




Site des ANCIZES

Département RECHERCHE & DEVELOPPEMENT

OBJET :

Projet 2A017 – UKAD Aval

TA6V

Essais de mise au point des gammes de

fabrications pour applications médicales.

Caractérisation structurale de demi-produit forgé

CAA270mm et CAA220mm pour blooming.

Lingot K05S000006 - AAAG - Gammes 7 et 8

RAPPORT D'ETUDE**REFERENCE :** DRD/EG/13-116**CORRESPONDANT :** E.GEORGES**DATE D'EMISSION :** 10-12-2013**DEMANDE :**

Essais selon note

DRD – OL -13-097

du 30-09-2013

Introduction

Dans le cadre de la mise au point des gammes de fabrications de barre laminées de gros diamètres (55 mm à 85 mm) pour application médicale, différentes voies de transformation sont en cours d'évaluation (Cf note DRD – OL -13-097).

Ce rapport concerne la caractérisation structurale de demi-produits forgés à UKAD en CAA270mm et CAA220mm pour laminage Ancizes selon une gamme Blooming - Trio - Gros Train. Ils sont issus d'un lingot détourné pour teneur en oxygène insuffisante pour application structure et raccourci par rapport aux dimensions standard en raison des prélèvements réalisés antérieurement en tête et pied.

L'essai concerné poursuit l'objectif d'une augmentation du corroyage dans le domaine α/β dans un but d'amélioration des microstructures vis-à-vis de la globularisation de la phase α , sans pour autant introduire de refoulement du lingot. Pour ce faire le traitement de recristallisation réalisé à 1050°C a été remonté au stade CAA530mm au lieu du stage CAA400mm.

Nous disposons de 2 plaquettes l'une de section CAA 270mm (corroyage $\alpha/\beta = 3,8$), l'autre de section CAA 220mm (corroyage $\alpha/\beta = 5,8$) pour évaluation structurale.

Conclusion

L'augmentation du corroyage dans le domaine α/β va logiquement dans le sens d'une amélioration de la qualité structurale avec une fragmentation plus avancée des liserés et des aspects massifs, et une tendance à une meilleure globularisation sur le CAA220mm par rapport au CAA270mm.

Même si les aspects structuraux sur CAA270mm semblent globalement plus favorables que ceux obtenus jusqu'à présent sur demi-produits de même section et confirment l'intérêt des modifications apportées par cette nouvelle gamme, les disparités de tailles et le caractère orienté des précipités α demeurent assez marqués à l'état brut de forge.

Une certaine amélioration structurale est envisageable par traitement thermique ou pourrait être obtenue par remise au feu finale en fin de forgeage. Le cycle nécessite de monter la température du produit de 20 à 30°C au dessus de la température de forgeage actuelle (930°C), ou plus précisément 25 à 30°C en dessous de la température de β transus, afin d'assurer une mise en solution partielle de la phase α et tendre vers une proportion équivalente entre phase α et phase β , condition nécessaire pour favoriser la fragmentation et la globularisation des précipités de phase α .

A la suite de ce maintien, un refroidissement contrôlé en four sur quelques dizaines de degrés devrait également être bénéfique pour la coalescence des précipités.

Suite à ces investigations, un essai de traitement industriel pour un des CAA270mm a finalement été retenu et réalisé à UKAD à 960°C enfournement four chaud et temps de séjour de 6h30, permettant de garantir un temps métallurgique de 2h30 au centre du produit.

DESTINATAIRE(S) : Olivier LURDOS – Patrick DELABORDE – Philippe JACQUET – Laurent CLUZEL -

Charlie Ortolary - Christian Dumont – Marc Dulat - Hervé Chavanne

REPERES DE CLASSEMENT : TA6V –Application médicale**UKAD – Demi-produit pour blooming**Visa du
responsable d'Etude :

 <p>Site des ANCIZES Département RECHERCHE & DEVELOPPEMENT</p>	<p>OBJET :</p> <p>Projet 2A017 – UKAD Aval</p> <p>TA6V Essais de mise au point des gammes de fabrications pour applications médicales. Caractérisation structurale de demi-produit forgé CAA270mm et CAA220mm pour blooming. Lingot K05S000006 - AAAG - Gammes 7 et 8</p>
<p>RAPPORT D'ETUDE</p>	
<p>REFERENCE : DRD/EG/13-116</p>	<p>DEMANDE :</p>
<p>CORRESPONDANT : E.GEORGES</p>	<p>Essais selon note</p>
<p>DATE D'EMISSION : 10-12-2013</p>	<p>DRD – OL -13-097 du 30-09-2013</p>
<p>1 – Introduction</p> <p>Dans le cadre de la mise au point des gammes de fabrications de barre laminées de gros diamètres (55 mm à 85 mm) pour application médicale, différentes voies de transformation sont en cours d'évaluation (Cf note DRD – OL -13-097).</p> <p>Ce rapport concerne la caractérisation structurale de demi-produits forgés à UKAD en CAA270mm et CAA220mm pour laminage Ancizes selon une gamme Blooming - Trio - Gros Train. Ils sont issus d'un lingot détourné pour teneur en oxygène insuffisante pour application structure et raccourci par rapport aux dimensions standard en raison des prélèvements réalisés antérieurement en tête et pied. L'essai concerné poursuit l'objectif d'une augmentation du corroyage dans le domaine α/β dans un but d'amélioration des microstructures vis-à-vis de la globularisation de la phase α, sans pour autant introduire de refoulement du lingot. Pour ce faire le traitement de recristallisation réalisé à 1050°C a été remonté au stade CAA530mm au lieu du stage CAA400mm. Nous disposons de 2 plaquettes l'une de section CAA 270mm (corroyage $\alpha/\beta = 3,8$), l'autre de section CAA 220mm (corroyage $\alpha/\beta = 5,8$) pour évaluation structurale. Le synoptique de la gamme est précisé en annexe1</p> <p>2 Caractérisation structurale La référence de ce dossier dans le LIMS est 13-16863.</p> <p>2 -1 Macrographie</p> <p>Les aspects macrostructuraux ne présentent pas d'anomalie. La plaquette CAA 220mm présente un taille de grains homogène (cf annexe 2). La taille de grains β apparait plus grossière au centre du CAA270mm avec un affinement en périphérie (cf annexe 4).</p> <p>2 -2 Micrographie</p> <p><u>Etat brut de forge</u></p> <p>Les microstructures ont été examinées en sens long et sens travers et cotées selon le référentiel ETTC2. Le détail des cotations est présenté dans les tableaux des annexes 2 et 4.</p>	
<p>DESTINATAIRE(S) : Olivier LURDOS – Patrick DELABORDE – Philippe JACQUET – Laurent CLUZEL - Charlie Ortolary - Christian Dumont – Marc Dulat - Hervé Chavanne</p>	
<p>REPERES DE CLASSEMENT : : TA6V –Application médicale UKAD – Demi-produit pour blooming</p>	<p>Visa du responsable d'Etude :</p>

En sens long, les aspects structuraux majoritaires sur CAA 270mm sont cotés C4 compte tenu d'un certain manque de globularisation et de la variabilité de la taille des précipités α . De nombreux aspects moins favorables assimilables aux figures C6, C7, C8 sont également à souligner en raison de la présence de liserés, d'amas plus grossiers et de morphologie en lattes épaisses. Les illustrations structurales sont présentées en annexe 3a pour les aspects majoritaires et en 3b pour des aspects particuliers moins favorables.

Pour le CAA220mm, les structures apparaissent plus favorables car globalement mieux fragmentées et globularisées, même s'il reste des plages d'aspects orientés et une certaine variabilité de taille. Elles sont cotées majoritairement C3. (Cf illustrations en annexe 5a)
Les aspects moins favorables de type liserés sont moins nombreux et mieux fragmentés (Cf annexe b).

Etat traité

Afin de vérifier l'impact sur les aspects globularisation d'un traitement thermique ou d'une remise au feu finale à température supérieure à la température de forgeage, un essai de traitement thermique en four laboratoire a été réalisé sur échantillons prélevés au centre et en périphérie de chacune des deux plaquettes.

Le cycle thermique consiste en une montée en température à 950°C avec maintien de 1h, suivi d'un refroidissement contrôlé en four à 30°C/h jusqu'à 900°C et maintien 30mn.
L'objectif est d'assurer dans un premier temps, une mise en solution partielle de la phase α et d'augmenter la proportion de phase β , de façon à obtenir une fraction équivalente pour chacune des deux phases, ceci afin de favoriser la fragmentation et une certaine globularisation des α .
Le refroidissement lent qui suit vise à provoquer une croissance/coalescence des nodules α primaires.

Les structures obtenues en sens long pour le CAA270mm sont cotées selon l'ETTC2 et illustrées en annexes 6a pour les aspects majoritaires et en annexes 6b pour les aspects particuliers les plus défavorables.

Les structures du CAA220mm sont présentées en annexe 7.
Elles sont cotées en C1 – C3 au centre avec présence de quelques liserés plus ou moins discontinus et îlots plus grossiers non représentés dans l'ETTC2 mais pourraient s'inscrire entre C4 et C6

Le résultat espéré est partiellement atteint, les structures en sens long apparaissent nettement moins orientées et les disparités de tailles sont atténuées.

