



ERAMET
RESEARCH

38.10.025-JM

Trappes, le 19 août 2010

**EXPERTISE COMPARATIVE D'UN FIL COURONNE ET D'UNE BARRE DE PETIT
DIAMETRE EN ALLIAGE TA6V D'ORIGINE TIMET ET DYNAMET**

ETUDE N° 23300 / 2566

DISTRIBUTION :

ERASTEEL

L. SANCHO

S. SELLA

BROWN EUROPE

M. GUY

G. ROUSSILHE

AUBERT & DUVAL

P. DELABORDE

C. DUMONT

Y. LE COLLEN

P. HERITIER

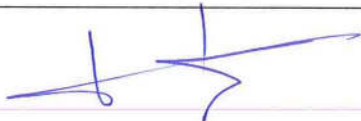

ERAMET RESEARCH

J-P. CESCUTTI

B. ANTOLOVICH

E. BAILLET

Documentation

Auteur : J. MONTAGNON	Approbateur : B. ANTOLOVICH
	

KEYWORDS : BRANCHE ALLIAGE°ERASTEEL°AUBERT&DUVAL°BROWN EUROPE°
EXPERTISE°ALLIAGE TA6V°FIL°BARRE°ECHANTILLONS DE LA
CONCURRENCE°

RÉSUMÉ-CONCLUSIONS :

AUBERT&DUVAL demande l'expertise métallurgique MEB-EBSD de deux produits d'alliage TA6V :

- Un fil-couronne de diamètre 5.05 mm de provenance TIMET UK : ce fil est à l'origine de défauts dits de « triangulation » sur des ébauches de vis du client AHG.
- Une barre diamètre 4.90 mm de provenance DYNAMET, dont la qualité est réputée bonne par AHG.

L'expertise a pour objet l'analyse structurale des deux produits à l'aide du MEB-FEG d'ERAMET RESEARCH.

Les structures du fil TIMET et de la barre DYNAMET sont notablement dissemblables :

- Le fil-couronne d'origine TIMET est caractérisé par une microstructure équiaxe très fine et très homogène dans tout le volume du produit. La taille du grain est micrométrique. Le produit est à l'état recuit. On retrouve la description classique de la texture de l'alliage TA6V, qui se décrit par la composante (0001) $\langle 10-10 \rangle$. On note une variation de texture selon le rayon du fil, corrélée avec l'alignement plus ou moins parfait de l'axe c $\langle 0001 \rangle$ de la structure hexagonale sur la seule direction radiale.
- La barre DYNAMET présente une structure écrouie et peu recristallisée dans laquelle on note l'absence de grain allongé. Sa structure granulaire est hétérogène dans toute la section de la barre, ce qui se traduit par une large distribution de taille de grain, les plus grossiers atteignant la vingtaine de microns. Toutefois, le produit DYNAMET comporte une texture qui n'est pas plus marquée que celle du produit TIMET.
- La faible différence de texture entre les deux produits peut s'expliquer par le fait que des amas de petits grains ayant une orientation identique dans la structure du fil TIMET ont une taille approchant celle des gros grains de la structure de la barre DYNAMET.

Le traitement de qualité du TA6V, par mise en solution, trempe et revenu, tend à uniformiser les structures et à atténuer les différences observées entre les deux produits. Néanmoins, la structure de la barre DYNAMET conserve une plus large distribution granulaire et un indice de texture globalement plus élevé.

Le fil-couronne d'origine TIMET est pré-enduit d'un lubrifiant de couleur noire, riche en molybdène, sodium, potassium, fluor et silicium. Ce dépôt est vraisemblablement constitué de savons, dans lesquels on retrouve généralement les éléments sodium ou potassium, et comporte d'autres composés lubrifiants qui pourraient être le MoS₂, un polymère fluoré ...

TABLE DES MATIERES

1. INTRODUCTION	4
2. EXPERTISE	4
2.1. EXAMENS DE SURFACE	4
Le fil-couronne d'origine TIMET	4
La barre d'origine DYNAMET	4
2.2. EXAMENS DES STRUCTURES A L'ETAT DE RECEPTION	4
Le fil-couronne d'origine TIMET	4
La barre d'origine DYNAMET	5
2.3. EXAMENS DES STRUCTURES TRAITÉES	5
3. DISCUSSION/CONCLUSIONS	6
4. LES ANNEXES	6
ANNEXE 1 : EXAMENS DE SURFACE DES ECHANTILLONS	7
ANNEXE 2 : EXAMENS DE LA STRUCTURE EN MICROSCOPIE ELECTRONIQUE	11
ANNEXE 3 : ANALYSE DES TEXTURES	16
ANNEXE 4 : EXAMENS DE STRUCTURE DES PRODUITS TRAITES PAR TREMPE ET REVENU	23

1. INTRODUCTION

AUBERT&DUVAL demande l'expertise métallurgique de deux produits d'alliage TA6V :

- Un fil-couronne de diamètre 5.05 mm de provenance TIMET UK : ce fil est à l'origine de défauts dits de « triangulation » sur des ébauches de vis du client Atelier de Haute Garonne (AHG).
- Une barre diamètre 4.90 mm de provenance DYNAMET, dont la qualité est réputée bonne par AHG.

L'expertise a pour objet l'analyse structurale des deux produits à l'aide du MEB-FEG d'ERAMET RESEARCH.

2. EXPERTISE

L'expertise comporte une observation des surfaces et une analyse des structures à l'aide d'examen MEB-EBSD.

2.1. EXAMENS DE SURFACE

LE FIL-COURONNE D'ORIGINE TIMET est caractérisé par un dépôt de surface de couleur noire (cf. Annexe 1a). Ce dépôt est très homogène et masque toute irrégularité du substrat métallique. L'analyse chimique du dépôt par EDS révèle la présence de deux groupes de composés simultanément présents en proportions plus ou moins variables (cf. Annexe 1b) :

- Composés des éléments sodium, potassium et fluor
- Composés des éléments silicium et molybdène : du soufre peut être présent, mais cet élément est difficile à distinguer du molybdène en analyse EDS.

De l'oxygène est présent dans ces composés. Ce dépôt fortement fluoré est de nature un peu différente de celui trouvé en surface d'un fil d'origine DYNAMET (Rapport « Expertise d'un fil d'alliage TA6V en provenance de SPS », N° 38.10.014-JM) : dans le dépôt DYNAMET, on trouve une forte proportion des éléments calcium et carbone, mais pas de potassium. Les autres éléments Mo, Si, Na, F et O sont communs aux deux revêtements.

Ces dépôts sont vraisemblablement constitués de savons, dans lesquels on retrouve généralement les éléments sodium ou potassium, et comportent d'autres composés lubrifiants qui pourraient être le MoS₂, un polymère fluoré ...

LA BARRE D'ORIGINE DYNAMET offre un état de surface typique d'un usinage par rectification (cf. Annexe 1c). Aucun dépôt n'est observé sur sa surface.

2.2. EXAMENS DES STRUCTURES A L'ETAT DE RECEPTION

LE FIL-COURONNE D'ORIGINE TIMET est caractérisé par une microstructure très fine et très homogène dans tout le volume du produit. L'examen en diffraction électronique à l'aide de la technique EBSD (Electron Back scattering Diffraction) permet d'atteindre les données suivantes :

- Les grains de phase alpha sont globulaires et présentent une distribution de taille homogène (cf. Annexe 2a) ; leur taille est inférieure à 10 microns et leur distribution de taille est centrée sur 1,3 microns (Annexe 2c).

- Le matériau comporte environ 2 % surfacique de la phase Beta ; celle-ci est disposée essentiellement en position intergranulaire (cf. Annexe 2d).
- On retrouve la description classique de la texture de l'alliage TA6V, qui se décrit par la composante (0001) <10-10> (cf. Annexes 3a et 3b). Dans la direction de laminage, la direction <10-10> apparaît clairement parallèle à la direction de laminage, en particulier à cœur du fil (cf. Annexe 3b). Une large fraction de la structure granulaire présente une texture transverse, ayant les axes c <0001> de la maille hexagonale de la phase Alpha orientés dans la direction transverse (le plan de base hexagonale est parallèle à la direction de laminage). Cet effet est très marqué en peau du produit où la direction <0001> est nettement radiale ce qui est montré par un pôle central sur la figure de pôles (0001) en Annexe 3b. Cet effet est atténué à mi-rayon du fil, mais reste bien présent à cœur où un pôle central est visible sur la figure de pôles (0001).
- L'intensité maximale de la fonction de distribution des orientations cristallines (FDOC ou indice de texture) est relativement élevée dans le fil malgré la très petite taille des grains (cf. Annexe 3e). Ceci est dû au fait que des amas de grains voisins conservent les mêmes orientations cristallographiques, vraisemblablement celles d'anciens gros grains de la structure à un stade antérieur sur demi-produit (cf. Annexe 3f). La peau du fil est plus affectée par ce mécanisme que le cœur. En revanche, la finesse de la structure granulaire permet de conserver un indice de texture à peu près constant quel que soit le grandissement d'observation de x500 à x2000.

LA BARRE D'ORIGINE DYNAMET présente une structure écrouie et peu recristallisée (cf. Annexe 2b). La structure granulaire est hétérogène dans toute la section de la barre, ce qui se traduit par une large distribution de taille de grain, les plus grossiers atteignant la vingtaine de microns (cf. Annexe 2c). On note l'absence de grain allongé.

- Le taux de phase beta est de l'ordre de 2,5%. Cette phase est plus fréquemment disposée en position intergranulaire.
- La texture est caractérisée par sa composante (0001) <10-10> décrite ci-avant. L'axe c <0001> de la structure hexagonale prend globalement des orientations aléatoires dans tout le plan de la section de la barre (cf. Annexes 3c-3d). Les orientations <10-10> et, dans une moindre mesure, <11-20> s'alignent préférentiellement selon la direction de laminage (Annexe 3c).
- A faible grandissement, c'est-à-dire lorsqu'une forte quantité de grains est prise en compte, l'intensité maximale de la fonction de distribution des orientations cristallines n'est pas plus élevée que dans le cas du produit TIMET (cf. Annexe 3e). Donc, malgré un écrouissage résiduel et une structure granulaire hétérogène, le produit DYNAMET comporte une texture qui n'est pas plus marquée que celle du produit TIMET parfaitement recristallisé à grains très fins. En revanche, l'indice de texture du produit DYNAMET croît rapidement avec le grandissement utilisé pour les observations MEB : ce biais de la quantification de texture est dû à un effet de taille de grain.
- La faible différence de l'indice de texture entre les deux produits peut s'expliquer par le fait que les amas de petits grains ayant une orientation identique dans la structure du fil TIMET ont une taille approchant celle des gros grains de la structure de la barre DYNAMET (cf. Annexe 3f).

2.3. EXAMENS DES STRUCTURES TRAITEES

Il est intéressant d'apprécier la réponse structurale des deux produits TIMET et DYNAMET lors du traitement de qualité généralement appliqué pour leur utilisation finale. Le traitement suivant a été appliqué à des échantillons de fil et barre : 927°C / 1h / eau + 500°C / 4h.

Environ 50% de la phase alpha est mise en solution à cette température. La phase beta formée se transforme au refroidissement en une structure aciculaire de type martensitique. Les structures obtenues sont présentées en Annexe 4 :

- Le fil TIMET offre une structure homogène dans toute sa section (cf. Annexe 4a). La distribution de taille des grains « alpha primaire » est centrée sur 5 microns (cf. Annexe 4c). La taille maximale de ces grains est de 10 microns. La distribution de taille de grain de la barre DYNAMET est un peu plus large : elle est centrée sur 6 microns et la taille maximale atteint 15 microns, tandis que la forme des grains n'est pas parfaitement équiaxe (cf. Annexe 4b).
- La texture est très atténuée dans les produits traités (cf. Annexe 4f) : l'indice de texture reste un peu plus élevé dans la barre DYNAMET.

