



ERAMET
RESEARCH

48.12.063-JM

Trappes, le 04/04/2012

**CARACTERISATION MEB-EBSD D'UNE BARRE D'ALLIAGE TA6V DIAMETRE
13,92 MM ETIREE A 600 °C SUR L'INSTALLATION DE FORECREU**

ETUDE N° 23300 / 2566

DISTRIBUTION :

AUBERT & DUVAL

ERASTEEL

D. BECHET
M. DECROSONNIERE
P. DELABORDE
C. DUMONT
P. HERITIER
Y. LE COLLEN
O. LURDOS


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

BROWN EUROPE

ERAMET RESEARCH

G. ROUSSILHE

C. GOUNY
Ch. PETIT
T. WALLMACH
Documentation

Auteur : J. MONTAGNON	Approbateur : B. LABOUDIGUE
	

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

RÉSUMÉ-CONCLUSIONS :

INTRODUCTION

L'expertise a pour objet l'analyse structurale selon les directions longitudinale et transversale d'une barre d'alliage TA6V de diamètre 13,92 mm (repère G2) étirée à 600 °C sur l'installation R&D de la société FORECREU. L'expertise comporte une analyse des structures granulaires et des textures à l'aide du MEB-FEG d'ERAMET RESEARCH.

CONCLUSIONS

La structure granulaire de cette barre étirée à 600 °C puis traitée par recuit à 730 °C présente un aspect dual, de grains recristallisés sur un fond de grains écrouis. Les grains recristallisés tendent vers un aspect équiaxe tandis que les grains écrouis sont nettement de forme allongée. La taille de grain observée en sens long est centrée sur un diamètre moyen de 6,5 micron si on considère la distribution pondérée par l'aire. La distribution est centrée sur 4,5 microns en sens travers. La taille de grain est relativement homogène dans tout le volume de la barre.

Le recuit à 730 °C a stabilisé environ 9 % surfacique d'îlots de phase beta.

Les intensités maximales associées aux figures de pôles (0001) et (10-10) prennent des valeurs relativement élevées, en particulier lors des observations sur plan de coupe longitudinal. Les gros grains écrouis et étirés en sens long influent en ce sens, et la composante de texture (0001) <10-10> est marquée : on observe une forte isotropie entre la section de la barre et le sens long. Néanmoins, le spectre de distribution de la direction <0001> est relativement bien dispersé dans le plan de section qui présente donc un aspect relativement isotrope.

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 0 : Examens en microscopie électronique de la structure d'une barre diamètre 13,92 mm étirée à 600 °C et traitée par recuit à 730 °C</i>	<i>7</i>
<i>ANNEXE 1 : Examens en microscopie électronique de la structure en sens long d'une barre diamètre 13,92 mm étirée à 600 °C sur un banc de la société FORECREU puis recuite à 730 °C</i>	<i>9</i>
<i>ANNEXE 2 : Examens en microscopie électronique de la structure en sens travers d' une barre diamètre 13,92 mm étirée à 600 °C sur un banc de la société FORECREU puis recuite à 730 °C</i>	<i>17</i>

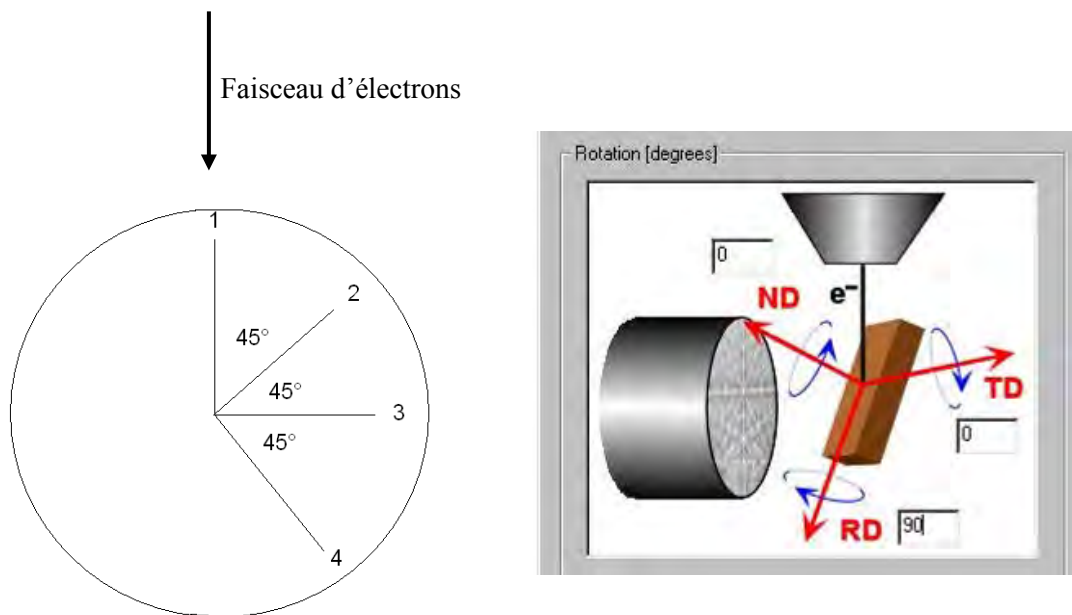
1. INTRODUCTION

L'expertise décrite dans ce rapport a pour objet l'analyse structurale selon les directions longitudinale et transversale d'une barre d'alliage TA6V de diamètre 13,92 mm (repère G2) étirée à 600 °C sur l'installation R&D de la société FORECREU. 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.

Examens sur coupe transversale : 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.

Le fort écrouissage induit par l'opération d'étirage à 600 °C a nécessité un recuit de 90 minutes à 730 °C en préalable aux observations MEB-EBSD : les structures cristallographiques ne sont pas identifiables en l'état brut d'étirage.

Le recuit à 730 °C induit une recristallisation partielle : seule une fraction des grains présente les caractéristiques de l'aspect recuit (globularisation, absence de sous-structure et de désorientation interne). Cette fraction recristallisée est bien visualisée par son plus fort indice de qualité de diffraction comme le montre la cartographie en Annexe 0. L'autre fraction granulaire conserve des désorientations internes de faible valeur angulaire ($< 10^\circ$ pour l'essentiel). Ces désorientations internes sont considérées par le logiciel d'analyse comme des joints de grain lorsque leur valeur angulaire dépasse 5° sur toute la longueur d'un joint : La cotation de taille de grain est affectée par ce biais.

Le recuit a stabilisé un taux élevé de phase beta, environ 9% surfacique.

3.1. EXAMENS EN SENS LONG

La structure comporte une structure à grains partiellement recristallisés (cf. Annexes 1a et 1b) : les distributions de taille de grain sont homogènes dans la barre (cf. Annexe 1c). La taille de grain est centrée sur un diamètre moyen de 6,5 microns si on considère la distribution pondérée par l'aire. Les grains les plus grossiers atteignent 20 microns de diamètre moyen à cœur du produit. Ces gros grains prennent alors une forme allongée et peuvent exceptionnellement atteindre 50 microns de longueur à cœur de la barre.

La structure granulaire dans le volume de la barre conserve globalement un aspect étiré selon le sens long. Elle présente un aspect plus équiaxe en périphérie.

La direction $\langle 0001 \rangle$ de la structure hexagonale de la phase alpha est préférentiellement distribuée dans le plan de section du fil (cf. Annexes 1d et 1e), tandis que la direction $\langle 10-10 \rangle$ est essentiellement alignée sur l'axe du fil (Pôle central $(10-10)$ en Annexe 1g). La structure des grains recristallisés a pivoté de 30° autour de l'axe c (de la structure hexagonale), de telle sorte que la direction $\langle 2-1-10 \rangle$ de ces grains se trouve orientée selon le sens longitudinal.

L'intensité maximale calculée pour les figures de pôles (0001) et $(10-10)$ est de valeur relativement élevée car la composante de texture $(0001) \langle 10-10 \rangle$ distribuée entre sens long et plan de section est aussi relativement marquée. Toutefois, la direction $\langle 0001 \rangle$ des grains est distribuée de façon relativement aléatoire dans le plan de section, excepté à cœur du produit (Cf. Annexe 1f).

3.2. EXAMENS EN SENS TRAVERS

La structure granulaire est homogène en toutes positions de la circonférence (cf. Annexes 2a, 2b et 2c). La taille moyenne des grains est sensiblement plus petite en sens travers qu'en sens long (cf. Annexe 2k), ce qui résulte de leur étirement selon la direction de laminage : la distribution de population pondérée par l'aire est centrée sur environ 4,5 microns. Le diamètre des grains les plus gros atteint 15 microns.

On retrouve bien en sens travers les distributions préférentielles des directions $\langle 0001 \rangle$ et $\langle 10-10 \rangle$ respectivement selon le plan de section et l'axe de la barre (cf. Annexes 2e et 2f). La direction $\langle 0001 \rangle$ est soit plutôt bien répartie dans le plan de section en certaines positions d'observations, soit tend à être orientée radialement (Annexes 2h et 2i).

L'intensité maximale relative aux figures de pôles (0001) est peu variable d'une position à l'autre (Annexe 2h). Les valeurs calculées en sens travers sont nettement inférieures à celles issues des observations en sens long, ce qui se corrèle avec l'anisotropie de la structure granulaire : les gros grains étirés en sens long, qui affectent fortement l'indicateur de texture par leur importante fraction surfacique, ne sont évidemment pas observés comme tel en sens travers.

4. CONCLUSIONS

La structure granulaire de cette barre étirée à 600 °C puis traitée par recuit à 730 °C présente un aspect dual, de grains recristallisés sur un fond de grains écrouis. Les grains recristallisés tendent vers un aspect équiaxe tandis que les grains écrouis sont nettement de forme allongée. La taille de grain observée en sens long est centrée sur un diamètre moyen de 6,5 micron si on considère la distribution pondérée par l'aire. La distribution est centrée sur 4,5 microns en sens travers. La taille de grain est relativement homogène dans tout le volume de la barre.

Le recuit à 730 °C a stabilisé environ 9 % surfacique d'îlots de phase beta.

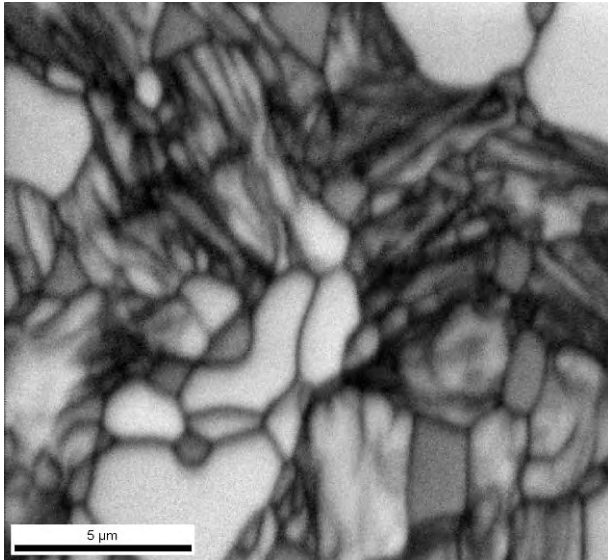
Les intensités maximales associées aux figures de pôles (0001) et (10-10) prennent des valeurs relativement élevées, en particulier lors des observations sur plan de coupe longitudinal. Les gros grains écrouis et étirés en sens long influent en ce sens, et la composante de texture (0001) <10-10> est marquée : on observe une forte isotropie entre la section de la barre et le sens long. Néanmoins, le spectre de distribution de la direction <0001> est relativement bien dispersé dans le plan de section qui présente donc un aspect relativement isotrope.

