

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(21) Numéro de dépôt: **88420210.2**

(51) Int. Cl.4: **C 22 C 21/08**

(22) Date de dépôt: **21.06.88**

(30) Priorité: **23.06.87 FR 8709168**

(43) Date de publication de la demande:
25.01.89 Bulletin 89/04

(84) Etats contractants désignés:
AT BE CH DE ES GB GR IT LI LU NL SE

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

(72) Inventeur: **Teirlinck, Didier**
66 avenue de Karben
F-38210 Saint Egreve (FR)

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

(54) Alliage à base d'AL pour boîtage et procédé d'obtention.

(57) L'invention concerne un alliage d'Al contenant essentiellement du Si, du Mn et du Mg, destiné à la fabrication de boîtes et son procédé d'obtention sous forme de tôles. Cet alliage possède la composition suivante (en poids %): les teneurs en Mg et Si sont comprises dans le polygone ABDCE de coordonnées :

	Mg	Si
A	0,1%	0,7%
B	0,4%	0,7%
C	0,5%	1,0%
D	0,5%	1,2%
E	0,1%	1,4%

Le procédé comporte essentiellement une homogénéisation bipallier et un traitement de revenu intermédiaire lors du laminage à froid final.

Les caractéristiques mécaniques obtenues permettent d'envisager la réduction des épaisseurs des corps de boîtes embouties et étirées ainsi que l'utilisation du même alliage pour la réalisation du corps de boîtes et du couvercle.

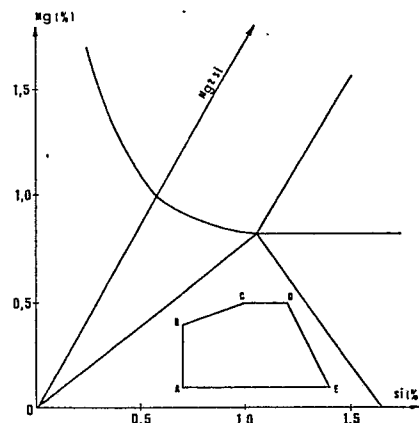


FIG. 1

Description**ALLIAGE A BASE D'AL POUR BOÎTAGE ET PROCEDE D'OBTENTION**

L'invention concerne un alliage d'Al contenant essentiellement du Si, du Mn et du Mg, destiné à la fabrication de boîtes et son procédé d'obtention sous forme de tôles ou bandes.

5 Une voie pour lutter contre la concurrence des autres matériaux d'emballage, est de diminuer les épaisseurs des bandes en alliages d'Al utilisées pour la fabrication des boîtes. Etant donné les propriétés que doivent posséder les boîtes finies, cette diminution d'épaisseur doit être compensée par une augmentation des propriétés mécaniques des alliages utilisés.

Sauf indication contraire, les alliages seront désignés suivant la nomenclature de l'Aluminium Association.

10 Les alliages destinés à la fabrication de boîtes appartiennent actuellement à deux familles d'alliages selon l'application retenue :

- le 3004 (1% Mg - 1% Mn) pour les corps de boîtes emboutis étirés,
- les alliages de la série 5000 (Al-Mg) pour les couvercles de boîtes boissons (Al - 4,5% Mg) ou les corps et couvercles de boîtes alimentaires (Al - 3% Mg).

15 Or, les alliages utilisés actuellement sont aux limites de ce que l'on peut atteindre en caractéristiques mécaniques :

a) 3004

L'ajout de Mg est limité par deux phénomènes :

- l'apparition du grippage lors de l'étirage,
- 20 - la diminution de l'aptitude à la formabilité.

La voie du durcissement lors du recuit des revêtements, telle que celle décrite dans la demande de brevet EP 121.620, passe par l'ajout de Cu à l'alliage. Cet ajout est limité étant donné les normes actuelles d'alimentarité (Cu < 0,6%) et la nécessaire résistance à la corrosion, ce qui fait que les propriétés mécaniques atteintes, bien que supérieures à celles du 3004 conventionnel, ne permettent pas de diminuer très significativement les épaisseurs des bandes pour corps de boîtes.

25

b) alliages de la série 5000

Ces alliages sont durcis grâce à la présence d'une forte teneur de Mg en solution solide qui induit un durcissement élevé par écrouissage. Mais pour les applications boîtes alimentaires, l'ajout de Mg rend le métal trop anisotrope à l'état H19 : le détournement important après emboutissage fait perdre les éventuels gains dus à une épaisseur plus faible. De plus, la formabilité diminue lorsque l'on ajoute trop de Mg, l'alliage devenant de moins en moins emboutissable.

