

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11)

Numéro de publication:

**0 020 282
B1**

(12)

FASCICULE DE BREVET EUROPEEN

(45)

Date de publication du fascicule du brevet:
29.12.82

(51)

Int. Cl.³: **C 22 C 21/10, C 22 F 1/04**

(21)

Numéro de dépôt: **80420064.0**

(22)

Date de dépôt: **28.05.80**

(54)

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

(30)

Priorité: **01.06.79 FR 7915054**

(43)

Date de publication de la demande:
10.12.80 Bulletin 80/25

(45)

Mention de la délivrance du brevet:
29.12.82 Bulletin 82/52

(84)

Etats contractants désignés:
DE GB NL SE

(56)

Documents cités:
FR-A-1 322 510
FR-A-2 113 037
GB-A-552 972
SU-A-155 001

(73)

Titulaire: **SOCIETE METALLURGIQUE DE GERZAT,**
23 bis, rue Balzac, F-75008 Paris (FR)

(72)

Inventeur: **Coupry, Jean, Les Voûtes Coublevie,**
F-38500 Voiron (FR)
Inventeur: **Anagnostidis, Marc, 76 bis, Avenue de Royat,**
F-63400 Chamalieres (FR)

(74)

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

EP 0 020 282 B1

Il est rappelé que: Dans un délai de neuf mois à compter de la date de publication de la mention de la délivrance du brevet européen toute personne peut faire opposition au brevet européen délivré, auprès de l'Office européen des brevets. L'opposition doit être formée par écrit et motivée. Elle n'est réputée formée qu'après paiement de la taxe d'opposition (Art. 99(1) Convention sur le brevet européen).

Procédé 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 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.

On sait que les alliages A-Z8GU (ou 7049A) 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).

On connaît en particulier l'alliage décrit dans le brevet russe SU-A-155 001, lequel est un alliage type A-Z8GU pour l'obtention de tubes filés qui présentent une haute résistance mécanique (R_m en long ≥ 680 MPa) mais par contre pour lesquels la ductilité sens long et travers, est très limitée ($A\% \geq 2\%$). Il est à remarquer que la teneur en Cr est limitée dans cet alliage à 0,1% en poids.

Or, de tels 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.

Le but de cette invention est donc de résoudre ce problème par un choix convenable couvrant partiellement le domaine de l'alliage 7049A, 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.

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 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 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):

	Zn	7,6 à 9,5%
	Cu	1,0 à 1,8%
35	Mg	2,4 à 3,5%
	Cr	0,07 à 0,17%
	Mn	0,15 à 0,25%
	Zr	0,08 à 0,14%
	Fe	$\geq 0,20\%$
40	Si	$\geq 0,15\%$
	Ti	$\geq 0,10\%$
	Autres, en particulier V chacun	$\geq 0,05\%$
	Autres, total	$\geq 0,15\%$
45	Reste	Aluminium

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 obtenir une charge de rupture (sens long) et une contrainte limite d'éclatement (sens travers) supérieures ou égales à 660 MPa.

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 $10 = 5,65/\sqrt{S}$, 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 solution et de revenu peuvent être différentes de celles indiquées cidessus 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

$$\frac{D.\text{Int} + D.\text{Ext.}}{2}$$

p: est la pression d'éclatement.

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 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:

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

Les particules sont considérées comme faisant partie d'un amas lorsque la distance interparticulaire est inférieure ou égale à plus grande 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 $\varnothing 185\text{ mm}$, qui ont été homogénéisées 24 h à 450°C . Ces billettes ont été usinées à $\varnothing 170\text{ mm}$ et forées d'un trou central $\varnothing 70\text{ mm}$ pour filage inverse de tubes $\varnothing 82 \times 67,5\text{ mm}$ 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 ($10 - 15^{\circ}\text{C}$)
- 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.

Exemple 2

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

5 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).

10 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 $735^{\circ} \text{C} \pm 5^{\circ} \text{C}$,
- 15 – refroidissement à 632°C à raison de $0,5$ à $1^{\circ} \text{C}/\text{minute}$,
- maintien 2 h à 632°C (début de solidification de l'alliage à 628°C),
- sortie du four et refroidissement rapide.

