



**CARACTERISATION MEB-EBSD D'UN FIL D'ALLIAGE TA6V ETIRE AU DIAMETRE
5.8 MM, EN PROVENANCE DE LA SOCIETE BROWN EUROPE**

ETUDE N° 23300 / 2566

DISTRIBUTION :

ERAMET
J-M. FOURCADE

AUBERT & DUVAL
D. BECHET
M. DECRONSONNIERE
P. DELABORDE
C. DUMONT
P. HERITIER
Y. LE COLLEN
O. LURDOS

BROWN EUROPE
M. GUY
G. ROUSSILHE

ERASTEEL
R. BARET
L. SANCHO
S. SELLA
L. VAILLANT DE GUELIS

ERAMET RESEARCH
B. ANTOLOVICH
E. BAILLET
J-P. CESCUTTI
C. GOUNY
Ch. PETIT
Documentation

Auteur : J. MONTAGNON	Approbateur : B. ANTOLOVICH

KEYWORDS : BRANCHE ALLIAGE°ERASTEEL°AUBERT&DUVAL° EXPERTISE°
ALLIAGE TA6V°FILS°LAMINAGE°EBSD°STRUCTURE°

RÉSUMÉ-CONCLUSIONS :

INTRODUCTION

L'expertise a pour objet l'analyse structurale selon les directions longitudinale et transversale d'un fil d'alliage TA6V, étiré-rasé diamètre 5.8 mm, provenant de la société BROWN EUROPE. La matière est issue d'une fabrication ALLVAC. L'expertise comporte une analyse des structures granulaires et des textures à l'aide du MEB-FEG d'ERAMET RESEARCH.

CONCLUSIONS

La structure du fil étiré-recuit est constituée de grains équiaxes dont la distribution de taille des grains est bimodale. Une population de petits grains issus du laminage à chaud en fil machine subsiste parmi une population de grains recristallisés, de taille plus élevée. La fraction des grains recristallisés diminue sensiblement de la périphérie vers le cœur du fil. La recristallisation obtenue par recuit à 800°C n'est donc pas homogène selon un rayon et n'est que très partielle à cœur.

En revanche, la structure est homogène sur la circonférence du fil : la structure granulaire et les figures de pôles (0001) et (10-10) restent relativement constantes d'un secteur angulaire à l'autre.

Les structures du fil étiré-recuit ont été comparées à celles d'un produit de référence d'origine DYNAMET. Il existe de fortes similarités structurales entre ces deux produits ; en particulier, on note la présence d'îlots de phase beta en position intragranulaire dans la matrice alpha de leur structure. On en conclue que les deux fils sont issus de gammes similaires, qui incluent donc un recuit de recristallisation à plutôt basse température dans le domaine alpha-beta ($\leq 850^\circ\text{C}$).

La structure du fil DYNAMET est homogène et sa recristallisation est généralisée à tout le volume du produit, ce qui n'est pas le cas dans le fil ALLVAC étiré-recuit par BROWN EUROPE. L'enchaînement des opérations d'étirage et de recuit, et/ou les modalités de recuit, sont optimisées dans le cas du fil DYNAMET.

On peut supposer aussi qu'il existe une interdépendance entre les gradations structurales du fil machine ALLVAC initial avec celles du même fil étiré à froid puis recuit. La structure granulaire initiale du fil ALLVAC est vraisemblablement trop hétérogène pour conduire à des résultats satisfaisants sur fil étiré-recuit.

Cela impliquerait que la structure granulaire initiale du fil machine doive être parfaitement homogène avant de poursuivre sur des opérations avalées (étirage, recuit...). Comme la structure finale à obtenir est recristallisée à grains de taille moyenne centrée sur 5 à 7 microns environ, il est vraisemblablement nécessaire que celle initiale soit homogène à grains quasi-micrométriques.

TABLE DES MATIERES

1. INTRODUCTION	4
2. DESCRIPTION DES POSITIONS D'OBSERVATION	4
3. EXAMENS DE STRUCTURE :	4
3.1. Examens en sens long	5
3.2. Examens en sens travers	5
4. CONCLUSIONS	6
5. ANNEXES	6
<i>ANNEXE 1 : Examens en microscopie électronique de la structure en sens long du fil diamètre 5.8 mm étiré-rasé par BROWN EUROPE</i>	7
<i>ANNEXE 2 : Examens en microscopie électronique de la structure en sens travers du fil diamètre 5.8 mm étiré-rasé par BROWN EUROPE</i>	16

1. INTRODUCTION

L'expertise a pour objet l'analyse structurale selon les directions longitudinale et transversale d'un fil d'alliage TA6V, étiré-rasé au diamètre 5.8 mm, provenant de la société BROWN EUROPE. La matière est issue d'une fabrication ALLVAC.

La gamme de production chez BROWN EUROPE comporte les opérations suivantes :

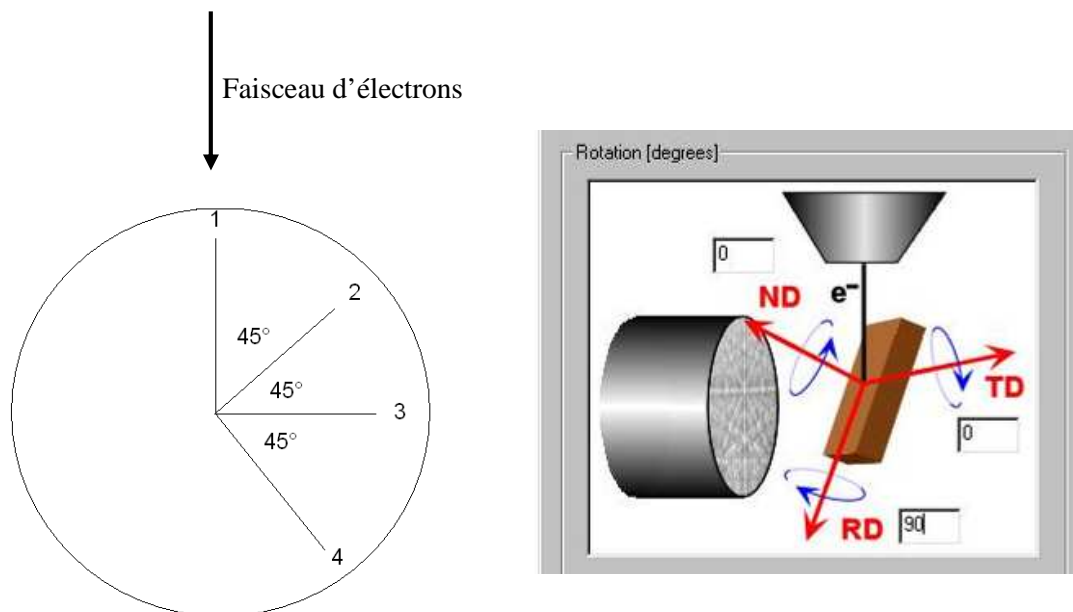
- Un tréfilage à froid d'environ 25% (de 6.9 à 5.90 mm) : le rapport 38.10.039-JM présente la structure du produit en l'état brut d'étirage.
- Un recuit à 800 °C pendant 1 heure et refroidissement contrôlé en four jusqu'à 700 °C avant défournement. Le recuit est suivi d'un décapage en sels fondus
- Un rasage de finition des surfaces au diamètre final 5.80 mm.

L'expertise comporte une analyse des structures granulaires et des textures à l'aide du MEB-FEG d'ERAMET RESEARCH.

2. DESCRIPTION DES POSITIONS D'OBSERVATION

Les examens en direction longitudinale sont réalisés à cœur, mi-rayon et périphérie d'un plan diamétral. Les structures en direction transversale sont examinées en quatre positions de la périphérie de la barre, décalées de 45° les unes des autres. Les plages analysées sont positionnées à 500 μm de la peau de la barre. Ceci est la nouvelle méthodologie d'examens convenue entre A&D et ER.

Examens sur coupe transverse : Le faisceau d'électrons passe par un plan diamétral de l'échantillon dont le seul déplacement est une rotation d'une position à la suivante (de 1 à 4). Ainsi, la direction RD correspond systématiquement à un rayon de l'échantillon et la direction ND à l'axe long du produit. On bascule les données d'orientation cristallographique de l'un à l'autre de ces deux axes par simple rotation de 90° autour de l'axe TD.



3. EXAMENS DE STRUCTURE :

Les observations sont réalisées à grossissements 500, 1000 et 2000.

3.1. EXAMENS EN SENS LONG

La structure est globalement de type équiaxe et est caractérisée par une distribution de taille bimodale, d'autant plus marquée que l'observation progresse de la peau vers le cœur du fil (cf. Annexes 1a et 1b). Elle est constituée en peau du fil d'une population majoritaire de grains de taille centrée sur 14 microns et d'une population de grains fins dont la distribution est plutôt centrée sur 2 microns (cf. Annexe 1c). La population de grains fins, qui est issue de la structure brut de laminage à chaud en fil machine, devient majoritaire à cœur du fil recuit. La recristallisation à 800°C n'est donc pas homogène selon un rayon et n'est que très partielle à cœur.

Le taux de phase beta mesuré en sens long est de l'ordre de 5 % surfacique de la périphérie à cœur du fil.

La direction $\langle 0001 \rangle$ de la structure hexagonale de la phase alpha est essentiellement distribuée dans le plan de section du fil (cf. Annexes 1d et 1e), tandis que la direction $\langle 10-10 \rangle$ est préférentiellement alignée sur l'axe (Pôle central (10-10) en Annexe 1g). La direction $\langle 11-20 \rangle$ se répartit entre le plan de section du fil et son sens longitudinal (grains colorés en vert sur les cartographies de l'Annexe 1d).

Les intensités des figures de pôles (0001) et (10-10) sont d'un niveau relativement élevé et de valeurs sensiblement homogènes. Il subsiste des pôles (0001) d'intensité relativement marquée.

L'Annexe 1h compare les structures en sens long du fil DYNAMET diamètre 6.2 mm et du fil ALLVAC étiré à froid selon deux conditions puis recuit. Il existe de fortes similarités structurales entre ces trois produits ; en particulier, on note la présence d'îlots de phase beta en position intragranulaire dans la matrice alpha de leur structure. Cet aspect est lié à un mécanisme de recristallisation de la phase alpha, dans le domaine alpha-beta, à une température suffisamment basse pour que la matrice reste en phase alpha. Par comparaison du taux apparent de recristallisation et des tailles des grains recristallisés, on peut estimer que DYNAMET a appliqué sur son fil un recuit de recristallisation situé aux alentours de 850°C. Les modalités de ce recuit sont choisies pour provoquer une recristallisation totale de la structure initiale tout en contenant le grossissement du grain recristallisé. Ces modalités et l'état structural initial sont tels que DYNAMET obtient une recristallisation homogène et généralisée à tout le volume du fil. Les fils ALLVAC étirés à froid et recuits n'offrent pas cette homogénéité structurale car le taux de recristallisation varie selon le diamètre.

3.2. EXAMENS EN SENS TRAVERS

La distribution de taille des grains en sens travers est nettement resserrée (cf. Annexes 2a, 2b et 2c). La distribution de la population est centrée sur 2,2 microns en toutes positions d'observation. Il subsiste un aspect bimodal de la distribution.

Les valeurs maximales des intensités associées aux figures de pôles (0001) restent relativement constantes d'un secteur angulaire à l'autre (Annexes 2g et 2i). La direction $\langle 0001 \rangle$ est distribuée de façon relativement aléatoire en chaque zone d'observation. Les intensités des figures de pôles (10-10) sont relativement élevées, mais constantes d'une position à l'autre.

Par comparaison avec la texture du fil DYNAMET diamètre 6.2 mm (Rapport 38.11.17-JM), les intensités de figures de pôles (10-10) du fil ALLVAC étiré et recuit sont deux fois plus élevées selon le sens long du fil : En fait, une large fraction des grains de la structure du fil DYNAMET ont aussi leur direction $\langle 11-20 \rangle$ alignées sur le sens long où se trouvent donc distribuées les deux directions $\langle 10-10 \rangle$ et $\langle 11-20 \rangle$. L'occurrence de l'alignement de la direction $\langle 11-20 \rangle$ sur le sens long est plus rare dans le fil ALLVAC étiré-recuit par BROWN EUROPE. Cela est bien mis en évidence à l'aide des cartographies d'orientation comparées en Annexe 2k.

Les opérations de transformation thermomécanique du titane et de ses alliages provoquent un pivotement de sa structure cristallographique de telle sorte que la direction $\langle 10-10 \rangle$ s'aligne avec le sens long d'un produit laminé. Nous avons constaté que le recuit de recristallisation apporte un nouveau pivotement partiel de la structure cristallographique : Certains grains pivotent de 30° de telle sorte que leur direction $\langle 11-20 \rangle$ s'aligne sur le sens long ; le fil DYNAMET en est une représentation

typique. On peut supposer que sa gamme de fabrication comporte un (ou plusieurs) recuit particulièrement soigné.

