

⑫ **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

⑳ Numéro de dépôt: **85420044.1**

⑤① Int. Cl.⁴: **C 22 C 21/16, C 22 F 1/04**

㉔ Date de dépôt: **13.03.85**

㉓ Priorité: **15.03.84 FR 8404482**

㉑ Demandeur: **CEGEDUR SOCIETE DE TRANSFORMATION DE L'ALUMINIUM PECHINEY, 23, Rue Balzac, F-75008 Paris (FR)**

④③ Date de publication de la demande: **11.12.85**
Bulletin 85/50

㉒ Inventeur: **Dubost, Bruno, 3, rue Casimir Brenier, F-38120 St. Egreve (FR)**
Inventeur: **Meyer, Philippe, 9, avenue Dugueyt-Jouvin, F-38500 Voiron (FR)**

⑧④ Etats contractants désignés: **BE CH DE FR GB IT LI NL SE**

㉒ Mandataire: **Séraphin, Léon et al, PECHINEY 28, rue de Bonnel, F-69433 Lyon Cedex 3 (FR)**

⑤④ **Alliages à base d'aluminium contenant du lithium, du cuivre et du magnésium.**

⑤⑦ La présente invention est relative à des alliages à base d'Al contenant essentiellement du Li, du Cu et du Mg, qui possèdent de hautes caractéristiques mécaniques spécifiques et une ductilité élevée.

Leur composition est la suivante (% en poids):

Li 1,7 à 2,9
Cu 1,5 à 3,4
Mg 1,2 à 2,7
Fe $\leq 0,20$
Si $\leq 0,12$
Cr 0 à 0,3
Mn 0 à 1,0
Zr 0 à 0,2
Ti 0 à 0,1
Be 0 à 0,01
Autres éléments (impuretés)
chacun $\leq 0,05$
total $\leq 0,15$
reste: Al

} avec $0,5 \leq \text{Mg CU} \leq 0,8$

Le traitement thermique consiste en une homogénéisation vers $\theta(^{\circ}\text{C}) = 535-5$ (% Mg) dissolvant pratiquement les composés Al-Cu-(Li, Mg), en une mise en solution entre $\theta + 10^{\circ}\text{C}$ et $\theta - 20^{\circ}\text{C}$, en une trempe et un revenu entre 170 et 220°C pendant une durée allant de 8 à 48 h.

Les caractéristiques mécaniques de résistance et de

ductilité obtenues sont équivalentes à celles des alliages 2000 ou 7000 classiques.

TITRE MODIFIÉ
voir page de garde

- 1 -

ALLIAGES A BASE D'Al CONTENANT DU LITHIUM, DU CUIVRE ET DU MAGNESIUM

La présente invention est relative à des alliages à base d'Al, contenant essentiellement du Li, du Cu et du Mg et possédant de hautes caractéristiques spécifiques et une ductilité élevée.

5 Il est connu des métallurgistes que l'addition de lithium diminue la densité et augmente le module d'élasticité et la résistance mécanique des alliages d'aluminium. Ceci explique l'intérêt des concepteurs pour ces alliages en vue d'applications dans l'industrie aéronautique, et plus particulièrement, pour les alliages d'aluminium au lithium contenant d'autres
10 éléments d'addition tels que le magnésium ou le cuivre. Toutefois, de tels alliages au lithium devront impérativement posséder une ductilité et une ténacité au moins équivalentes, à résistance mécanique égale, à celle des alliages aéronautiques conventionnels tels que les alliages 2024-T4 ou T351, 2214T6(51), 7175-T73 (51) ou T7652 et 7150-T651 (selon la nomenclature de l'Aluminium Association), ce qui n'est pas le cas des alliages au
15 lithium connus.

Récemment, les métallurgistes ont proposé de nouvelles compositions d'alliages aluminium-lithium au cuivre et au magnésium à faible densité et
20 haute résistance mécanique spécifique; il s'agit, en particulier, des alliages expérimentaux faisant l'objet de la demande de brevet européen n° 88511 qui revendique les alliages de composition nominale (en poids %):
Li = 2,0 à 2,8; Cu = 1,0 à 1,5; Mg = 0,4 à 1; Zr 0,2; Mn < 0,5; Ni < 0,5; Cr < 0,5. Les niveaux de résistance et d'allongement obtenus sur tôles minces à l'état T8 et sur tôles épaisses à l'état T651 sont toutefois encore inférieurs à ceux des alliages aéronautiques des séries 2000 à 7000, comme pour les autres alliages des systèmes AlLiCu et AlLiCuMg à teneur en lithium supérieure à 1,7 % connus à ce jour, qu'il s'agisse de produits obtenus par métallurgie du lingot (par exemple, en coulée semi-continue) ou par métallurgie des poudres.

