



(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(21) Numéro de dépôt: 80420064.0

(51) Int. Cl. C 22 C 21/10, C 22 F 1/04

(22) Date de dépôt: 28.05.80

(30) Priorité 01.06.79 FR 7915054

(71) Demandeur: SOCIETE METALLURGIQUE DE GERDAT
23 bis, rue Balzac, F-75008 Paris (FR)

(40) Date de publication de la demande: 10.12.80
Bulletin 80/25

(72) Inventeur: Couprie, Jean, Les Voûtes Coublevie,
F-39500 Voiron (FR)
Inventeur: Anagnostidis, Marc, 76 bis, Avenue de Royat,
F-63400 Chamalières (FR)

(84) Etats contractants désignés: DE GB NL SE

(74) Mandataire: Pascaud, Claude et al. PECHINEY UGINE
KUHLMANN 28, rue de Bonnel, F-69433 Lyon
Cedex 3 (FR)

(53) Procédé de fabrication de corps creux en alliage d'aluminium et produits ainsi obtenus.

(57) L'invention est relative à un procédé d'obtention de corps creux en alliage d'aluminium, présentant une grande résistance à l'éclatement et aux produits ainsi obtenus.

L'alliage contient (en poids): 7,6 à 9,5% Zn, 1 à 2% Cu, 2,4 à 3,5% Mg, 0,07 à 0,17% Cr, 0,15 à 0,25% Mn, 0,08 à 0,14% Zr, moins de 0,2% Fe, de 0,15% Si, de 0,10% Ti, et éventuellement moins de 0,01% V.

Il présente une charge de rupture (sens long) et une résistance à l'éclatement (sens travers) supérieures ou égales à 660 MPa.

Sa structure est caractérisée par l'absence de gros composés intermétalliques ($\geq 35 \mu\text{m}$) après un test de solidification spécifique.

Il peut être utilisé dans toutes les applications de sécurité comportant une enceinte sous pression (bouteilles de gaz comprimés, etc.).

EP 0 020 282 A1

BAD ORIGINAL

PROCEDE DE FABRICATION DE CORPS CREUX EN ALLIAGE D'ALUMINIUM
ET PRODUITS AINSI OBTENUS

Cette invention se rapporte à un procédé de fabrication de corps creux
5 en alliage d'aluminium et aux produits ainsi obtenus, qui possèdent une grande ductilité (dans le sens long) et une grande ténacité (dans le sens travers) lorsqu'ils sont traités à des niveaux de résistance supérieurs à 660 MPa.

10 On sait que les alliages A-Z8GU (ou 7049 A) selon la norme AFNOR 50-411, dont l'analyse est reportée au tableau 1, sont particulièrement utilisés dans la fabrication de corps creux sous pression, en raison des hautes caractéristiques mécaniques qu'ils acquièrent à l'état trempé-revenu (état T6).

15 Or, ces alliages ne sont pas toujours fiables en ce sens que des ruptures ou éclatements prématurés sont parfois observés lors des épreuves hydrauliques de contrôle de tels corps creux soumis à une pression interne.

20 Le but de cette invention est donc de résoudre ce problème par un choix convenable couvrant partiellement le domaine de l'alliage 7049 A, qui permet d'obtenir, selon le procédé, des produits présentant des caractéristiques de ductilité et de ténacité élevées, et, par conséquent, une grande sécurité d'emploi.

25 Ce but est atteint de façon surprenante :

1°) Essentiellement en diminuant les teneurs des éléments Cr, Mn et Zr, qui sont connus pour être des inhibiteurs de recristallisation dans les
30 alliages d'Al (voir ALTENPOHL, "Un regard à l'intérieur de l'aluminium", éd. française, 1976, p. 148).

Or, en vue d'obtenir les très hautes caractéristiques mécaniques recherchées, l'alliage est, en effet, utilisé à l'état non recristallisé avec
35 effet de presse, même après les traitements de mise en solution, trempe et revenu.

2°) En augmentant au-delà des limites habituelles les teneurs en éléments principaux tels que Zn, Cu, Mg.

3°) En limitant à des niveaux bas ou très bas les teneurs des éléments mineurs (Fe, Si, Ti) ou même des impuretés telles que le V.

