



**EVOLUTIONS STRUCTURALES D'UN FIL D'ALLIAGE TA6V ETIRE A CHAUD SUR  
LES INSTALLATIONS INDUSTRIELLES DE PETER STUBS.**

**ETUDE N° 23300 / 2566**

**DISTRIBUTION :**

**ERASTEEL**

L. SANCHO

S. SELLA

**ERASTEEL STUBS**

A. PINHO

**AUBERT & DUVAL**

P. DELABORDE

C. DUMONT

Y. LE COLLEN

P. HERITIER

**ERAMET RESEARCH**

J-P. CESCUTTI

B. ANTOLOVICH

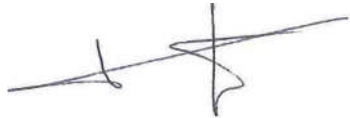

E. BAILLET

Documentation

**BROWN EUROPE**

M. GUY

G. ROUSSILHE

<b>Auteur : J. MONTAGNON</b>	<b>Approbateur : B. ANTOLOVICH</b>
	

**KEYWORDS :** BRANCHE ALLIAGE ° ERASTEEL ° AUBERT&DUVAL ° PETER STUBS  
° BROWN EUROPE ° TA6V ALLOY ° WIRE ° WARM DRAWING °  
STRUCTURE ° TEXTURE ° EBSD °

## RÉSUMÉ-CONCLUSIONS :

### INTRODUCTION :

L'étirage à chaud/mi-chaud de fils d'alliages de titane est un processus intégré dans le cadre du projet de faisabilité « Ti Aval UKAD ». Ce procédé constitue une transition entre laminage à chaud et étirage/tréfilage à froid et il peut offrir une solution alternative à ces deux derniers.

Une campagne d'essais d'étirage à chaud de fils TA6V a été réalisée chez PETER STUBS ERASTEEL (PSE) en juin/juillet 2010. Cette campagne proposait le principal objectif technique suivant : Rechercher le taux maximum de réduction de section applicable à l'alliage TA6V à l'étirage à chaud de fil-couronne en filière, ce en fonction de la température et du diamètre du fil.

Ce rapport présente la l'analyse structurale de secteurs de fils étirés lors de la campagne d'essais.

### CONCLUSIONS :

Les principaux enseignements issus de cette étude structurale peuvent s'énoncer comme suit :

- Le fil machine laminé à chaud et recuit est capable d'endurer deux étirages à froid successifs de 20% de réduction de section, malgré des défauts de surface de type longitudinal.
- La structure écrouie et fortement texturée par l'étirage à froid recristallise totalement lors d'un recuit à 860°C. A cette température, il se produit un grossissement du grain recristallisé au-delà de la taille des grains initiaux : on peut supposer que l'énergie et les défauts cristallographiques apportés par déformation à froid favorisent les mécanismes de recristallisation et que la recherche d'une structure granulaire plus fine impliquerait un abaissement de la température de recuit.
- A cœur du fil étiré à froid, apparaît une nouvelle « texturation » qui se superpose à celle initiale. La particularité de cette nouvelle orientation préférentielle de la structure cristallographique est quelle paraît parfaitement isotrope dans les trois directions principales du fil. Le phénomène remarquable qui est constaté est que l'axe  $c$   $\langle 0001 \rangle$  des grains de « nouvelle texturation » est à 45° environ des trois directions principales du fil, tandis qu'il existe les 4 variantes possibles de ce type d'axe, à 90° les unes des autres.
- L'enchaînement « étirage à froid et recuit » diminue l'intensité de l'indice de texture, d'une part par alignement partiel sur l'axe du fil de l'orientation  $\langle 11-20 \rangle$  de certains grains, au détriment de l'orientation  $\langle 10-10 \rangle$  et, d'autre part, grâce à l'atténuation de la texture transverse.
- Un étirage à chaud de 40% est envisageable moyennant des conditions de chauffage homogène. L'alliage TA6V tréfilé à chaud conserve une bonne isotropie de sa structure transverse. En revanche, la composante de texture (0001)  $\langle 10-10 \rangle$  de l'alliage TA6V est exacerbée par le tréfilage à chaud aussi bien que par tréfilage à froid.
- La recristallisation de l'alliage TA6V étiré à chaud entre 650 et 700°C est inachevée à la suite d'un recuit d'une heure à 790°C : on constate une simple restauration de la structure granulaire d'origine. Néanmoins, la texture transverse dans le fil tréfilé à chaud et recuit à 790°C est notablement atténuée par rapport à celle du fil ALLVAC initial.

## TABLE DES MATIERES

<b>1. INTRODUCTION</b> .....	<b>4</b>
<b>2. HISTORIQUE TECHNIQUE DES FILS EN EXAMENS</b> .....	<b>4</b>
<b>3. DESCRIPTION DES GAMMES EXPERIMENTALES REALISEES</b> .....	<b>4</b>
<b>4. EXAMENS ET ANALYSES DE STRUCTURE A L'AIDE DU MEB-EBSD</b> .....	<b>5</b>
<b>4.1. EXAMENS DE STRUCTURE DU FIL « MACHINE » D'ORIGINE ALLVAC</b> .....	<b>5</b>
<b>4.2. EXAMENS DE STRUCTURE DU FIL ETIRE DE 21% A FROID (DIAMETRE 6.22 MM)</b>	<b>5</b>
<b>4.3. EXAMENS DE STRUCTURE DU FIL ETIRE EN DEUX PASSES DE 21% ET RECUIT</b> .	<b>6</b>
<b>4.4. EXAMENS DE STRUCTURE DES FILS ETIRES A CHAUD</b> .....	<b>6</b>
<b>4.5. EXAMEN D'UN FIL ETIRE A CHAUD ET RECUIT</b> .....	<b>6</b>
<b>5. DISCUSSION/CONCLUSIONS</b> .....	<b>7</b>
<b>6. ANNEXES</b> .....	<b>7</b>
<b>ANNEXE 1 : STRUCTURE DU PRODUIT INITIAL LIVRE PAR BROWN EUROPE</b> .....	<b>8</b>
<b>ANNEXE 2 : EXAMENS STRUCTURAUX SUR FIL ETIRE A FROID PAR REDUCTION DE SECTION DE 21%</b> .....	<b>11</b>
<b>ANNEXE 3 : EXAMENS STRUCTURAUX SUR FIL ETIRE A FROID EN DEUX PASSES DE 21% DE REDUCTION DE SECTION ET RECUIT SOUS VIDE</b> .....	<b>19</b>
<b>ANNEXE 4 : EXAMENS STRUCTURAUX SUR FILS ETIRES A CHAUD</b> .....	<b>24</b>
<b>ANNEXE 5 : EXAMENS DE TEXTURE DES FILS ETIRES A CHAUD</b> .....	<b>30</b>
<b>ANNEXE 6 : EXAMENS D'UN FIL ETIRE A CHAUD (ESSAI 1) ET RECUIT EN FOUR DE LABORATOIRE A 790°C</b> .....	<b>37</b>

## **1. INTRODUCTION**

L'étirage à chaud/mi-chaud de fils d'alliages de titane est un processus intégré dans le cadre du projet de faisabilité « Ti Aval UKAD ». Ce procédé constitue une transition entre laminage à chaud et étirage/tréfilage à froid et il peut offrir une solution alternative à ces deux derniers.

Une campagne d'essais d'étirage à chaud de fils TA6V a été réalisée chez PETER STUBS ERASTEEL (PSE) en juin/juillet 2010. Cette campagne proposait le principal objectif technique suivant : Rechercher le taux maximum de réduction de section applicable à l'alliage TA6V à l'étirage à chaud de fil-couronne en filière, ce en fonction de la température et du diamètre du fil.

Ce rapport présente l'analyse structurale de secteurs de fils étirés lors de la campagne d'essais.

## **2. HISTORIQUE TECHNIQUE DES FILS EN EXAMENS**

Les produits mis en œuvre sont des couronnes de fil diamètre 7 mm dont les caractéristiques métallurgiques sont présentées dans le rapport 38.10.016 « Cycle de recuit et variabilité structurale de fils laminés dans l'alliage TA6V ». Le fil, fourni par BROWN EUROPE (BE), est à l'état recuit (730°C/1h).

Les couronnes sont préalablement préparées par BE par décalaminage en sels fondus à 450 °C.

## **3. DESCRIPTION DES GAMMES EXPERIMENTALES REALISEES**

L'expérience d'AUBERT & DUVAL et celle acquise par BROWN EUROPE en matière d'étirage de l'alliage TA6V ont permis la définition de gammes paramétrées en vue de la production de fil par tréfilage à mi-chaud. D'une façon générale, les taux de réduction de section sont choisis de l'ordre de 30 à 40% pour des températures comprises entre 650 et 700°C, températures juste inférieures à celles du recuit de l'alliage TA6V. Le lubrifiant est une solution de graphite et les filières sont revêtues de nitrure TiN.

Le diamètre initial du fil-couronne fourni par BE étant de 7 mm, l'étirage programmé chez PSE met en œuvre deux machines, la première pour atteindre le diamètre intermédiaire de 5.5 mm, la deuxième pour continuer jusqu'au diamètre final. Ces deux machines sont équipées de fours à induction de préchauffage en ligne. Le plan d'expérience mis en œuvre lors de la campagne d'essais, les modes opératoires, les difficultés rencontrées et les résultats concrets sont précisément décrits dans le compte-rendu 38.10.023-BA. Nous en extrayons les principales caractéristiques des gammes réalisées :

- L'étirage du fil initial au diamètre 5.5 mm a été réalisé avec succès en deux passes à froid successives d'environ 21% de réduction de section (diamètre intermédiaire 6.22 mm).
- La couronne de fil étiré au diamètre 5.5 mm a été traitée par un recuit d'une heure à 860°C en four sous vide, après nettoyage en bain agité de poudres d'alumine.
- Le fil recuit a ensuite été étiré à différentes températures (650, 675 et 700°C) selon deux taux de réductions de section (30 et 40%) : les diamètres des fils finis sont respectivement de 4.62 et 4.27 mm.

#### **4. EXAMENS ET ANALYSES DE STRUCTURE A L'AIDE DU MEB-EBSD**

Tous les examens décrits ci-dessous sont effectués en différentes positions (périphérie, mi-rayon et cœur) des différents fils, sur des coupes selon un plan longitudinal. La direction d'examen en diffraction électronique MEB-EBSD (Electron Back Scattering Diffraction) est la normale à ce plan et correspond donc à une direction tangentielle dans le repère du fil. Les données cristallographiques sont permutées selon les directions radiale et longitudinale par simple rotation de l'espace d'Euler des données cristallographiques expérimentales.

##### **4.1. EXAMENS DE STRUCTURE DU FIL « MACHINE » D'ORIGINE ALLVAC**

En l'état de livraison (laminage à chaud et recuit à 730°C), le fil de l'étude est caractérisé par une structure d'aspect fibré, alignée dans le sens de laminage (cf. Annexes 1a et 1b).

Des cartographies de diffraction électronique MEB-EBSD révèlent une structure granulaire essentiellement constituée de grains très fins, de taille moyenne d'environ deux microns, de forme irrégulière et plus ou moins alignés par chapelets (cf. Annexe 1b). Cette structure comporte quelques grains épars plus grossiers et fortement étirés, qui atteignent 15 microns de taille moyenne.

A fort grossissement, on constate que certains de ces gros grains allongés sont subdivisés partiellement par des segments de joints de désorientation inférieure à 5°. Ces grains atteignent 20 microns de longueur.

On retrouve la description classique de la texture de l'alliage TA6V, qui se décrit par la composante (0001) <10-10> (cf. Annexe 1a). La direction <10-10> est alignée sur la direction de laminage tandis que la l'axe c <0001> occupe le plan transverse. Les directions <0001> transverses sont distribuées essentiellement dans le plan de section comme l'indiquent les figures de pôles discrétisés en Annexe 1a ; on note la présence d'une concentration de pôles orientés plus ou moins selon la direction radiale.

##### **4.2. EXAMENS DE STRUCTURE DU FIL ETIRE DE 21% A FROID (DIAMETRE 6.22 MM)**

L'écrouissage produit par l'étirage à froid réduit fortement l'indice de qualité des scans de diffraction, comme on peut le constater dans l'Annexe 2a. Néanmoins, la structure granulaire est aisément reconstituée à l'aide du logiciel OIM. On constate logiquement un étirement de la structure : toutefois, la taille moyenne des grains n'a pas varié par référence au fil initial, tandis que l'on retrouve intact les quelques gros grains allongés initialement présents (cf. Annexe 2a).

L'opération d'étirage à froid de 21% a peu affecté la composante principale de la texture initiale due aux opérations antérieures de transformation à chaud, en particulier en position peau et mi-rayon du fil (cf. Annexe 2b). On retrouve bien dans ces positions la composante de texture (0001) <10-10> de l'alliage TA6V, telle que décrite dans le produit initial.

En revanche, les figures de pôles (0001) et (10-10) de l'Annexe 2c indiquent que l'anisotropie de structure dans le plan de section est accrue par rapport à l'état initial du fil ALLVAC, tandis qu'une nouvelle « texturation » semble se superposer à celle initiale, en particulier à cœur du fil. La particularité de cette nouvelle orientation préférentielle est quelle paraît isotrope dans les trois directions principales du fil, comme montré en Annexe 2d : les grains concernés conservent la même couleur rose clair/fuchsia du code couleur dans les trois directions radiale, circonférentielle et longitudinale du fil, alors que la plupart des autres grains se colorent alternativement en rouge, vert ou bleu en fonction de ces trois axes, couleurs qui correspondent respectivement aux orientations cristallographiques <0001>, <11-20> et <10-10>.

Le phénomène remarquable qui est constaté et illustré en Annexe 2e est que l'axe c <0001> des grains de « nouvelle texturation » est à environ 45° des trois directions principales du fil. Autre aspect remarquable, il existe les 4 variantes possibles de ce type d'axe. Ces orientations très particulières de

l'axe  $c$   $\langle 0001 \rangle$  sont confirmées par la présence de pôles correspondants sur les figures de pôles à cœur du fil en (cf. Annexe 2f).

La Fonction de Distribution d'Orientation Cristallographique (FDOC) montre un accroissement de l'indice de texture en positions périphérique et mi-rayon du fil étiré. A cœur du fil, l'indice ne parait pas affecté par l'étirage (cf. Annexe 2g).

#### **4.3. EXAMENS DE STRUCTURE DU FIL ETIRE EN DEUX PASSES DE 21% ET RECUIT**

Le recuit post-étirage a provoqué une recristallisation structurale complète comme le montre l'Annexe 3a. Les grains sont équiaxes et leur distribution de taille est relativement homogène dans le fil : quelques amas de petits grains peuvent encore coexister avec des grains plus grossiers dans la seule position axiale. Les distributions de taille sont centrées entre les valeurs 4 et 4.7 microns, tandis que ces mêmes distributions pondérées par l'aire de chaque grain sont centrées entre les valeurs 7 et 8 microns (cf. Annexe 3b). La distribution pondérée par l'aire en position axiale du fil est décalée vers des tailles de grain plus élevées : le diamètre moyen maximum est de 23 microns.

Le taux moyen de phase beta est de 5% (cf. Annexe 3b).

La composante  $(0001) \langle 10-10 \rangle$  de la texture est nettement atténuée par le recuit : en particulier, les cartographies d'orientation en Annexes 3c montrent un fort accroissement de la fraction d'orientation  $\langle 11-20 \rangle$  alignée sur la direction longitudinale du fil, au détriment de l'orientation  $\langle 10-10 \rangle$ . La recristallisation induit donc une rotation de  $30^\circ$  de la structure hexagonale autour de son axe  $c$  dans une partie des grains. Cela induit un fort abaissement de l'intensité maximale de la FDOC qui retrouve les valeurs du fil d'origine (cf. Annexe 3d), malgré la taille plus élevée des grains dans le fil étiré à froid puis recuit.

#### **4.4. EXAMENS DE STRUCTURE DES FILS ETIRES A CHAUD**

L'écroûissage des grains est marqué et n'est pas différentiable d'une condition d'étirage à l'autre (cf. Annexe 4a). Le taux de phase beta est notablement accru par le réchauffage aux températures d'étirage : il croît de 3% dans le fil machine à plus de 5% dans les fils étirés, indépendamment de la température entre 650 et 700°C (cf. Annexe 4b). La structure granulaire a conservé sa distribution de taille de grain initiale, celle induite par le recuit à 860°C (cf. Annexes 4c à 4e).

Les textures des fils étirés à chaud ne sont pas différentiables en fonction de la température appliquée (cf. Annexes 5a et 5b). En revanche, le taux de réduction de section apporte une variabilité structurale : l'accroissement de ce taux accroît la fraction de cristallites dont l'orientation  $\langle 10-10 \rangle$  est alignée dans la direction d'étirage, au détriment de l'orientation  $\langle 11-20 \rangle$  (cf. Annexe 5b). En fait, les orientations  $\langle 11-20 \rangle$  basculent dans le plan de section comme le montrent les figures de pôles en Annexe 5c.

Les distributions des orientations  $\langle 11-20 \rangle$  et  $\langle 0001 \rangle$  sont relativement homogènes dans le plan de section.

L'intensité de l'indice de texture (FDOC) est notablement accrue par les opérations d'étirage à chaud (cf. Annexe 5d).

#### **4.5. EXAMEN D'UN FIL ETIRE A CHAUD ET RECUIT**

Le fil étiré de 29% à 700°C a été recuit en four de laboratoire pendant 1 heure à 790°C.

Ce recuit n'apporte qu'une recristallisation partielle de la structure étirée à 700°C, ce qui se traduit par :

- La subsistance de grains écrouis et allongés (cf. Annexe 6a)
- La quasi-restauration de la structure granulaire antérieure (voir cartographies de grain en Annexe 6b et distributions de taille de grain en Annexe 6c, qui sont à comparer avec celles du produit étiré à froid et recuit, en Annexe 3)
- La stabilisation d'un taux de phase beta de 7% en moyenne dans la section du fil (cf. Annexe 6a).
- Une intensité de l'indice de texture de valeur intermédiaire entre celle du fil recuit à 860°C et celle de ce même fil étiré à chaud.

La texture transverse dans ce fil tréfilé et recuit est notablement atténuée par rapport à celle du fil ALLVAC initial : les figures de pôles en Annexe 6e démontrent une répartition homogène de l'axe c <0001> de la structure hexagonale dans le plan de section.