5. ANNEXES

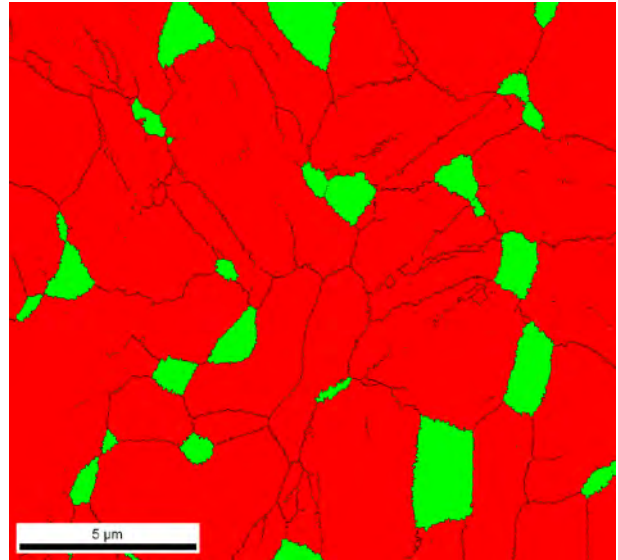
**ANNEXE 0 : EXAMENS EN MICROSCOPIE ELECTRONIQUE DE LA
STRUCTURE D'UNE BARRE DIAMETRE 13,92 MM ETIREE A 600 °C ET
TRAITEE PAR RECUIT A 730 °C**

**Annexe 0 : Barre G2 diamètre 13,92 mm d'alliage TA6V étirée à 600 °C sur banc FORECREU
Examen structural MEB-EBSD à l'état recuit (730 °C)**

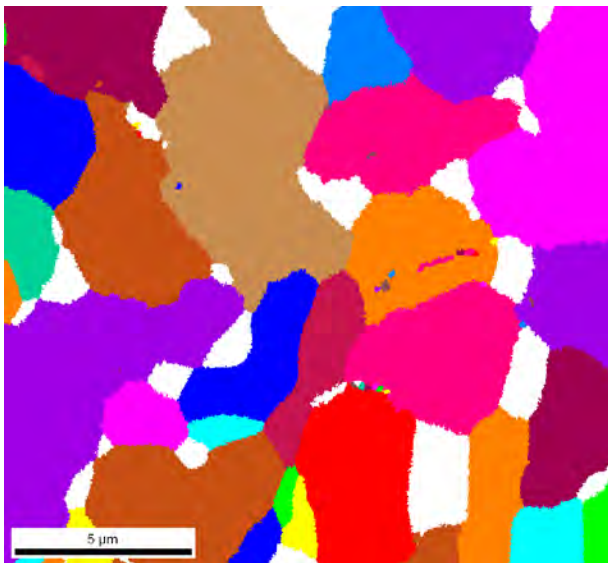
Indice de qualité de diffraction (x5000)



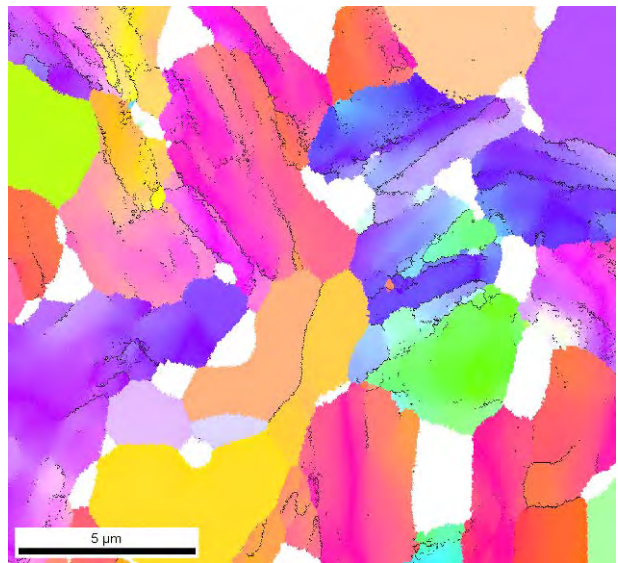
Cartographies de phases (x5000)



9.1% phase beta



Structure granulaire
(Définie par des joints de désorientation > 5°)



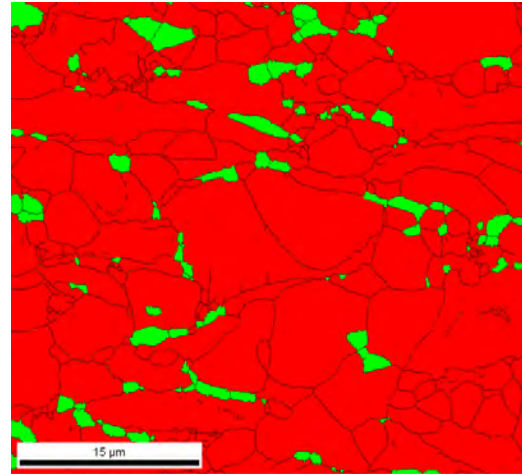
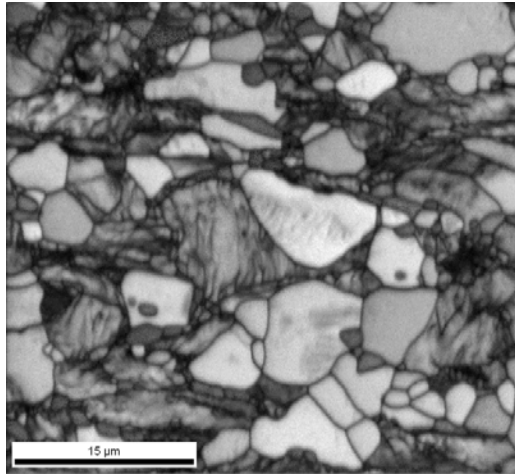
Cartographie d'orientation cristallographique
(Les joints représentés sont ceux de faible désorientation (< 5°))

**ANNEXE 1 : EXAMENS EN MICROSCOPIE ELECTRONIQUE DE LA
STRUCTURE EN SENS LONG D'UNE BARRE DIAMETRE 13,92 MM ETIREE A
600 °C SUR UN BANC DE LA SOCIETE FORECREU PUIS RECUITE A 730 °C**

**Annexe 1a : Barre G2 diamètre 13,92 mm d'alliage TA6V étirée à 600 °C sur banc FORECREU
Examen structural MEB-EBSD en sens long après recuit à 730 °C**

Indice de qualité de diffraction (x2000)

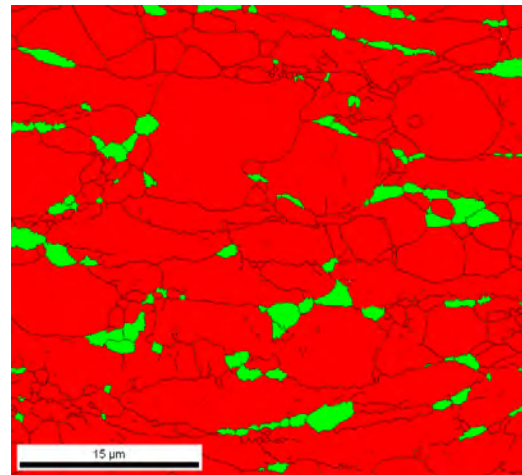
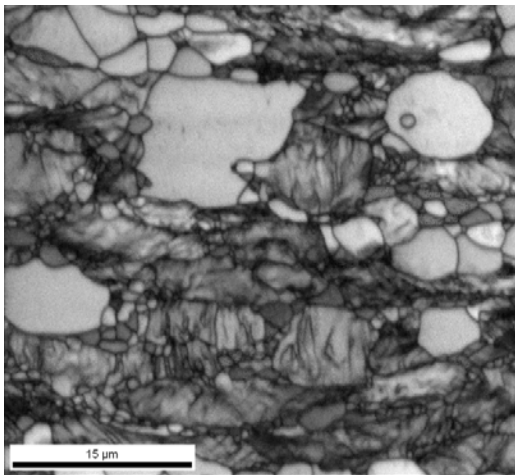
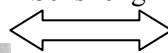
Cartographies de phases (x2000)



Périphérie

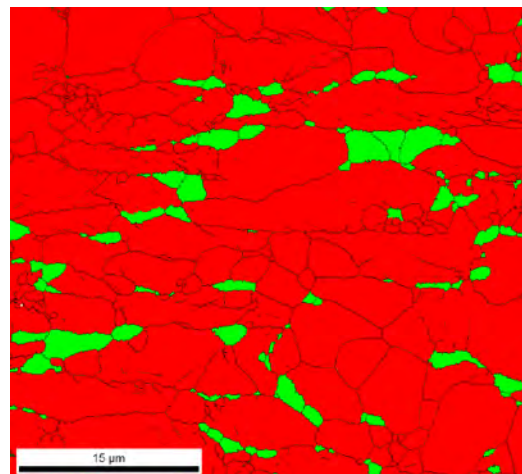
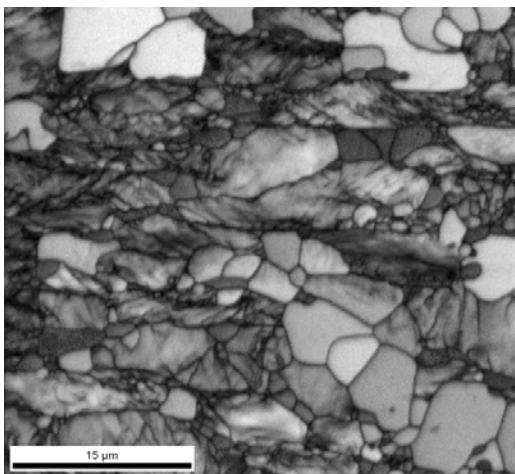
6.8% phase beta

Sens long



Mi-rayon

6.8% phase beta



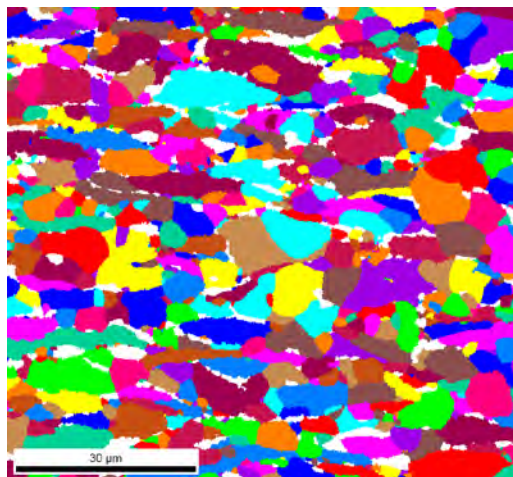
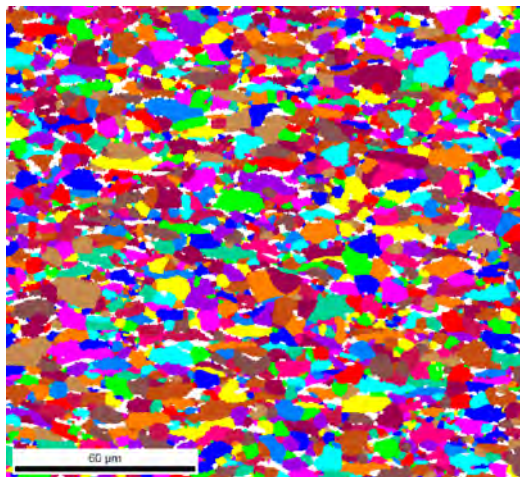
Centre