3. DISCUSSION/CONCLUSIONS

Les structures du fil TIMET et de la barre DYNAMET sont notablement dissemblables :

- Le fil-couronne d'origine TIMET est caractérisé par une microstructure équiaxe très fine et très homogène dans tout le volume du produit. La taille du grain est micrométrique. Le produit est à l'état recuit. On retrouve la description classique de la texture de l'alliage TA6V, qui se décrit par la composante (0001) $\langle 10\text{-}10 \rangle$. On note une variation de texture selon le rayon du fil, corrélée avec l'alignement plus ou moins parfait de l'axe c $\langle 0001 \rangle$ de la structure hexagonale sur la seule direction radiale.
- La barre DYNAMET présente une structure écrouie et peu recristallisée dans laquelle on note l'absence de grain allongé. Sa structure granulaire est hétérogène dans toute la section de la barre, ce qui se traduit par une large distribution de taille de grain, les plus grossiers atteignant la vingtaine de microns. Toutefois, le produit DYNAMET comporte une texture qui n'est pas plus marquée que celle du produit TIMET.
- La faible différence de texture entre les deux produits peut s'expliquer par le fait que des amas de petits grains ayant une orientation identique dans la structure du fil TIMET ont une taille approchant celle des gros grains de la structure de la barre DYNAMET.

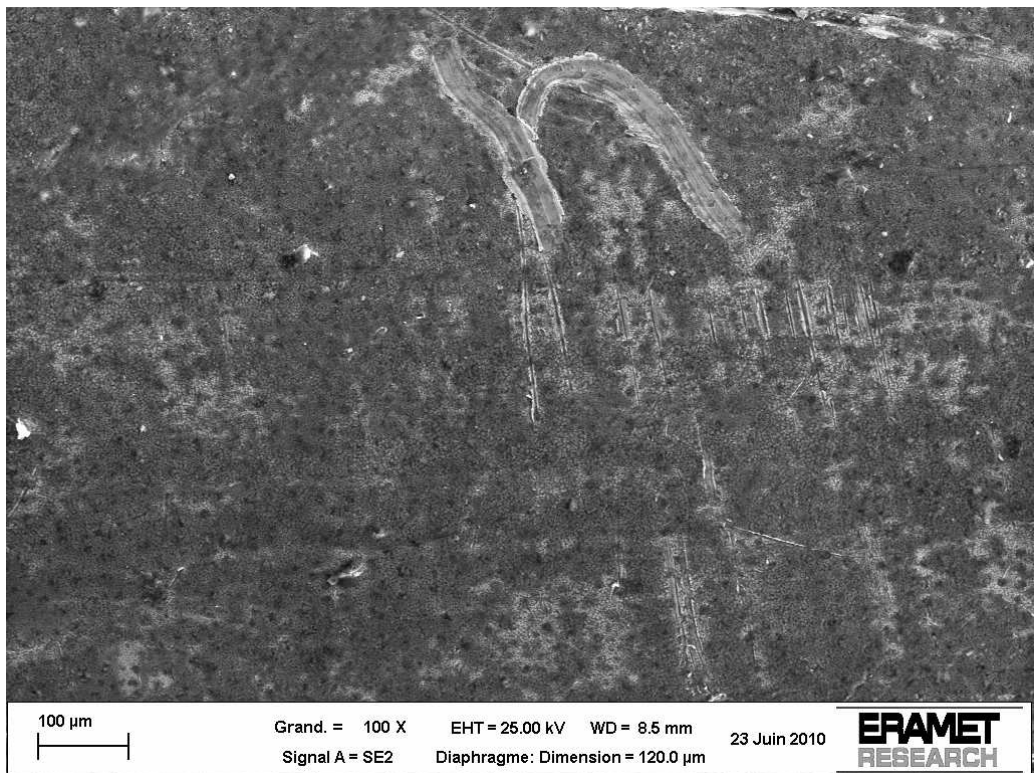
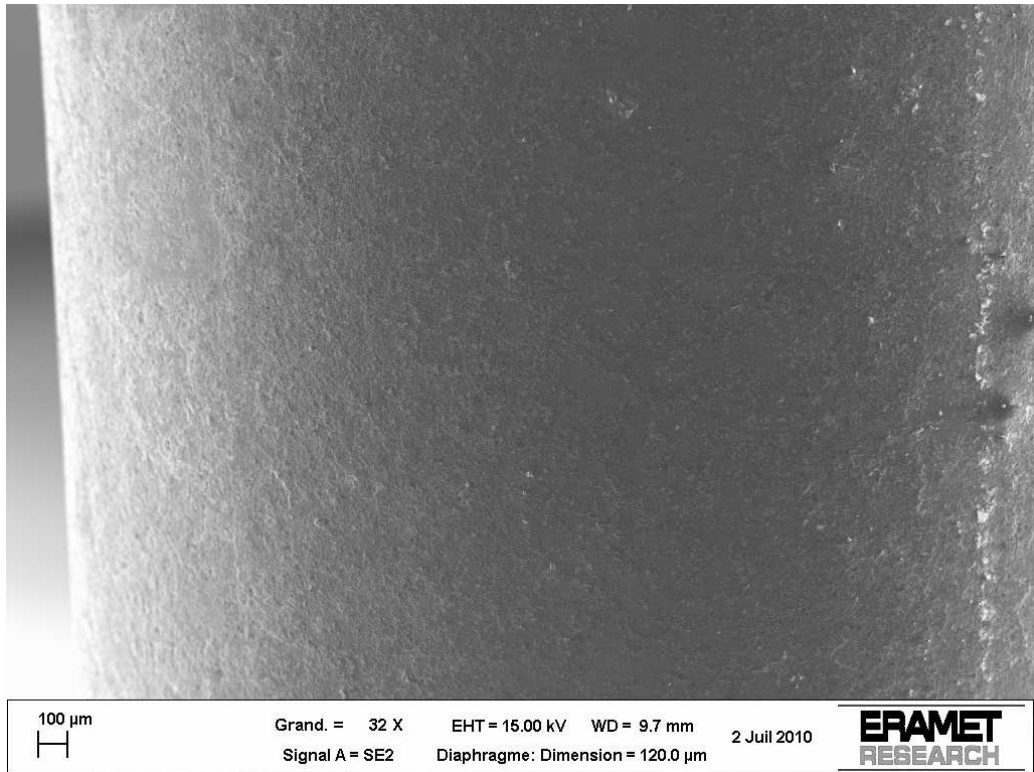
Le traitement de qualité du TA6V, par mise en solution, trempe et revenu, tend à uniformiser les structures et à atténuer les différences observées entre les deux produits. Néanmoins, la structure de la barre DYNAMET conserve une plus large distribution granulaire et un indice de texture globalement plus élevé.

Le fil-couronne d'origine TIMET est pré-enduit d'un lubrifiant de couleur noire, riche en molybdène, sodium, potassium, fluor et silicium. Ce dépôt est vraisemblablement constitué de savons, dans lesquels on retrouve généralement les éléments sodium ou potassium, et comporte d'autres composés lubrifiants qui pourraient être le MoS₂, un polymère fluoré ...

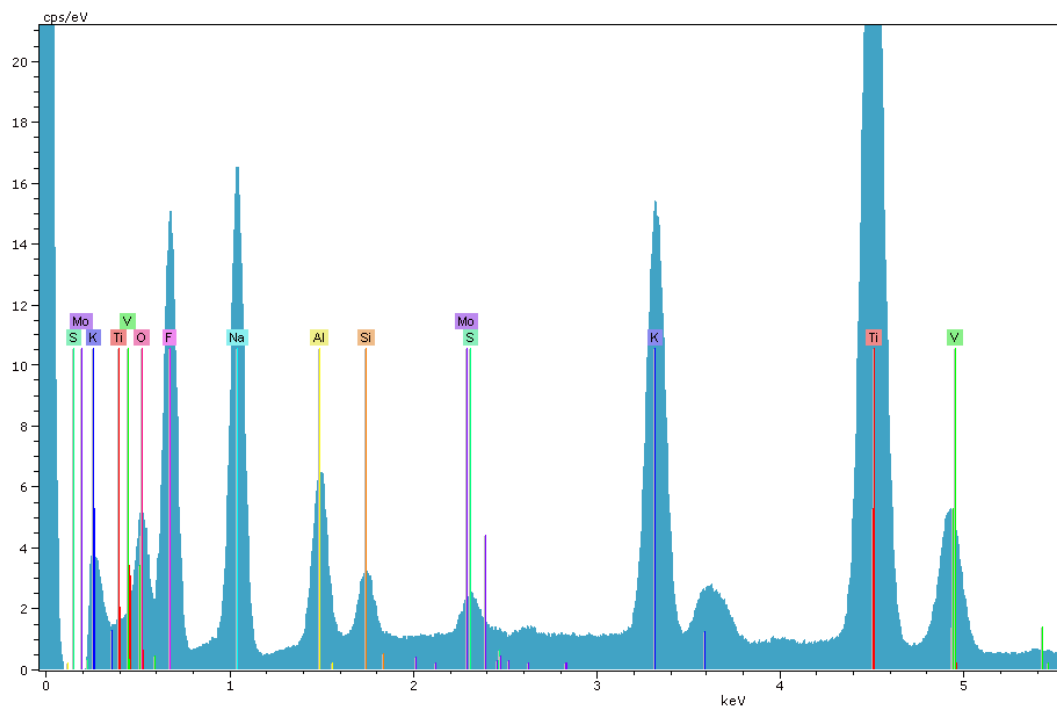
4. ANNEXES

ANNEXE 1 : EXAMENS DE SURFACE DES ECHANTILLONS

Annexe 1a : Fil-couronne de diamètre 5.05 mm d'alliage TA6V de provenance TIMET UK
Examens de surface en microscopie électronique

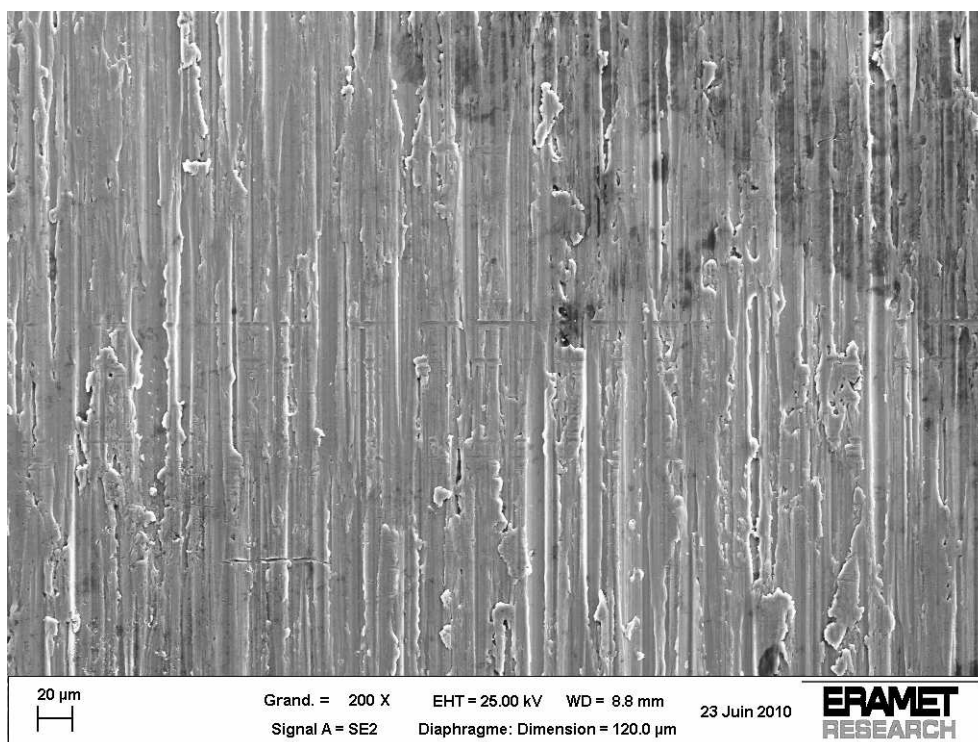
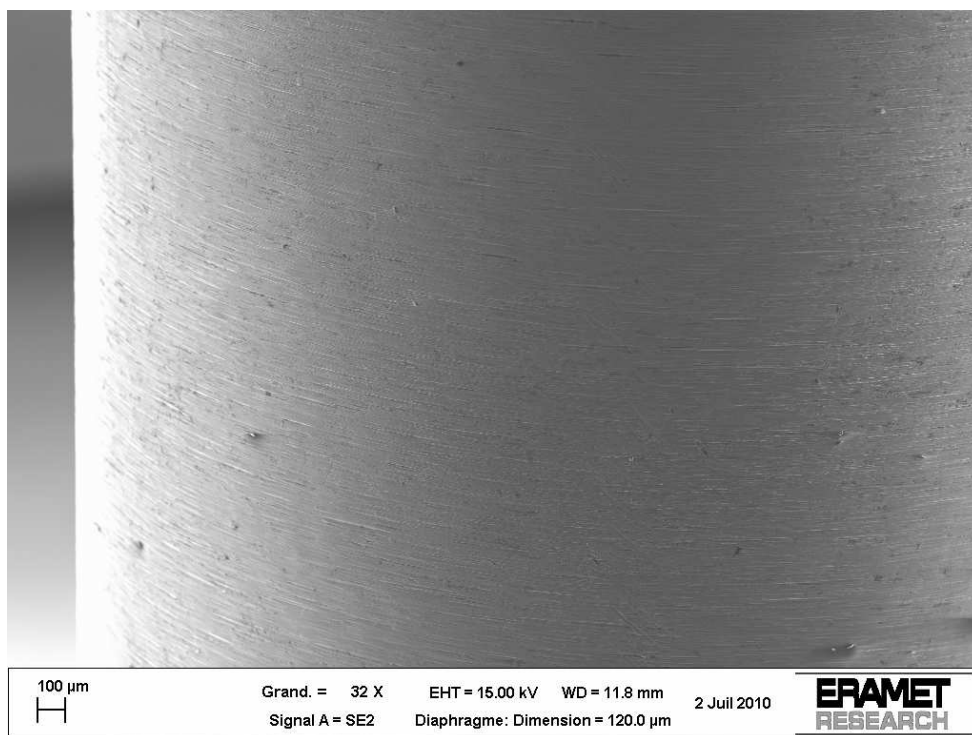


