

Site : Les Ancizes

Direction /Service : R&D Elaboration

Date : 05 Février 2018

Émetteur : E. DORIDOT

Destinataire(s) : J. Escaffre

Copie(s) : R. Allier, S. Hans, M. Senetaire

Objet : Note DPE-18-2762

Ségrégation lingots WAHN/WAHP/WAHQ/WAHR

I. Introduction :

Lors de la 1^{ère} campagne de qualification, quatre électrodes PAM ont été refondues suivant une gamme à 12.5kg/min.

Cette gamme avait été auparavant évaluée de deux manières :

- Par analyse des données d'analyses chimiques disponibles sur lingot UKAD (note DPE-17-2718)
- Par simulation à l'aide de SOLAR (note DPE-17-2746 et 2747)

Les analyses chimiques montraient que la macroségrégation (longitudinale et radiale) n'était pas la seule cause de variabilité chimique. Il faut aussi prendre en compte l'hétérogénéité de l'électrode. La ségrégation radiale observée était cohérente avec les coefficients de partage connus pour le TA6V dans le cas d'Al, V, Fe et O₂.

Ces mêmes analyses ont permis de caler la description de la ségrégation par SOLAR. Cette base a ensuite permis d'étudier d'autres gammes de refusion.

Pour ces quatre premiers lingots, les analyses radiales sont disponibles en tête, milieu, pied sur billettes (rapports LESM ET18_006 - ET18_007 - ET18_009).

Il est donc possible de décrire la variabilité chimique obtenue suivant la méthode déjà utilisée dans la note DPE-17-2718. Les résultats de ségrégation seront mis en rapport avec les résultats de simulation de la gamme.



II. Conditions opératoires

A. Conditions de refusions

Les conditions de refusion sont similaires à celles utilisées sur les lingots double VAR UKAD en termes de profil de vitesse de fusion. Il y a cependant des différences notables en terme de paramètres électriques et de brassage. Ces conditions sont appelées « type U ».

Le détail des conditions de refusion des lingots concernées est donné dans la note DPE-17-2754.

Sont concernés les lingots suivant :

- L00007 – OF10 122 – WAHP
- L00012 – OF 10 184 – WAHQ
- L00013 – OF 10 202 – WAHR
- L00010 – OF 10 186 – WAHN

Le tableau suivant regroupe les données de fusion :

- A noter le brassage à 60s du lingot L00013 (en simulation un brassage long cause plus de ségrégation par augmentation de la taille du puit liquide),
- Les paramètres électriques n'ont pas une influence majeure sur la taille du puit et donc la ségrégation mais peut être sur la qualité de peau.

Tableau 1: Principaux paramètres de refusion

Lingot	I (kA)	U(V)	Vf (kg/min)	P (mbar)	LA (mm)	Brassage	Remarques
L0007	24	30.5	12.5	0.012- 0.027	-	25A 5s	Bonne qualité de peau sur un peu moins d'un demi-lingot
L00010	23	30.5	12.5	0.025- 0.035	-	25A 5s	DP+boursoufflures
L00012	21.5-22.3	32	12.5	0.02-0.037	28	25A 5s	DP
L00013	21.5-22.3	32	12.5	0.035- 0.045	-	25A 60s	DP+boursoufflures

B. Prélèvement

Chaque demi-produit a été découpé en 6 barres et donnent 14 plaquettes. Les analyses chimiques ont été réalisées sur les plaquettes Tête, Milieu, Pied en prélevant au centre, sur les deux mi- rayons et sur les deux périphéries (3 plaquettes par lingot, soit 15 analyses chimiques).



III. Caractérisation de la variabilité de composition moyenne

A. Observation sur l'ensemble des données

En considérant l'ensemble des échantillons indépendamment du lingot et de la position de prélèvements, les histogrammes suivants permettent de comparer la distribution des teneurs en Al, V, Fe, O₂ et C par rapport aux spécifications. Mis à part un point en Al sur le lingot WAHP (6.01%), les lingots sont conformes aux spécifications TA6VK05S.

