

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

Numéro de dépôt: 81420167.9

Int. Cl.³: C 22 F 1/04

Date de dépôt: 04.11.81

Priorité: 05.11.80 FR 8023944

Date de publication de la demande:
12.05.82 Bulletin 82/19

Etats contractants désignés:
CH DE GB LI

Demandeur: SOCIETE DE VENTE DE L'ALUMINIUM
PECHINEY
23 bis, rue Balzac
F-75360 Paris Cedex 08(FR)

Inventeur: Ferton, Daniel
4, boulevard Maréchal Foch
F-38000 Grenoble(FR)

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

Méthode de trempe interrompue des alliages à base d'aluminium.

L'invention est relative à une méthode de trempe interrompue des alliages d'aluminium à durcissement structural.

Elle comprend, à partir de la mise en solution :

a) un refroidissement rapide, par trempe jusqu'à ce que le produit atteigne une température comprise entre 150° et 260°C.

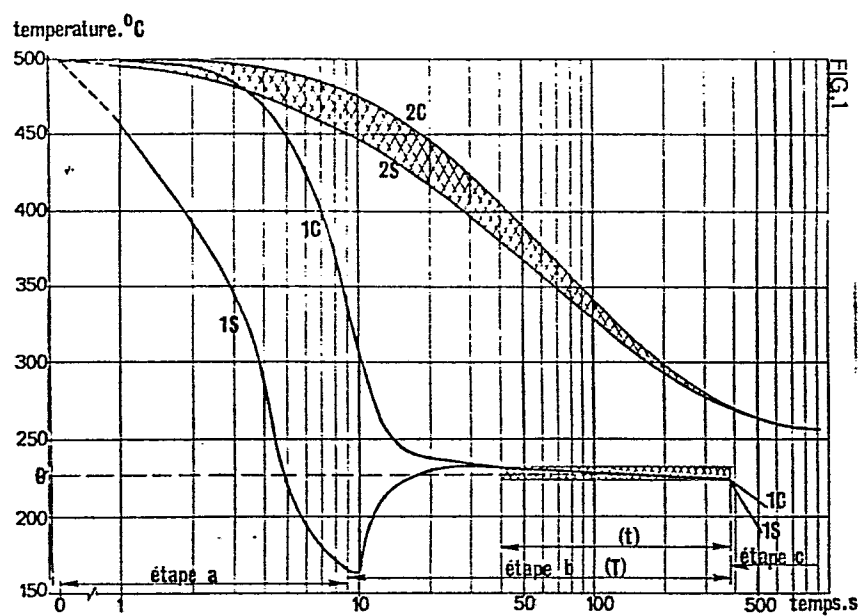
b) un arrêt de la trempe pendant quelques secondes à quelques dizaines de minutes (refroidissement à l'air)

c) une reprise de la trempe jusqu'à la température ambiante.

Dans ces conditions, on obtient des produits trempés revenues qui présentent des caractéristiques mécaniques voisines de l'état T6 et supérieures à celles de l'état T73 classique, avec une très bonne résistance à la corrosion (feuilletante ou sous tension) et un niveau de contraintes internes divisé sensiblement par 2 par rapport à l'état T6 classique.

Ce traitement est applicable à tous les alliages d'Al des séries 2000, 6000 et 7000 (selon l'A.A.).

./...



METHODE DE TREMPER INTERROMPUE DES ALLIAGES A BASE D'ALUMINIUM

L'invention est relative à une méthode de trempe interrompue des alliages d'aluminium à durcissement structural.

On sait que l'obtention des caractéristiques mécaniques élevées associées
5 à des bonnes résistances à la corrosion (intergranulaire, par piqûres)
des alliages à durcissement structural dépend, pour une bonne part, de
la qualité de l'opération de trempe ; celle-ci doit être rapide et éner-
gique. On cherche, en effet, à éviter toute précipitation néfaste entre
400°C et 260°C environ par un temps de transfert entre la mise en solu-
10 tion et le début de trempe aussi réduit que possible, suivi d'une trempe
énergique (eau froide agitée par exemple).

