



ERAMET
RESEARCH

38.10.045-JM

Trappes, le 6 décembre 2010

**CARACTERISATION MEB-EBSD DE BARRES DIAMETRE 22 MM D'ALLIAGE TA6V
ETIREES A FROID CHEZ BROWN EUROPE**

ETUDE N° 23300 / 2566

DISTRIBUTION :

AUBERT & DUVAL

P. DELABORDE

C. DUMONT

P. HERITIER

Y. LE COLLEN

O. LURDOS

BROWN EUROPE

M. GUY

G. ROUSSILHE

ERAMET RESEARCH

B. ANTOLOVICH

E. BAILLET

J-P. CESCUTTI

C. GOUNY

Documentation

KEYWORDS : BRANCHE ALLIAGE ° BROWN EUROPE ° AUBERT&DUVAL °
EXAMEN MEB-EBSD ° ALLIAGE TA6V ° BARRE ° ETIRAGE A FROID °

RÉSUMÉ-CONCLUSIONS :

CONTEXTE / INTRODUCTION

Le centre ERAMET RESEARCH (ER) est impliqué dans l'avant projet en cours de la faisabilité industrielle par la Branche Alliage de divers produits en alliages de titane. En particulier, ER pilote/accompagne les essais de faisabilité de l'étirage à l'ambiante ou à mi-chaud de fils et barres chez Brown Europe (BE) et Peter Stubs (PS), ainsi que la définition des traitements thermiques intermédiaires dans les gammes de production de ces produits. Trois barres de diamètre 22 mm provenant de TIMET sont dédiées à des essais d'étirage à température ambiante chez BE.

Une campagne d'essais d'étirage à froid de trois barres diamètre 22 mm d'alliage TA6V a eu lieu chez BROWN EUROPE le 22 juin 2010. Cette campagne fait suite à des essais d'étirage de fils de petit diamètre. Elle avait essentiellement les objectifs techniques suivants :

- Tester des états de surface aptes à favoriser l'adhérence du film lubrifiant
- Valider l'applicabilité à des diamètres élevés (> 20 mm) des taux de réduction testés sur le fil diamètre 7 mm.

CONCLUSIONS

L'étirage à froid de barres à des taux de 25% est une opération envisageable sous les aspects mécanique et métallurgique car l'alliage TA6V offre suffisamment de ductilité. On peut espérer atteindre 30 ou 35% de taux de réduction, en une ou deux passes consécutives, moyennant des conditions optimales (structure initiale adoucie, lubrification optimisée, ...).

La structure granulaire est peu affectée par l'étirage : on constate un simple allongement des grains. Un point d'intérêt serait d'étudier sa réponse à des cycles de recuit.

Un taux de réduction élevé, atteint par exemple par enchaînement de deux passes successives d'étirage, semble promouvoir l'atténuation de la texture observée initialement dans le plan transverse de la barre. Les orientations <0001> et <11-20> prennent des directions aléatoires dans ce plan. C'est un effet positif qui a déjà été observé consécutivement à l'étirage à « mi-chaud » de fils d'alliage TA6V lors des tests de faisabilité sur les installations de PETER STUBS ERASTEEL (rapport 38.10.031-JM, paragraphe 4.4). Ce point est important car, même si la composante de texture longitudinal/transverse (0001) <10-10> reste très présente, une meilleure anisotropie des propriétés du produit peut être espérée dans le plan de section.

Là encore, il reste à apprécier l'effet d'enchaînements de cycles d'étirage et de recuits sur la texture.

TABLE DES MATIERES

| | |
|---|-----------|
| 1. CONTEXTE | 4 |
| 2. INTRODUCTION | 4 |
| 3. DESCRIPTION DES PRODUITS A L'ETAT DE RECEPTION | 4 |
| 4. DESCRIPTION DES ESSAIS D'ETIRAGE A FROID | 5 |
| 5. EXAMENS DE STRUCTURE DES PRODUITS ETIRES | 5 |
| 5.1. Positionnement des échantillons | 5 |
| 5.2. Examen de la barre étirée de 25% | 6 |
| 5.3. Examen de la barre étirée de 2 fois 15% | 6 |
| 6. DISCUSSION/CONCLUSIONS | 6 |
| 7. ANNEXES | 7 |
| <i>ANNEXE 1 : Examen de la barre d'origine Ø22 mm</i> | 8 |
| <i>ANNEXE 2 : Examen de la barre étirée de 25% à froid</i> | 15 |
| <i>ANNEXE 3 : Examen de la barre étirée de 2 fois 15% à froid</i> | 23 |

1. CONTEXTE

Le centre ERAMET RESEARCH (ER) est impliqué dans l'avant projet en cours de la faisabilité industrielle par la Branche Alliage de divers produits en alliages de titane. En particulier, ER pilote/accompagne les essais de faisabilité de l'étirage à l'ambiante ou à mi-chaud de fils et barres chez Brown Europe (BE) et Peter Stubs (PS), ainsi que la définition des traitements thermiques intermédiaires dans les gammes de production de ces produits. Trois barres de diamètre 22 mm provenant de TIMET sont dédiées à des essais d'étirage à température ambiante chez BE.

2. INTRODUCTION

Une campagne d'essais d'étirage à froid de trois barres diamètre 22 mm d'alliage TA6V a eu lieu chez BROWN EUROPE le 22 juin 2010. Cette campagne fait suite à des essais d'étirage de fils de petit diamètre. Elle avait essentiellement les objectifs techniques suivants :

- Tester des états de surface aptes à favoriser l'adhérence du film lubrifiant
- Valider l'applicabilité à des diamètres élevés (> 20 mm) des taux de réduction testés sur le fil diamètre 7 mm.

3. DESCRIPTION DES PRODUITS A L'ETAT DE RECEPTION

Trois barres en alliage TIMETAL 6-4 « Titanium barre SQ », de diamètre 22 mm et de longueur environ 3 mètres, ont été commandées à TIMET Savoie. Selon le bon de livraison, le produit répond aux spécifications suivantes, en vigueur dans le domaine de la boulonnerie pour applications aéronautiques :

AMS 4928R, ASNA 3307J, AIR 9183 ISS 1, AMS 6931A, WL 3.7164.1, ASTM B348-08a GRADE 5, ISO 5832-3, BS 7252 PT 3, prEN 3311 P2, 2TA 11 et 2TA 12, DGQT 2.1.0.6 ISS0 et MTL-3104 ISS1.

Les principales caractéristiques chimiques et mécaniques des barres sont présentées dans le rapport 38.10.018 « Quantification des textures de l'alliage TA6V : application à une barre laminée à chaud de provenance TIMET ».

En sens travers, la structure répond aux critères A1 et 2T1 respectivement de l'ETTC 2 et de l'EN 3114-002, et la macrostructure au critère LVL 10 de l'ETTC 3. En sens longitudinal, la structure répond aux critères AA2/AA4 et 2L1/2L2 de ces mêmes standards de cotation. La taille de grain est annoncée ASTM 12.0.

Toutefois, les structures granulaires, qui paraissent extrêmement fines en microscopie classique, sont en réalité constituées d'une distribution bimodale en taille de grains lorsque que les observations sont réalisées à l'aide d'un MEB équipé du système EBSD. Une reconstitution de la structure granulaire, en considérant qu'un joint de grain est caractérisé par une désorientation angulaire d'au moins 5°, est présentée en Annexe 1a. Moyennant ce critère, la structure comporte une génération de très petits grains, de taille centrée sur 1 à 2 microns, dispersés autour de gros grains résiduels, dont le diamètre équivalent peut atteindre 30 microns. Les quelques gros grains résiduels peuvent représenter de l'ordre de 50% de la surface observée.

Les distributions de taille de grains sont présentées en Annexe 1b.

L'Annexe 1c illustre la répartition de la phase secondaire beta dans la matrice alpha. On retrouve quelques alignements de phase beta en périphérie de la barre. Le taux de phase beta est relativement constant dans toute la section de la barre. Il est de 6% en moyenne.

La présence de pôles marqués et de traces ou bandes de pôles indique l'existence d'une texture. On retrouve la composante de texture cristallographique (0001) <10-10> :

. La direction $\langle 10-10 \rangle$ est très fortement alignée sur l'axe de la barre comme l'indiquent les cartographies d'orientation de l'Annexe 1d et les figures de pôles (10-10) de l'Annexe 1e.

. La direction $\langle 0001 \rangle$ de l'hexagone est préférentiellement située dans un plan transverse, de même que la direction $\langle 11-20 \rangle$. Des orientations préférentielles de ces deux directions cristallographiques sont trouvées à environ 45° des directions radiale et circonférentielle comme le montrent les figures de pôles (0001) des Annexes 1e et 1f.

L'amplitude maximale de la texture est calculée par la fonction FDOC et est décrite par un nombre sans dimension qui prend la valeur maximale de 20 dans le cas de la barre à l'état de réception, excepté à mi-rayon où des macro-hétérogénéités structurales perturbent les ordonnancements cristallographiques.

4. DESCRIPTION DES ESSAIS D'ETIRAGE A FROID

Les essais ont été conduits dans les conditions suivantes :

- Préparation mécanique de surface à la bande abrasive P36 en vue d'accroître la rugosité, puis dépôt chimique d'une base d'accrochage.
- Traitement de surface en vue de favoriser l'accrochage des lubrifiants pendant les opérations d'étirage : ce traitement consiste en un dépôt cristallisé de BORAX qui accroît la rugosité superficielle du fil. La désignation commerciale du produit est VICAFIL TS 4408, de marque CONDAT.
- Une soie pour étirage est réalisée par laminage alternatif.
- La lubrification est assurée par un savon à sec d'appellation commerciale VICAFIL X6 F de CONDAT. Ce savon contient de l'hydroxyde de calcium et est d'utilisation courante chez Brown Europe.
- Etirage en deux fois de 15+15% d'une première barre et étirage de 25% en une fois d'une deuxième, à la vitesse maximale du banc d'étirage.

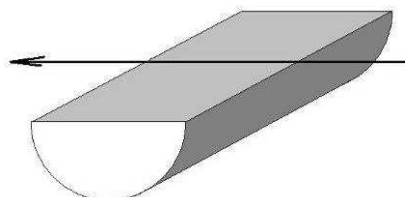
Les taux de réduction de 15% sont appliqués à l'aide de filières de diamètre successivement 20,4 et 18,74 mm. L'étirage de 25% de réduction en une passe est conduit à l'aide d'une filière de diamètre 18,97 mm.

5. EXAMENS DE STRUCTURE DES PRODUITS ETIRES

5.1. POSITIONNEMENT DES ECHANTILLONS

Le plan de coupe des échantillons est un plan longitudinal comme représenté sur la Figure 1. L'échantillon est incliné à 70° sous le faisceau du MEB-FEG en condition de diffraction électronique (EBSD). L'axe de tilt à 70° est placé dans une direction transverse à l'axe de barre.

Figure 1 : Plan de coupe des échantillons et axe de tilt en position de diffraction EBSD.



5.2. EXAMEN DE LA BARRE ETIREE DE 25%

L'opération d'étirage apporte logiquement un allongement à la structure granulaire et abaisse l'indice de qualité de diffraction comme illustré en Annexe 2a. Les distributions de taille des grains ne sont pas affectées (cf. Annexe 2b). Le taux de phase beta est réduit à une valeur moyenne de 2% (cf. Annexe 2c), ce qui peut s'expliquer de deux façons :

- Par transformation allotropique de phase
- Par un artefact expérimental : l'écrouissage de la phase beta a pu fortement réduire sa qualité de diffraction et aboutir à une perte d'information.

L'opération d'étirage a accusé l'alignement de l'orientation $\langle 10-10 \rangle$ sur l'axe longitudinal de la barre (voir figures de pôles $(10-10)$ en Annexe 2e). L'orientation $\langle 0001 \rangle$, essentiellement située dans le plan de section, conserve des directions préférentielles dans ce plan, mais elles ne sont plus systématiquement situées à 45° de la direction radiale.

