

Émetteur : J.ESCAFFRE

Date : 20/04/2015

Direction / service : Industrielle / EcoTitanium

Réf. ET-15-0003

Date de la réunion : 09/04/2015

Participants : AD : R.ALLIER, T.BARRE, D.CAILLOT, J.LECADET, P.DELABORDE, J.ESCAFFRE, S.HANS, H.POISSON, C.DUCREUX.

Pr. Alec MITCHELL

Lieu : Les Ancizes

Destinataire(s) : Les participants, P.HERITIER.

Copie(s) : S.DESFARGES, S.BLINO, B.CHARVILLAT.

Objet : Visite d'Alec Mitchell

La visite d'Alec Mitchell a débuté par un point sur l'avancement du projet EcoTitanium, avant d'aborder les questions techniques autour des différents process.

A – Traitement et enfournement des chutes

Selon A.Mitchell, il est difficile de recycler la collerette formée au sommet du lingot lors du procédé VAR, en particulier si elle a été éliminée par découpe plasma (contamination → recyclage possible dans les Ferro-titanes). Si l'élimination se fait par usinage (comme pratiquée actuellement chez UKAD), le métal ne devrait pas être pollué, si tant est que le refroidissement du lingot VAR ait été suffisant avant ouverture du four.

Les caisses TiCP pour charger les chutes massives ne semblent pas constituer un risque qualité. Le chargement des chutes dans ces caisses reste cependant un point d'attention particulier.

Constituer une charge mixte « petits massifs/briquettes », sans mélanger les 2 types de chutes, peut entraîner des fluctuations de vitesse de fusion (différence de vitesse de fusion entre massifs et briquettes) et donc un manque de maîtrise problématique pour les qualifications chez les clients.

Les variations de vitesse de fusion acceptables sont de l'ordre de 10% si une refusion sous vide est réalisée après le PAM (même pour la qualité premium). Dans le cas d'un PAM seul, les variations de vitesse de fusion doivent être limitées à 2-3%.

B – Unité de production des briquettes

Réponses aux questions techniques :

- Introduction du TiO₂ :
Cette matière peut poser des problèmes de fusion liés à son introduction dans la charge si un pic de concentration local est créé. Idéalement, il doit être introduit avant le mélangeur, mais pourrait aussi être remplacé par une poudre de TA6V haut oxygène (Alec Mitchell a cité le procédé Tiro et la société Coogee Chemicals en Australie).
- Pratiques d'enfournement pour obtenir une composition chimique homogène sur le lingot final :
L'aluminium peut présenter des variations dues à la ségrégation de l'ordre de 0.3-0.4% suite à la fusion PAM. Le VAR permet par la suite de ré-homogénéiser le lingot. Cependant, au cours du masselottage VAR, on peut voir apparaître un phénomène d'évaporation de l'aluminium. On estime à 200 kg la quantité affectée par le masselottage VAR (pour un %Al=6.3% dans le lingot, on devrait obtenir au centre de la zone masselottée un %Al=5.9%). Il est donc important, dans un premier temps, de fixer les paramètres VAR avant de figer la composition et donc les pratiques d'enfournement de l'électrode PAM.



- Qualités des éléments d'alliage :
Il existe en effet une qualité premium pour les éléments d'addition, en particulier l'éponge pour laquelle les éléments traces vont être importants (sélection des éponges PQ au centre de « gâteau » d'éponge pour éviter des variations trop importantes des éléments traces) ou les masteralloys pour lesquels des opérations additionnelles permettront leur sélection (séparation magnétique, inspection visuelle renforcée). Cependant, pour le TA6V PQ, le facteur clé reste les éponges.
- Briquetage des éléments d'addition pour compenser les caisses de massifs :
Il est préférable de compenser avec les éléments d'addition sous forme de briquettes pour éviter le problème dû aux éléments volants dans le four PAM.
- Type et taille des copeaux :
La taille acceptable pour les copeaux doit être comprise entre 1 et 25 mm. Le paramètre important pour le choix des copeaux est leur source (par exemple : copeaux interdits si générés par outil céramique – source de LDI).
- Tailles limites des chutes enfournées dans le PAM :
Les chutes ne doivent effectivement pas avoir une taille trop importante pour éviter le risque de voir le plasma se focaliser sur elles (déviation de la plume). Cependant, ce phénomène ne présente pas un gros problème pour la qualité du lingot.
- Compaction des briquettes :
La densité des briquettes obtenue lors des essais chez ATM est de l'ordre de 3, soit une compaction de 65-70%. Pour A.Mitchell, ce niveau de compaction est suffisant car efficace pour fragmenter les LDI au cours du briquetage (demande de l'aéronautique), et équivalent aux pratiques concurrentes.
Il faut être vigilant quant aux changements dans le procédé Kroll. En effet la taille du réacteur utilisé dans le procédé peut avoir un impact sur la force nécessaire pour compacter les éponges.