## 5. DISCUSSION/CONCLUSIONS

Les principaux enseignements issus de cette étude structurale peuvent s'énoncer comme suit :

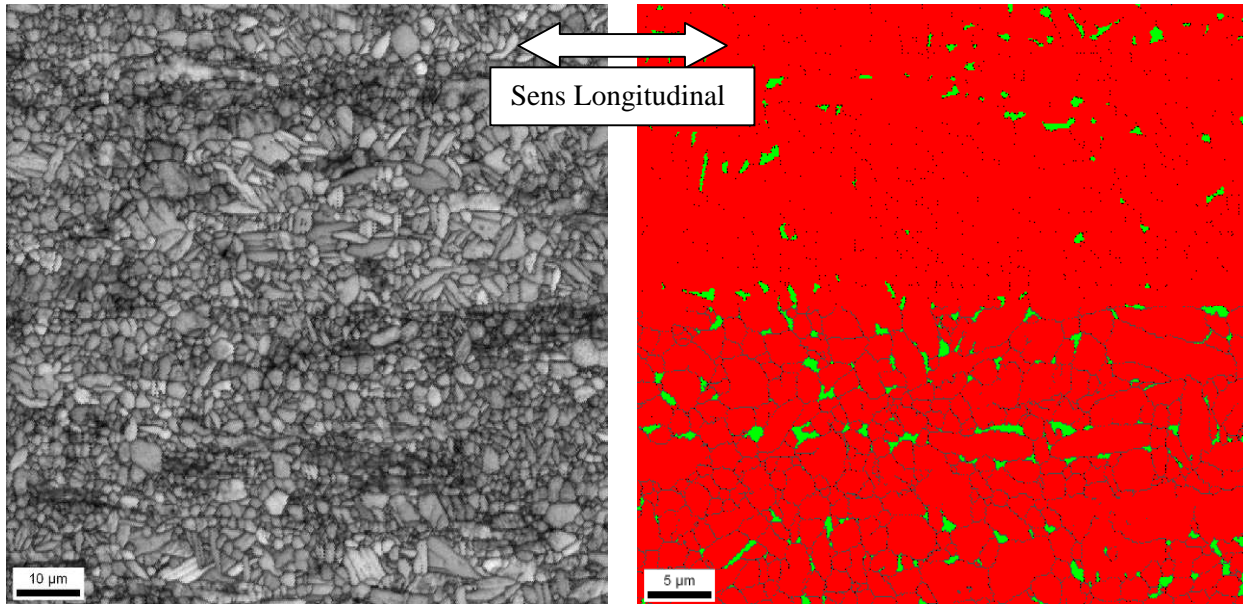
- Le fil machine laminé à chaud et recuit est capable d'endurer deux étirages à froid successifs de 20% de réduction de section, malgré des défauts de surface de type longitudinal.
- La structure écrouie et fortement texturée par l'étirage à froid recristallise totalement lors d'un recuit à 860°C. A cette température, il se produit un grossissement du grain recristallisé au-delà de la taille des grains initiaux : on peut supposer que l'énergie et les défauts cristallographiques apportés par déformation à froid favorisent les mécanismes de recristallisation et que la recherche d'une structure granulaire plus fine impliquerait un abaissement de la température de recuit.
- A cœur du fil étiré à froid, apparaît une nouvelle « texturation » qui se superpose à celle initiale. La particularité de cette nouvelle orientation préférentielle de la structure cristallographique est quelle paraît parfaitement isotrope dans les trois directions principales du fil. Le phénomène remarquable qui est constaté est que l'axe c <0001> des grains de « nouvelle texturation » est à 45° environ des trois directions principales du fil, tandis qu'il existe les 4 variantes possibles de ce type d'axe, à 90° les unes des autres.
- L'enchaînement « étirage à froid et recuit » diminue l'intensité de l'indice de texture, d'une part par alignement partiel sur l'axe du fil de l'orientation <11-20> de certains grains, au détriment de l'orientation <10-10> et, d'autre part, grâce à l'atténuation de la texture transverse.
- Un étirage à chaud de 40% est envisageable moyennant des conditions de chauffage homogène. L'alliage TA6V tréfilé à chaud offre une bonne isotropie de sa structure transverse. En revanche, la composante de texture (0001) <10-10> de l'alliage TA6V est exacerbée par le tréfilage à chaud aussi bien que par tréfilage à froid.
- La recristallisation de l'alliage TA6V étiré à chaud entre 650 et 700°C est inachevée à la suite d'un recuit d'une heure à 790°C : on constate une simple restauration de la structure granulaire d'origine. Néanmoins, la texture transverse dans le fil tréfilé à chaud et recuit à 790°C est notablement atténuée par rapport à celle du fil ALLVAC initial.

## 6. ANNEXES

## **ANNEXE 1 : STRUCTURE DU PRODUIT INITIAL LIVRE PAR BROWN EUROPE**

**Annexe 1a : Examens MEB-EBSD à mi-rayon du fil TA6V diamètre 7 mm d'origine ALLVAC, fourni par BROWN EUROPE**

**Cartographie d'indice de qualité de diffraction (a) et cartographie de phases (b)**



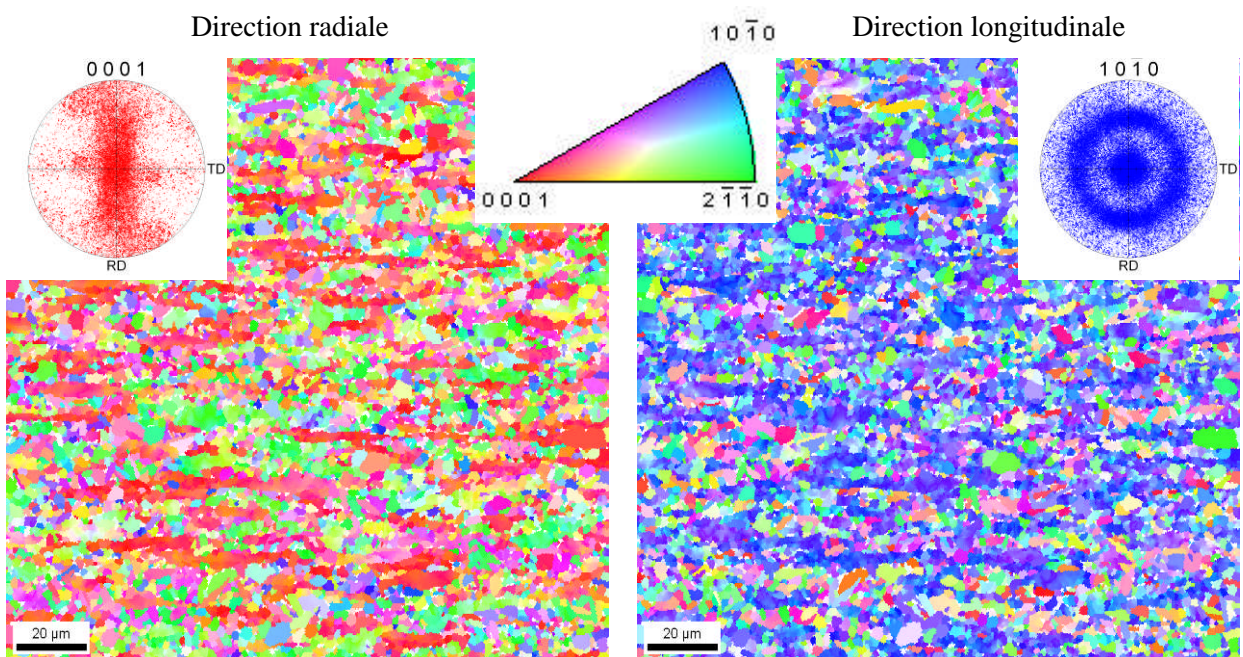
(a) Grandissement x1000

(b) Grandissement x2000

Taux moyen de phase beta : 3,2 % surfacique

**Cartographies d'orientation de la phase alpha à mi-rayon du fil**

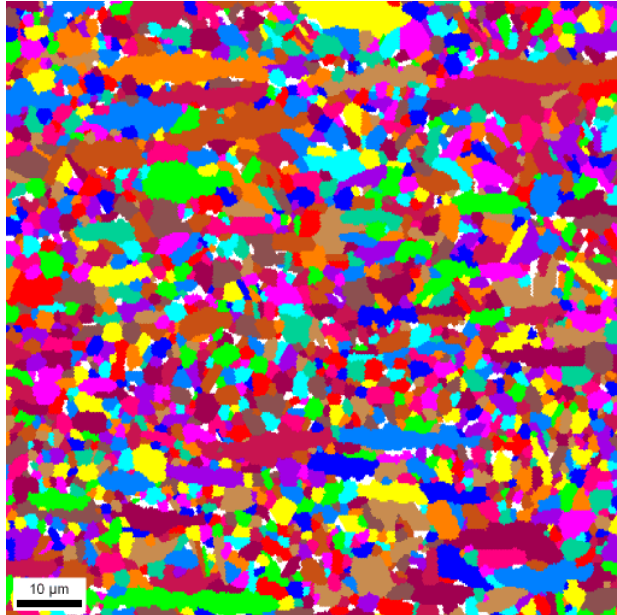
(Grandissement x500 et code couleur selon le référentiel de directions cristallographiques ci-dessous)



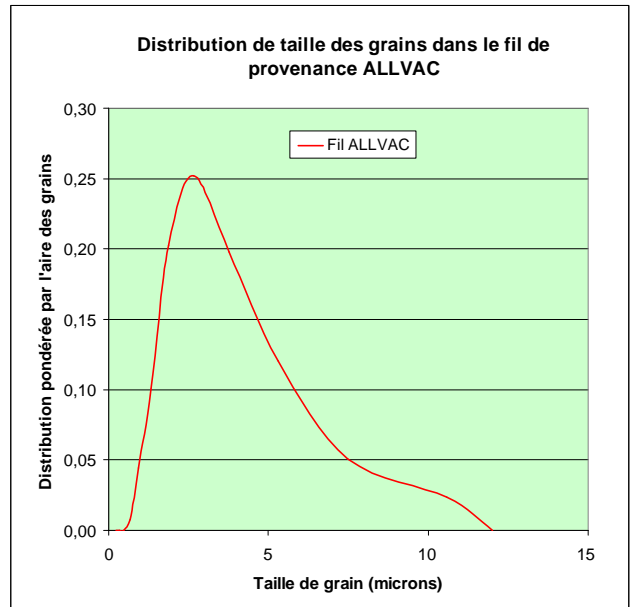
(TD//sens long, RD//circonférence)

(TD//circonférence, RD//rayon)

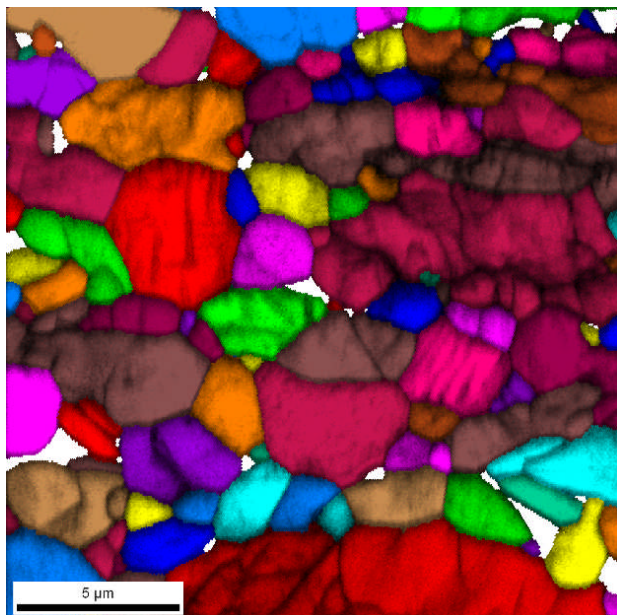
**Annexe 1b : Examens MEB-EBSD à mi-rayon du fil TA6V diamètre 7 mm d'origine ALLVAC,  
fourni par BROWN EUROPE  
Cotation de la structure granulaire**



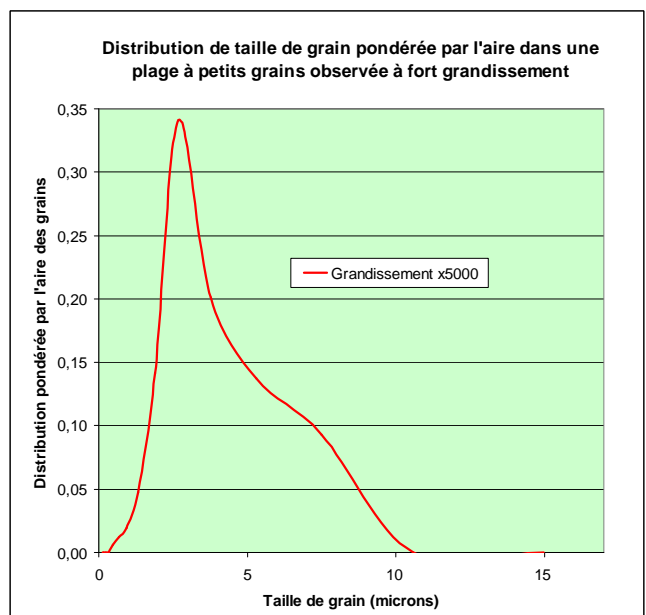
Grandissement 1000



<b>Fil ALLVAC : Taille moyenne des grains (microns)</b>	
	Etat naturel de réception
Population	1,85
Population pondérée par l'aire	3,50



Grandissement 5000 : population de petits grains centrée sur 2 microns

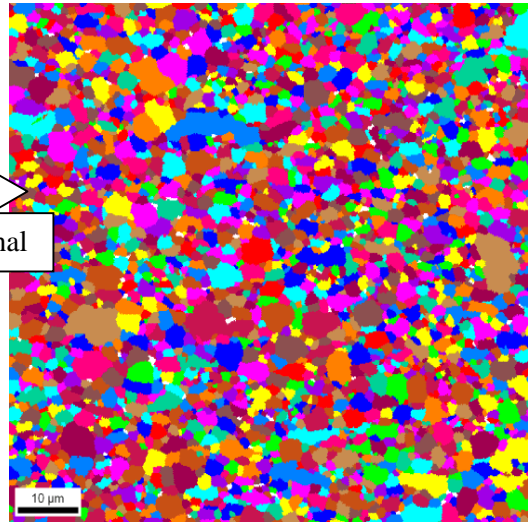
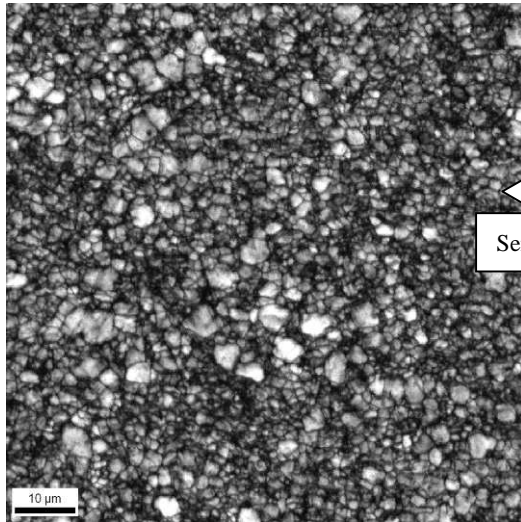


**ANNEXE 2 : EXAMENS STRUCTURAUX SUR FIL ETIRE A FROID PAR  
REDUCTION DE SECTION DE 21%**

**Annexe 2a : Examens MEB-EBSD du fil TA6V diamètre 6.22 mm étiré à froid pour une réduction de section de 21%**

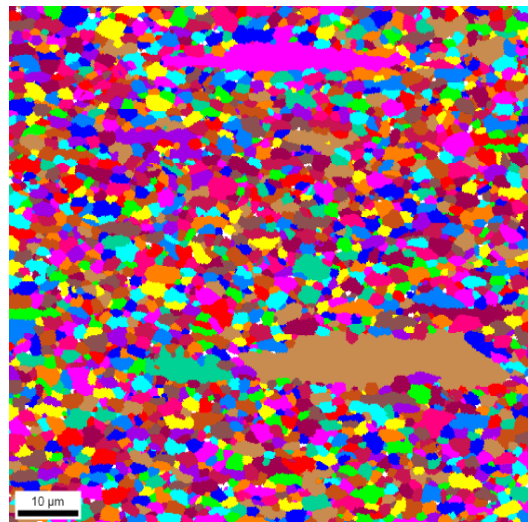
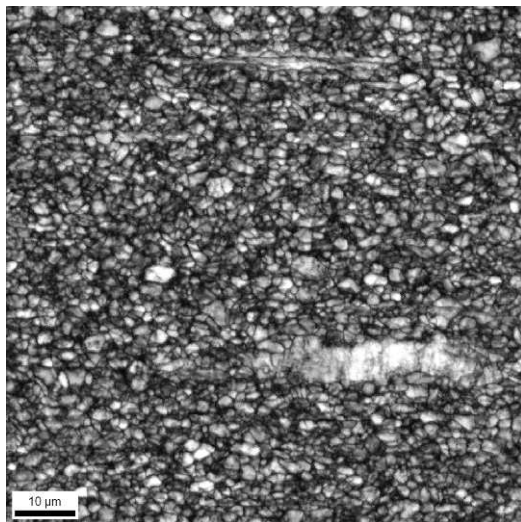
Indice de qualité de diffraction (x1000)

Structure granulaire (x1000)

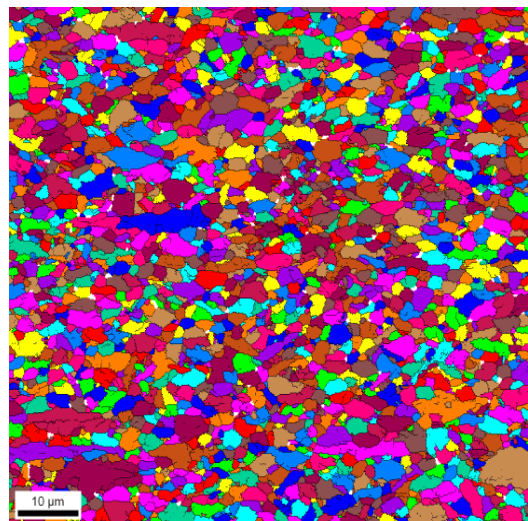
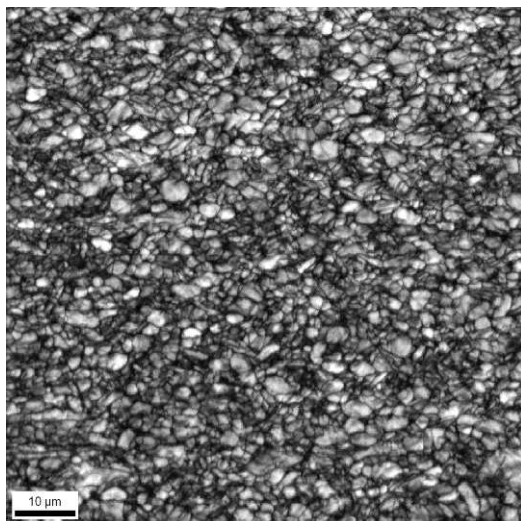