La composition générale des alliages suivant l'invention est la suivante (en poids) :

5	Zn	7,6 à 9,5	%
	Cu	1,0 à 2,0	%
	Mg	2,4 à 3,5	%
	Cr	0,07 à 0,17	%
10	Mn	0,15 à 0,25	%
	Zr	0,08 à 0,14	%
	Fe $\leq$	0,20	%
	Si $\leq$	0,15	%
	Ti $\leq$	0,10	%
15	Autres, chacun $\leq$	0,05	%
	Autres, total $\leq$	0,15	%
	Reste	Aluminium	

20 Dans une composition préférentielle, la teneur en V est limitée à une teneur inférieure à 0,01 %.

Dans le procédé, les produits sont transformés de la façon suivante :
 - homogénéisation entre 460 et 490° C des billettes coulées, déformation à chaud entre 320 et 420° C, y compris éventuellement le rétreint d'une (ou des deux) extrémité(s) dans le cas de fabrication de corps creux, mise en solution entre 460 et 480° C et revenu adapté pour
 25 obtenir une charge de rupture (sens long) et une contrainte limite d'éclatement (sens travers) supérieures ou égales à 660 MPa.

30 Dans ces conditions et, pour une charge de rupture égale à 660 MPa, l'allongement dans le sens long est supérieur à 9 %.; cet allongement est mesuré sur une longueur de base $l_0 = 5,65 \sqrt{S}$, S étant la section de l'éprouvette. La déformation à chaud est réalisée, de préférence, par filage inverse ; des conditions d'homogénéisation, de mise en
 35 solution et de revenu peuvent être différentes de celles indiquées ci-dessus sans sortir du domaine de l'invention.

La contrainte d'éclatement (RE) lors de l'épreuve hydraulique est donnée par la formule classique :

$$RE = \frac{Dp}{2e}$$

dans laquelle

e : est l'épaisseur minimum du tube ou du corps creux (supposé sensiblement cylindrique circulaire).

D : est le diamètre moyen du cylindre , soit $\frac{D.Int + D. Ext.}{2}$

p : est la pression d'éclatement

- 10 Il a été constaté que les éléments Cr, Mn, Zr ont un effet synergétique imprévisible, c'est-à-dire que leur action globale sur les caractéristiques mécaniques est très largement supérieure à la somme des actions individuelles de chacun d'eux. Cet effet est nettement mis en évidence dans les exemples donnés ci-après. Il n'était donc pas
- 15 du tout évident de choisir cette combinaison particulière de teneurs en ces éléments pour obtenir les propriétés recherchées.

Les alliages suivant l'invention répondent au test de contrôle suivant :

- 20 - 200 g d'alliage environ sont refondus à $735^{\circ} C \pm 5^{\circ} C$ dans un creuset de graphite poteyé d'alumine
- on soumet ensuite l'ensemble à un refroidissement lent en four, à raison de 0,5 à 1 $^{\circ} C/min$. suivi d'un palier de 2 h à une température supérieure à 2 à 4 $^{\circ} C$ à celle du début de solidification de l'alliage (liquidus), puis on sort le creuset à l'air pour assurer une solidi-
- 25 fication rapide.
- l'examen en micrographie optique au grossissement x 100 à 500 d'un échantillon poli prélevé dans la moitié inférieure du lingotin ainsi obtenu, ne révèle aucun amas de constituants intermétalliques primaires ou de particules intermétalliques individuelles massives, non dendri-
- 30 tiques, de forme générale polygonale, de longueur supérieure à 35 μm dans leur plus grande dimension.

- Les particules sont considérées comme faisant partie d'un amas lorsque la distance interparticulaire est inférieure ou égale à la plus grande
- 35 dimension de la particule considérée. Dans ce cas, la longueur prise en compte est la longueur cumulée des dimensions maximales de chaque particule de l'amas.

L'invention sera mieux comprise et illustrée par les exemples suivants :

EXEMPLE 1

Les alliages repérés 1 à 12 dont les compositions (% en poids) sont reportées au tableau II ont été coulés en semi-continu verticalement, en billettes $\varnothing$ 185 mm, qui ont été homogénéisées 24 h à 450° C. Ces billettes ont été usinées à $\varnothing$ 170 mm et forées d'un trou central $\varnothing$ 70 mm pour filage inverse de tubes $\varnothing$ 82 x 67,5 mm à une température de 365° C.