8.1% phase beta

Annexe 1b : Barre G2 diamètre 13,92 mm d'alliage TA6V étirée à 600 °C sur banc FORECREU
Examen structural MEB-EBSD en sens long - Structure granulaire à l'état recuit à 730 °C
(Les joints de grain sont définis par des désorientations angulaires $\geq 5^\circ$)

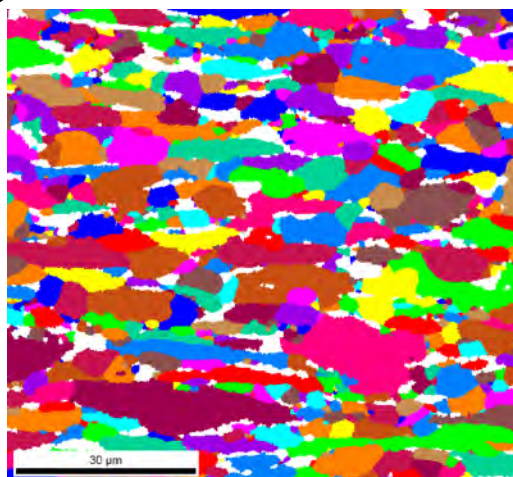
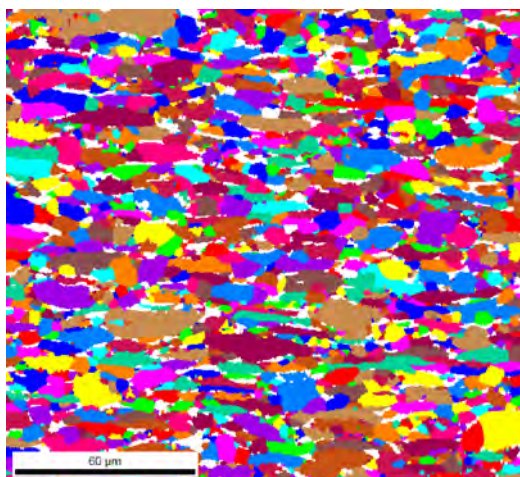
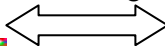
(x500)

(x1000)

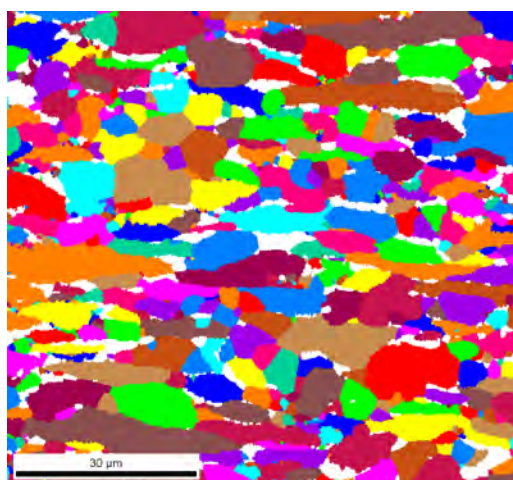
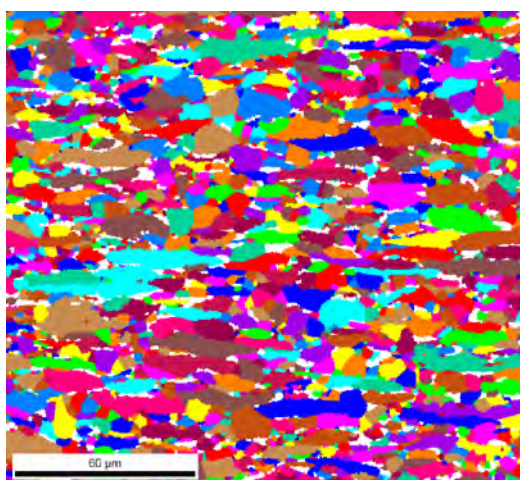


Périphérie

Sens long

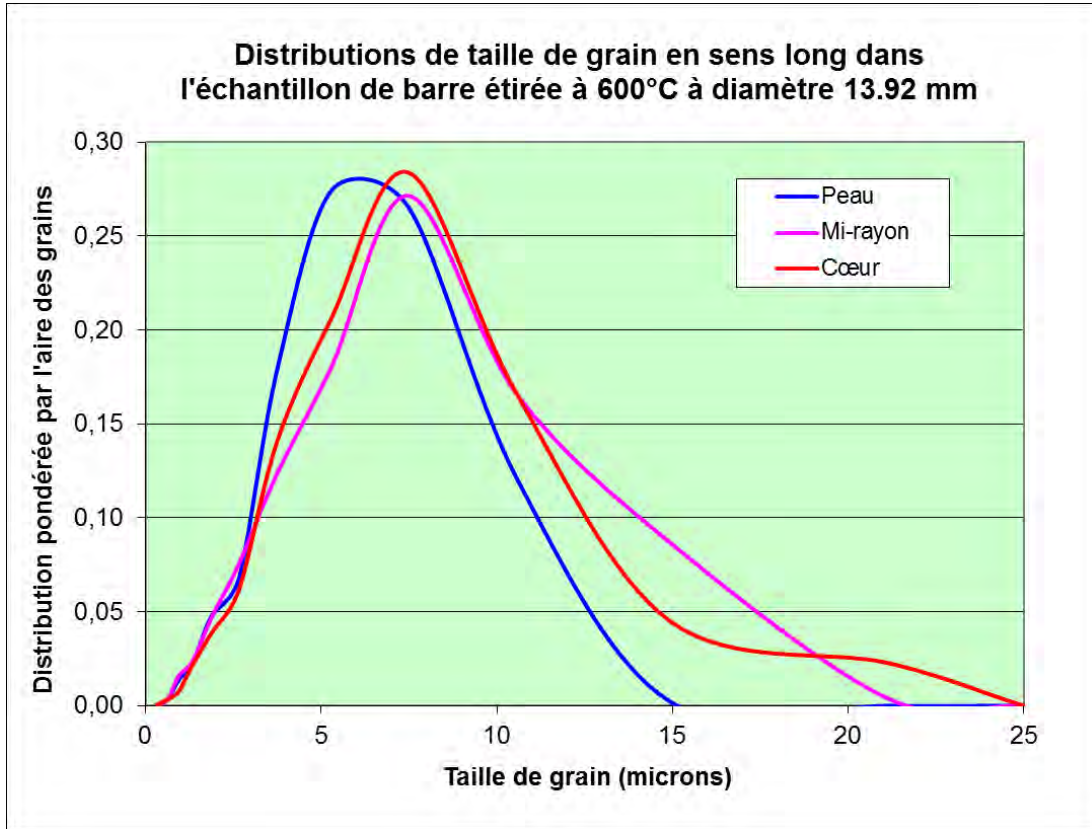


Mi-rayon



Centre

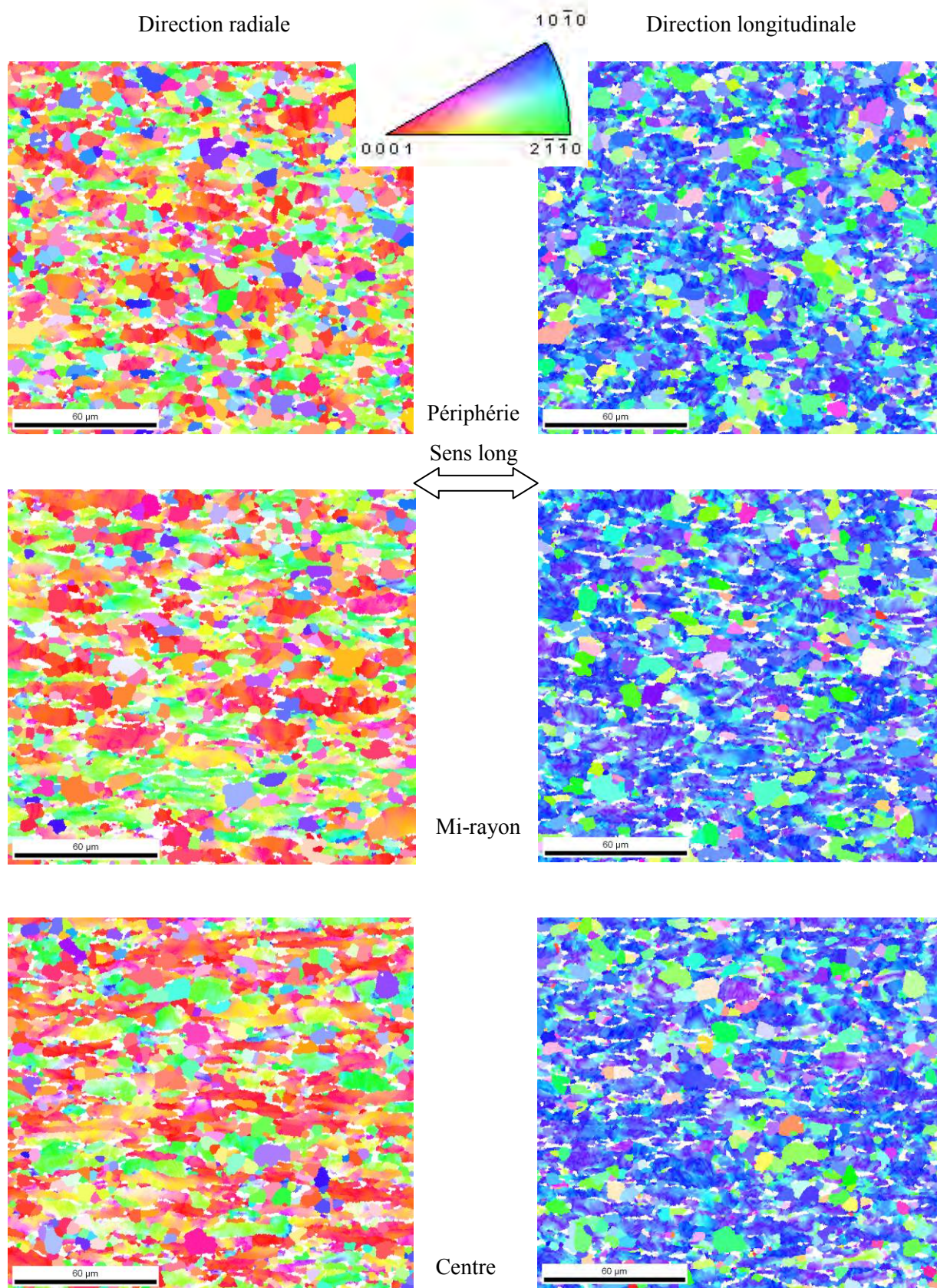
**Annexe 1c : Barre G2 diamètre 13,92 mm d'alliage TA6V étirée à 600 °C sur banc FORECREU
Examen structural MEB-EBSD en sens long après recuit à 730 °C - Cotation de taille de grain**



La distribution est pondérée par l'aire des grains, ce qui permet de donner une représentation de la distribution des plus gros grains mais qui, en contrepartie, décale la distribution vers les tailles élevées.