4. CONCLUSIONS

La structure du fil étiré-recuit est constituée de grains équiaxes dont la distribution de taille des grains est bimodale. Une population de petits grains issus du laminage à chaud en fil machine subsiste parmi une population de grains recristallisés, de taille plus élevée. La fraction des grains recristallisés diminue sensiblement de la périphérie vers le cœur du fil. La recristallisation à 800°C n'est donc pas homogène selon un rayon et n'est que très partielle à cœur.

En revanche, la structure est homogène sur la circonférence du fil : la structure granulaire et les figures de pôles (0001) et (10-10) restent relativement constantes d'un secteur angulaire à l'autre.

Les structures du fil étiré-recuit ont été comparées à celles d'un produit de référence d'origine DYNAMET. Il existe de fortes similarités structurales entre ces deux produits ; en particulier, on note la présence d'îlots de phase beta en position intragranulaire dans la matrice alpha de leur structure. On en conclue que les deux fils sont issus de gammes similaires, qui incluent donc un recuit de recristallisation à plutôt basse température dans le domaine alpha-beta ($\leq 850^\circ\text{C}$).

La structure du fil DYNAMET est homogène et sa recristallisation est généralisée à tout le volume du produit, ce qui n'est pas le cas dans le fil ALLVAC étiré-recuit par BROWN EUROPE. L'enchaînement des opérations d'étirage et de recuit, et/ou les modalités de recuit, sont optimisées dans le cas du fil DYNAMET.

On peut supposer aussi qu'il existe une interdépendance entre les gradations structurales du fil machine ALLVAC initial avec celles du même fil étiré à froid puis recuit. La structure granulaire initiale du fil ALLVAC est vraisemblablement trop hétérogène pour conduire à des résultats satisfaisants sur fil étiré-recuit.

Cela impliquerait que la structure granulaire initiale du fil machine doive être parfaitement homogène avant de poursuivre sur des opérations avalées (étirage, recuit...). Comme la structure finale à obtenir est recristallisée à grains de taille moyenne centrée sur 5 à 7 microns environ, il est vraisemblablement nécessaire que celle initiale soit homogène à grains quasi-micrométriques.

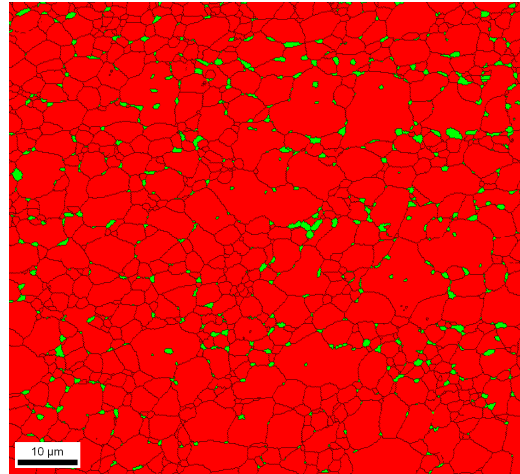
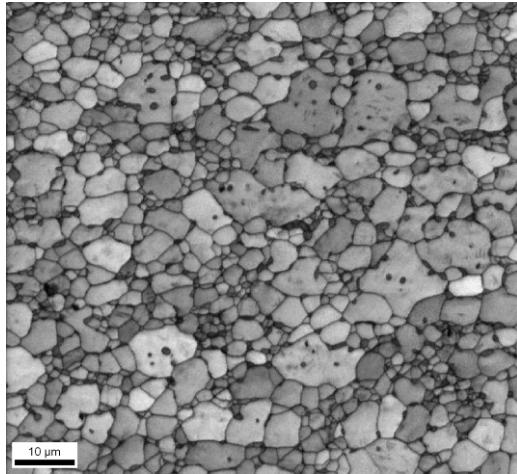
5. ANNEXES

**ANNEXE 1 : EXAMENS EN MICROSCOPIE ELECTRONIQUE DE LA
STRUCTURE EN SENS LONG DU FIL DIAMETRE 5.8 MM ETIRE-RASE PAR
BROWN EUROPE**

Annexe 1a : Fil d'alliage TA6V étiré au diamètre 5.8 mm par BROWN EUROPE
Examen structural MEB-EBSD en sens long

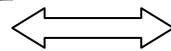
Indice de qualité de diffraction (x1000)

Cartographies de phases (x1000)

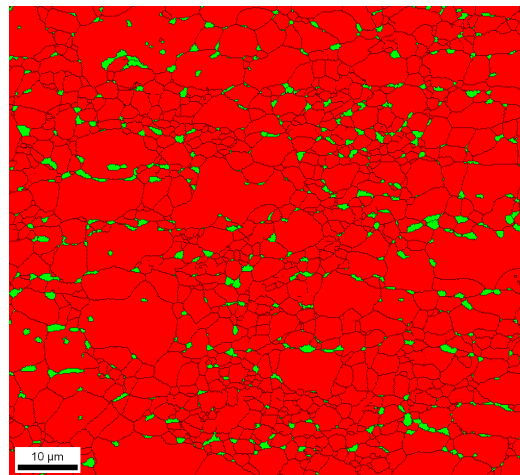
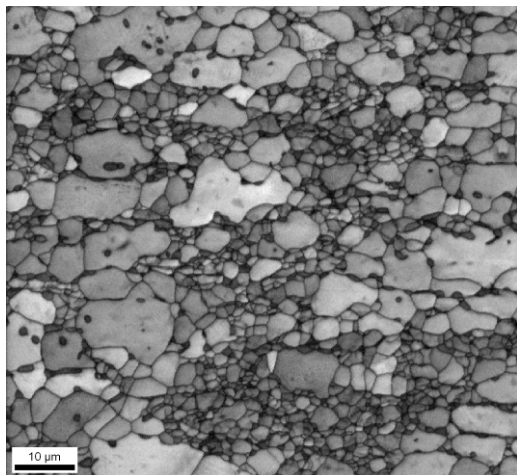


Périphérie

5% phase beta

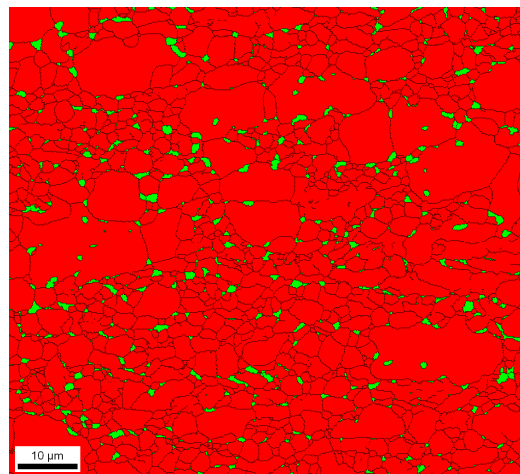
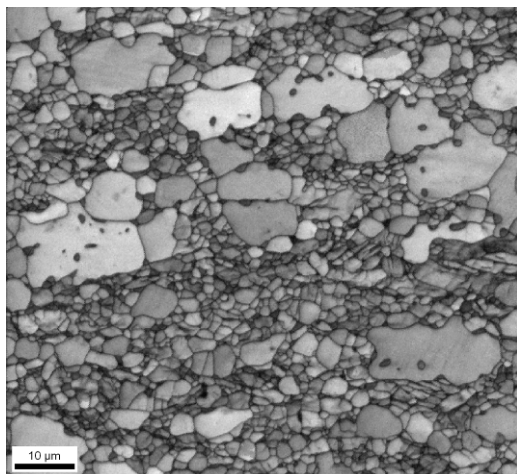


Sens long



Mi-rayon

5,6% phase beta



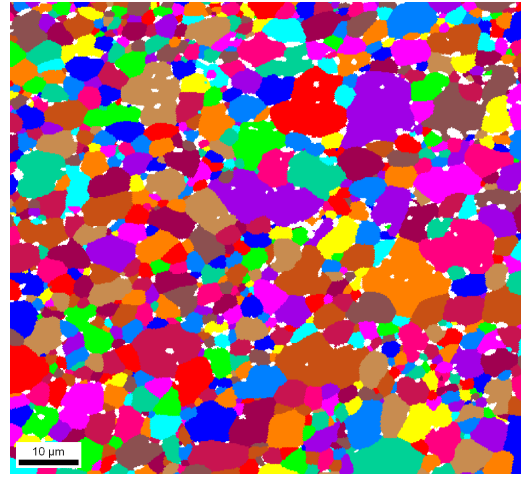
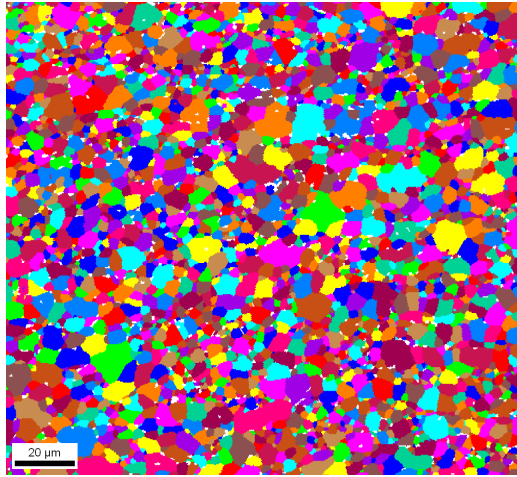
Centre

4,6% phase beta

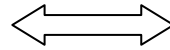
Annexe 1b : Fil d'alliage TA6V étiré au diamètre 5.8 mm par BROWN EUROPE
Examen structural MEB-EBSD en sens long _ Structure granulaire
(Les joints de grain sont définis par des désorientations angulaires $\geq 5^\circ$)

(x500)

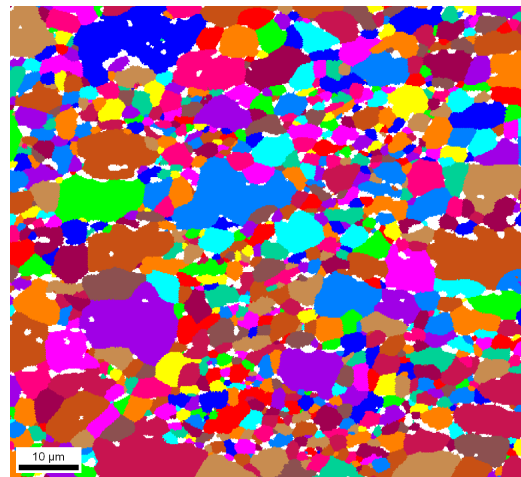
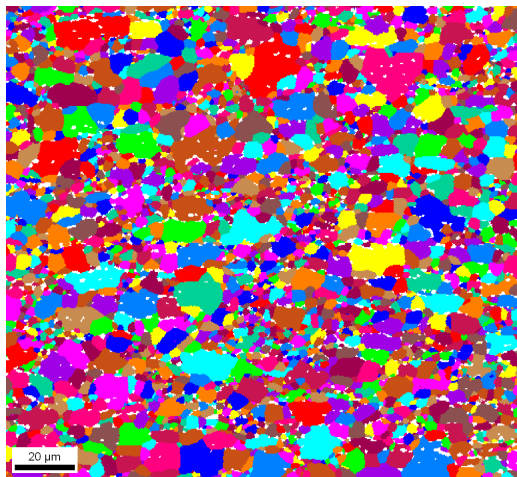
(x1000)



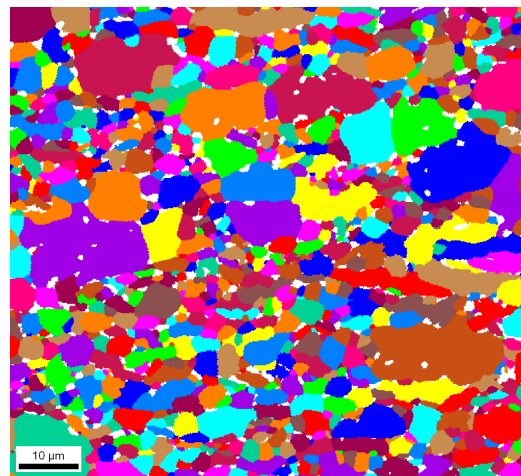
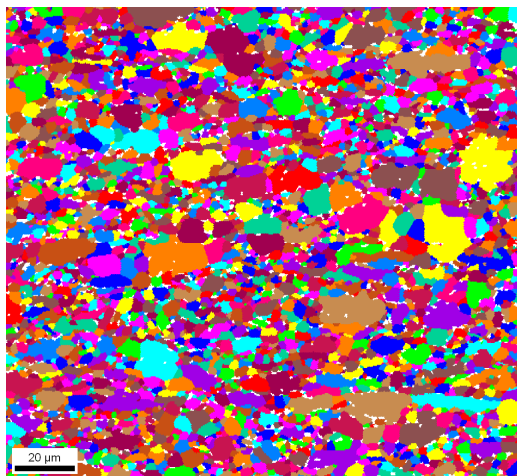
Périphérie