Cependant, cette pratique conduit à des produits fortement déformés,
ayant de fortes contraintes internes ; il en résulte des opérations de
15 dressage onéreuses, et, fréquemment, des distorsions complémentaires lors
de l'usinage final par exemple.

D'autre part, afin d'améliorer la résistance à la corrosion sous tension,
il est courant d'utiliser des techniques de sur-revenu (double revenu,
20 sur les alliages des séries 7000). Ces techniques produisent une chute
non négligeable des propriétés de résistance mécanique.

Le procédé selon l'invention permet d'améliorer les caractéristiques
de résistance à la corrosion et de diminuer le niveau des contraintes
25 internes des produits traités sans modification notable des caractéris-
tiques mécaniques de résistance. Il consiste à faire subir aux produits
après le traitement de mise en solution, une trempe interrompue compre-
nant :

- a) un refroidissement rapide par trempe jusqu'à ce que le produit attei-
30 gne une température comprise entre 150 et 260°C,
- b) un arrêt de la trempe pendant quelques secondes à quelques dizaines
de minutes (refroidissement à l'air),
- c) une reprise de la trempe jusqu'à la température ambiante

35 Le traitement est éventuellement complété par les opérations classiques
de traction ou compression contrôlée (détentionnement) et/ou de revenu
(durcissement).

La trempe est réalisée par (ou dans) un fluide approprié, de préférence à l'eau froide, par tout moyen connu (aspersion, immersion, pulvérisation, brouillard air-eau, etc....).

- 5 Les produits ainsi traités présentent, par rapport aux traitements classiques de trempe directe, une bonne résistance à la corrosion, en particulier à la corrosion sous tension, au prix, éventuellement, d'une légère diminution des caractéristiques mécaniques de traction. D'autre part, le niveau des contraintes résiduelles après trempe est fortement diminué.

10

L'arrêt de la trempe est obtenu par fermeture des arrivées d'arrosage dans le cas de la trempe par aspersion, ou par émergence du produit hors du bain de trempe, dans le cas de trempe par immersion.

- 15 Par rapport aux procédés de trempe étagée décrits dans la littérature technique, cette méthode se distingue par une interruption et une reprise de la trempe, alors que la trempe étagée ne comporte qu'une seule opération de trempe à une température intermédiaire entre la mise en solution et l'ambiante dans divers milieux connus (bain de sel, bain
20 d'huile, eau chaude).

De plus, dans la méthode selon l'invention, la vitesse moyenne de refroidissement initial [étape a)] est, en général, élevée, et, de préférence supérieure à 3°C/sec. entre la température de mise en solution et 260°C.

- 25 De même la vitesse moyenne de trempe finale [étape c)] est, de préférence, supérieure à 60°C/min. entre la température atteinte en fin de [l'étape b)] et 100°C.

Il a été, de plus, observé que la durée et la position de l'interrup-
30 tion de la trempe ont une grande influence sur la combinaison optimale des caractéristiques mécaniques et de résistance à la corrosion des produits.

Dans ce texte, nous appellerons durée d'interruption (t) lors de l'étape
35 b), non la durée physique de celle-ci (T), mais la durée qui sépare l'instant où les températures du produit traité sont sensiblement uniformes (différence de température $\leq 5^\circ\text{C}$) de celle de la reprise de la trempe [étape c)]. La température d'interruption (θ) est la température

sensiblement uniforme et constante du produit lors de cette dernière phase.

La température superficielle effective, lors de l'interruption de la trempe (début de l'étape b) et la durée effective de celle-ci (T) qui dépendent, entre autres, de la nature de l'alliage, de la forme et de la dimension des pièces, etc ... sont facilement accessibles à l'homme de l'art par l'expérience, le calcul ou la simulation.

Pour les alliages du type 2214 qui présentent, à l'état T6 habituel, une susceptibilité à la corrosion intergranulaire très marquée, les durées et températures d'interruption se situant à l'intérieur du périmètre ABDCEF, permettent d'améliorer la tenue à la corrosion (fig. 2). De préférence, ces durées et les températures se situeront dans le périmètre CDEGH (fig. 2).