Au cours d'essais métallurgiques, nous avons trouvé et expérimenté de nouvelles compositions d'alliages industriels du système Al-Li-Mg-Cu (+ Cr, Mn, Zr, Ti) plus performants que les alliages des systèmes AlLiCu et

AlLiMg et que les alliages connus du système AlLiCuMg du point de vue du compromis entre la résistance mécanique et la ductilité.

Ces nouveaux alliages selon l'invention ont les compositions pondérales
5 suivantes :

Li 1,7 à 2,9 %	Zr 0 à 0,2 %
Cu 1,5 à 3,4 %)	Ti 0 à 0,1 %
Mg 1,2 à 2,7 % } avec $0,5 \leq \frac{Mg}{Cu} \leq 0,8$	Be 0 à 0,02 %
Fe $\leq 0,20$ %	autres éléments (impuretés)
10 Si $\leq 0,12$ %	chacun $\leq 0,05$ %
Cr 0 à 0,3 %	total $\leq 0,15$ %
Mn 0 à 1,0 %	reste : aluminium

La teneur en éléments principaux est de préférence tenue individuelle-
15 ment ou en combinaison, entre 1,7 et 2,5 % pour le Li, entre 1,2 et 2,2 % pour Mg et 1,7 et 3,0 % pour Cu. La valeur en Cu peut être limitée entre 2 et 2,7 %. La teneur en Zr est de préférence comprise entre 0,10 et 0,18 %. Le fer et le silicium sont tenus de préférence au-dessous de 0,10 et 0,06 % respectivement.

20

Pour obtenir le meilleur compromis, résistance mécanique-ductilité, on doit de plus observer la relation suivante :

$$\% \text{ Li } (\% \text{ Cu } + 2) + \% \text{ Mg } = K$$

25

avec $8,5 \leq K \leq 11,5$ et de préférence $9 \leq K \leq 11$.

Les alliages selon l'invention possèdent leur niveau optimal de résistance et de ductilité après des traitements d'homogénéisation des
30 produits coulés et de mise en solution des produits transformés comportant au moins un palier à une température θ (en °C) de l'ordre de $\theta = 535 - 5 (\% \text{ Mg})$ pendant une durée suffisante pour qu'après trempe, les composés intermétalliques des phases Al-Cu (Li,Mg) détectables lors d'examen micrographique ou par microanalyse électronique ou ionique
35 (SIMS) soient de préférence complètement dissouts dans l'Al ou aient une taille inférieure à 5 μm . L'homogénéisation peut se faire dans un domaine de température compris entre $\theta + 10$ (°C) et $\theta - 20$ (°C) ;

- 3 -

la mise en solution est de préférence effectuée entre $\theta \pm 10^\circ\text{C}$.

Il a été constaté que les alliages, pour lesquels $K > 11,5$, possédaient une ductilité insuffisante, et que ceux, pour lesquels $K < 8,5$, avaient
5 une résistance mécanique insuffisante.

Les durées optimales de traitement thermique d'homogénéisation à la température θ sont de 0,5 à 8 heures pour les alliages élaborés par solidification rapide (atomisation - splat cooling - ou tout autre moyen) et de
10 12 à 72 heures pour les produits moulés ou élaborés en coulée semi-continue.

Ces alliages possèdent leurs propriétés mécaniques optimales après revenus de durées de 8 à 48 heures à des températures comprises entre 170 et
15 220°C (de préférence entre 180 et 200°C) et il est préférable de faire subir aux produits de forme adéquate (fôles, barres, targets) un écrouissage donnant lieu à une déformation plastique de 1 à 5 % (préférentiellement 2 à 4 %) entre trempe et revenu, ce qui permet d'améliorer encore la résistance mécanique des produits sans dégrader leur ductilité.