Sens long

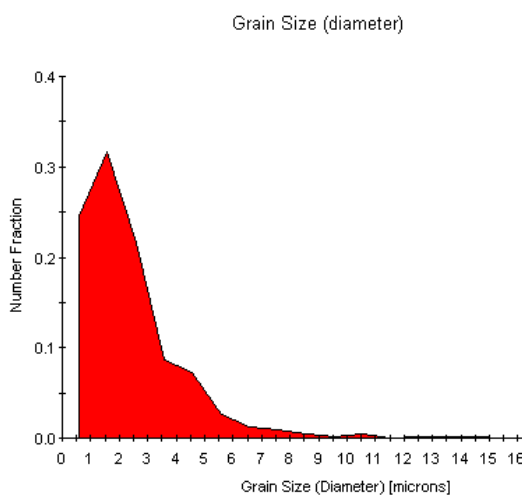
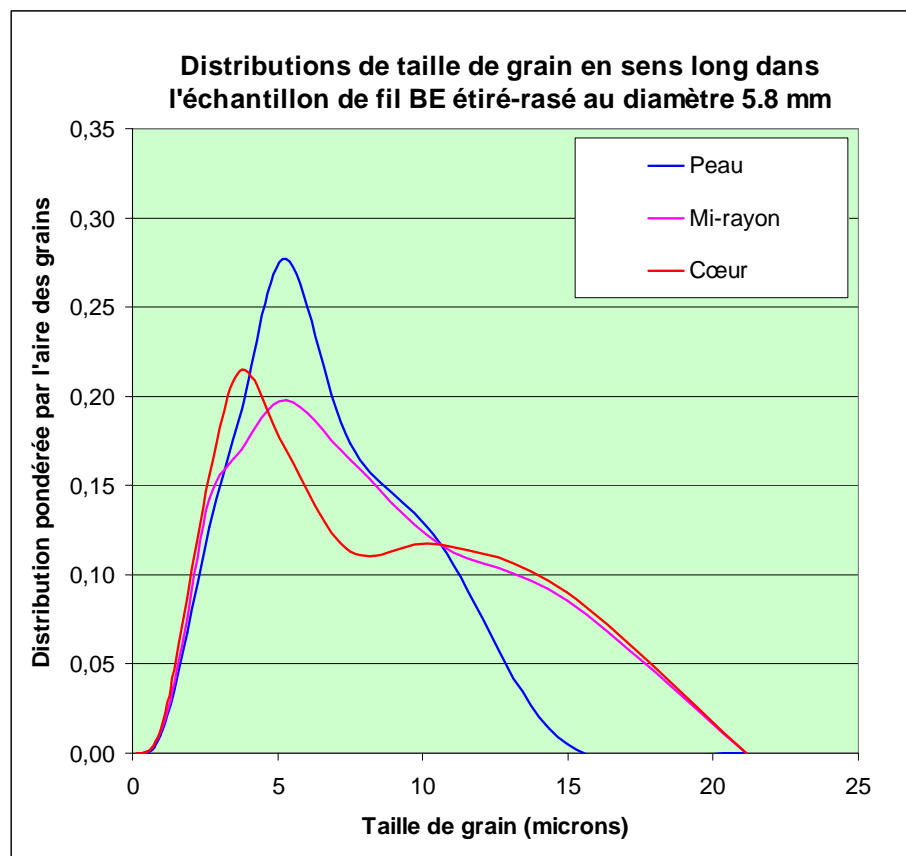


Mi-rayon

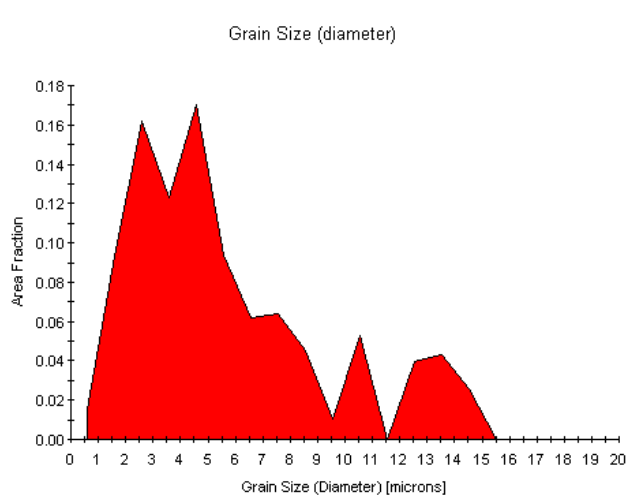


Centre

Annexe 1c : Fil d'alliage TA6V étiré au diamètre 5.8 mm par BROWN EUROPE
Examen structural MEB-EBSD en sens long _ Cotation de taille de grain



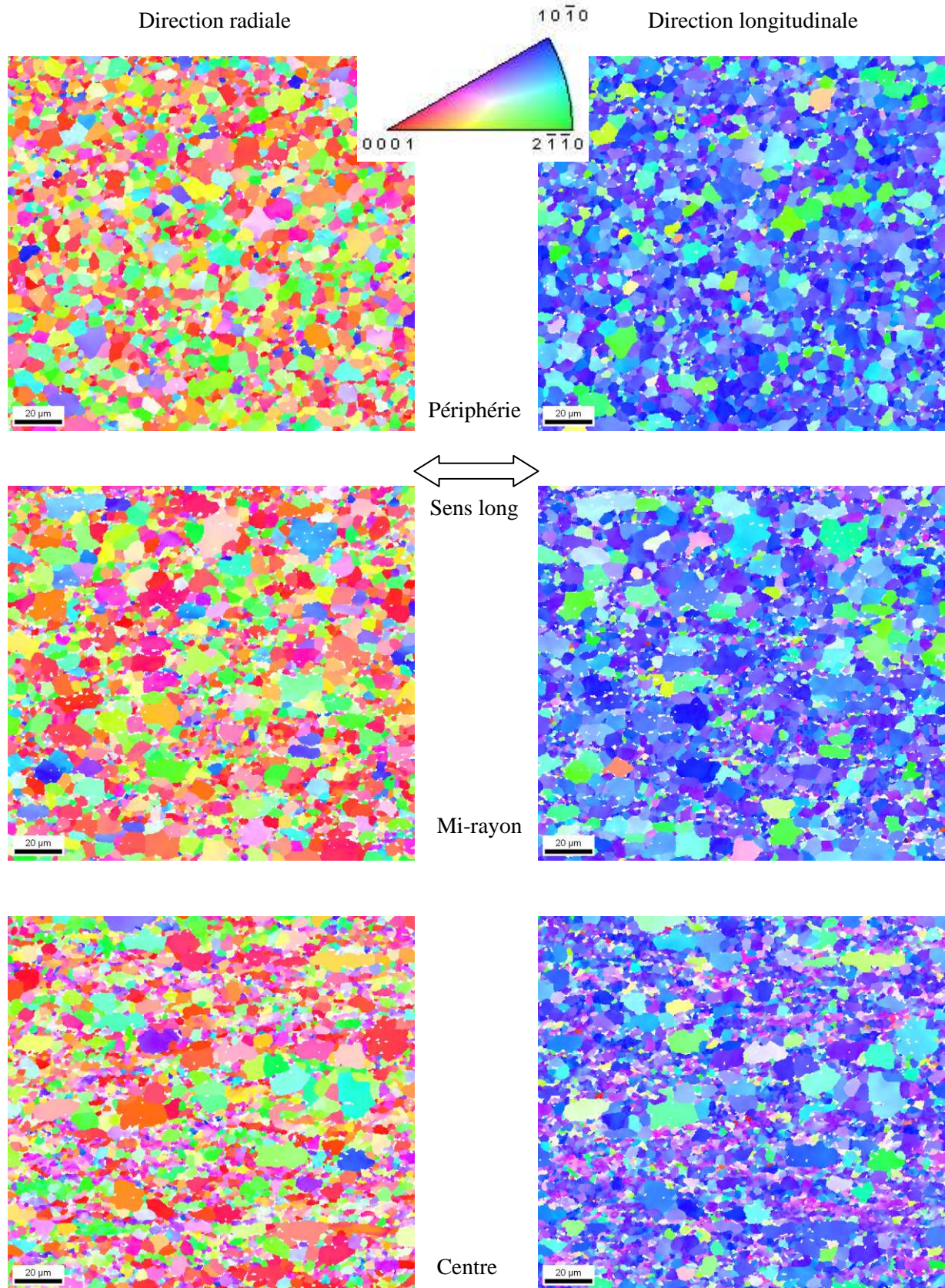
Distribution de la population par taille



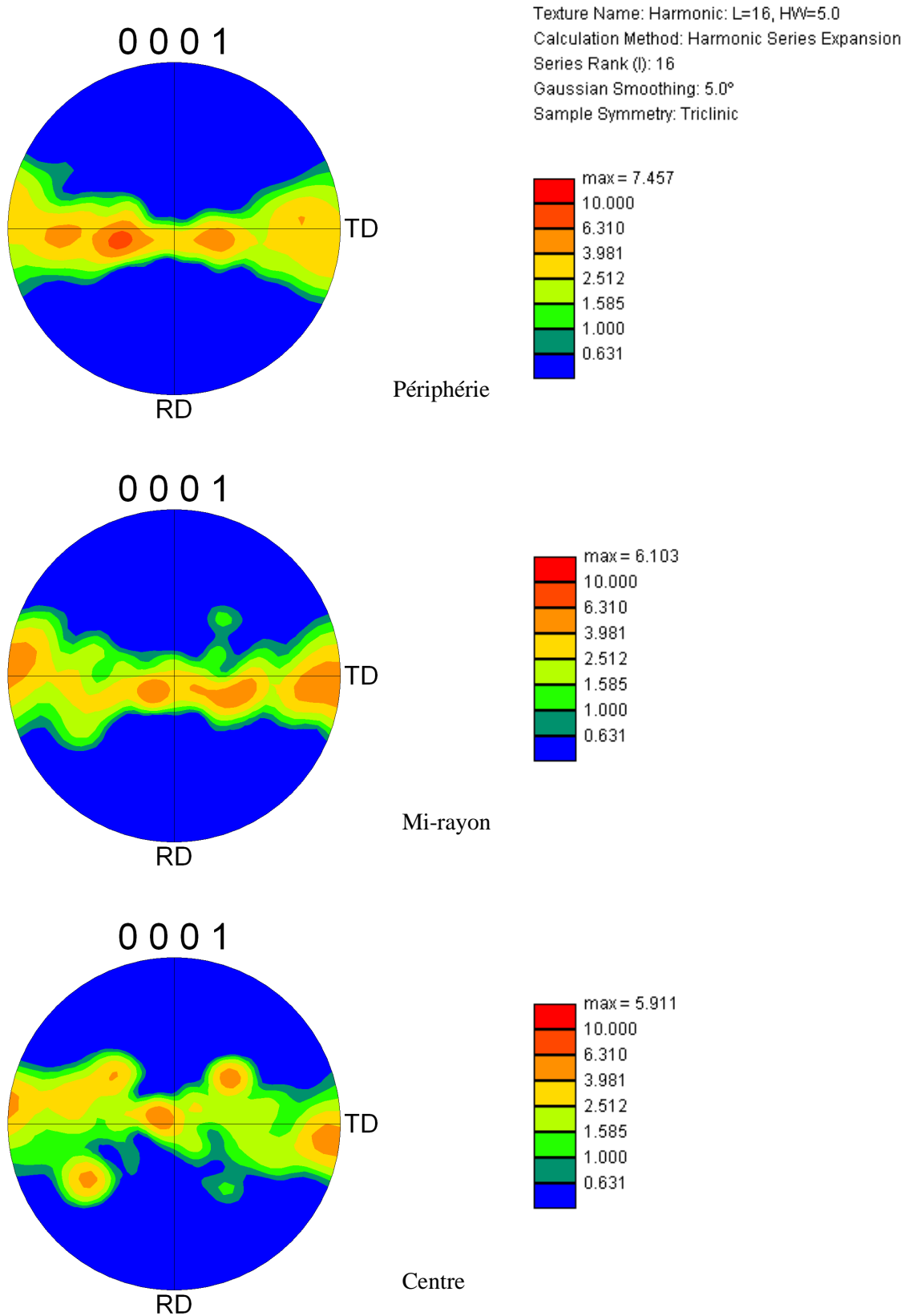
Distribution pondérée par l'aire des grains