30

Toutes ces raisons font que la demanderesse s'est attachée à mettre au point des alliages à durcissement structural pour application au boîtage conserve et alimentaire.

Etant donné les contraintes d'alimentarité et des gains de caractéristiques mécaniques importants à réaliser, elle a choisi les alliages Al-Mg-Si avec addition de Mn.

35

Cette voie a déjà été explorée par différents producteurs qui ont proposé plusieurs compositions qui, selon l'avis de la demanderesse, présentent de nombreux inconvénients.

Par exemple, les demandes de brevets EP 59.812 et 97.319 décrivent des alliages Al-Mg-Si-Mn dans lesquels le rapport Mg/Si est proche de la valeur 1,73 donnant ainsi des alliages voisins de la composition stoechiométrique Mg₂Si. Ces alliages présentent cependant le risque d'une mise en solution incomplète. La présence de Mg₂Si hors solution est en effet néfaste vis-à-vis de la formabilité du métal surtout pour les applications boîtes boissons où les parois sont fortement étirées et où un excès de précipités peut créer un endommagement conduisant à la rupture lors de l'opération d'étirage.

40

D'autres brevets, tel que le FR 2.375.332, concernent des alliages Al-Si-Mg à fort excès de Si par rapport à la stoechiométrie Mg₂Si, sans ajout significatif de Mn. De tels alliages sont impropres à l'étirage important lors de la fabrication de corps de boîtes boissons, car un fort grippage, c'est-à-dire l'adhésion de l'aluminium sur les outils d'étirage, apparaît rapidement, provoquant de nombreuses casses lors de l'étirage.

45

La présente invention concerne donc un alliage destiné à la fabrication de corps de boîtes et de couvercles qui possède à la fois des caractéristiques mécaniques élevées et une excellente aptitude à la mise en forme par emboutissage (rétreint et expansion) et par étirage.

50

Sa composition est la suivante (% en poids).

- les teneurs en Mg et Si sont limitées par le polygone ayant les sommets suivants :

55

60

	Mg%	Si%	
A	0,1	0,7	5
B	0,4	0,7	
C	0,5	1,0	10
D	0,5	1,2	
E	0,1	1,4	15

Le Mn est compris entre 0,80% et 1,15% et de préférence entre 0,85 et 1,10%.

Il peut en outre contenir jusqu'à 0,6% de Cu, jusqu'à 0,5% de Fe, jusqu'à 0,3% (chacun) de Cr, Zr, Ti, B, Zn, et jusqu'à 0,05% chacun et 0,15% au total d'autres éléments, reste Al.

Ces limites de compositions sont justifiées de la façon suivante :

- pour assurer le durcissement par précipitation, il faut que la teneur en Mg soit au moins de 0,1%. Si par contre, elle est telle que l'alliage a une composition s'approchant de trop près du domaine d'existence de Mg₂Si, celui-ci risque de ne pas se redissoudre totalement lors de la mise en solution ; il est préférable que sa teneur maximale soit limitée à 0,45%.

- de même la teneur en Si doit être suffisante pour assurer un durcissement efficace, ce qui impose que Si > 0,70% ; le silicium en excès contribuera d'autant plus au durcissement qu'il sera en solution solide. Sa teneur maximale devra donc être telle que la composition de l'alliage soit au-dessus de la surface solvus Al-Si pour les conditions de mise en solution utilisées

- le manganèse doit être introduit en quantité importante (> 0,80%), de préférence > 0,85%, pour permettre la formation de gros précipités Al₆(Fe, Mn) et/ou α Al (Fe, Mn) Si en combinaison avec le fer lors de la coulée et de l'homogénéisation du métal. Ces phases de taille importante (1 à 15 μ m à l'épaisseur finale) et en quantité suffisante, assurent une absence de grippage lors de l'étirage. Sa teneur doit cependant être limitée à 1,15%, de préférence 1,10%, car il peut, toujours en combinaison avec le fer, former des cristaux primaires très grossiers qui provoqueront des trous dans les parois très minces ($\approx$ 100 μ m) des boîtes boissons étirées.