Il reste néanmoins des aspects peu favorables : plages plus massives et lisérées. Ils sont généralement plus fragmentés qu'à l'état brut de forge, et peuvent donc être cotés avec une moindre sévérité.

Pour les deux demi-produits les cotations selon l'ETTC2 évoluent donc vers des indices globalement plus faibles par rapport à l'état brut de forge.

3 – Analyse chimique et température de β transus

L'analyse chimique est réalisée à mi-rayon de chaque plaquette. Les teneurs obtenues sont présentées en annexe 8.

Les températures de β transus sont déterminées par calcul selon la formule établie dans le rapport LESM/DL/HC/ET13-257 applicable au TA6V et donnant les meilleures corrélations entre analyse chimique Ancizes et résultats expérimentaux :

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

Elles sont respectivement de 988°C pour le CAA270mm et 986°C pour le CAA220mm

Compte tenu de ces valeurs, une température de traitement thermique supérieure de 5 à 10°C par rapport à notre essai réalisé à 950°C, soit 25 à 30°C en dessous du β transus devrait conduire à des résultats encore plus favorables sur le plan de la qualité structurale.

4 – Conclusion

L'augmentation du corroyage dans le domaine α/β va logiquement dans le sens d'une amélioration de la qualité structurale avec une fragmentation plus avancée des liserés et des aspects massifs, et une tendance à une meilleure globularisation sur le CA220mm par rapport au CA270mm.

Même si les aspects structuraux sur CA270mm semblent globalement plus favorables que ceux obtenus jusqu'à présent sur demi-produits de même section et confirment l'intérêt des modifications apportées par cette nouvelle gamme, les disparités de tailles et le caractère orienté des précipités α demeurent assez marqués à l'état brut de forge.

Une certaine amélioration est envisageable par traitement thermique ou pourrait être obtenue par remise au feu finale en fin de forgeage. Le cycle nécessite de monter la température du produit de 20 à 30°C au dessus de la température de forgeage actuelle (930°C), ou plus précisément 25 à 30°C en dessous de la température de β transus, afin d'assurer une mise en solution partielle de la phase α et tendre vers une proportion équivalente entre phase α et phase β , condition nécessaire pour favoriser la fragmentation et la globularisation des précipités de phase α .

A la suite de ce maintien, un refroidissement contrôlé en four sur quelques dizaines de degrés devrait également être bénéfique pour la coalescence des précipités.

Suite à ces investigations, un essai de traitement industriel pour un des CAA270mm a finalement été retenu et réalisé à UKAD à 960°C enfournement four chaud et temps de séjour de 6h30, permettant de garantir un temps métallurgique de 2h30 au centre du produit.

DRD.OL.13.097

Version 2 – 30/09/2013

GAMMES 7 ET 8
« lingot court »

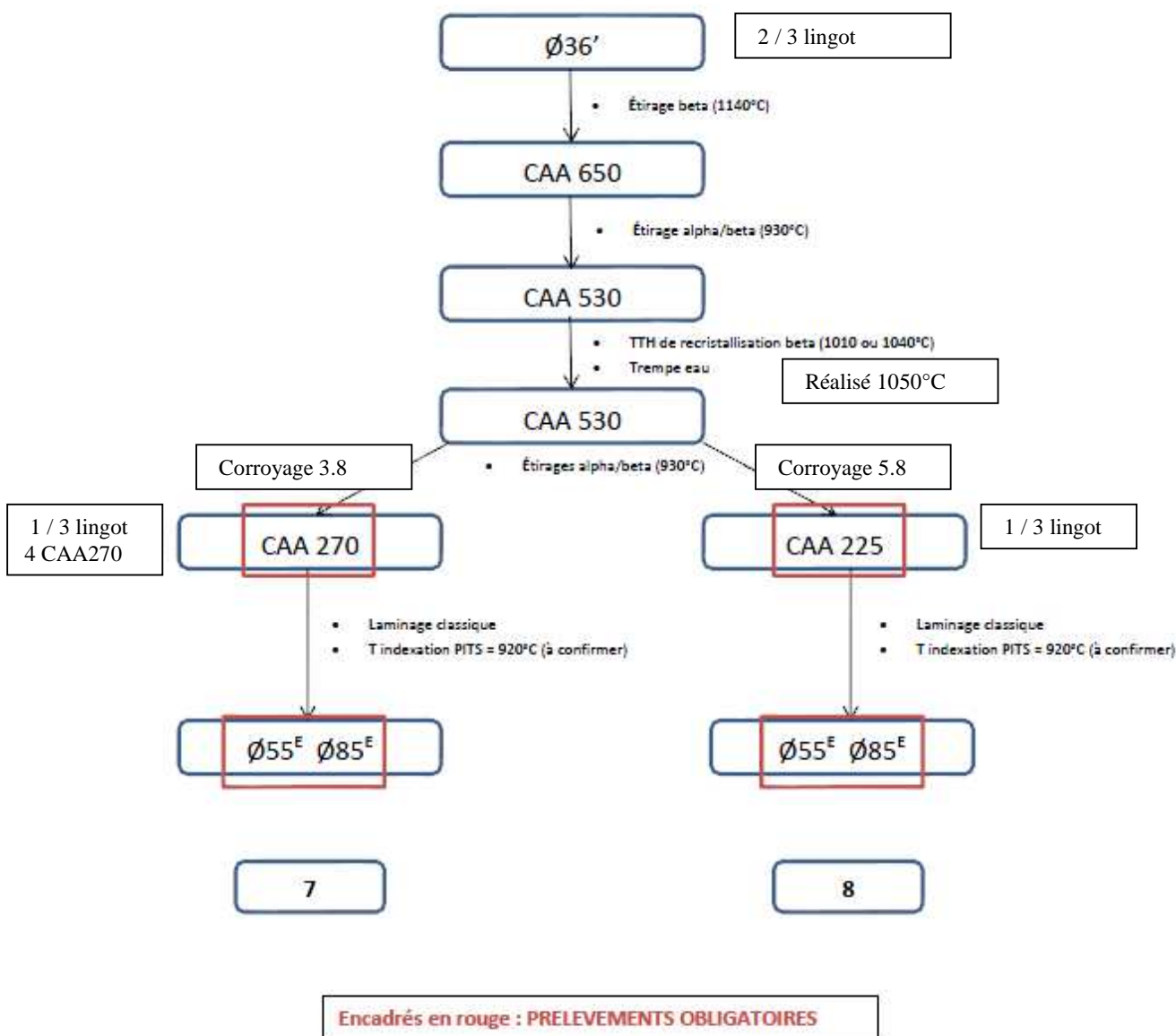
Coulée : essai sur le « lingot court » (n° de coulée à préciser)

Produit de départ : lingot UKAD 36"

Produits finis : $\varnothing 55^E$ et $\varnothing 85^E$

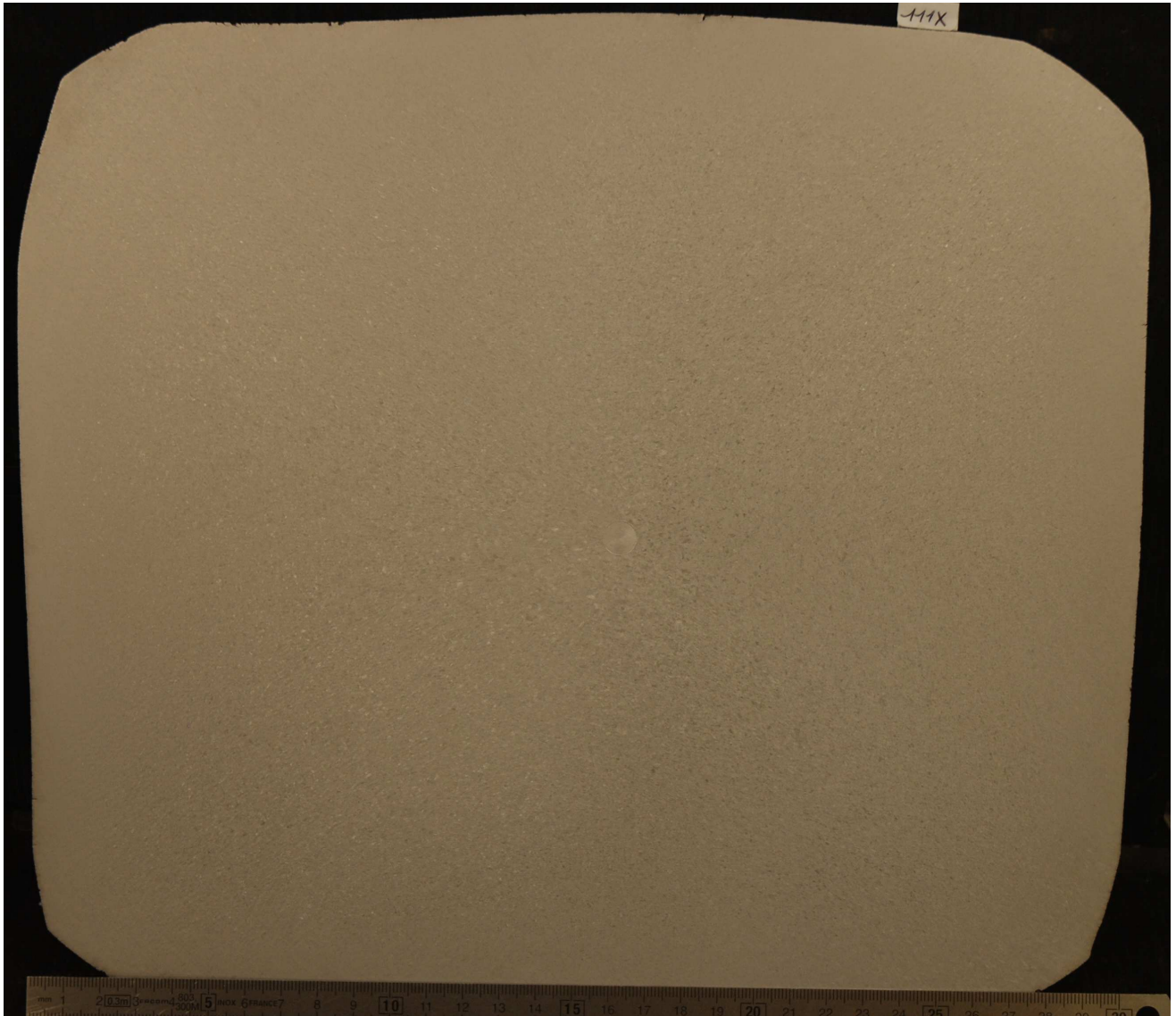
Modification de toute la gamme de forgeage UKAD pour répondre au cahier des charges suivant :