Exemple de distribution de taille en position mi-rayon

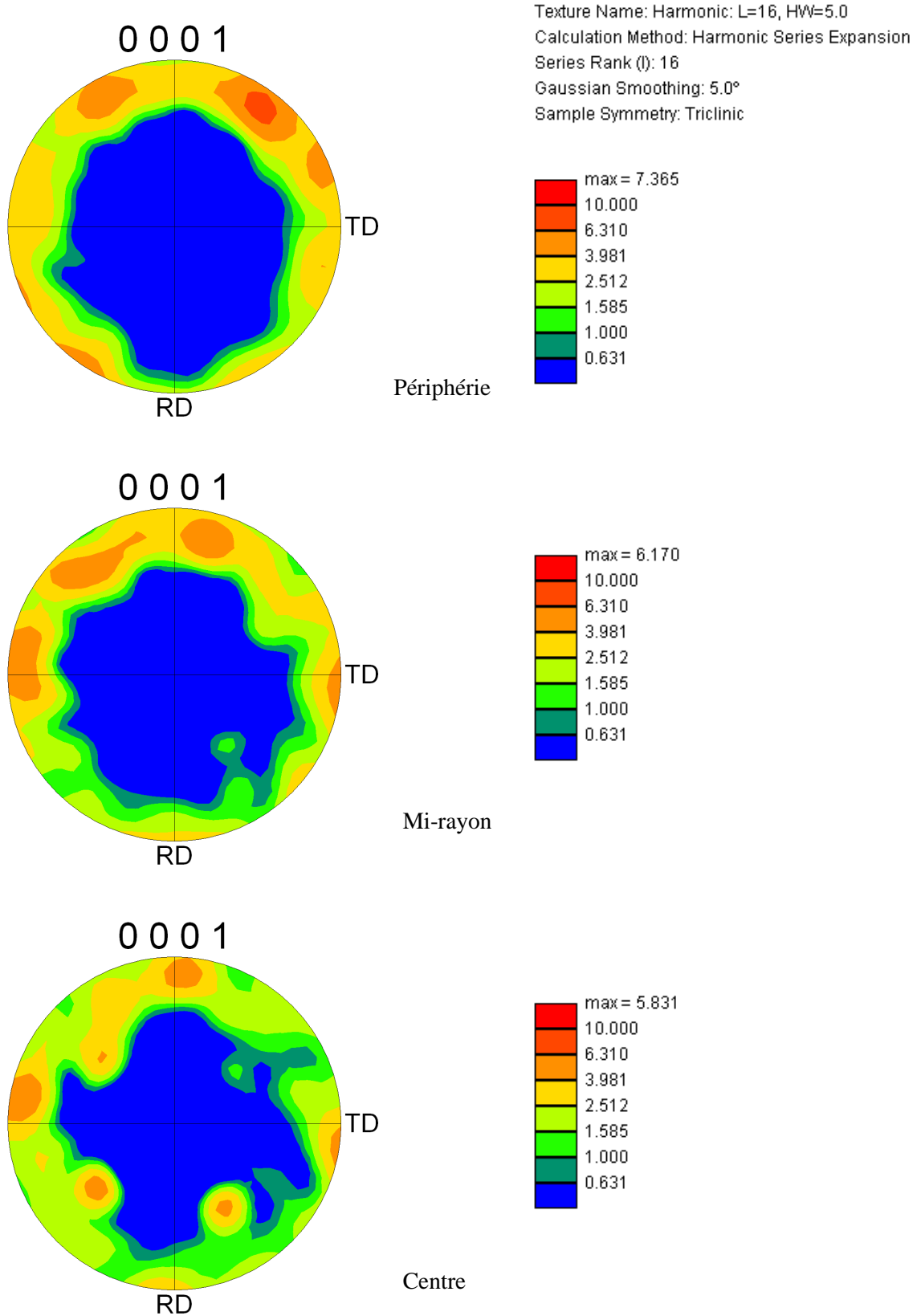
Annexe 1d : Fil d'alliage TA6V étiré au diamètre 5.8 mm par BROWN EUROPE
Examen structural MEB-EBSD en sens long _ Cartographies d'orientation de la phase alpha
 (Grandissement x500 et code couleur selon le référentiel de directions cristallographiques ci-dessous)



Annexe 1e : Fil d'alliage TA6V étiré au diamètre 5.8 mm par BROWN EUROPE
Examen structural MEB-EBSD en sens long _ Figures de pôles (0001) de la phase alpha
 Analyse en direction radiale (RD//sens long) _ Grandissement x500

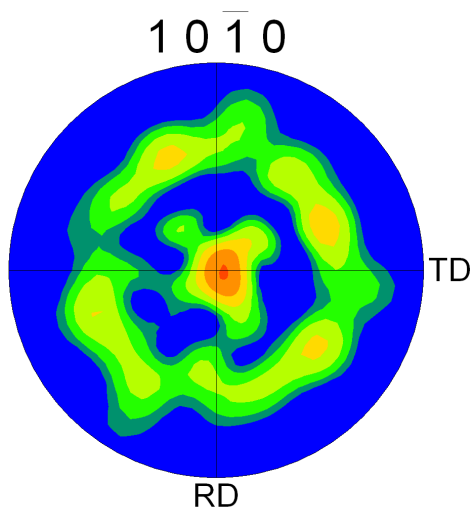
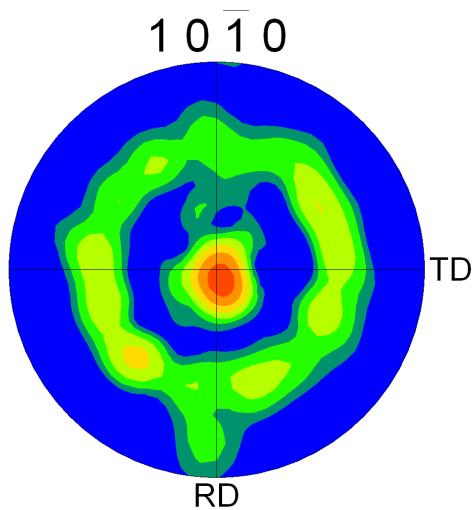
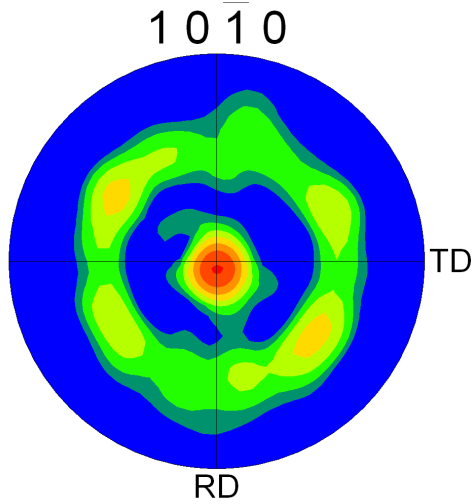


Annexe 1f : Fil d'alliage TA6V étiré au diamètre 5.8 mm par BROWN EUROPE
Examen structural MEB-EBSD en sens long _ Figures de pôles (0001) de la phase alpha
 Analyse en direction longitudinale (RD//rayon) _ Grandissement x500



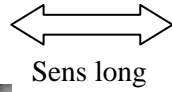
Annexe 1g : Fil d'alliage TA6V étiré au diamètre 5.8 mm par BROWN EUROPE
Examen structural MEB-EBSD en sens long _ Figures de pôles (10-10) de la phase alpha
 Analyse en direction longitudinale (RD//rayon) _ Grandissement x500

Texture Name: Harmonic: L=16, HW=5.0
 Calculation Method: Harmonic Series Expansion
 Series Rank (I): 16
 Gaussian Smoothing: 5.0°
 Sample Symmetry: Triclinic



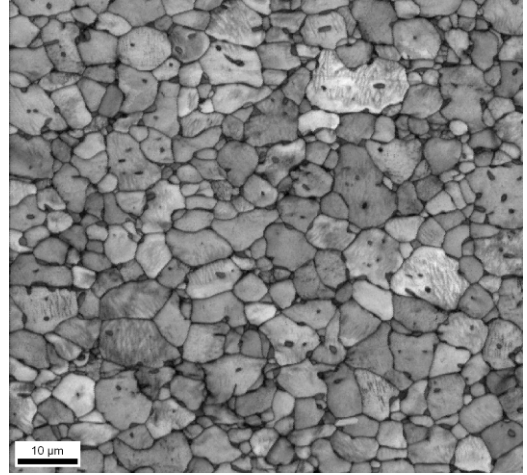
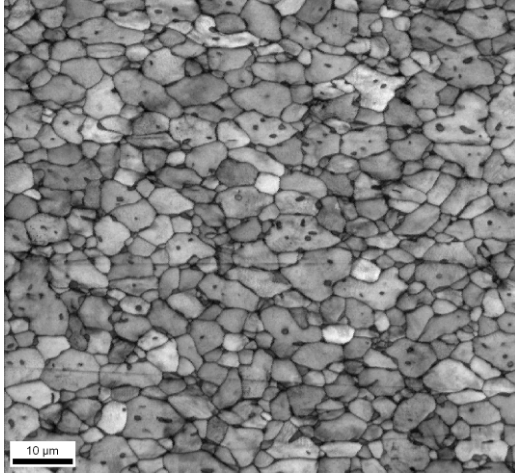
Annexe 1h : Fils d'alliage TA6V de diverses fournitures
Examen structural MEB-EBSD en sens long
Indices de qualité de diffraction (x 1000)

Périphérie

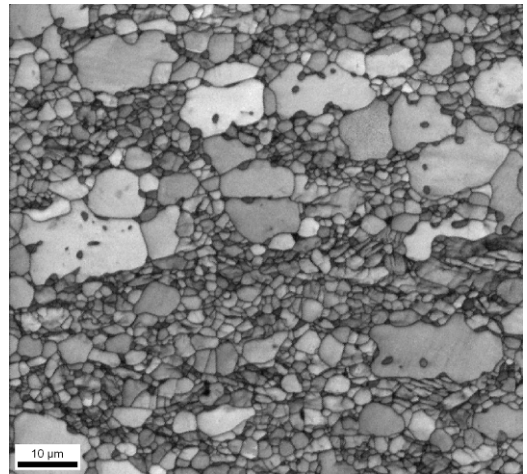
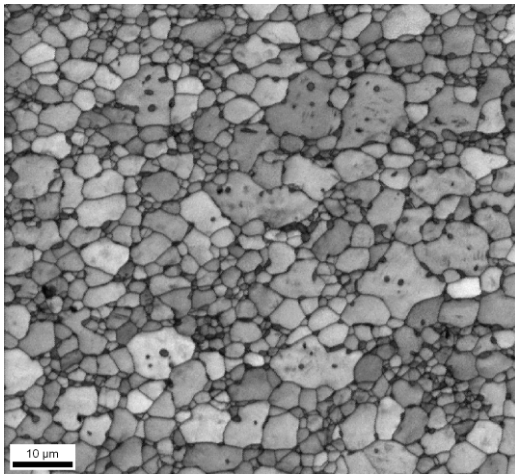


Cœur

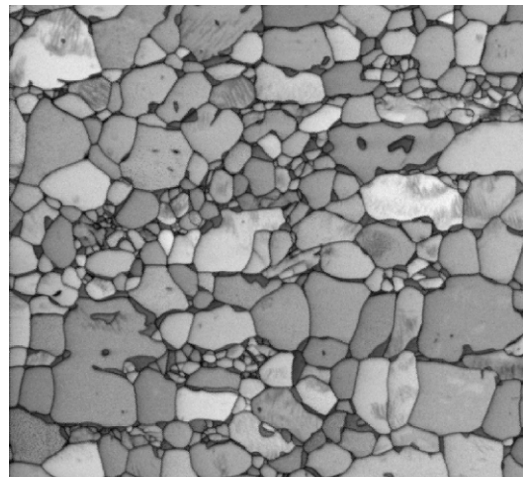
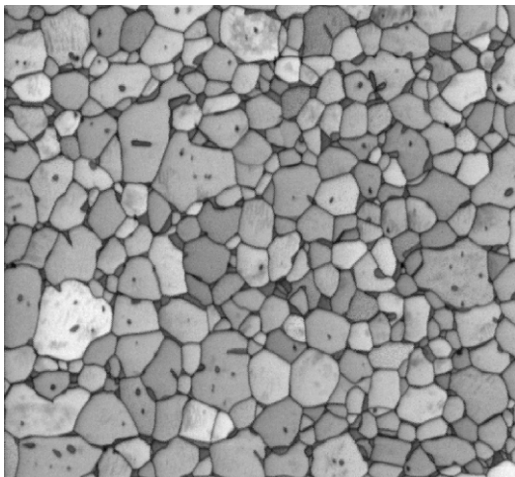
Sens long