Sens Longitudinal

Périphérie



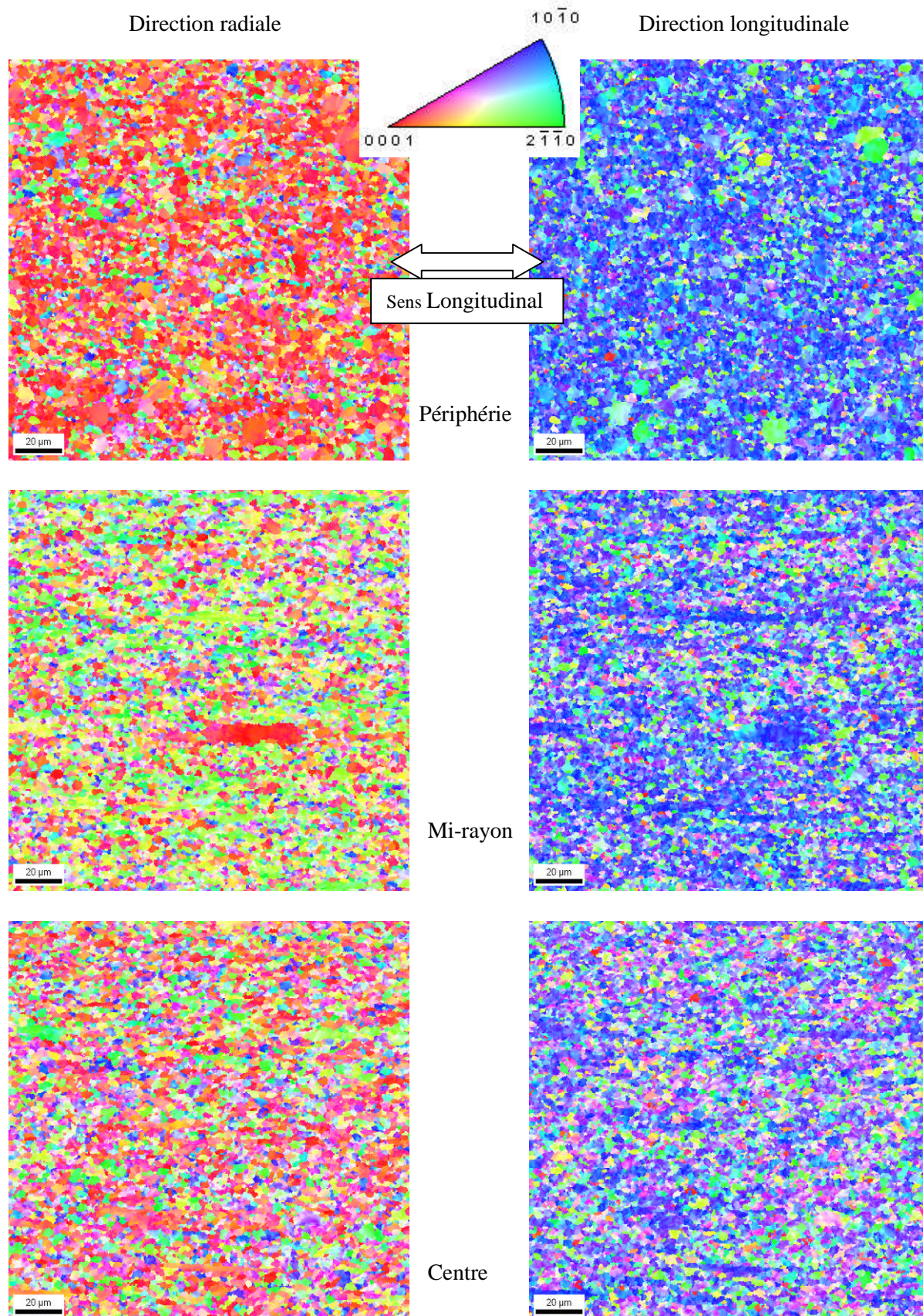
Mi-rayon



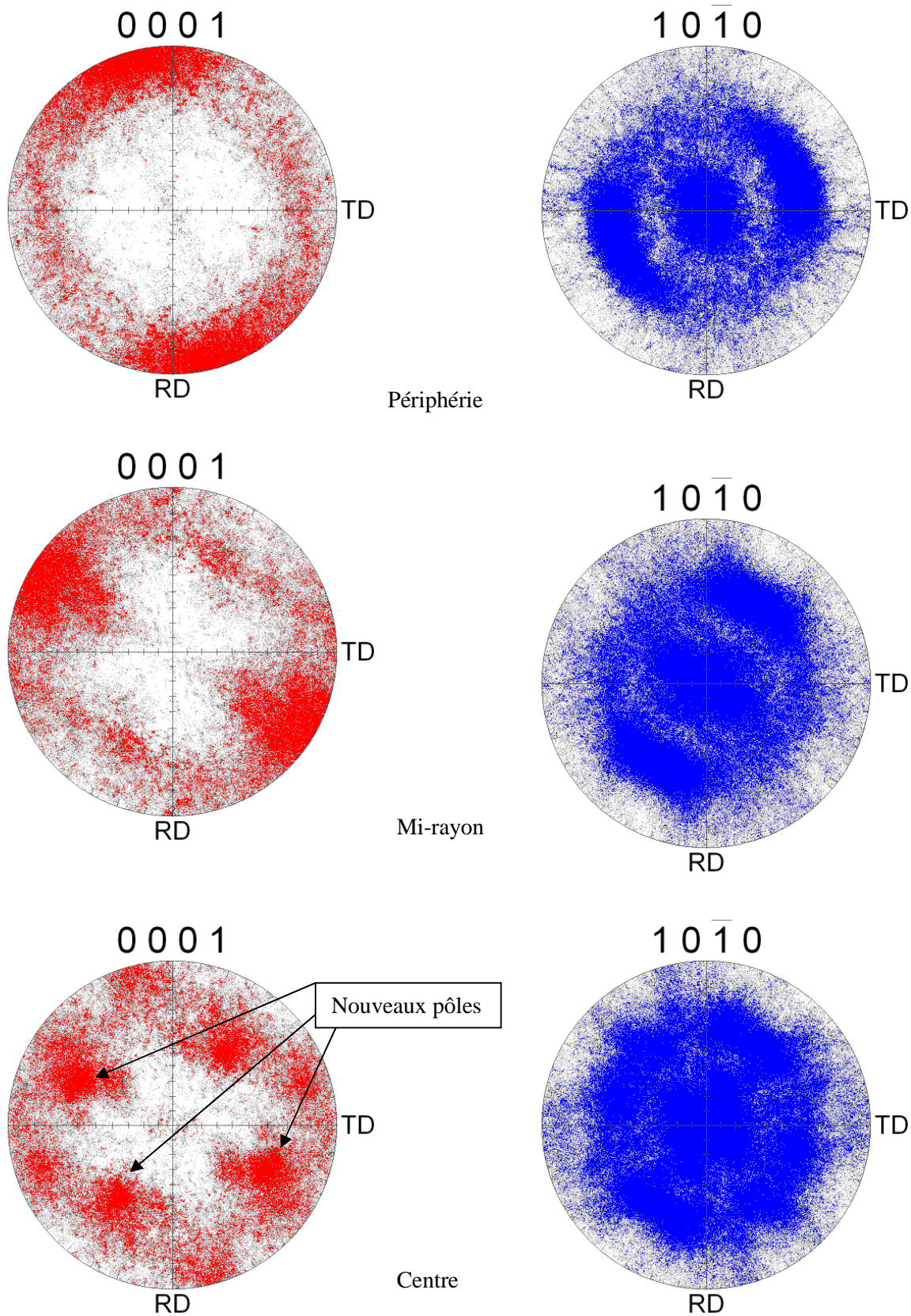
Centre

**Annexe 2b : Examens MEB-EBSD du fil TA6V diamètre 6.22 mm étiré à froid pour une réduction de section de 21% \_ Cartographies d'orientation de la phase alpha**

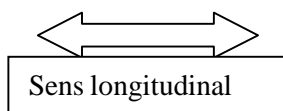
(Grandissement x500 et code couleur selon le référentiel de directions cristallographiques ci-dessous)



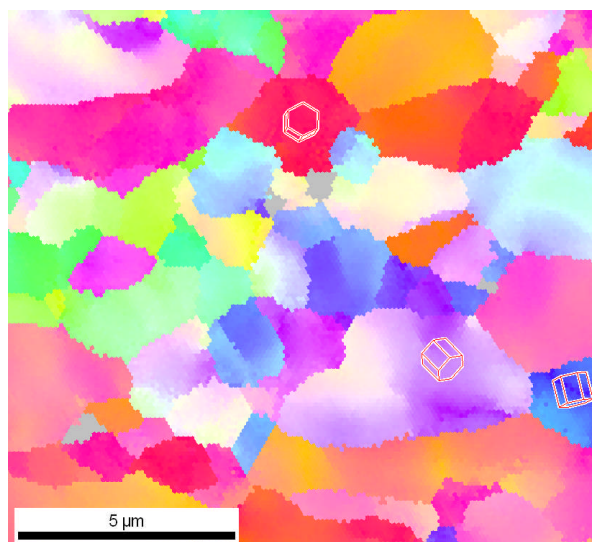
**Annexe 2c : Examens MEB-EBSD du fil TA6V diamètre 6.22 mm étiré à froid pour une réduction de section de 21% \_ Figures de pôles de la phase alpha projetées en direction longitudinale (TD//circonférence, RD//rayon)**



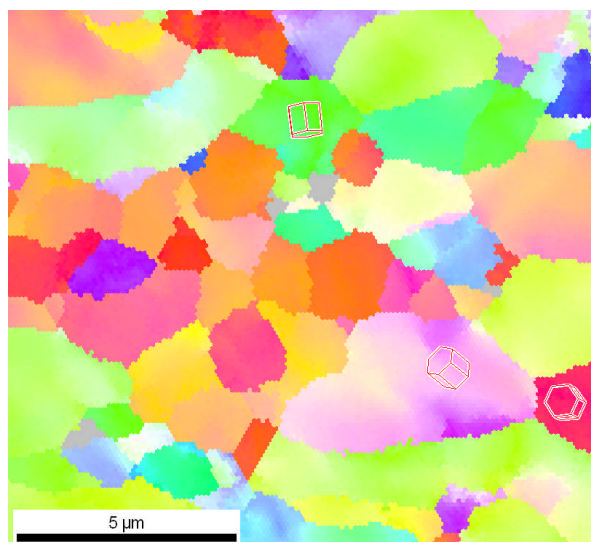
**Annexe 2d : Examens MEB-EBSD du fil TA6V diamètre 6.22 mm étiré à froid pour une réduction de section de 21% \_ Cartographies d'orientation de la phase alpha à cœur du fil**  
(Grandissement x2000 et code couleur selon le référentiel de directions cristallographiques ci-dessous)



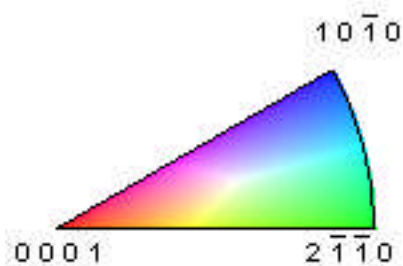
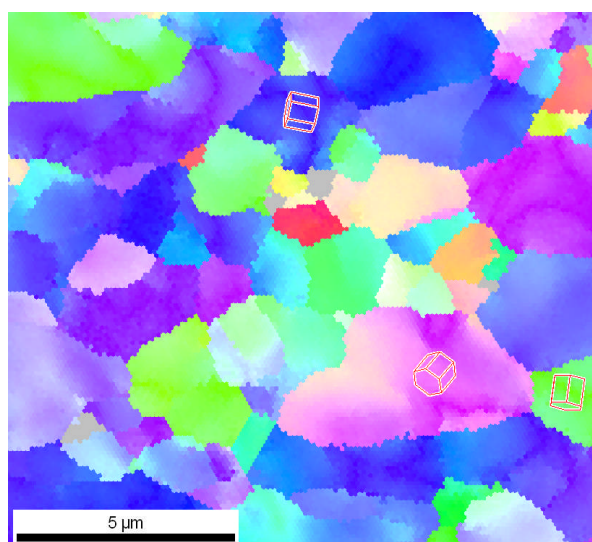
Direction radiale



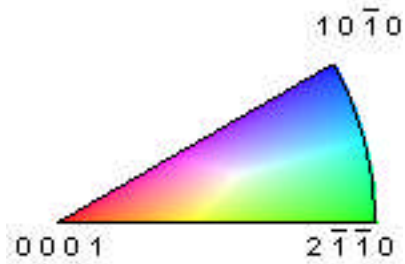
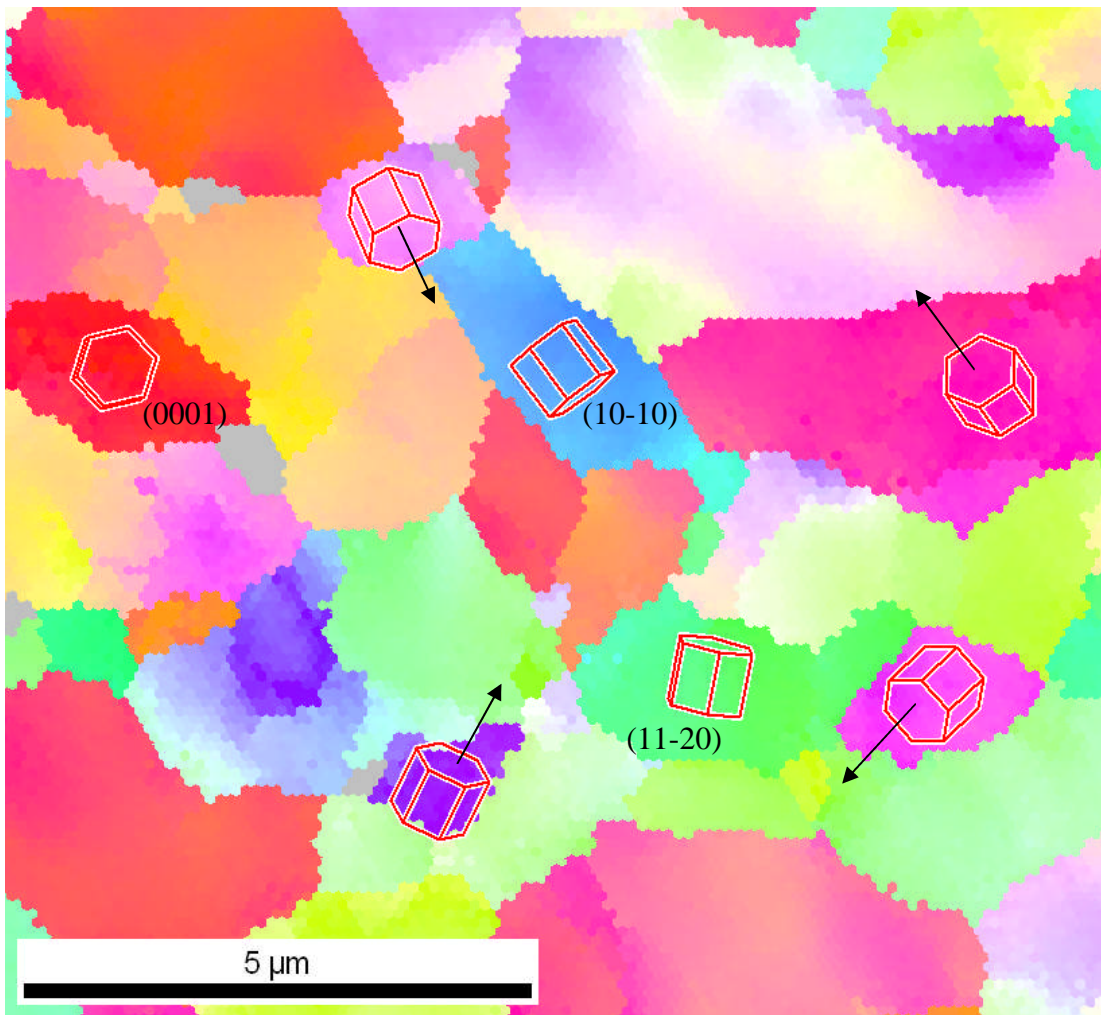
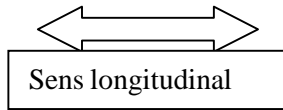
Direction circonférentielle



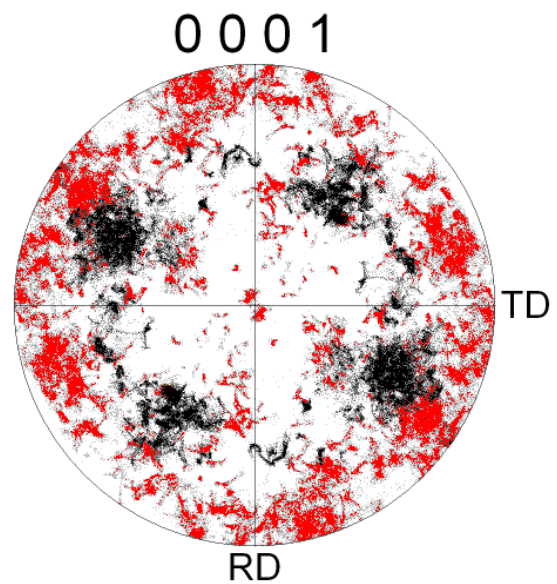
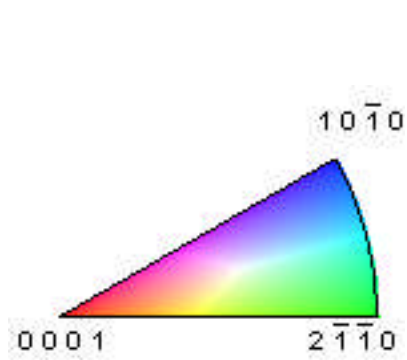
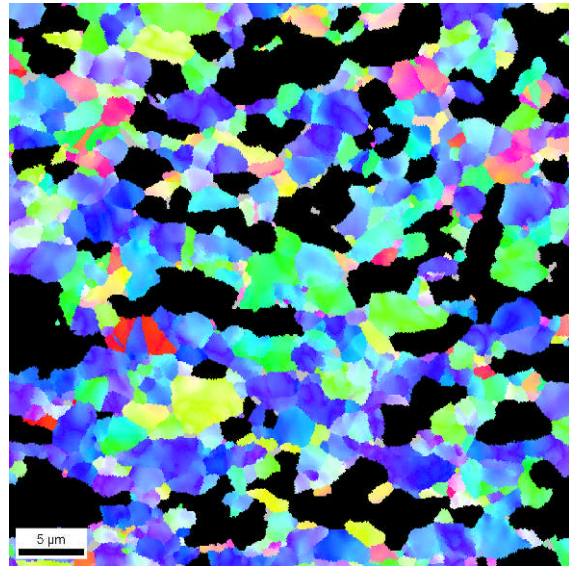
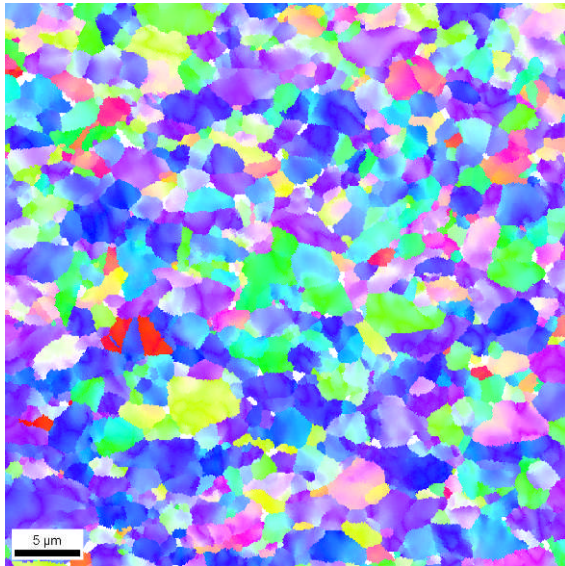
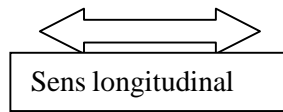
Direction longitudinale



**Annexe 2e : Examens MEB-EBSD du fil TA6V diamètre 6.22 mm étiré à froid pour une réduction de section de 21% \_ Cartographies d'orientation de la phase alpha à cœur du fil**  
 (Grandissement x2000 et code couleur selon le référentiel de directions cristallographiques ci-dessous)



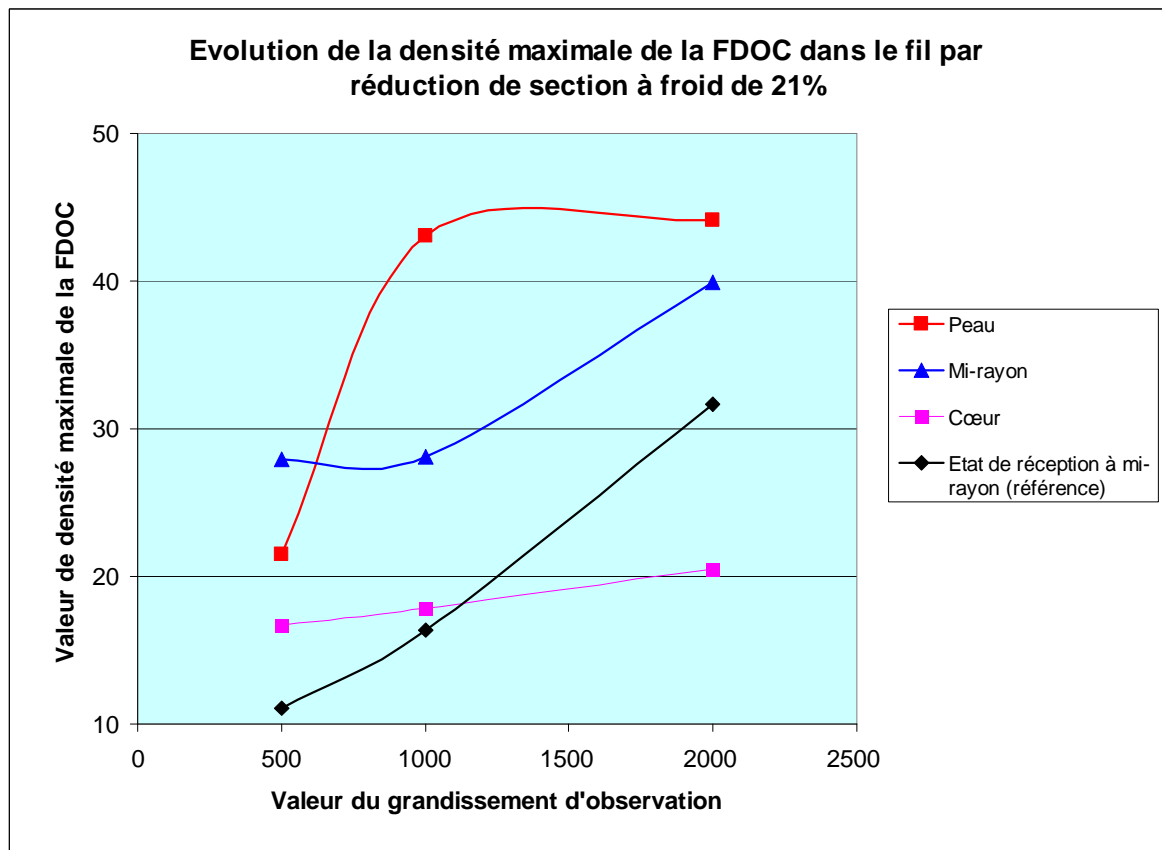
**Annexe 2f : Examens MEB-EBSD du fil TA6V diamètre 6.22 mm étiré à froid pour une réduction de section de 21% \_ Cartographies d'orientation de la phase alpha à cœur du fil**  
 (Grandissement x2000 et code couleur selon le référentiel de directions cristallographiques ci-dessous)