20 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.

25 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	$\leq 0,40\%$	Zn	$= 7,2$ à $8,4\%$
Fe	$\leq 0,50\%$	Ti + Zr	$\leq 0,25\%$
Cu	$= 1,2$ à $1,9\%$	Autres	
Mn	$\leq 0,50\%$	(chacun)	$\leq 0,05\%$
Mg	$= 2,1$ à $3,1\%$	(total)	$\leq 0,15\%$
Cr	$= 0,05$ à $0,25\%$	Reste	Al

Tableau II

Composition chimique des Alliages

Alliages	Fe	Si	Zn	Mg	Cu	Cr	Zr	Mn	Ti
1	0,13	0,06	8,2	2,75	1,65	0	0	0	0,07
2	0,13	0,06	8,1	2,8	1,62	0,19	0	0	0,07
3	0,13	0,06	8,1	2,7	1,6	0,07	0	0	0,07
4	0,13	0,06	8	2,7	1,64	0	0,08	0	0,07
5	0,13	0,06	7,8	2,8	1,6	0	0	0,15	0,07
6	0,13	0,06	8,1	2,65	1,6	0,07	0,08	0	0,07
7	0,13	0,06	8,1	2,7	1,65	0	0,08	0,15	0,07
8	0,13	0,06	8	2,6	1,7	0,07	0	0,15	0,07
9	0,13	0,06	8,2	2,6	1,6	0,07	0,08	0,15	0,07
10	0,13	0,06	8,2	2,69	1,58	0,07	0,13	0,25	0,07
11	0,12	0,06	8,1	2,70	1,58	0,13	0,10	0,15	0,07
12	0,13	0,06	8,0	2,65	1,60	0,13	0,12	0,15	0,07

Tableau III

Alliage	R 0,2	Rm	A	RE
	MPa	MPa	%	MPa
1	589	608	14,4	608
2	607	666	7,1	675
3	597	633	10	641
4	608	639	12	640
5	590	610	13	610
6	644	666	8,7	669
7	615	652	12	660
8	591	631	12	638
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	Δ %	Δ R 0,2 (MPa)	Δ Rm (MPa)	Δ A (%)	Δ RE (MPa)
5	A	3/1	Cr: 0,07	8	25	- 4,4	34
10	B	4/1	Zr: 0,08	19	31	- 2,4	32
	C	5/1	Mn: 0,15	1	2	- 1,4	2
15	A + B + C	—	—	28	58	- 8,2	68
	D	9/1	Cr: 0,07				
20	(invention)		+ Zr: 0,08 + Mn: 0,15	46	66	- 4,9	67

Tableau V

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

Revendications

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 Rm = 660 MPa, caractérisé par les étapes suivantes:

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

50	Zn	7,6 à 9,5%
	Cu	1,0 à 1,8%
	Mg	2,4 à 3,5%
	Cr	0,07 à 0,17%
55	Mn	0,15 à 0,25%
	Zr	0,08 à 0,14%
	Fe	≥ 0,20%
	Si	≥ 0,15%
	Ti	≥ 0,10%
60	Autres, en parti- culier V, Chacun	≥ 0,05%
	Autres, total	≥ 0,15%
	Reste	Al

— on coule et on transformé 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 moins de 0,01% V (en poids). 5
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 suivant:
- 200 g d'alliage environ sont refondus à $735^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 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 $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$. suivi d'un palier de 2 h à une température supérieure à 2 à 4°C à celle du début de solidification de l'alliage (liquidus), puis on sort le creuset à l'air pour assurer une solidification rapide, 10
- ne présente sur coupe micrographique que des amas de composés intermétalliques primaires dont la longueur cumulée est inférieure à $35\text{ }\mu\text{m}$ et/ou des particules de composés intermétalliques primaires isolées dont la plus grande dimension est inférieure à $35\text{ }\mu\text{m}$. 15