Fil DYNAMET diamètre 6.2 mm



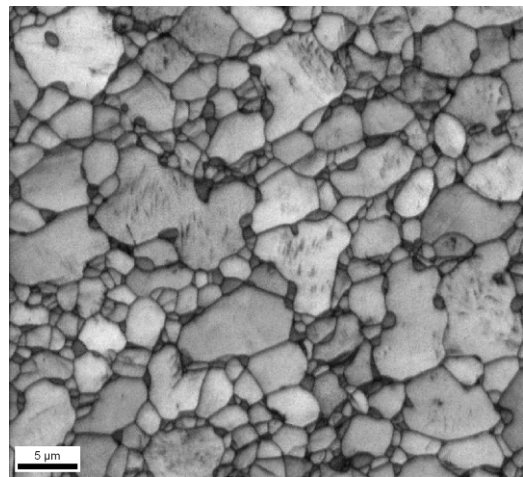
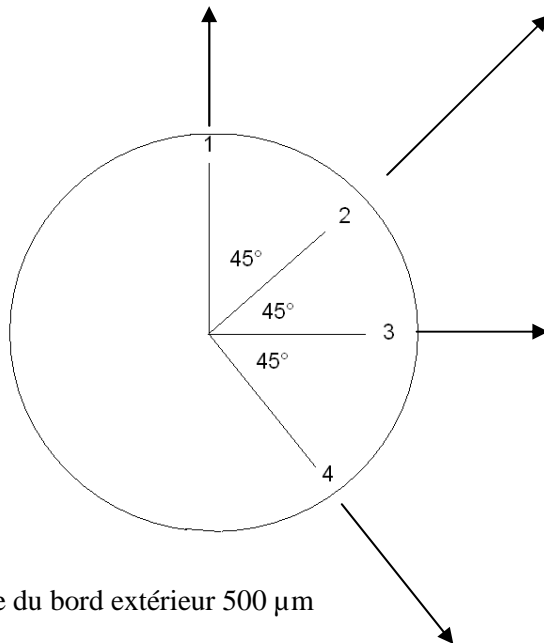
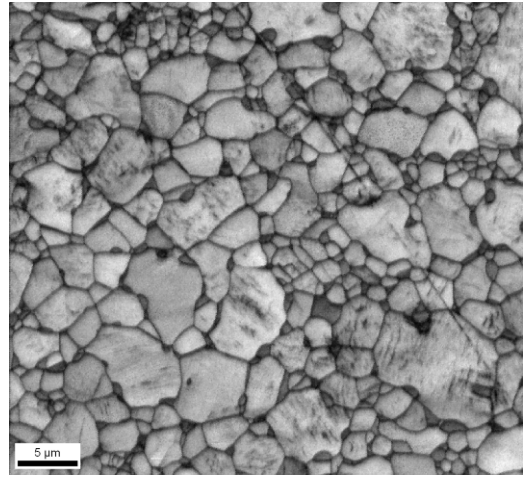
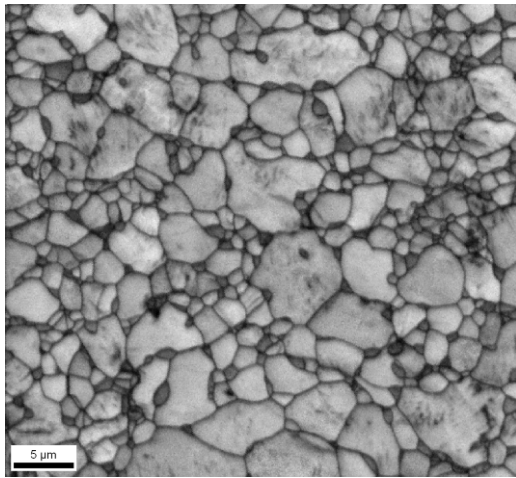
Fil ALLVAC étiré-rasé au diamètre 5.8 mm et recuit à 800°C



Fil ALLVAC étiré en 2 passes à froid au diamètre 5.5 mm et recuit à 860°C

**ANNEXE 2 : EXAMENS EN MICROSCOPIE ELECTRONIQUE DE LA
STRUCTURE EN SENS TRAVERS DU FIL DIAMETRE 5.8 MM ETIRE-RASE
PAR BROWN EUROPE**

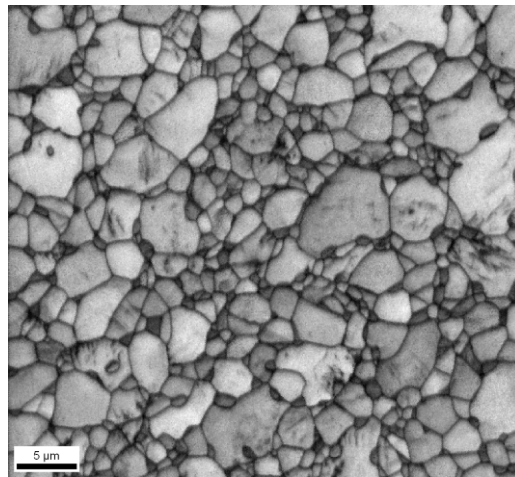
Annexe 2a : Fil d'alliage TA6V étiré au diamètre 5.8 mm par BROWN EUROPE
Examen structural MEB-EBSD en sens travers _ Indice de qualité de diffraction (x2000)



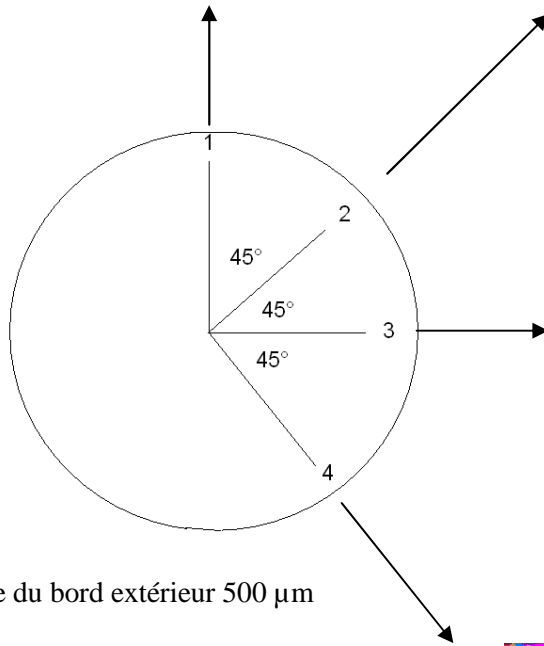
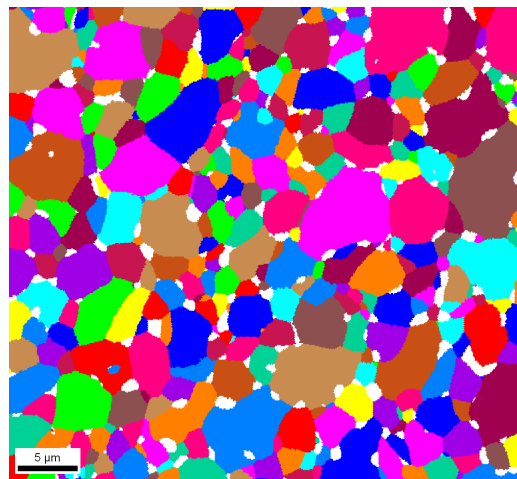
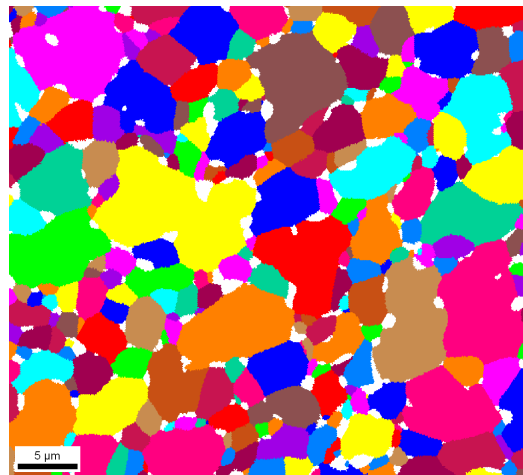
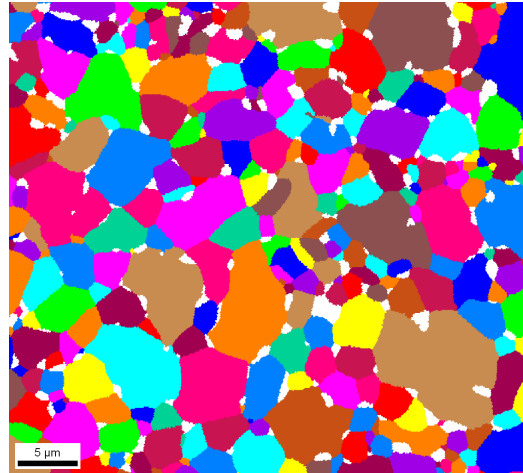
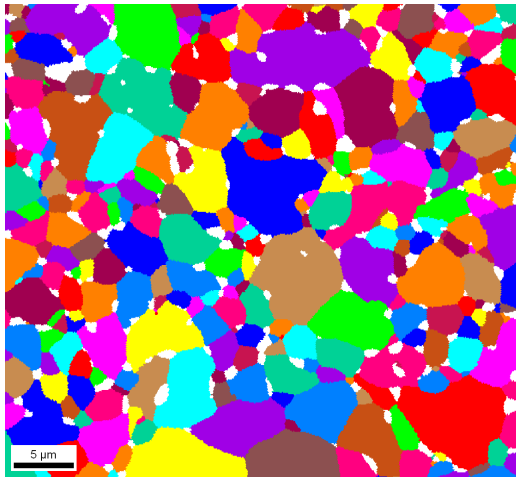
Distance du bord extérieur 500 μm

- Position 1 référence 0°
- Position 2 45°
- Position 3 90°
- Position 4 135°

L'orientation haut-bas des cartographies correspond à une direction radiale de la barre.



Annexe 2b : Fil d'alliage TA6V étiré au diamètre 5.8 mm par BROWN EUROPE
Examen structural MEB-EBSD en sens travers _ Structure granulaire (x2000)
 (Les joints de grain sont définis par des désorientations angulaires $\geq 5^\circ$)



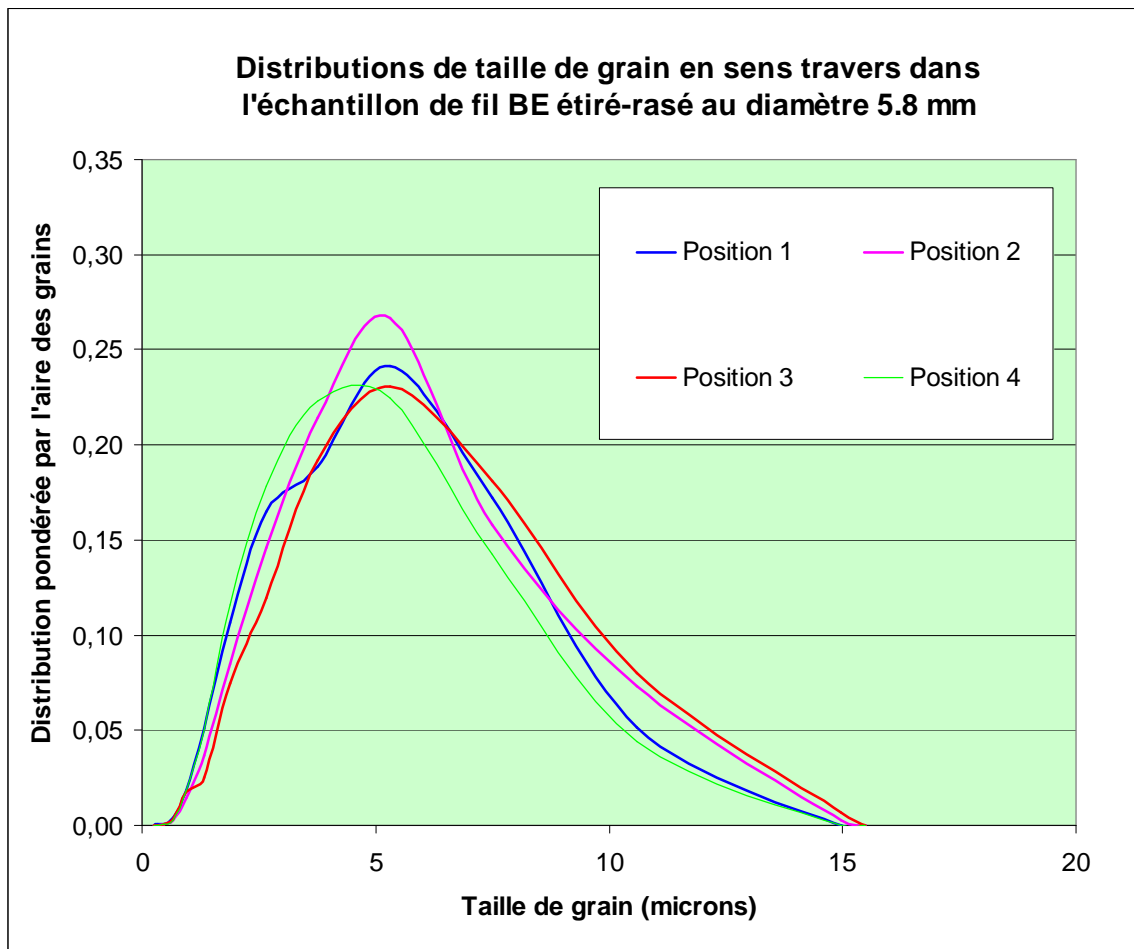
Distance du bord extérieur 500 μm

- Position 1 référence 0°
- Position 2 45°
- Position 3 90°
- Position 4 135°

L'orientation haut-bas des cartographies correspond à une direction radiale de la barre.