Pour les alliages du type 7475 présentant, à l'état habituel T6, une susceptibilité à la corrosion feuilletante très grande, avec des durées et des températures d'interruption se situant à l'intérieur du périmètre ABCDEG, on améliore la tenue à la corrosion feuilletante en ne perdant que 5 % de la dureté de l'état T6 (fig. 3).

De préférence, les durées et les températures d'interruption situées dans le périmètre CDEF, conduisent aux meilleurs résultats (fig. 3).

Les périmètres polygonaux, tracés en coordonnées semi-logarithmiques, ont des sommets ayant pour coordonnées :

Points	Fig. 2		Fig. 3	
	$\theta (^{\circ}\text{C})$	t(min)	$\theta (^{\circ}\text{C})$	t(min)
A	260	0,40	230	0,42
B	260	1,0	230	0,60
C	247	4,5	190	1,2
D	245	20	190	12
E	228	20	150	20
F	228	0,9	150	1,8
G	237	2,5	150	0,42
H	247	2,5	-	-

Le détentionnement des contraintes peut être effectué après trempe par déformation plastique de traction ou de compression et le revenu est, de préférence, pratiqué dans le domaine de température allant de 130 à 170°C pour des durées comprises entre 7 et 15 heures pour les alliages 5 type 7075 et entre 10 et 30h pour les alliages du type 2214.

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

La figure 1 représente les courbes de refroidissement comparées d'un 10 produit de 60 mm d'épaisseur lors d'une trempe étagée classique et suivant l'invention.

Les figures 2 et 3 représentent les conditions d'interruption optimales du traitement de trempe (rappelées ci-dessus).

15

La figure 1 représente l'évolution thermique d'une plaque de 60 mm d'épaisseur en alliage 2214 trempée à partir de 500°C, d'une part, suivant la méthode de l'invention par arrosage pendant 9 sec. à l'eau froide, arrêt de l'arrosage, vers = 220/230°C, durant 370 sec. (T), et 20 reprise de l'arrosage, et, d'autre part, suivant la méthode de trempe étagée classique dans un bain de sel chauffé à 250°C.

On peut constater l'allure très différente des courbes en surface (S) ou à coeur du produit (C) dans les cas 1 selon l'invention ou 2 selon 25 la méthode antérieure.

On a également reporté à la figure 1 les valeurs de temps (T,t) et de la température (θ) définies ci-dessus.

30 EXEMPLE 1

Des tôles en 2214 (selon les spécifications de l'A.A) de 60 mm d'épaisseur ont été traitées, d'une part suivant la méthode habituelle avec trempe directe à l'eau froide et revenu (état T6), d'autre part, selon l'invention, par trempe à l'eau froide à partir de 505°C avec interrup- 35 tion de :

- 5 minutes à 225-230°C
- 8 minutes à 225-230°C

- 5 -

- 10 minutes à 205-210°C
et revenu de 24h à 150°C.

Les résultats de caractéristiques mécaniques de traction (dans le sens long, travers long et travers court), de corrosion sous tension (sens travers court) déterminée suivant la norme AIR 9048, de conductivité et de contraintes résiduelles dans le sens long (valeur de Rs) sont reportées dans le tableau I.

10 Dans cet exemple, on obtient donc un produit présentant simultanément :

- une bonne résistance à la corrosion sous tension,
- des propriétés mécaniques de traction voisines du T6 classique,
- une diminution de moitié du niveau de contraintes résiduelles.

15 Des essais de corrosion ont été réalisés sur des plaquettes d'alliage 2214 de dimensions 40 x 80 x 5 mm. La plus grande dimension est parallèle au sens du laminage. Après mise en solution à 505°C, les plaquettes ont été refroidies jusqu'à la température du palier à une vitesse de 26°C/sec. Différentes températures et durées d'interruption ont été appliquées

20 puis les éprouvettes ont subi un revenu de 24h à 150°C. Sur ces échantillons, ainsi que sur un échantillon témoin trempé de façon classique et traité T6, on a mesuré les duretés Vickers ainsi que le degré de corrosion feuilletante. Les résultats correspondant à ces essais sont reportés sur la figure 2. Au-dessus de chaque point expérimental, figure le

25 rapport de la dureté Vickers de l'essai sur la dureté Vickers de

l'état T6 habituel. Au-dessous de chaque point, on donne l'indice de corrosion dont la signification est la suivante :

I = corrosion intergranulaire)

P = corrosion par piqûres (suivant norme AIR 9050 C

30

On peut constater que le domaine DEGH correspond à des duretés presque égales ou supérieures à l'état T6 et à l'immunité contre la corrosion intergranulaire.