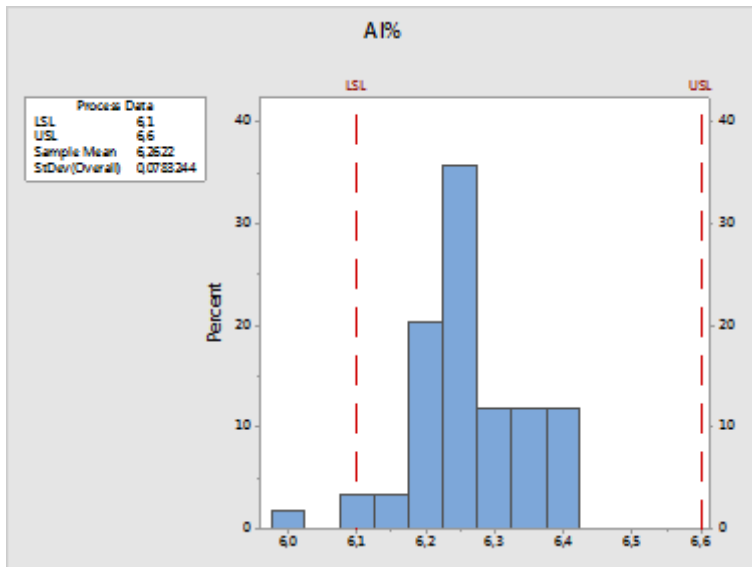


Figure 1: Distribution des teneurs en Al sur les quatre lingots

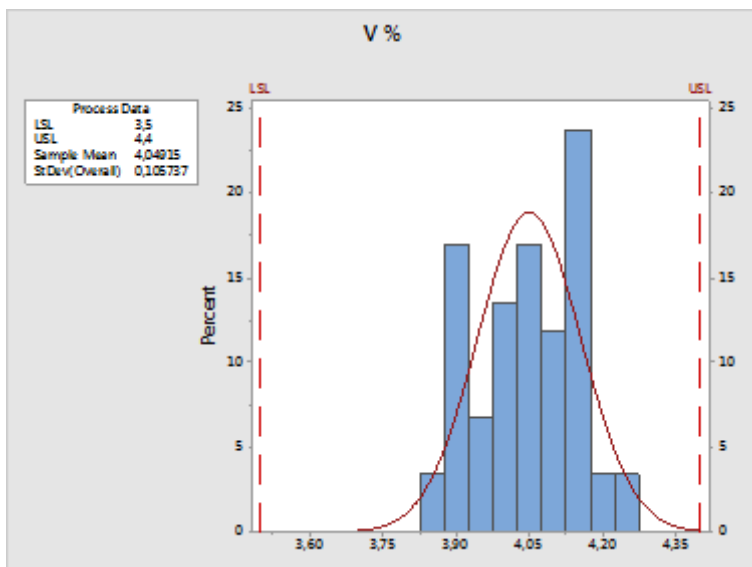


Figure 2: Distribution des teneurs en V

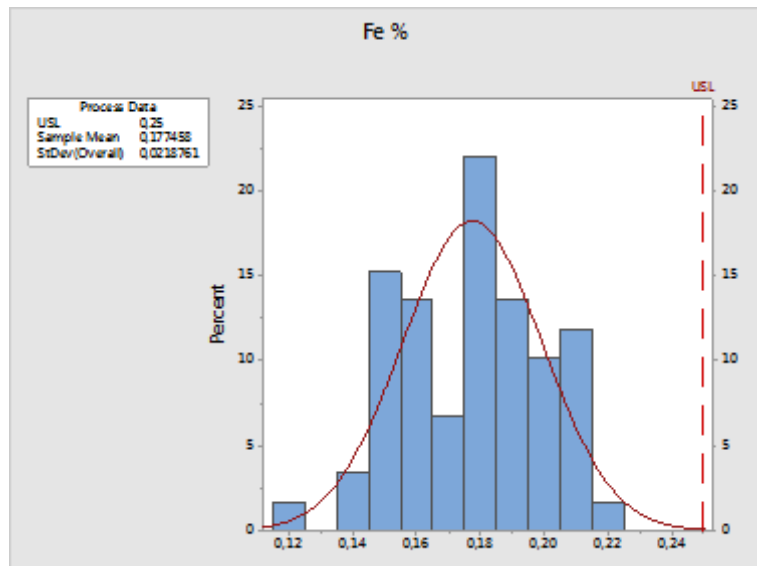


Figure 3: Distribution des teneurs en Fe

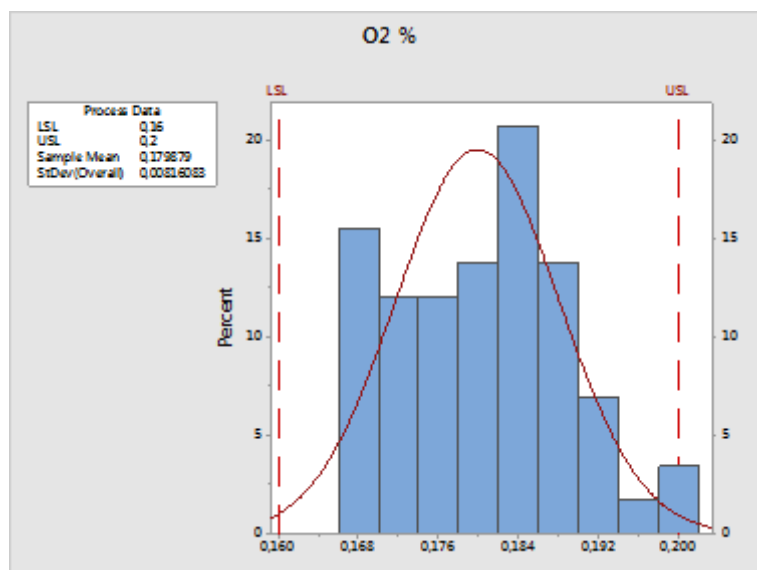


Figure 4: Distribution des teneurs en O₂

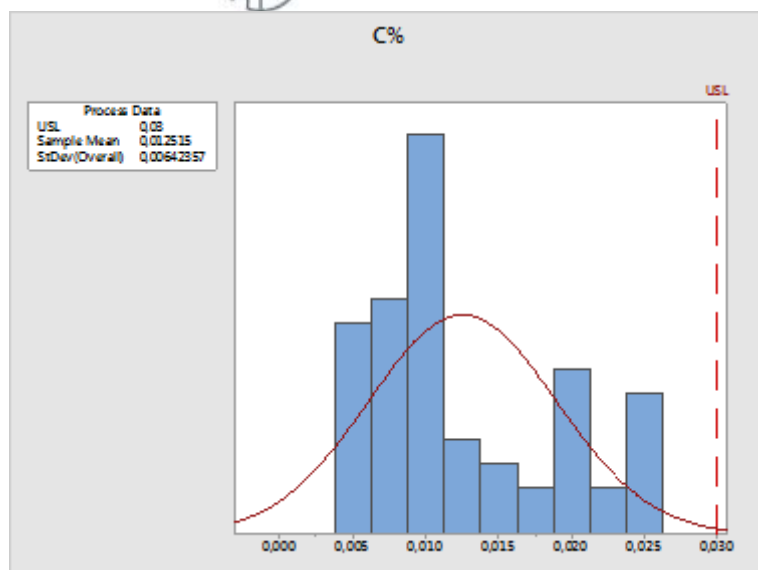


Figure 5: Distribution de C%

Trois causes peuvent être à l'origine de ces distributions :

- Une variabilité de « composition moyenne » entre deux électrodes (sachant que plusieurs normes de visée et de composition ont été utilisées ainsi que différents lots de matières recyclées, master-alloys et éponges),
- La macroségrégation,
- Une inhomogénéité chimique sur la hauteur de l'électrode due à une variabilité de la composition chimique des batchs de briquettes ou de massifs (caisse) à l'entrée du PAM.

Tableau 2: Normes de visée et normes de composition utilisées

N° OF	Norme de visée	Norme de composition	Type de charge
OF 10 122	NV2001-A-1	NC0001-A-1	Massifs AMS 4928
OF 10 184	NV2001-B-1	NC0001-B-1	Massifs AMS 4928
OF 10 202	NV2008-A-1	NC0001-B-1	Briquettes AMS 4928
OF 10 186	NV2001-B-1	NC0001-B-1	Massifs AMS 4928

B. Comparaison des lingots

Les différences entre lingot permettent de rendre compte d'une variabilité entre électrodes de coulée PAM. Elle est attribuable à une composition chimique moyenne différente des batchs (briquettes ou caisses) constituant une coulée mais aussi à des différences de compositions entre batch d'une même coulée ou de pratique de refusion si elle produit une modification de la taille de puits (ex : brassage pour une même vitesse de fusion)

Le lingot L00013 ne présente pas une dispersion plus grande pour les principaux éléments ségrégant (O₂, Fe et Al) que les autres lingots malgré un brassage plus long pendant la refusion. Il semble que cette modification n'ait pas eu d'impact majeur sur l'homogénéité chimique du lingot.

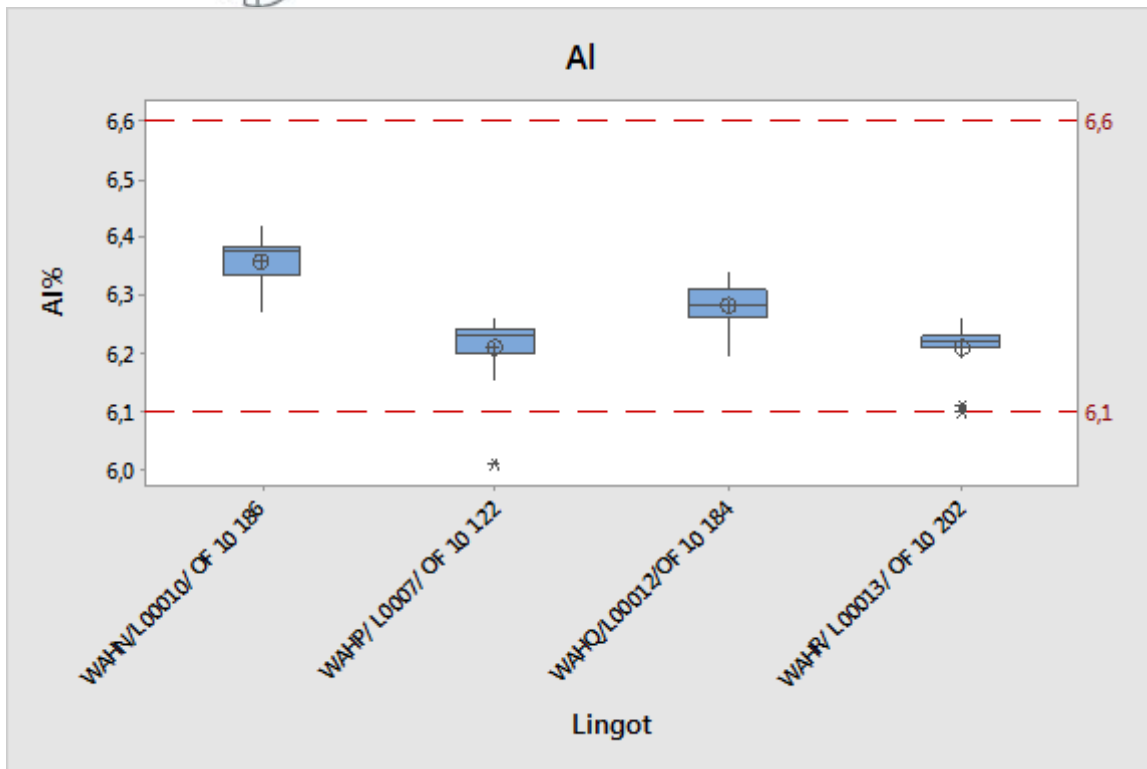


Figure 6: Boîtes à moustaches des analyses AI pour chaque lingot (les spécifications sont indiquées).