1. augmenter au maximum le corroyage alpha/beta final en forgeage.
2. Ne pas faire de refoulement/étirage sur lingot.



TA6V- K05S 000006 - Lingot court
 Gamme 7 - Demi produit UKAD CAA 270mm -
 Repère AAAG 111X

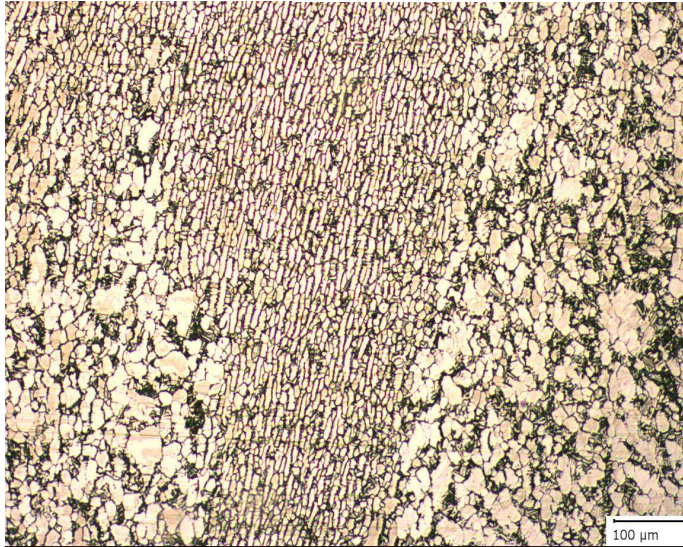
Macrostructure



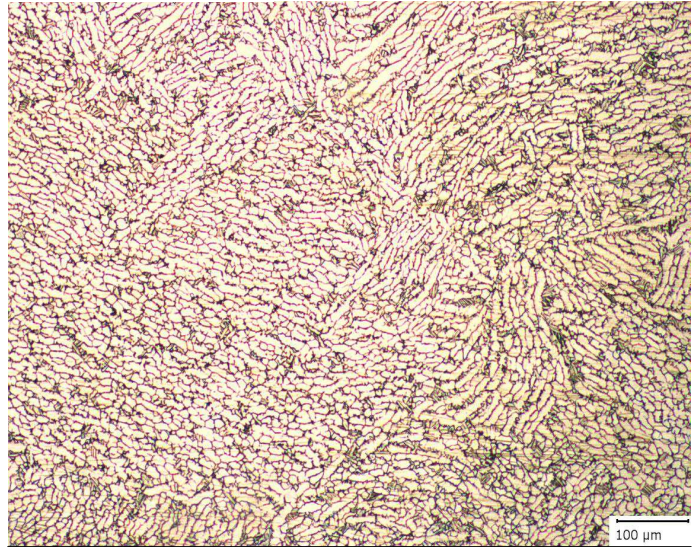
Taille de grains grossière au centre (1 à 2mm) - Affinement vers la périphérie

Cotation microstructurales selon ETTC2

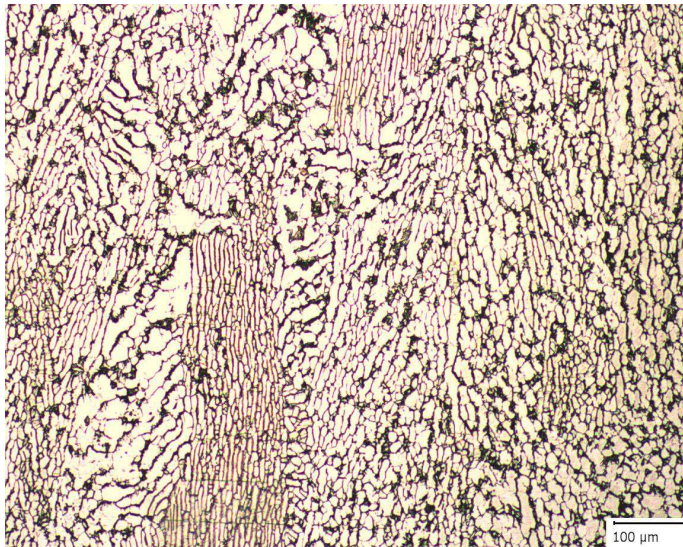
CA270mm AAAG 111X	Centre	Mi- Rayon	Périphérie
Sens Long	C4 majoritaire + qques C7 - C8	C4 majoritaire + qques C7	C4 majoritaire + qques C6 - C7
Sens Travers	B1 - B10 Présence de liserés et qques aspects particuliers tendance B12- B13	B1 - B10 Présence de liserés et aspects particuliers B12- B13	B10 - qques aspects de type B15 - B19