Annexe 1b : Fil-couronne de diamètre 5.05 mm d'alliage TA6V de provenance TIMET UK
Examens de surface en microscopie électronique



Analyse EDS du dépôt de surface

**Annexe 1c : Barre diamètre 4.90 mm d'alliage TA6V de provenance DYNAMET
Examens de surface en microscopie électronique**

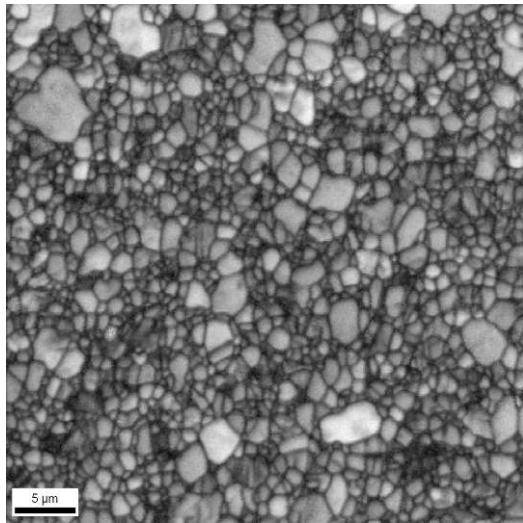


Rectification de surface

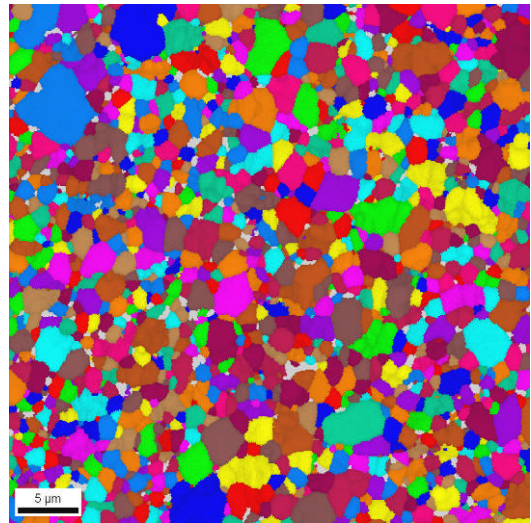
**ANNEXE 2 : EXAMENS DE LA STRUCTURE EN MICROSCOPIE
ELECTRONIQUE**

Annexe 2a : Fil TA6V diamètre 5.05 mm d'origine TIMET
Examen structural MEB-EBSD

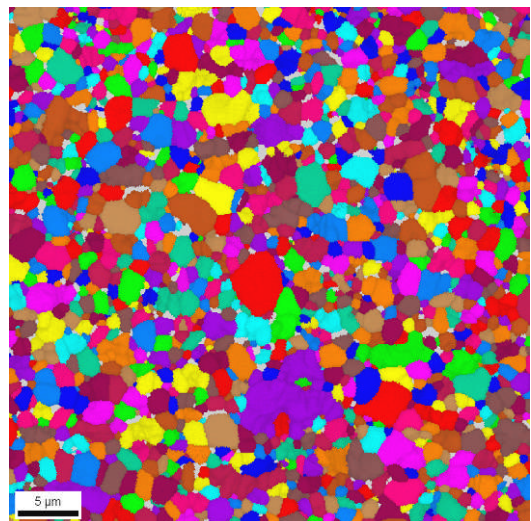
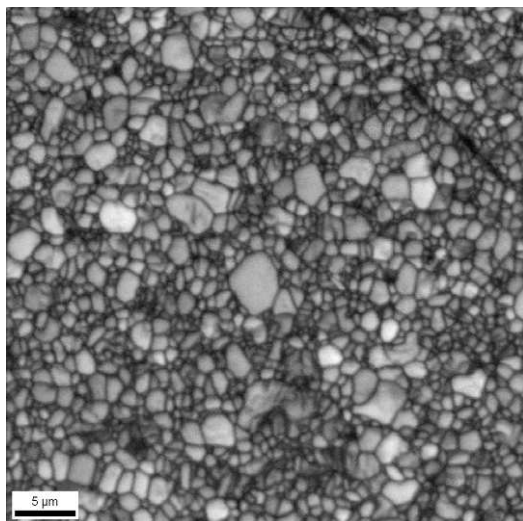
Indice de qualité de diffraction (x2000)



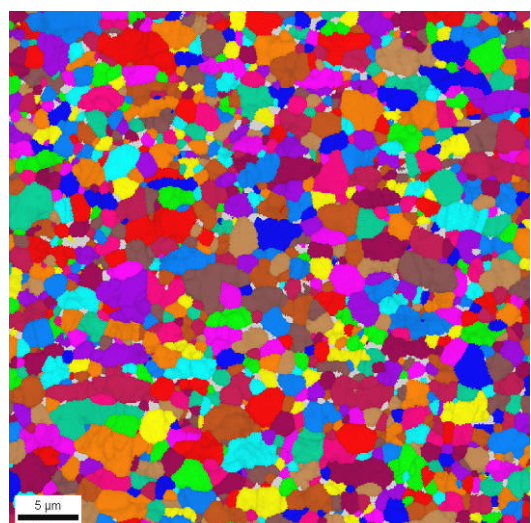
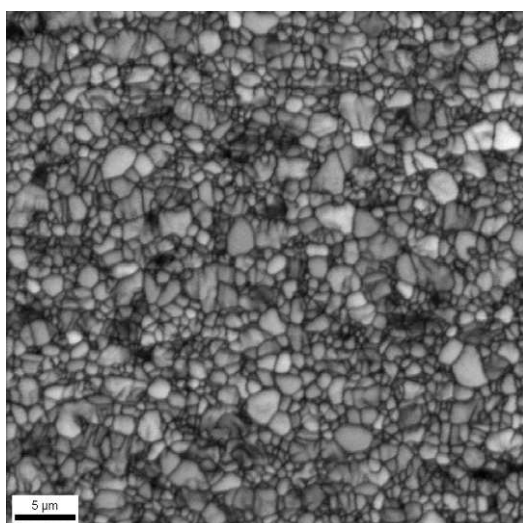
Structure granulaire (x2000)



Périphérie



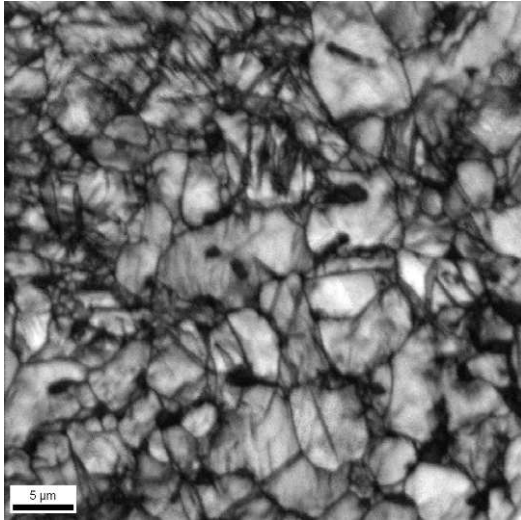
Mi-rayon



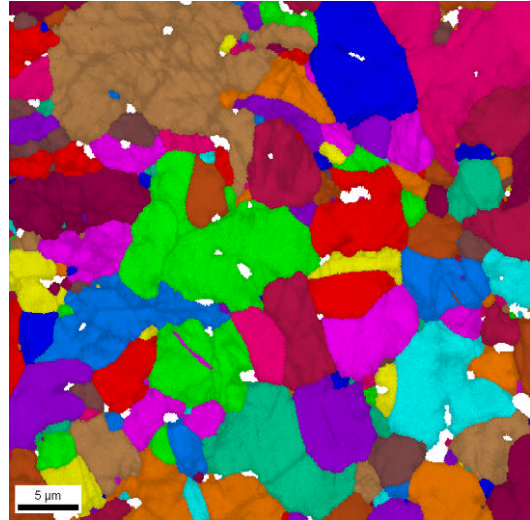
Centre

**Annexe 2b : Barre TA6V diamètre 4.90 mm d'origine DYNAMET
Examen structural MEB-EBSD**

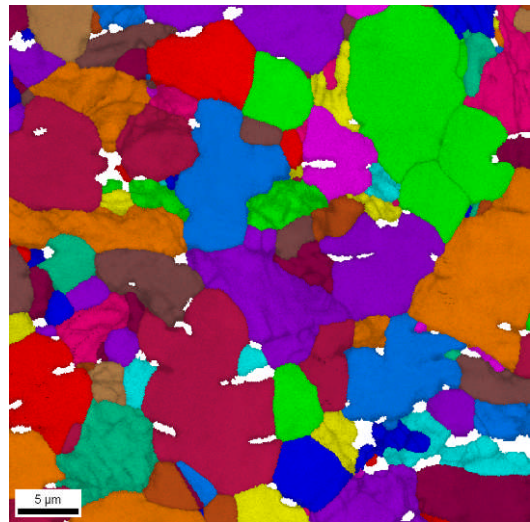
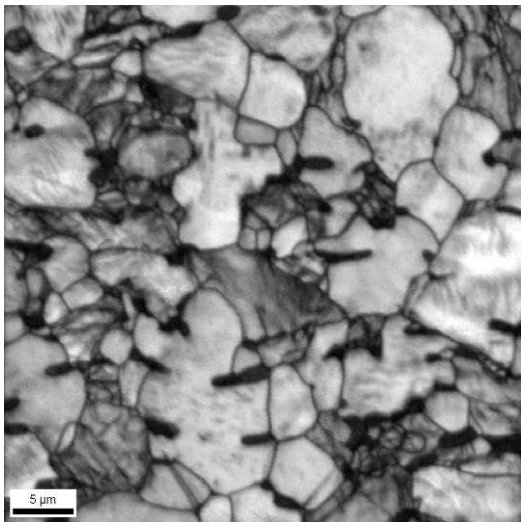
Indice de qualité de diffraction (x1000)