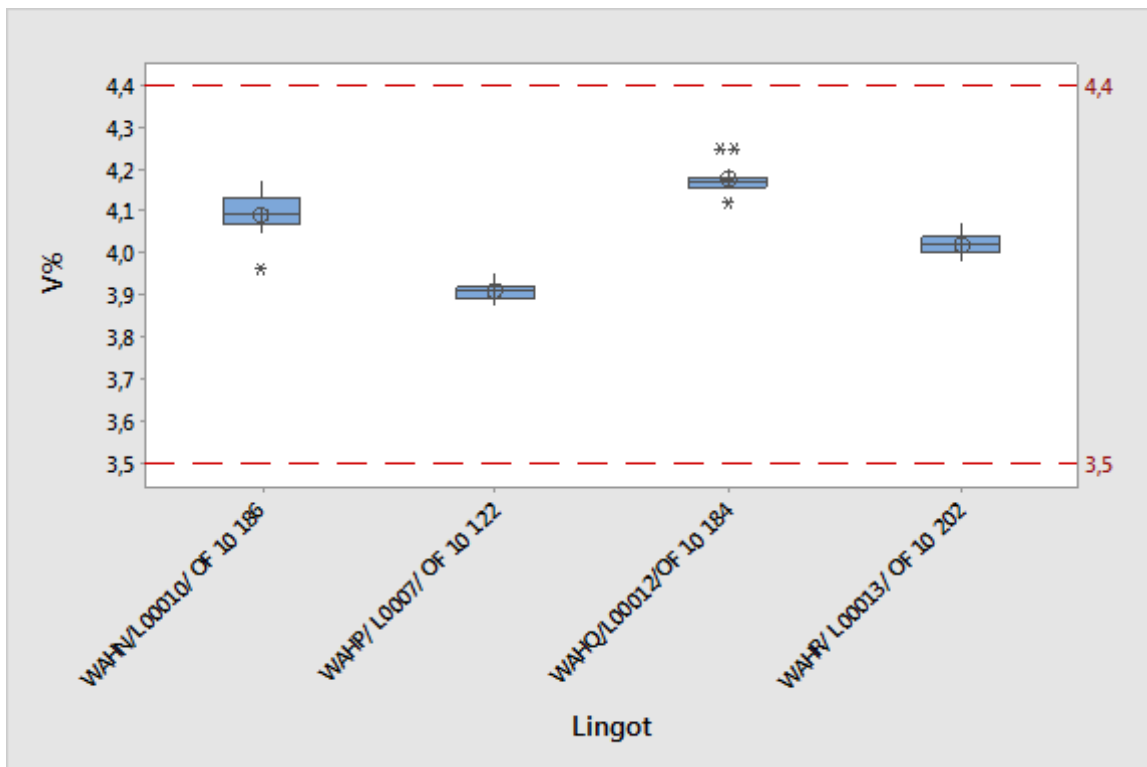


Figure 7: Boîtes à moustaches des analyses V

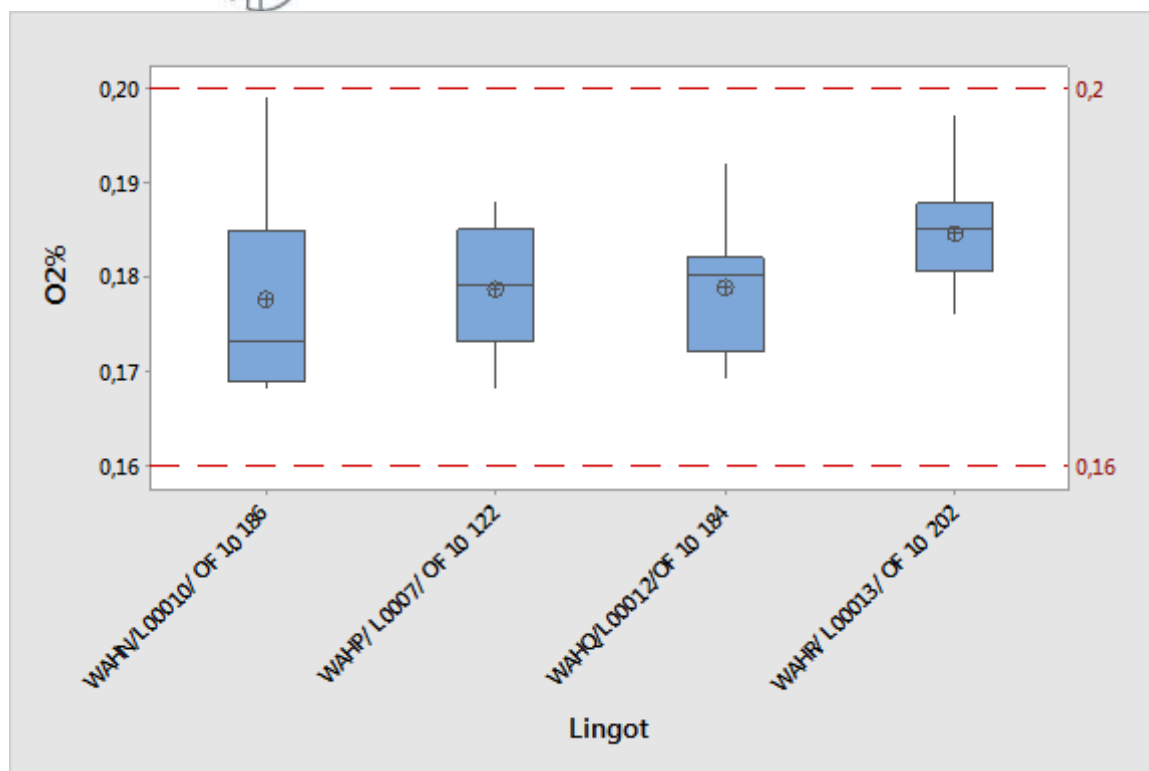


Figure 8: Boîtes à moustaches des analyses O₂

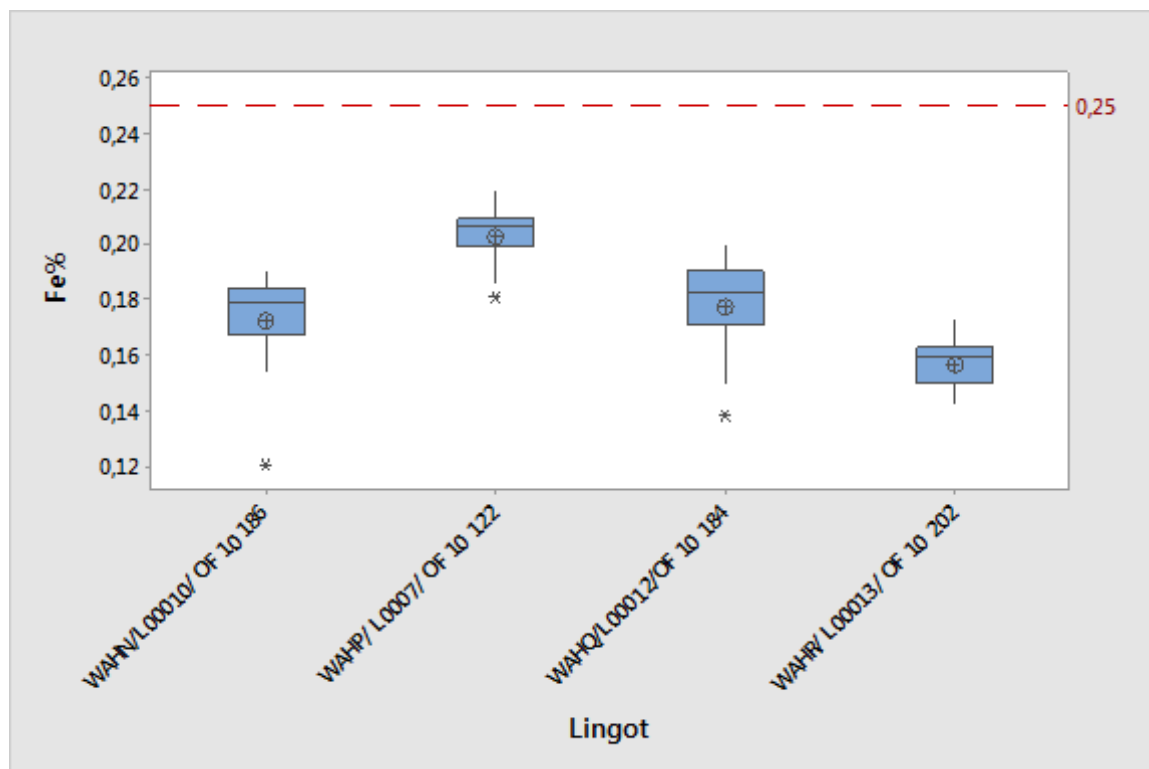


Figure 9: Boîtes à moustaches des analyses Fe

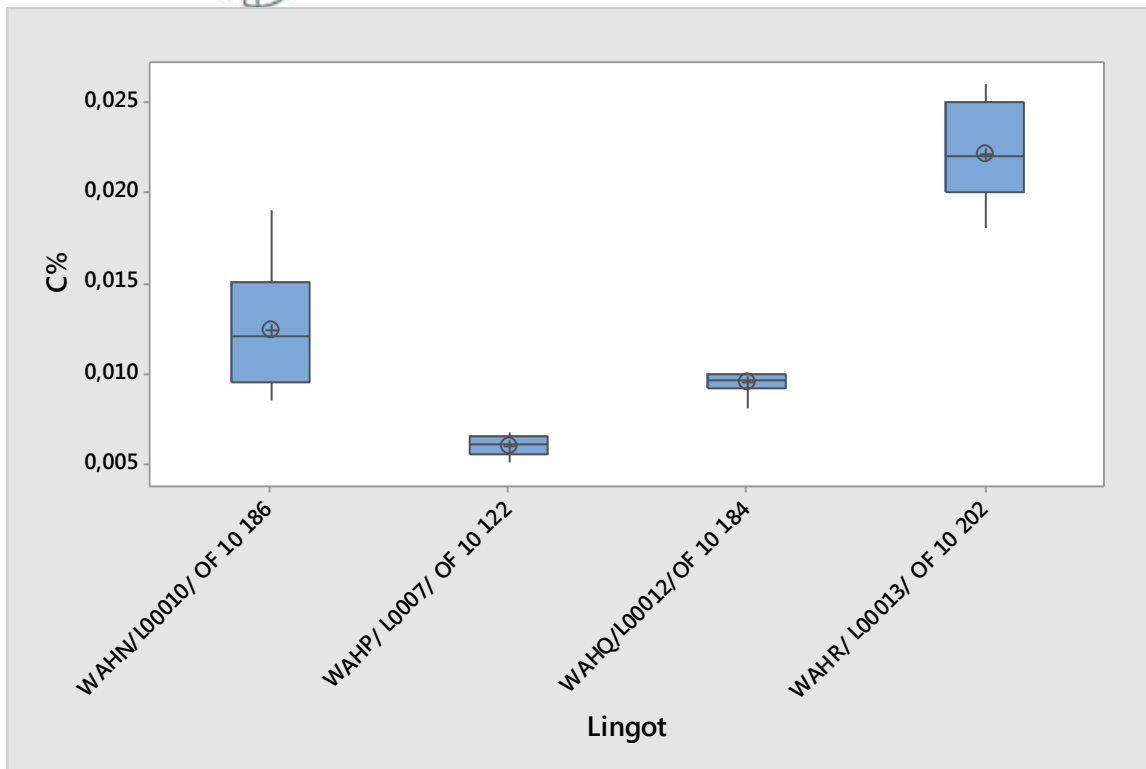


Figure 10: Boîtes à moustaches des analyses C

IV. Caractérisation de la macroségrégation

A. Macroségrégation radiale