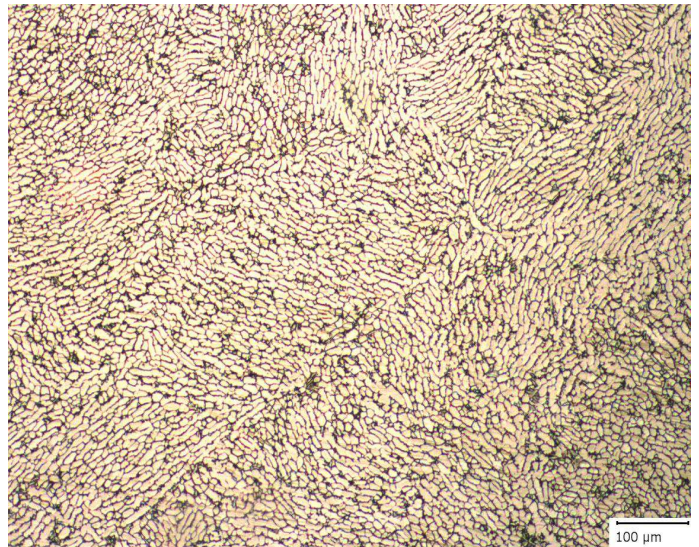
Centre Long X100



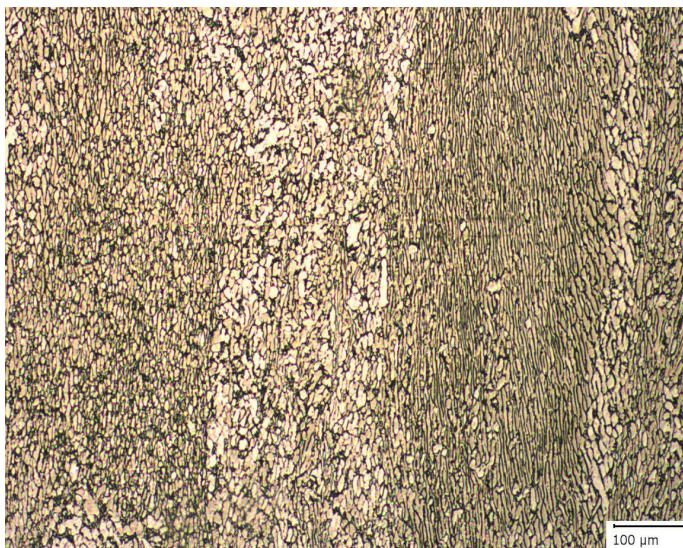
Centre Travers X100



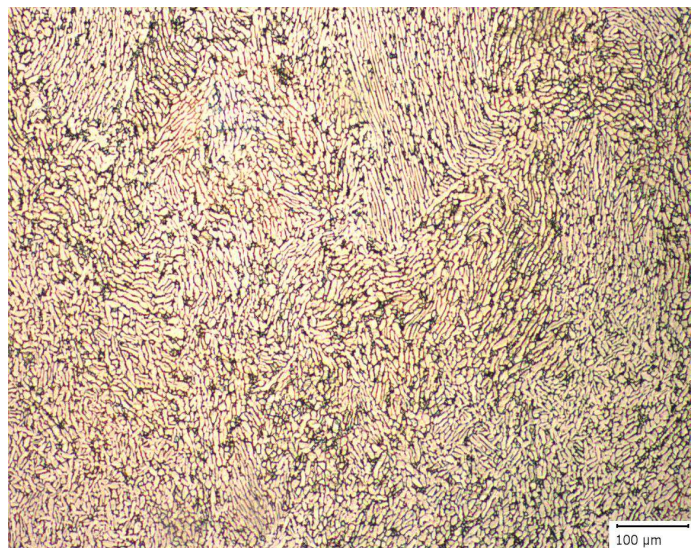
Mi-rayon Long X100



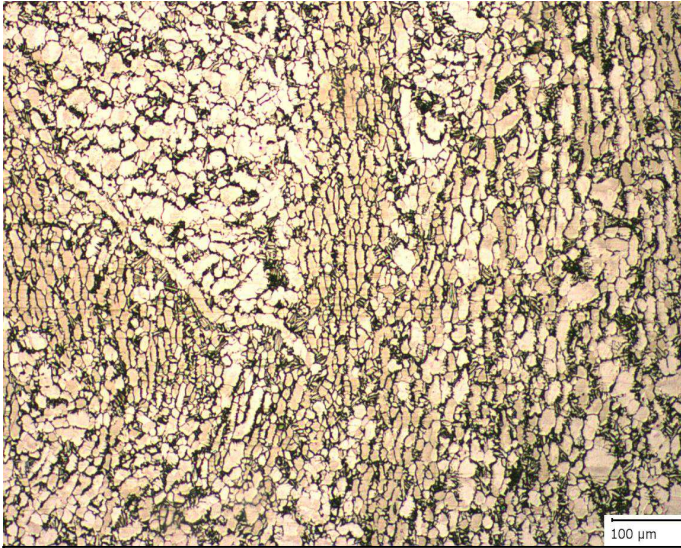
Mi-rayon Travers X100



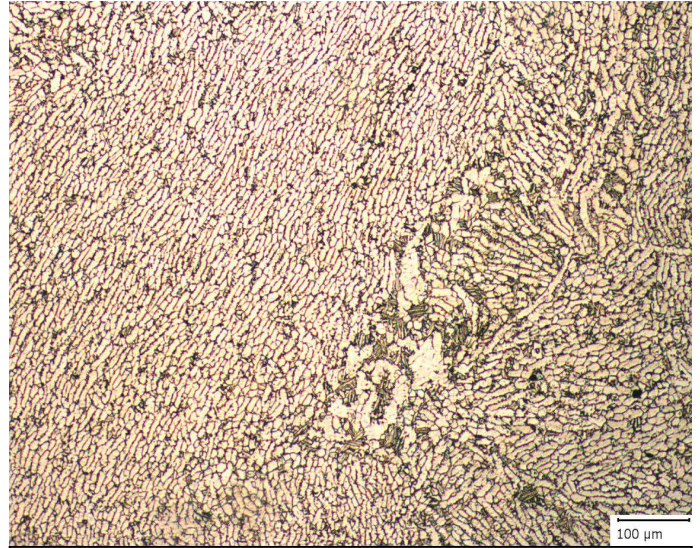
Peau Long X100



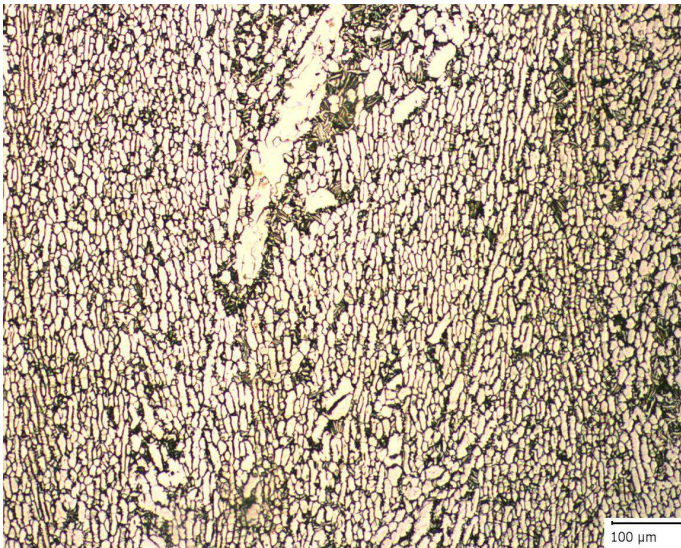
Périphérie Travers X100



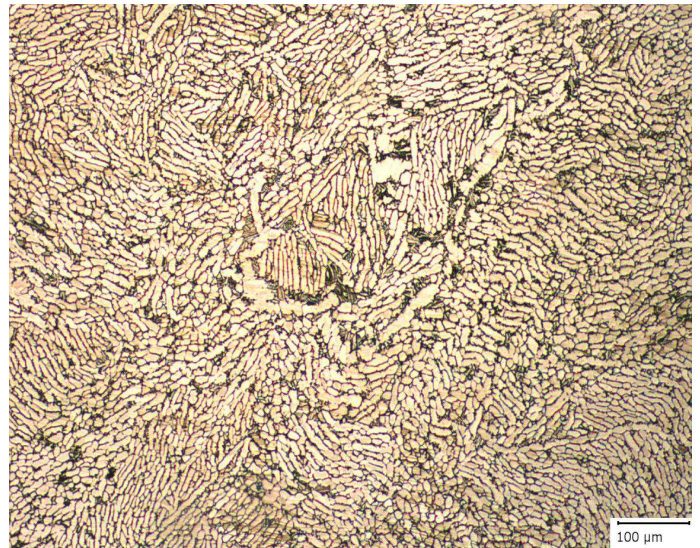
Centre Long X100



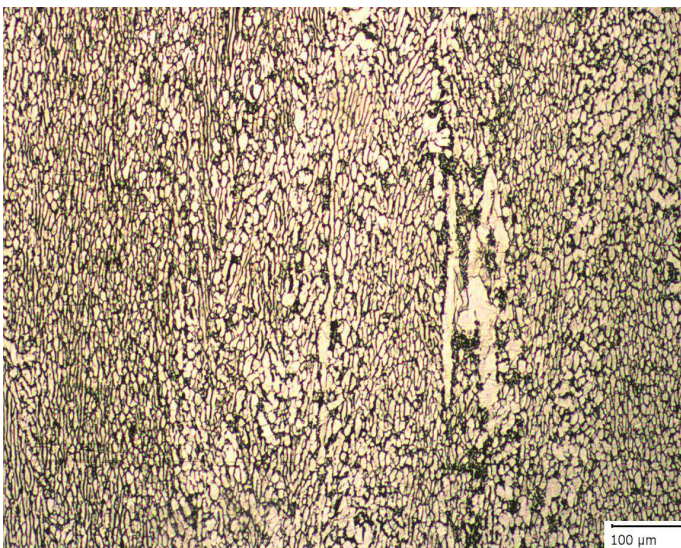
Centre Travers X100



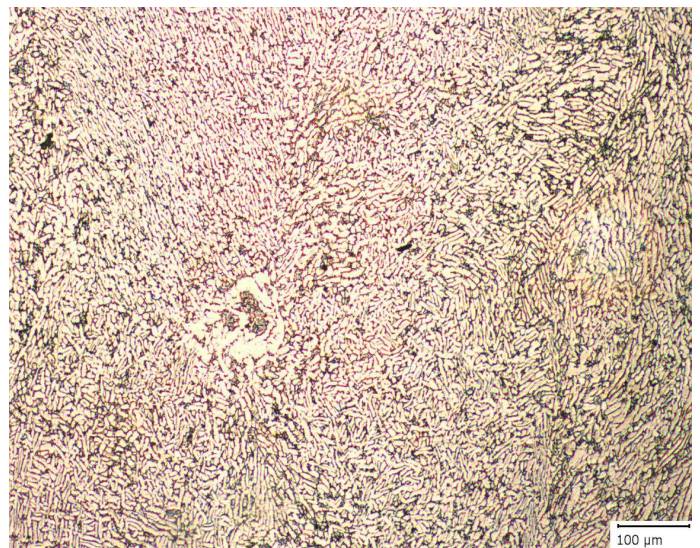
Mi-rayon Long X100



Mi-rayon Travers X100



Peau Long X100



Périphérie Travers X100

TA6V- K05S 000006