Les variations de l'indice de texture donné par la fonction FDOC ne peuvent pas être corrélées avec certitude aux évolutions structurales observées.

5.3. EXAMEN DE LA BARRE ETIREE DE 2 FOIS 15%

Les évolutions structurales en termes de structure granulaire et de taux de phase beta sont très similaires à celles du cas précédent (cf. Annexes 3a à 3c).

En revanche, l'analyse des textures montre une évolution significative de la distribution de l'orientation $\langle 0001 \rangle$ dans le plan de section. Les figures de pôles discrétisés en Annexes 3e et 3f témoignent de sa redistribution nettement aléatoire dans ce plan, ce qui est favorable en termes d'anisotropie.

Les valeurs de l'indice de texture donné par la fonction FDOC sont globalement abaissées (cf. Annexe 3g).

6. DISCUSSION/CONCLUSIONS

L'étirage à froid de barres à des taux de 25% est une opération envisageable sous les aspects mécanique et métallurgique car l'alliage TA6V offre suffisamment de ductilité. On peut espérer atteindre 30 ou 35% de taux de réduction, en une ou deux passes consécutives, moyennant des conditions optimales (structure initiale adoucie, lubrification optimisée, ...).

La structure granulaire est peu affectée par l'étirage : on constate un simple allongement des grains. Un point d'intérêt serait d'étudier sa réponse à des cycles de recuit.

Un taux de réduction élevé, atteint par exemple par enchaînement de deux passes successives d'étirage, semble promouvoir l'atténuation de la texture observée initialement dans le plan transverse de la barre. Les orientations $\langle 0001 \rangle$ et $\langle 11-20 \rangle$ prennent des directions aléatoires dans ce plan. C'est un effet positif qui a déjà été observé consécutivement à l'étirage à « mi-chaud » de fils d'alliage TA6V lors des tests de faisabilité sur les installations de PETER STUBS ERASTEEL (rapport 38.10.031-JM, paragraphe 4.4). Ce point est important car, même si la composante de texture longitudinal/transverse $(0001) \langle 10-10 \rangle$ reste très présente, une meilleure anisotropie des propriétés du produit peut être espérée dans le plan de section.

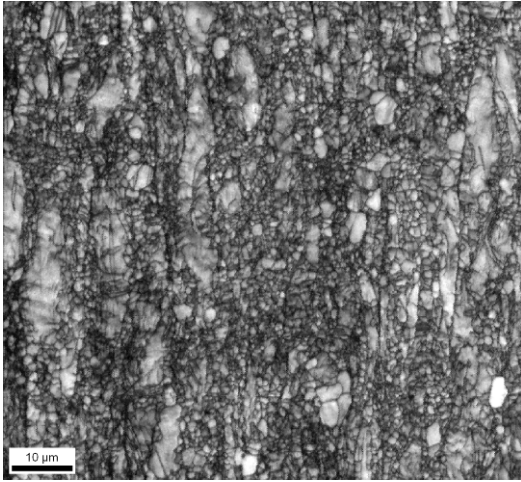
Là encore, il reste à apprécier l'effet d'enchainements de cycles d'étirage et de recuits sur la texture.

7. ANNEXES

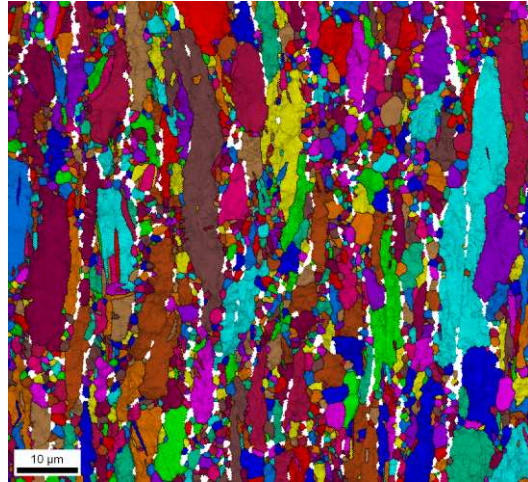
ANNEXE 1 : EXAMEN DE LA BARRE D'ORIGINE Ø22 MM

Annexe 1a : Examens MEB-EBSD de la barre diamètre 22 mm à l'état de réception
(Grandissement x1000)

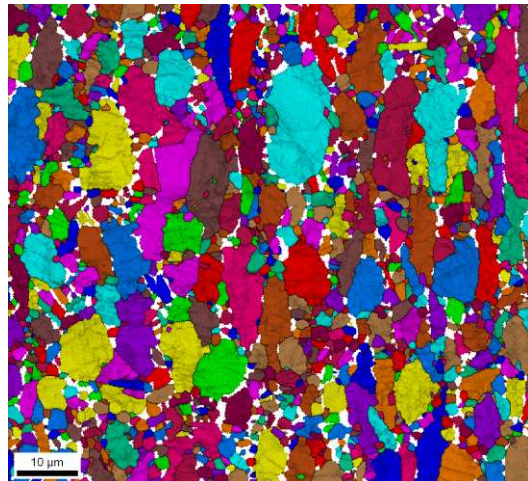
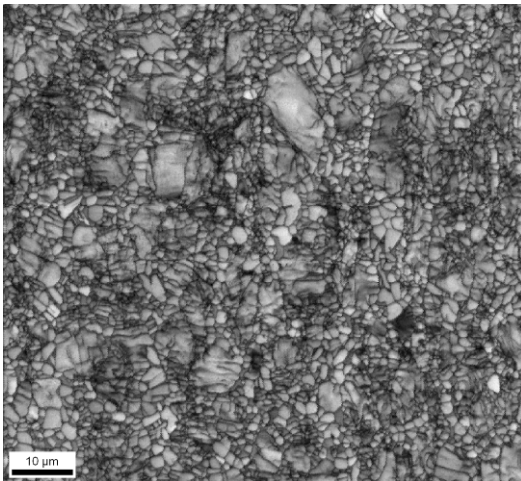
Indice de qualité de diffraction



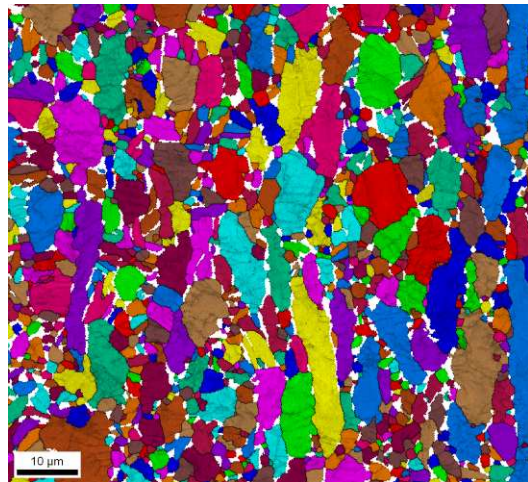
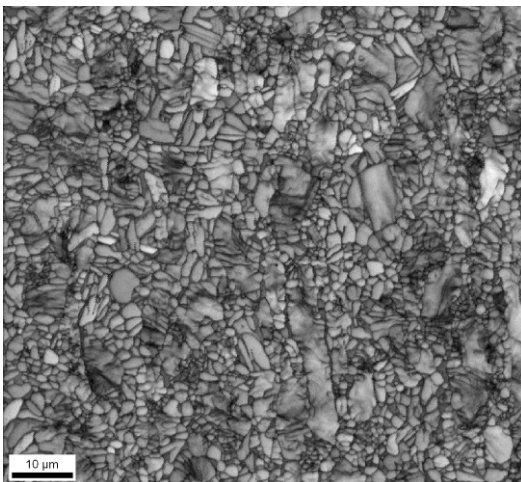
Structure granulaire



Périphérie

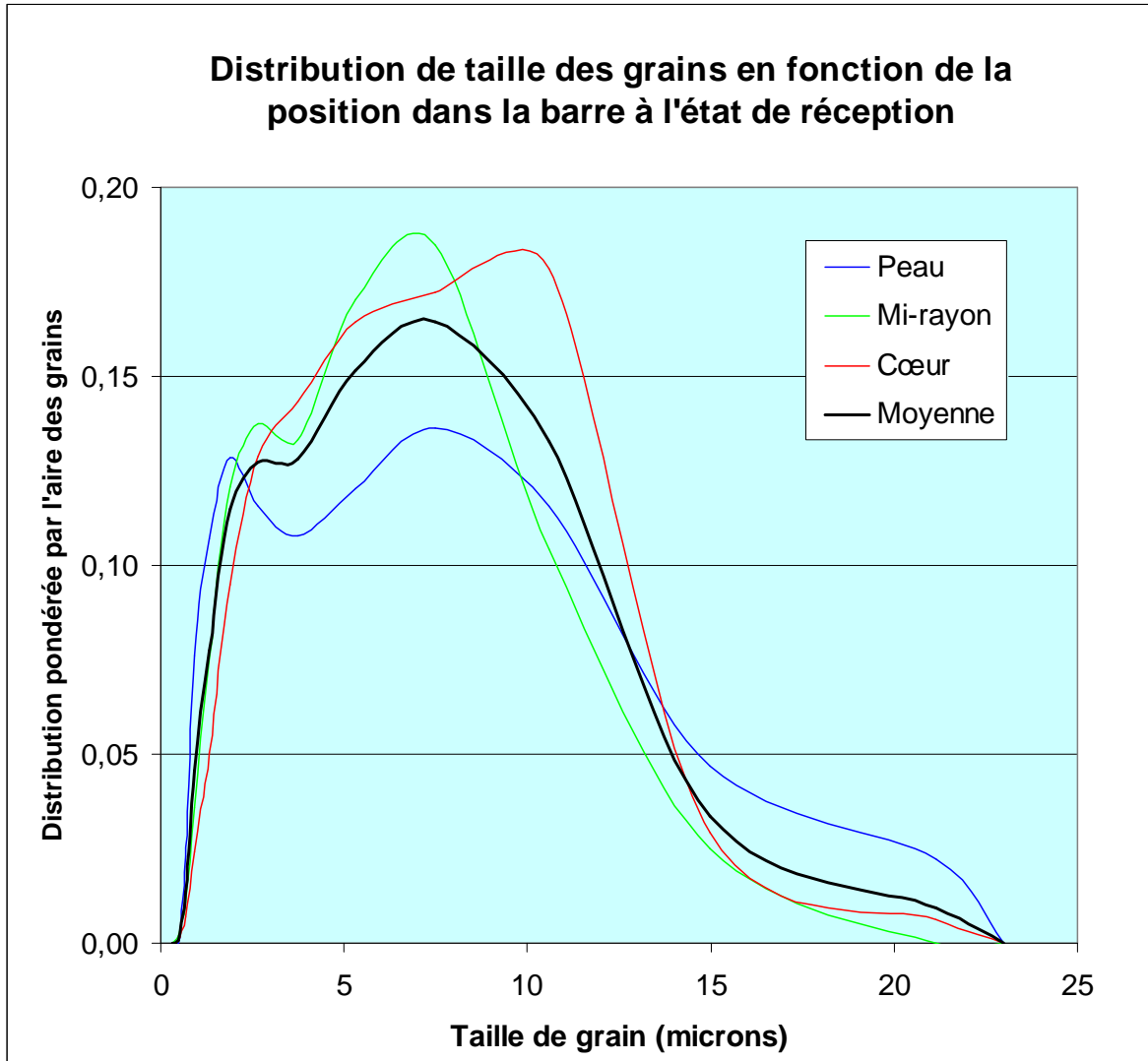


Mi-rayon



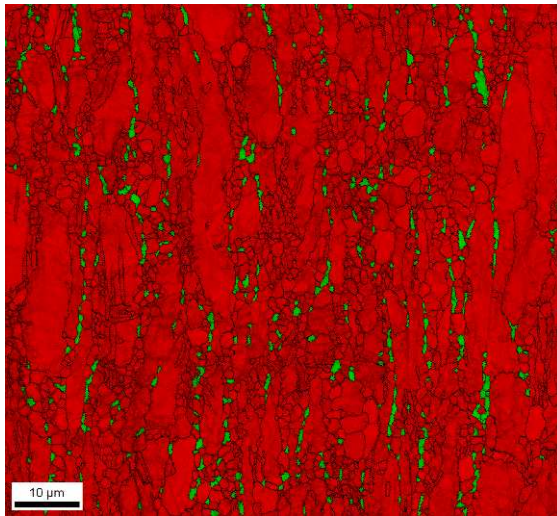
Centre

Annexe 1b : Examens MEB-EBSD de la barre diamètre 22 mm à l'état de réception
Distributions de taille de grains pour des joints de désorientation > 5°



| Etat naturel : Taille moyenne des grains (microns) | | | | |
|---|--------|----------|------|---------|
| Recuit | Centre | Mi-rayon | Peau | Moyenne |
| Population | 2,08 | 1,81 | 1,51 | 1,80 |
| Aire | 5,70 | 5,02 | 5,23 | 5,32 |