(TD//circonférence et RD//rayon)

**Annexe 2g : Examens MEB-EBSD du fil TA6V diamètre 6.22 mm étiré à froid pour une réduction de section de 21%**

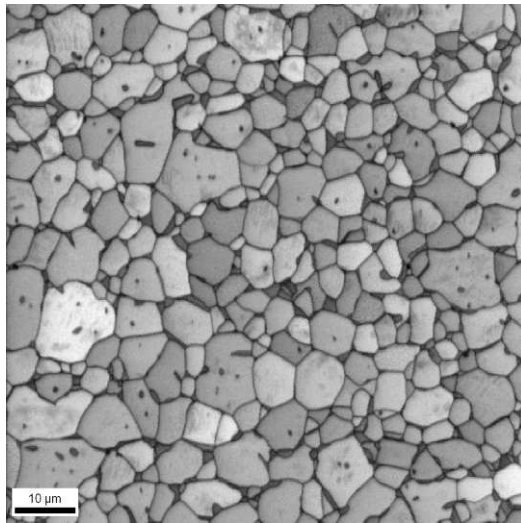
**Cotation de texture à l'aide de la Fonction de Distribution d'Orientations Cristallographiques (FDOC)**



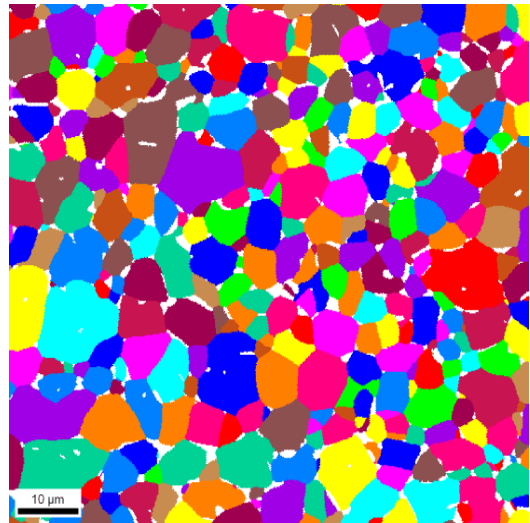
**ANNEXE 3 : EXAMENS STRUCTURAUX SUR FIL ETIRE A FROID EN DEUX  
PASSES DE 21% DE REDUCTION DE SECTION ET RECUIT SOUS VIDE**

**Annexe 3a : Examens MEB-EBSD du fil diamètre 5.5 mm étiré en deux passes à froid puis recuit en four industriel à 860°C pendant 1 heure sous vide (Grandissement x1000)**

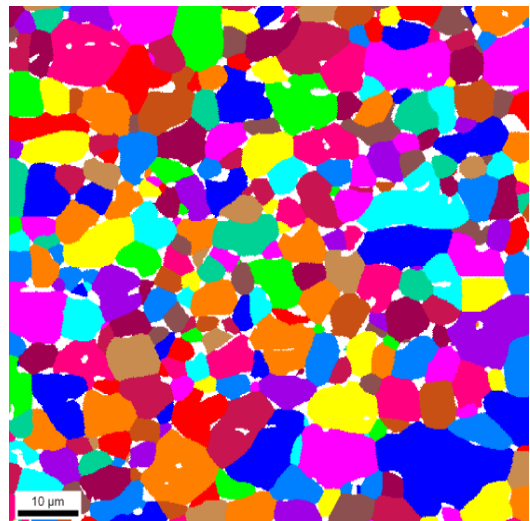
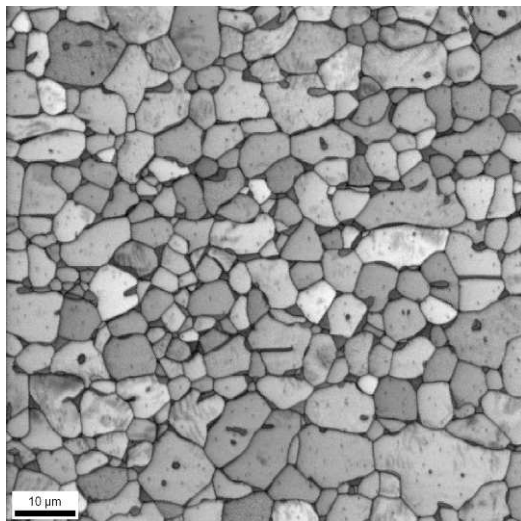
Indice de qualité de diffraction



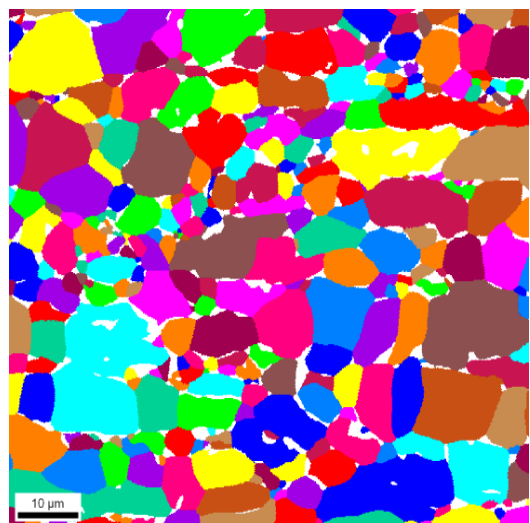
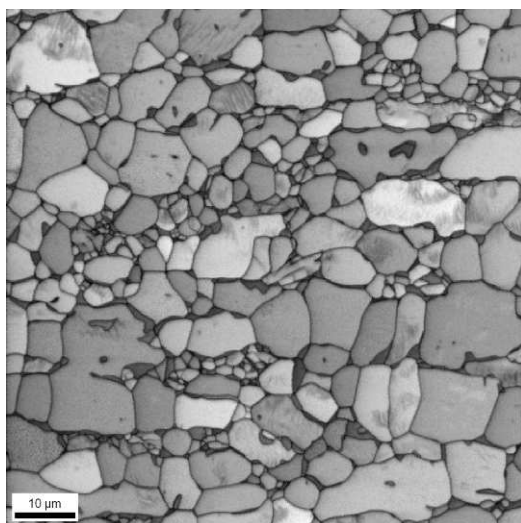
Structure granulaire



Peau

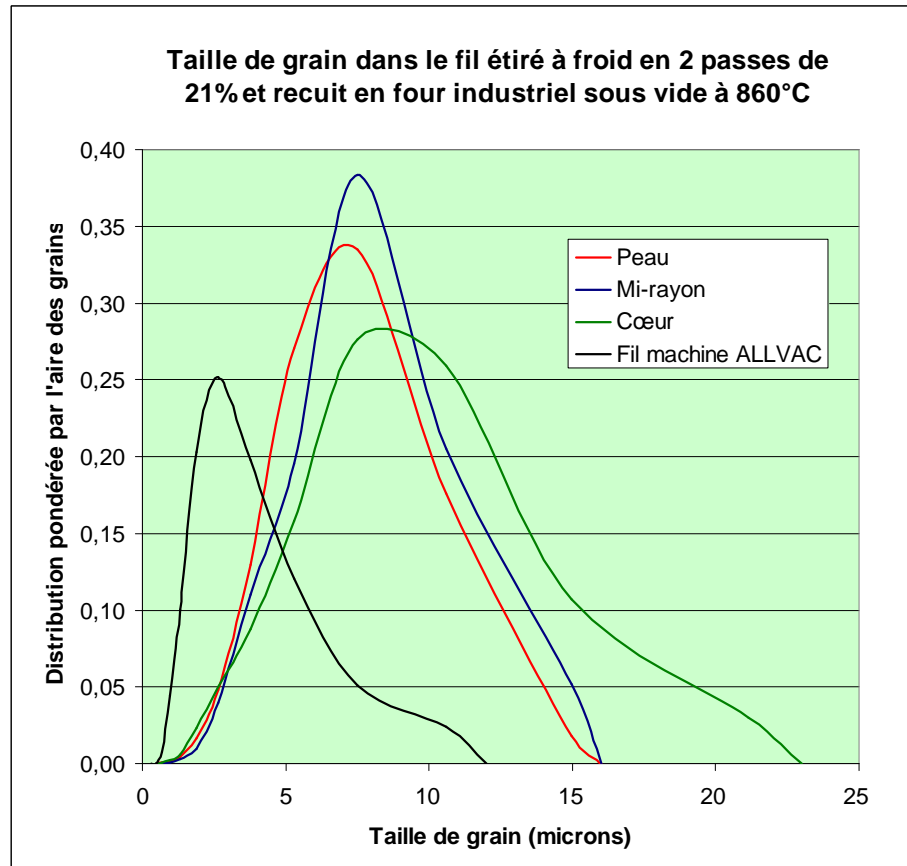


Mi-rayon



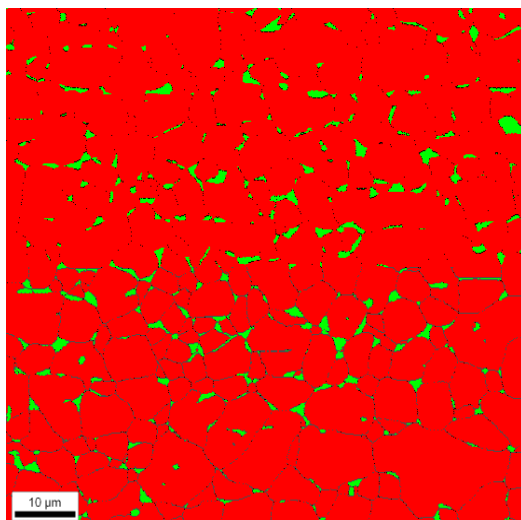
Centre

**Annexe 3b : Examens MEB-EBSD du fil diamètre 5.5 mm étiré en deux passes à froid puis recuit en four industriel à 860°C / 1 heure sous vide**



Taille moyenne des grains (microns)			
	Peau	Mi-rayon	Cœur
Population	4,0935	4,7245	4,0095
Aire	6,7665	7,4080	8,3190

**Cartographie de phases à mi-rayon du fil**

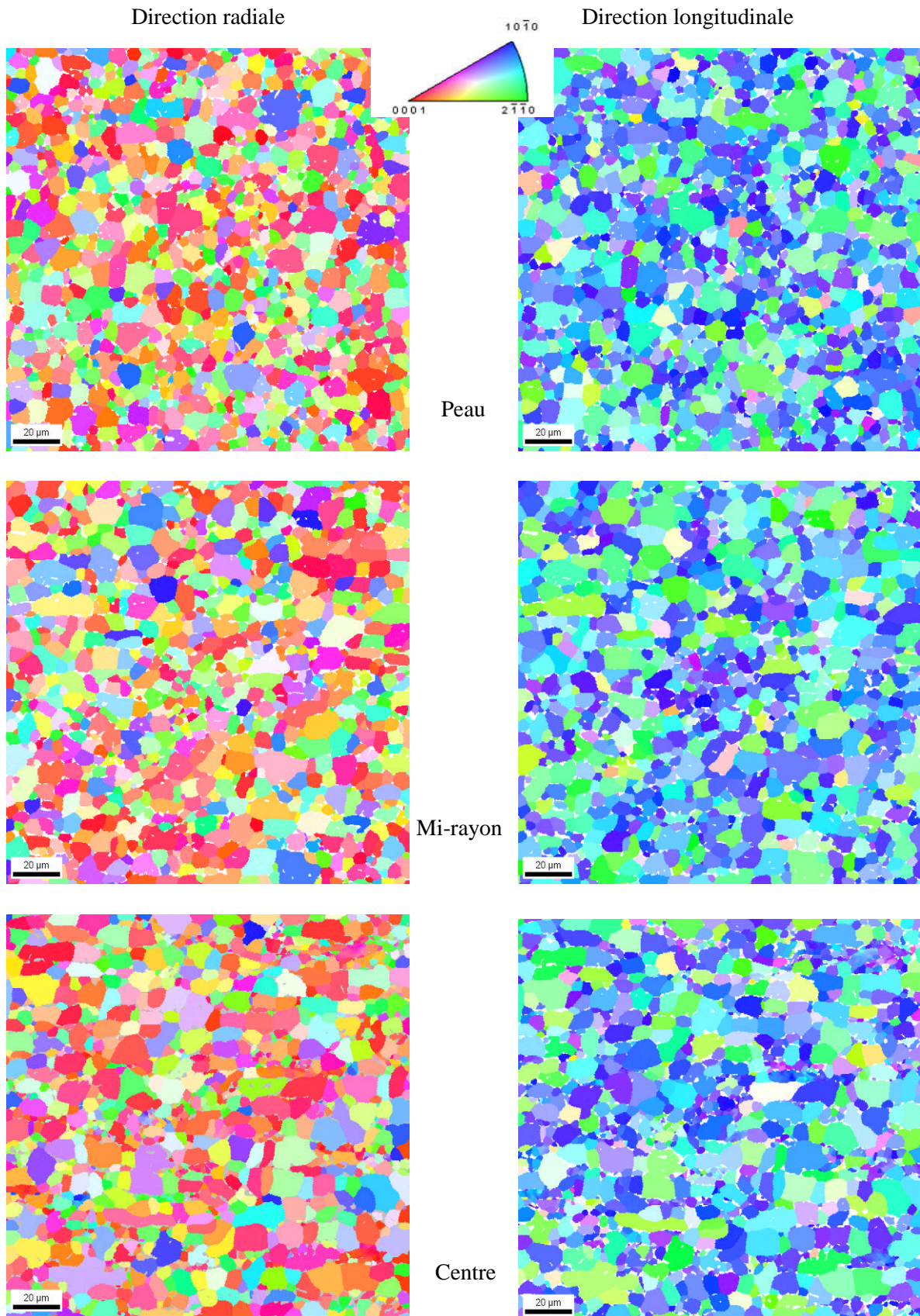


Phase	Total Fraction	Partition Fraction
Titanium Alpha	0.948	0.948
Titanium - Beta	0.052	0.052

Boundaries: Rotation Angle

Min	Max	Fraction	Number	Length
5°	180°	0.987	35849	4.14 mm

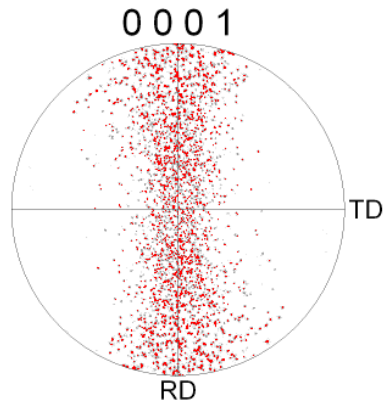
**Annexe 3c : Examens MEB-EBSD du fil diamètre 5.5 mm étiré en deux passes à froid puis recuit en four industriel à 860°C / 1 heure sous vide \_ Cartographies d'orientation de la phase alpha**  
 (Grandissement x500 et code couleur selon le référentiel de directions cristallographiques ci-dessous)



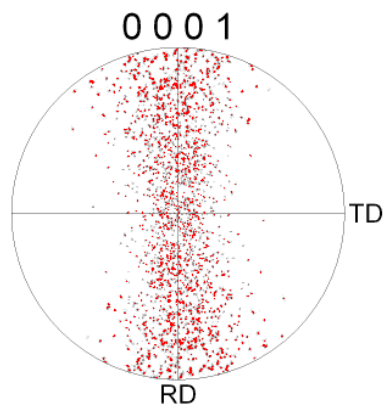
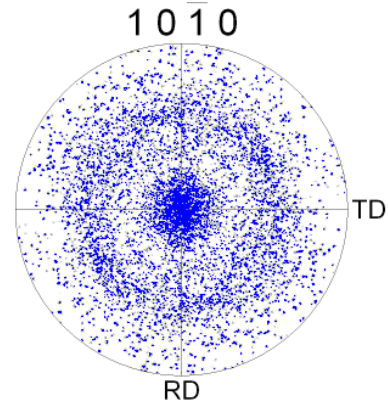
**Annexe 3d : Examens MEB-EBSD du fil diamètre 5.5 mm étiré en deux passes à froid puis recuit en four industriel à 860°C / 1 heure sous vide \_ Figures de pôles discrétisées de la phase alpha**

Direction radiale  
(TD//sens long, RD//circonférence)

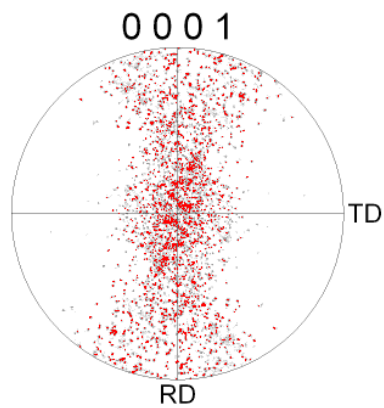
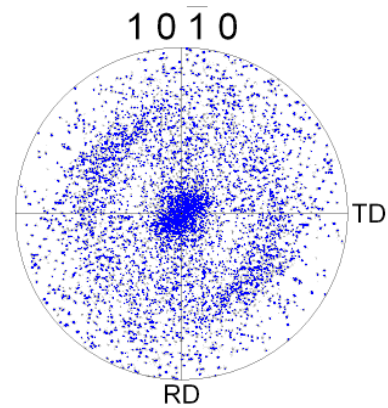
Direction longitudinale  
(TD//circonférence, RD//rayon)



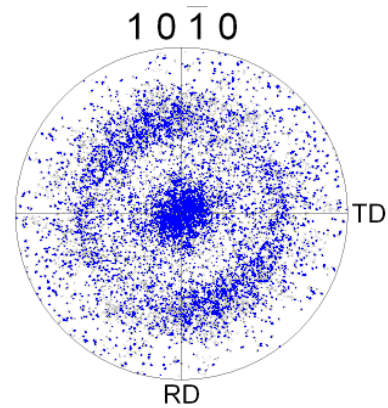
Peau



Mi-rayon



Centre

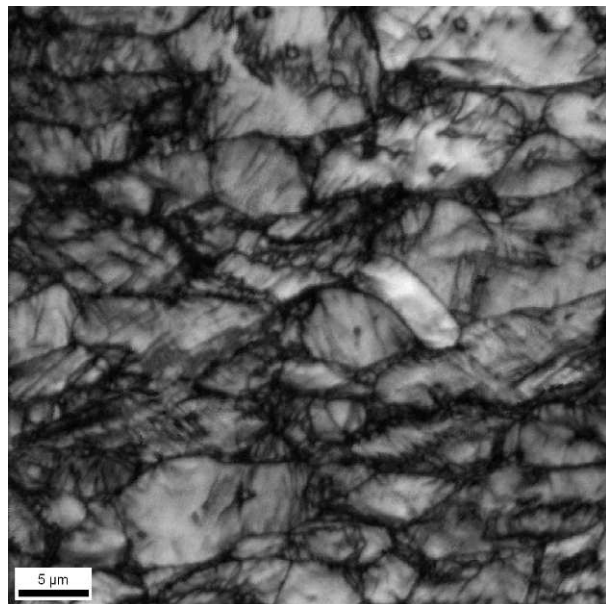


**Fonction de distribution des orientations cristallographiques**

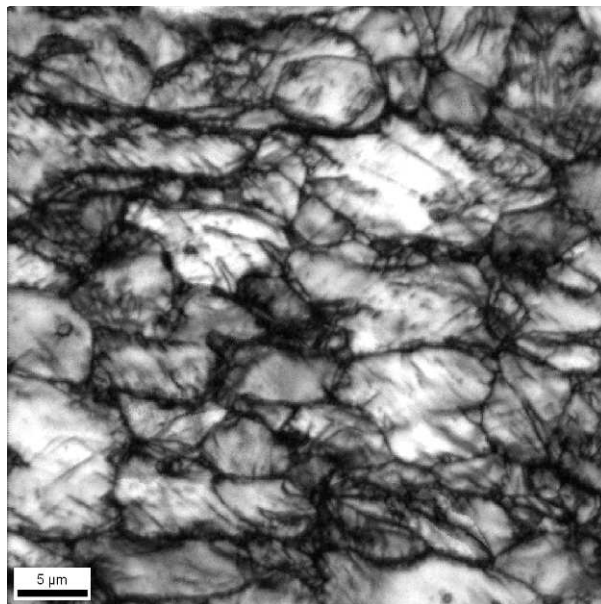
Intensité maximale de la FDOC				
Grandissement	Peau	Mi-rayon	Cœur	Moyenne
500	8	11	13	10
1000	13	16	28	19