Les tubes ont été ensuite traités de la façon suivante :

- mise en solution à 460° C pendant 45 minutes
- trempe à l'eau froide (10-15°C)
- revenu à 125° C pendant 20 h

Les tubes ainsi obtenus ont été soumis à des essais de traction suivant une direction parallèle aux génératrices du tube et à des essais d'éclatement sous pression hydraulique (déchirure longitudinale).

On a relevé la charge de rupture (R_m), la limite élastique ($R_{0,2}$), l'allongement (A %) et la contrainte d'éclatement (RE).

Les résultats obtenus sont reportés dans le tableau III.

Les effets individuels des additions de 0,07 % Cr (rep. A), de 0,08 % Zr (rep. B) et de 0,15 % Mn (rep. C) sont reportés au tableau IV. On constate que la somme des effets individuels (lignes A + B + C) est largement inférieure à celle des additions conjointes (ligne D suivant l'invention) de l'ensemble de ces éléments sur les caractéristiques de traction et de façon particulièrement spectaculaire sur la limite élastique et les allongements. Elle reste cependant sans effet notable sur la résistance à l'éclatement.

Ainsi, l'effet synergétique de ces éléments, imprévisible a priori, est bien démontré.

Par ailleurs, on constate bien que les caractéristiques visées ne sont pas atteintes pour les alliages 1 à 8 dont la composition est hors du domaine de l'invention alors que les alliages 9 à 12, selon l'invention, les atteignent.

Trois coulées en semi-continu d'alliage 7049 A, sortant des limites de composition de la présente invention, ont été effectuées. Les analyses obtenues sont reportées au tableau V.

Celles-ci ont été transformées en tubes dans les conditions de l'exemple 1 par filage inverse, et ceux-ci ont été rétreints et traités à l'état T6 par mise en solution à $465^{\circ} \pm 5^{\circ} \text{ C}$, 45 mn, trempe eau et revenu 125° C , 20 h. Les contraintes de rupture sous épreuve hydraulique, calculées comme indiqué ci-dessus, sont également données au tableau V. On peut constater qu'elles sont nettement inférieures à la valeur limite visée (660 MPa).

Sur du métal conforme à l'invention (Rep. 12, tableau II) et non conforme à l'invention (Rep. E, tableau V), nous avons procédé au test de solidification suivant :

- prélèvement de 200 g de métal dans les billettes coulées en série continue,
- fusion du prélèvement à $735^{\circ} \text{ C} \pm 5^{\circ} \text{ C}$,
- refroidissement à 632° C à raison de 0,5 à $1^{\circ} \text{ C/minute}$,
- maintien 2 h à 632° C (début de solidification de l'alliage à 628° C),
- sortie du four et refroidissement rapide.

Sur l'alliage conforme à l'invention, la structure micrographique du lingot dans son 1/3 inférieur est représentée par la figure 1 au grossissement 200. On n'observe aucun composé de taille supérieure à 35 microns dans sa plus grande dimension. De plus, tous les composés hors solution sont observés dans les espaces interdendritiques. Une bonne partie d'entre eux est d'ailleurs résolue par traitements thermiques ultérieurs.

Au contraire, dans le cas de l'alliage sortant du domaine de l'invention ; (Cr 0,22 %, Mn 0,27 %, Zr 0,13 %), il est possible d'observer des composés intermétalliques primaire de forme polyédrique, de dimension supérieure à 100 microns et groupés en colonies (figure 2). Ces cristaux ne peuvent être confondus avec ceux de la figure 1, ni par leur dimension, ni par leur situation, ni enfin par leur évolution en cours de transformation. Ils ne subissent, en effet, aucune modification par

l'effet des traitements thermiques. Ils se fragmentent et s'alignent, en restant contigus, dans la direction principale de la déformation, avec toutes les conséquences qu'implique cette configuration sur la fragilité du produit.