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von gegenüber einem Innendruck beständigen Hohlkörpern mit einer Bruchfestigkeit und einer Berstlast über oder gleich 660 MPa und einer Längsbruchdehnung über oder gleich 9% für $R_m = 660\text{ MPa}$, gekennzeichnet durch die folgenden Schritte: 20
- man schmilzt eine Legierung, die enthält (Gewichts-%): 25
- | | | |
|-------------------------------|---------------|----|
| Zn | 7,6 – 9,5% | |
| Cu | 1,0 – 1,8% | |
| Mg | 2,4 – 3,5% | |
| Cr | 0,07 – 0,17% | 30 |
| Mn | 0,15 – 0,25% | |
| Zr | 0,08 – 0,14% | |
| Fe | $\geq 0,20\%$ | |
| Si | $\geq 0,15\%$ | |
| Ti | $\geq 0,10\%$ | 35 |
| Andere, insbesondere V, jedes | $\geq 0,05\%$ | |
| Andere, gesamt | $\geq 0,15\%$ | |
| Rest | Al; | 40 |
- man gießt und man formt in der Wärme die homogenisierte Legierung in Rohrform, vorzugsweise durch Rückwärtsstrangpressen, um und man zieht in der Wärme ein (oder die beiden) Ende(n) ein; man behandelt es thermisch durch Bringen in Lösung, Abschrecken und Anlassen (T6-Zustand).
2. Verfahren nach dem Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Legierung weniger als 0,01% V (Gewicht) enthält. 45
3. Nach dem einen der Ansprüche 1 oder 2 erhaltenes Erzeugnis, dadurch gekennzeichnet, daß das Gußgefüge eines Blöckchens, das vom Erzeugnis stammt und den folgenden Erstarrungstest durchgemacht hat: 50
- etwa 200 g Legierung werden bei $735^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ in einem mit Aluminiumoxid überzogenen Graphittiegel aufgeschmolzen;
 - man unterwirft anschließend das Ganze einer langsamen Abkühlung im Ofen mit $0,5$ bis $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$, gefolgt von einem Halten von 2 h bei einer Temperatur über 2 bis 4°C gegenüber der des Erstarrungsbeginns der Legierung (Liquidus), dann entnimmt man den Tiegel an die Luft, um eine rasche Abkühlung zu sichern, 55
- im mikrographischen Schnitt nur Ansammlungen von primären intermetallischen Verbindungen, deren kumulierte Länge unter $35\text{ }\mu\text{m}$ ist, und/oder isolierte Teilchen von primären intermetallischen Verbindungen aufweist, deren größte Abmessung unter $35\text{ }\mu\text{m}$ ist. 60

Claims

1. A process for producing a hollow body which is capable of resisting an internal pressure, having a 65

tensile stress and a bursting stress which are higher than or equal to 660 MPa and an elongation at rupture in the lengthwise direction of higher than or equal to 9% when $R_m = 660$ MPa, characterised by the following steps:

- 5 — an alloy is produced, containing (% by weight):

	Zn	7.6 to 9.5%
	Cu	1.0 to 1.8%
	Mg	2.4 to 3.5%
10	Cr	0.07 to 0.17%
	Mn	0.15 to 0.25%
	Zr	0.08 to 0.14%
	Fe	$\leq 0.20\%$
	Si	$\leq 0.15\%$
15	Ti	$\leq 0.10\%$
	Others, in particular V, each	$\leq 0.05\%$
	Others, total	$\leq 0.15\%$
	Balance	Al

20

- the homogenised alloy is cast and shaped in a hot condition in the form of a tube, preferably by indirect extrusion and one end or both ends is or are constricted in the hot condition, and
- it is subjected to heat treatment by being put in solution, hardening and tempering (state T6).

- 25 2. A process according to claim 1 characterised in that the alloy contains less than 0.01% V (by weight).