 Gamme 8 - Demi produit UKAD CAA 220mm -
 Repère AAAG 211X

Macrostructure

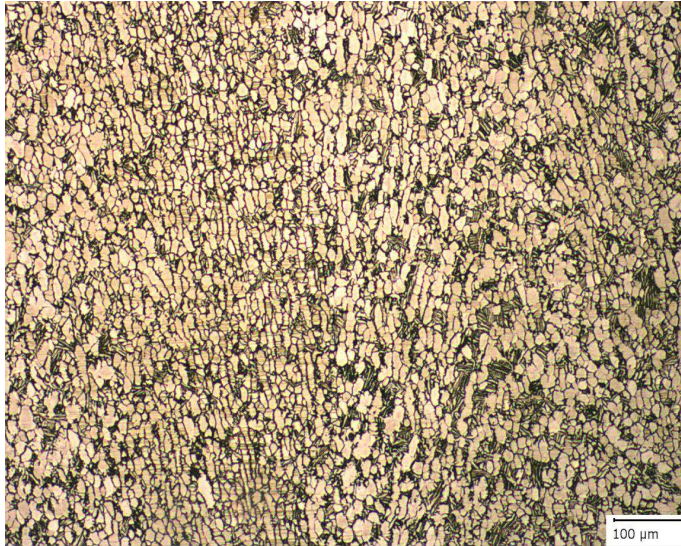
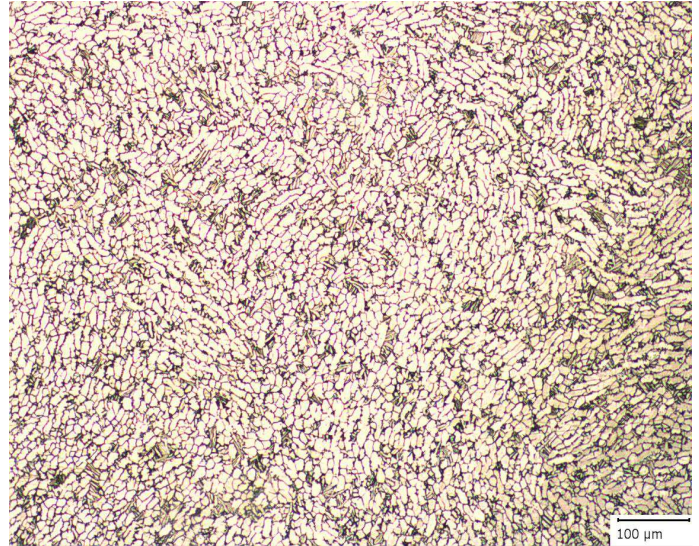
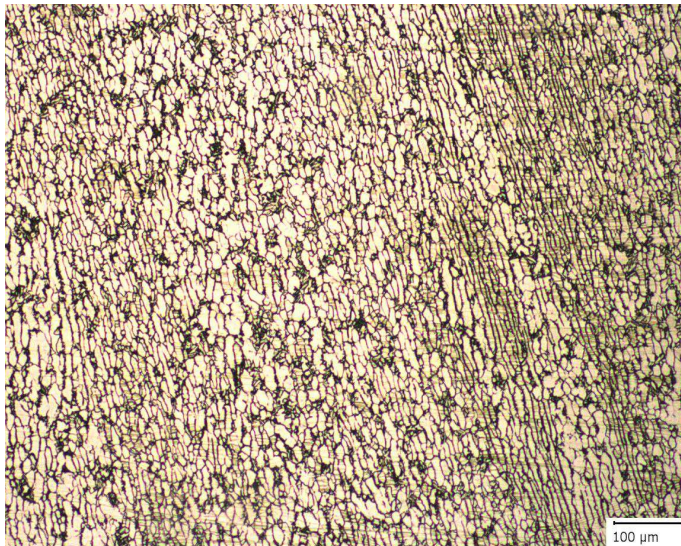
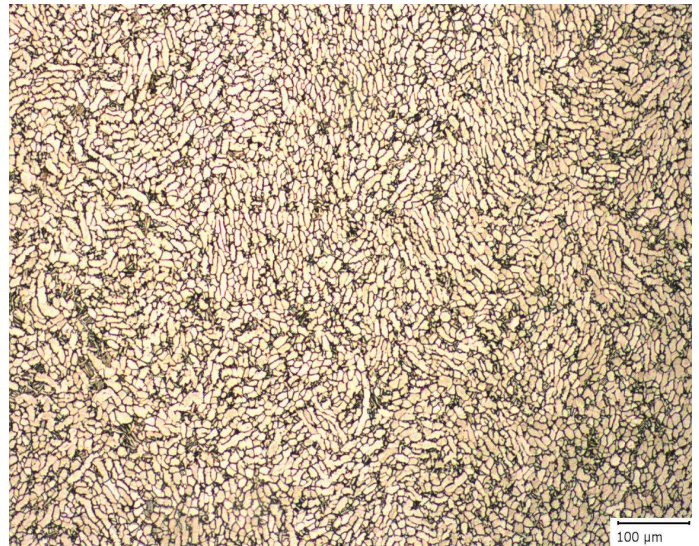
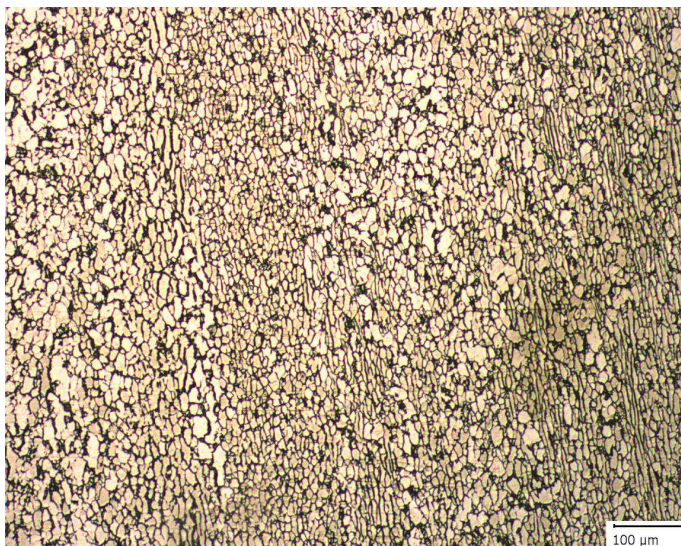
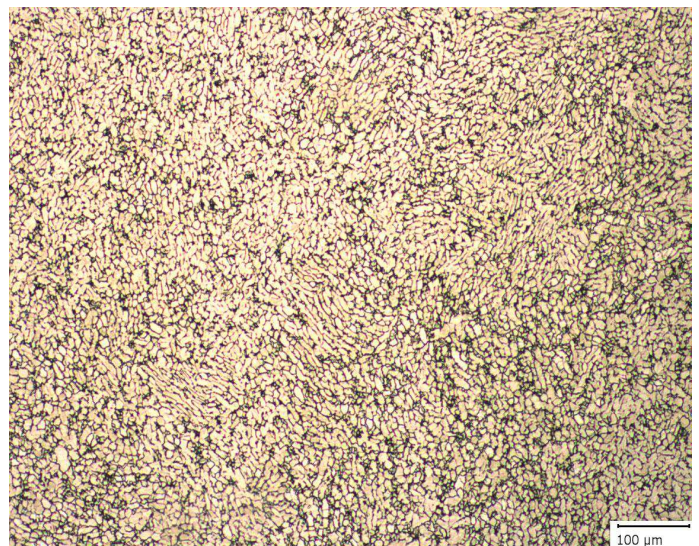


Taille de grains β d'aspect homogène dans toute la section Indice (0 / -1)

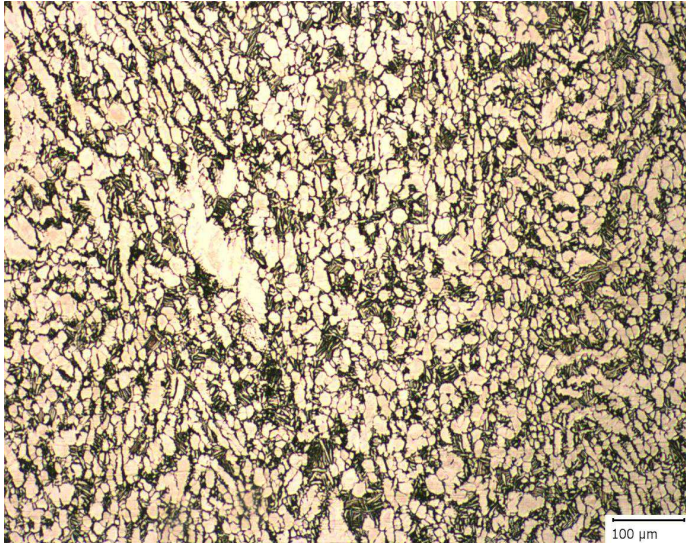
Cotation microstructurales selon ETTC2

CAA220mm AAAG 211X	Centre	Mi- Rayon	Périphérie
Sens Long	C3 + qqes liserés	C3	C3 + qqes liserés fragmentés
Sens Travers	B1 - B3 Liserés isolés	B1 - B3	B1 - qqes aspects B10