35 EXEMPLE 2

Une tôle de 7475 (selon les spécifications de l'A.A.) de 60 mm d'épaisseur a été traitée, d'une part, suivant le procédé classique de trempe à l'eau froide et revenu (états T6 et T73) et, d'autre part, suivant

- 6 -

l'invention, par trempe à l'eau froide à partir de 470°C et interruption pendant 6 minutes à 185°C et revenu 8h à 160°C. Les résultats sont reportés dans le tableau II.

- 5 Dans cet exemple, on obtient un produit présentant à la fois :
- des propriétés mécaniques de traction supérieures à l'état T73,
 - une résistance à la corrosion sous tension identique à l'état T73.

Des essais de corrosion ont été effectués sur des échantillons identiques
10 à ceux de l'exemple 1 et traités de façon analogue, sauf en ce qui concerne le revenu final pratiqué à 160°C pendant 8h.

Ces échantillons ont été soumis à une essai de dureté Vickers et de corrosion feuilletante suivant la norme ASTM G34/78.

15

Les résultats correspondants à ces essais sont reportés sur la figure 3. Au-dessus de chaque point expérimental figure le rapport de la dureté Vickers de l'essai à la dureté Vickers du témoin correspondant à l'état T6. Au-dessous de chaque point, on a indiqué l'indice de corrosion
20 feuilletante (EM : corrosion feuilletante modérée - EI : corrosion feuilletante intermédiaire).

On peut constater la diminution sensible de la corrosion feuilletante pour une perte négligeable des caractéristiques mécaniques de résistance
25 dans le domaine considéré.

Le procédé suivant l'invention s'applique à la trempe de tous les alliages à base d'aluminium à durcissement structural, en particulier aux alliages des séries 2000, 6000 et 7000 (suivant la nomenclature de
30 l'Aluminium Association).

PROCEDE	CARACTERISTIQUES MECANIKUES									CORROSION SOUS TENSION A 200 MPa TC*	CONDUCTIVITE % IACS	CONTRAINTE RESIDUELLE Rs (MPa) L*
	L*			TL*			TC*					
	R 0,2 MPa	Rm MPa	A %	R 0,2 MPa	Rm MPa	A %	R 0,2 MPa	Rm MPa	A %			
Trempe classique état T6	435	487	11,7	431	480	8,9	422	471	3,8	38,5	87	
Interruption 5mn à 225-230°C + revenu 24h à 150°C	433	477	9,4	399	453	7,5	396	449	4,3	40,2	44	
Interruption 8mn à 225-230°C + revenu 24h à 150°C	368	431	9,2	312	410	10,0	370	431	3,7	40,9	41	
Interruption 10mn à 205-210°C + revenu 24h à 150°C	435	484	10,3	417	471	8,1	413	463	4,0	38	49	

*L : sens long

TL : sens travers long

TC : sens travers court

PROCEDE	CARACTERISTIQUES MECANQUES								CORROSION SOUS TENSION SENS TC* SOUS CONTRAINTE DE 300 MPa	CONDUCTIVITE % IACS	
	L *				TL *						TC *
	R 0,2 MPa	Rm MPa	A %	R 0,2 MPa	Rm MPa	A %	R 0,2 MPa	Rm MPa			
Trempe classique Etat T6	492	567	10	489	558	12,5	465	541	9,2	Rupture après 1 jour	34,3
Trempe classique Etat T73	424	498	13	425	498	14,0	404	482	11,0	Non rupture après 30 jours	42
Interruption 6mn à 185°C Revenu 8h à 160°C	443	528	11,1	444	527	12,8	422	508	9,7	Non rupture après 30 jours	38

*L : sens long TL : sens travers long TC : sens travers court

REVENDICATIONS

1. Procédé de traitement thermique d'alliages d'Al à durcissement structural comportant une mise en solution, une trempe, éventuellement une déformation plastique, et un (ou plusieurs) revenu(s) caractérisé en ce que la trempe est effectuée dans les conditions suivantes :

5 a) refroidissement du produit à une vitesse moyenne supérieure à 3°C/sec. entre la température de mise en solution et le domaine 150°C-260°C dans un milieu ou avec un agent de refroidissement dont la température est inférieure à la température (θ) définie en b).