3. A product produced in accordance with one of claims 1 and 2 characterised in that the cast structure of an ingot resulting from the product and having been subjected to the following solidification test:

30

- 200 g of alloy approximately is re-melted at $735^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ in a graphite crucible with a coating of alumina therein,
- the assembly is then subjected to slow cooling in a furnace, at a rate of from 0.5 to $1^\circ\text{C}/\text{minute}$ followed by a plateau of 2 hours at a temperature which is 2 to 4°C higher than that at the commencement of solidification of the alloy (liquidus), then the crucible is brought out into the air to provide for rapid solidification,

35

has on micrographic section only accumulations of primary intermetallic compounds, the cumulated length of which is less than $35\ \mu\text{m}$ and/or isolated particles of primary intermetallic compounds the largest dimension of which is less than $35\ \mu\text{m}$.

40

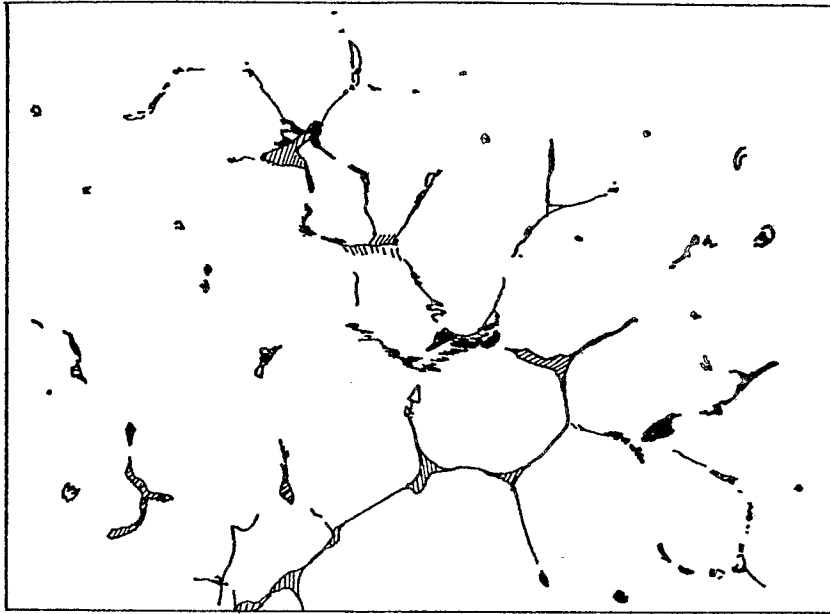
45

50

55

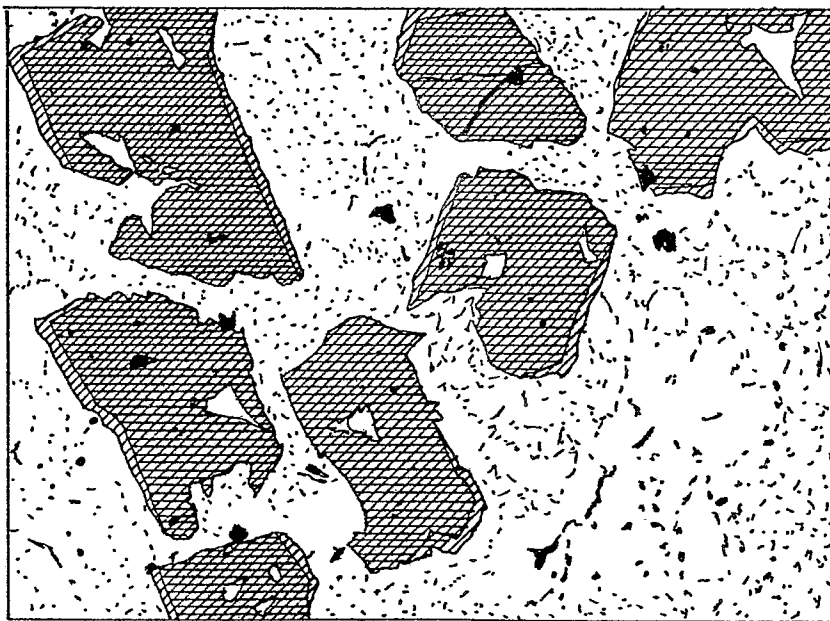
60

65



50 μ m

FIG.1



50 μ m

FIG. 2