**Annexe 1c : Examens MEB-EBSD de la barre diamètre 22 mm à l'état de réception
Cartographies de phases (x1000)**



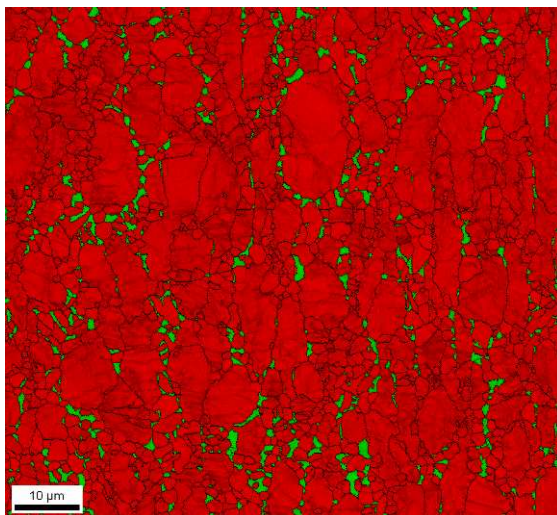
Color Coded Map Type: Phase

| Phase | Total Fraction | Partition Fraction |
|-----------------|----------------|--------------------|
| Titanium Alpha | 0.958 | 0.958 |
| Titanium - Beta | 0.042 | 0.042 |

Boundaries: Rotation Angle

| Min | Max | Fraction | Number | Length |
|-----|------|----------|--------|---------|
| 5° | 180° | 1.000 | 76985 | 8.89 mm |

Position périphérie



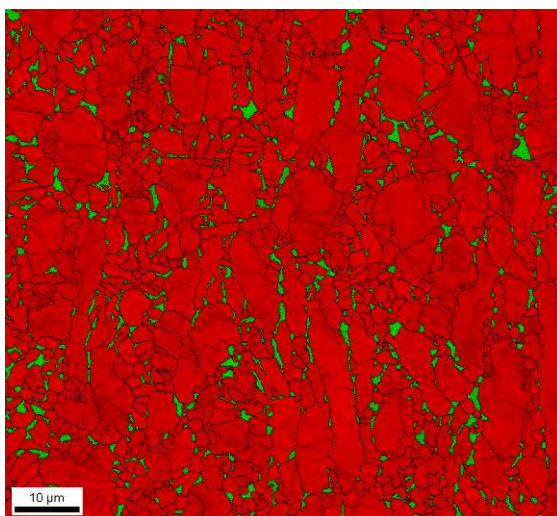
Color Coded Map Type: Phase

| Phase | Total Fraction | Partition Fraction |
|-----------------|----------------|--------------------|
| Titanium Alpha | 0.945 | 0.945 |
| Titanium - Beta | 0.055 | 0.055 |

Boundaries: Rotation Angle

| Min | Max | Fraction | Number | Length |
|-----|------|----------|--------|---------|
| 5° | 180° | 1.000 | 63294 | 7.31 mm |

Position mi-rayon



Color Coded Map Type: Phase

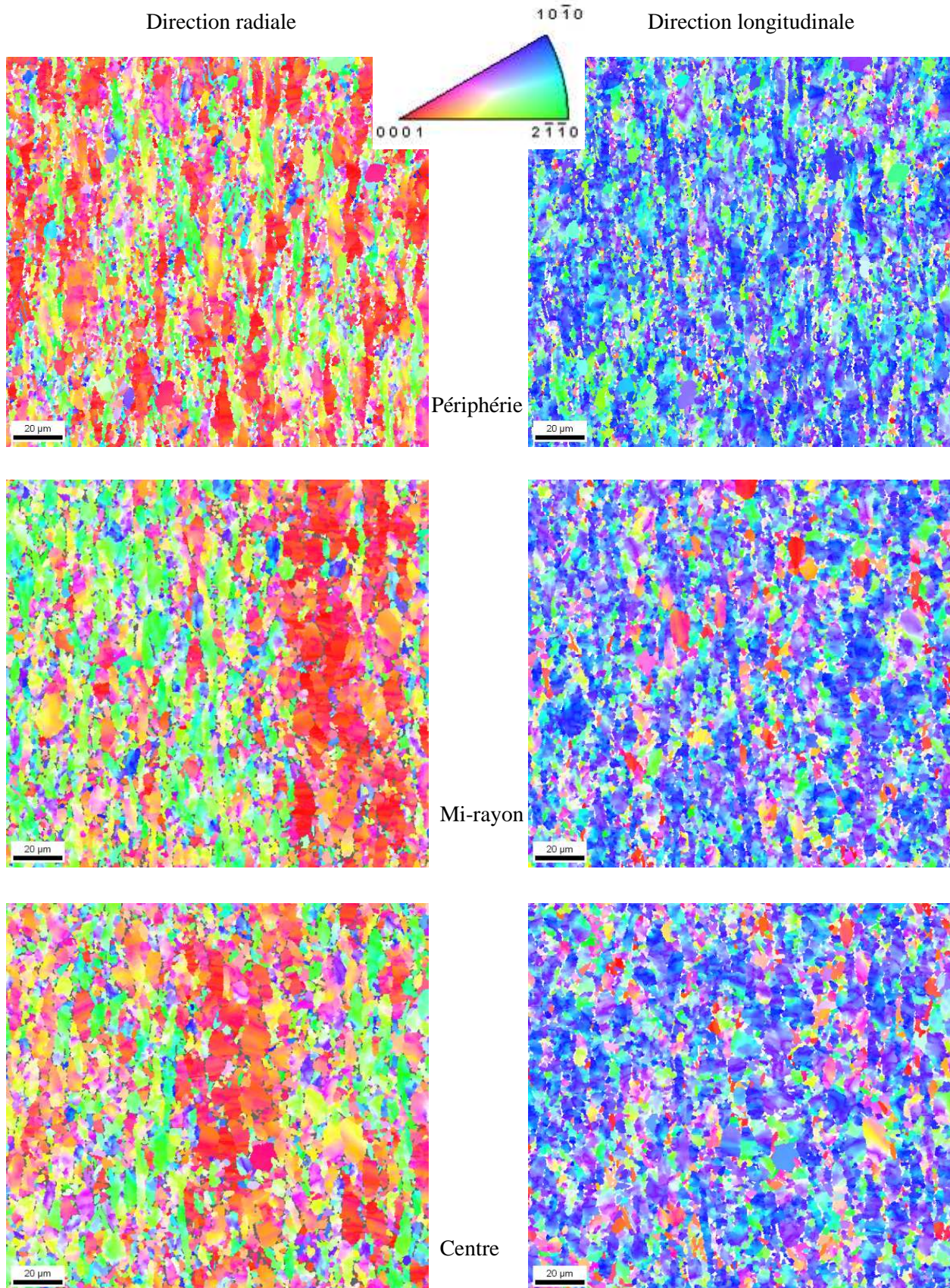
| Phase | Total Fraction | Partition Fraction |
|-----------------|----------------|--------------------|
| Titanium Alpha | 0.938 | 0.938 |
| Titanium - Beta | 0.062 | 0.062 |

Boundaries: Rotation Angle

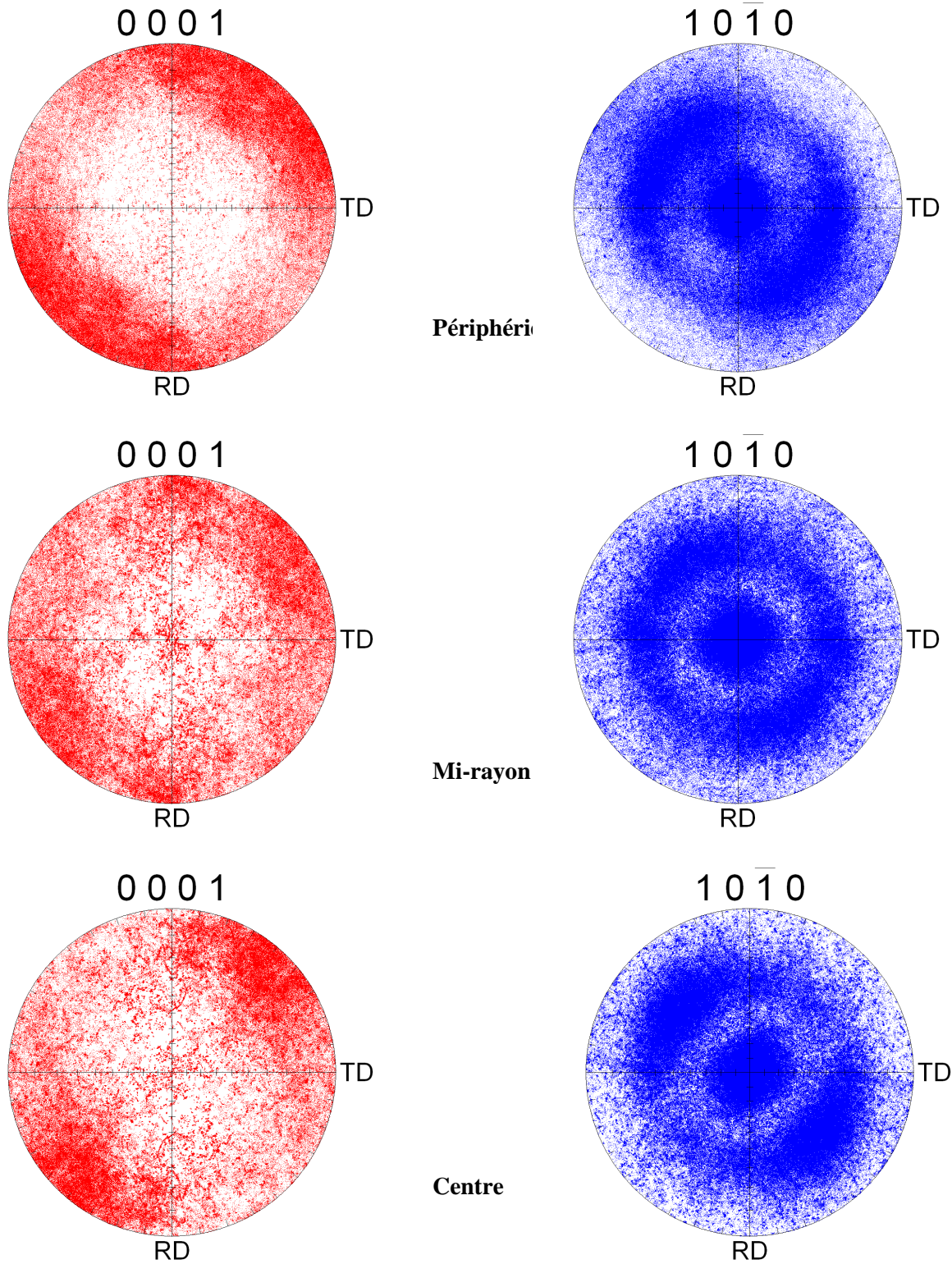
| Min | Max | Fraction | Number | Length |
|-----|------|----------|--------|---------|
| 5° | 180° | 1.000 | 59304 | 6.85 mm |