## **ANNEXE 4 : EXAMENS STRUCTURAUX SUR FILS ETIRES A CHAUD**

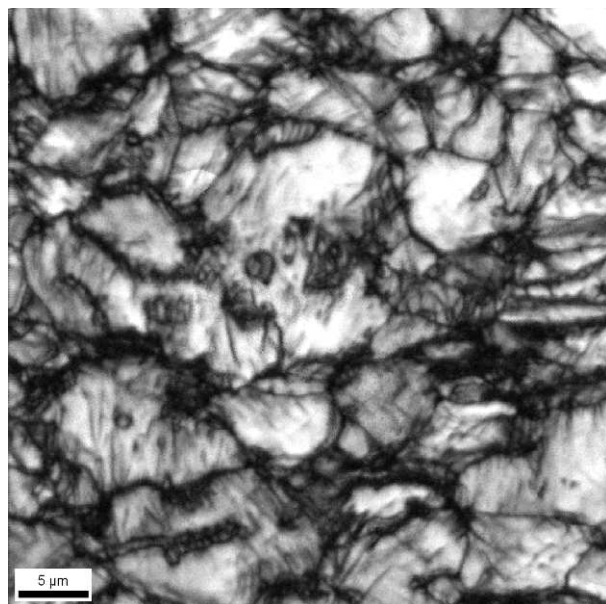
**Annexe 4a : Fil TA6V étiré à chaud à deux diamètres finis**  
**Examens de structure MEB-EBSD à mi-rayon**  
(Indice de qualité de diffraction à grandissement 2000)



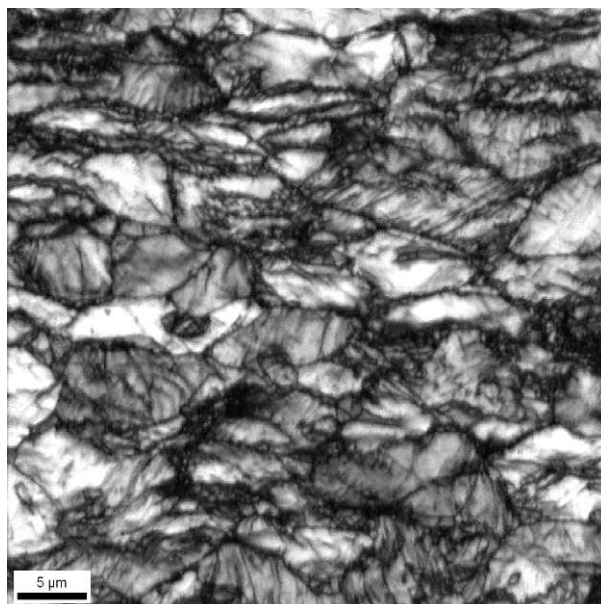
Essai 1 : réduction 29%, T= 700°C  
Diamètre fini 4.62 mm



Essai 2 : réduction 29%, T= 675°C  
Diamètre fini 4.62 mm

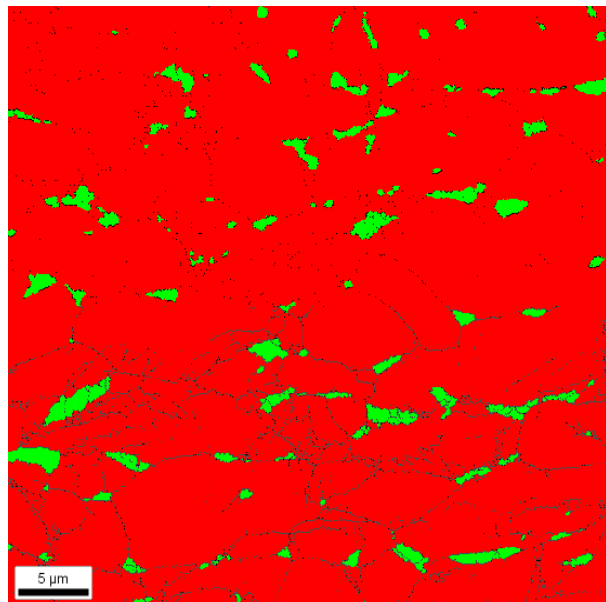


Essai 3 : réduction 29%, T= 650°C  
Diamètre fini 4.62 mm

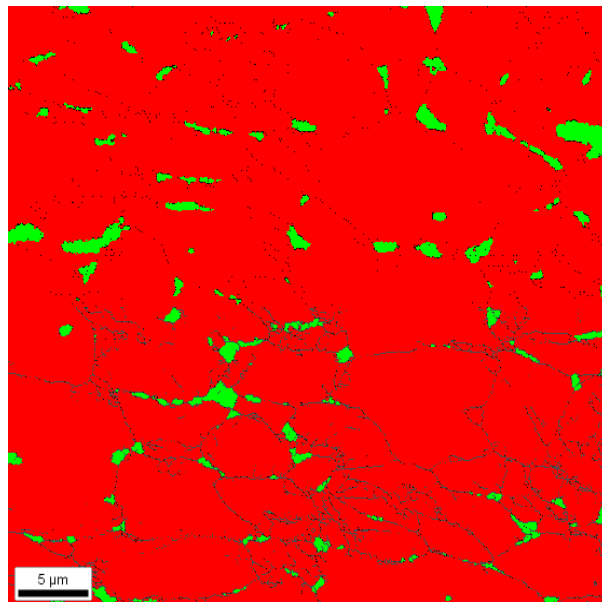


Essai 4 : réduction 40%, 700°C  
Diamètre fini 4.27 mm

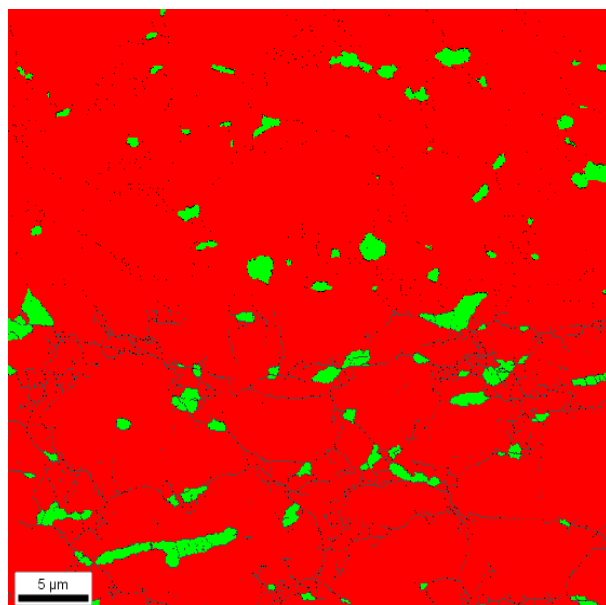
**Annexe 4b : Fil TA6V étiré à chaud à deux diamètres finis**  
**Examens de structure MEB-EBSD à mi-rayon**  
(Cartographies de phases à grandissement 2000)



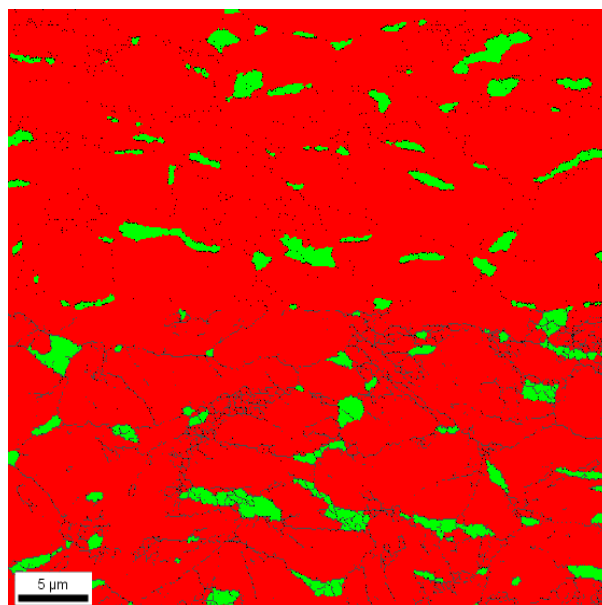
Essai 1 : réduction 29%, T= 700°C  
Diamètre fini 4.62 mm  
5% phase beta



Essai 2 : réduction 29%, T= 675°C  
Diamètre fini 4.62 mm  
4,2% phase beta



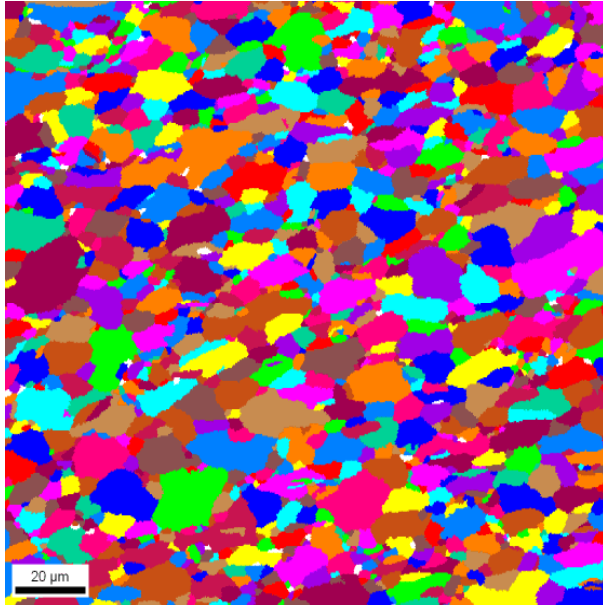
Essai 3 : réduction 29%, T= 650°C  
Diamètre fini 4.62 mm  
4,5% phase beta



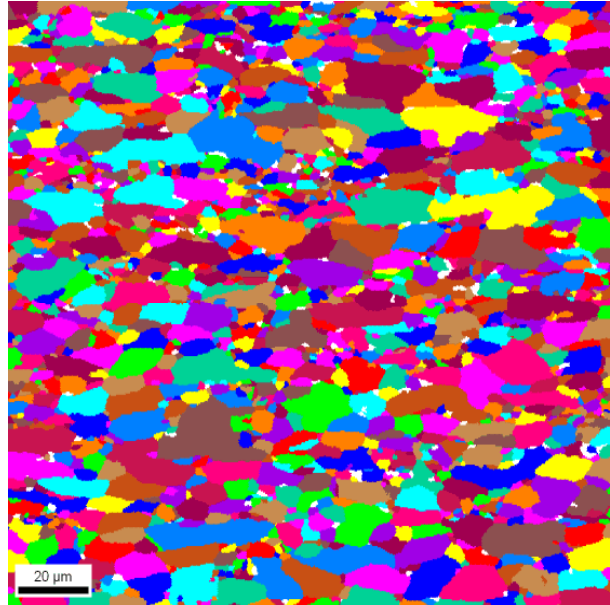
Essai 4 : réduction 40%, 700°C  
Diamètre fini 4.27 mm  
6,7% phase beta

**Annexe 4c : Fil TA6V étiré à chaud à deux diamètres finis**  
**Examens de structure MEB-EBSD à mi-rayon**  
Structures granulaires à grandissement x500

Périphérie de fil

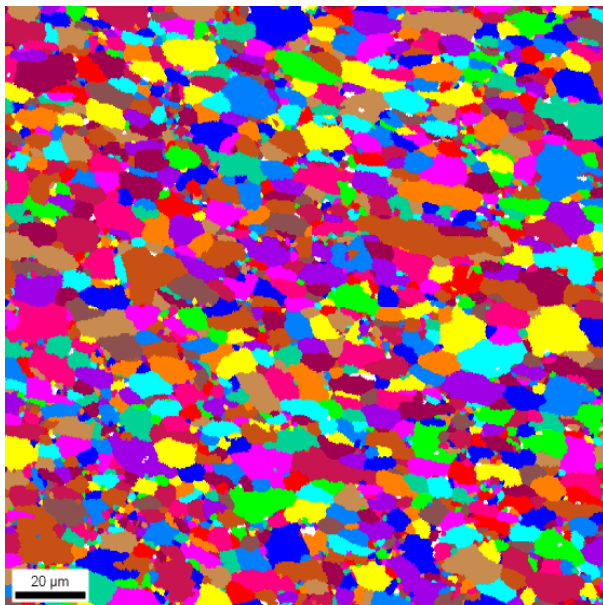


Cœur du fil

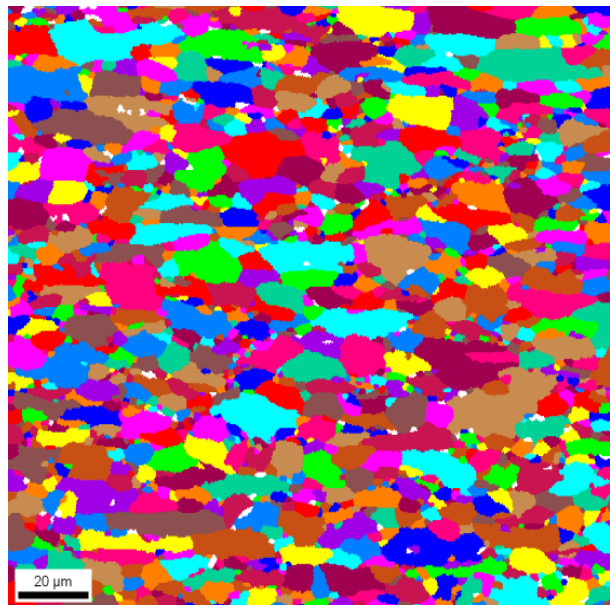


Essai 1 : réduction 29%, T= 700°C  
Diamètre fini 4.62 mm

Périphérie de fil



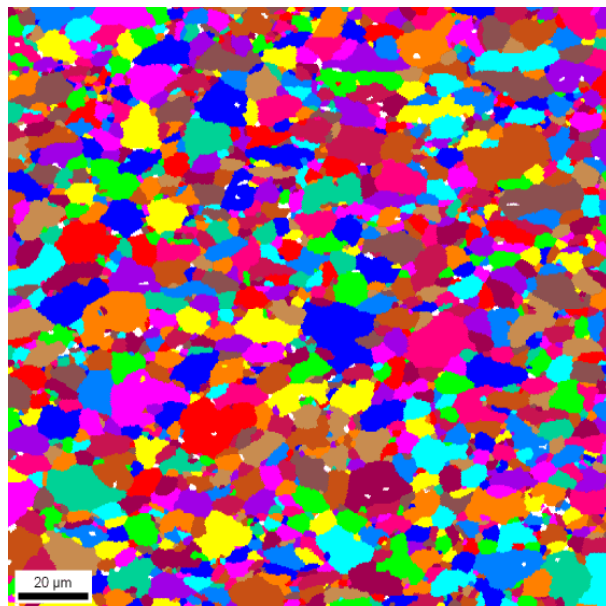
Cœur du fil



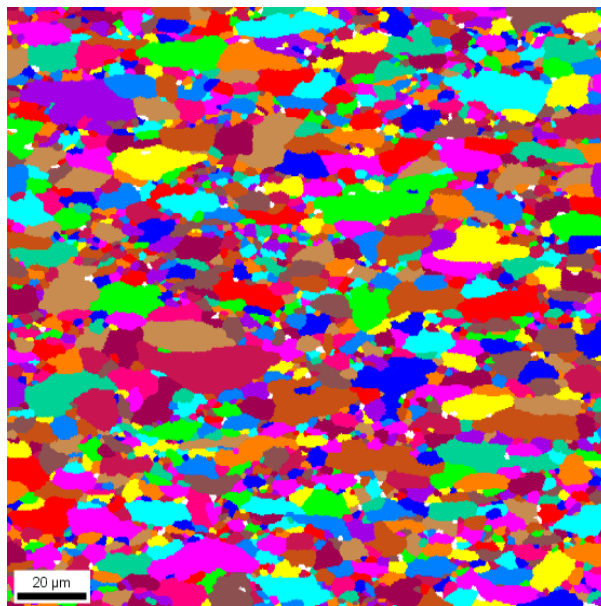
Essai 2 : réduction 29%, T= 675°C  
Diamètre fini 4.62 mm

**Annexe 4d : Fil TA6V étiré à chaud à deux diamètres finis**  
**Examens de structure MEB-EBSD à mi-rayon**  
Structures granulaires à grandissement x500