Pour évaluer la ségrégation radiale, chaque échantillon a été aligné artificiellement à une visée pour ne pas prendre en compte la variabilité moyenne de composition entre électrode.

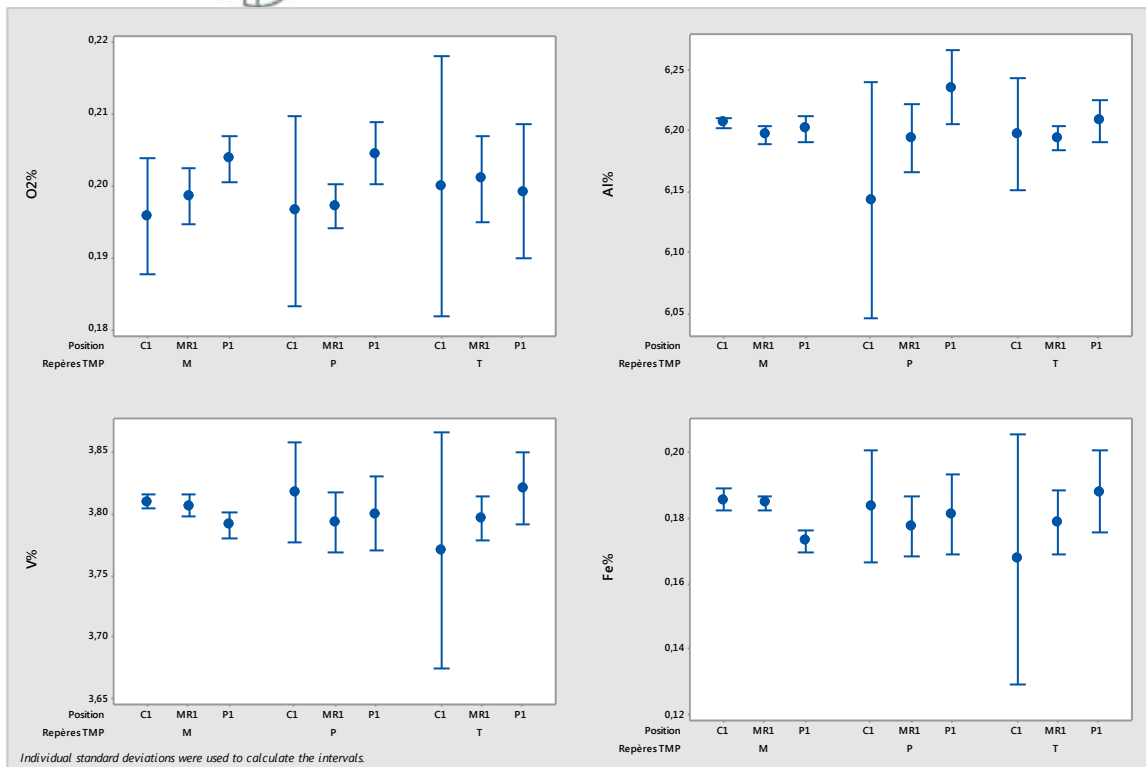


Figure 11: Moyennes des analyses en Tête, Milieu Pied selon le rayon pour Al, V, Fe O2 (sont aussi donnés les intervalles de confiance de la moyenne)

Malgré l'alignement, la ségrégation radiale n'est pas toujours observable (insuffisance de points et/ou trop grande variabilité intrinsèque au lingot).