Position centre

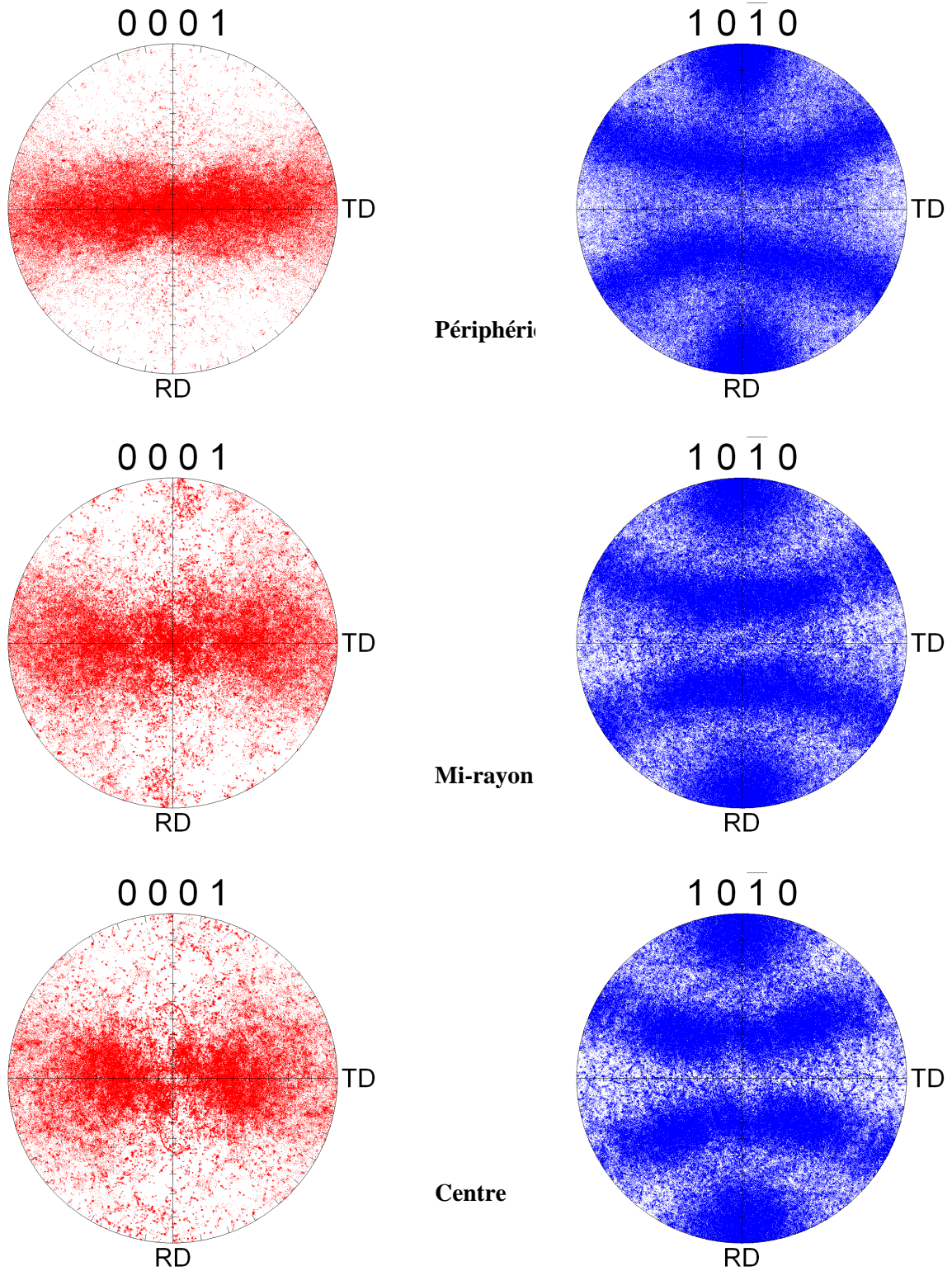
Annexe 1d : Examens MEB-EBSD de la barre diamètre 22 mm à l'état de réception
Cartographies d'orientation de la phase alpha
(Grandissement x500 et code couleur selon le référentiel de directions cristallographiques ci-dessous)



Annexe 1e : Examens MEB-EBSD de la barre diamètre 22 mm à l'état de réception
Figures de pôles discrétisées de la phase alpha en direction longitudinale
 (RD//rayon et TD tangent à la circonférence)



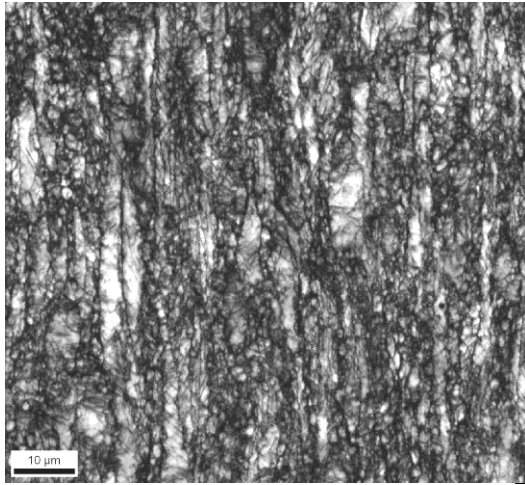
Annexe 1f : Examens MEB-EBSD de la barre diamètre 22 mm à l'état de réception
Figures de pôles discrétisés de la phase alpha en direction radiale
(RD//axe de laminage et TD tangent à la circonférence)



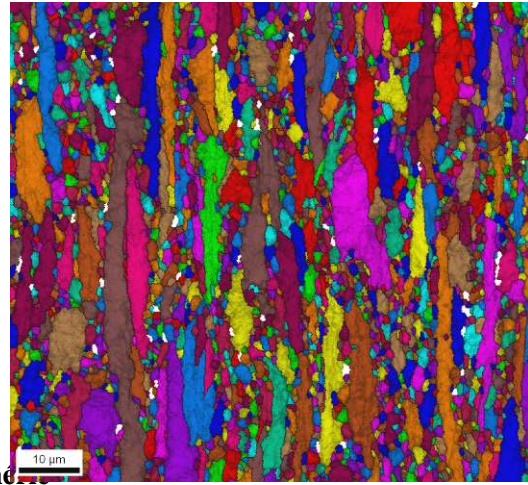
ANNEXE 2 : EXAMEN DE LA BARRE ETIREE DE 25% A FROID

**Annexe 2a : Examens MEB-EBSD de la barre étirée de 25% à froid
(Grandissement x1000)**

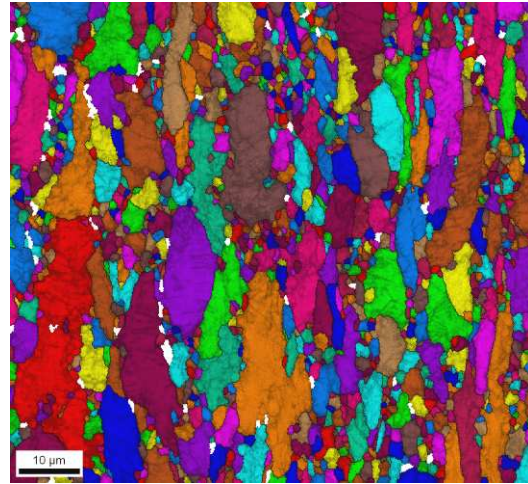
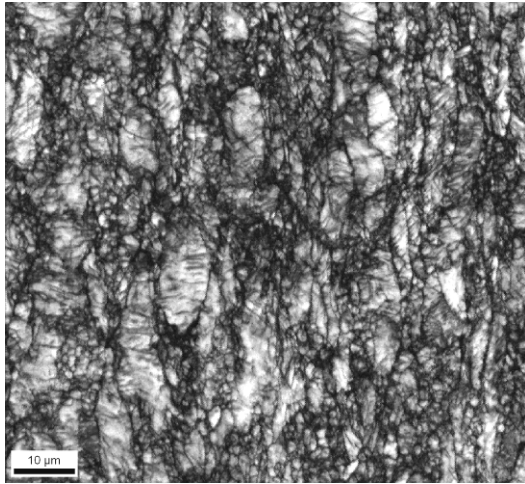
Indice de qualité de diffraction



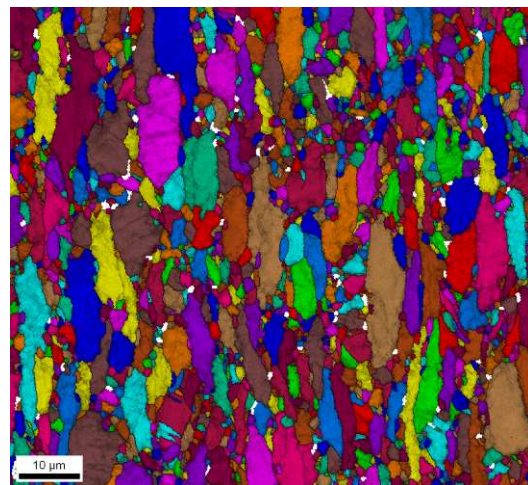
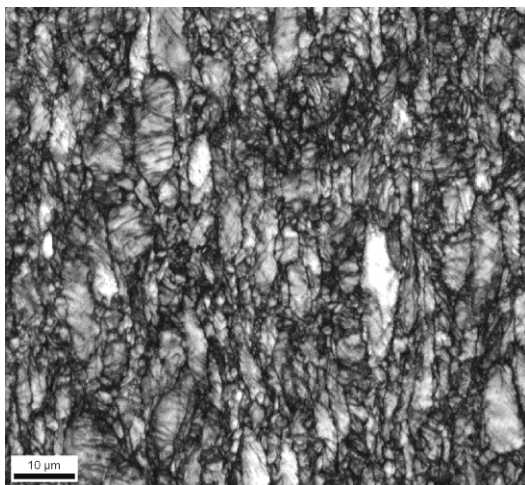
Structure granulaire