- le cuivre est ajouté dans la limite des normes d'alimentarité (Cu < 0,60%) pour contribuer au durcissement. Au-delà, il provoque des problèmes de corrosion, malgré le revêtement existant sur les boîtes et couvercles. La gamme de fabrication comporte généralement la coulée semi-continue de plateaux, homogénéisation, laminage à chaud, laminage à froid éventuel, mise en solution et trempe, maturation éventuelle, laminage à froid avec ou sans traitement intermédiaire et durcissement structural. Ce dernier traitement est habituellement effectué lors de la cuisson des revêtements superficiels type vernis.

Alternativement, le métal peut être coulé en continu sous forme de bandes d'épaisseur 6 à 12 mm, ce qui supprime l'étape de laminage à chaud; après homogénéisation, le métal coulé en continu subit la même gamme le métal obtenu par coulée semi-continue de plateaux.

En vue d'obtenir les caractéristiques optimales, les opérations sont, de préférence, conduites de la façon suivante :

La gamme de transformation doit être adaptée au produit final souhaité mais la mise en solution doit être complète (structure exempte de précipités de Si et/ou Mg₂Si).

Pour faciliter la mise en solution ainsi que pour contrôler la taille du grain, il est nécessaire de réaliser une homogénéisation à double palier . Cette homogénéisation doit être précédée d'une montée lente en température.

On choisira donc une homogénéisation avec un premier palier entre 550 et 620°C, de préférence 580 à 600°C pendant une durée de 6 à 24 h, suivi d'un second palier entre 450 et 530°C, de préférence 480-510°C pendant une durée maximale de 4 h ; la descente à la température du second palier sera contrôlée entre 20°/h et 100°/h.

Après cette étape, on lamine à chaud la bande pour l'amener à une épaisseur généralement comprise entre 2 et 7 mm, la température de fin de laminage à chaud devant être comprise entre 280 et 350°C pour assurer une recristallisation du métal lors du refroidissement de la bobine.

Selon les caractéristiques souhaitées, on peut réaliser un premier laminage à froid jusqu'à une épaisseur de 1 à 2 mm. Cependant, il est possible d'effectuer le traitement de mise en solution immédiatement après laminage à chaud.

Ce traitement de mise en solution peut être fait dans un four à passage ou alternativement en four statique si la vitesse de montée en température est suffisamment élevée et si le refroidissement permet de tremper métallurgiquement l'alliage.

La température de mise en solution devra permettre la mise en solution complète des éléments d'addition. Pour cela, on choisira une température comprise entre 540 et 590°C, de préférence 550-570°C. La durée du

traitement varie de quelques secondes à plusieurs minutes selon l'épaisseur du produit : en four statique, elle peut aller jusqu'à 1 h.

Après ce traitement, le métal doit être trempé pour assurer une efficacité maximale du durcissement structural. Pour cela, on s'assurera que la vitesse de refroidissement est supérieure à 100° C/h.

- 5 Le métal est ensuite laminé à froid jusqu'à l'épaisseur finale. Alternativement, il peut subir avant cette étape ou au cours de celle-ci, un traitement intermédiaire à une température entre 100 et 220° C pendant une durée de 5 mn à 8 h.

On peut aussi réaliser une maturation après mise en solution, c'est-à-dire laisser le métal vieillir à la température ambiante pendant plusieurs jours avant de le laminier à froid.

- 10 la présente invention est illustrée par l'exemple décrit ci-après et illustrée par la fig.1, qui représente le domaine des compositions revendiquées dans le plan Mg-Si.

Exemple 1

- 15 On coule par le procédé classique semi-continu les deux alliages selon l'invention de composition suivante (% en poids).

20		Alliage		Mg%		Si%		Mn%		Cu%		Fe%	
		A		0,30		1,25		1,03		0,30		0,37	
25		B		0,45		0,95		1,00		0,28		0,35	

On homogénéise ces alliages 10 h à 600° C suivi d'un palier de 4 h à 500° C (descente en 2 h).

- 30 On lamine à chaud ces alliages jusqu'à une épaisseur de 3,5 mm et on les bobine à une température de l'ordre de 330° C. On les lamine ensuite à froid jusqu'à 1,5 mm et on effectue à cette épaisseur une mise en solution en four à passage (température du métal : 560° C pendant 5 mn) suivie d'une trempe à l'air (refroidissement jusqu'à 100° C en 30 sec.).