Eléments dont $k \sim 1$: Al et V

Pour l'aluminium, on trouve en pied une différence marquée entre le centre plus pauvre et la périphérie. On ne retrouve pas cette tendance marquée au milieu et en tête. En pied, la ségrégation observée est cohérente avec le coefficient de partage qui est légèrement supérieur à 1 (1.11). On s'attendait plutôt à voir cette ségrégation marquée en tête du fait des conditions de solidification en tête (temps locaux de solidification plus grand mais aussi évaporation).

Pour le vanadium, on note en pied et au milieu une tendance à l'enrichissement au centre. Cela est cohérent avec le coefficient de partage de V (0.95). Cependant la tendance inverse est constatée en tête. Ceci ne peut être expliqué par la ségrégation et le coefficient de partage (trop forte influence de la variabilité intrinsèque).

Elément < 1 : Fe

On remarque au milieu, un enrichissement au centre, pas de ségrégation significative en pied et le phénomène inverse en tête. Seul l'enrichissement au milieu est conforme au coefficient de partage (-0.6).

Elément > 1 : O₂

Ségrégation marquée en pied et au milieu dans le sens d'un appauvrissement au centre, non significative en tête. Ceci est cohérent avec le coefficient de partage (1.33).

Les tendances de ségrégation radiale ne correspondent pas toujours aux variations attendues d'après les coefficients de partages des éléments. Cela est dû à un ensemble de points non suffisant pour établir une corrélation par rapport à la variabilité intrinsèque d'une coulée. Ces données seront mise à jour avec les prochaines expertises.

Si on compare cette mesure de la ségrégation radiale aux résultats obtenus en tête sur les lingots UKAD double VAR et les résultats de simulation, on remarque :

- Al, la ségrégation radiale est plus faible que celle mesurée en tête sur lingot UKAD
- Al, le résultat de simulation est proche de ce qui a été mesuré en tête
- V, mis à part en tête, la ségrégation est proche de celle d'UKAD et de la simulation
- Fe, la ségrégation est plus faible que celle d'UKAD et de celle simulée
- O₂, la ségrégation est plus faible que celle d'UKAD et simulée.

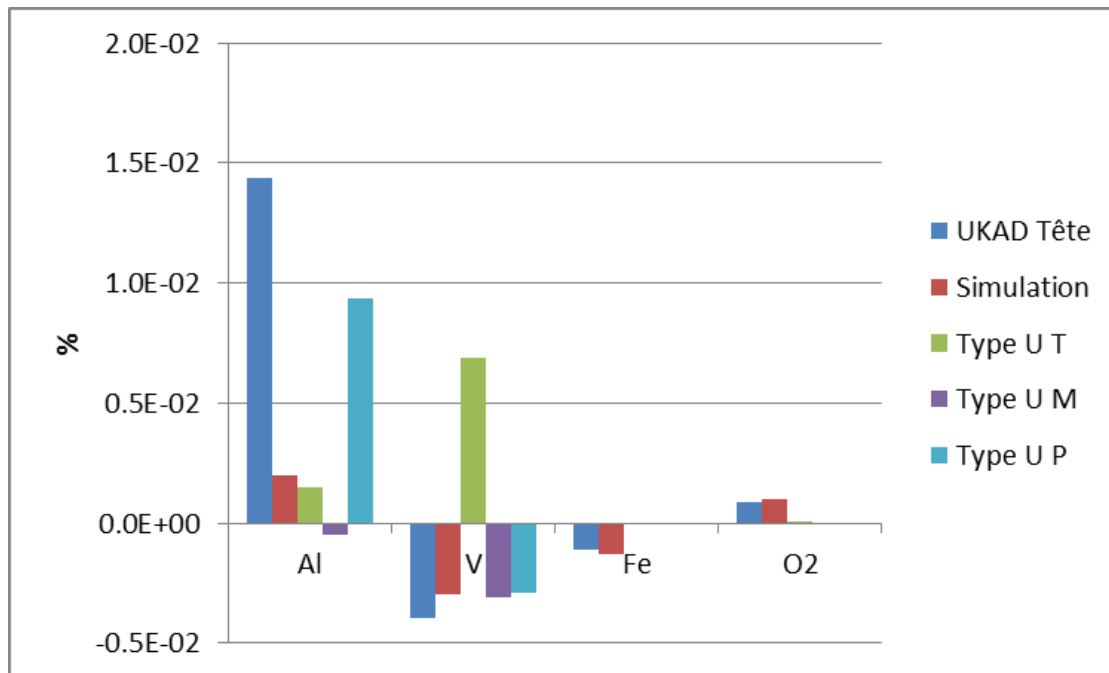


Figure 12: Comparaison de la ségrégation centre périphérie en delta (%) pour Al, V, Fe, O₂

Cela confirme que la simulation permet de décrire la ségrégation correctement pour V, Fe et O₂. Cependant pour Al en tête est sous-estimé pour les données UKAD par la simulation.



B. Symétrie des prélèvements.

Les moyennes des échantillons sur chaque position radiale permettent de se rendre compte de la symétrie sur le diamètre. Sauf pour le Fe, les résultats sont proches de la symétrie. Il est possible de réduire le nombre de prélèvement en ne prenant pas les deuxièmes échantillons à mi- rayon et en périphérie mais cela sera moins informatif pour surveiller la ségrégation radiale (moins de points).