Périphérie

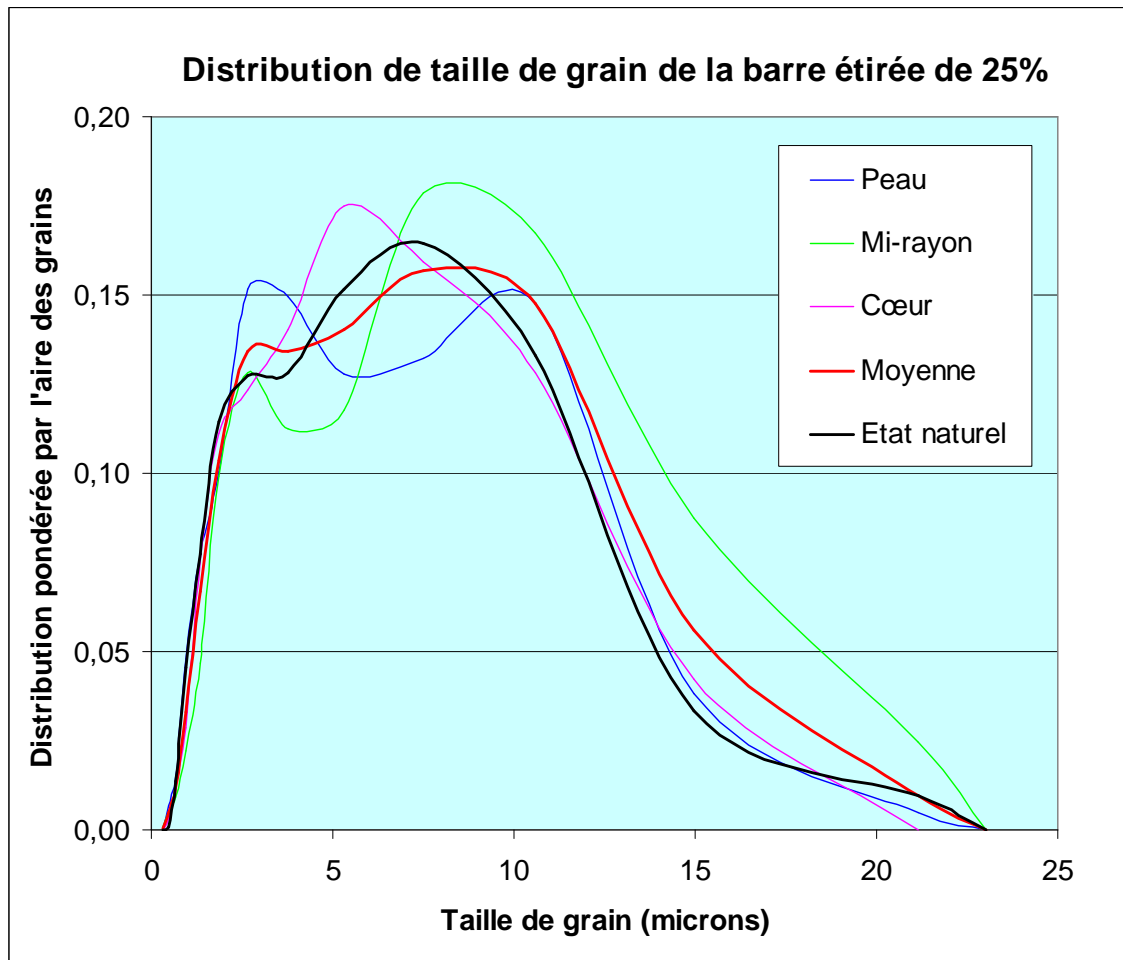


Mi-rayon



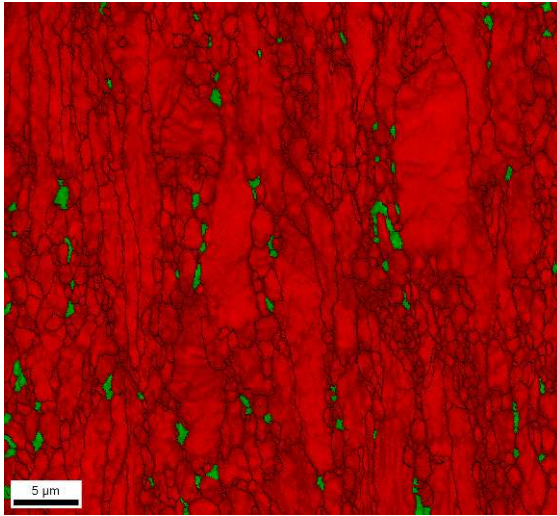
Centre

Annexe 2b : Examens MEB-EBSD de la barre étirée de 25% à froid
Distributions de taille de grains pour des joints de désorientation > 5°



| Étirage de 25% : Taille moyenne des grains (microns) | | | | |
|---|------|----------|------|---------|
| | Peau | Mi-rayon | Cœur | Moyenne |
| Population | 1,99 | 2,23 | 1,83 | 2,02 |
| Aire | 5,30 | 6,63 | 5,30 | 5,74 |

**Annexe 2c : Examens MEB-EBSD de la barre étirée de 25% à froid
Cartographies de phases (x2000)**

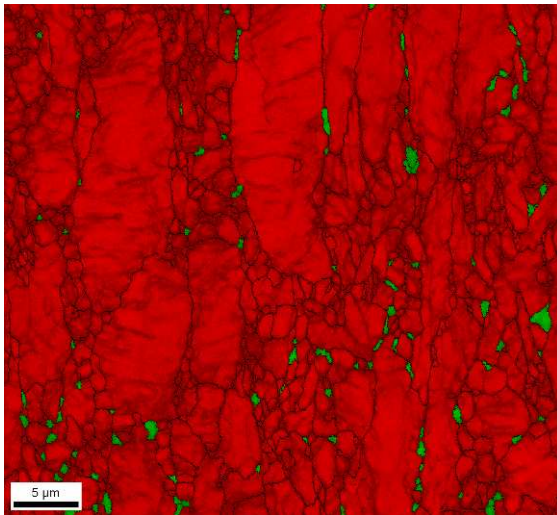


| Phase | Total Fraction | Partition Fraction |
|-----------------|----------------|--------------------|
| Titanium Alpha | 0.980 | 0.980 |
| Titanium - Beta | 0.020 | 0.020 |

Boundaries: Rotation Angle

| Min | Max | Fraction | Number | Length |
|-----|------|----------|--------|---------|
| 5° | 180° | 0.547 | 71073 | 4.10 mm |

Position périphérie

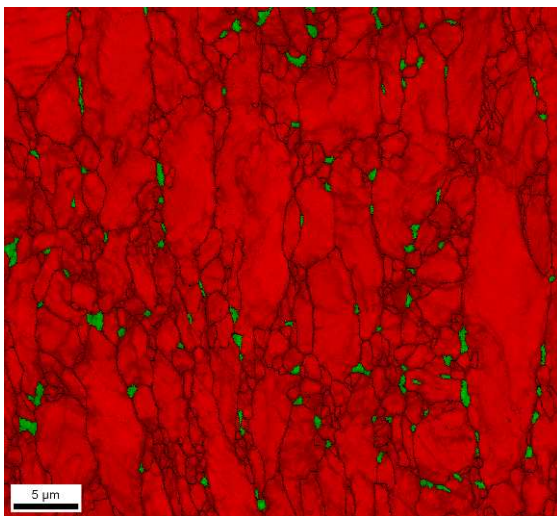


| Phase | Total Fraction | Partition Fraction |
|-----------------|----------------|--------------------|
| Titanium Alpha | 0.979 | 0.979 |
| Titanium - Beta | 0.021 | 0.021 |

Boundaries: Rotation Angle

| Min | Max | Fraction | Number | Length |
|-----|------|----------|--------|---------|
| 5° | 180° | 0.557 | 51274 | 2.96 mm |

Position mi-rayon



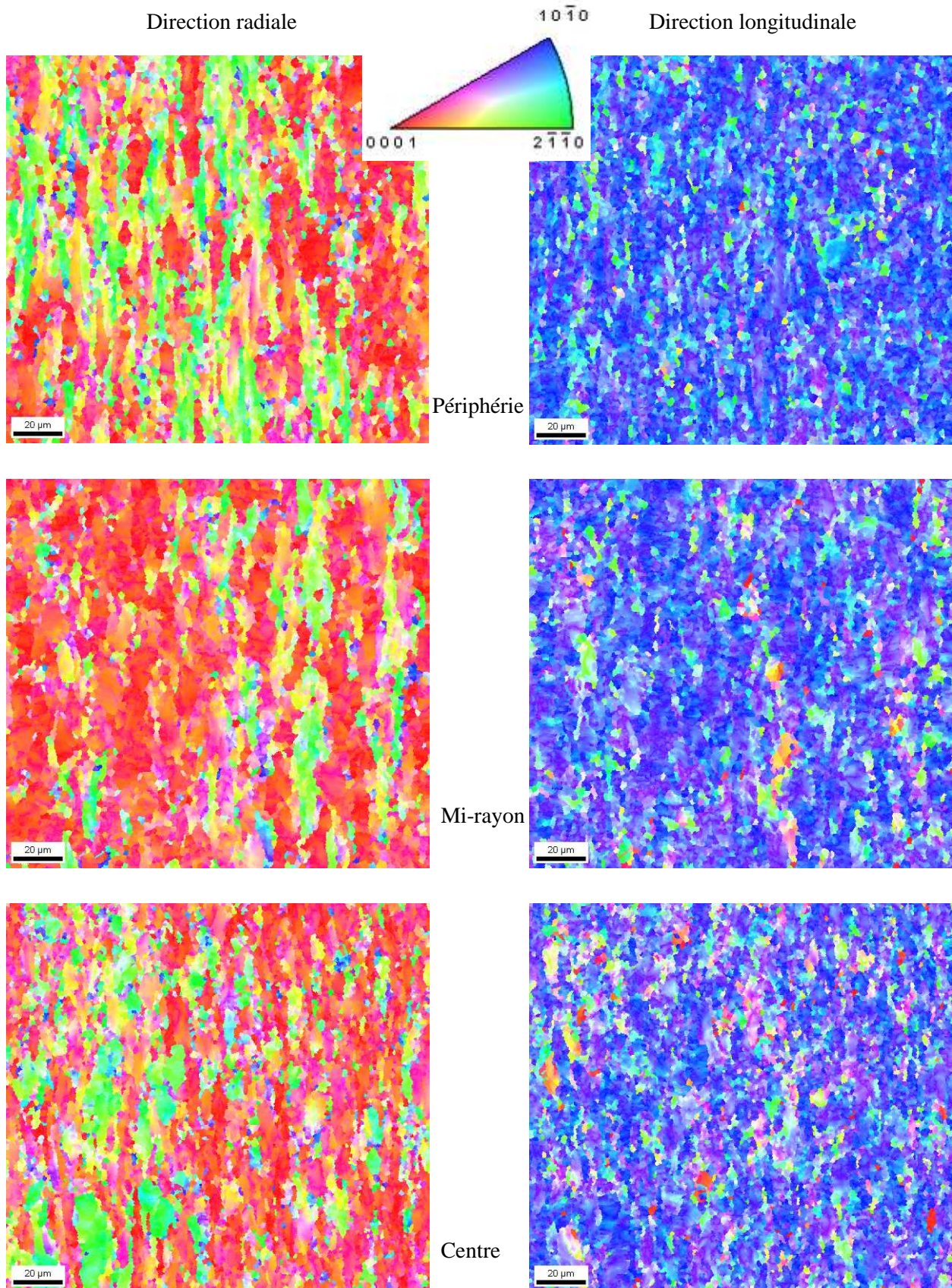
| Phase | Total Fraction | Partition Fraction |
|-----------------|----------------|--------------------|
| Titanium Alpha | 0.980 | 0.980 |
| Titanium - Beta | 0.020 | 0.020 |