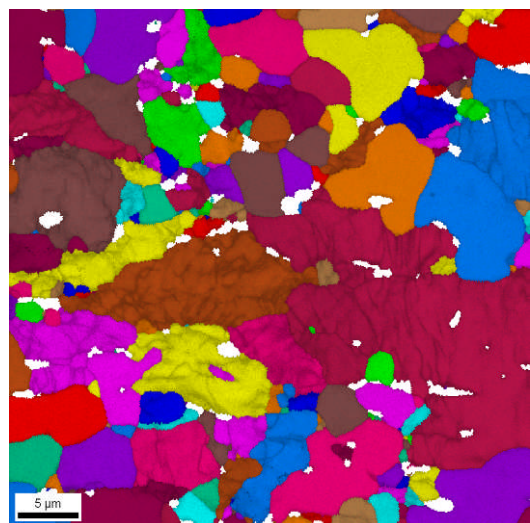
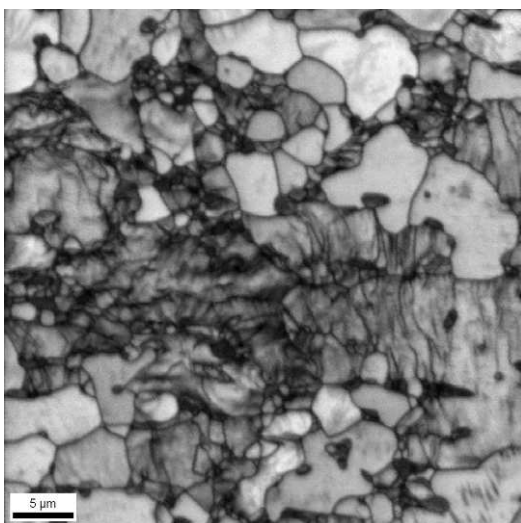
Structure granulaire (x1000)



Périphérie

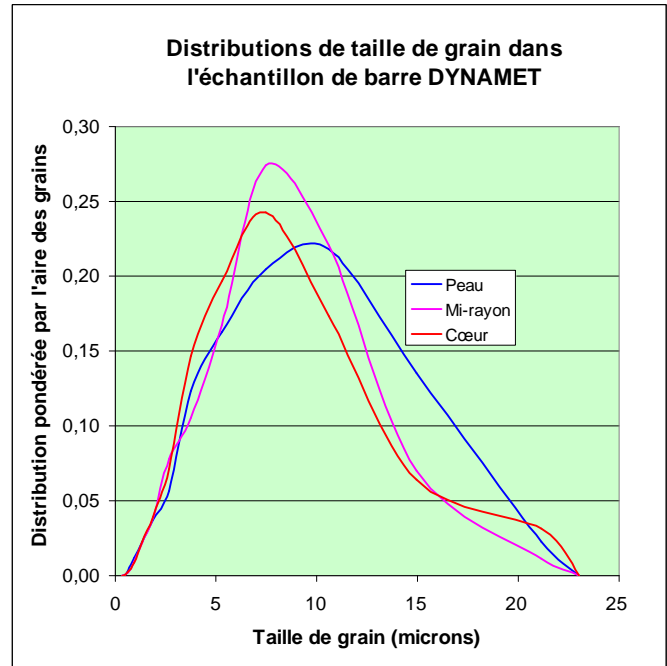
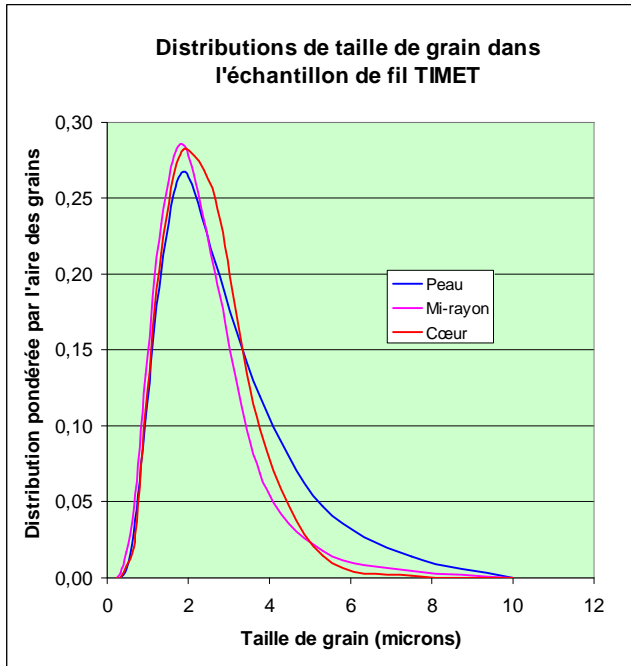


Mi-rayon



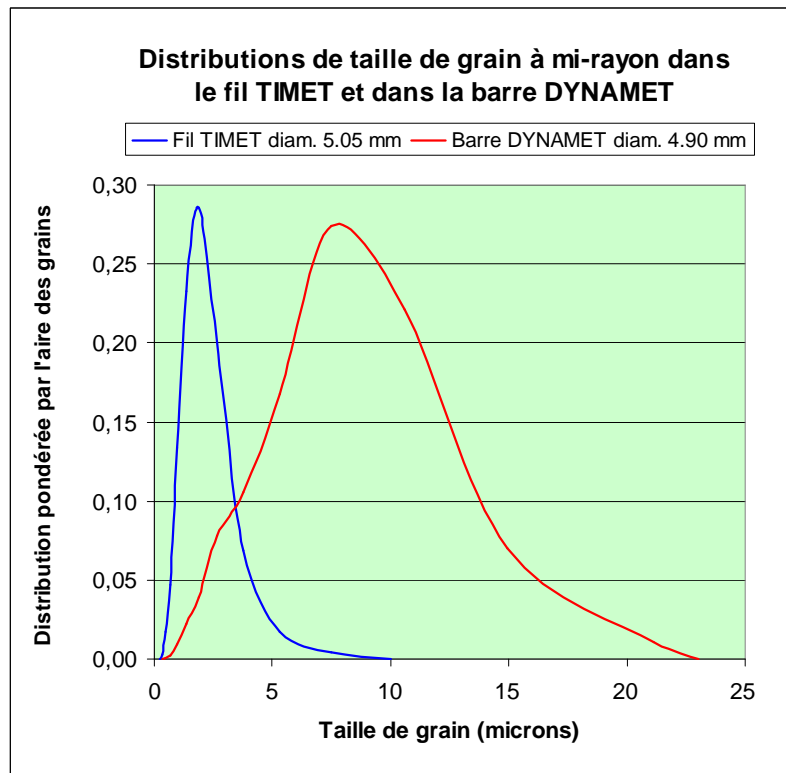
Centre

**Annexe 2c : Barre TA6V diamètre 4.90 mm (DYNAMET) & fil diamètre 5.05 mm (TIMET)
Examen structural MEB-EBSD _ Cotation de taille de grain**



TIMET : Taille moyenne des grains (microns)				
	Peau	Mi-rayon	Cœur	Moyenne
Population	1,3570	1,21	1,3764	1,32
Aire	2,2470	1,92	2,0622	2,08

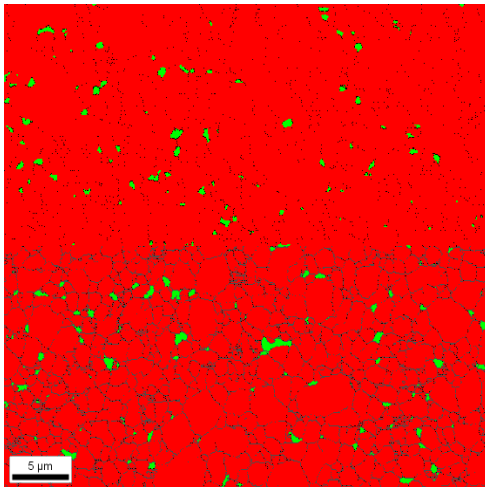
DYNAMET : Taille moyenne des grains (microns)				
	Peau	Mi-rayon	Cœur	Moyenne
Population	2,7595	2,88	2,8665	2,84
Aire	7,7900	7,23	7,1905	7,41



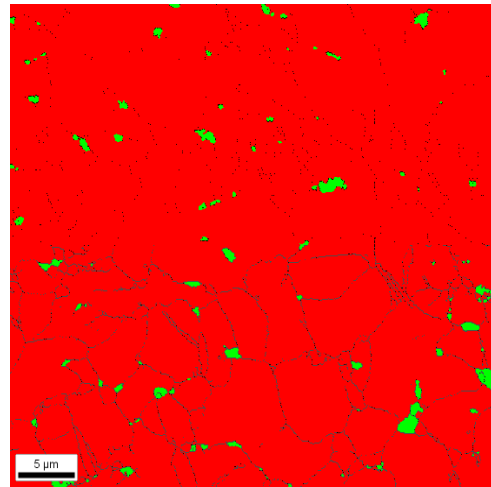
**Annexe 2d : Fil et barre d'alliage TA6V d'origine TIMET et DYNAMET
Examen structural MEB-EBSD _ Cartographie de phases**

Fil TIMET diamètre 5.05 mm (x2000)

Barre DYNAMET diamètre 4.90 mm (x2000)