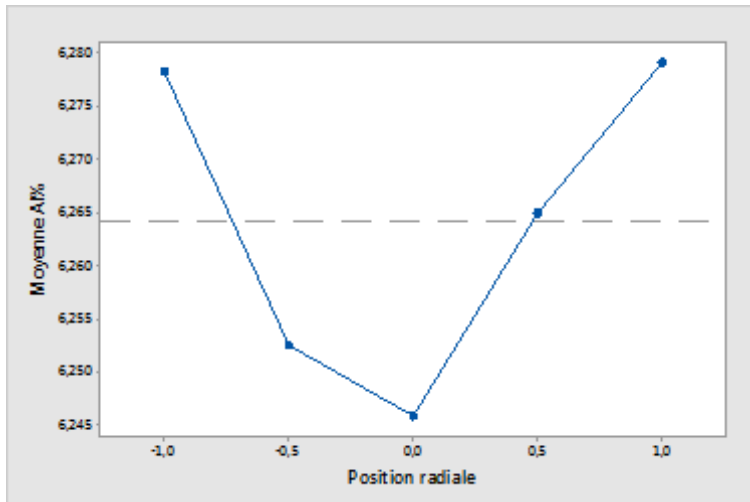


Figure 13: Moyenne Al% sur le diamètre pour l'ensemble des lingots

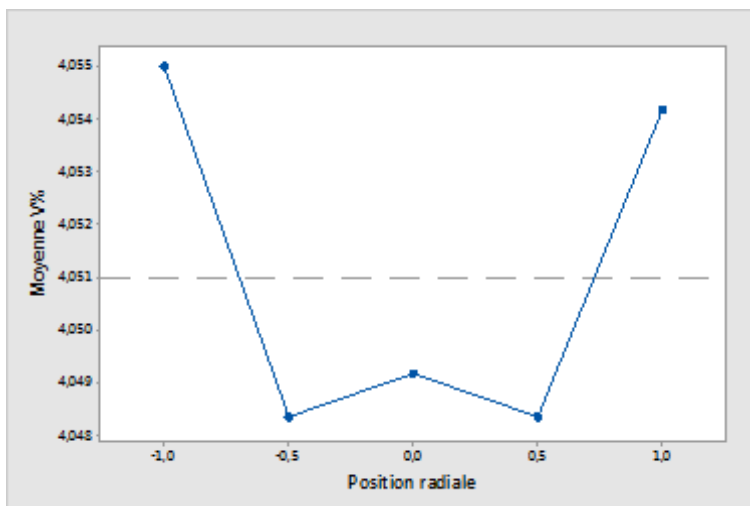


Figure 14: Moyenne V% sur le diamètre pour l'ensemble des lingots

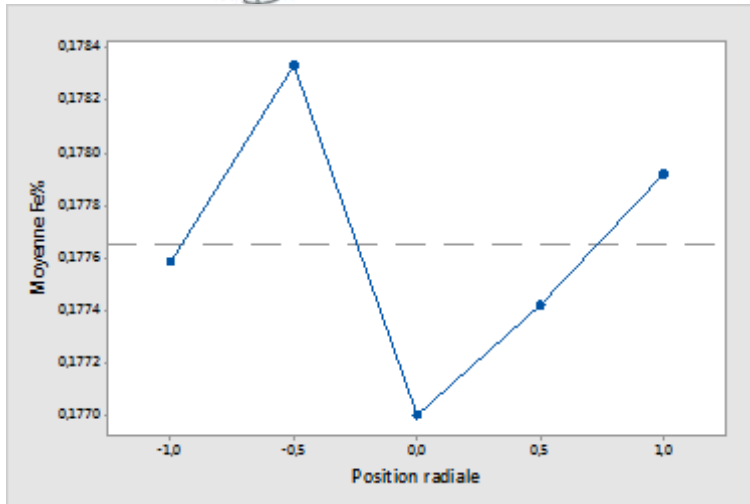


Figure 15: Moyenne Fe% sur le diamètre pour l'ensemble des lingots

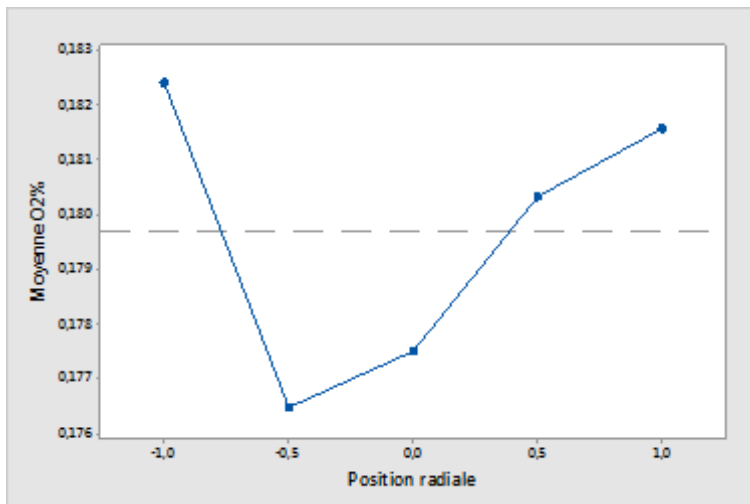


Figure 16: Moyenne O₂% sur le diamètre pour l'ensemble des lingots

C. Comparaison analyse plaquette, pin's et calcul de charge

Les analyses permettent de vérifier la cohérence entre le calcul de charge, les résultats sur pin's et les résultats sur demi-produit.

L0007/OF 10 122/WAHP

Al : Les résultats sur plaquettes sont conformes au calcul de charge, les analyses sur pin's sous-estiment la teneur (-0.4%).

V : Le calcul de charge sous-estime la teneur en V, les résultats sur pin's présentent plus de dispersion.

Fe : Le calcul de charge sous-estime la teneur en Fe (200ppm), les résultats sur pin's présentent plus de dispersion.

O₂ : Les résultats sur plaquettes sont conformes au calcul de charge, les résultats sur pin's présentent plus de dispersion

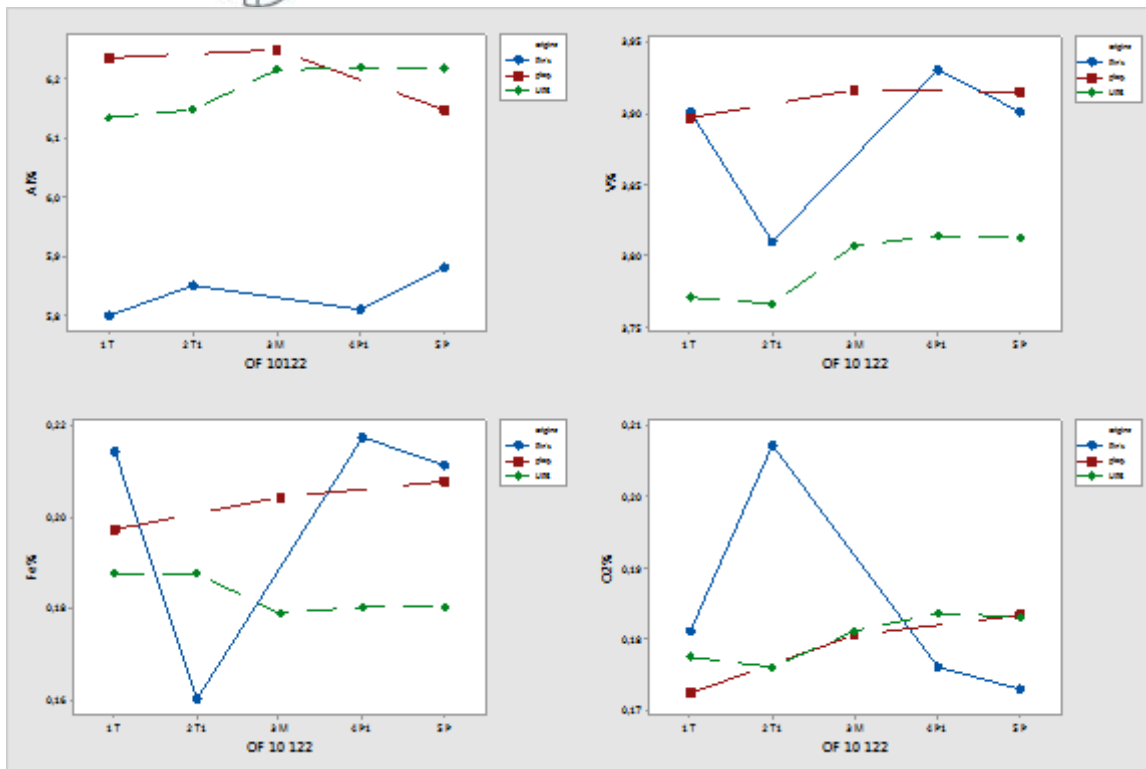


Figure 17: Moyennes des teneurs Al, V, Fe et O₂ sur plaquette, pin's comparativement au calcul de charge pour le lingot L0007/ OF 10 122/ WAHP

L00012/OF 10 184/WAHP

Al : Les résultats sur plaquettes sont conformes au calcul de charge à 0.05% près, les analyses sur pin's sous-estiment légèrement la teneur (-0.06% en moyenne, -0.1% max).

V : Le calcul de charge sous-estime la teneur en V (-0.03% par rapport aux plaquettes en moyenne, 0.18% max), les résultats sur pin's présentent plus de dispersion.