20 Dans ces conditions, les alliages selon l'invention possèdent une résistance mécanique et une ductilité supérieures à celles de l'alliage bien connu AlLiMgMn 01420 (Al - 5 % Mg - 2 % Li - 0,6 % Mn) et ont un compromis entre résistance mécanique et ductilité supérieur à celui des alliages
25 AlLiCuMg connus (à faibles teneurs en magnésium). Ils ont, par ailleurs, une excellente résistance à la corrosion feuilletante.

Ces alliages sont donc particulièrement intéressants pour la fabrication de demi-produits moulés ou corroyés (élaborés par coulée semi-continue,
30 atomisation ou splat cooling, etc...) qu'il s'agisse par exemple de produits filés, laminés, forgés ou matricés.

L'invention sera mieux comprise et illustrée à l'aide des figures et exemples suivants.

35

La figure 1 représente, en perspective, une pièce matricée relative à l'exemple 2 donné ci-après.

EXEMPLE 1

Des billettes ϕ 200 mm ont été coulées en semi-continu et possèdent les analyses reportées au Tableau I (a). Sauf indications contraires, les teneurs en Fe et Si des coulées utilisées sont inférieures respectivement 5 à 0,04 % et 0,03 %. Celles-ci correspondent soit à des alliages classiques (C,D), soit à un alliage au lithium connu (E), soit à des alliages selon l'invention (A, F) ou hors de l'invention (B). Ces billettes ont été homogénéisées et filées en largets ∇ 100 x 13 mm. Ceux-ci ont ensuite été mis en solution, trempés à l'eau et revenus dans les conditions reportées au Tableau I (b). Les résultats des caractéristiques mécaniques de traction obtenues dans le sens long et travers long sont reportés au Tableau I (c) avec des mesures de Ferracité (facteur Kic) dans le sens (L.T.).

15

Tableau I

Ia - Compositions chimiques

Coulée repère	Alliage	Teneurs pondérales						
		% Li	% Cu	% Mg	% Mn	% Zr	% Ti	Autres
A	Selon l'invention K = 9,6	1,90	2,38	1,30	0,01	0,12	0,01	-
B	Hors invention	2,45	2,22	1,01	0,01	0,11	0,01	-
C	2024	0	4,38	1,33	0,75	0,11	0,02	-
D	7475 Fe=0,05 Si=0,03	0	1,32	2,36	0,02	0	0,02	Cr=0,21 Zn=5,7
E	F92 (DTDXXXA)	2,28	1,32	0,75	< 0,01	0,14	0,04	-
F	Selon l'invention (K=10,0)	2,05	2,13	1,57	< 0,01	0,12	0,02	-

Ib - Traitements thermiques

	Coulée repère	Homogénéisation	Mise en solution	Traction contrôlée	Revenu
5	A	526°C - 24h	530°C - 2h	2 %	190°C - 48h
	B	535°C - 24h	535°C - 2h	2 %	190°C - 48h
	C	490°C - 8h	495°C - 2h	2,1 %	T351
	D	470°C - 16h	475°C - 2h	2,0 %	T7351 6h 107°C +24h 160°C
10	E	538°C - 24h	538°C - 2h	3,5 %	190°C - 12h
	F	527°C - 24h	526°C - 1,5h	2,0 %	190°C - 48h

Ic - Caractéristiques mécaniques de traction et ténacité

	Coulée repère	Sens long			Sens travers long			L.T*
		Rp 0,2 (Mpa)	Rm (Mpa)	A %	Rp 0,2 (Mpa)	Rm (Mpa)	A %	K1c Mpa $\sqrt{m}$
15	A	455	495	11,6	419	461	8,5	40
	B	460	520	6,5	427	475	5,8	34
20	C	401	530	12,3	342	491	19,0	39
	D	460	530	11,6	446	517	13,1	41
	E	462	523	4,6	399	487	7,0	35
	F	442	488	9,7	411	452	7,7	41

25 * Traction sens long, propagation de fissure sur travers.

Les alliages selon l'invention (A et F) présentent des allongements et une ténacité supérieurs à ceux de l'alliage au Li connu (E) à limites élastiques équivalentes. Les caractéristiques mécaniques de traction obtenues sur les alliages A et F sont, par ailleurs, voisines de celles des alliages conventionnels.