Périphérie de fil

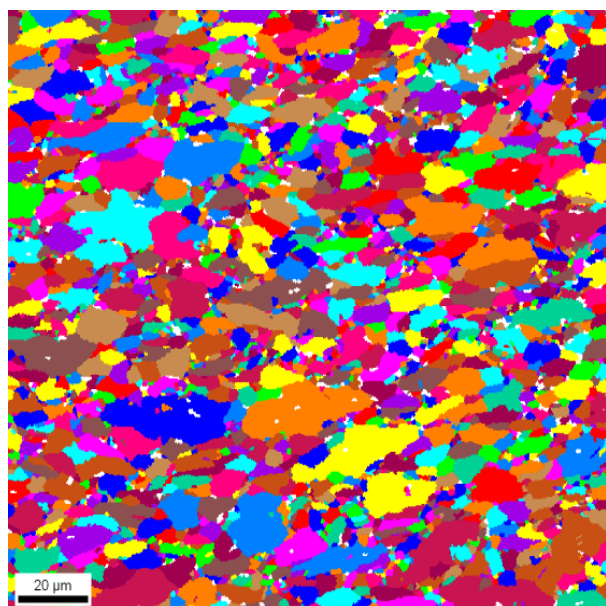


Cœur du fil

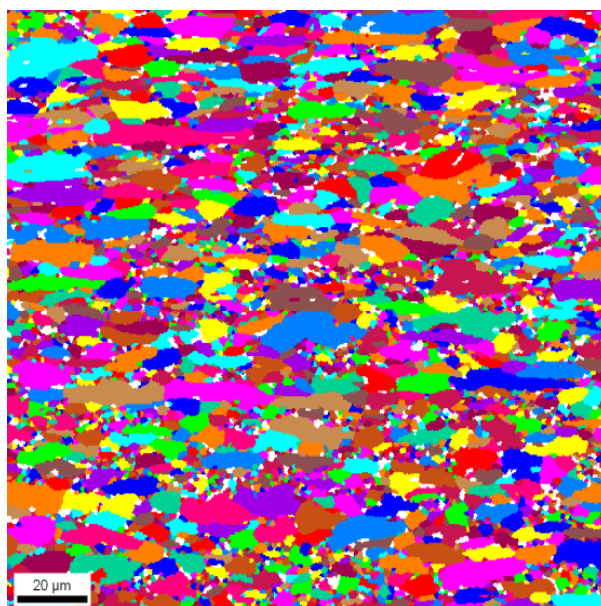


Essai 3 : réduction 29%, T= 650°C  
Diamètre fini 4.62 mm

Périphérie de fil

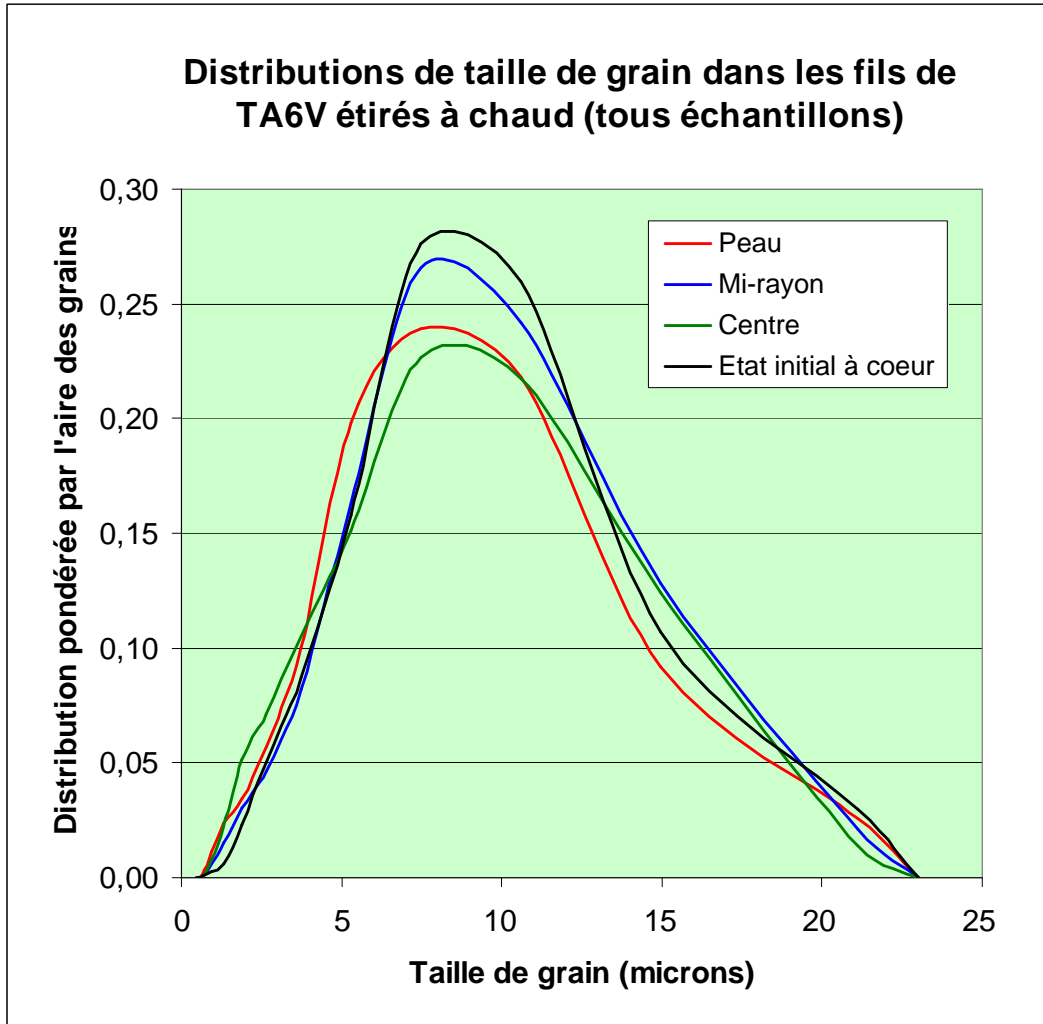


Cœur du fil



Essai 4 : réduction 40%, 700°C  
Diamètre fini 4.27 mm

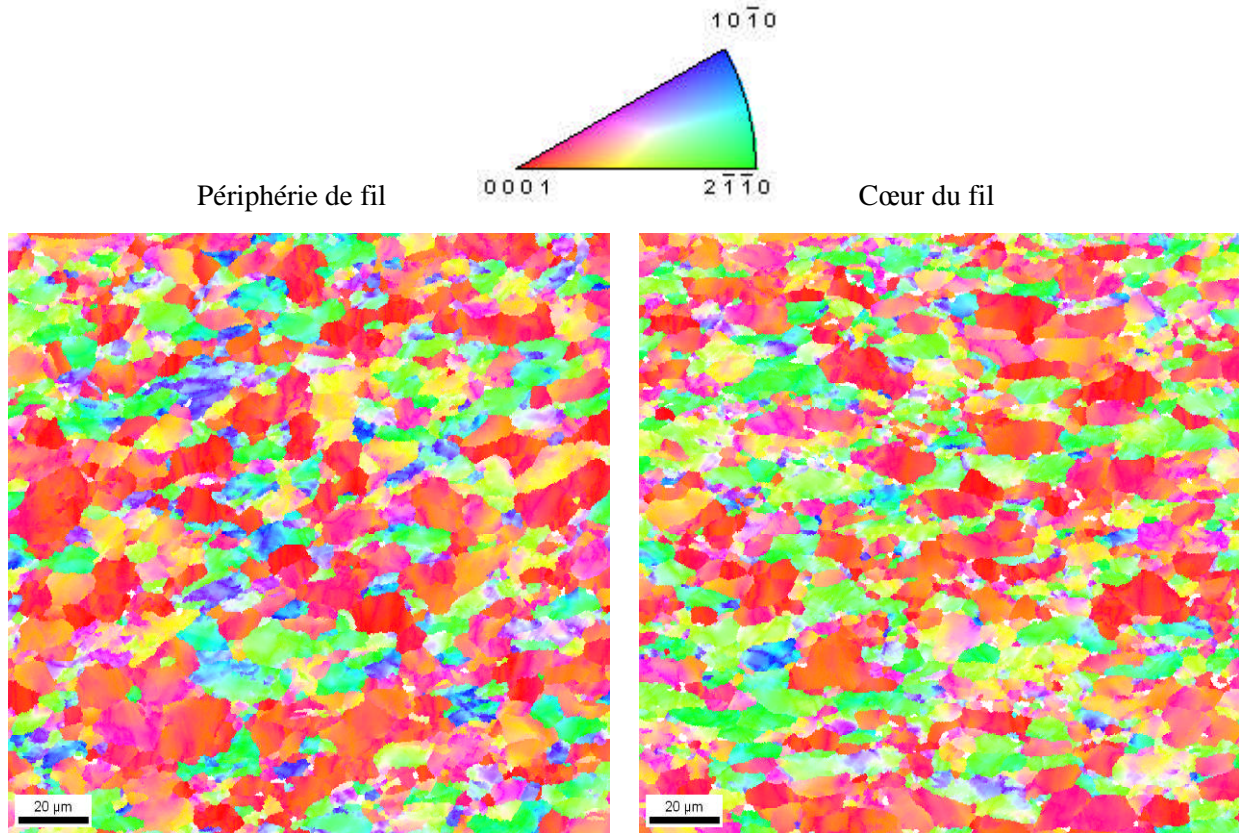
**Annexe 4e : Fil TA6V étiré à chaud à deux diamètres finis  
Examens MEB-EBSD : Cotation des grains**



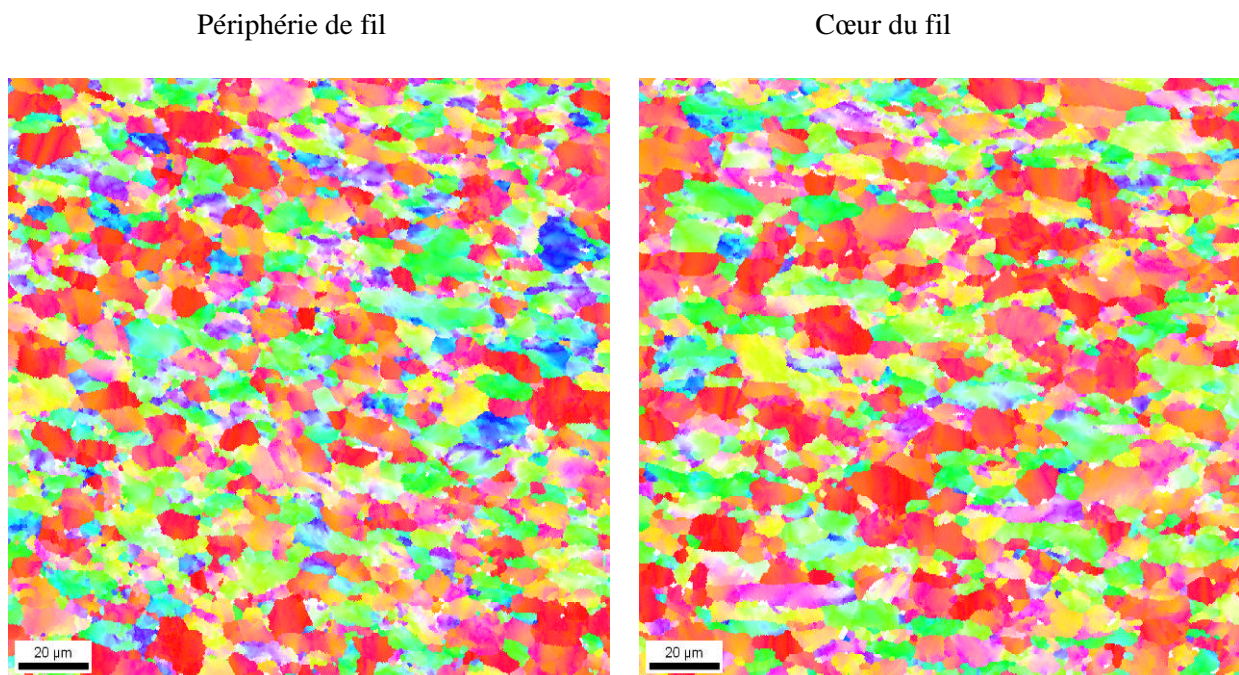
<b>Trial 1 : Taille moyenne des grains (microns)</b>				<b>Trial 2 : Taille moyenne des grains (microns)</b>			
Aire	Peau	Mi-rayon	Cœur	Aire	Peau	Mi-rayon	Cœur
	8,523	8,1790	8,2660		7,109	8,5285	8,4965
<b>Trial 3 : Taille moyenne des grains (microns)</b>				<b>Trial 4 : Taille moyenne des grains (microns)</b>			
Aire	Peau	Mi-rayon	Cœur	Aire	Peau	Mi-rayon	Cœur
	7,6605	8,3300	8,0215		7,4475	8,0165	6,0565

**ANNEXE 5 : EXAMENS DE TEXTURE DES FILS ETIRES A CHAUD**

**Annexe 5a : Examens MEB-EBSD du fil TA6V étiré à chaud à deux diamètres finis**  
**Cartographies d'orientation de la phase alpha selon la direction radiale des échantillons**  
 (Grandissement x500 et code couleur selon le référentiel de directions cristallographiques ci-dessous)

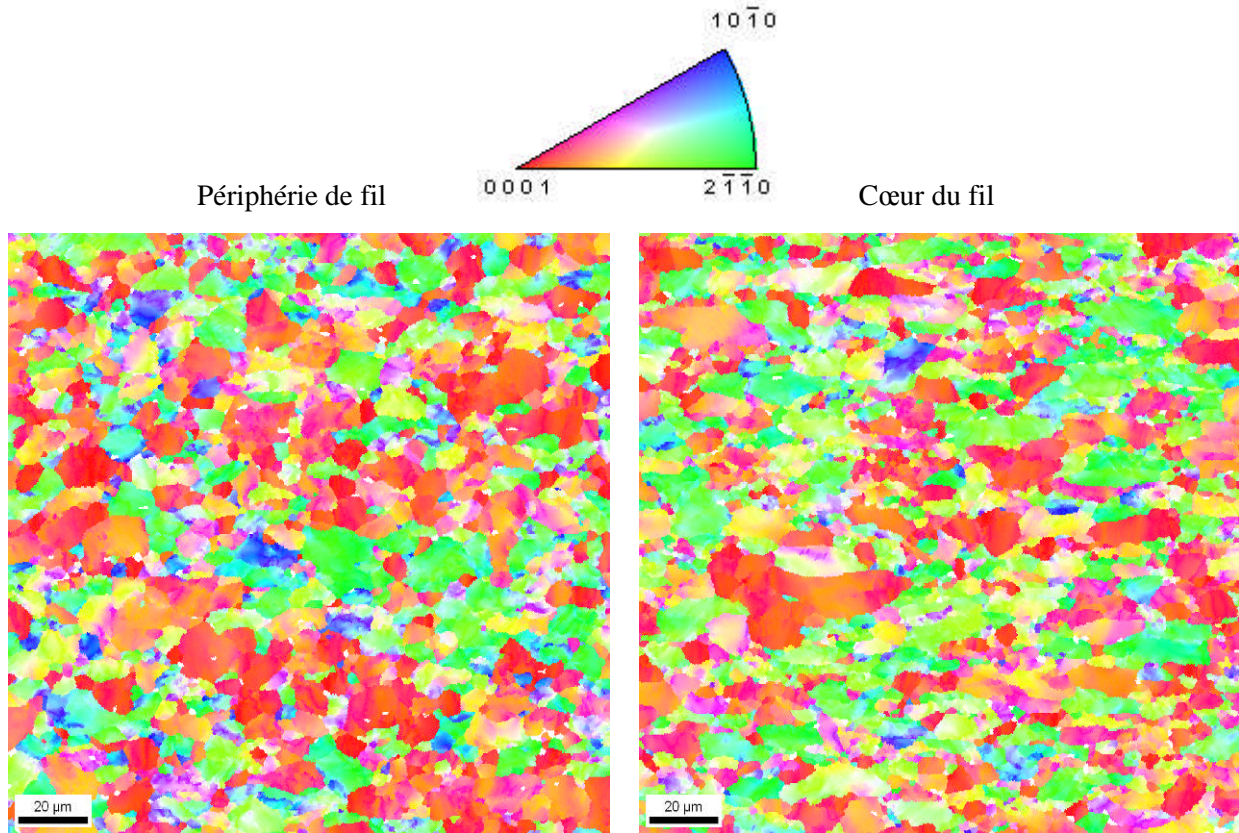


Essai 1 : réduction 29%, T= 700°C  
 Diamètre fini 4.62 mm

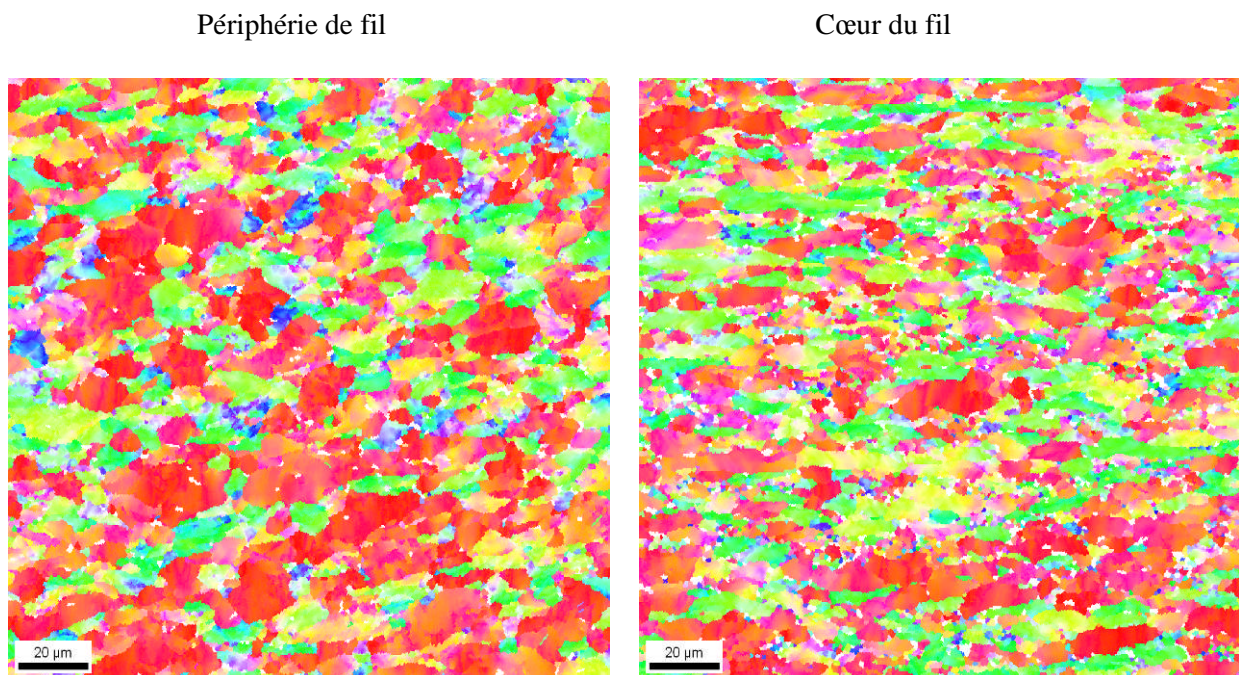


Essai 2 : réduction 29%, T= 675°C  
 Diamètre fini 4.62 mm

**Annexe 5a (suite) : Examens MEB-EBSD du fil TA6V étiré à chaud à deux diamètres finis**  
**Cartographies d'orientation de la phase alpha selon la direction radiale des échantillons**  
 (Grandissement x500 et code couleur selon le référentiel de directions cristallographiques ci-dessous)

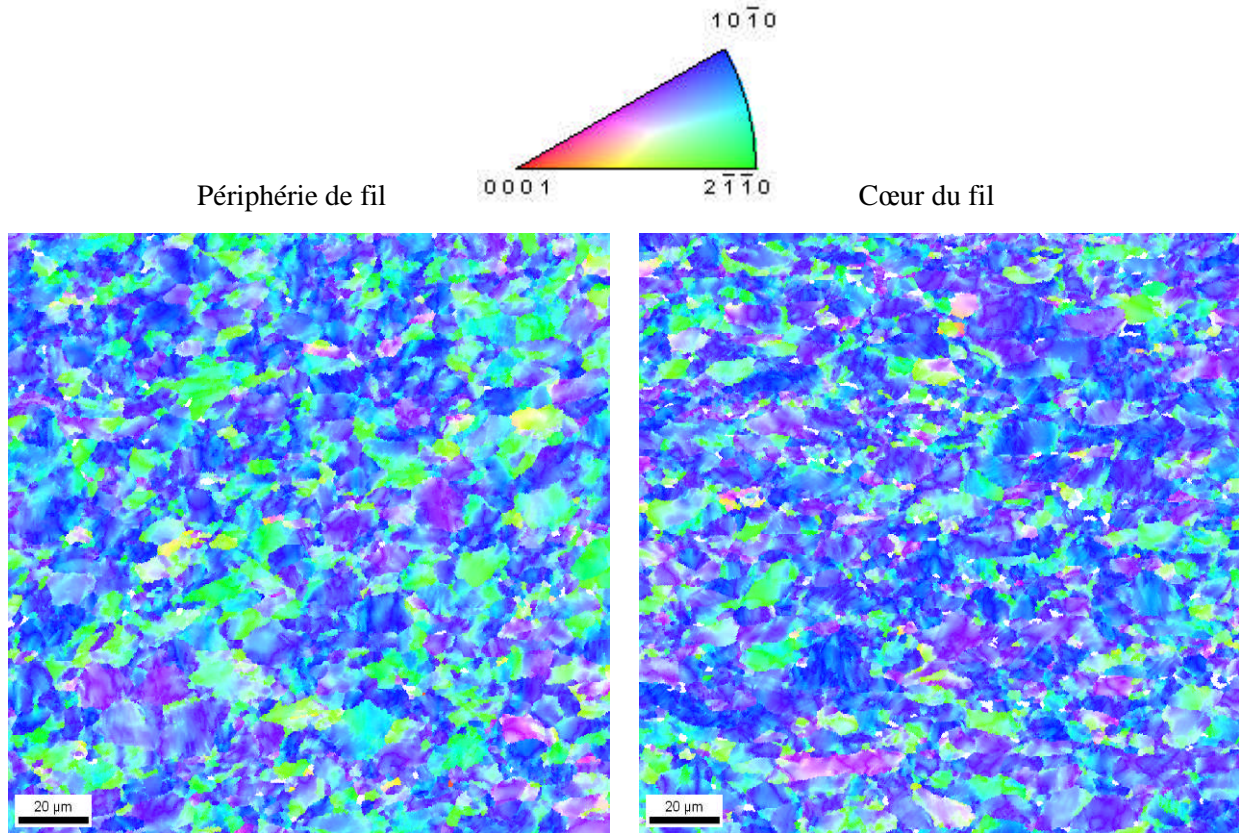


Essai 3 : réduction 29%, T= 650°C  
 Diamètre fini 4.62 mm

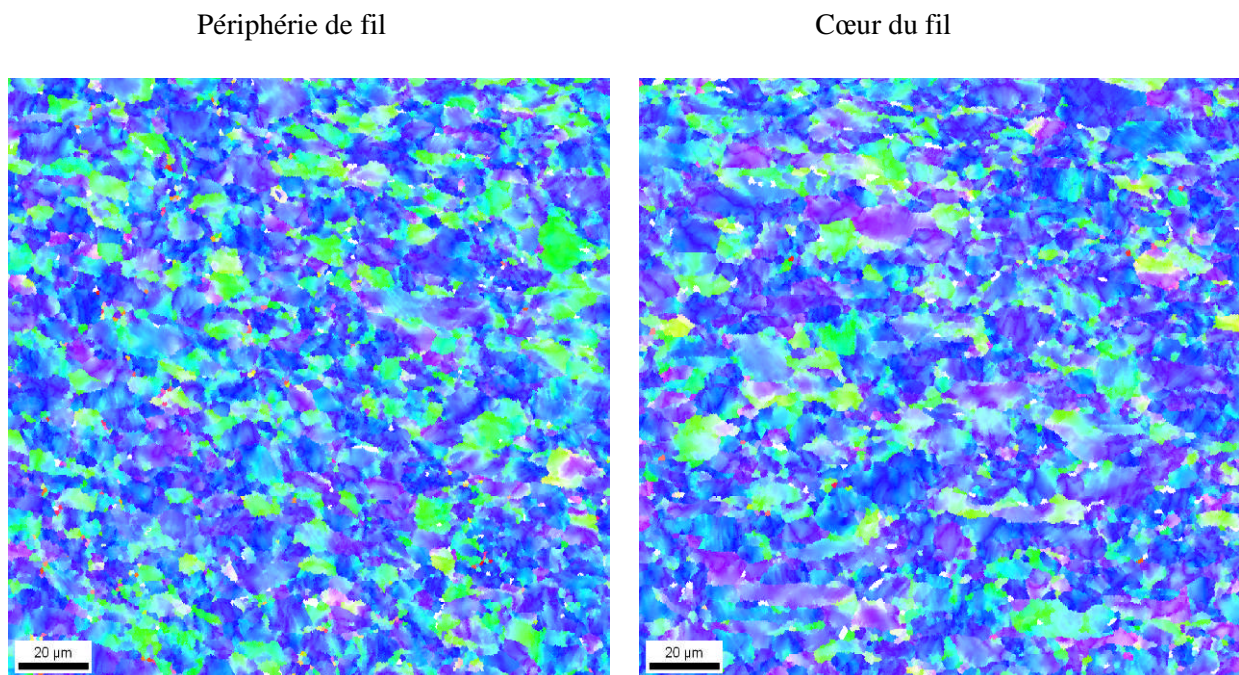


Essai 4 : réduction 40%, 700°C  
 Diamètre fini 4.27 mm

**Annexe 5b : Examens MEB-EBSD du fil TA6V étiré à chaud à deux diamètres finis**  
**Cartographies d'orientation de la phase alpha selon la *direction longitudinale* des échantillons**  
 (Grandissement x500 et code couleur selon le référentiel de directions cristallographiques ci-dessous)