Fe : Les résultats sur plaquettes sont conformes au calcul de charge sauf en pied, les résultats sur pin's présentent plus de dispersion.

O₂ : Il y a une reprise en O₂ de 65ppm avec les résultats sur pin's, 38ppm selon les résultats sur plaquettes. Les résultats sur pin's présentent plus de dispersion

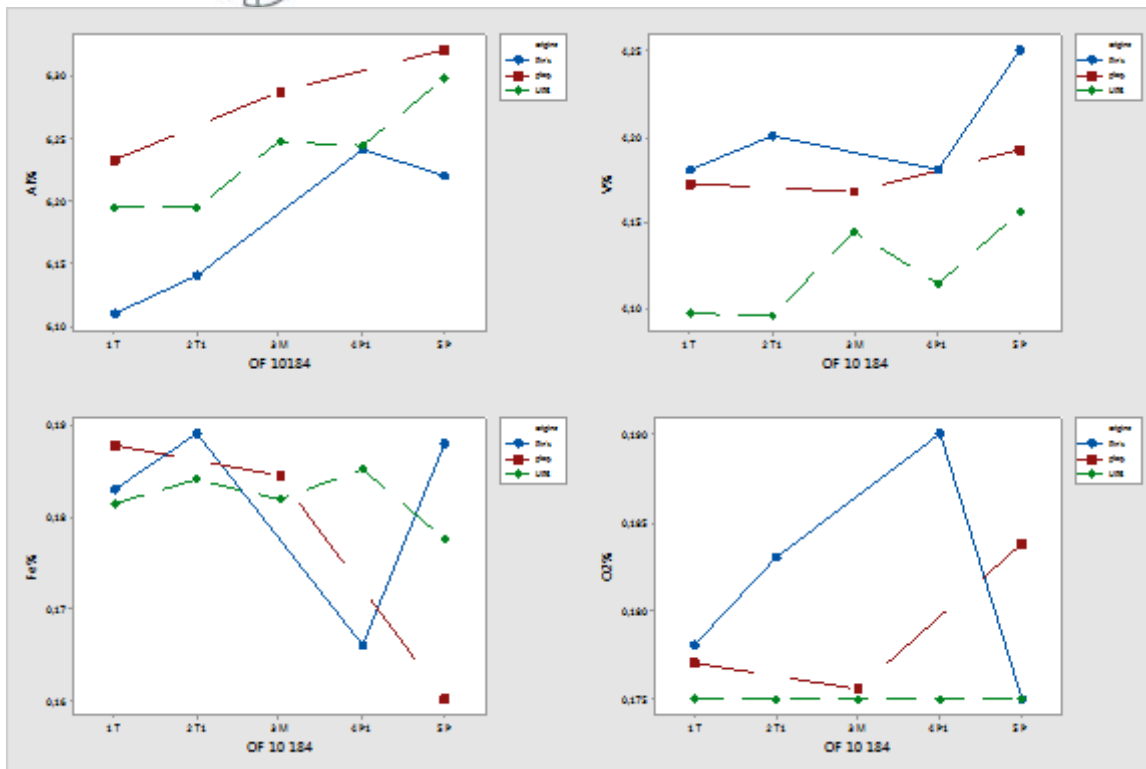


Figure 18 : Moyennes des teneurs Al, V, Fe et O₂ sur plaquette, pin's comparativement au calcul de charge pour le lingot L0012/ OF 10 184/ WAHQ

L00010/OF 10186/ WAHN

Al : Le calcul de charge sous-estime la teneur par rapport aux plaquettes (0.1% max, 0.06% en moyenne), les analyses sur pin's sous-estiment légèrement la teneur (-0.02% par rapport au calcul de charge).

V : Les résultats sur plaquettes et sur pin's sont conformes au calcul de charge en moyenne (0.03% près), les résultats sur pin's présentent plus de dispersion.

Fe : Le calcul de charge sous-estime la teneur en Fe (-111ppm par rapport aux plaquettes, -134ppm par rapport au pin's en moyenne).

O₂ : Il y a une reprise en O₂ de 20 ppm selon les résultats sur plaquette en moyenne (reprise de 100ppm max). Les résultats sur pin's présentent plus de dispersion

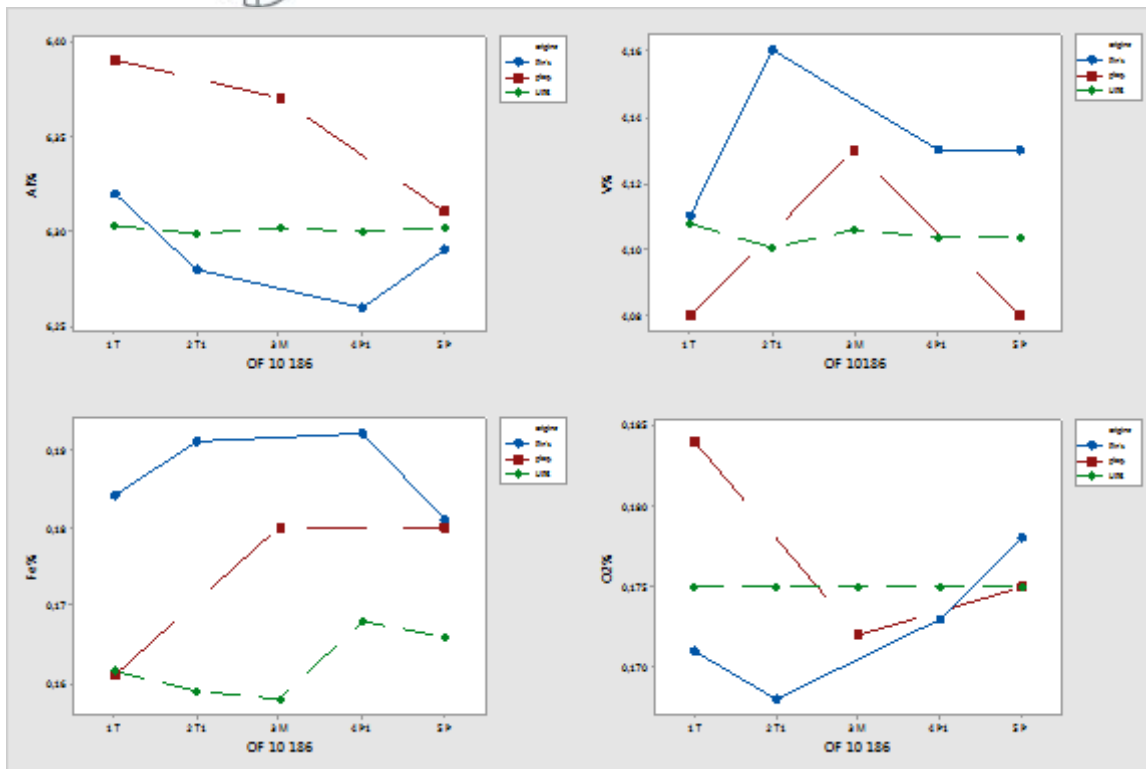


Figure 19 : Figure 20 : Moyennes des teneurs Al, V, Fe et O₂ sur plaquette, pin's comparativement au calcul de charge pour le lingot L00010/ OF 10 186/ WAHN

L00013/OF 10 202/ WAHR

Al : Les résultats sur plaquettes sont conformes au calcul de charge (0.05% près), les analyses sur pin's sous-estiment légèrement la teneur (-0. 1% en moyenne par rapport au calcul de charge, 0.15% max).
 V : Le calcul de charge surestime la teneur en V (+0.1%). En moyenne les résultats sur pin's et plaquettes sont cohérents mais les résultats sur pin's présente une forte dispersion.
 Fe : Les résultats sont en moyenne cohérents mais les résultats sur pin's présentent de la dispersion.
 O₂ : Il y a une reprise en O₂ de 170 ppm selon les pins's et de 100ppm selon les résultats sur plaquette en moyenne (+130 ppm max sur plaquette, +250ppm max sur pin's).