10 b) arrêt du refroidissement de manière à obtenir une température (θ) du produit sensiblement uniforme et comprise dans le domaine 150° - 260°C pendant une durée allant de quelques secondes à quelques dizaines de minutes.

15 c) reprise du refroidissement du produit jusqu'à la température ambiante à une vitesse moyenne supérieure à 60°C/min. entre la température atteinte à la fin de l'étape b) et 100°C.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le refroidissement de l'étape a) est obtenu par un refroidissement à l'eau et celui de l'étape c) par un refroidissement à l'eau.

20

3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le refroidissement de l'étape a) est obtenu par un refroidissement à l'eau et celui de l'étape c) par un refroidissement à l'air.

25 4. Procédé selon les revendications 2 ou 3, caractérisé en ce que l'eau est froide (température inférieure à 40°C).

5. Procédé selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que les produits trempés subissent ultérieurement une traction ou une compression contrôlée et/ou un revenu.

30

6. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que pour les alliages du type 2214, les durées (t) et températures (θ) d'interruption de trempe (étape b) sont situées à l'intérieur du périmètre ABCDEF de la figure 2.

35

7. Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que les durées

(t) et les températures (θ) sont situées à l'intérieur du périmètre CDEGH de la figure 2.

8. Procédé selon les revendications 6 ou 7, caractérisé en ce que les
5 produits subissent ultérieurement un revenu entre 10h et 30h dans un domaine de température compris entre 130°C et 170°C.

9. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que
pour les alliages du type 7075, les durées (t) et températures (θ)
10 d'interruption de trempe sont situées à l'intérieur du périmètre ABCDEG de la figure 3.

10. Procédé selon la revendication 9, caractérisé en ce que les durées
(t) et les températures (θ) sont situées à l'intérieur du périmètre CDEF
15 de la figure 3.