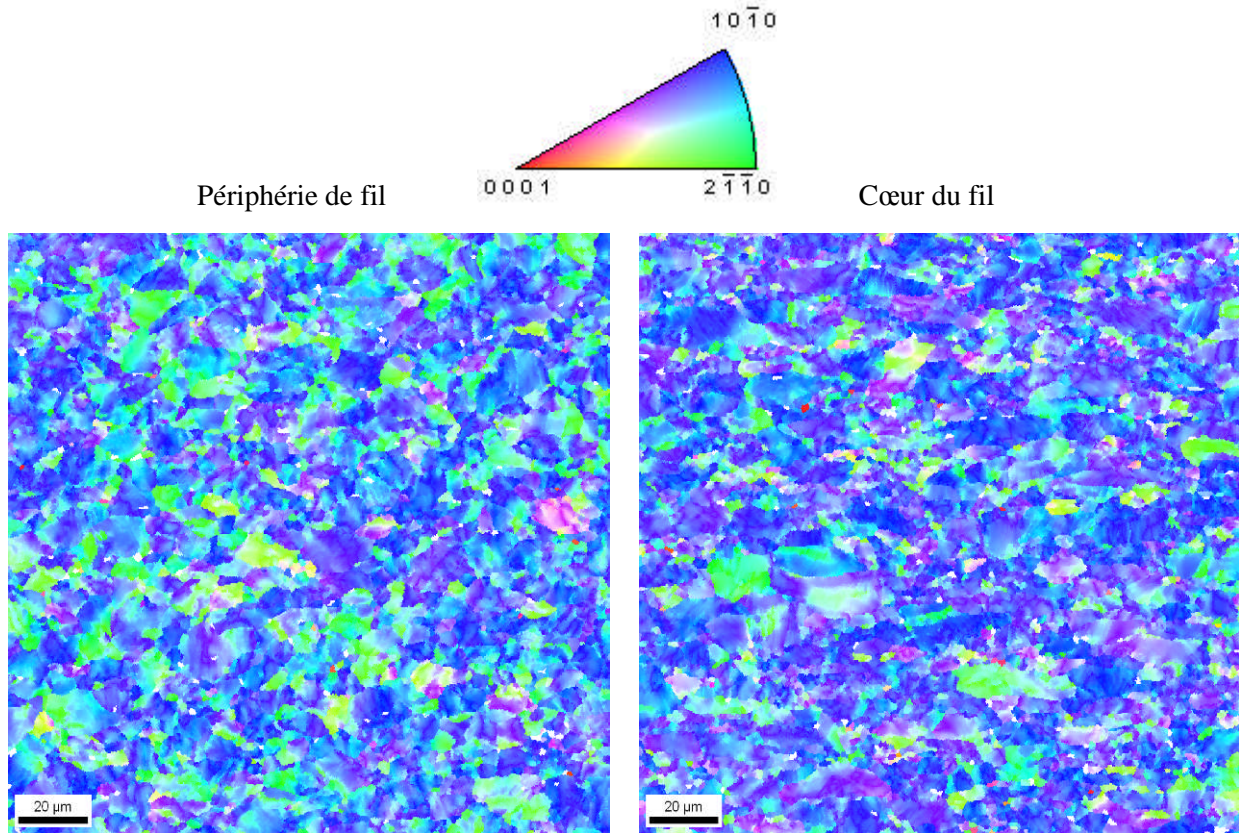


Essai 1 : réduction 29%, T= 700°C  
 Diamètre fini 4.62 mm

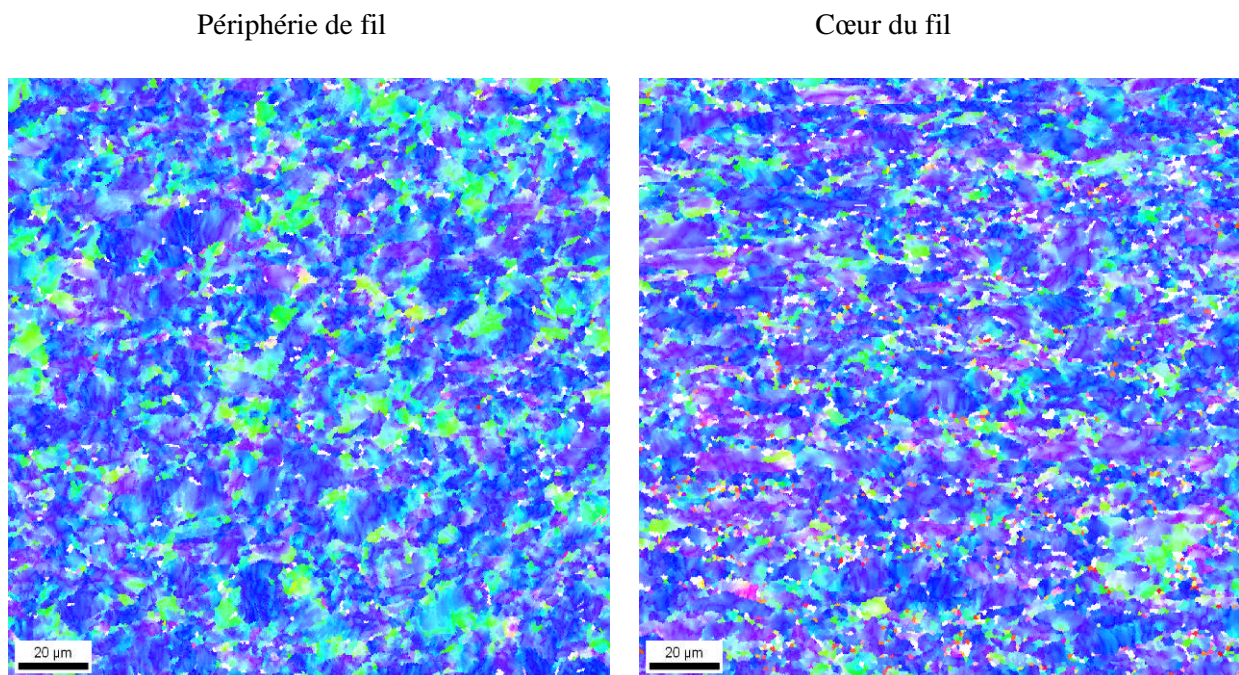


Essai 2 : réduction 29%, T= 675°C  
 Diamètre fini 4.62 mm

**Annexe 5b (suite) : Examens MEB-EBSD du fil TA6V étiré à chaud à deux diamètres finis**  
**Cartographies d'orientation de la phase alpha selon la *direction longitudinale* des échantillons**  
 (Grandissement x500 et code couleur selon le référentiel de directions cristallographiques ci-dessous)



Essai 3 : réduction 29%, T= 650°C  
 Diamètre fini 4.62 mm

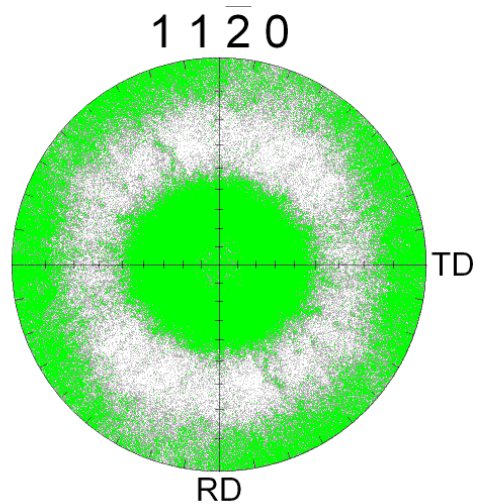
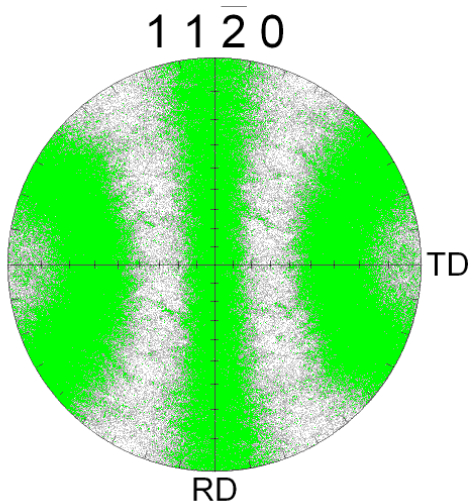
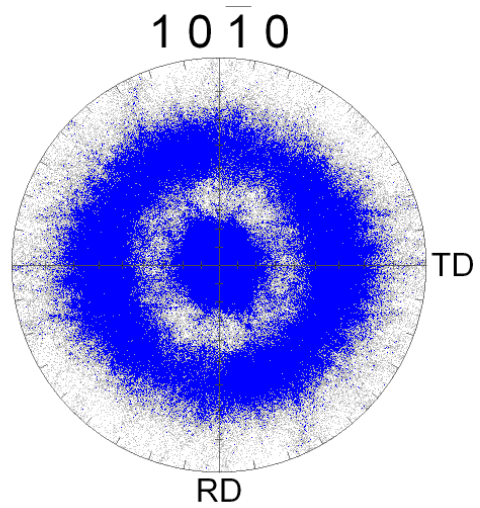
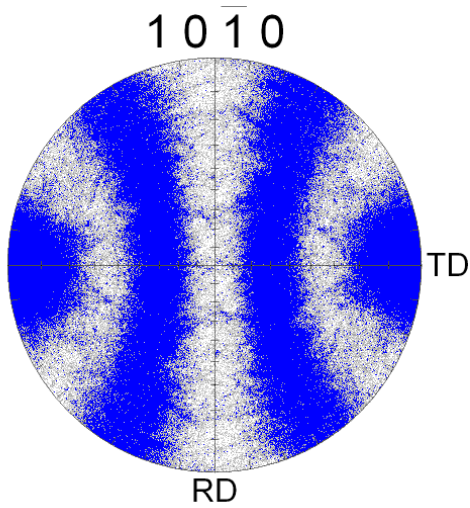
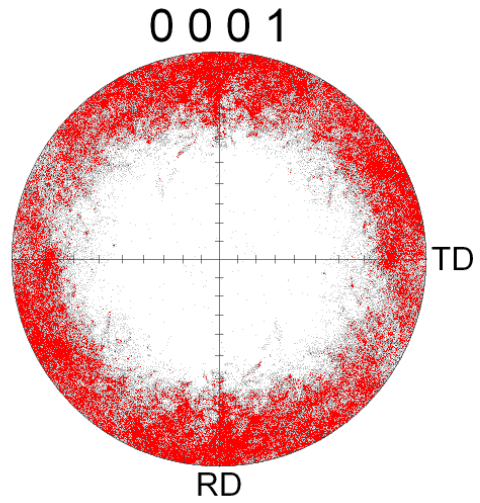
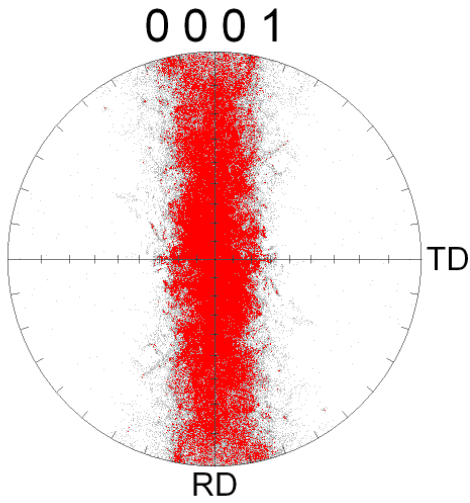


Essai 4 : réduction 40%, 700°C  
 Diamètre fini 4.27 mm

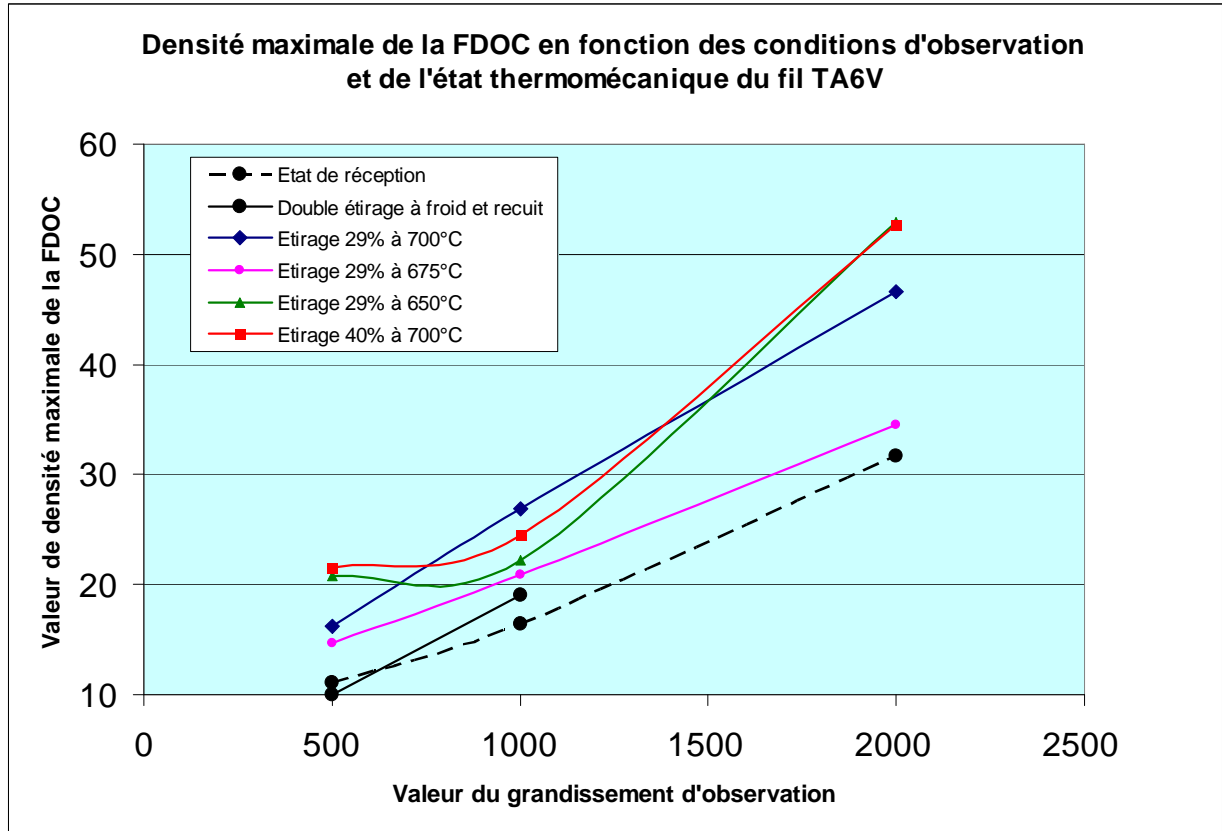
**Annexe 5c : Examens MEB-EBSD du fil TA6V étiré à chaud à deux diamètres finis**  
**Figures de pôles de la phase alpha en directions radiale et longitudinale**  
**(Représentatif de tous les échantillons)**

Direction radiale  
 (TD//sens long, RD//circonférence)

Direction longitudinale  
 (TD//circonférence, RD//rayon)



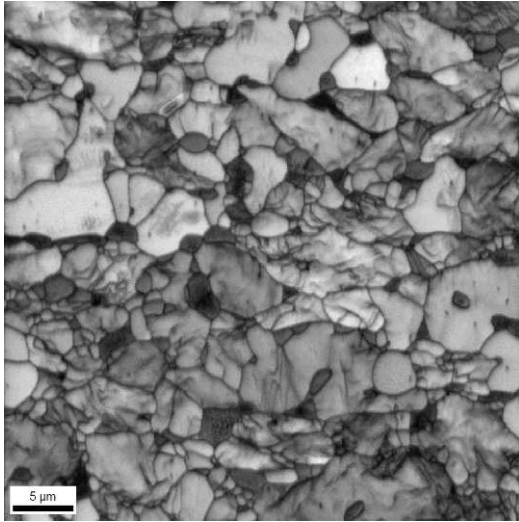
**Annexe 5d : Examens MEB-EBSD du fil TA6V étiré à chaud à deux diamètres finis**  
**Fonction de distribution des orientations cristallographiques**  
(Observations selon la direction longitudinale)



**ANNEXE 6 : EXAMENS D'UN FIL ETIRE A CHAUD (ESSAI 1) ET RECUIT EN  
FOUR DE LABORATOIRE A 790°C**

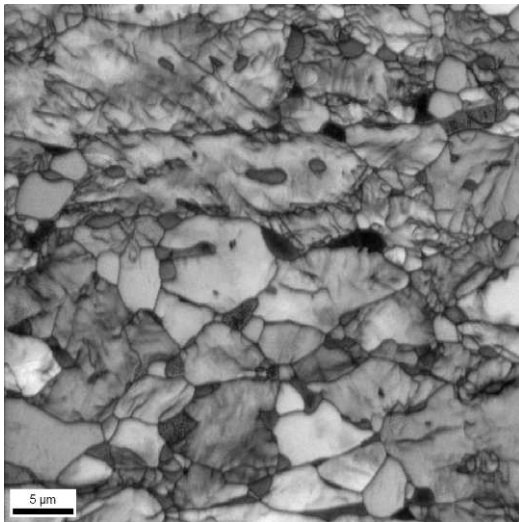
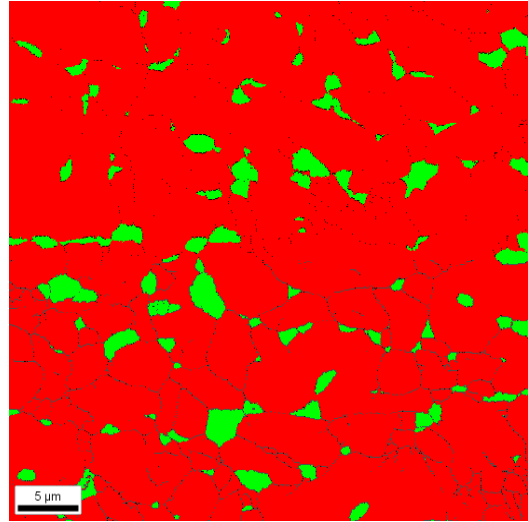
**Annexe 6a : Examens MEB-EBSD du fil étiré de 29% à 700°C puis recuit à 790°C**  
(Grandissement x2000)