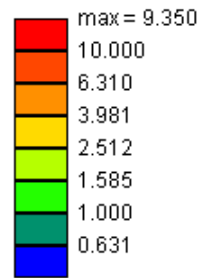
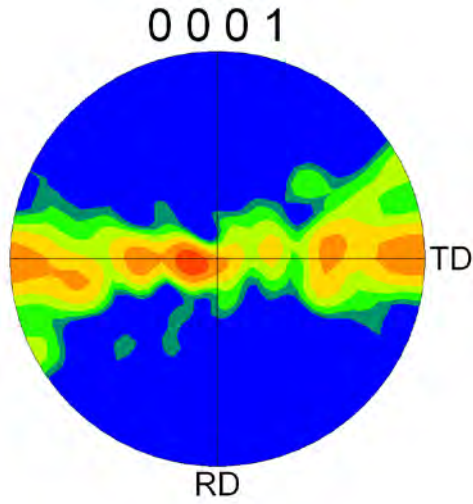
Fil étiré diam. 13.92 mm sens long : Taille moyenne des grains (microns)				
	Peau	Mi-rayon	Cœur	Moyenne
Population	2,43	2,36	2,60	2,47
Aire	5,79	6,95	6,93	6,55

Annexe 1d : Barre G2 diamètre 13,92 mm d'alliage TA6V étirée à 600 °C sur banc FORECREU
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)

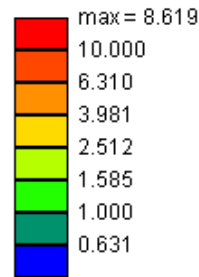
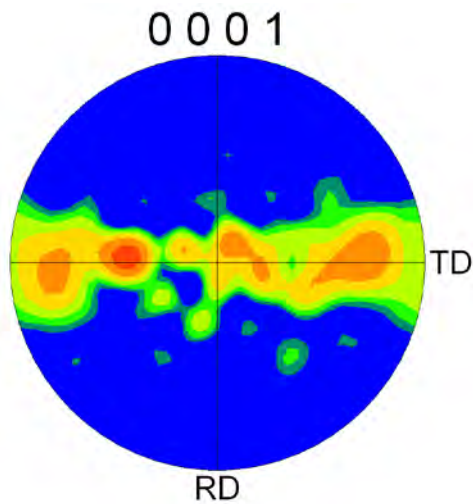


Annexe 1e : Barre G2 diamètre 13,92 mm d'alliage TA6V étirée à 600 °C sur banc FORECREU
Examen structural MEB-EBSD en sens long - Figures de pôles (0001) de la phase alpha
 Analyse en direction radiale (RD//sens long) - Grandissement x1000

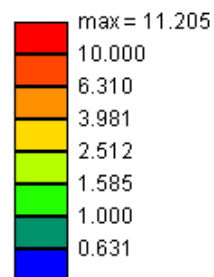
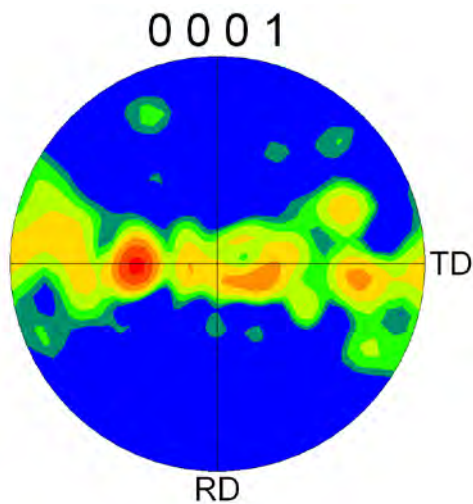
Texture Name: Harmonic: L=16, HW=5.0
 Calculation Method: Harmonic Series Expansion
 Series Rank (I): 16
 Gaussian Smoothing: 5.0°
 Sample Symmetry: Triclinic



Périphérie



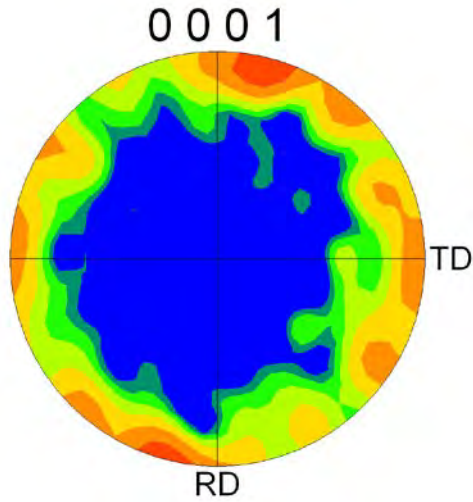
Mi-rayon



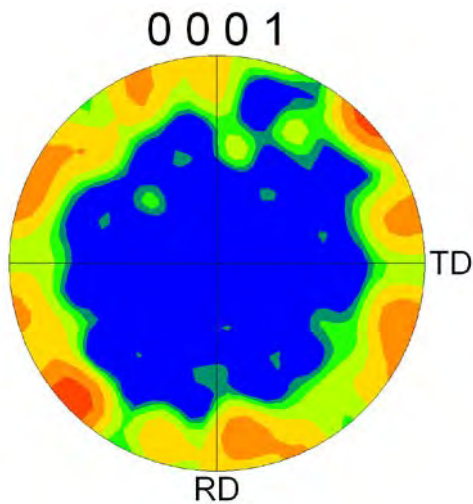
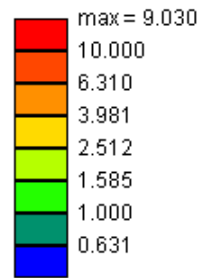
Centre

Annexe 1f : Barre G2 diamètre 13,92 mm d'alliage TA6V étirée à 600 °C sur banc FORECREU
Examen structural MEB-EBSD en sens long - Figures de pôles (0001) de la phase alpha
Analyse en direction longitudinale (RD//rayon) - Grandissement x1000

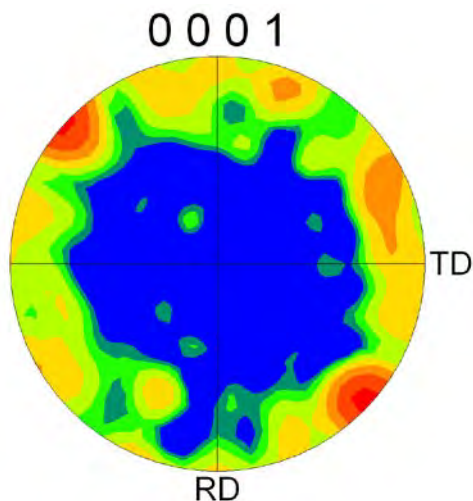
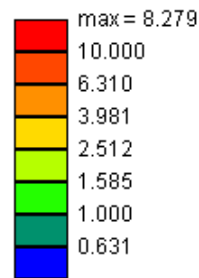
Texture Name: Harmonic: L=16, HW=5.0
Calculation Method: Harmonic Series Expansion
Series Rank (I): 16
Gaussian Smoothing: 5.0°
Sample Symmetry: Triclinic