C - Procédé PAM

- Concernant les patterns des torches, tout changement implique une modification de la température de surface et donc du temps de résidence.
Habituellement, les patterns décrivent un simple cercle en mouvement sur la longueur du creuset de fusion. A.Mitchell préconise une ligne simple décrivant un aller/retour sur la longueur de la zone d'affinage et suivant une vitesse rapide vers la sortie de la zone et une vitesse lente en direction de son entrée afin de s'opposer au flux et ainsi augmenter le temps de résidence.
L'optimisation des patterns passe par l'augmentation de la température de surchauffe, sans toutefois faire décroître le temps de résidence. Pour cela, il faut au préalable augmenter la taille globale du puits liquide. On observe un effet Marangoni du fait des gradients thermiques. Cependant la présence d'un effet supplémentaire, le « gas shear », limite les mouvements de surface.
- Un point d'attention particulier doit être porté au refroidissement des torches, notamment la géométrie du circuit de refroidissement de la cathode.
- Des mesures de température de surface sont nécessaires mais restent très dépendantes du fonctionnement, des mouvements et de l'angle des torches.
- Certaines particules peuvent « voler » dans l'enceinte du four, mais cet effet est limité par l'entraînement du gaz (masse He faible).
- Soudage stub dans le PAM : difficultés à fondre la surface du stub et à piloter la fusion.
- Les pressions de travail au PAM sont comprises entre 200 et 1066 mbar.
Si % H₂ < 50 ppm alors %H dans le TA6V sera de l'ordre de 8 ppm → on voit un dégazage en VAR sur l'électrode PAM. H₂ provient de l'humidité dans l'éponge de Ti. Elle est donc liée au % d'éponges au PAM. (Idée d'essai : coulée avec 100 % éponges et mesure du taux d'hydrogène (cas limite)).

Réponses aux questions techniques :

- Temps de résidence :
Avec une surchauffe de 200 °F (environ 93 °C), le temps de dissolution pour une particule de diamètre 0.3 inch (environ 8 mm) est d'environ 15 min (avec une surchauffe de 300 °F (environ 150 °C) ce temps passe à seulement 6 min).



Pour un EB qui présente une faible surchauffe (pour éviter l'évaporation trop importante de l'Al), on estime que le temps de résidence est compris entre 5 et 20 min.

Le cas le plus critique pour l'élimination des particules dans le creuset froid est le cas à densité neutre. Si leur élimination est difficile à réaliser, il faut augmenter la température pour améliorer leur dissolution.

Pour mesurer le temps de résidence, des additions de particules de Fe et de Cu doivent être réalisées. Cet essai doit intervenir après les essais d'ensemencement afin d'avoir des paramètres figés.

Il faut dans la mesure du possible chercher un temps de résidence de l'ordre de 5 min (voir abaque présenté par A.Mitchell – publication GE).

Les LDI ne peuvent pas être retrouvés dans le skull. En effet l'azote diffuse rapidement en phase bêta → mise en solution de l'azote.

- Dimensions de la zone liquide :

Selon A.Mitchell, les dimensions de la zone liquide dans le creuset correspondent à :

- o 50% de la largeur du creuset,
- o une épaisseur de 3 cm (qui en réalité n'est pas constante – plus profonde sous la torche).

Le temps de résidence recalculé peut varier entre 5 et 10 min en fonction des dimensions du creuset et pour une vitesse de fusion de 1t/h.