Indice de qualité de diffraction

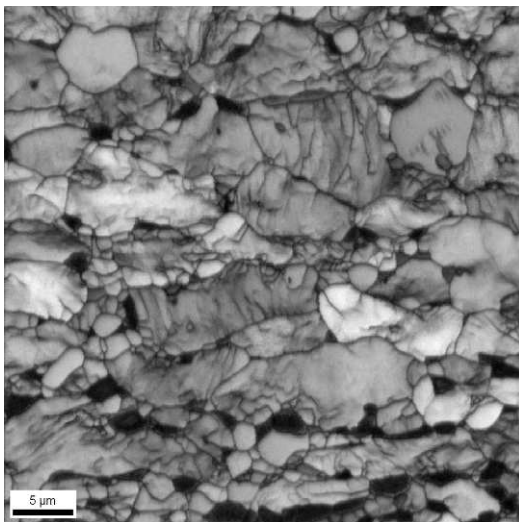
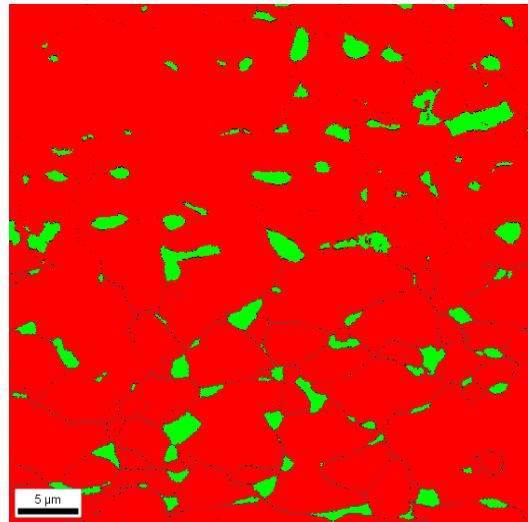


Peau  
7,7% beta

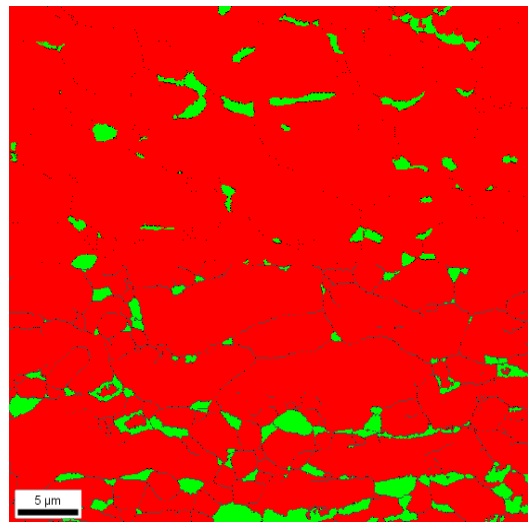
Cartographies de phases



Mi-rayon  
6,8% beta

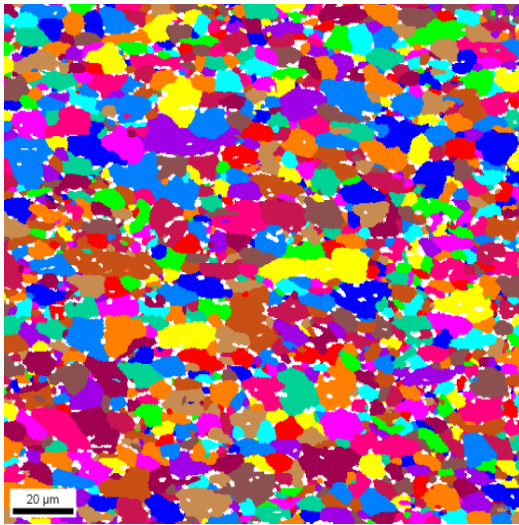


Centre  
6,6% beta

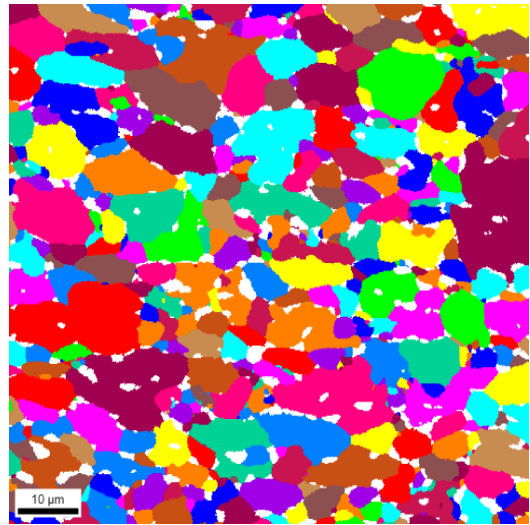


**Annexe 6b : Examens MEB-EBSD du fil étiré de 29% à 700°C étiré puis recuit à 790°C**

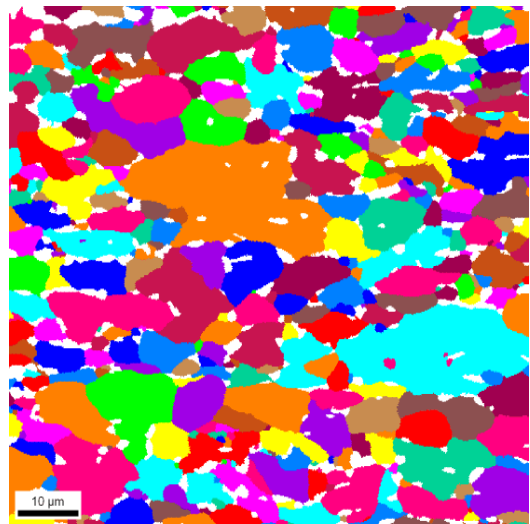
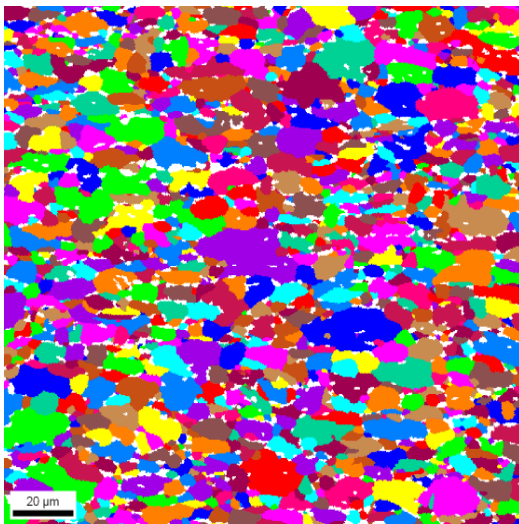
Structure granulaire (x500)



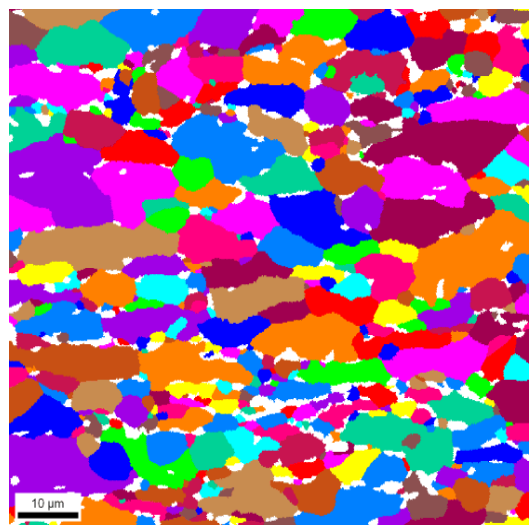
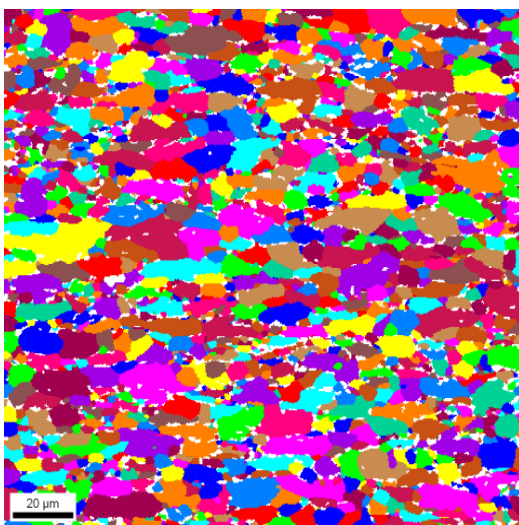
Structure granulaire (x1000)



Peau

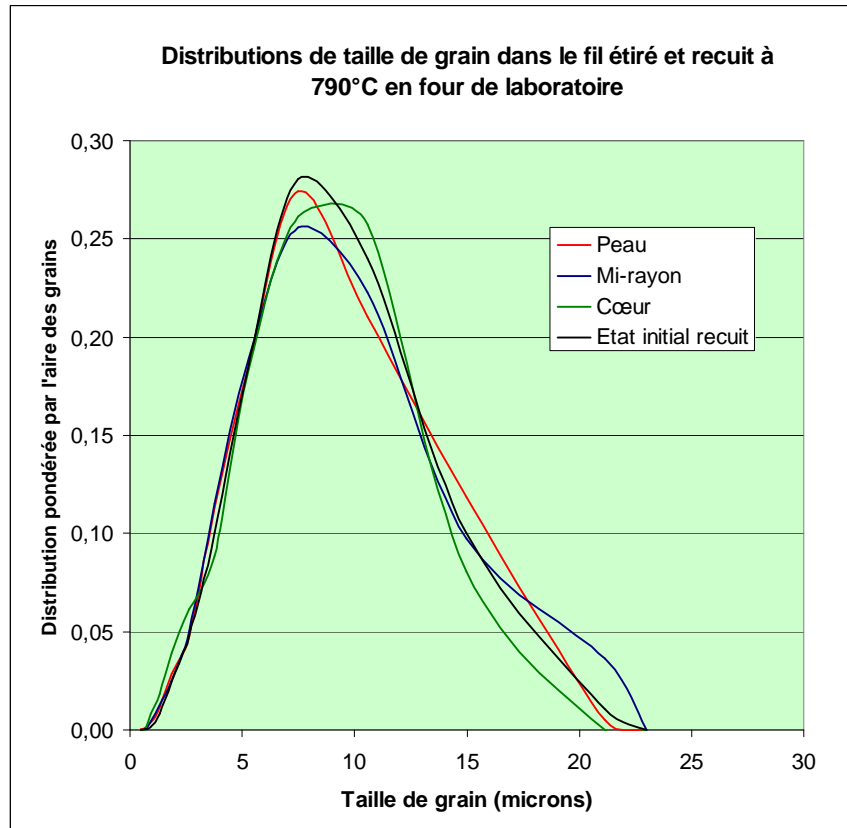


Mi-rayon

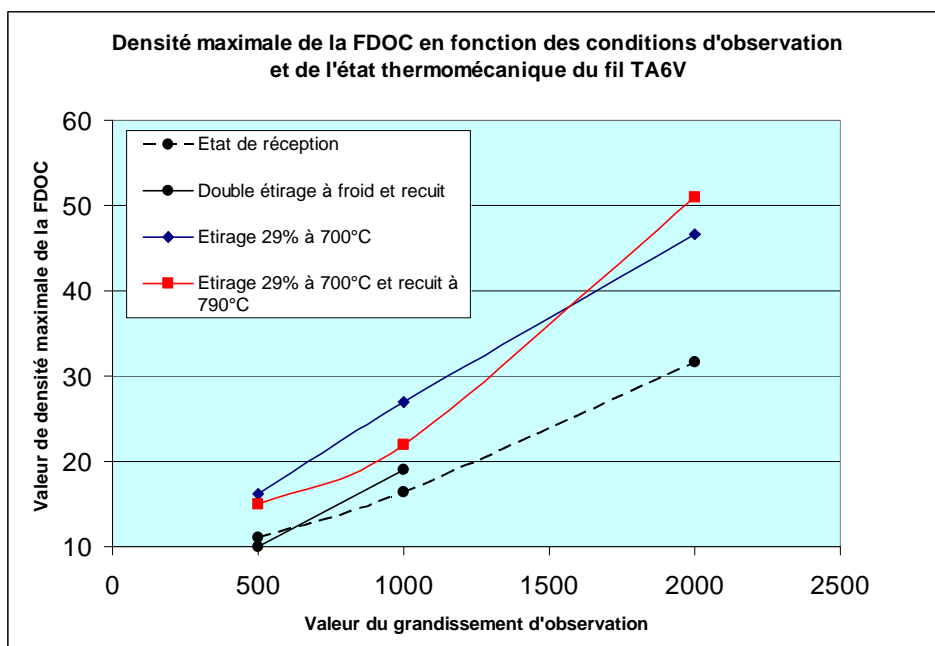


Centre

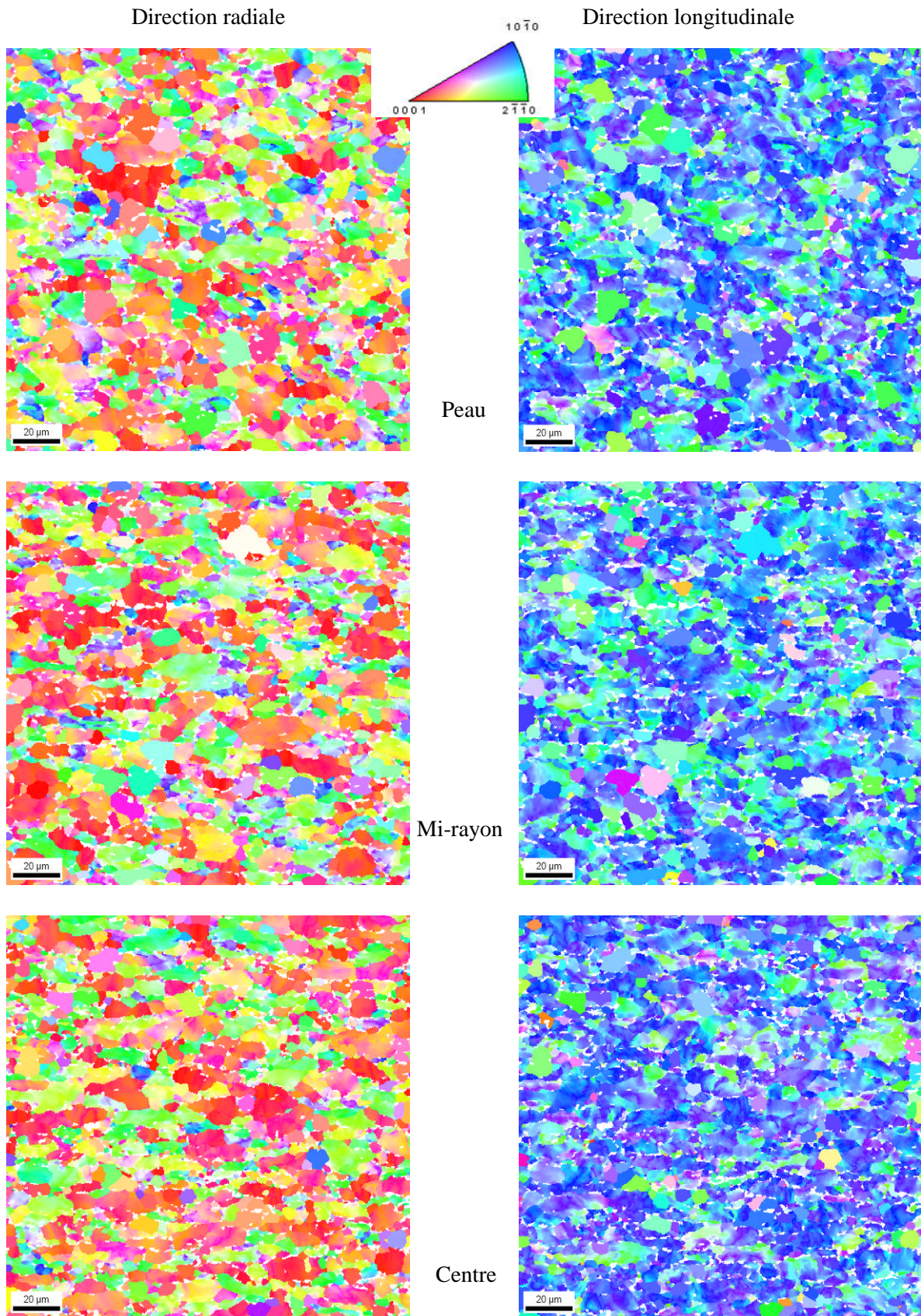
**Annexe 6c : Examens MEB-EBSD du fil étiré de 29% à 700°C puis recuit à 790°C**  
**Cotations du grain et de l'intensité de la fonction de distribution des orientations cristallographiques**



<b>Taille moyenne des grains (microns)</b>			
	Peau	Mi-rayon	Cœur
Population	3,532	3,6000	3,2125
Aire	7,7175	8,1465	7,4065



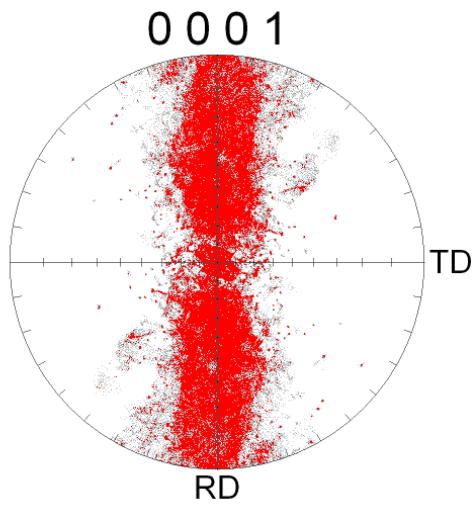
**Annexe 6d : Examens MEB-EBSD du fil étiré de 29% à 700°C puis recuit à 790°C  
Cartographies d'orientation de la phase alpha (Grandissement x500)**



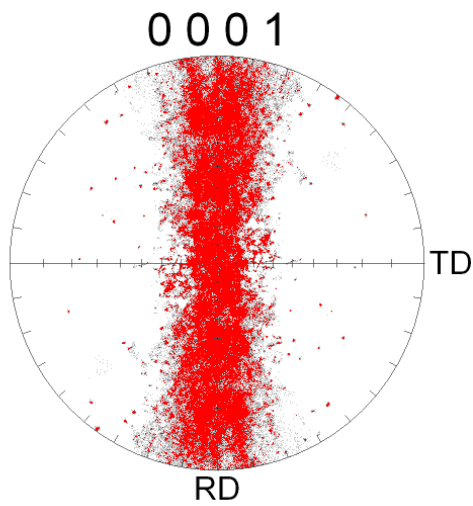
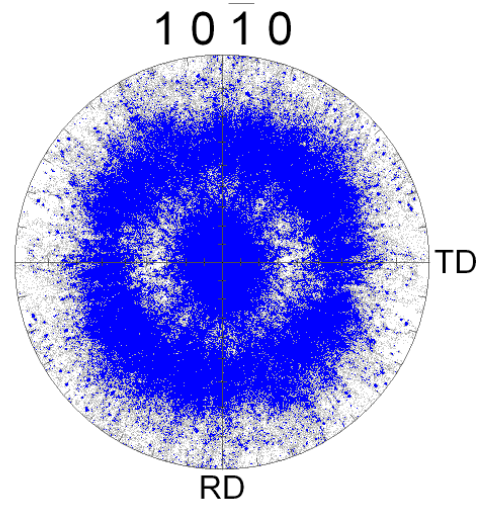
**Annexe 6e : Examens MEB-EBSD du fil étiré de 29% à 700°C puis recuit à 790°C**  
**Figures de pôles de la phase alpha en directions radiale et longitudinale**

Direction radiale  
(TD//sens long, RD//circonférence)

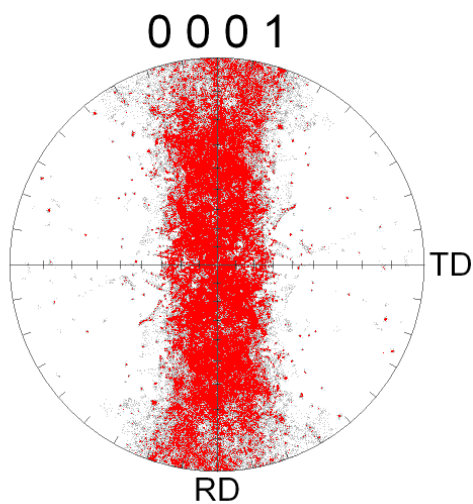
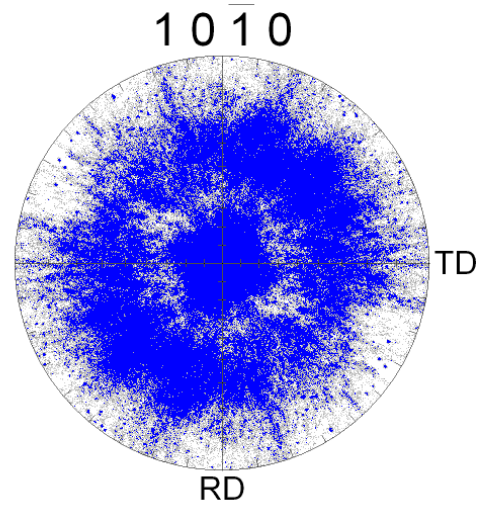
Direction longitudinale  
(TD//circonférence, RD//rayon)



Peau



Mi-rayon



Centre