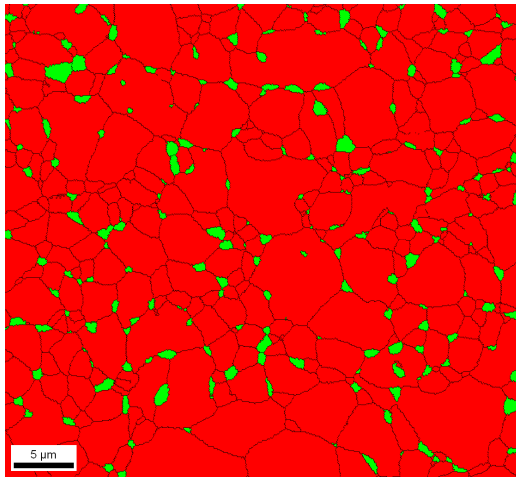


**Annexe 2c : Fil d'alliage TA6V étiré au diamètre 5.8 mm par BROWN EUROPE
Examen structural MEB-EBSD en sens travers _ Cotation de taille de grain**

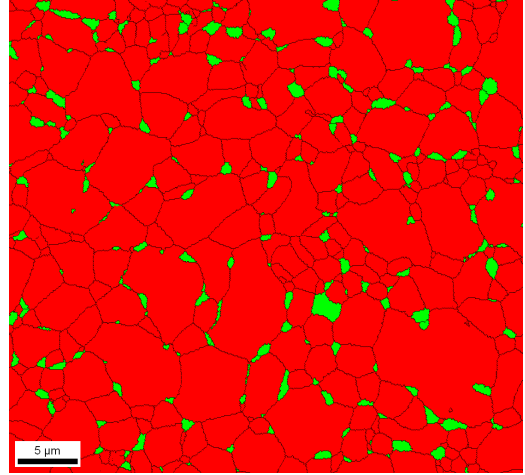


Fil BE étiré-rasé au diam. 5.8 mm, sens travers : Taille moyenne des grains (microns)					
	Position 1	Position 2	Position 3	Position 4	Moyenne
Population	2,11	2,36	2,20	2,17	2,21
Aire	4,40	4,64	4,86	4,12	4,50

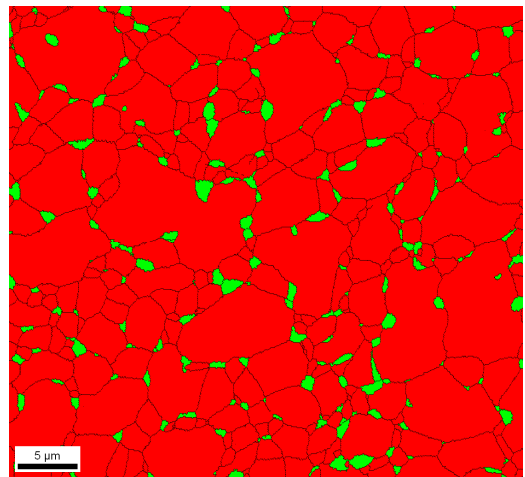
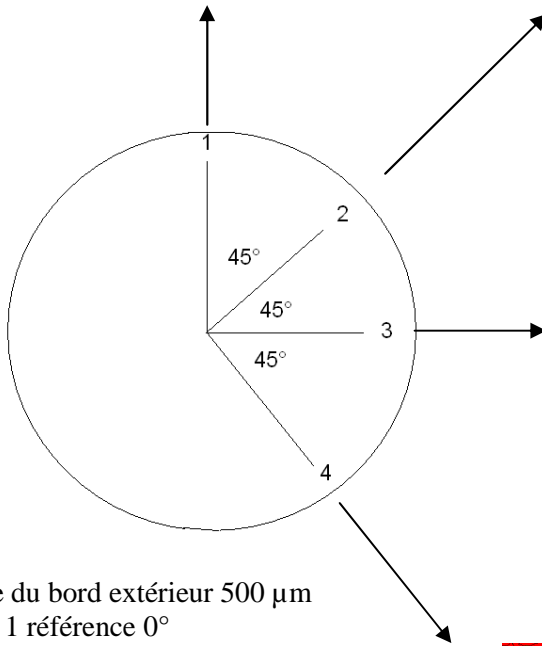
**Annexe 2d : Fil d'alliage TA6V étiré au diamètre 5.8 mm par BROWN EUROPE
Examen structural MEB-EBSD en sens travers _ Cartographies de phases (x2000)**



5% phase beta



5,1% phase beta



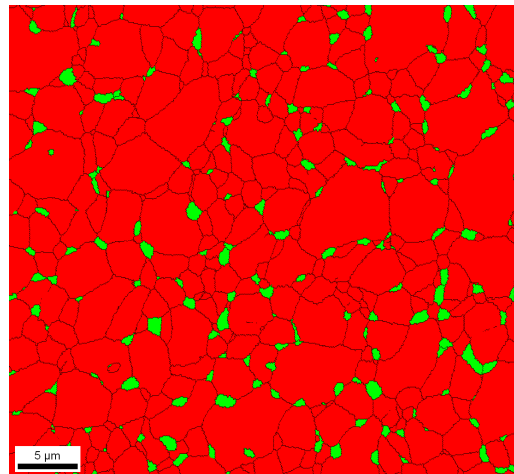
5% phase beta

Distance du bord extérieur 500 µm
 Position 1 référence 0°
 Position 2 45°
 Position 3 90°
 Position 4 135°

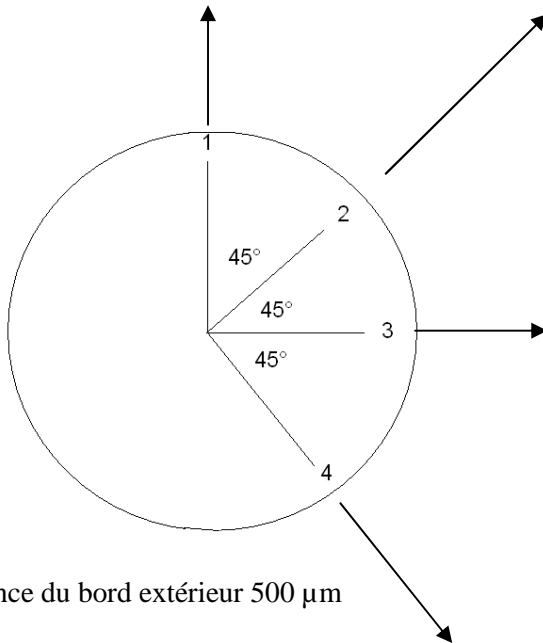
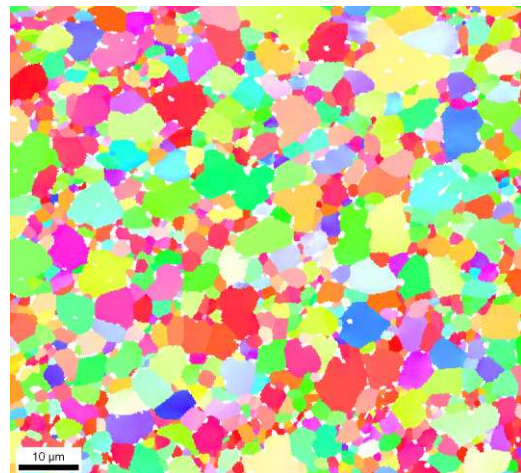
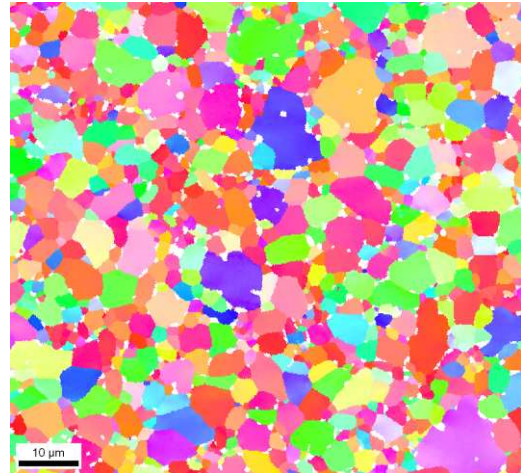
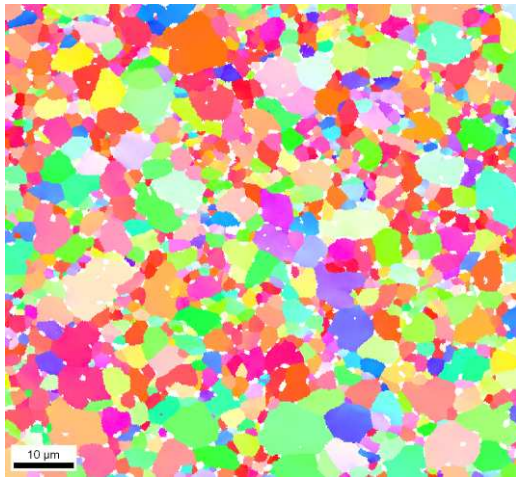
L'orientation haut-bas des cartographies correspond à une direction radiale de la barre.



4,9% phase beta



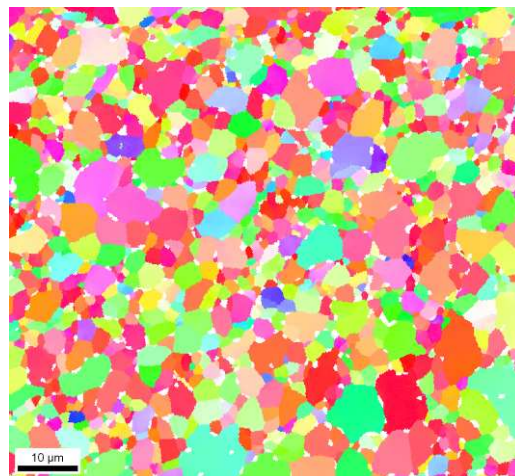
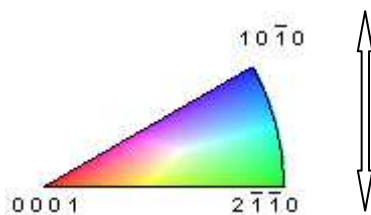
Annexe 2e : Fil d'alliage TA6V étiré au diamètre 5.8 mm par BROWN EUROPE
Examen structural MEB-EBSD en sens travers _ Cartographies d'orientation de la phase alpha
 (Grandissement x1000 et code couleur selon le référentiel de directions cristallographiques ci-dessous)
 Analyse en direction radiale