EXEMPLE 2

Des billettes ϕ 200 mm, dont la composition chimique est reportée au Tableau II (a), ont été coulées en semi-continu, homogénéisées, puis transformées par filage et matriçage en matriçés de précision dont la forme est reportée à la fig. 1. Ces derniers sont constitués d'un fond plat

- 6 -

rectangulaire (1) de dimensions 489 x 70 x 3 mm, bordé, sur ses deux rives longitudinales et une rive transversale, de trois nervures (2) perpendiculaires au fond, hautes de 40 à 60 mm et épaisses de 3 à 5 mm, les rives longitudinales étant séparées par trois petites entretoises (3) d'épaisseur 1,5 mm. Les traitements thermiques effectués sont reportés au Tableau II (b) et les résultats des caractéristiques mécaniques obtenus dans les sens long et travers long sont reportés au Tableau II (c).

Tableau II

IIa - Compositions chimiques

10	Coulée repère	Alliage	Teneurs pondérales					
			% Li	% Cu	% Mg	% Mn	% Zr	% Ti
	A	Selon l'invention K = 9,6	1,90	2,38	1,30	0,01	0,12	0,01
15	B	Hors invention	2,45	2,22	1,01	0,01	0,11	0,01
	C	Hors invention	2,68	1,36	0,92	<0,01	0,10	0,01
20	F	Selon l'invention (K=10,0)	2,05	2,13	1,57	<0,01	0,12	0,02
	H	7175	0	1,43	2,47	0,02	-	0,02
								Zn=5,85 Cr=0,21 Fe=0,17 Si=0,08

IIb - Traitements thermiques

25	Coulée repère	Homogénéisation	Mise en solution	Traction contrôlée	Revenu
	A	526° C - 24 h.	530° C - 2 h.	non	190° C - 24 h.
	B	535° C - 24 h.	535° C - 2 h.	non	190° C - 24 h.
	C	533° C - 24 h.	533° C - 1,5 h.	non	210° C - 18 h.
	F	526° C - 24 h.	526° C - 1,5 h.	non	190° C - 12 h.
30	H	470° C - 10 h.	475° C - 2 h.	non	107° C - 6 h. + 175° C - 8 h.

- 7 -

IIc - Caractéristiques mécaniques de traction

	Coulée repère	Sens long			Sens travers long		
		Rp 0,2 (MPa)	Rm (MPa)	A %	Rp 0,2 (MPa)	Rm (MPa)	A %
5	A	488	590	10,2	450	561	10,8
	B	495	598	6,5	462	553	7,2
	G	507	582	5,0	446	528	7,2
	F	484	583	9,8	492	555	10,2
10	H	485	555	10,8	471	490	10,7

Cet exemple montre que les alliages selon l'invention (A et F) conduisent sur des matricés de précision (non écrouis entre trempe et revenu) à des
 15 niveaux de résistance mécanique et de ductilité au moins égaux à ceux
 de l'alliage 7175 (H) normalement utilisé pour ce type de produit, mais
 plus dense.

- 8 -

REVENDICATIONS

1°/ Alliage à base d'Al à haute résistance et haute ductilité, caractérisé en ce qu'il contient (en poids %) :

	Li	1,7 à 2,9	
	Cu	1,5 à 3,4)	avec $0,5 \leq \frac{\text{Mg}}{\text{Cu}} \leq 0,8$
5	Mg	1,2 à 2,7)	
	Fe	$\leq 0,20\%$	
	Si	$\leq 0,12\%$	
	Cr	0 à 0,3	
	Mn	0 à 1,0	
10	Zr	0 à 0,2	
	Ti	0 à 0,1	
	Be	0 à 0,02	
	Autres éléments (impuretés)		
	chacun	$\leq 0,05$	
15	total	$\leq 0,15$	
	reste	: aluminium	

2°/ Alliage selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'il contient de 1,7 à 2,5 % de Li.

20

3°/ Alliage selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce qu'il contient de 1,7 à 3 % de Cu.

4°/ Alliage selon la revendication 3 caractérisé en ce qu'il contient entre 2 et 2,7 % Cu.

25

5°/ Alliage selon une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce qu'il contient de 1,2 à 2,2 % Mg.

30 6°/ Alliage selon l'une des revendications 1 à 5 caractérisé en ce qu'il contient au plus 0,10 % de Fe et au plus 0,06 % Si

7°/ Alliage selon l'une des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que :

$$\% \text{ Li } (\% \text{ Cu } + 2) + \% \text{ Mg } = K$$

35 avec $8,5 \leq K \leq 11,5$.