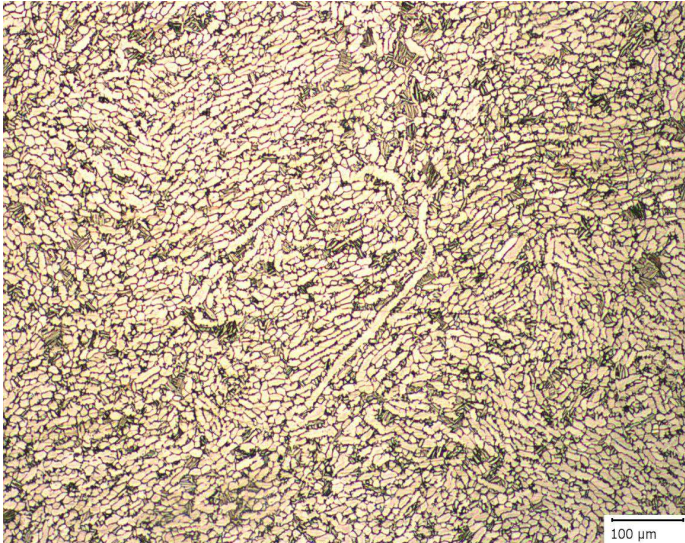
TA6V- K05S 000006 Lingot court
 Gamme 8 - Demi produit UKAD CAA 220mm -
 Repère AAAG 211X - Aspects moyens

**Centre Long X100****C3 selon ETTC2****Centre Travers X100****B3 selon ETTC2****Mi rayon Long X100****C3 selon ETTC2****Mi-rayon Travers X100****B3 selon ETTC2****Périphérie Long X100****C3 selon ETTC2****Périphérie Travers X100****B1 qqes B10**

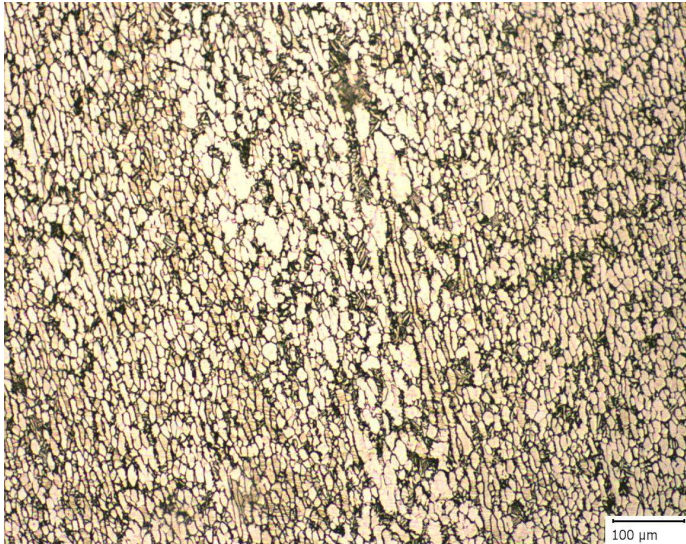
TA6V- K05S 000006 Lingot court
Gamme 8 - Demi produit UKAD CAA 220mm -
Repère AAAG 211X - Aspects particuliers



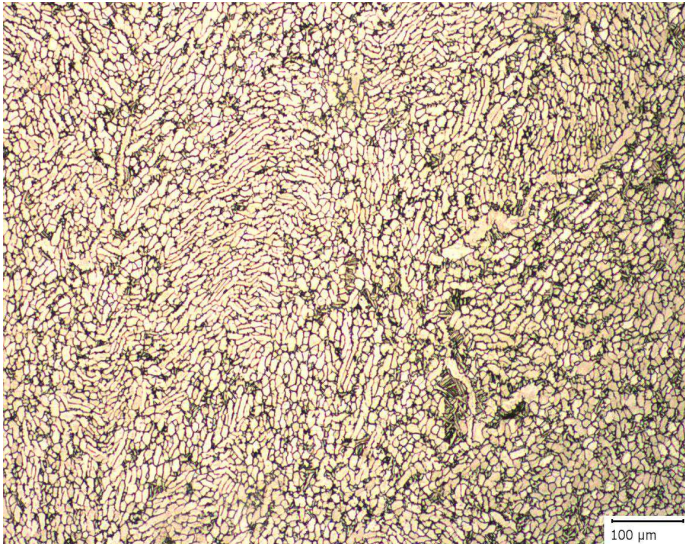
Centre Long X100



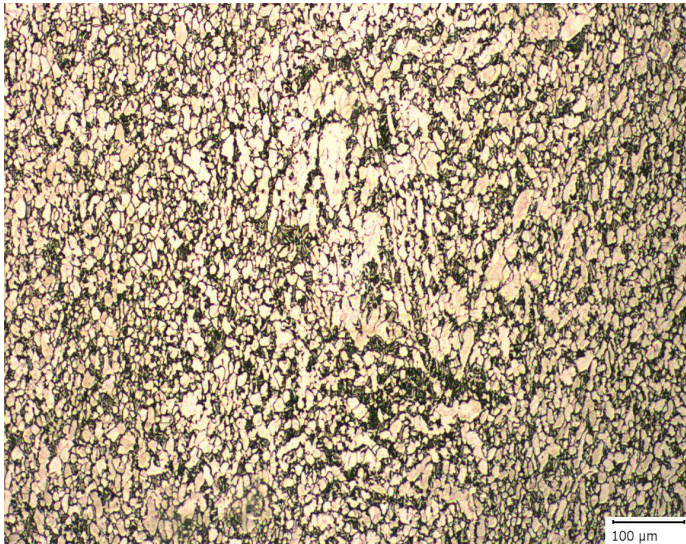
Centre Travers X100



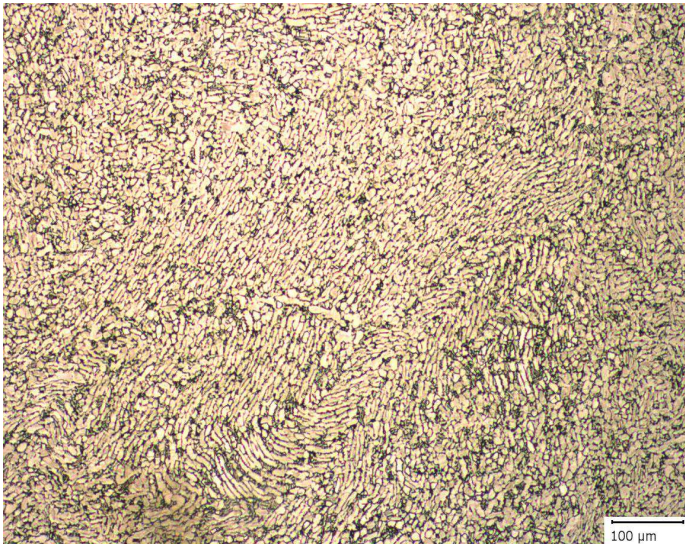
Mi-rayon Long X100



Mi-rayon Travers X100

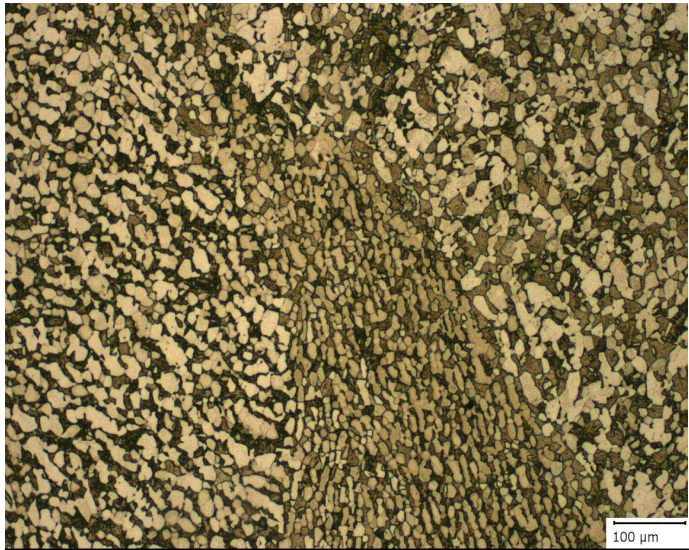
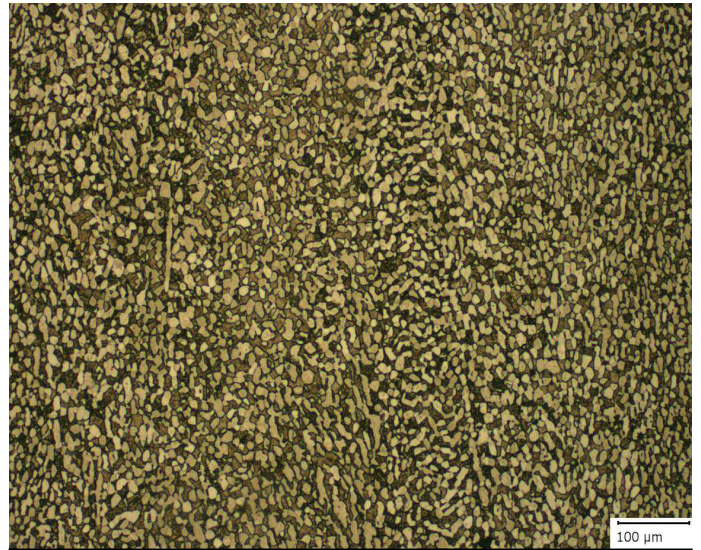
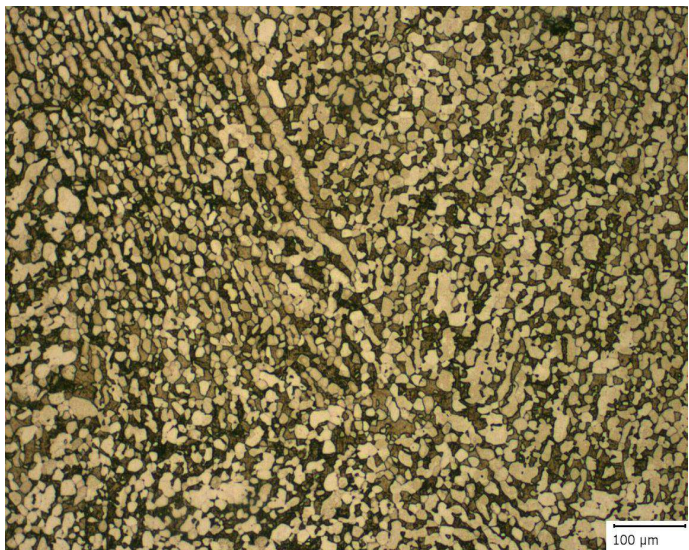
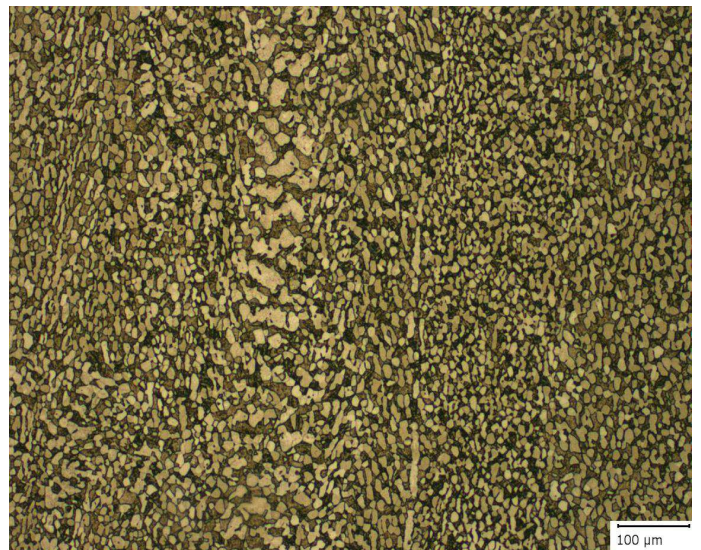


