'abord montré que l'on pouvait tirer de l'étude de l'anisotropie optique superficielle d'intéressants renseignements concernant la microgéométrie des surfaces.

Cette anisotropie nous a permis, en outre, de définir pour chaque substance un facteur mécanique, fonction à la fois de sa dureté et de sa plasticité, qui rend compte de la facilité avec laquelle cette substance peut être polie.

Les Minéralogistes avaient déjà utilisé avec profit le microscope métallographique polarisant pour l'étude des sections polies des minerais opaques.

Aucune étude systématique des caractères optiques n'avait cependant été entreprise jusqu'à présent dans le but d'identifier par cette méthode les constituants intermétalliques que l'on rencontre dans les alliages. Seuls quelques résultats fragmentaires ont été publiés [6, 7, 15].

Mais les procédés de la diagnose optique ne pourront se répandre qu'à la condition d'établir, préalablement, des tables de caractères optiques des différents métaux et composés intermétalliques.

Nous nous sommes attachés à la constitution de ces tables dans le cas des alliages légers.

Nous avons rencontré, au cours de cette étude, quelques phases sur lesquelles aucune indication de structure n'avait été donnée à notre connaissance. L'emploi du microscope métallographique polarisant nous a permis de préciser que les phases Al<sup>13</sup>Co<sup>3</sup>, Al<sup>3</sup>Ca, Al<sup>4</sup>Ce présentent une symétrie uniaxe alors que les phases Al<sup>3</sup>V et Al<sup>6</sup>Cr sont cubiques.

Ce travail nous a permis, enfin, de mettre en évidence les avantages des méthodes optiques sur les procédés classiques de la diagnose métallographique. Ainsi, dans les alliages aluminium-manganèse, nous avons pu établir aisément l'existence, à plus de 13 % de Mn, de deux transformations péritectiques, alors que l'analyse thermique en indiquait une seule avec certitude.

Dans les alliages aluminium-cuivre, nous avons constaté le phénomène d'épitaxie provoquant l'orientation des grains de Al<sup>2</sup>Cu par l'aluminium. Il n'était, évidemment, guère possible de montrer cette orientation par des attaques chimiques, et seuls les rayons X, d'un emploi beaucoup plus compliqué que la méthode optique avaient permis de révéler ce phénomène.

Nous avons ainsi montré l'importance des renseignements que l'on peut tirer de l'emploi du microscope polarisant par réflexion.

## ÉTUDE DES PROPRIÉTÉS OPTIQUES DES CRISTAUX MÉTALLIQUES

Les métallographes, en particulier, trouveront dans l'utilisation des méthodes optiques des caractères de diagnose nombreux et nouveaux susceptibles de faciliter grandement leurs déterminations.

Il est, par conséquent, souhaitable que l'emploi de ces méthodes ne soit plus limité aux seules recherches pétrographiques, mais soit, au contraire, étendu à l'étude de toutes les substances cristallisées, naturelles ou artificielles.