8°/ Alliage selon la revendication 7, caractérisé en ce que $9 \leq K \leq 11$.

9°/ Procédé de traitement thermique des alliages selon l'une des revendications 1 à 8, comprenant au moins une homogénéisation, une mise en solution, une trempe et un revenu, caractérisé en ce que l'alliage est homogénéisé et mis en solution à une température (en °C) de l'ordre de
5 $\theta = 535 - 5 (\%Mg)$.

10°/ Procédé selon la revendication 9, caractérisé en ce que la durée de l'homogénéisation et de la mise en solution est suffisamment longue pour qu'après la trempe, les phases intermétalliques de type Al-Cu-(Li,Mg)
10 aient une taille comprise entre 0 et 5 μm , limites incluses.

11°/ Procédé selon la revendication 9 ou 10, caractérisé en ce que l'homogénéisation a lieu dans le domaine de température limité par
15 $\theta + 10$ (°C) et $\theta - 20$ (°C).

12°/ Procédé selon la revendication 9 ou 10, caractérisé en ce que la mise en solution a lieu dans le domaine de température limité par
 $\theta + 10$ (°C) et $\theta - 10$ (°C).

20 13°/ Procédé selon l'une des revendications 9 à 12, caractérisé en ce que le revenu est effectué entre 170 et 220°C pendant une durée allant de 8 à 48 heures.

14°/ Procédé selon la revendication 13, caractérisé en ce que le revenu
25 est effectué entre 180 et 200°C.

15°/ Procédé selon l'une des revendications 9 à 14, caractérisé en ce qu'une déformation plastique de 1 à 5 %, et de préférence entre 2 et 4 %, est appliquée au produit traité entre la trempe et le revenu.

1-1

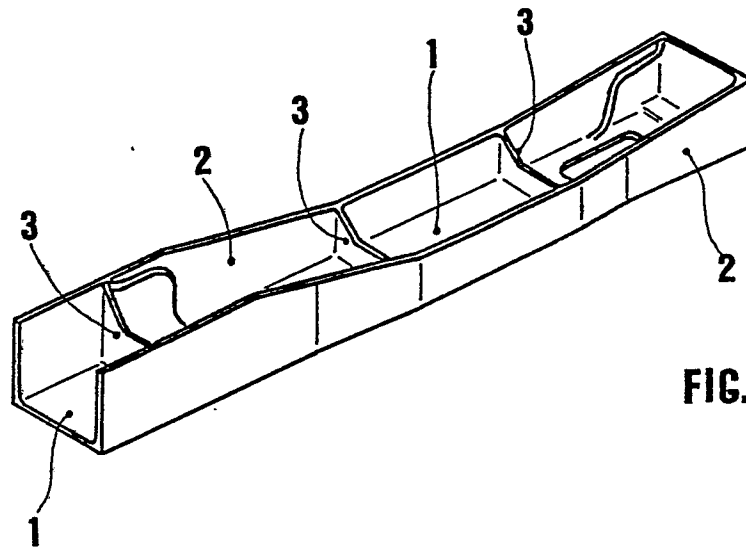


FIG.1



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

0164294

Numéro de la demande

EP 85 42 0044

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl. 4)
X	ALUMINUM-LITHIUM ALLOYS II, PROCEEDINGS OF THE SECOND INTERNATIONAL ALUMINUM-LITHIUM CONFERENCE SPONSORED BY THE NONFERROUS METALS COMMITTEE OF THE METALLURGICAL SOCIETY OF AIME, 12-14 avril 1983, Monterey, California, pages 255-285, The Metallurgical Society of AIME; R.J. KAR et al.: "Correlation of microstructures, aging treatments" * Page 258, NOR-14 *	1,5,7	C 22 C 21/16 C 22 F 1/04
X	IDEM * W.S. MILLER et al.: "Develop- ment of lithium-containing aluminium alloys for the ingot metallurgy production route"; Page 343, Alloy C9 *	1,3,5	
X	EP-A-0 090 583 (ALCAN INTERNATIONAL LTD.) * Revendication 1 *	9	C 22 C C 22 F
Le présent rapport de recherche a été établi pour toutes les revendications			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl. 4)
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 25-06-1985	Examineur LIPPENS M.H.
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant			