11 Numéro de publication:

0 070 790 A1

12

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(21) Numéro de dépôt: 82420104.0

(f) Int. Cl.³: **C 22 F 1/04**, B 21 D 51/24

22 Date de dépôt: 21.07.82

30 Priorité: 22.07.81 FR 8114790

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

(3) Date de publication de la demande: 26.01.83 Bulletin 83/4

(72) Inventeur: Develay, Roger, 11, rue Lionel Terray Seyssins, F-38170 Seyssinet pariset (FR) Inventeur: Anagnostidis, Marc, 76 bis, avenue de Royat, F-63400 Chamalieres (FR)

(84) Etats contractants désignés: AT CH DE GB IT LI

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

64 Méthode de fabrication de corps creux sous pression en alliages d'aluminium.

Da présente invention concerne une méthode de fabrication de corps creux sous pression en alliages d'aluminium type 7475 présentant à la fois une haute résistance mécanique et une ténacité élevée. La méthode consiste dans les étapes suivantes:

1 - élaboration d'une alliage contenant (% en poids):

5,6 ≼ Zn	≤ 6,1	Mn ≤ 0,04	
2,0 ≤ Mg	≤ 2,4	Zr ≤ 0,03	
1,3 ≼ Cu	≤ 1,7	Ti ≤ 0,04	
0,15 < Cr	< 0,25	autres ≤ 0,05 chacu	n
Fe	< 0,10	total ≤ 0,15	
Fe + Si	< 0,25	reste : Al	

A1

2 - coulée de celui-ci sous forme de billettes

3 – filage à chaude entre 350 et 450° C par le procédé inverse sous forme d'un étui

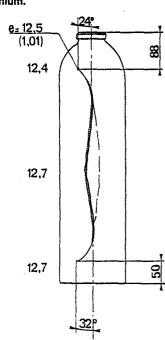
4 - étirage à chaud puis à froid de l'étui ainsi obtenu

5 - ogivage à chaud entre 350 et 450°C

6 - mise en solution entre 450° et 490°C et trempe à l'eau à une température inférieure à 40° C

7 - revenu double palier type T73

Les bouteilles de gaz comprimé obtenues par ce procédé présentent une pression d'éclatement hydraulique de l'ordre de 90 MPa, la déchirure étant conforme aux règlementations internationales en vigueur ou en préparation.



METHODE DE FABRICATION DE CORPS CREUX SOUS PRESSION EN ALLIAGES D'ALUMINIUM

La présente invention concerne une méthode de fabrication de corps creux sous pression tels que réservoirs, bouteilles ou autres, en alliages d'aluminium, type 7475 (selon la désignation de l'Aluminium Association) et présentent à la fois une haute resistance et une conscité élorée

Jusqu'ici, les récipients sous pression très légers, en particulier ceux utilisés pour le transport et le stockage des gaz comprimés ou liquéfiés, ont été réalisés en alliage d'aluminium type 2001 (selon la désignation de l'Aluminium Association, édition du 1er Juin 1980). Or, si l'on veut 10 obtenir avec cet alliage une excellente résistance à la corrosion sous tension (ce qui est fondamental pour des récipients sous pression), on est obligé d'utiliser un traitement thermique de revenu très poussé qui entraîne une diminution de la ténacité.

- 15 En particulier, les allongements et la forme de la déchirure lors d'un essai d'éclatement sous pression hydraulique deviennent non conformes vis à vis des règlementations internationales en vigueur ou en préparation.
- 20 Il était donc nécessaire de rechercher une méthode de fabrication de corps creux sous pression présentant les mêmes caractéristiques mécaniques (donc la même légèreté) et la même résistance à la corrosion sous tension (donc la même sécurité) que celles obtenues avec le 2001, et qui en plus, permettait de satisfaire les règlementations internationales 25 au point de vue valeur des allongements et aspect de la déchirure lors d'un essai d'éclatement sous pression hydraulique.

La demanderesse a trouvé une méthode de fabrication permettant d'atteindre les objectifs ci-dessus énoncés, et qui sont les suivants :

30 . résistance mécanique $R_{0,2} \gg 370 \text{ MPa}$

Rm ≥ 460 MPa

AZ ≥ 12

· corrosion sous tension à 75% de $R_{0,2}$ garanti, soit 280 MPa : durée > 30 jours en immersion-émersion (10 min-50 min) dans une solution de

NaCl à 3,5 %, à la température ambiante sur éprouvettes en C dans les conditions de la norme ASTM 38-73

- . comportement à l'éclatement sous pression hydraulique
- 5 La déchirure "ductile" d'un corps de forme générale cylindrique doit satisfaire aux exigences suivantes :
 - être longitudinale dans sa plus grande partie
 - ne pas être ramifiée
- ne pas s'étendre de plus de 90° de part et d'autre de la partie 10 principale de la déchirure
 - ne pas s'étendre dans une partie du corps dont l'épaisseur dépasse 1,5 fois l'épaisseur maximale mesurée au milieu du corps