Périphérie Long X100



Périphérie Travers X100

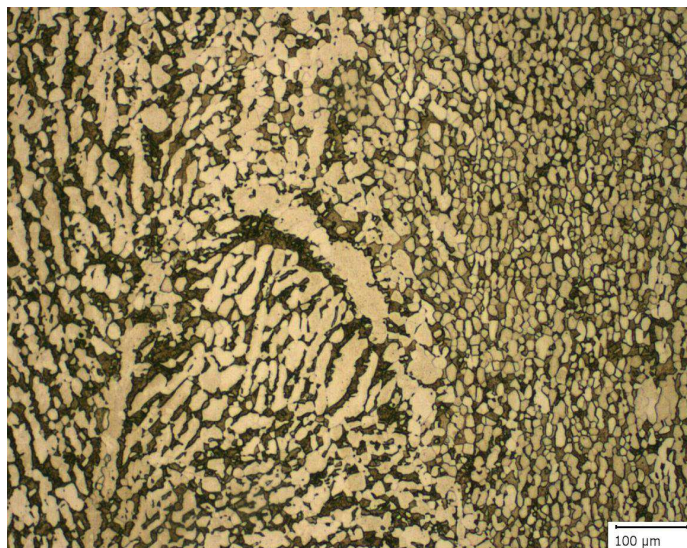
TA6V- K05S 000006 Lingot court
 Gamme 7 - Demi produit UKAD **CAA 270mm** -
 Repère AAAG 111X
Structure en sens long après traitement thermique
950°C/1h --30°C/h--> 900°C/30mn/Air

**Centre****X100****Périphérie****X100****Centre****X100****Périphérie****X100****Cotation microstructurales selon ETTC2**

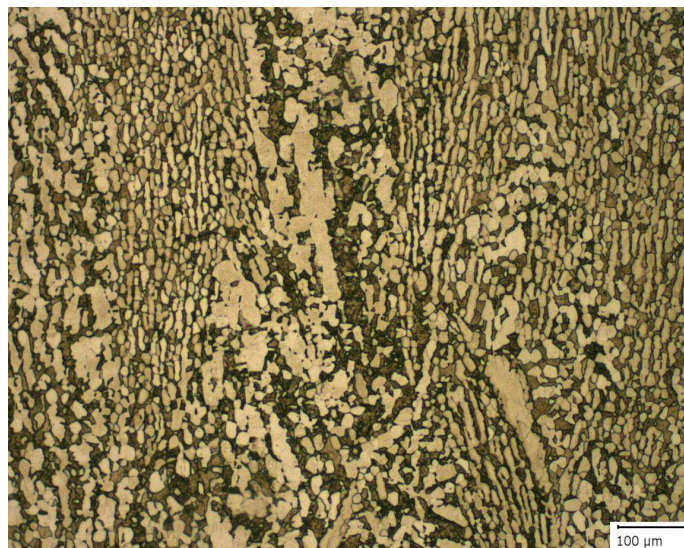
Echantillons traités CAA270mm - AAAG 111X	Centre	Périphérie
Sens Long	C3 -C4 majoritaire + qques C6 - C8	C3 majoritaire + qques C6 – C8

TA6V- K05S 000006 Lingot court
Gamme 7 - Demi produit UKAD **CAA 270mm** -
Repère AAAG 111X
Structure en sens long après traitement thermique
950°C/1h --30°C/h--> 900°C/30mn/Air