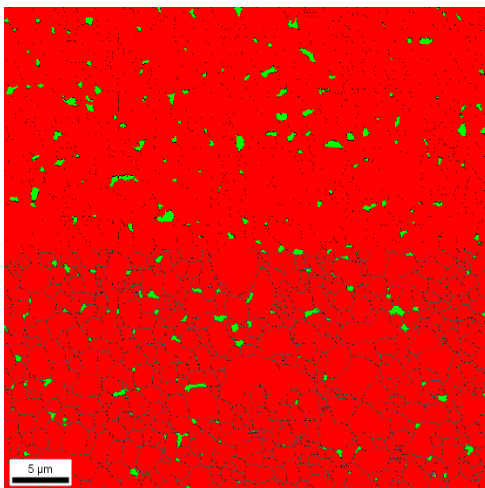


2% phase beta

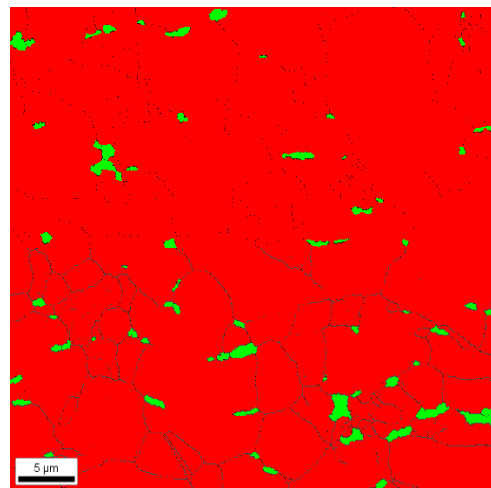


1,8% phase beta

Périphérie

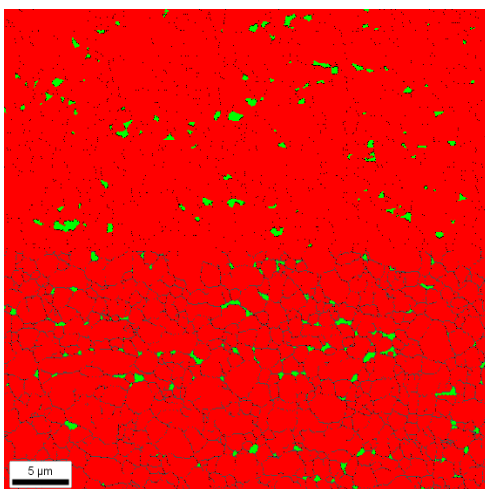


2,3% phase beta

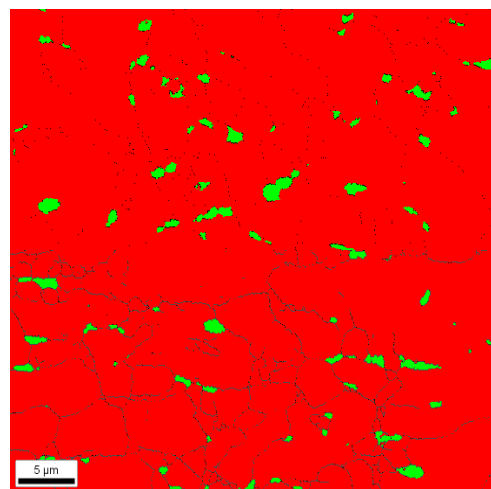


2,5% phase beta

Mi-rayon



2,1% phase beta

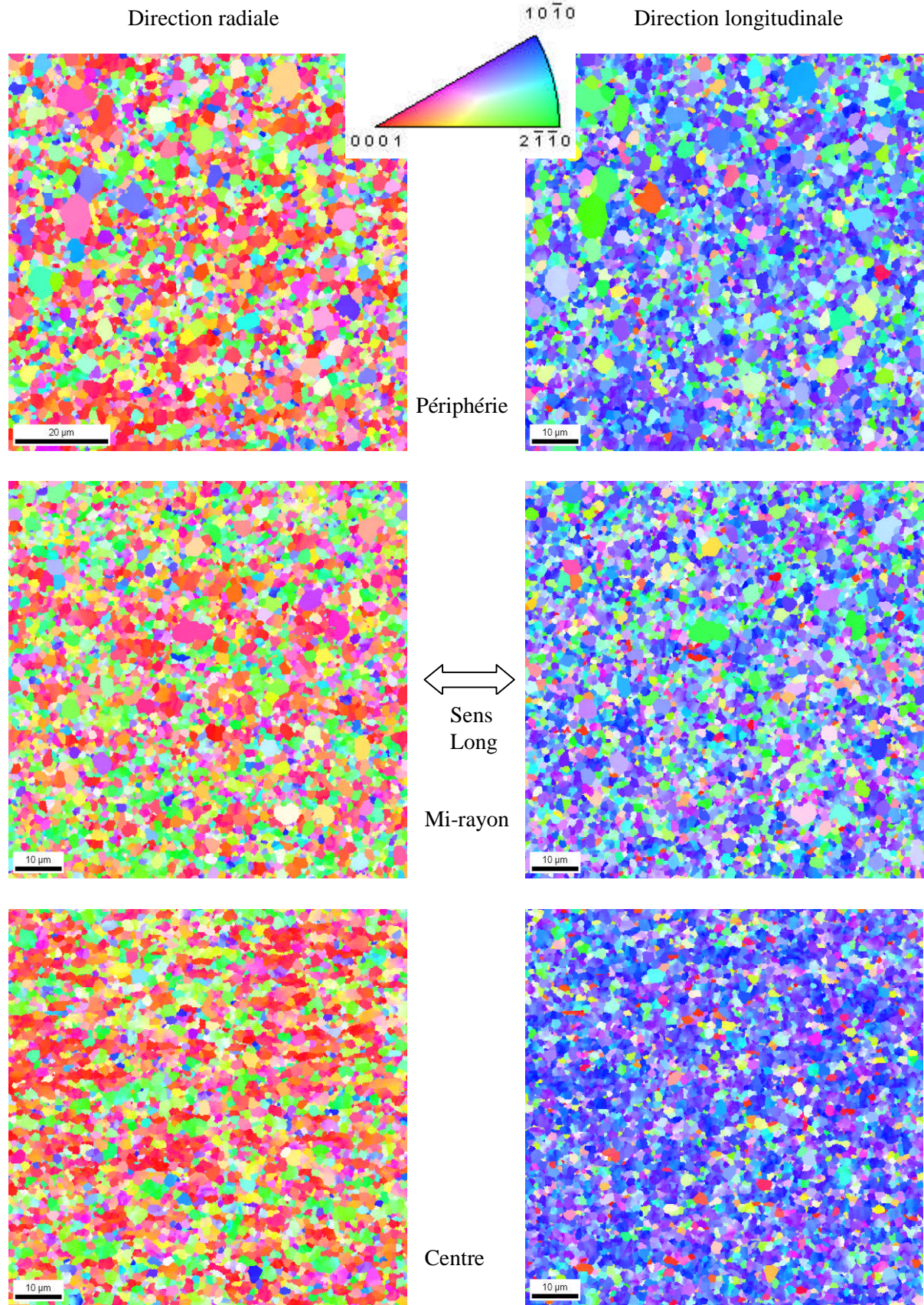


3% phase beta

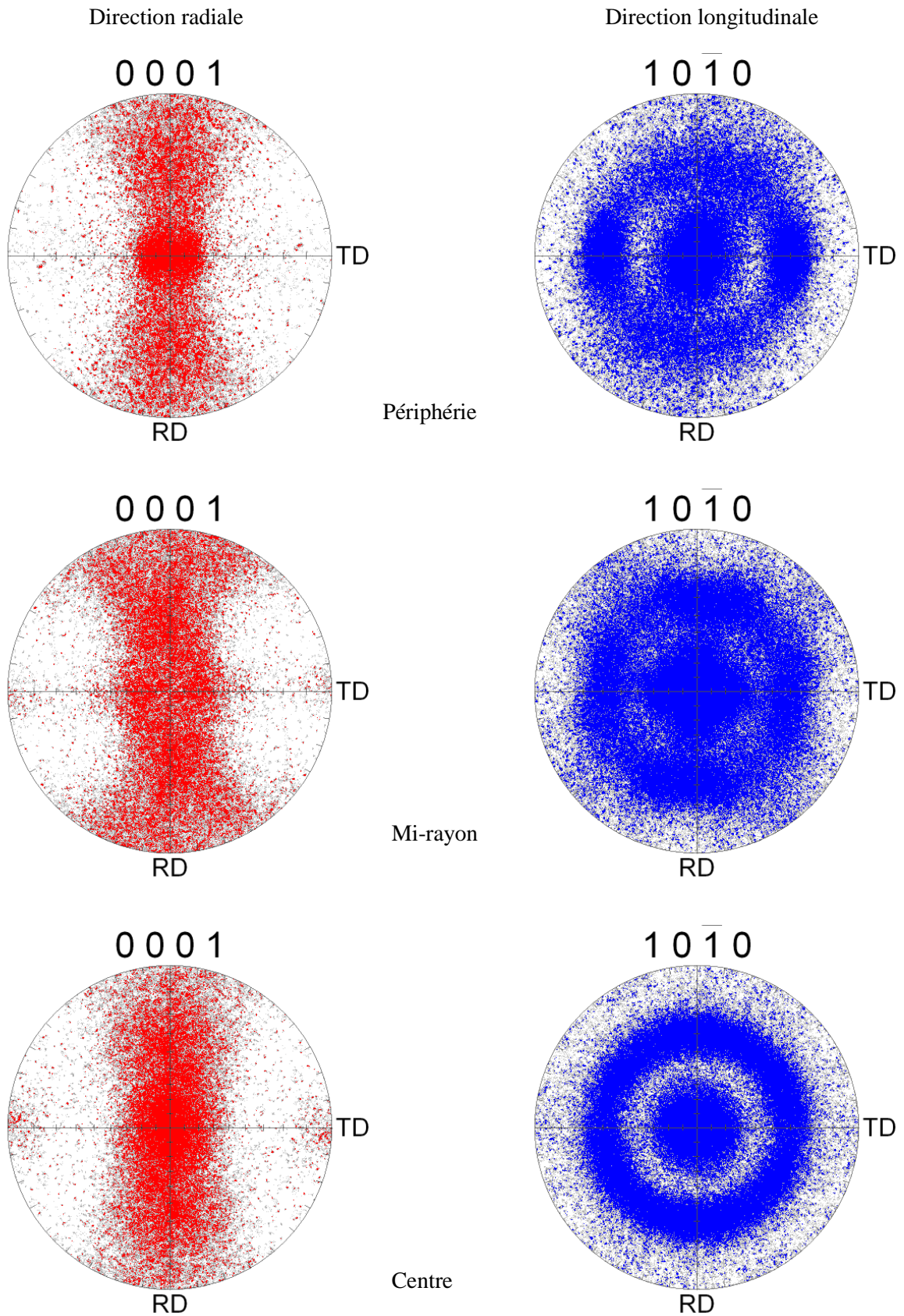
Centre

ANNEXE 3 : ANALYSE DES TEXTURES

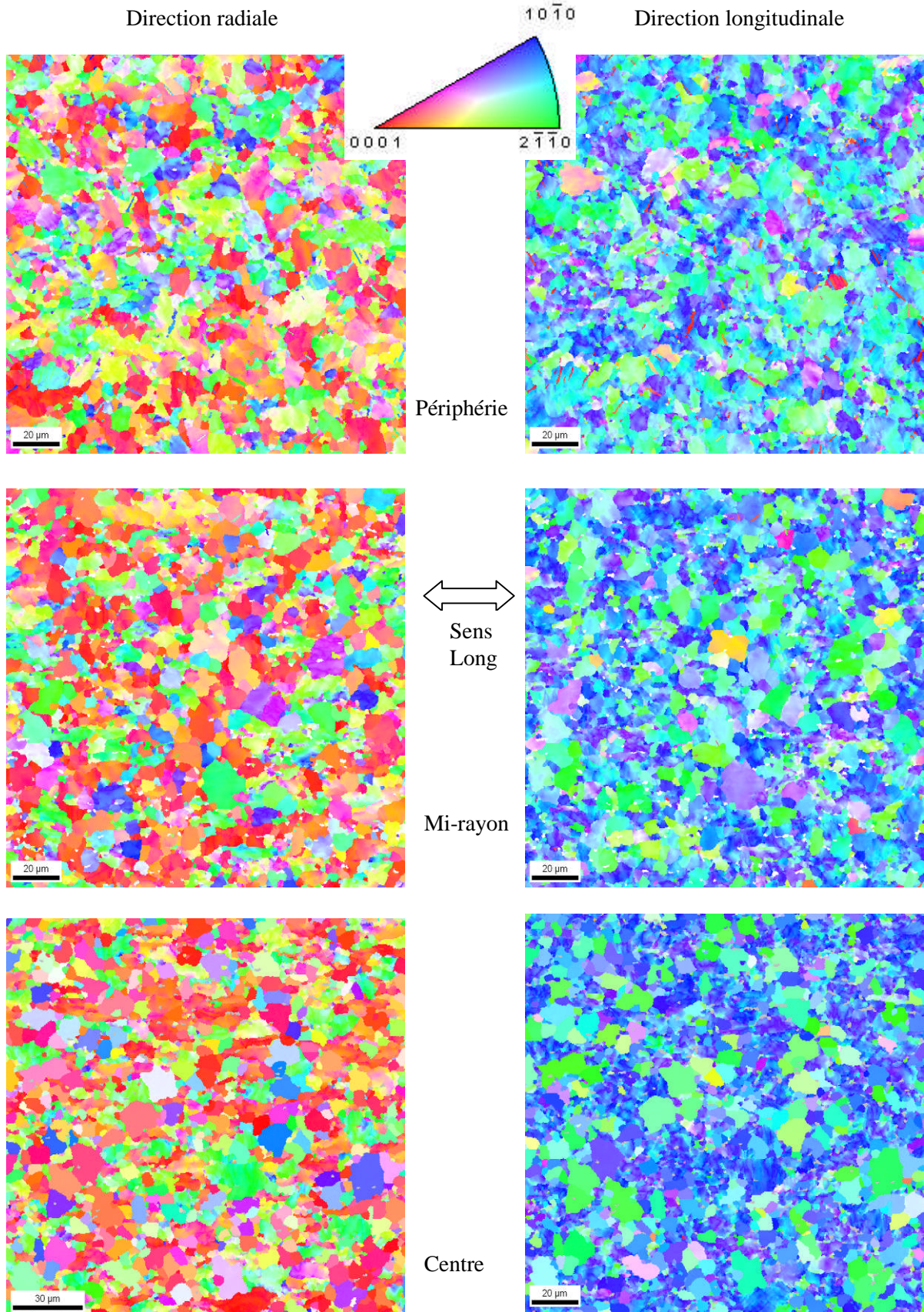
Annexe 3a : Examens MEB-EBSD du fil TA6V diamètre 5.05 mm d'origine TIMET
Cartographies d'orientation de la phase alpha dans le fil
 (Grandissement x1000 et code couleur selon le référentiel de directions cristallographiques ci-dessous)



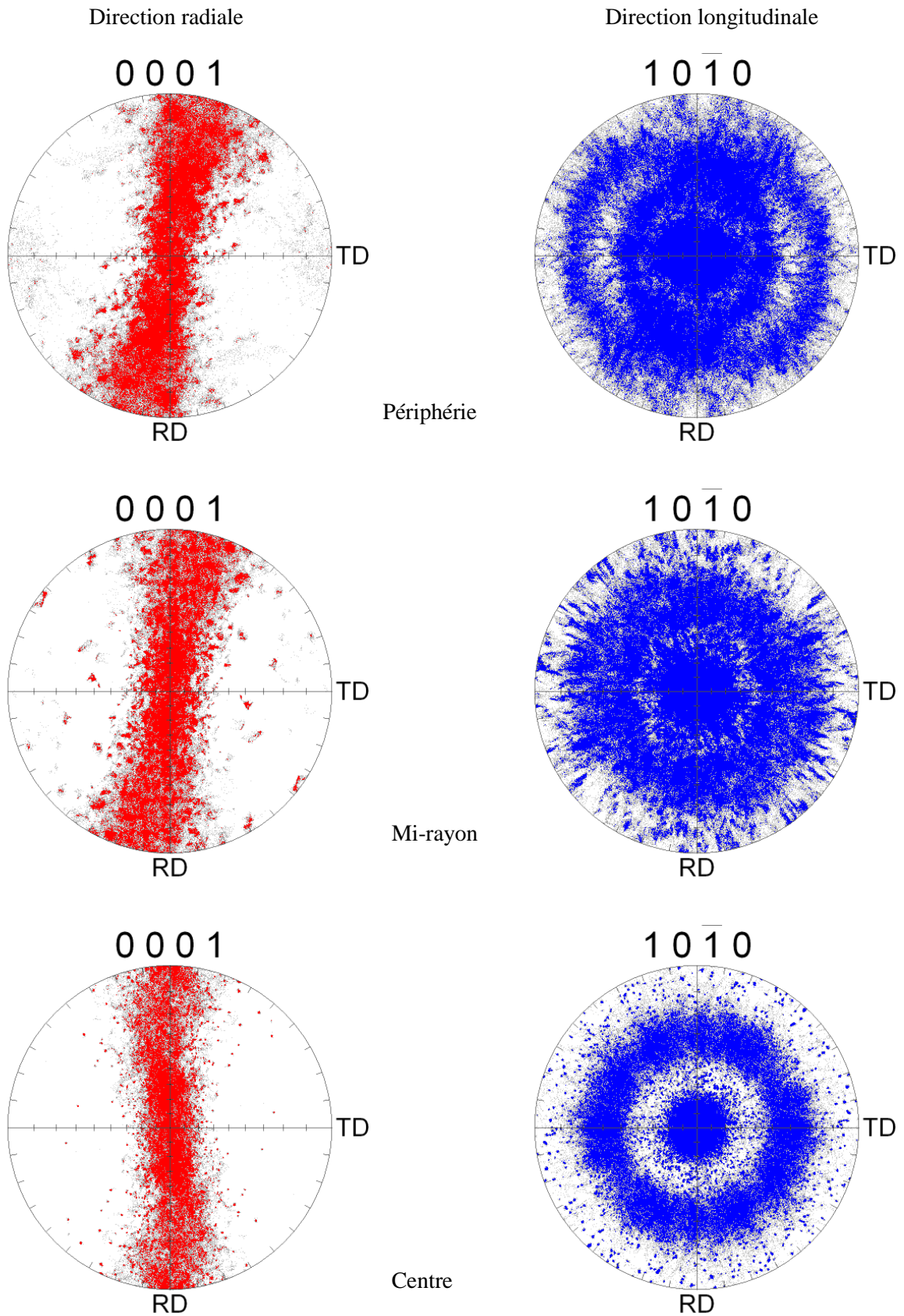
Annexe 3b : Examens MEB-EBSD du fil TA6V diamètre 5.05 mm d'origine TIMET
Figures de pôles discrétisées de la phase alpha dans le fil
 (Grandissement x500)



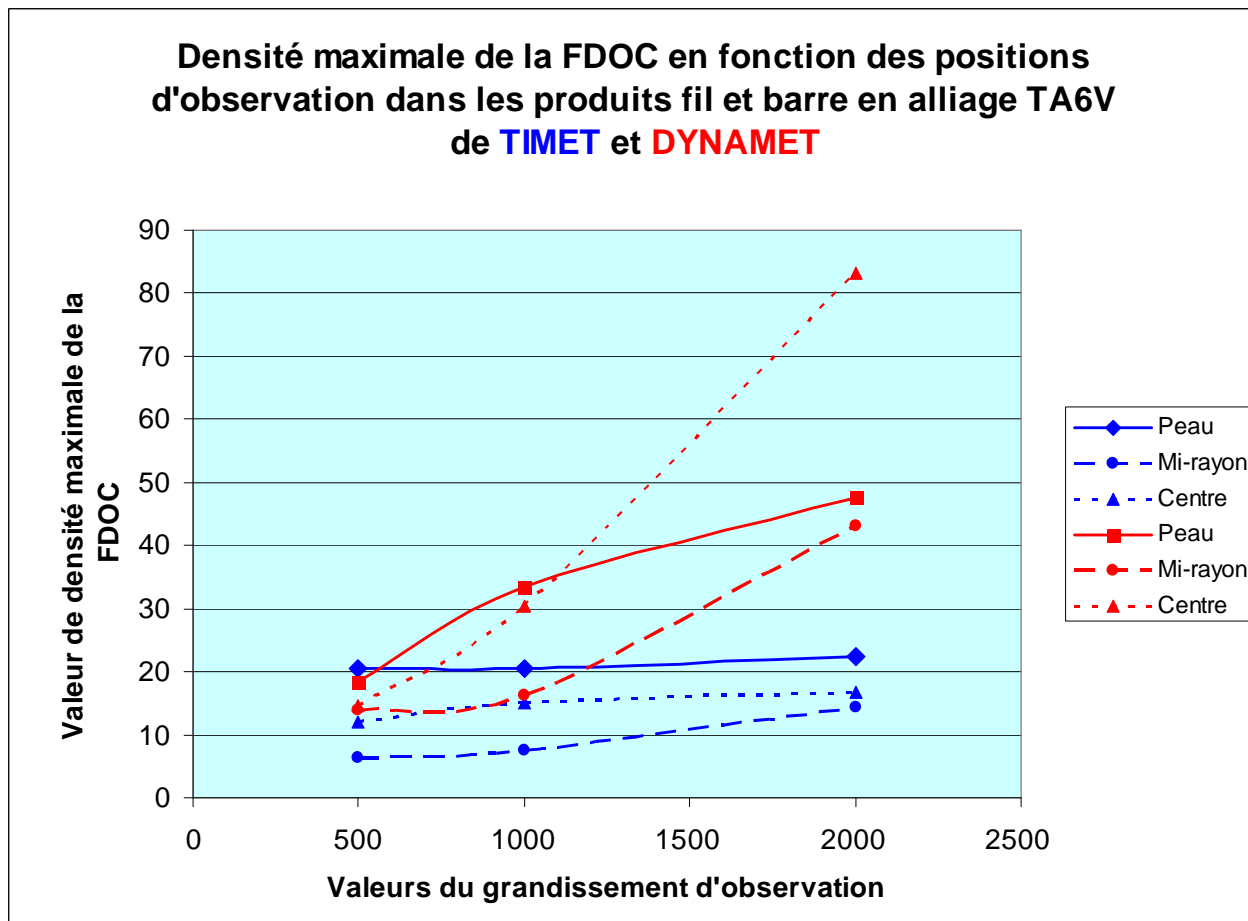
Annexe 3c : Examens MEB-EBSD de la barre TA6V diamètre 4.90 mm d'origine DYNAMET
Cartographies d'orientation de la phase alpha dans la barre
 (Grandissement x500 et code couleur selon le référentiel de directions cristallographiques ci-dessous)



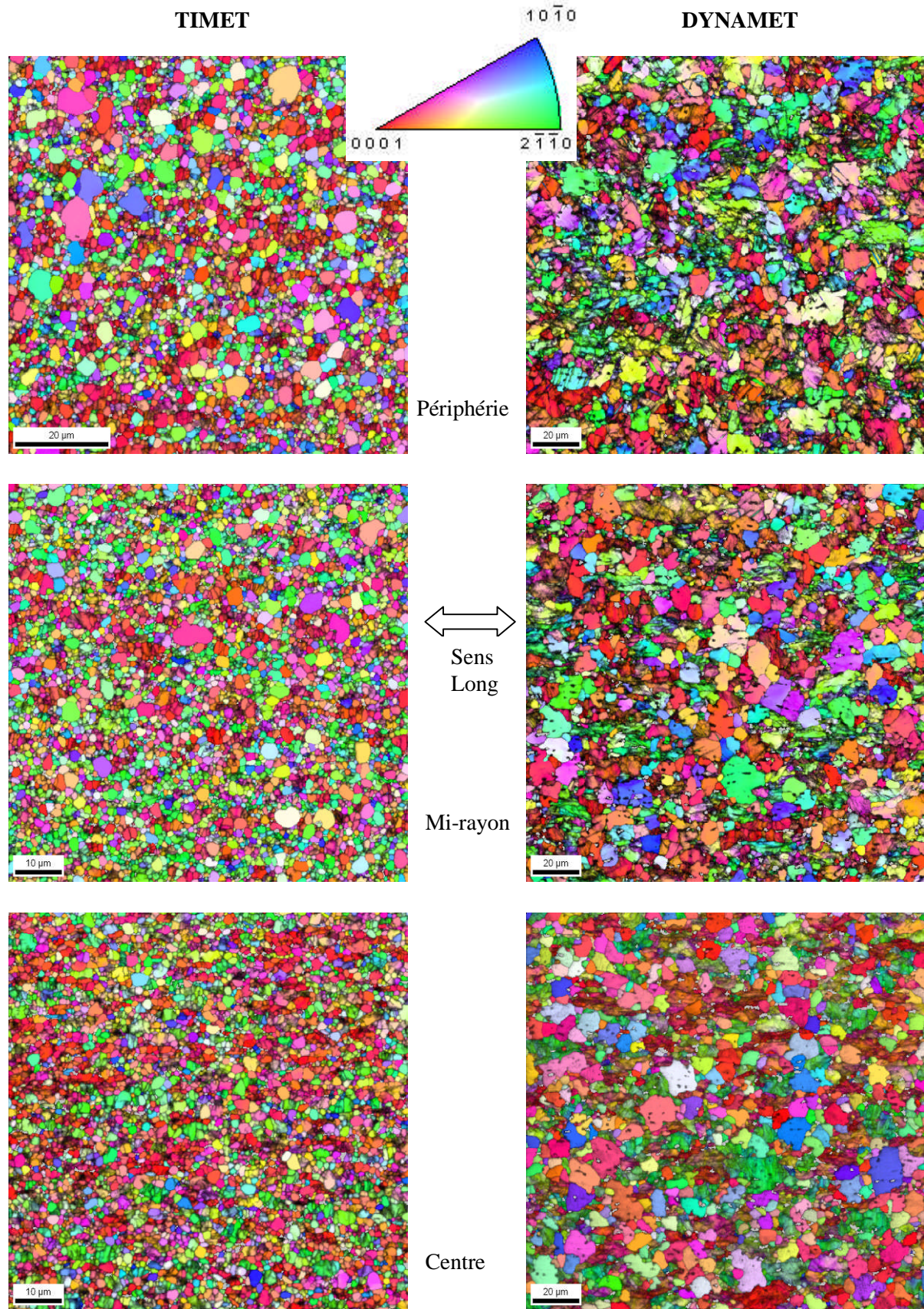
Annexe 3d : Examens MEB-EBSD de la barre TA6V diamètre 4.90 mm d'origine DYNAMET
Figures de pôles discrétisées de la phase alpha dans le fil
 (Grandissement x500)



Annexe 3e : Fil et barre d'alliage TA6V d'origine TIMET et DYNAMET
Cotation de texture à l'aide de la Fonction de Distribution d'Orientatation Cristallographique (FDOC)



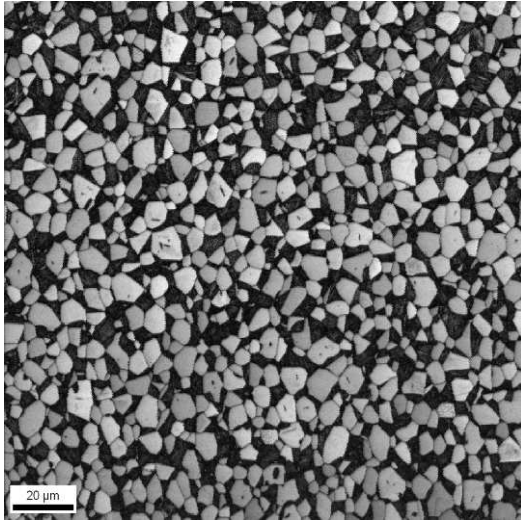
Annexe 3f : Fil et barre d'alliage TA6V d'origine TIMET et DYNAMET
Examen structural MEB-EBSD _ Cartographies d'orientation de la phase alpha dans le fil
 (Grandissement x1000 et code couleur selon le référentiel de directions cristallographiques ci-dessous)



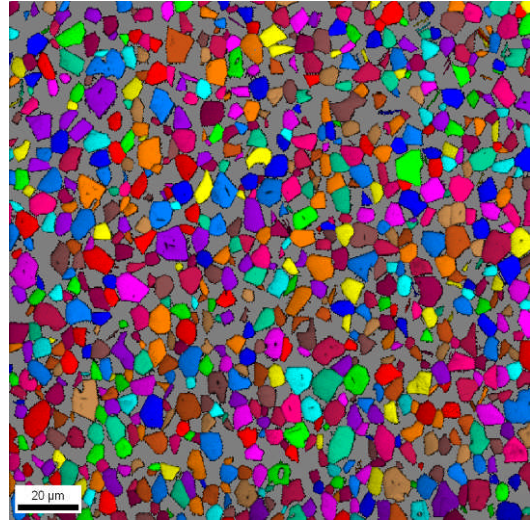
**ANNEXE 4 : EXAMENS DE STRUCTURE DES PRODUITS TRAITES PAR
TREMPE ET REVENU**

Annexe 4a : Fil TA6V diamètre 5.05 mm d'origine TIMET
Examen structural MEB-EBSD du produit traité par trempe et revenu

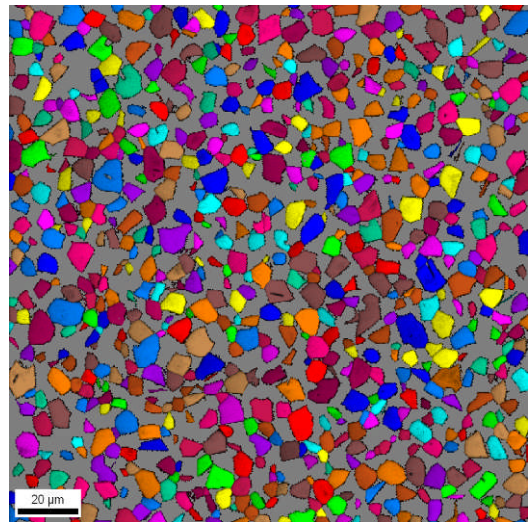
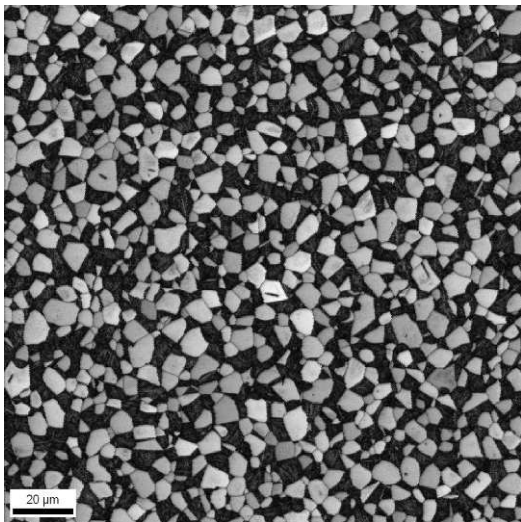
Indice de qualité de diffraction (x500)



Structure de grains α « primaires » (x500)

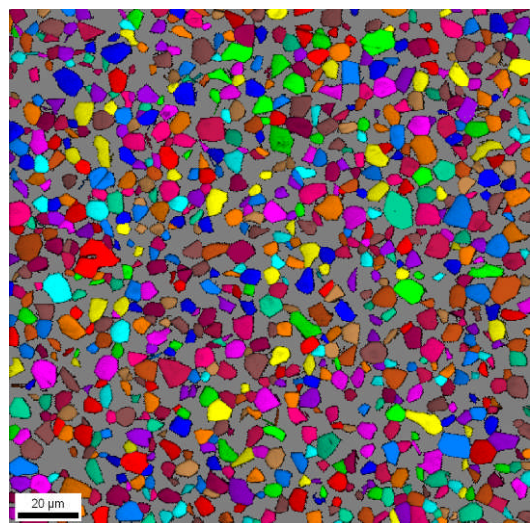
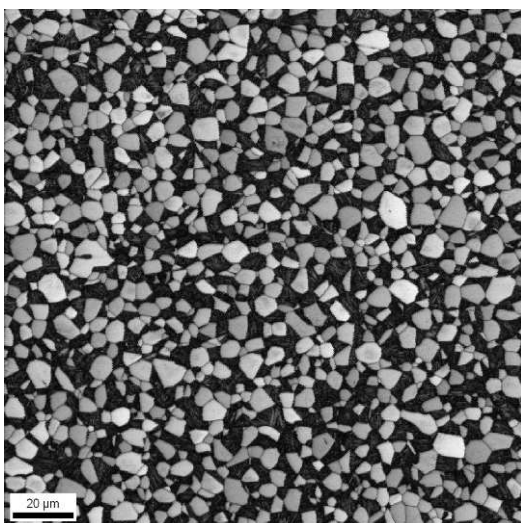


Périphérie



↔
Sens
Long

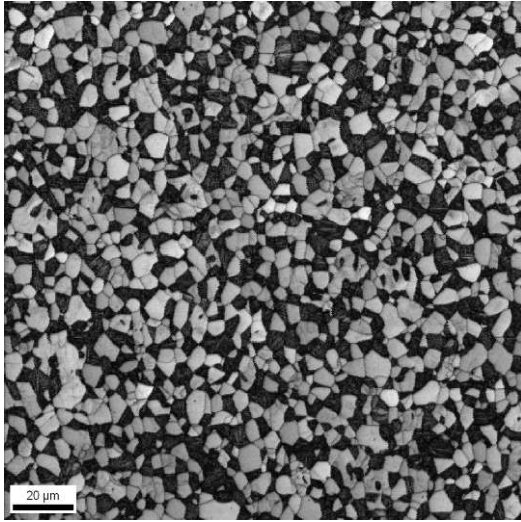
Mi-rayon



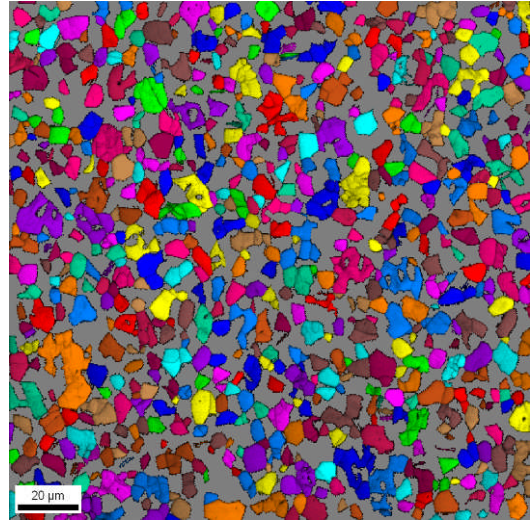
Centre

**Annexe 4b : Barre TA6V diamètre 4.90 mm d'origine DYNAMET
Examen structural MEB-EBSD du produit traité par trempe et revenu**

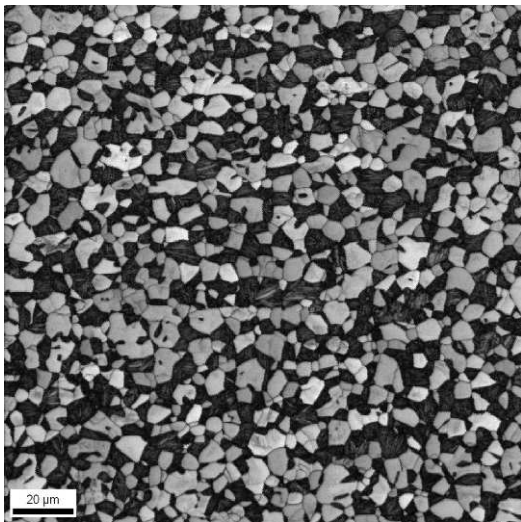
Indice de qualité de diffraction (x500)



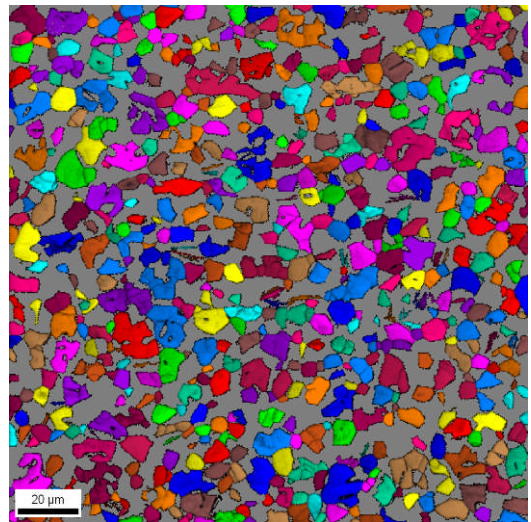
Structure de grains α « primaires » (x500)



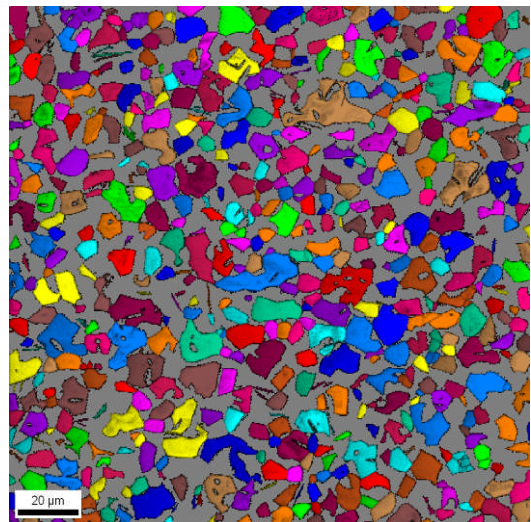
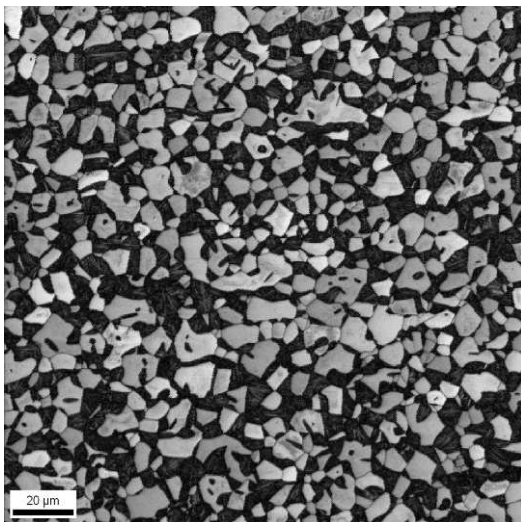
Périphérie



↔
Sens
Long

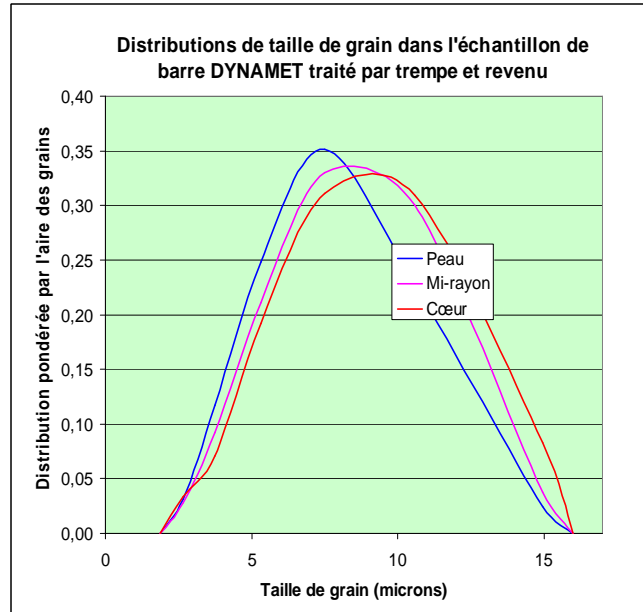
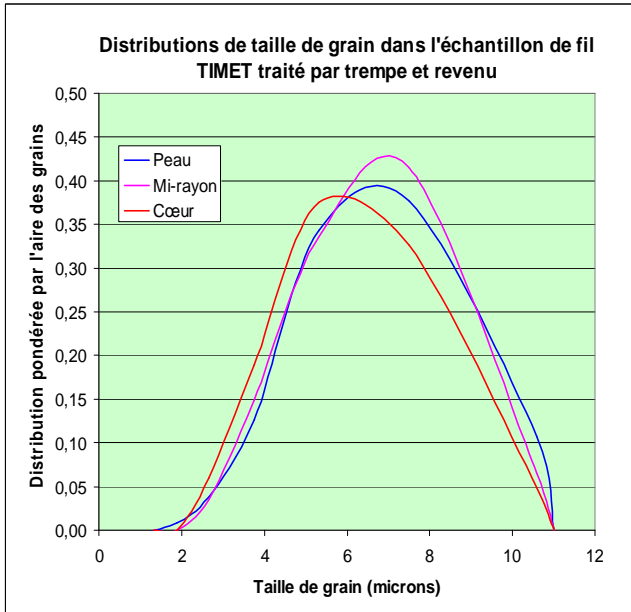