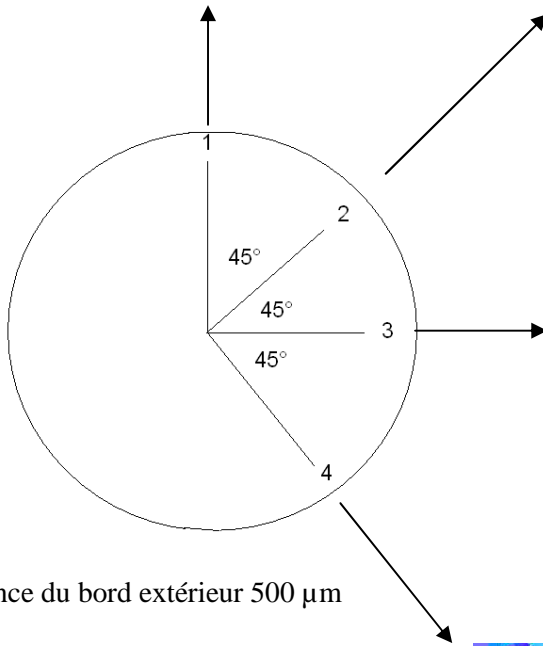
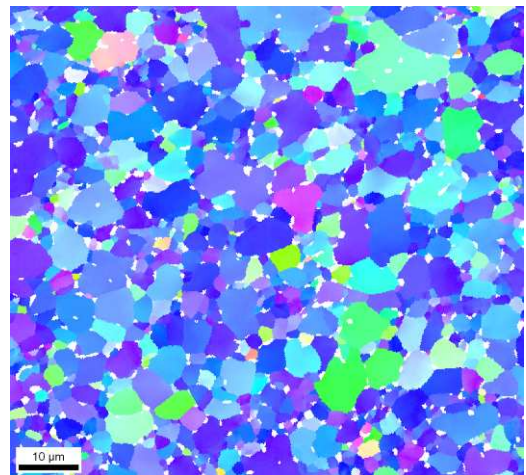
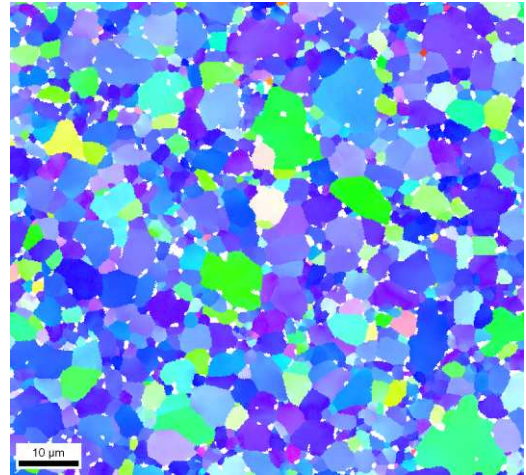
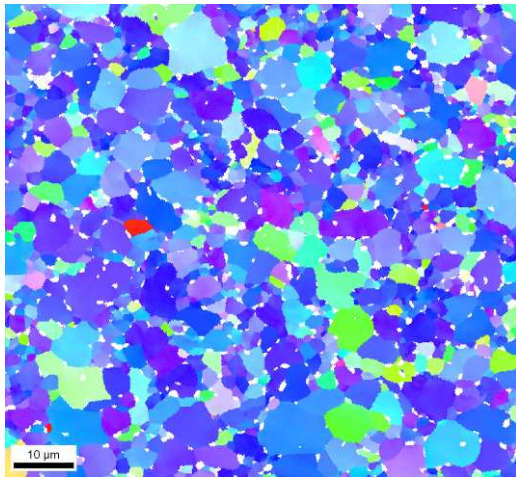
Distance du bord extérieur 500 μm

- Position 1 référence 0°
- Position 2 45°
- Position 3 90°
- Position 4 135°

L'orientation haut-bas des cartographies correspond à une direction radiale de la barre.



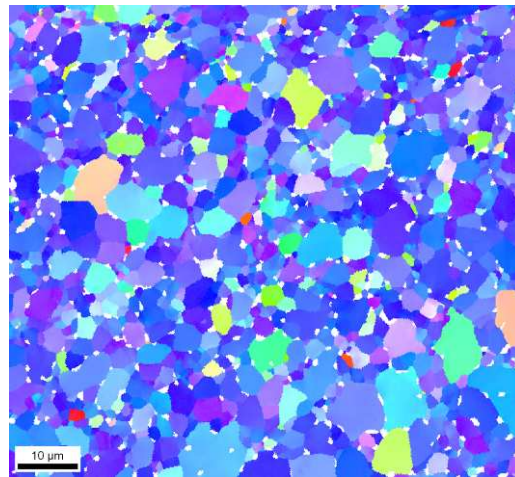
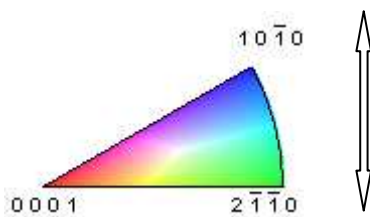
Annexe 2f : Fil d'alliage TA6V étiré au diamètre 5.8 mm par BROWN EUROPE
Examen structural MEB-EBSD en sens travers _ Cartographies d'orientation de la phase alpha
 (Grandissement x1000 et code couleur selon le référentiel de directions cristallographiques ci-dessous)
 Analyse en direction longitudinale



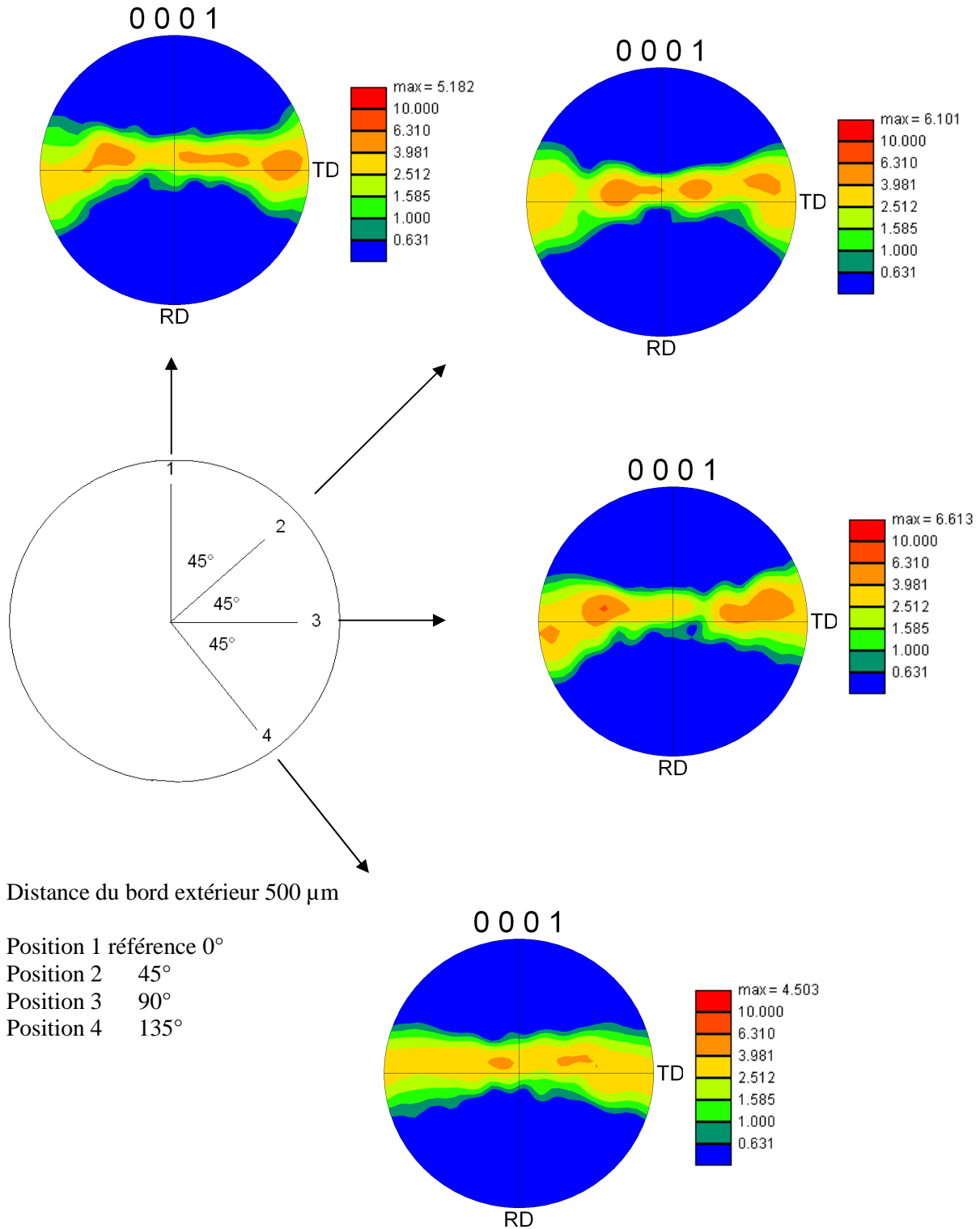
Distance du bord extérieur 500 µm

- Position 1 référence 0°
- Position 2 45°
- Position 3 90°
- Position 4 135°

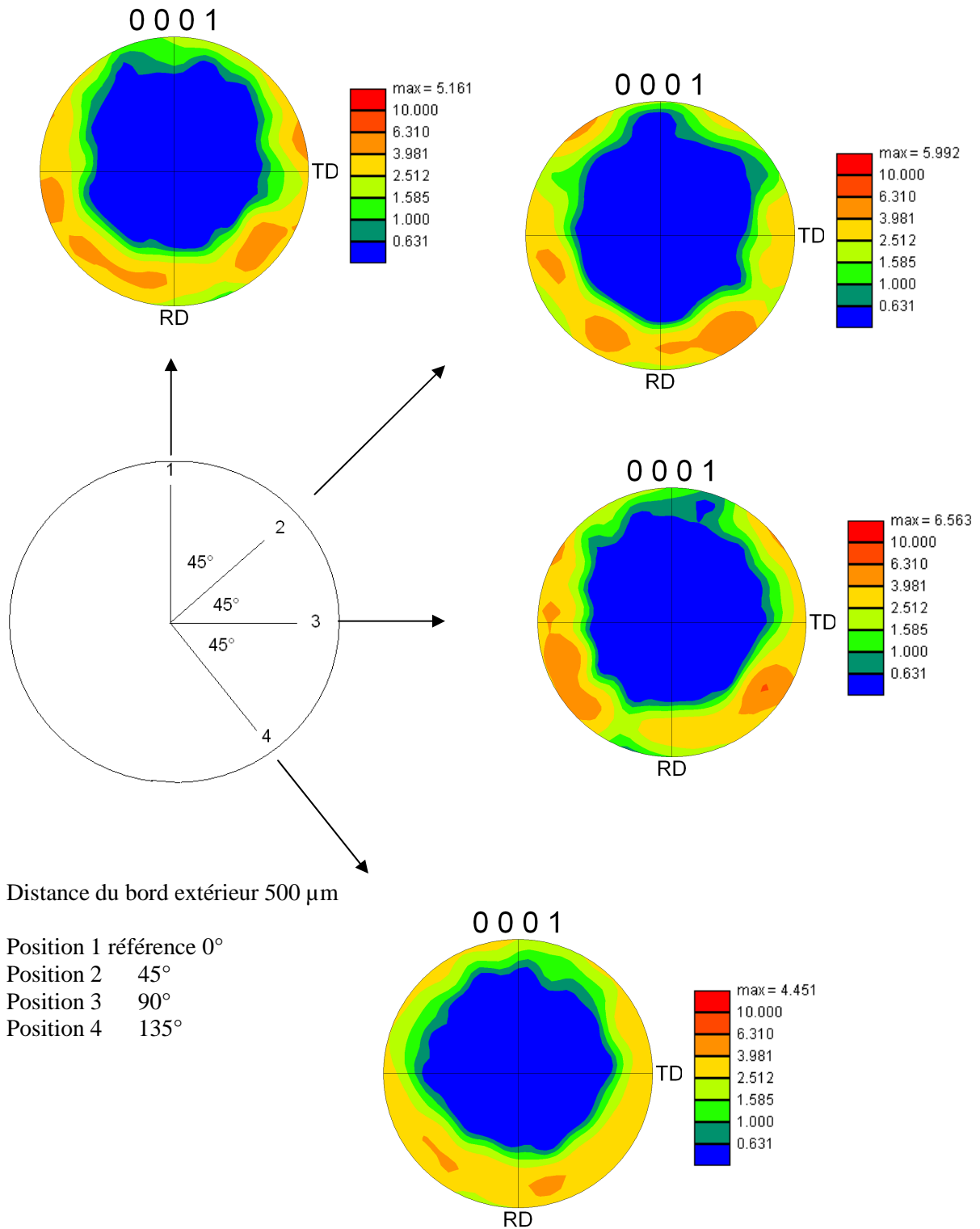
L'orientation haut-bas des cartographies correspond à une direction radiale de la barre.