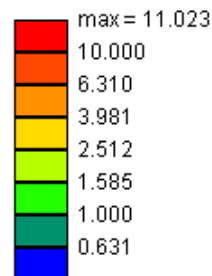
Périphérie



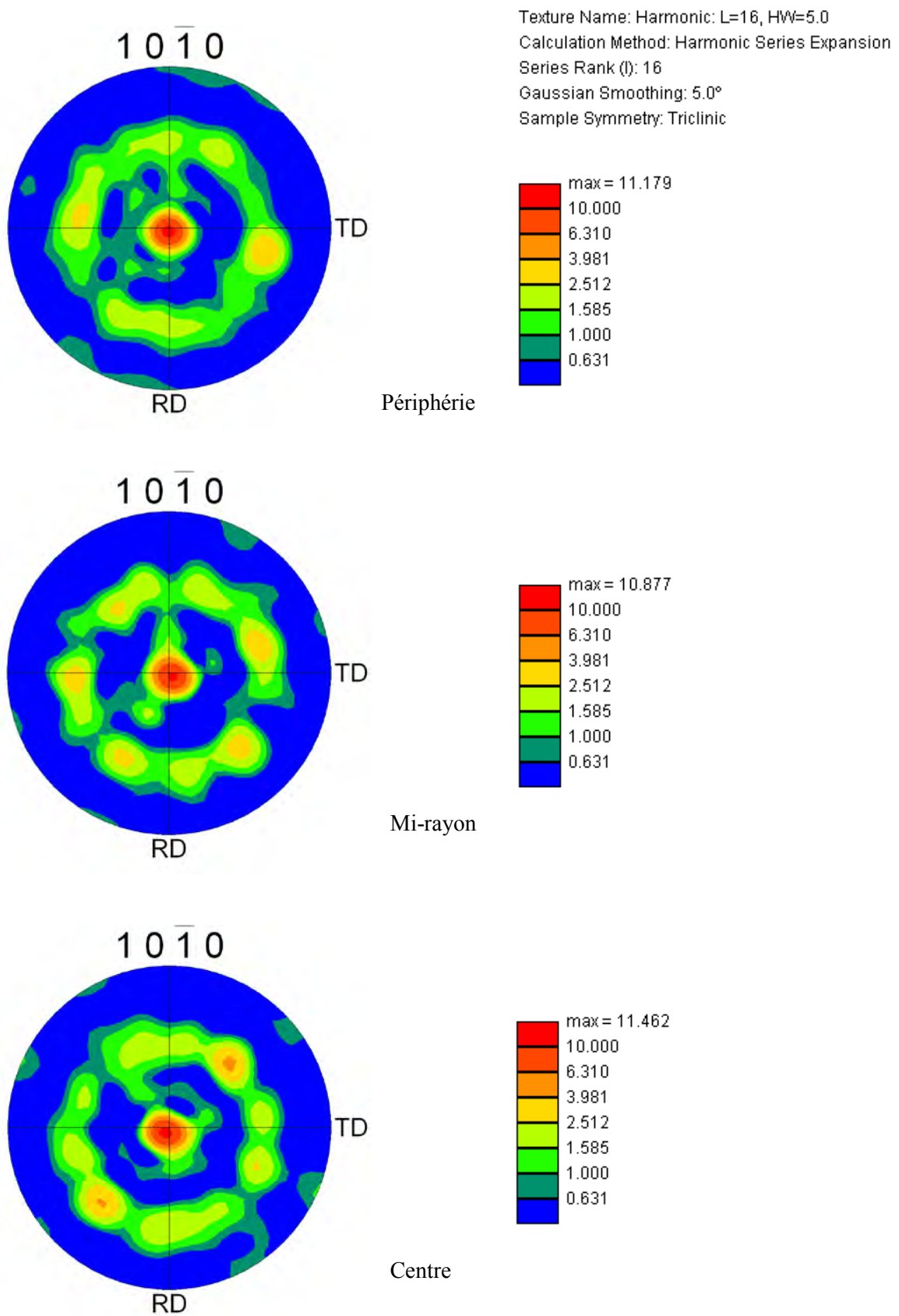
Mi-rayon



Centre

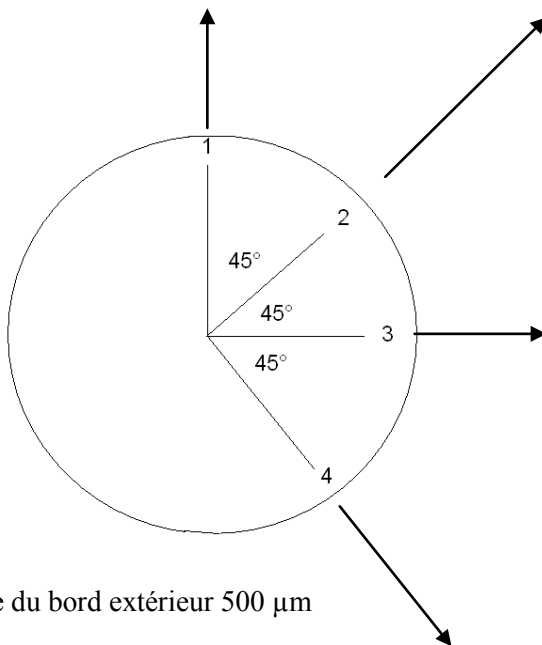
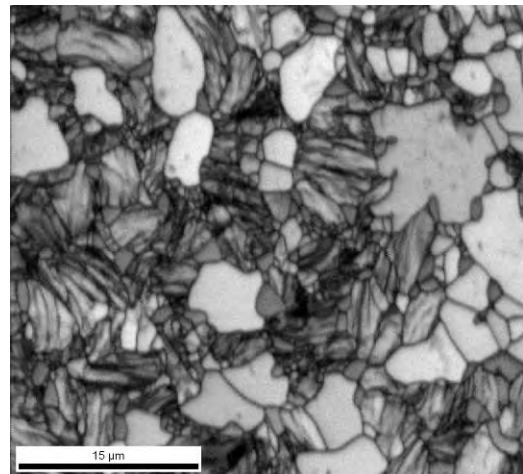
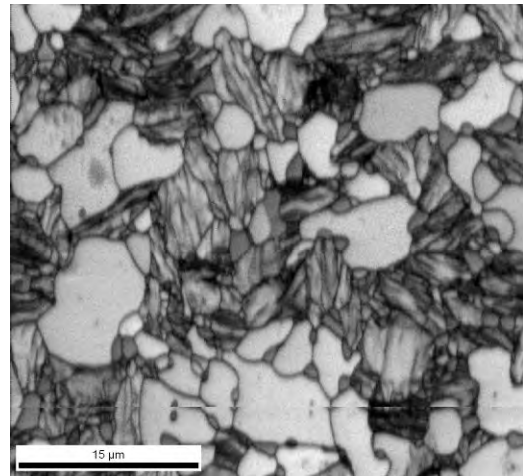
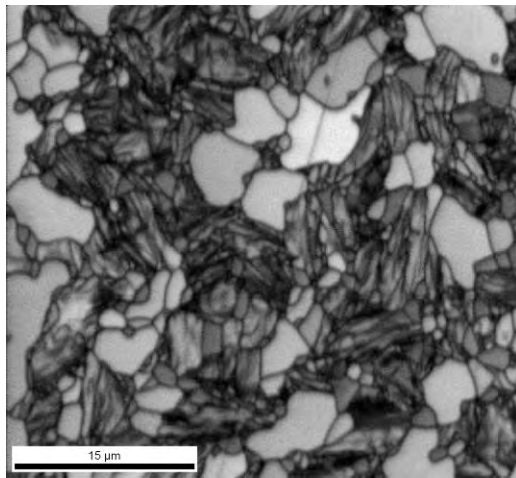


Annexe 1g : Barre G2 diamètre 13,92 mm d'alliage TA6V étirée à 600 °C sur banc FORECREU
Examen structural MEB-EBSD en sens long - Figures de pôles (10-10) de la phase alpha
 Analyse en direction longitudinale (RD//rayon) - Grandissement x1000



**ANNEXE 2 : EXAMENS EN MICROSCOPIE ELECTRONIQUE DE LA
STRUCTURE EN SENS TRAVERS D' UNE BARRE DIAMETRE 13,92 MM
ETIREE A 600 °C SUR UN BANC DE LA SOCIETE FORECREU PUIS RECUITE A
730 °C**

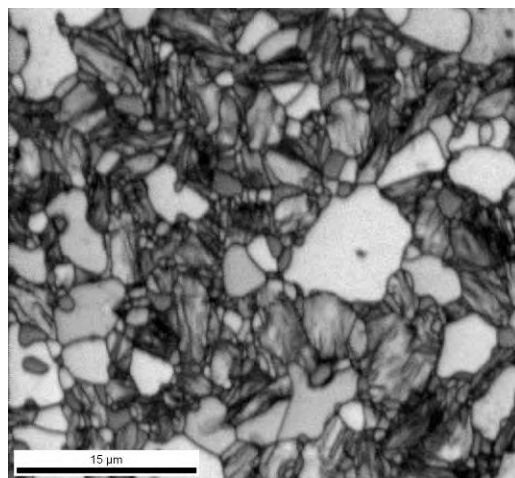
**Annexe 2a : Barre G2 diamètre 13,92 mm d'alliage TA6V étirée à 600 °C sur banc FORECREU
Examen structural MEB-EBSD en sens travers - Indice de qualité de diffraction (x2000)**



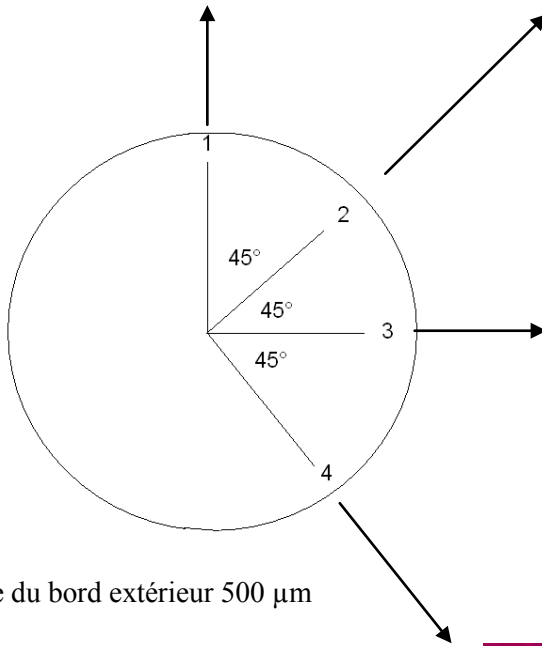
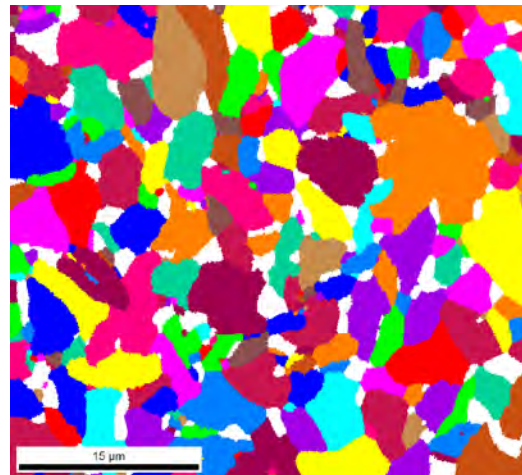
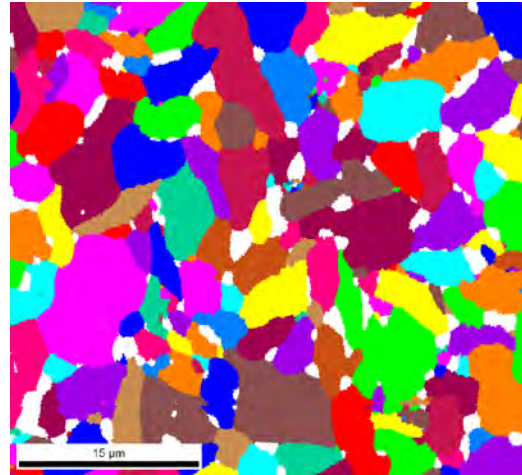
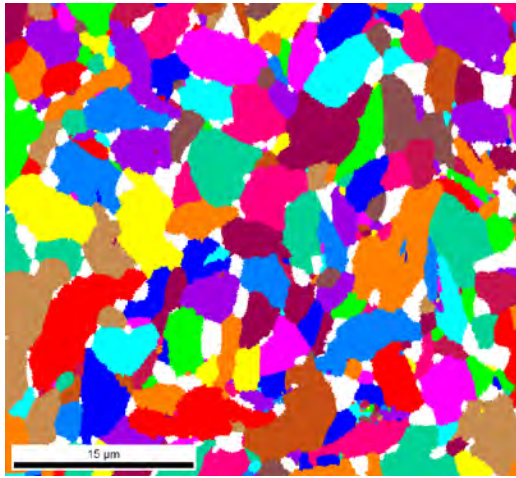
Distance du bord extérieur 500 μm

- 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.



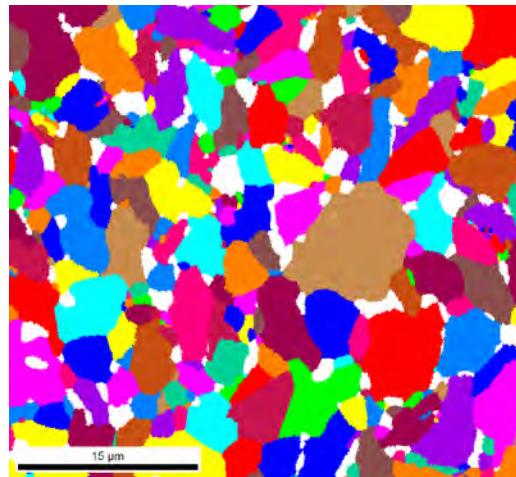
Annexe 2b : Barre G2 diamètre 13,92 mm d'alliage TA6V étirée à 600 °C sur banc FORECREU
Examen structural MEB-EBSD en sens travers - Structure granulaire (x2000)
 (Les joints de grain sont définis par des désorientations angulaires $\geq 5^\circ$)