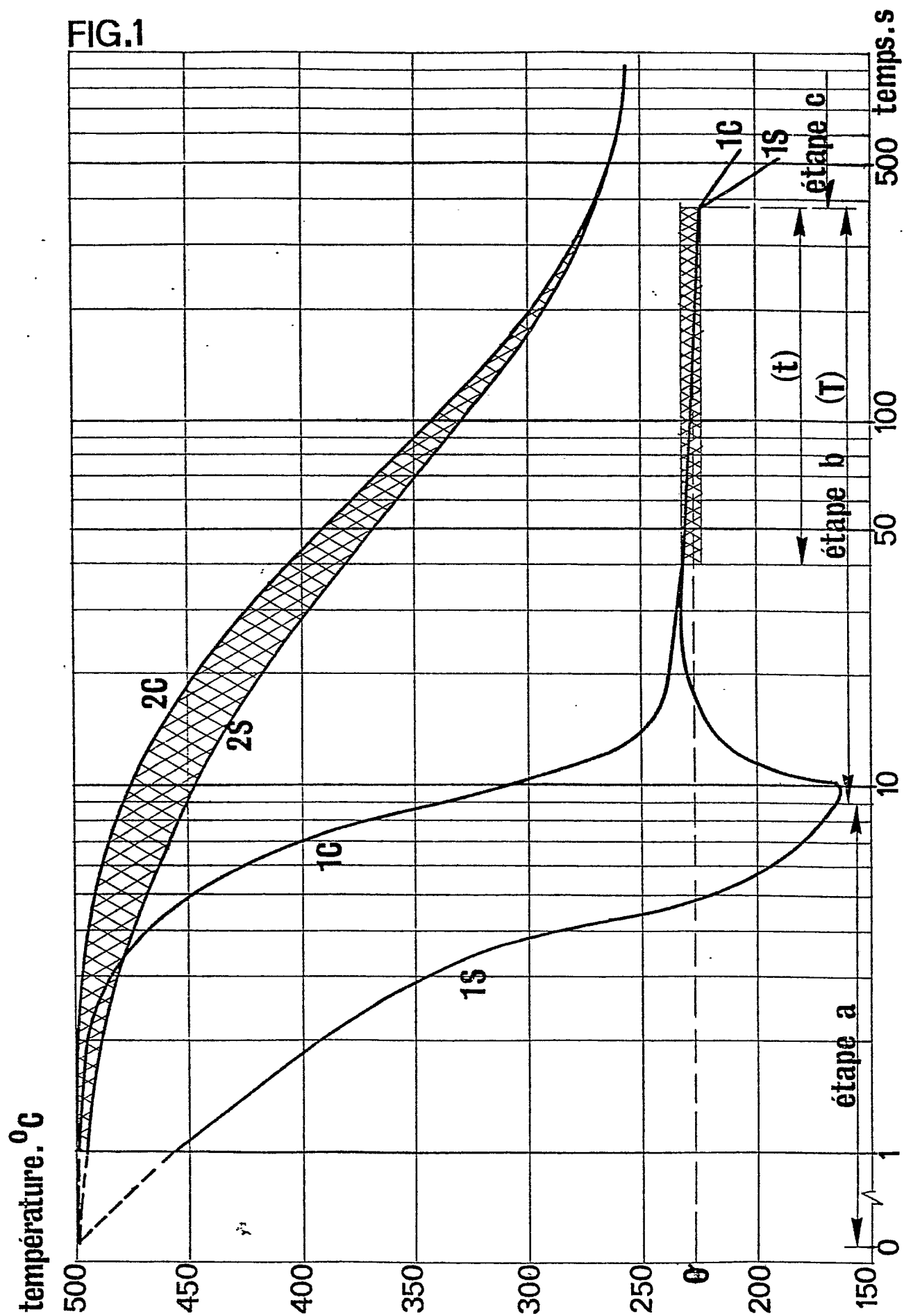
11. Procédé selon l'une des revendications 9 ou 10 caractérisé en ce que
les produits subissent ultérieurement un revenu entre 7h et 15h dans un
domaine de température compris entre 130°C et 170°C.
20

12. Produit obtenu par le procédé de l'une des revendications 1 à 5 et
9 à 11, caractérisé en ce qu'il comprend essentiellement de l'aluminium,
de 4 à 8% de zinc, de 1,5 à 3,5% de magnésium, de 1 à 2,5% de cuivre, et
au moins un élément tel que le chrome, manganèse ou zirconium, de 0,05
25 à 0,30% possédant une résistance à la corrosion sous tension identique
à celle de l'état T73 et une résistance mécanique voisine de l'état T6.

13. Produit obtenu par le procédé de l'une des revendications 1 à 8,
caractérisé en ce qu'il comprend essentiellement de l'aluminium, de 2
30 à 5% de cuivre, de 0,2 à 2,0% de magnésium, de 0,2 à 1,0 de manganèse et
de 0,1 à 1,0% de silicium possédant une résistance à la corrosion sous
tension nettement améliorée par rapport à celle de l'état T6, pour une
résistance mécanique équivalente.