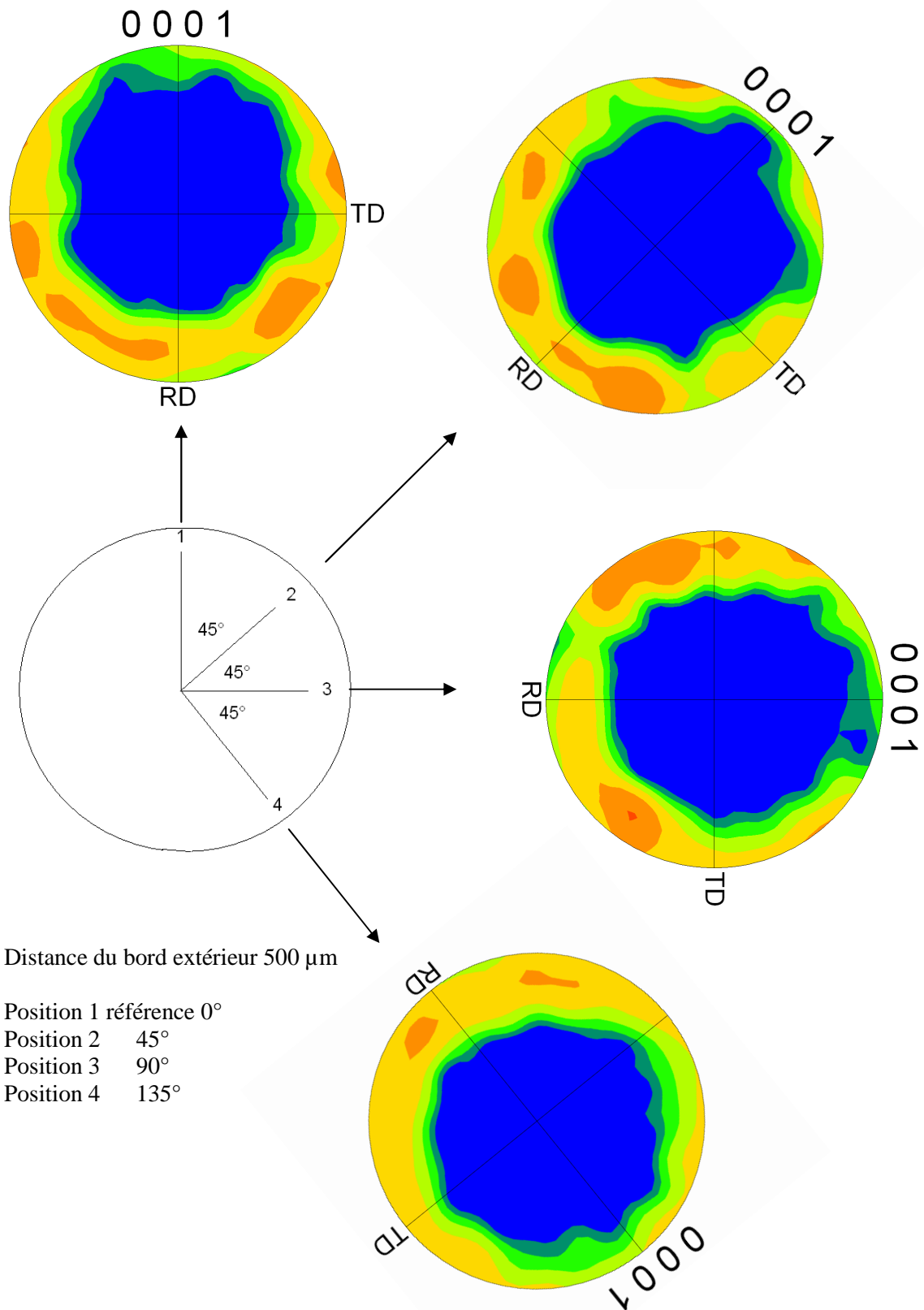
Annexe 2g : Fil d'alliage TA6V étiré au diamètre 5.8 mm par BROWN EUROPE
Examen structural MEB-EBSD en sens travers _ Figures de pôles (0001) de la phase alpha
 Analyse en direction radiale (RD//sens long) _ Grandissement x500



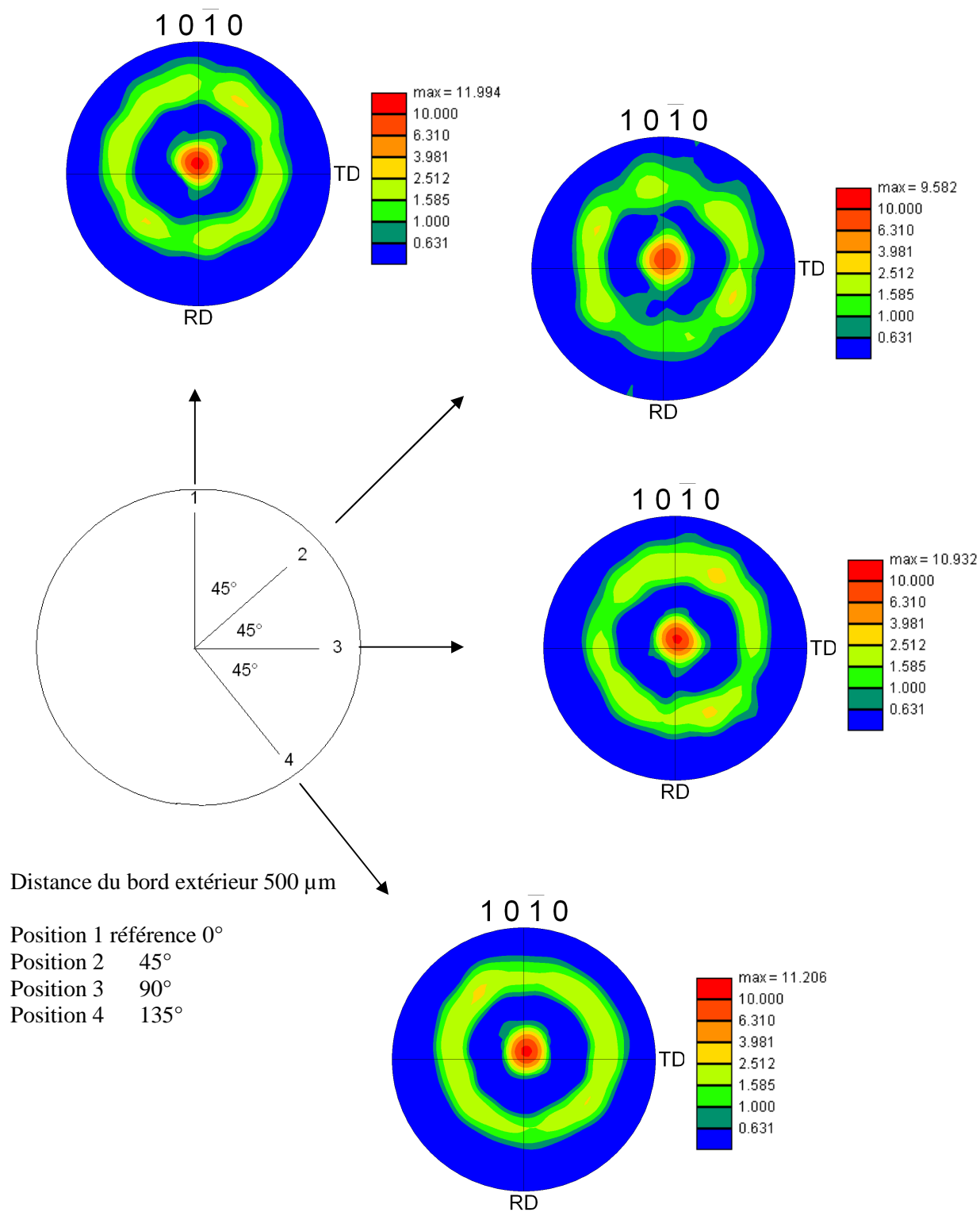
Annexe 2h : Fil d'alliage TA6V étiré au diamètre 5.8 mm par BROWN EUROPE
Examen structural MEB-EBSD en sens travers _ Figures de pôles (0001) de la phase alpha
 Analyse en direction longitudinale (RD//rayon) _ Grandissement x500



Annexe 2i : Fil d'alliage TA6V étiré au diamètre 5.8 mm par BROWN EUROPE
Examen structural MEB-EBSD en sens travers _ Figures de pôles (0001) de la phase alpha
 Analyse en direction longitudinale (RD//rayon) _ Grandissement x500



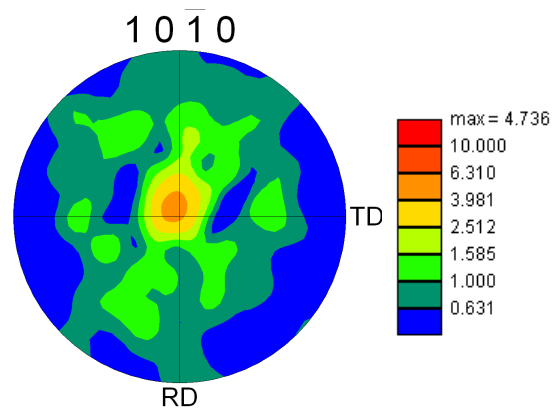
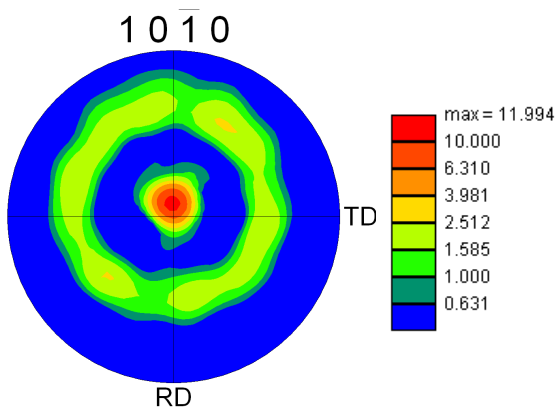
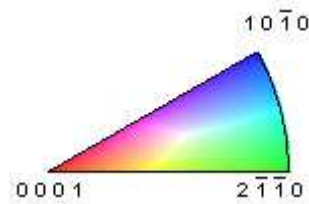
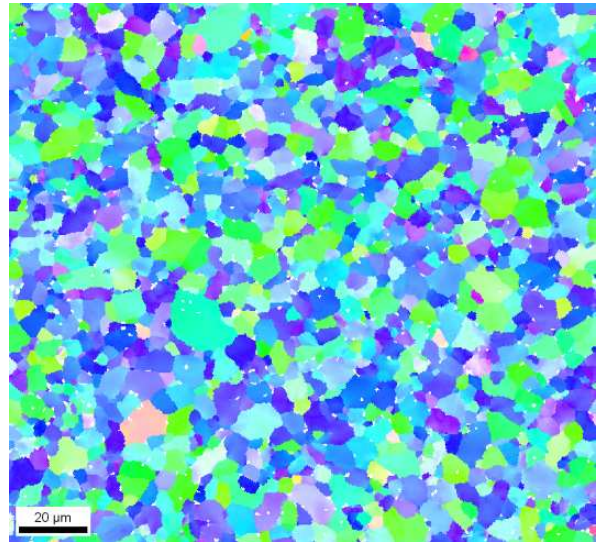
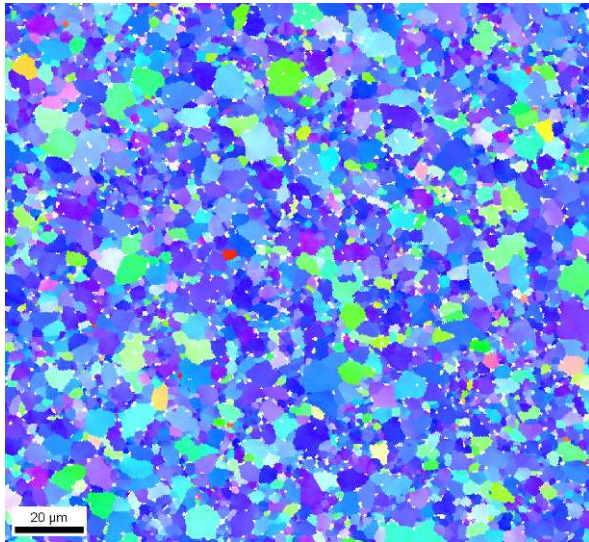
Annexe 2j : Fil d'alliage TA6V étiré au diamètre 5.8 mm par BROWN EUROPE
Examen structural MEB-EBSD en sens travers _ Figures de pôles (10-10) de la phase alpha
 Analyse en direction longitudinale (RD//rayon) _ Grandissement x500



Annexe 2k : Comparaison des cartographies d'orientation de la phase alpha dans un fil DYNAMET et le fil d'alliage TA6V étiré au diamètre 5.8 mm par BROWN EUROPE
Examen structural MEB-EBSD en sens travers
 (Grandissement x500 et code couleur selon le référentiel de directions cristallographiques ci-dessous)
 Analyse en direction longitudinale

Fil étiré par BROWN EUROPE

Fil DYNAMET diamètre 6.2 mm



Annexe 21 : Fil d'alliage TA6V étiré au diamètre 5.8 mm par BROWN EUROPE
Examen structural MEB-EBSD _ Diagrammes résumés