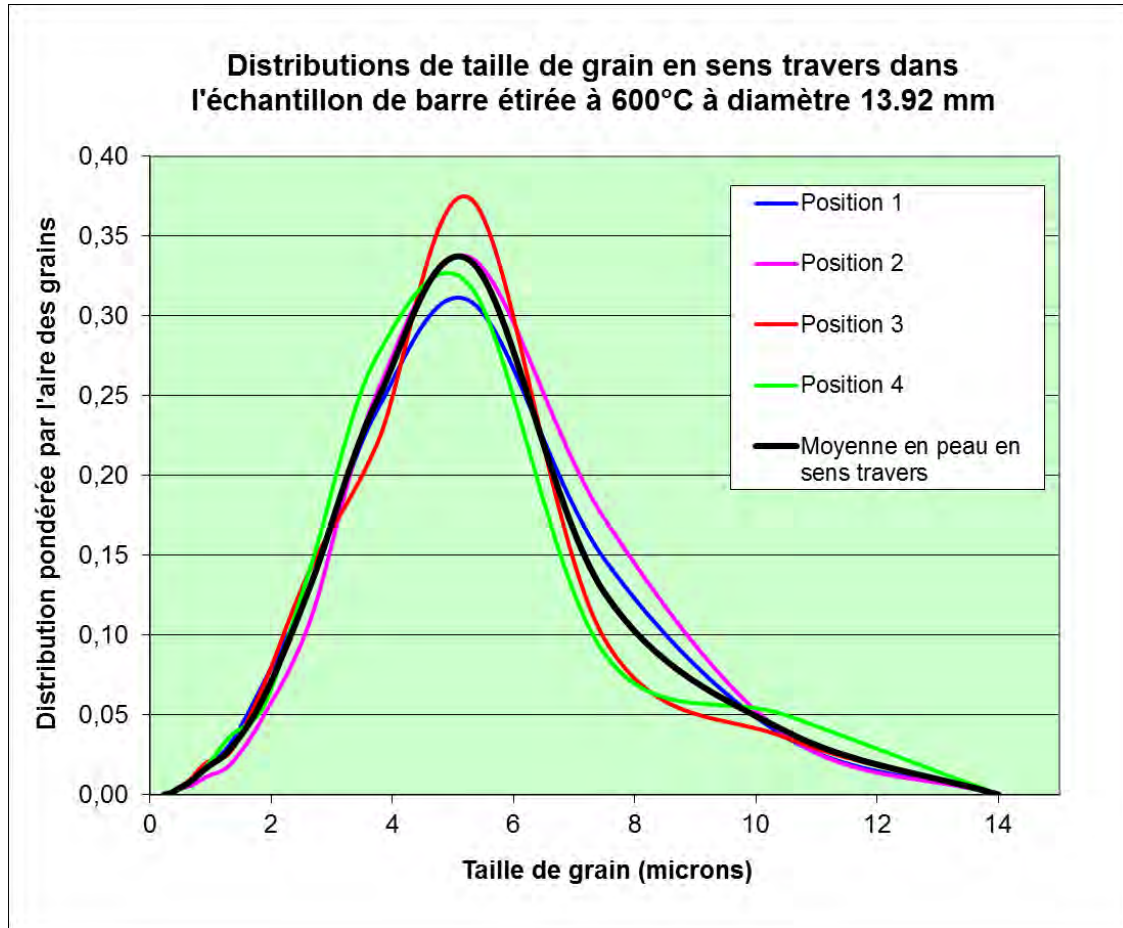
Distance du bord extérieur 500 μm

- 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.

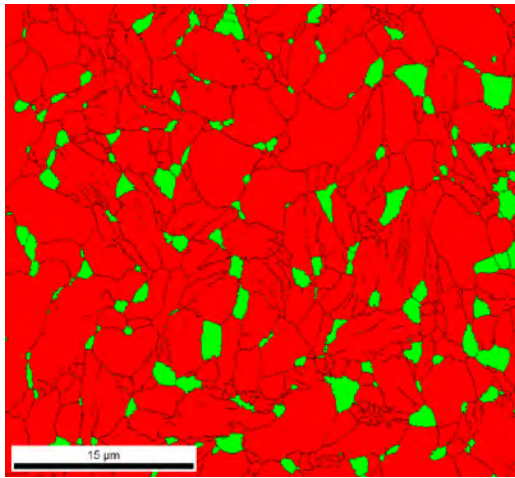


**Annexe 2c : Barre G2 diamètre 13,92 mm d'alliage TA6V étirée à 600 °C sur banc FORECREU
Examen structural MEB-EBSD en sens travers - Cotation de taille de grain**

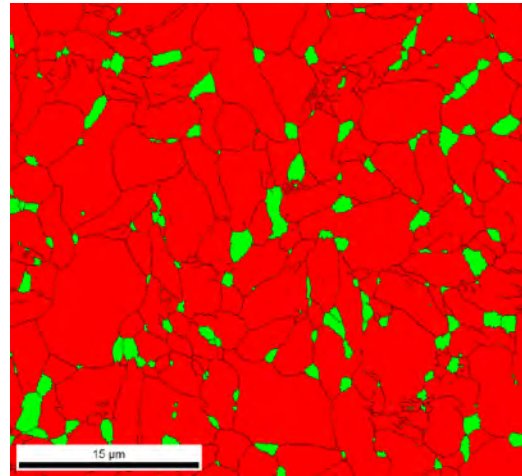


Barre étirée diam. 13,92 mm sens travers : Taille moyenne des grains (microns)					
	Position 1	Position 2	Position 3	Position 4	Moyenne
Population	1,96	2,24	2,01	1,98	2,05
Aire	4,57	4,84	4,41	4,46	4,57

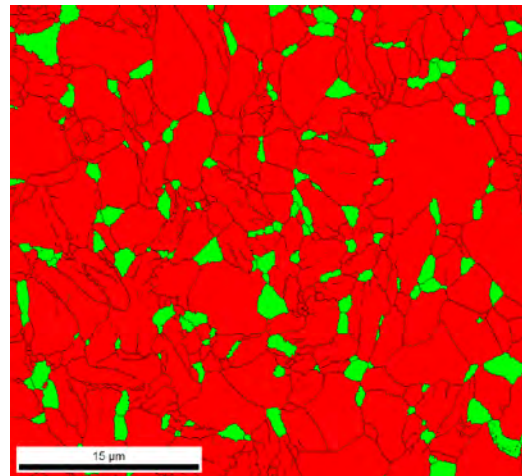
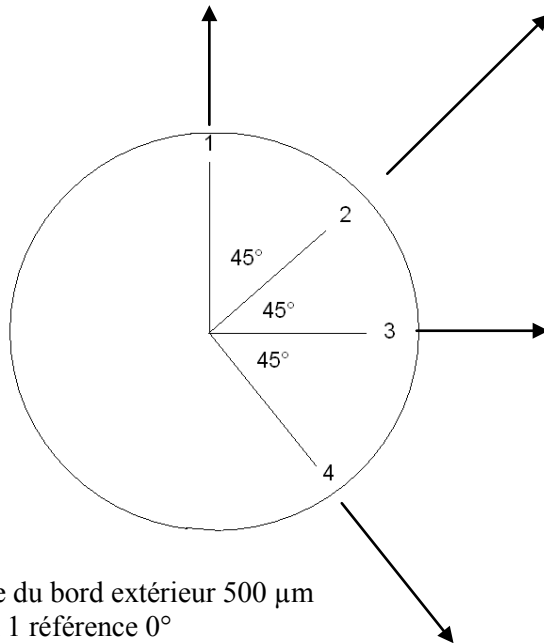
**Annexe 2d : Barre G2 diamètre 13,92 mm d'alliage TA6V étirée à 600 °C sur banc FORECREU
Examen structural MEB-EBSD en sens travers - Cartographies de phases (x2000)**



8,9% phase beta



6,9% phase beta



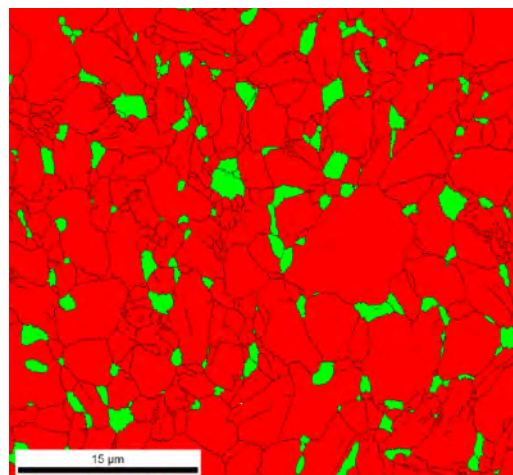
9,3% phase beta

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

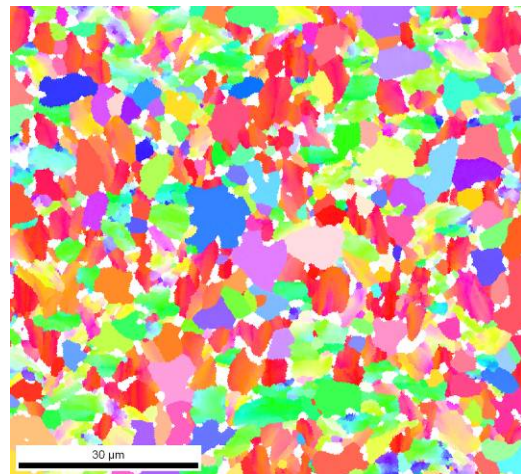
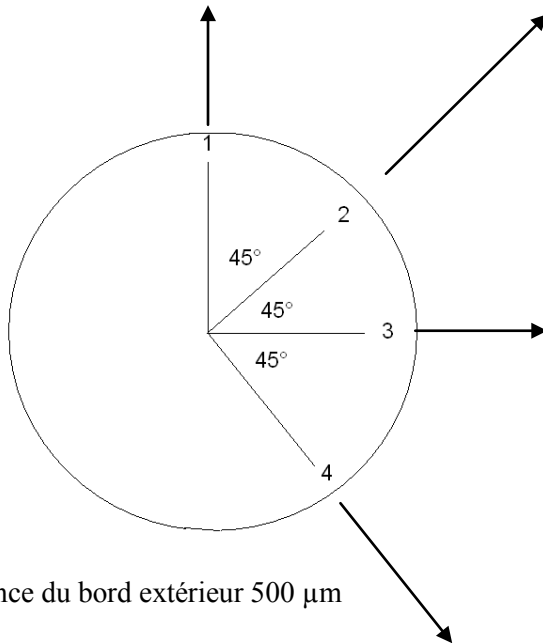
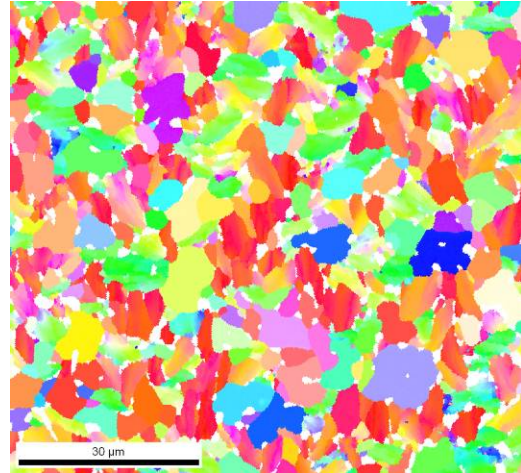
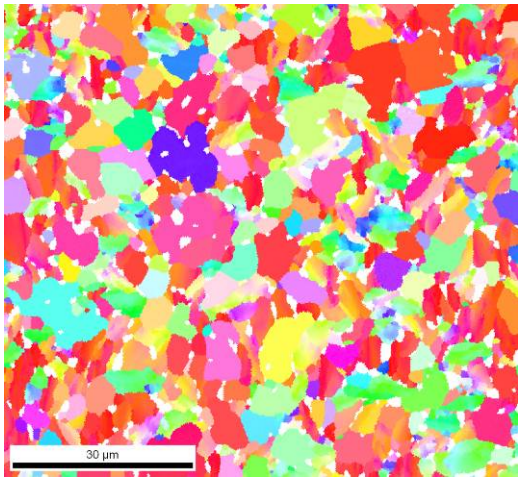
L'orientation haut-bas des cartographies correspond à une direction radiale de la barre.