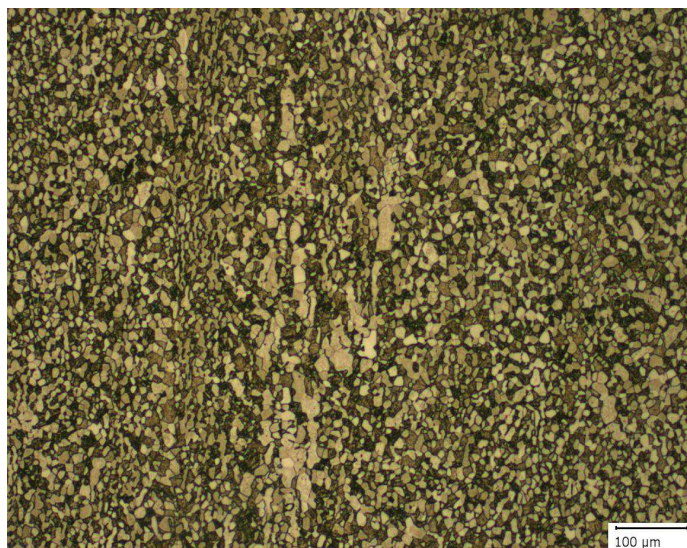
Aspects particuliers



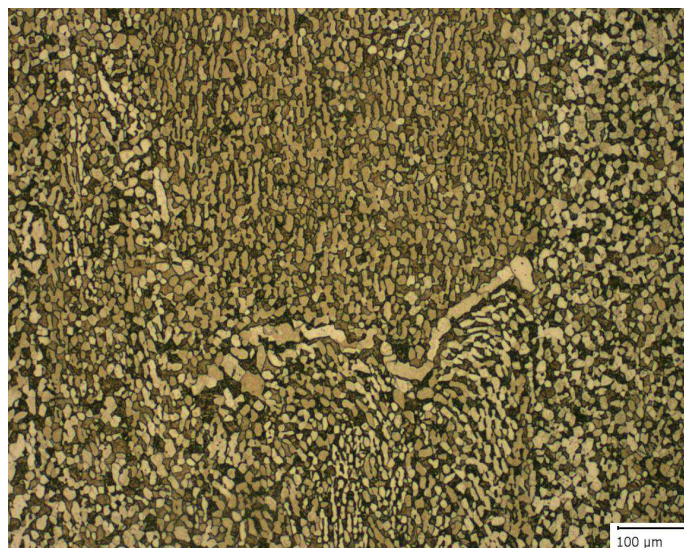
CAA270 TTh Long Centre-Particulier X100



CAA270 TTh Long Centre-Particulier X100

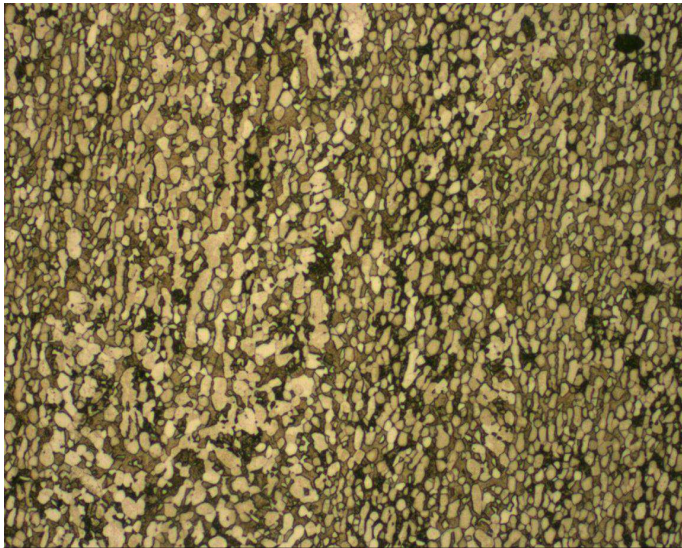


CAA270 TTh Long Périphérie ParticulierX100



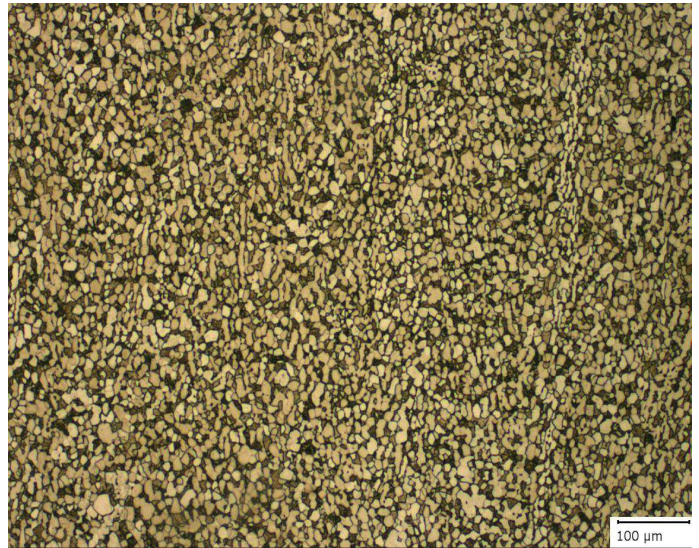
CAA270 TTh Long Périphérie ParticulierX100

**Structure en sens long après traitement thermique
 950°C/1h-30°C/h→900°C/30mn/Air**



Centre

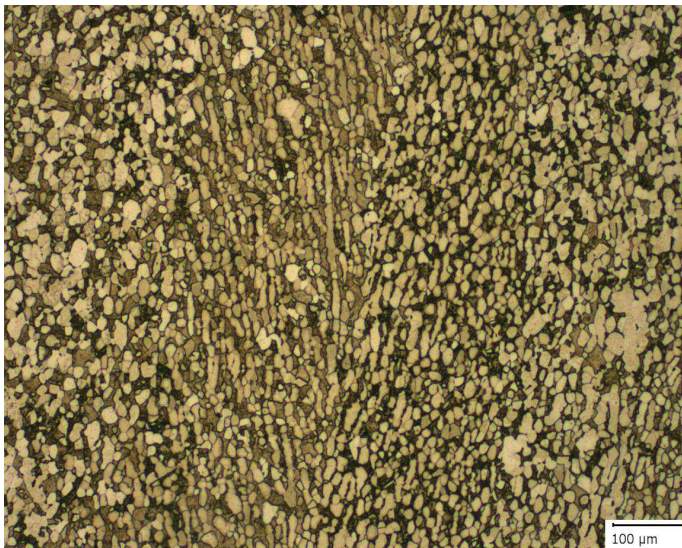
X100



100 µm

Périphérie

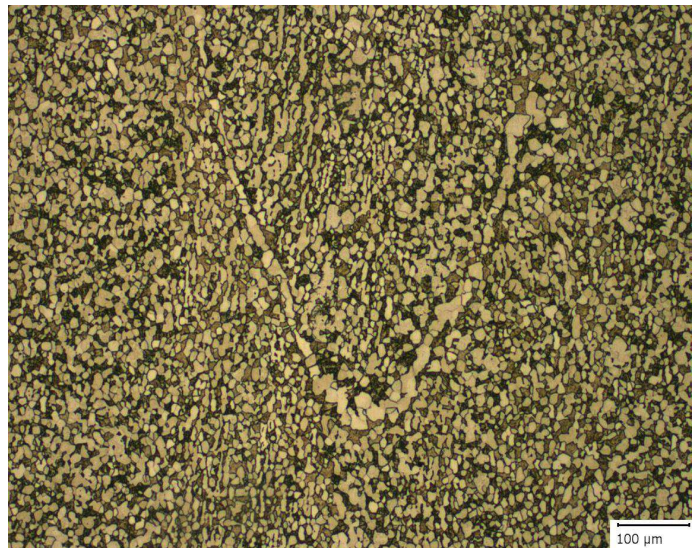
X100



100 µm

Centre

X100

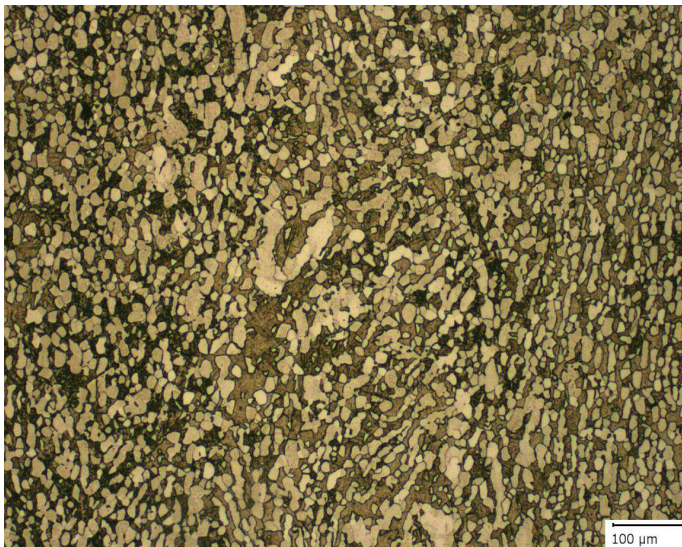


100 µm

Périphérie

Liserés

X100

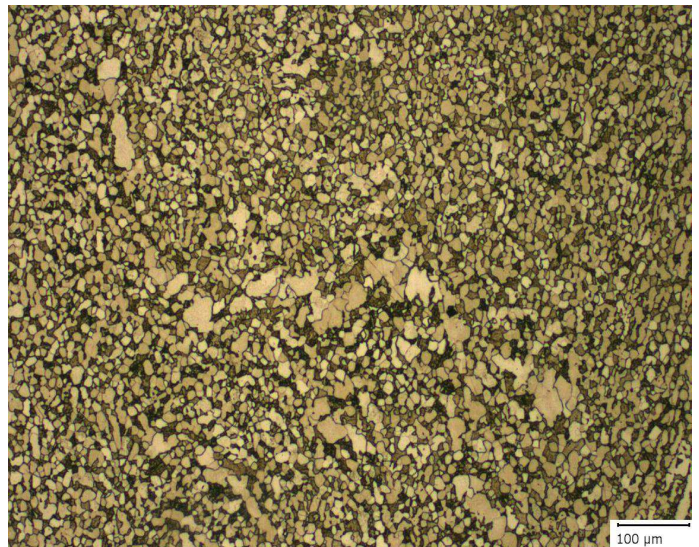


100 µm

Centre

Aspect particulier

X100



100 µm

Périphérie

Aspect particulier

X100

Aubert et DuvalLaboratoire d'Analyse
63770 LES ANCIZES**RAPPORT D'ESSAIS****Détermination de la composition chimique****Produit :** U-AVAL-TA6VK05S / A01**Réf. Interne :** 13-16863**Client :** UKAD**Leader :** EGEORGI**Nuance :** TA6VK05S**Analyse terminée le :****Durée :** 06:46:00**Nbre d'éch. :** 2

Elément %	Fourchette	681822 K05S000006		681823 K05S000006	
		111X 1		211X 1	
C	0.000 / 0.030	0.0047	C_01R	0.0062	C_01R
Al	6.10 / 6.60	6.30	TI10F	6.30	TI10F
V	3.70 / 4.20	4.03	TI10F	4.03	TI10F
Ti	0.00 / 100.00	89.5	TI10F	89.5	TI10F
Fe	0.00 / 0.25	0.151	TI10F	0.156	TI10F
Y	0.0000 / 0.0050	<0.00050	TI07I	<0.00050	TI07I
H2	0.0000 / 0.0060	0.0017	H_06N	0.00100	H_06N
N2	0.000 / 0.030	0.0053	TI01N	0.0054	TI01N
O2	0.16 / 0.20	0.163	TI01N	0.148 #	TI01N
Som autres <0.40				<0.40	AD_FORMULE
Chq autres <0.10				<0.10	AD_FORMULE
Chq autres <0.10				<0.10	AD_FORMULE
Som autres <0.40				<0.40	AD_FORMULE
Betatransu:990 / 1010				995	AD_FORMULE

: Hors Fourchette; ? : non spécifié;

COMMENTAIRES :

C01R -> la dernière lettre correspond à la méthode utilisée.

Méthodes analytiques utilisées:

R: absorption infrarouge(C/S) C: spectrométrie d'absorption moléculaire
 F: spectrométrie de fluorescence X G: gravimétrie
 J: spectrométrie d'émission optique étincelle V: volumétrie
 I: plasma à couplage inductif N: conductivité thermique
 A: spectrométrie absorption atomique flamme O: absorption infrarouge(oxygène)
 B: spectrométrie absorption atomique four

Visa : M. PIOTTE**Destinataires :** Labo chimie

Le 10/12/2013