La température en surface du creuset peut être estimée inférieure à 2000 °C du fait de perte par rayonnement.

En comparaison à un four EB où les mouvements dans le métal liquide sont laminaires, on observe plus de mouvements dans le PAM, donc une meilleure homogénéisation, mais une forme de puits liquide « transitoire ».

- Vitesse de fusion pour la qualité premium :

De l'ordre de 800 kg/h au vu de la géométrie du creuset et pour un temps de résidence adapté. Pour la qualité standard, elle peut être augmentée jusqu'à 1.5 t/h.

- Nettoyage du skull :

Le skull n'est pas contaminé par les LDI (diffusion), mais bien par les HDI (piégeage). Le skull peut être utilisé pour toute la campagne. Il peut être pollué lors de l'ouverture du four par des chutes de débris « pollués ». Pour le nettoyer, il doit être sorti du four et l'utilisation d'un broissage suivi d'une aspiration est possible. En fin de fusion, les ailettes de métal sont éliminées à l'aide des torches plasma. D'après A.Mitchell, il n'y a aucune contre-indication à le réutiliser dans le cas de fusions PQ (faits pour les fusions EB).

Pour redémarrer après une campagne avec un skull réutilisé (distorsion du skull à la fin de la précédente campagne lors du refroidissement), il faut couper le skull précédent en plusieurs morceaux (sciage probablement avec lubrifiant). Le nouveau skull est réalisé par mise en place de chutes dans le creuset et fusion. Il est conseillé d'avoir un mauvais contact thermique entre le skull et le creuset afin d'augmenter le volume de métal liquide.

- Changement du skull :

Manutention avec des élingues (à préciser). Le soudage de boucles se fait uniquement sur le TiCP (risque de fissures).

- Réparation du creuset froid :

Soudure MIG si nécessaire (infos Retech).

- Changement de composition dans une même campagne :

Pour diluer la composition, un volume équivalent à 3 fois le volume liquide dans le skull est nécessaire.

- Caméra sur l'anneau mouleur :

La mesure du niveau liquide dans l'anneau mouleur par mesure de la tension est une idée russe mise à place à une pression d'1 atm. A plus basses pressions, il n'est pas sûr que cette technique soit efficace. L'utilisation d'une caméra paraît une meilleure idée. Il faut cependant faire attention au filtre utilisé pour être sensible aux variations de niveaux (élimination du spectre du au plasma et récupération des IR liés au niveau de métal liquide). L'utilisation d'une fibre optique (température de travail jusqu'à 1000°C) à l'intérieur du four peut également être envisagée et évite la mise en place d'un hublot supplémentaire.

D – Procédé VAR

Attention aux régulations fournies par RETECH : voir comment sont gérés les PID !

Pour le Ti10-2-3 : faible vitesse de fusion et faible longueur d'arc → régulation possible par les impulsions. Il faut donc prévoir de pouvoir rajouter ce type de régulation par la suite.
Tension de l'ordre de 25 V (similaire aux superalliages base Ni).

Pour le TA6V : tension de l'ordre de 34-36 V. Attention au masselottage.

Formation d'un grand puits liquide au VAR, mais la surchauffe reste faible (environ 10 °C).

E – Divers

Réponses aux questions techniques :

- Soudure du stub dans le VAR :
Elle peut être réalisée par soudure MIG à l'extérieur, mais dans ce cas, le métal ne doit pas passer à l'état liquide. Cette pratique a un impact sur le transfert thermique vers le stub et peut entraîner une augmentation importante de la vitesse de fusion en fin de refusion. On peut aussi utiliser un stub welder, mais dans ce cas le contact électrode/base doit être direct lors du soudage (pas d'utilisation de cales).
- Différences entre qualités standard et premium :
Les inspections / contrôles sont plus approfondis pour la qualité premium. La teneur en Al doit être plus reproductible (tolérances plus serrées pour le PQ) afin de limiter les variations de température de transus.
- Séparation des flux standard / PQ :
Pour A. Mitchell, cette exigence peut être liée au crash de Sioux City pour lequel un mélange entre produits standard et PQ avait eu lieu. Cependant, la différenciation des moyens de manutention entre autre parait « farfelue » à A.Mitchell.