7,7% phase beta



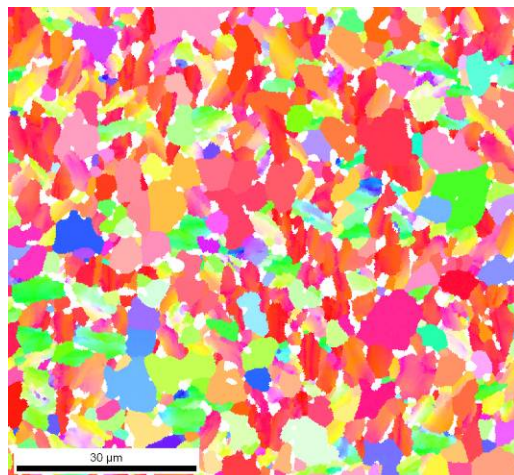
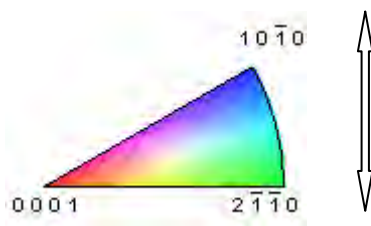
Annexe 2e : Barre G2 diamètre 13,92 mm d'alliage TA6V étirée à 600 °C sur banc FORECREU
Examen structural MEB-EBSD en sens travers - Cartographies d'orientation de la phase alpha
 (Grandissement x1000 et code couleur selon le référentiel de directions cristallographiques ci-dessous)
 Analyse en direction radiale



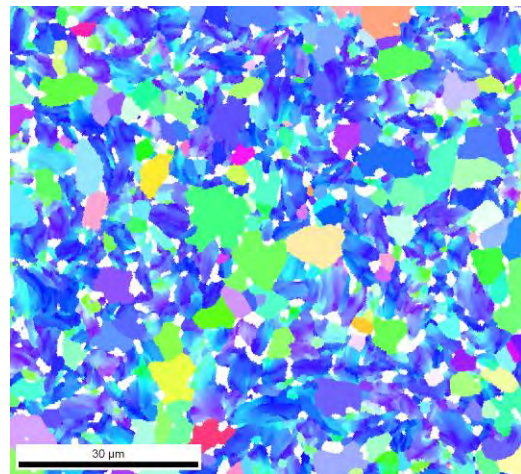
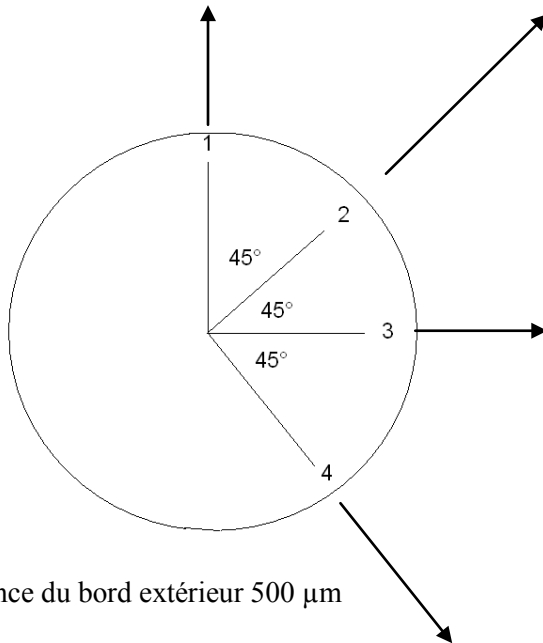
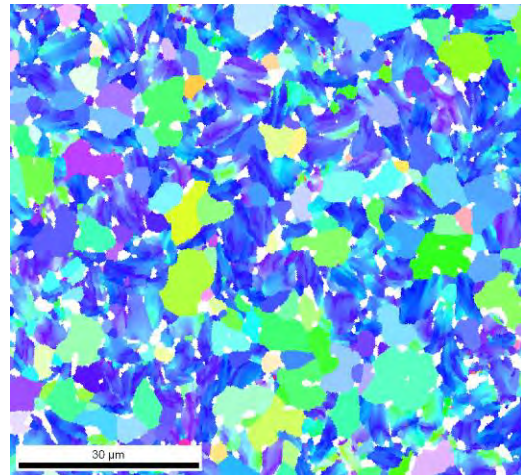
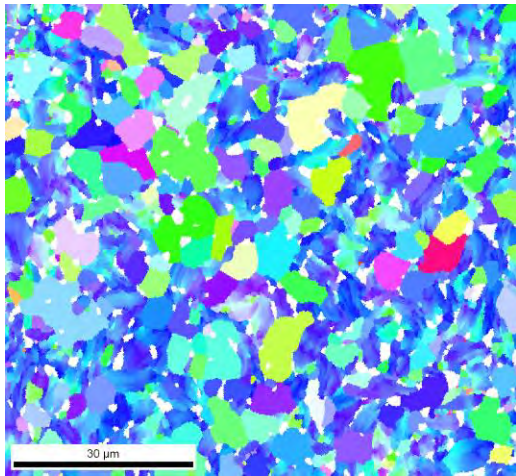
Distance du bord extérieur 500 µm

- 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.



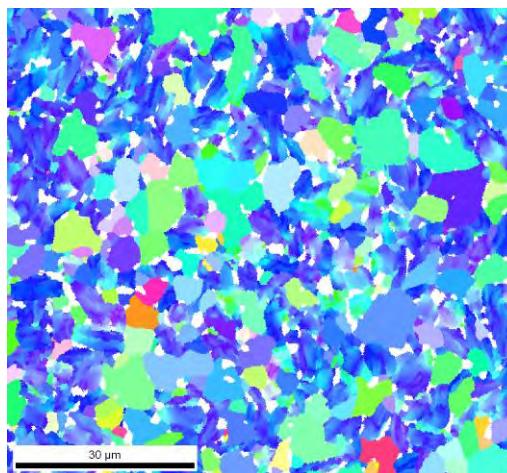
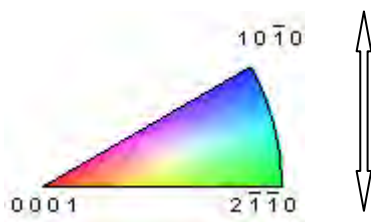
Annexe 2f : Barre G2 diamètre 13,92 mm d'alliage TA6V étirée à 600 °C sur banc FORECREU
Examen structural MEB-EBSD en sens travers - Cartographies d'orientation de la phase alpha
 (Grandissement x1000 et code couleur selon le référentiel de directions cristallographiques ci-dessous)
 Analyse en direction longitudinale