TABLEAU I

Composition de l'alliage 7049 A (en % en poids)				
Si	≤	0,40	%	Autres
Fe	≤	0,50	%	(chacun) ≤ 0,05 %
Cu	=	1,2 à 1,9	%	(total) ≤ 0,15 %
Mn	≤	0,50	%	Reste Al
Mg	=	2,1 à 3,1	%	
Cr	=	0,05 à 0,25	%	
Zn	=	7,2 à 8,4	%	
Ti + Zr	≤	0,25	%	

TABLEAU II

[illegible]

TABLEAU III

	Alliage	R 0,2 MPa	Rm MPa	A %	RE MPa
5	1	589	608	14,4	608
	2	607	666	7,1	675
	3	597	633	10	641
	4	608	639	12	640
10	5	590	610	13	610
	6	644	666	8,7	669
	7	615	652	12	660
	8	591	631	12	638
15	9	635	674	9,5	675
	10	663	703	9,2	692
	11	658	697	9,9	691
	12	651	700	9,5	686

TABLEAU IV

Rep.	Essais	$\Delta \%$	$\Delta R_{0,2}$ (MPa)	ΔR_m (MPa)	ΔA (%)	ΔRE (MPa)
A	3/1	Cr : 0,07	8	25	-4,4	34
B	4/1	Zr : 0,08	19	31	-2,4	32
C	5/1	Mn : 0,15	1	2	-1,4	2
A + B + C	-	-	28	58	-8,2	68
D	9/1	Cr : 0,07				
((invention))		+ Zr : 0,08	46	66	-4,9	67
		+ Mn : 0,15				

Rep. de coulée	Composition chimique (% en poids)								Contraintes en travers au moment de l'éclatement (RE)
	Fe	Si	Cu	Zn	Mg	Mn	Cr	Zr	
E	0,11	0,06	1,58	8,25	2,61	0,33	0,22	0,12	554 MPa 618 MPa
F	0,14	0,07	1,60	8,21	2,65	0,27	0,22	0,13	591 MPa 598 MPa 623 MPa
G	0,13	0,04	1,53	8,25	2,58	0,27	0,24	0,14	598 MPa 596 MPa

REVENDEICATIONS

1°) Procédé d'obtention de corps creux résistant à une pression interne ayant une charge de rupture et une contrainte d'éclatement supérieures ou égales à 660 MPa et un allongement de rupture en long supérieur ou égal à 9 % pour $R_m = 660$ MPa, caractérisé par les étapes suivantes :

- on élabore un alliage contenant (% en poids) :

	Zn		7,6	à 9,5	%
10	Cu		1,0	à 1,8	%
	Mg		2,4	à 3,5	%
	Cr		0,07	à 0,17	%
	Mn		0,15	à 0,25	%
	Zr		0,08	à 0,14	%
15	Fe	$\leq$	0,20		%
	Si	$\leq$	0,15		%
	Ti	$\leq$	0,10		%
	Autres				
	chacun	$\leq$	0,05		%
20	Autres				
	total	$\leq$	0,15		%
	Reste		Al		

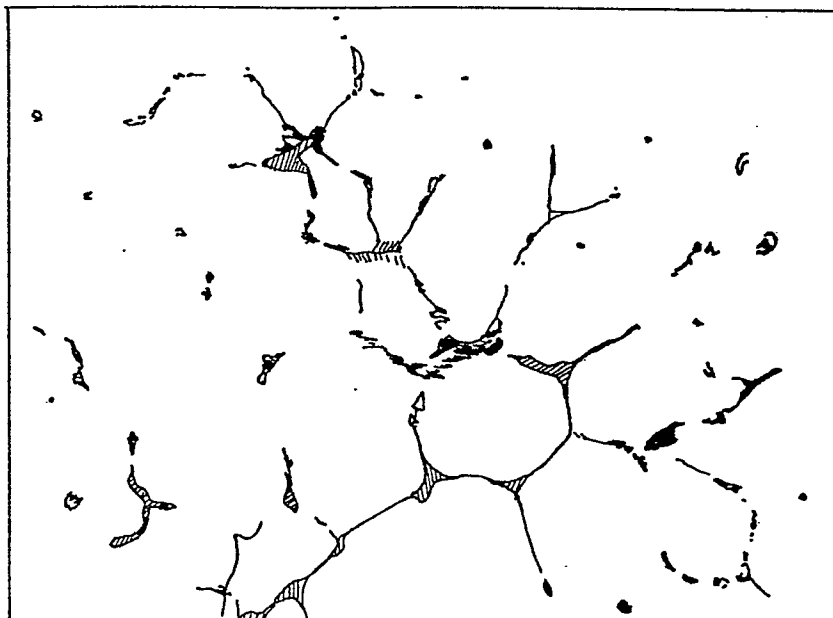
- on coule et on transforme à chaud l'alliage homogénéisé sous forme de tube, de préférence par filage inverse, et on rétreint à chaud une (ou les deux) extrémité(s)