La méthode suivant l'invention consiste dans les étapes suivantes :

15 1/ élaboration d'un alliage contenant (% en poids)

20

25

2/ coulée de celui-ci sous forme de billettes

- 3/ filage à chaud entre 350°C et 450°C par le procédé inverse sous 30 forme d'un étui
 - 4/ étirage à chaud puis à froid de l'étui ainsi obtenu
 - 5/ ogivage à chaud entre 350°C et 450°C
 - 6/ mise en solution entre 450°C et 490°C, et trempe à l'eau à une température inférieure à 40°C
- 35 7/ revenu double palier type T73

Il a été remarqué que les opérations 3/ et 4/ pouvaient être rempla-

cées par une seule opération de filage à froid. Par ailleurs, la teneur en Fe est tenue, de préférence, en dessous de 0,08 %, et la teneur en Fe + Si \leq 0.18 %.

5 Les exemples suivants illustrent les résultats obtenus en appliquant la méthode selon l'invention à la fabrication de bouteilles de 6 litres, de format 0 12/ x 151 mm, deut la pression d'unilisation est de 30 MPa et la pression d'épreuve de 45 MPa. Les figures 1 à 3 représentent quelques aspects caractéristiques de déchirures consécutives à l'essai 0 d'éclatement sous pression, les dimensions étant en mm.

On a élaboré 3 coulées : A (conforme à l'invention), B et C (hors du domaine de l'invention), dont les compositions sont les suivantes (% en poids).

-		Fe	Sí	Cu	Cr	Mg	Zn	Ni	Mn	Zr	Ti
	A	0,05	0,03	1,30	0,20	2,25	5,70	< 0,01	< 0,02	< 0,02	< 0,03
	В	0,11	0,06	1,45	0,20	2,05	5,60	< 0,01	< 0,02	< 0,02	< 0,03
	С	0,13	0;08	1,40	0,19	2,16	5,65	< 0,01	< 0,02	< 0,02	< 0,03

20

Celles-ci ont été coulées sous forme de billettes de Ø 170 mm et ont été homogénéisées 12 heures à 465°C.

Après écroûtage à Ø 158,5 mm des lopins ont été filés par filage inverse 25 et étirés à chaud à 400°C + 10°C, puis tournés à Ø 155 mm et recuits à 420°C, maintient 4 heures. Après décapage, ils ont été étirés à froid avec un allongement (S - s) de 13,5 % et mis à longueur.

La partie ouverte de l'étui ainsi obtenu est alors ogivée à 400°C, puis 30 percée et coupée.

Le traitement thermique subit a été le suivant :

- mise en solution à 465°C + 1,5°C, maintien 2 heures
- trempe. à l'eau froide (10 20°C)
- 35 1er revenu 6 heures à <math>105°C + 2°C
 - 2ème revenu 12 heures à 177°C + 1,5 °C

La bouteille a été terminée par un usinage du goulot et la pose de la bague.

Une bouteille de chaque coulée a été soumise à des essais

5 - de traction : 4 éprouvettes en pleine épaisseur du corps de bouteille (sens long)

Deux bouteilles par coulée ont été soumises aux essais d'éclatement sous pression hydraulique.

10

Enfin, elles ont subi des essais de corrosion sous tension : aucune fissure n'est apparue sur les éprouvettes après 30 jours d'essai.

Les résultats des essais mécaniques sont reportés au tableau I, étant 15 entendu que tous les essais de corrosion sous tension ont donné d'excellents résultats avec, en plus, l'absence de piqures et/ou de corrosion feuilletante.

Ces essais montrent que pour obtenir les résultats désirés, toutes les 20 étapes de la fabrication doivent être contrôlées suivant la méthode revendiquée.

Ceci est particulièrement vrai en ce qui concerne la morphologie de la déchirure obtenue lors des essais d'éclatement hydraulique.

TABLEAU I

					
	Pianre		-	1 5	т I
Essais d'éclatement	Aspect	déch ir ur e	TRES BON	MAUVAIS MAUVAIS	MAUVAIS
	Augmentation	(8)	14,1 15,7	14,3	14,4 14,8
	Pression déformation	plastique (MPa)	78,4 78,0	74,0	6, 17 9, 17
	Pression d'éclatement (MPa)		89,2 90,0	87,2 87,2	88,4 89,1
	cae	mini	15,0	13,75	13,85
n iques	A &	mini moyenne	15,15	14,28	14,35
es méca	Pa)	mini	476	460	467
Caractíristiques mécaniques	Rm (MPa)	noyenne	480,25	46,5,00	470,50
Caractó	(MPa)	mini	406	384	390
	R _{0,2} (MPa)	moyenne	411,25	386,00	402,15
	Coulée	repere	<	B	O

REVENDICATIONS

1°/. Procédé d'obtention d'un corps creux sous pression en alliages d'Al présentant à la fois des caractéristiques mécaniques et une ductilité élevées, un comportement ductile lors d'un essai d'éclatement sous pression hydraulique interne et une bonne résistance à la corrosion sous tension, caractérisé en ce qu'il comprend essentiellement les opérations suivantes:

1 - élaboration d'un alliage contenant (% en poids)

 $5,6 \leqslant Zn \leqslant 6,1$ $2,0 \leqslant Mg \leqslant 2,4$ $1,3 \leqslant Cu \leqslant 1,7$ $0,15 \leqslant Cr \leqslant 0,25$ Fe $\leqslant 0,10$ Fe + Si $\leqslant 0,25$ Mn $\leqslant 0,04$ $Zr \leqslant 0,03$ Ti $\leqslant 0,04$ autres $\leqslant 0,05$ chacun
total $\leqslant 0,15$ reste Al

20

25

2 - coulée de celui-ci sous forme de billettes

3 - filage à chaud entre 350°C et 450°C par le procédé inverse sous forme d'un étui

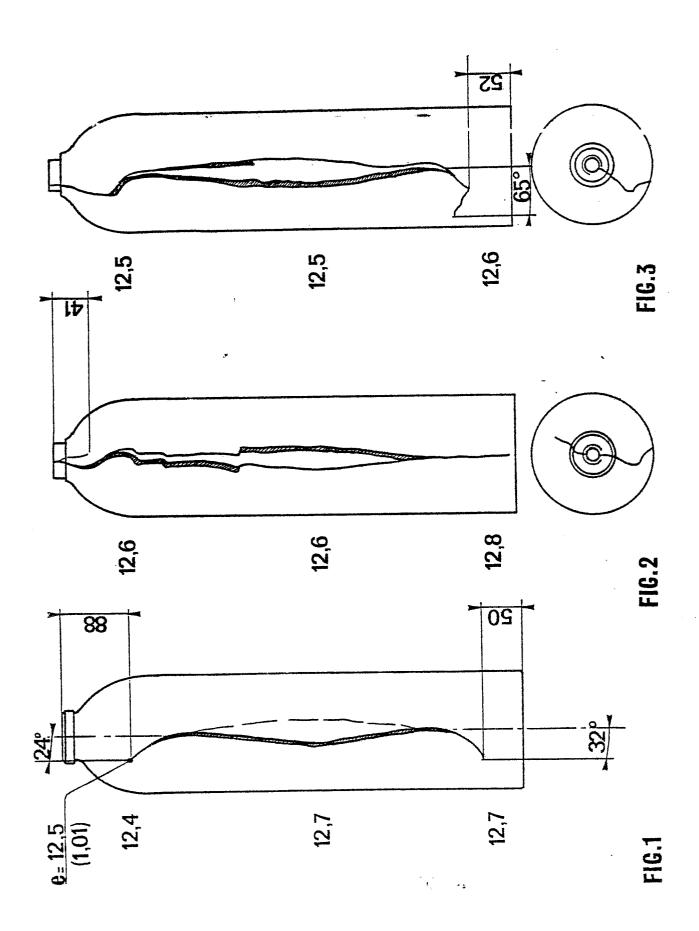
4 - étirage à chaud et à froid de l'étui ainsi obtenu

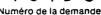
5 - ogivage à chaud entre 350°C et 450°C

6 - mise en solution entre 450°C et 490°C et trempe à 1'eau froide (température inférieure à 40°C)

7 - revenu double palier type T73.

- 2°/. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la teneur 30 en Fe est inférieure ou égale à 0,08 %.
 - 3°/. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que la teneur en Fe + Si est inférieure ou égale à 0,18 %.
- 35 4°/. Procédé selon les revendications 1 à 3, caractérisé en ce que les étapes 3 et 4 sont remplacées par un filage à froid.







RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

ΕP 82 42 0104

Categorie	Citation du document av des part	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl. 3)		
A	US-A-3 984 259 * revendication	- (ROGERS et al.) 1 *	1	C 22 F 1/0 B 21 D 51/2)4 24
A	FR-A-2 238 892 METALLURGIQUE DE * revendications	GERZAT)	1		
A	CORP.)	(MARTIN MARIETTA 1,2,7,8; page 2,	1	•	
A	FR-A-2 163 281 COMPANY OF AMÉRI * revendication	CA)	1	-	
				DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl. 3)	
				C 22 F 1/0 C 22 C 21/1 B 21 D 51/2	10
Le	présent rapport de recherche a été é Lieu de la recherche	Date d achevement de la recherci	1	Examinateur	
	LA HAYE	29-10-1982	LIPPEN	S M.H.	
Y : pa au	CATEGORIE DES DOCUMEN irticulièrement pertinent à lui sei rticulièrement pertinent en com tre document de la même categ riere-plan technologique	E : docume date de binaison avec un D : cité dan	ou principe à la ba ent de brevet anter dépôt ou apres ce s la demande r d'autres raisons	ieur, mais publié à la tte date	

O: divulgation non-ecrite document intercalaire

& : membre de la même famille, document correspondant