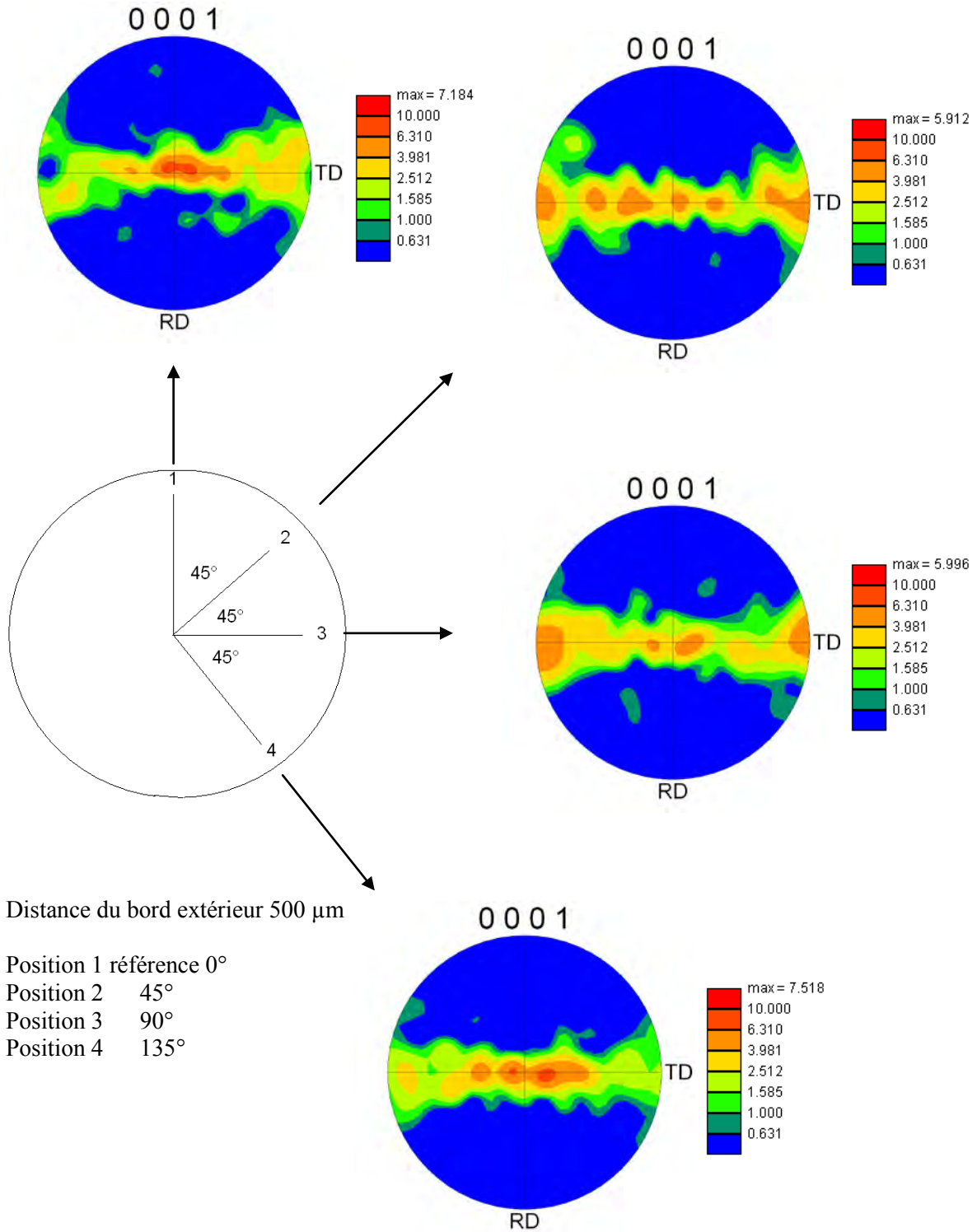
Distance du bord extérieur 500 µm

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

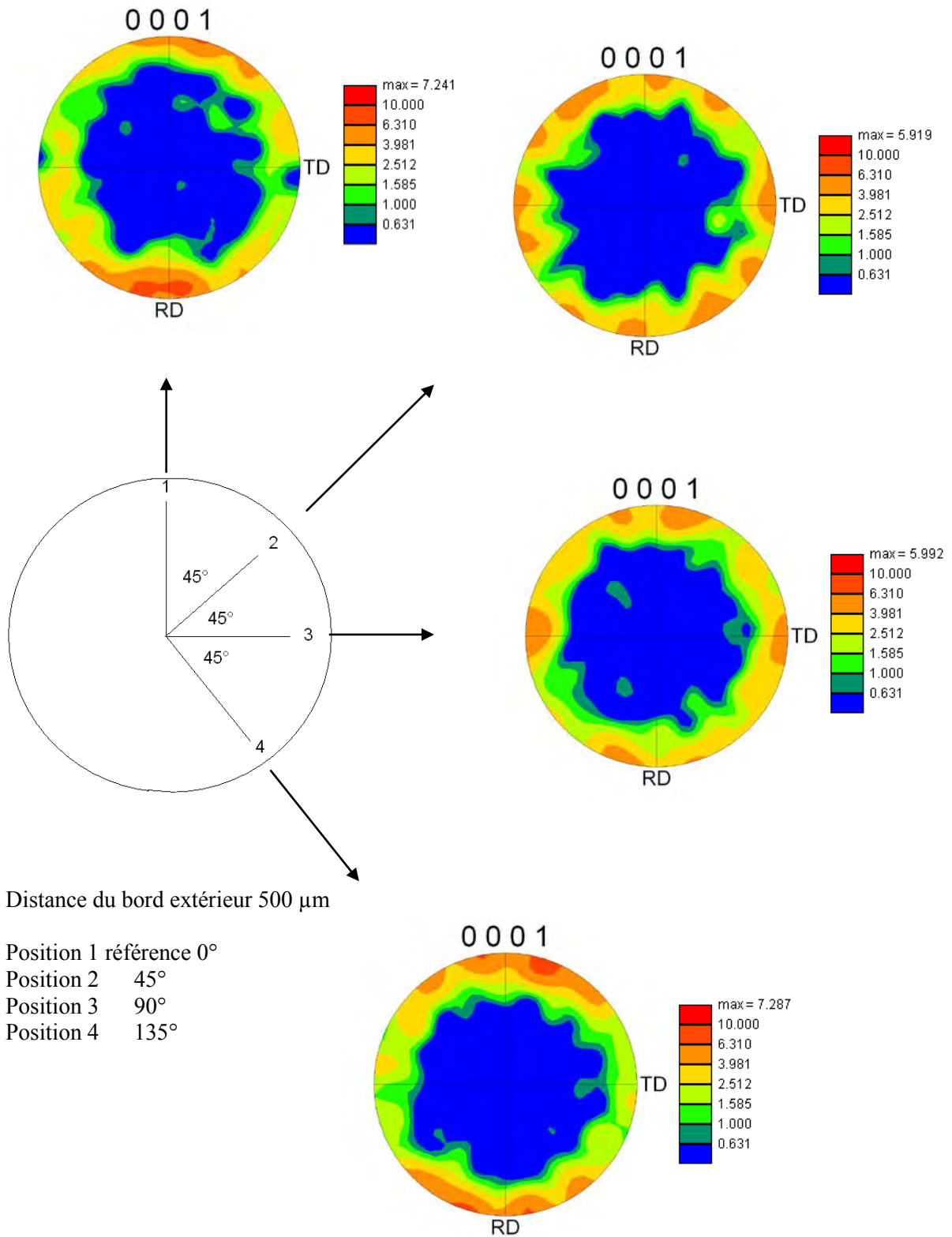
L'orientation haut-bas des cartographies correspond à une direction radiale de la barre.



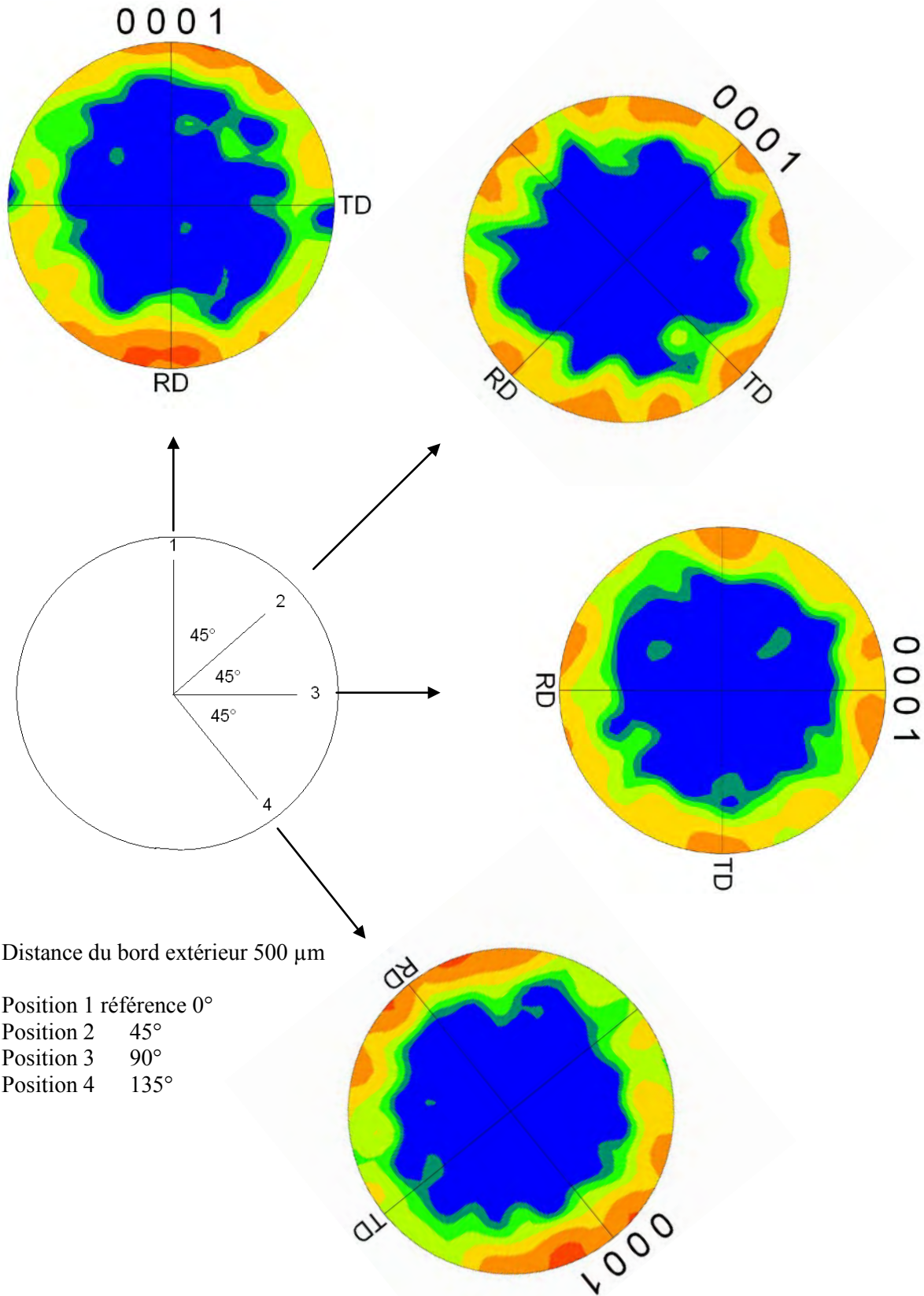
Annexe 2g : Barre G2 diamètre 13,92 mm d'alliage TA6V étirée à 600 °C sur banc FORECREU
Examen structural MEB-EBSD en sens travers - Figures de pôles (0001) de la phase alpha
 Analyse en direction radiale (RD//sens long) - Grandissement x1000



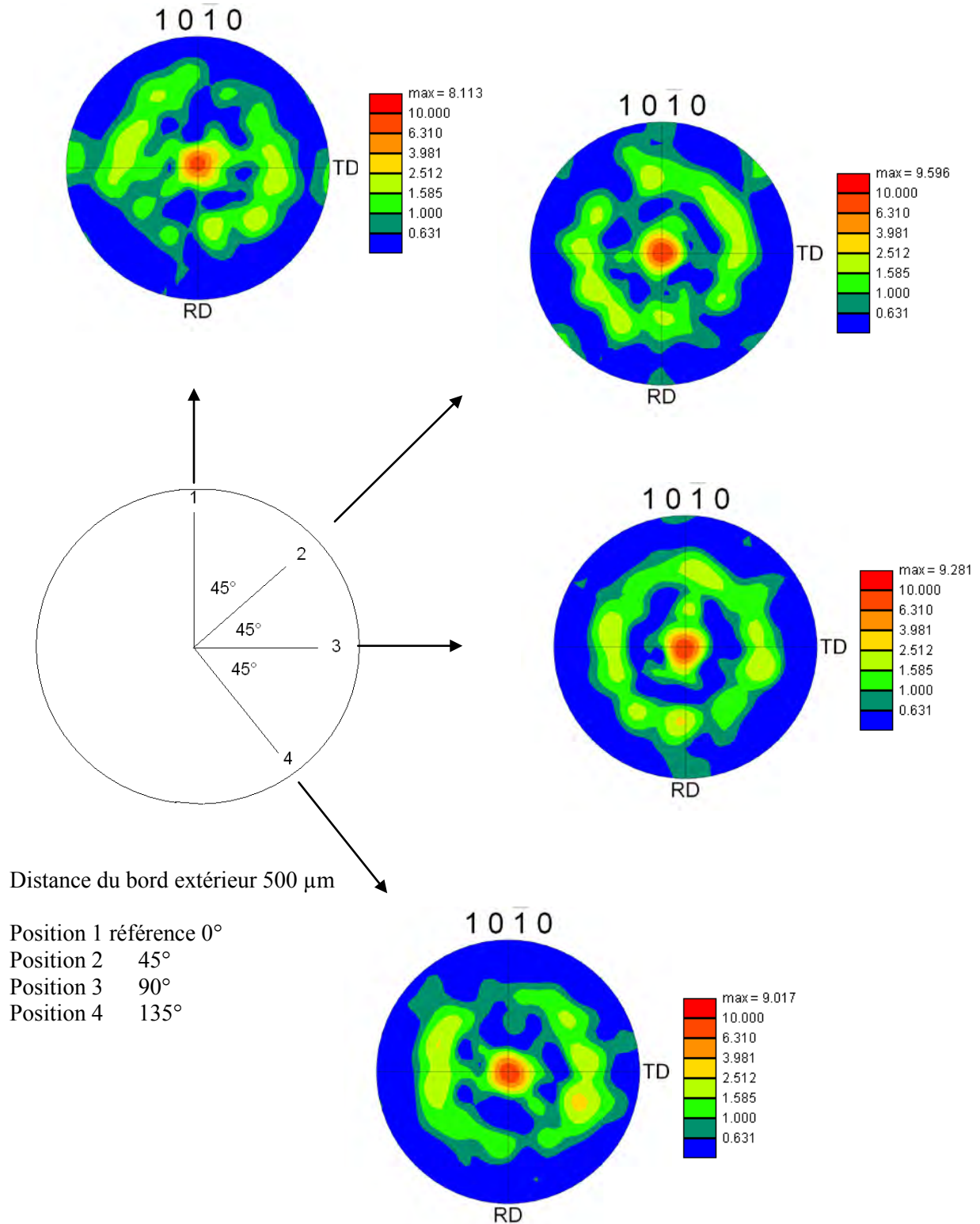
Annexe 2h : Barre G2 diamètre 13,92 mm d'alliage TA6V étirée à 600°C sur banc FORECREU
Examen structural MEB-EBSD en sens travers - Figures de pôles (0001) de la phase alpha
 Analyse en direction longitudinale (RD//rayon) - Grandissement x1000



Annexe 2i : Barre G2 diamètre 13,92 mm d'alliage TA6V étirée à 600 °C sur banc FORECREU
Examen structural MEB-EBSD en sens travers - Figures de pôles (0001) de la phase alpha
 Analyse en direction longitudinale (RD//rayon) - Grandissement x1000



Annexe 2j : Barre G2 diamètre 13,92 mm d'alliage TA6V étirée à 600 °C sur banc FORECREU
Examen structural MEB-EBSD en sens travers - Figures de pôles (10-10) de la phase alpha
 Analyse en direction longitudinale (RD//rayon) - Grandissement x1000



**Annexe 2k : Barre G2 diamètre 13,92 mm d'alliage TA6V étirée à 600 °C sur banc FORECREU
Examen structural MEB-EBSD - Diagrammes résumés**