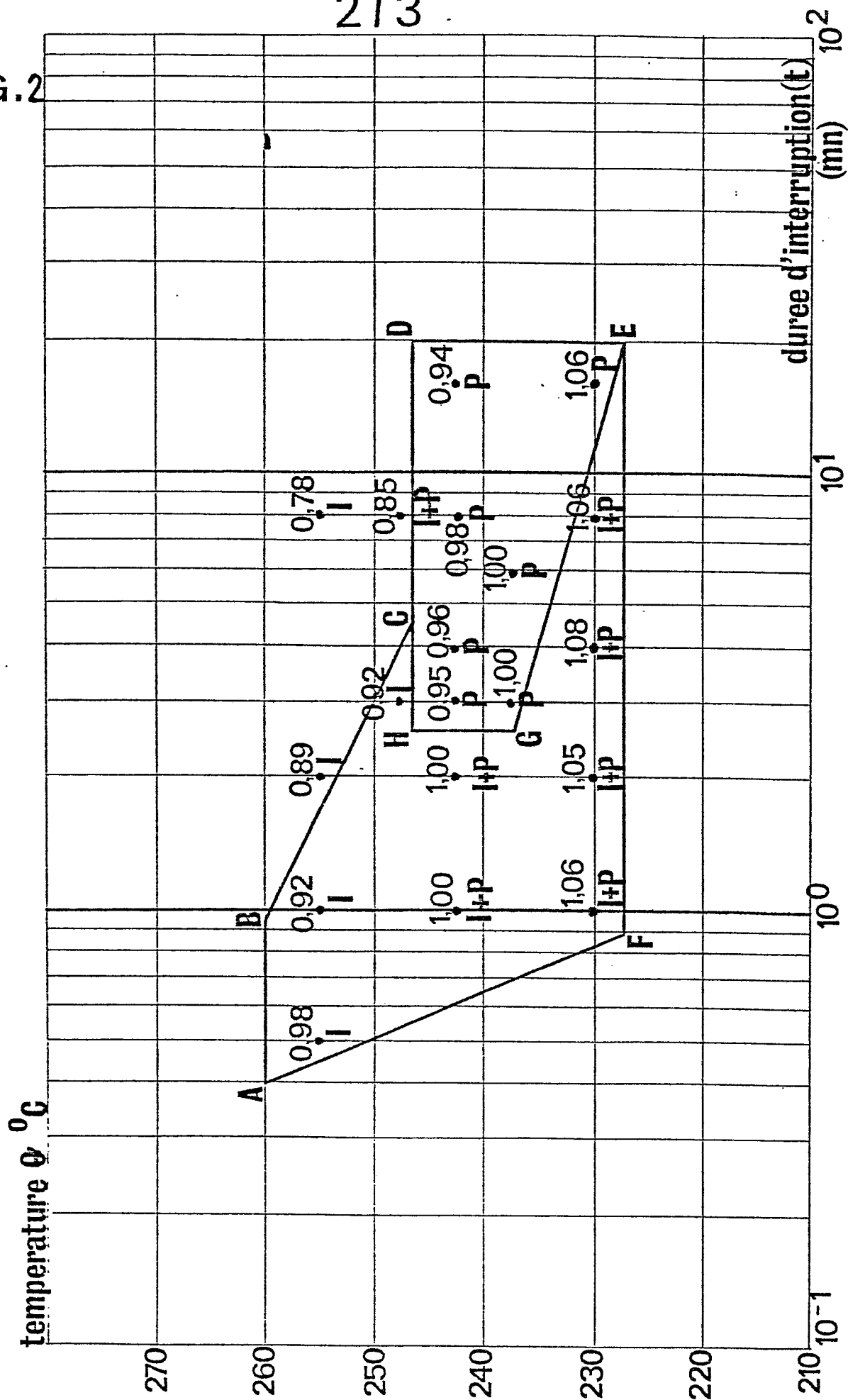
113

FIG.1



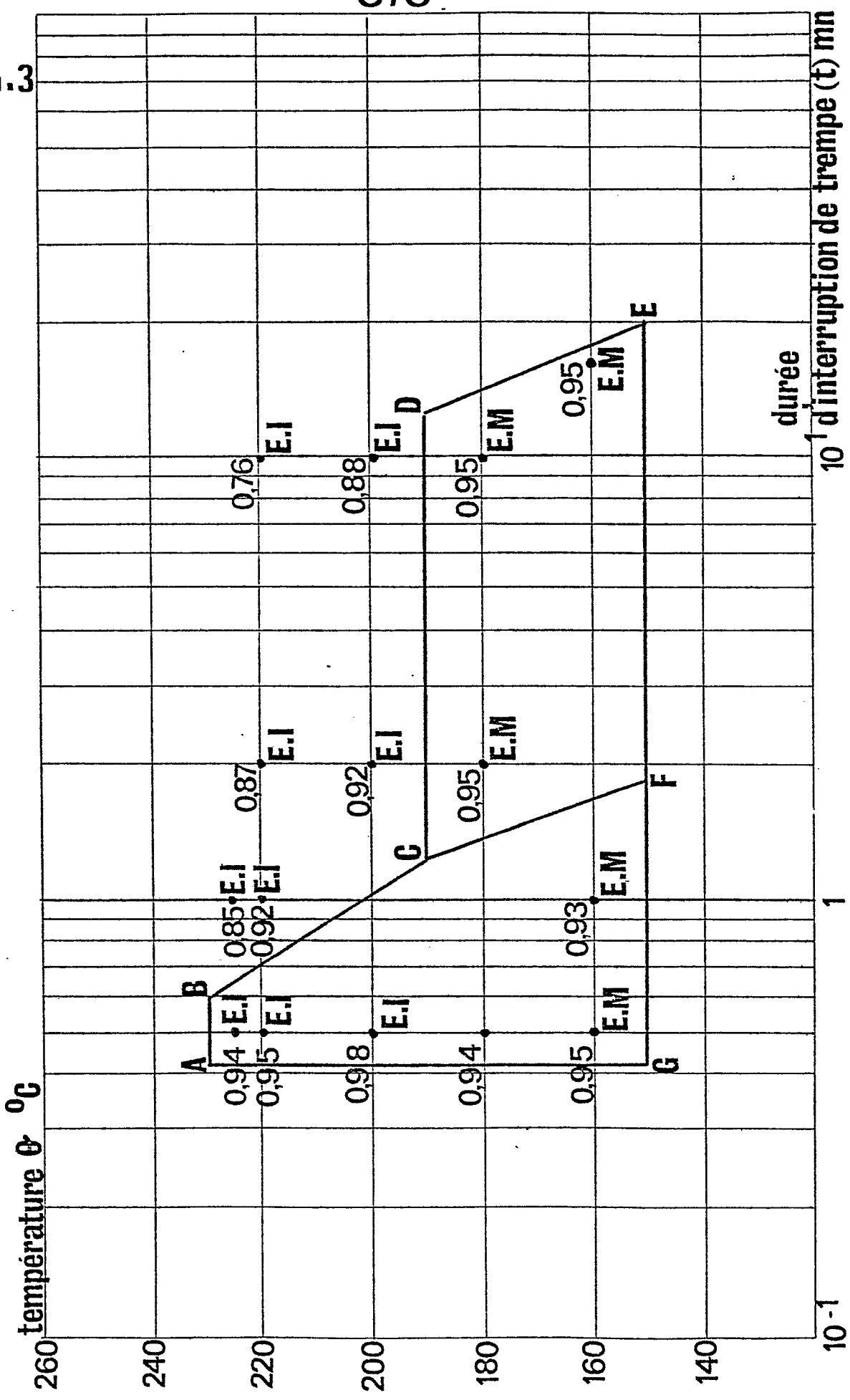
213

FIG. 2



3/3

FIG.3



0051549

Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande

EP 81 42 0167

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	
	FR - A - 2 249 176 (ALUMINUM CO. OF AMERICA) * Revendication 1 * -- METALLURGICAL TRANSACTIONS, vol. 4, 1 juin 1973 M. ABE et al. "Influence of the precipitate-free zone width on the tensile properties of an Al-6 Wt Pct Zn-1.2 Wt Pct Mg alloy" pages 1499-1505 * Page 1500, colonne de gauche, e: "Step-quench"; colonne de droite, paragraphe 1 * -- A THE IRON AGE, vol. 192, no. 24, 12 décembre 1963 O.R. SINGLETON Jr: "Quench-aging makes headway with 6061 aluminum" pages 94-95 A US - A - 3 856 584 (B.M. CINA) A US - A - 3 816 190 (WARBICHLER) A DERWENT JAPANESE PATENT REPORT, vol. 75, no. 23, 4 juillet 1975 examined applications, Metallurgy page 4, J7-5015206; M 29: "Heat treatment of aluminium-zinc magnesium alloy- to prevent stress-corrosion cracking" -----	1, 12	C 22 F 1/04
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl. ³)
			C 22 F
			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
			&: membre de la même famille. document correspondant
Le présent rapport de recherche a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche	Date d'achèvement de la recherche	Examineur	
La Haye	07-01-1982	RIES	