## BIBLIOGRAPHIE

- [1] K. R. ANDRES und E. ALBERTI : Röntgenographische Untersuchung der Legierungsreihe Al-Ba. Zeit. für Metalkunde : T. 27 (1935), p. 126-128.
- [2] E. BACHMETEW : Röntgenographische Bestimmung der Al<sup>3</sup>Fe Struktur. Zeit. fur Krist. (A) 89 (1934), p. 575-586.
- [3] A. J. BRADLEY and Ph. JONES : An X-ray investigation of the copper aluminium alloys. J. Ins. Met. T. 51 (1933), p. 131-162.
- [4] A. J. BRADLEY and Ph. JONES : Phil. Mag. T. 12 (1931), p. 1137-1152.
- 5 A. J. BRADLEY and A. TAYLOR : The crystal structures of Al<sup>3</sup>Ni and Al<sup>3</sup>Ni<sup>2</sup>. Phil. Mag. T. 23 (1937), p. 1049.
- [6] T. CAMBON : Sur l'anisotropie optique des bronzes et des alliages cuivreantimoine. C. R. Ac. Sc. T. 224 (1947), p. 837.
- [7] T. CAMBON : Sur l'anisotropie optique des siliciures de fer, de manganèse et de nickel. C. R. Ac. Sc. T. 224 (1947), p. 1112.
- [8] L. CAPDECOMME : Emploi d'un accumulateur tampon pour stabiliser l'alimentation d'un filament incandescent, C. R. Ac. Sc. T. 202 (1936), p. 2061.
- [9] L. CAPDECOMME : Recherches sur les mesures de pouvoirs réflecteurs au moyen du microscope. Thèse, Paris. Série A. N° 1753. N° d'ordre 2619 (1937).
- 10) L. CAPDECOMME : Observations qualitatives sur les sections des cristaux opaques au moyen du microscope métallographique polarisant, Bull. Soc. Fran. de Minéralogie. T. 63. (1940), p. 19-55.
- [11] L. CAPDECOMME : Note sur l'anisotropie superficielle des sections polies de cuivre, Bull. Soc. Fran. de Minéralogie. T. 63 (1940), p. 57-63.
- 12) L. CAPDECOMME : Sur l'inversion de l'anisotropie dans quelques cristaux opaques orthorhombiques. C. R. Ac. Sc. T. 215 (1942), p. 88-90.
- 13] L. CAPDECOMME et J. ORCEL : Détermination des propriétés optiques des cristaux opaques à l'aide du microscope métallographique polarisant. Revue d'optique théorique et instrumentale. T. 20 (1934), p. 47-114.
- [14] L. CAPDECOMME et Y. SCHOWB : Etude sur le Cadmium; procédé de polissage anodique. Caractères cristallographiques nouveaux, épitaxies des oxydes sur le métal. Métaux, Corrosion, Usure, Nº 218. (Oct. 1943), p. 173.
- 15] J. FARRAN : Caractères optiques de quelques alliages d'aluminium. C. R. Ac. Sc. T. 220 (1945), p. 690.
- (16) J. FARRAN : Sur l'anisotropie optique superficielle des surfaces réfléchissantes striées. C. R. Ac. Sc. T. 224 (1947), p. 1103.
- [17] FINK, VAN HORN BUDGE : Inst. Met. Div. (1931), p. 421-439.
- [18] Léon GUILLET : Les métaux légers et leurs alliages. T. II, 1<sup>rr</sup> partie (1940).
- [19] P. A. JACQUET : Contribution à l'étude expérimentale de la structure cristalline des dépôts électrolytiques. Thèse, Paris. Série A. N° 365. N° d'ordre 389.
- 20) P. A. JACQUET : Sur une nouvelle technique de polissage électrolytique de l'aluminium et de ses alliages. Métaux, Corrosion, Usure, N° 219 (Nov. 1943), p. 198.
- 21) H. LOWERY, H. WILKINSON, D. L. SMARE : An experimental investigation on the influence of the polished surface on the optical constants of copper as determined by the method of DRUDE. Phil. Mag. T. 22 (1936), p. 781.
- 22 J. ORCEL : La mesure du pouvoir réflecteur des minéraux opaques à l'aide de la cellule photoélectrique et ses applications. Bull. Soc. Fran. de Minéralogie, T. 53 (1930), p. 339-340.

- [23] J. ORCEL : L'éclat des minéraux et la mesure de leurs pouvoirs réflecteurs au moyen du microscope photoélectrique. Arch. du Muséum (6° série).
   T. 12 (1935), p. 171-189.
- [24] P. PASCAL : Traité de Chimie Minérale, T. 12 (1934), p. 599. (GwyER : Zeit, fur anorg. Chem. T. 57 (1908), p. 113.)
- [+25] P. PASCAL : Traité de Chimie Minérale, T. 12 (1934), p. 540. (GWYER : Zeit. fur anorg. Chem. T. 57 (1908), p. 113.)
- 126] P. PASCAL : Traité de Chimie Minérale. T. 12 (1934), p. 716. (MANCHOT et RICHTER : An. der. Chem. T. 357 (1907), p. 140.)
- 27] P. PASCAL : Traité de Chimie Minérale, T. 12 (1934), p. 30. (GWYER : Zeit. fur. anorg. Chem. T. 57 (1908), p. 113.)
- [128] P. PASCAL : Traité de Chimie Minérale, T. 12 (1934), p. 651. (ISHIWARA : Sc. Rep. Tohoku. Univ. T. 19 (1931), p. 499.)
  [29] P. PASCAL : Traité de Chimie Minérale, T. 12 (1934), p. 308. (MATSUYAMA :
- [29] P. PASCAL : Traité de Chimie Minérale, T. 12 (1934), p. 308. (MATSUVAMA : Sc. Rep. Tohoku, Univ. T. 17 (1928), p. 783.)
- [30] P. PASCAL : Traité de Chimie Minérale, Т. 12 (1934), р. 705. (СZAКО : С. R. Ac. Sc. Т. 156 (1913), р. 140.)
- [31] P. PASCAL : Traité de Chimie Minérale. T. 12 (1934), p. 339. (VOGEL : Zeit. anorg. Chem. T. 75 (1912), p. 41.)
- [32] P. PASCAL : Traité de Chimie Minérale. T. 12 (1934), p. 679. (GOTO et DOGANE : Nihon Kôgyôkwaishi. T. 512 (1927), p. 931.)
- [33] P. PASCAL : Traité de Chimie Minérale. T. 12 (1934), p. 679. (HINDRICHS : Zeit. anorg. Chem. T. 59 (1908), p. 414.)
- [34] Recucil de constantes physiques. Société Française de Physique (1913), p. 532. (DRUDE.)
- [35] Tables annuelles de constantes et données numériques. Réflexion. Réfraction. Vol. 16 (1937), p. 30-17. (H. M. O'BRYAN : J. opt. Soc. Am. T. 26 (1936), p. 122.)