Mi-rayon



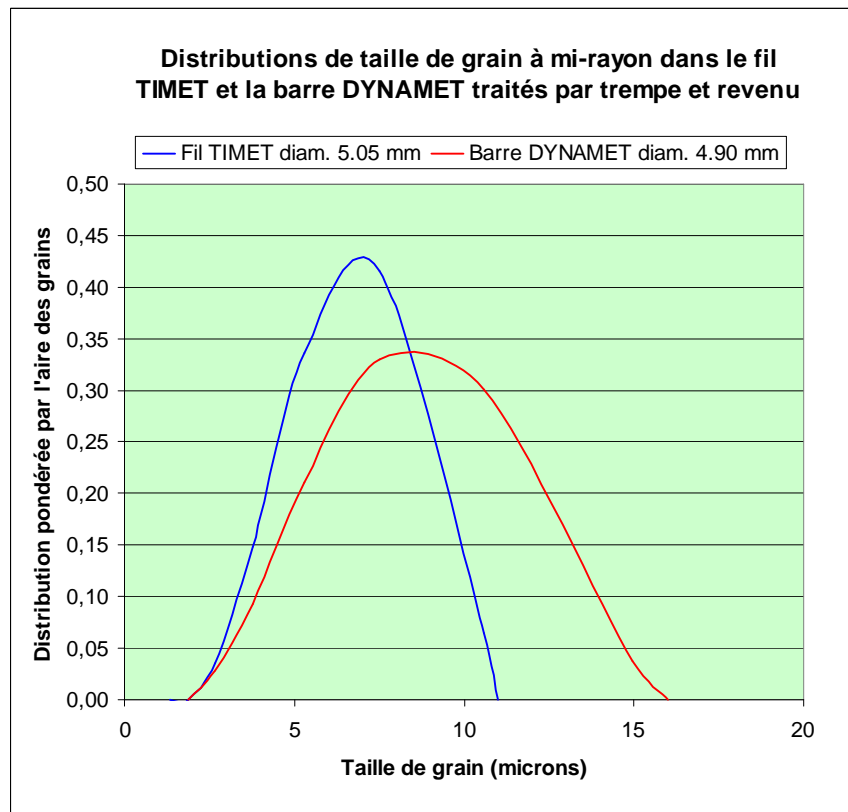
Centre

**Annexe 4c : Barre TA6V diamètre 4.90 mm (DYNAMET) & fil diamètre 5.05 mm (TIMET)
Cotation de taille de grain des produits traités par trempe et revenu**

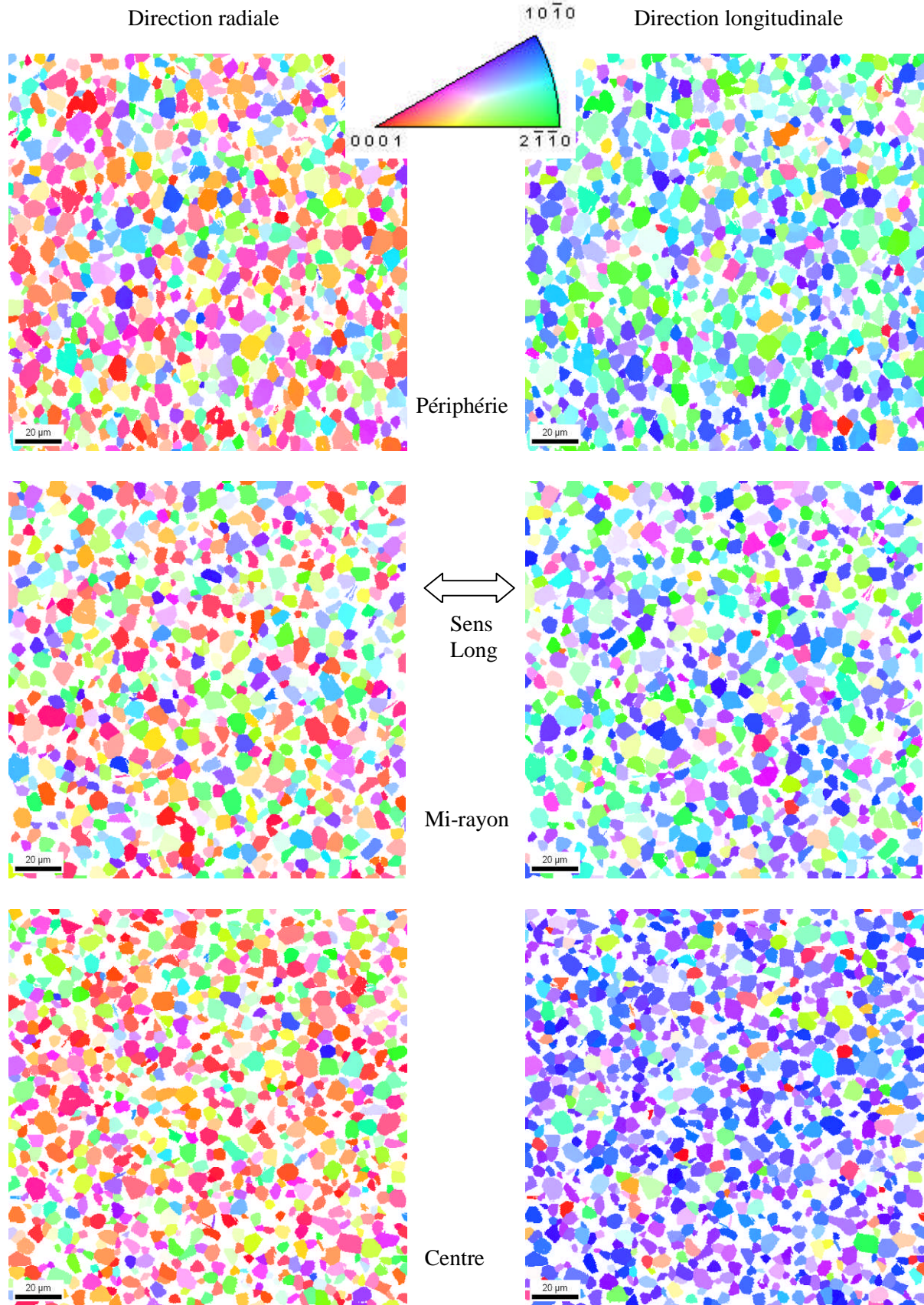


TIMET : Taille moyenne des grains (microns)				
	Peau	Mi-rayon	Cœur	Moyenne
Population	4,957	5,097	4,657	4,90
Aire	6,356	6,222	5,774	6,12

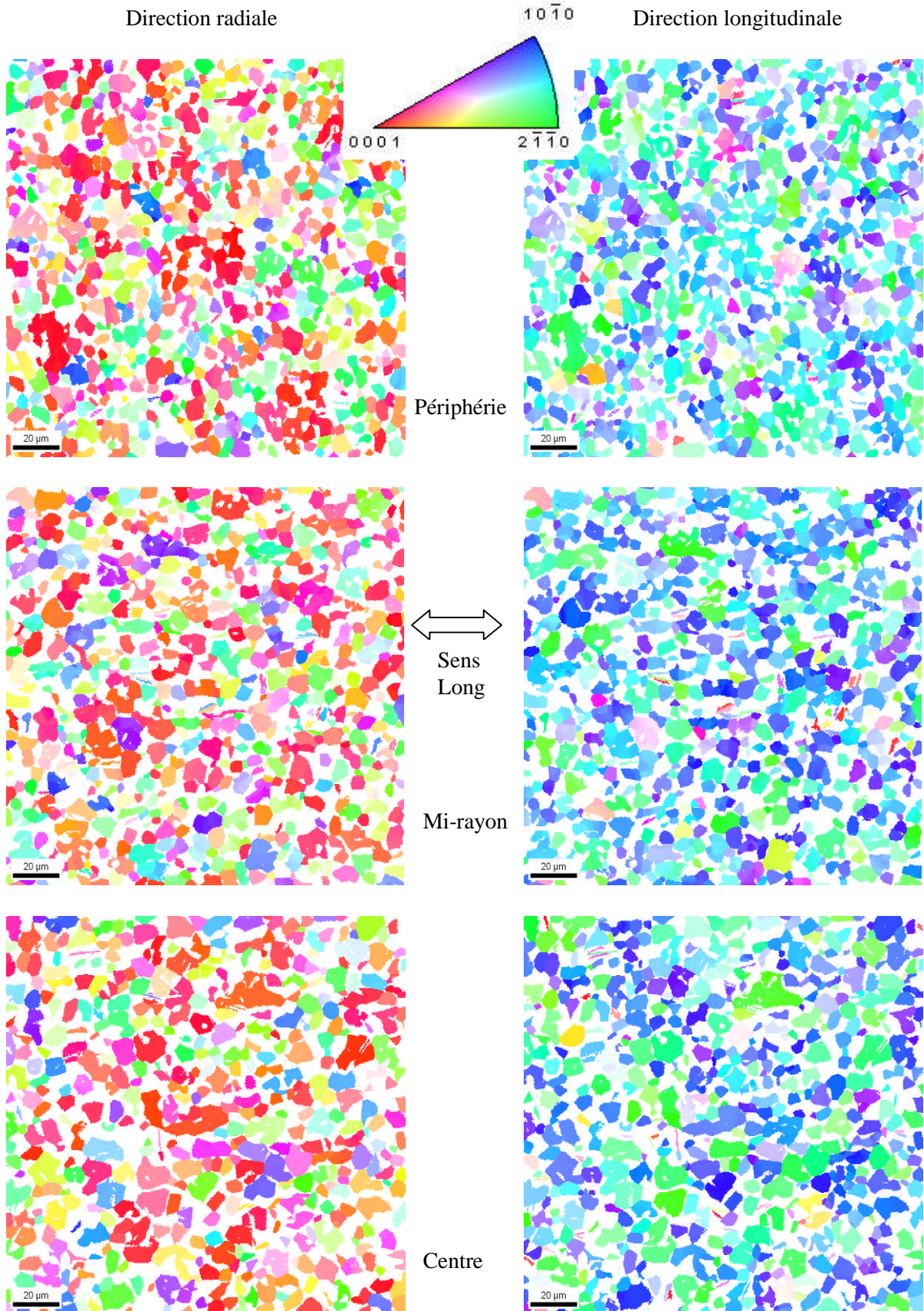
DYNAMET : Taille moyenne des grains (microns)				
	Peau	Mi-rayon	Cœur	Moyenne
Population	5,423	5,672	5,684	5,59
Aire	7,316	7,748	8,178	7,75



Annexe 4d : Examens MEB-EBSD du fil TA6V d'origine TIMET à l'état traité
Cartographies d'orientation de la phase alpha dans le fil
 (Grandissement x500 et code couleur selon le référentiel de directions cristallographiques ci-dessous)



Annexe 4e : Examens MEB-EBSD de la barre TA6V d'origine DYNAMET à l'état traité
Cartographies d'orientation de la phase alpha dans la barre
 (Grandissement x500 et code couleur selon le référentiel de directions cristallographiques ci-dessous)



Annexe 4f : Fil et barre d'alliage TA6V d'origine TIMET et DYNAMET à l'état traité
Cotation de texture à l'aide de la Fonction de Distribution d'Orientatation Cristallographique (FDOC)

FDOC	TIMET HT			DYNAMET HT		
	Peau	Mi-rayon	Centre	Peau	Mi-rayon	Centre
	6,933	8,785	13,559	22,827	14,326	10,163