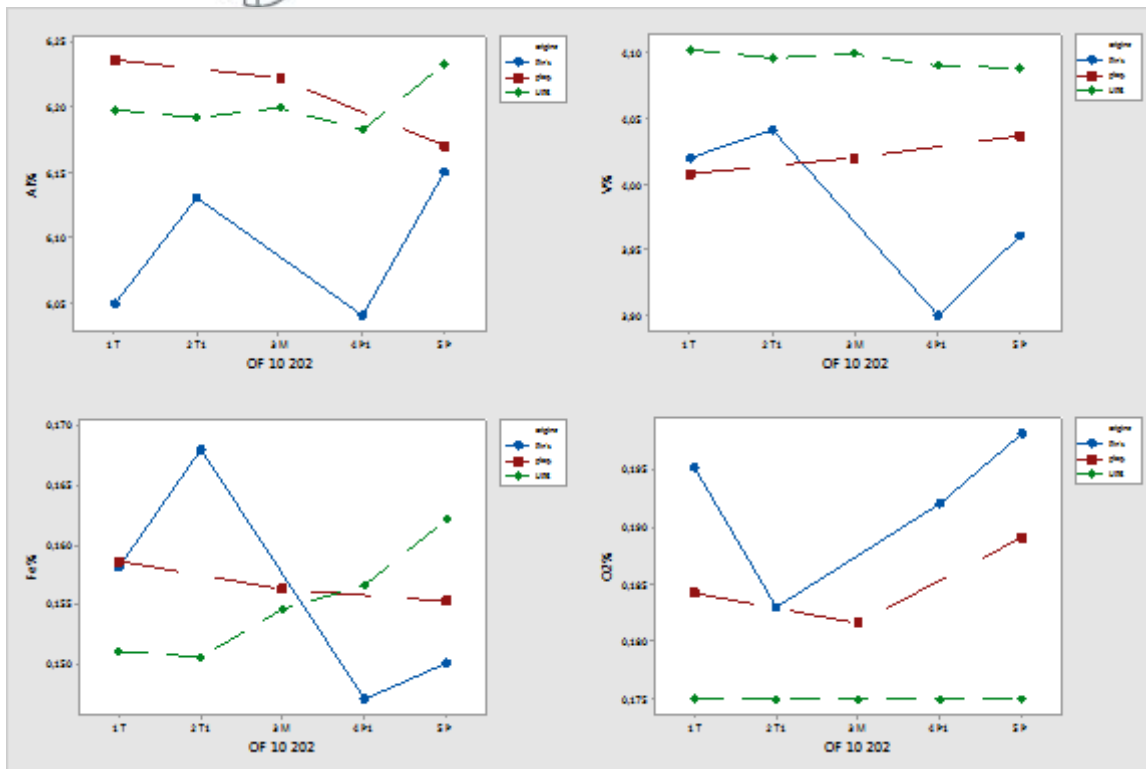


Figure 21 : Figure 22 : Figure 23 : Moyennes des teneurs Al, V, Fe et O₂ sur plaque, pin's comparativement au calcul de charge pour le lingot L00013/ OF 10 202/ WAHR

Conclusion

- Al : Teneur sur pin's systématiquement plus basse que le calcul de charge et les plaquettes.
- V : Calcul de charge qui a tendance à sous-estimer la teneur en V.
- Fe : Calcul de charge qui a tendance à sous-estimer la teneur en Fe.
- O₂ : Reprise en O₂ variable selon les lingots

La dispersion observé sur les pin's s'explique par le fait qu'il s'agit de mesures ponctuelles alors qu'à contrario ce sont les moyennes par plaquettes qui sont présentées (moyenne de 5 analyses par plaquettes).

D. Beta transus

La température de β-transus peut être calculée pour le TA6V à partir d'une loi empirique. Cette loi a été établie pour les lingots UKAD double VAR. Elle doit donc être utilisée avec réserve sur les lingots EcoTitanium. Cela peut permettre d'observer des tendances.

$$T_{\beta t} (\text{°C}) = 883 + 15,6 \times \text{Al} - 6,8 \times \text{V} - 35,2 \times \text{Fe} + 770 \times \text{C} + 218 \times \text{O}_2 + 253 \times \text{N}_2 - 370 \times \text{H}_2$$

(LESM/DL/HC/ET13-257).

La température de β-transus a été calculée à partir de la composition moyenne de chaque plaquette.

Tableau 3: Température de β -transus

N° OF/ n° coulée UKAD	β -transus (°C)		
	T	M	P
OF 10 184 /WAHQ	991	992	994
OF 10 186 /WAHN	997	994	997
OF 10 202/ WAHR	1002	1005	1007
OF 10 122/ WAHP	990	990	989

Sur l'ensemble des quatre lingots, il n'y a pas de différence significative au sens statistique entre la tête, le milieu et le pied.

Le lingot WAHR se dénote des trois autres par une température plus élevée. Les trois autres ne sont pas significativement différents des uns des autres au sens statistique.

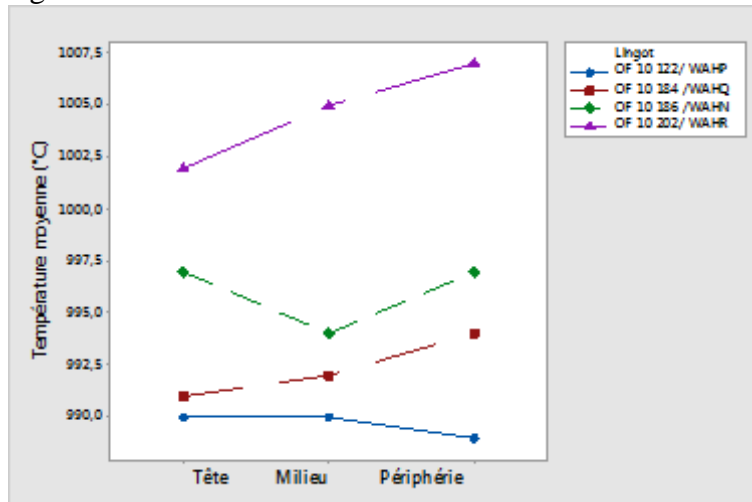


Figure 24: Température moyenne de beta transus (°C)

V. Conclusion

Les quatre lingots sont d'après ces analyses conformes en chimie mis à part un point bas au centre en pied en Al.

Malgré le nombre restreint de lingots, des tendances de ségrégation radiale sont observées. Elles sont en majorité conformes au comportement attendu sur la base du coefficient de partage de chaque élément. Elles sont aussi en accord avec les résultats de simulation et les résultats obtenus sur lingot UKAD pour Al, Fe, O₂ et V.

Le brassage de 60s ne semble pas avoir eu d'effet significatif sur la ségrégation ni sur l'aspect de peau du lingot. Le brassage 5s sera conservé pour les prochaines refusions.

On note des différences entre le calcul de charge et les résultats sur pin's et plaquettes :

- Al : Teneur sur pin's systématiquement plus basse que le calcul de charge et les plaquettes.
- V : Calcul de charge qui a tendance à sous-estimer la teneur en V.



- Fe : Calcul de charge qui a tendance à sous-estimer la teneur en Fe.
- O₂ : Reprise en O₂ variable selon les lingots.

Mis à part le lingot WAHR, les trois autres lingots ne sont pas significativement différents des uns des autres en termes de β -transus. En moyenne, il n'y pas de différence entre tête, milieu, pied au niveau de la beta transus.