Boundaries: Rotation Angle

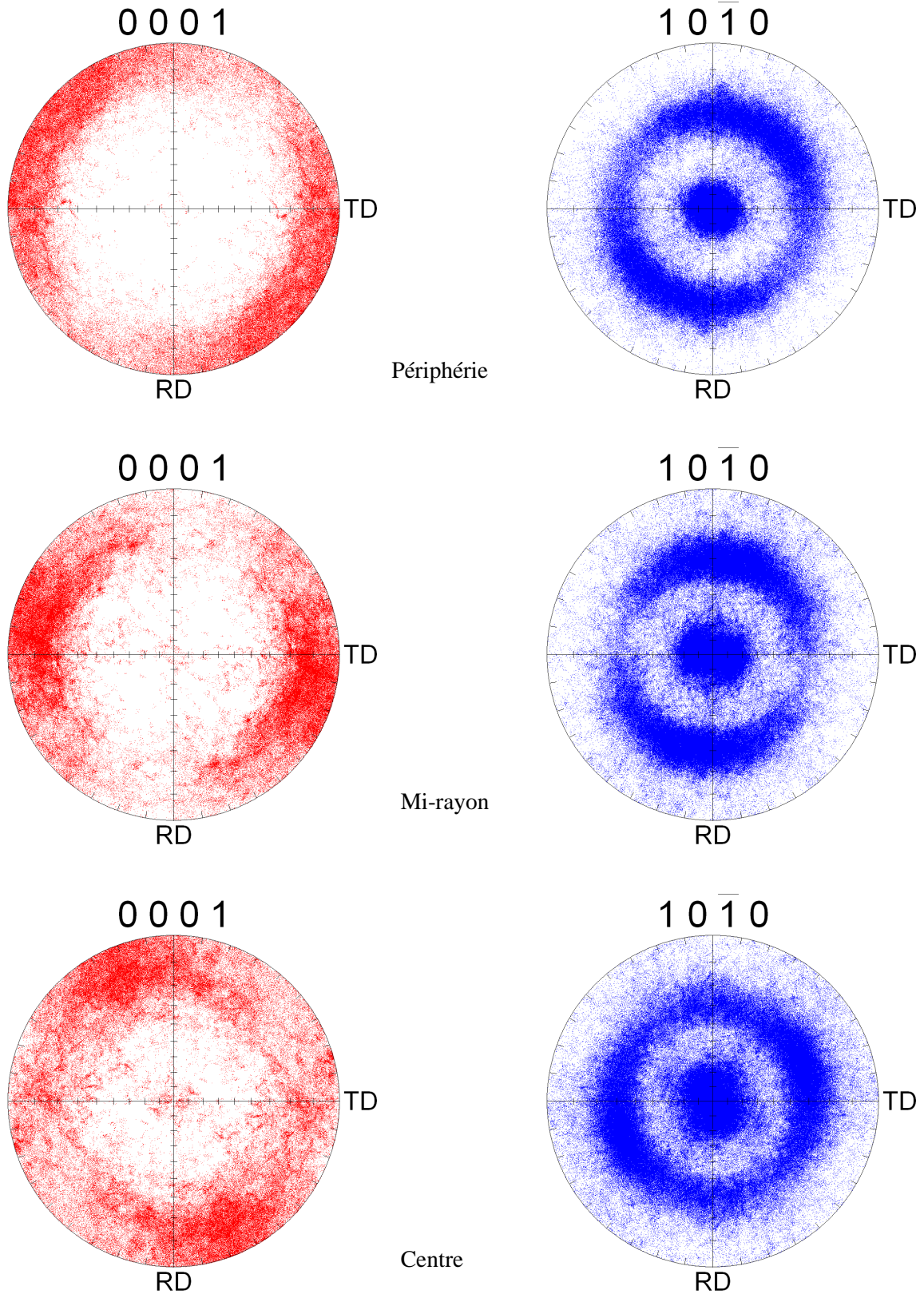
| Min | Max | Fraction | Number | Length |
|-----|------|----------|--------|---------|
| 5° | 180° | 0.510 | 44539 | 2.57 mm |

Position centre

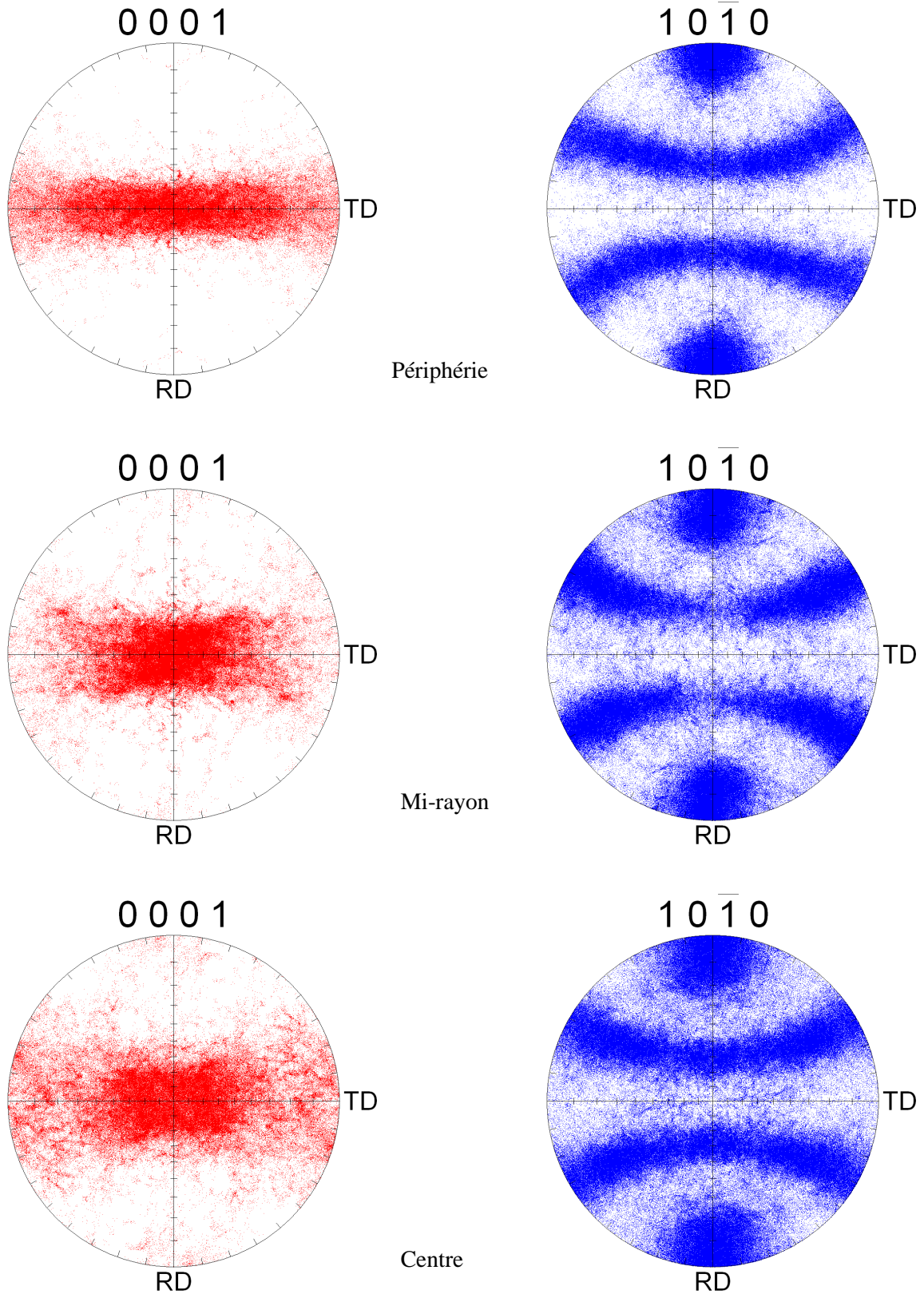
Annexe 2d : Examens MEB-EBSD de la barre étirée de 25% à froid
Cartographies d'orientation de la phase alpha
 (Grandissement x500 et code couleur selon le référentiel de directions cristallographiques ci-dessous)



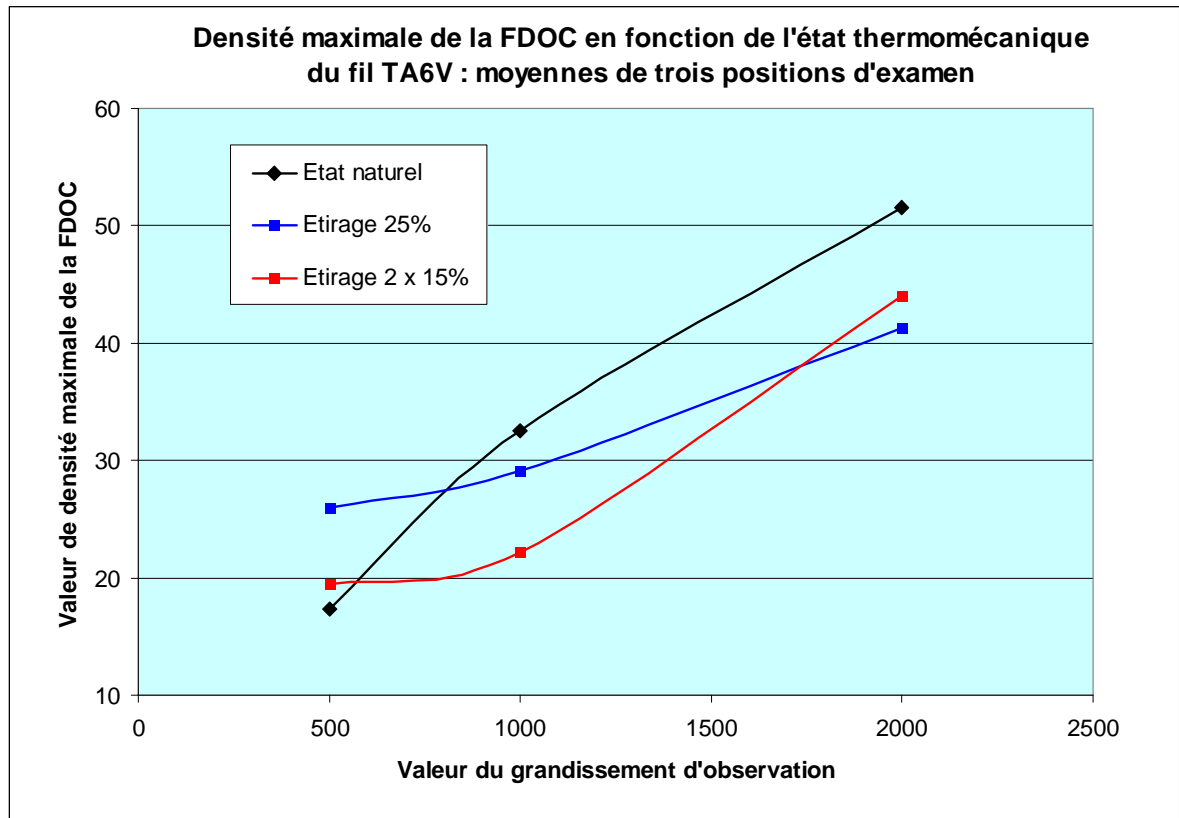
Annexe 2e : Examens MEB-EBSD de la barre étirée de 25% à froid
Figures de pôles discrétisées de la phase alpha en **direction longitudinale**
(RD//rayon et TD tangent à la circonférence)



Annexe 2f : Examens MEB-EBSD de la barre étirée de 25% à froid
Figures de pôles discrétisés de la phase alpha en **direction radiale**
(RD//axe de laminage et TD tangent à la circonférence)



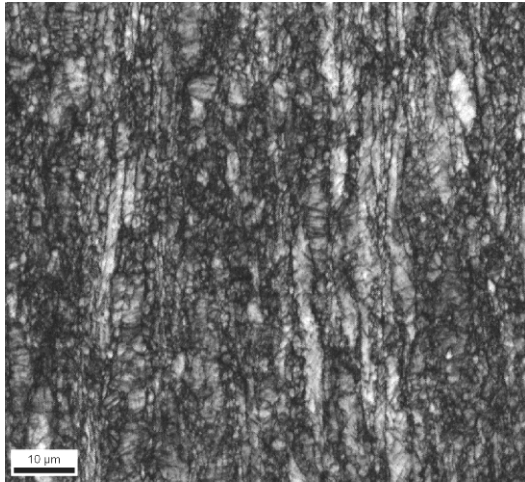
Annexe 2g : Examens MEB-EBSD de la barre étirée de 25% à froid
Cotation de texture à l'aide de la Fonction de Distribution d'Orientatation Cristallographique (FDOC)



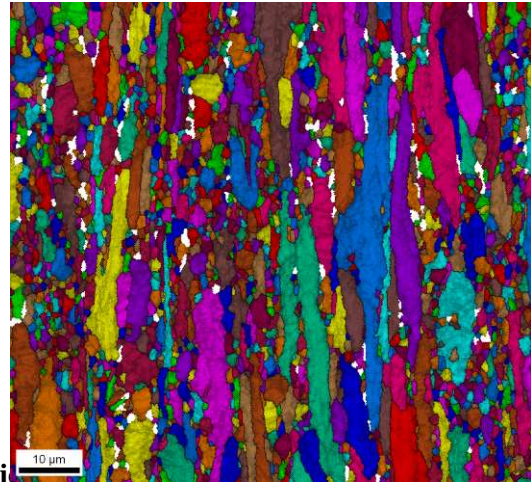
ANNEXE 3 : EXAMEN DE LA BARRE ETIREE DE 2 FOIS 15% A FROID

Annexe 3a : Examens MEB-EBSD de la barre étirée de 2x15% à froid
(Grandissement x1000)

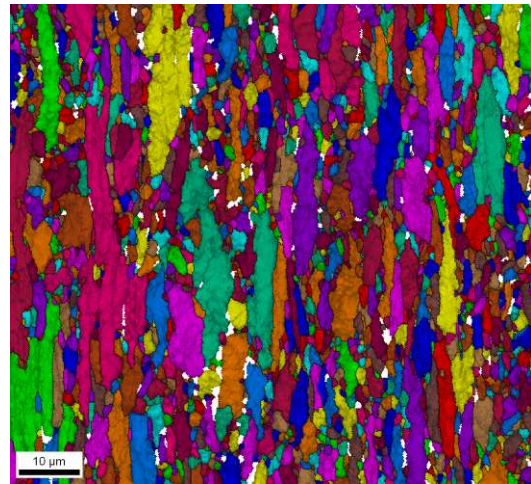
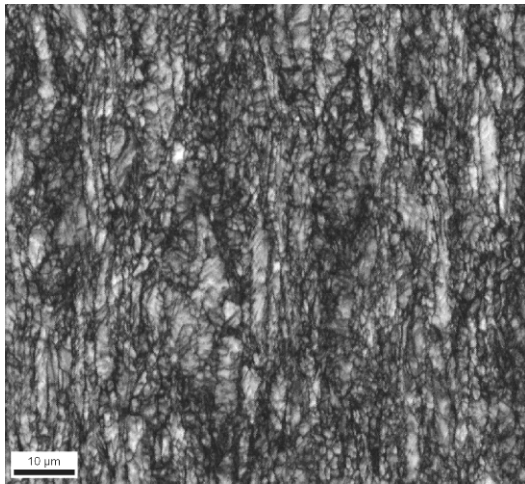
Indice de qualité de diffraction



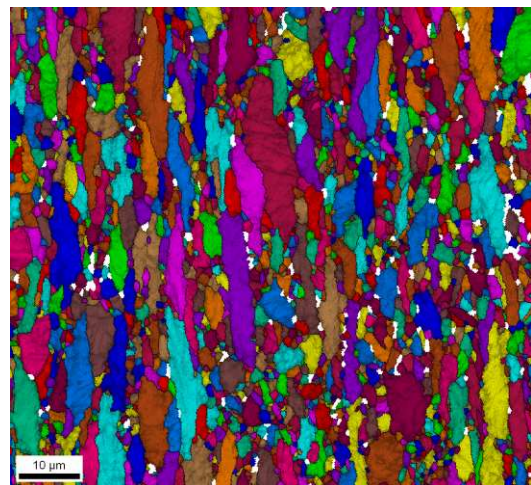
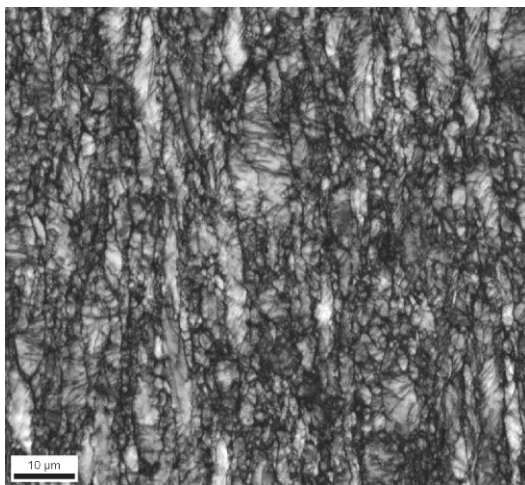
Structure granulaire



Périphérie

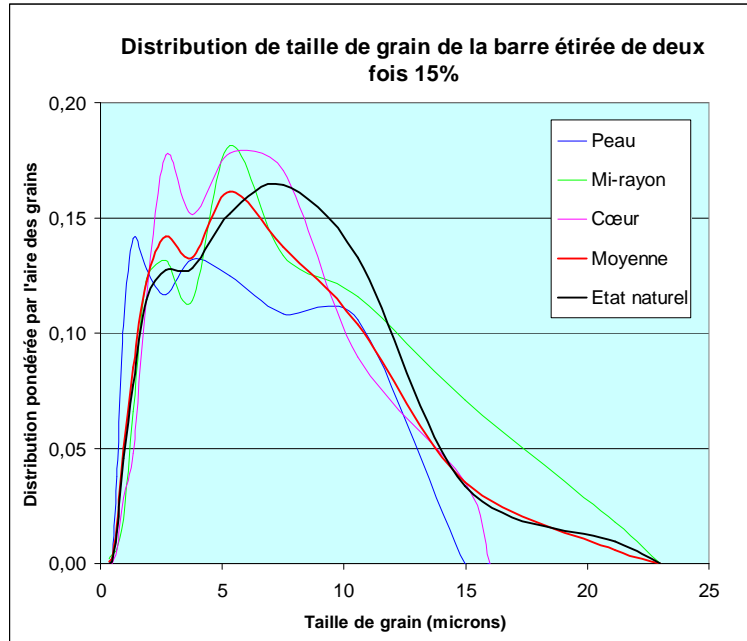


Mi-rayon

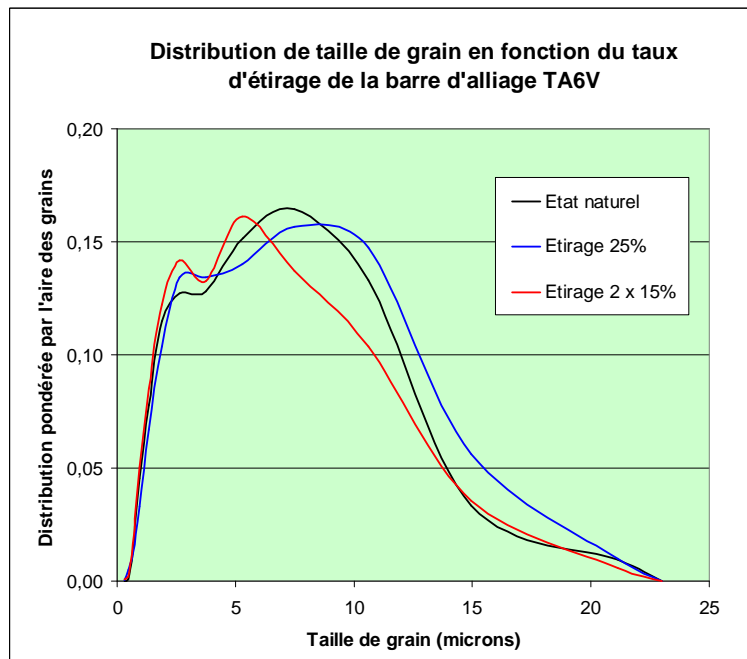


Centre

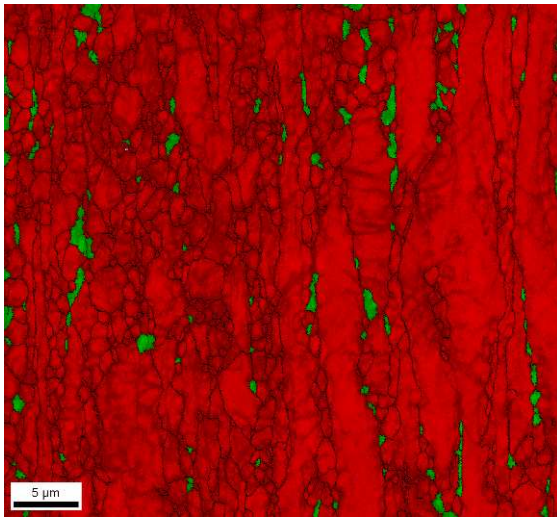
Annexe 3b : Examens MEB-EBSD de la barre étirée de 2x15% à froid
Distributions de taille de grains pour des joints de désorientation > 5°



| Étirage 2 x 15% : Taille moyenne des grains (microns) | | | | |
|--|------|----------|------|---------|
| | Peau | Mi-rayon | Cœur | Moyenne |
| Population | 1,93 | 2,12 | 2,30 | 2,11 |
| Aire | 5,57 | 5,47 | 5,06 | 5,36 |



**Annexe 3c : Examens MEB-EBSD de la barre étirée de 2x15% à froid
Cartographies de phases (x2000)**



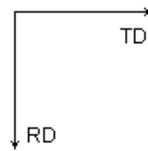
Color Coded Map Type: Phase

| Phase | Total Fraction | Partition Fraction |
|--|----------------|--------------------|
| ■ Titanium Alpha | 0.970 | 0.970 |
| ■ Titanium - Beta | 0.030 | 0.030 |

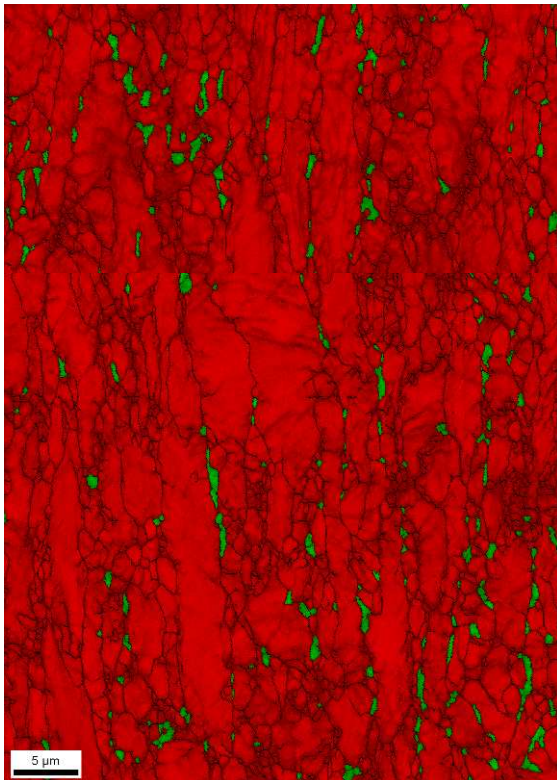
Boundaries: Rotation Angle

| Min | Max | Fraction | Number | Length |
|-----|------|----------|--------|---------|
| 5° | 180° | 1.000 | 44107 | 2.55 mm |

Position périphérie



Gray Scale Map Type: Fit
0.356...2.999 (0...5)



Color Coded Map Type: Phase

| Phase | Total Fraction | Partition Fraction |
|--|----------------|--------------------|
| ■ Titanium Alpha | 0.970 | 0.970 |
| ■ Titanium - Beta | 0.030 | 0.030 |

Boundaries: Rotation Angle

Color Coded Map Type: Phase

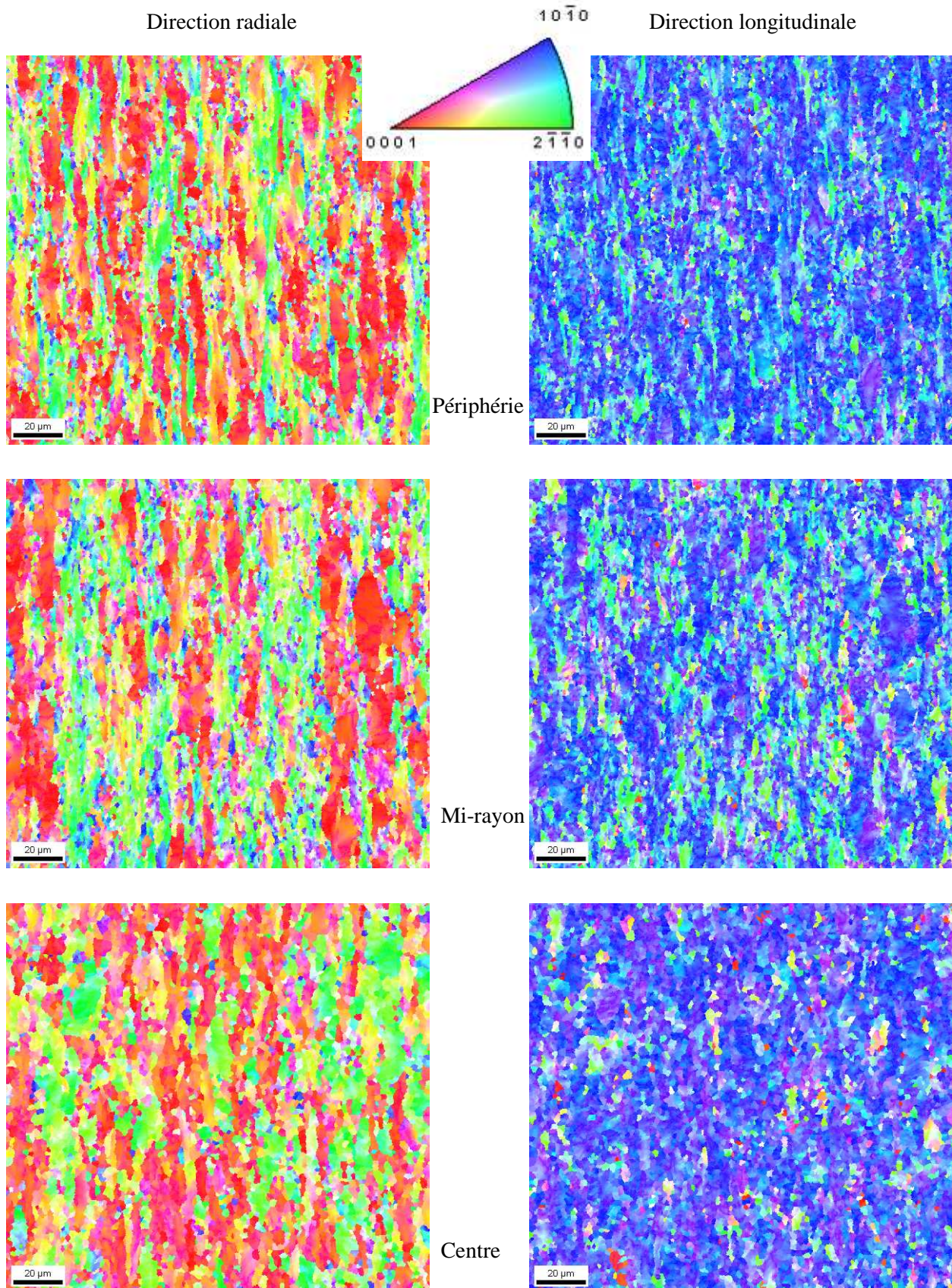
| Phase | Total Fraction | Partition Fraction |
|--|----------------|--------------------|
| ■ Titanium Alpha | 0.970 | 0.970 |
| ■ Titanium - Beta | 0.030 | 0.030 |

Boundaries: Rotation Angle

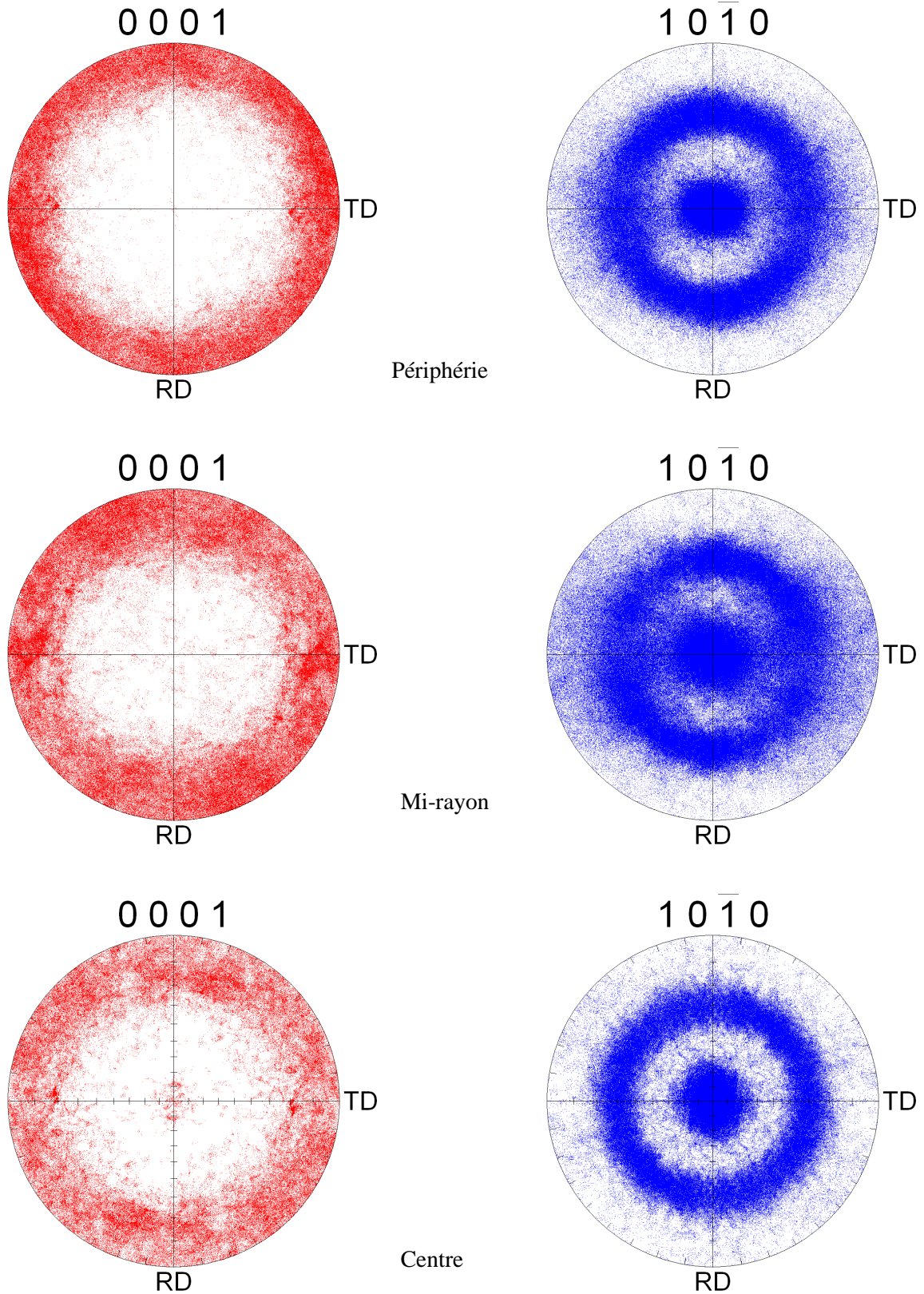
| Min | Max | Fraction | Number | Length |
|-----|------|----------|--------|---------|
| 5° | 180° | 0.519 | 48799 | 2.82 mm |

Position centre

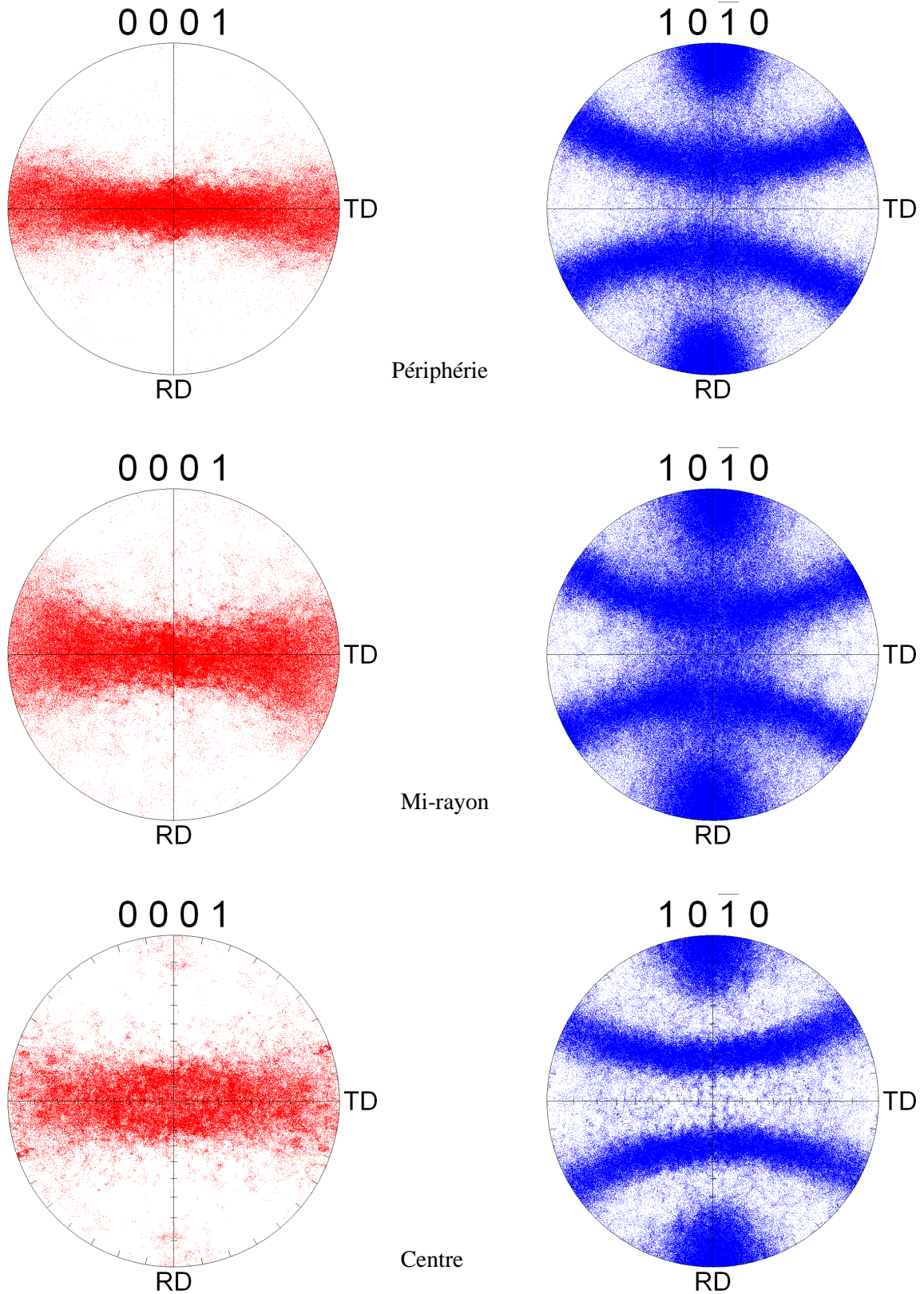
Annexe 3d : Examens MEB-EBSD de la barre étirée de 2x15% à froid
Cartographies d'orientation de la phase alpha
(Grandissement x500 et code couleur selon le référentiel de directions cristallographiques ci-dessous)



Annexe 3e : Examens MEB-EBSD de la barre étirée de 2x15% à froid
Figures de pôles discrétisées de la phase alpha en **direction longitudinale**
(RD//rayon et TD tangent à la circonférence)



Annexe 3f : Examens MEB-EBSD de la barre étirée de 2x15% à froid
Figures de pôles discrétisés de la phase alpha en direction radiale
(RD//axe de laminage et TD tangent à la circonférence)



Annexe 3g : Examens MEB-EBSD de la barre étirée de 2x15% à froid
Cotation de texture à l'aide de la Fonction de Distribution d'Orientatation Cristallographique (FDOC)