- on le traite thermiquement par mise en solution, trempe et revenu (état T6)

2°) Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce que l'alliage contient au plus 0,01 % V (en poids).

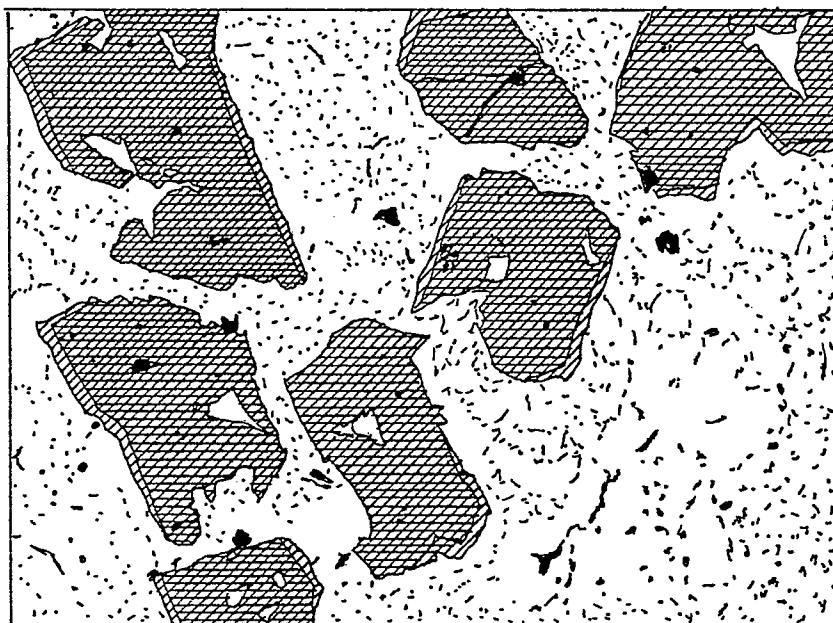
3°) Produit obtenu selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que la structure de coulée d'un lingotin issu du produit et ayant subi le test de solidification décrit, ne présente sur coupe micrographique que des amas de composés intermétalliques primaires dont la longueur cumulée est inférieure à 35 μm et/ou des particules de composés intermétalliques primaires isolées dont la plus grande dimension est inférieure à 35 μm .

I-1



50 μm

FIG. 1



50 μm

FIG. 2



DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl. 3)
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	
	<u>SU - A - 155 001</u> (FRIDLIANDER et al.) * document en entier * ---	1	C 22 C 21/10 C 22 F 1/04
	<u>GB - A - 552 972</u> (FAIRWEATHER et al.) * revendications 1,3 et 5 * ---	1,2	
A	<u>FR - A - 2 113 037</u> (OTTO FUCHS) * revendications 1,2,8 * ---	1	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl. 3)
A	<u>FR - A - 1 322 510</u> (ALUMINIUM COMPANY OF AMERICA) * résumé 1,5,6,7 * -----	1	C 22 C 21/10 C 22 F 1/04
			CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES
			X: particulièrement pertinent A: arrière-plan technologique O: divulgation non-écrite P: document intercalaire T: théorie ou principe à la base de l'invention E: demande faisant interférence D: document cité dans la demande L: document cité pour d'autres raisons
☒ Le présent rapport de recherche a été établi pour toutes les revendications			&: membre de la même famille, document correspondant
Lieu de la recherche La Haye		Date d'achèvement de la recherche 29-07-1980	Examineur LIPPENS