On effectue alors les deux gammes suivantes sur chacune des compositions :

- 35 - gamme 1
- revenu 6 h à 180° C
- laminage à froid jusqu'à 0,33 mm

- 40 - gamme 2
- laminage à froid jusqu'à 1 mm
- revenu 1 h à 140° C
- laminage à froid jusqu'à 0,33 mm

- 45 Les propriétés mécaniques obtenues
- caractéristiques mécaniques de traction dans le sens long
- taux de cornes à 45° : S x (%)
- indice d'emboutissabilité Ericksen : I E (mm)
sont données dans le tableau suivant,
50 comparativement aux alliages classiques de même épaisseur

55

60

65

Alliage	R _{0,2} (MPa)		R _m (MPa)		A (%)		S _x %		I.E. (mm)	
	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2
A	405	393	417	408	3,5	4,0	3,0	3,0	4,0	4,0
B	445	415	460	434	3	3,5	4,0	4,0	4,0	4,1
3004 H19	285	-	310	-	3,5	-	5	-	-	-
5052 H19	310	-	330	-	4,0	-	8,5	-	3,5	-
5182 H19	350	-	398	-	3,0	-	12	-	3,0	-

Après traitement de cuisson des revêtements (10 mm à 204°C), on obtient les propriétés suivantes :

Alliage	R _{0,2} (MPa)		R _m (MPa)		A (%)		S _x (%)		I.E. (mm)	
	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2
A	386	378	409	403	6,8	7	3,0	3,0	4,8	4,8
B	425	402	455	430	6,5	6,5	4,0	4,0	4,5	4,6
3004 H19	250	-	280	-	5,2	-	5	-	-	-
5052 H19	270	-	305	-	5,5	-	8,5	-	5,2	-
5182 H19	335	-	380	-	6,3	-	12	-	4,5	-

De plus avec l'alliage B on a réalisé un essai supplémentaire de fabrication de plusieurs milliers de corps de boîtes boissons par emboutissage et étirage sans aucun problème de formabilité ni de grippage (aucune adhésion de métal sur les bagues d'étirage).

Avec une forme de fond conventionnelle et une épaisseur de paroi de 0,125 mm, on obtient les performances suivantes sur les boîtes revêtues :

- pression de retournement du fond : P = 0,79 MPa
- force d'écrasement : F = 3989 N

Ces valeurs sont à comparer aux valeurs obtenues avec le matériau conventionnel, le 3004 H19 de même épaisseur

- pression de retournement du fond : P = 0,67 MPa
- force d'écrasement : F = 3869 N

Les valeurs beaucoup plus élevées obtenues avec les alliages de la présente invention permettent d'envisager :

- la réduction des épaisseurs des bandes pour corps de boîtes embouties étirées,
- l'utilisation du même alliage pour réaliser le corps de boîte boisson et le couvercle ; seules les gammes de transformation seront différentes selon la partie de la boîte à réaliser.

Revendications

5

1 - Alliage d'aluminium pour la fabrication de boîtes, caractérisé en ce que sa composition est la suivante (en poids %):
les teneurs en Mg et Si sont comprises dans le polygone ABCDE de coordonnées :

10

	Mg	Si
A	0,1%	0,7%
B	0,4%	0,7%
C	0,5%	1,0%
D	0,5%	1,2%
E	0,1%	1,4%

20

- la teneur en Mn est comprise entre 0,8 et 1,15%
- la teneur en Cu est inférieure ou égale à 0,6%
- les éléments Cr, Zn, Zr, Ti, B peuvent exister à des teneurs inférieures à 0,3% chacun
- le fer est limité à 0,5% maximum
- les autres éléments sont limités à 0,05% chacun et 0,15% au total.
- reste Al.

25

2 - Alliage selon la revendication 1 caractérisé en ce que la teneur en Mn est comprise entre 0,85 et 1,10% et la teneur en Mg est comprise entre 0,1 et 0,45%.

30

3 - Alliage selon l'une des revendications 1 ou 2 caractérisé en ce qu'il contient des précipités $Al_6(Fe, Mn)$ et/ou $\alpha Al(Fe, Mn)$ Si de taille comprise entre 1 et 15 μm , à l'épaisseur finale.

4 - Procédé d'obtention de tôles ou bandes en un alliage conforme aux revendications 1 à 3 comportant les opérations suivantes : coulée de l'alliage, homogénéisation, laminage à chaud, laminage à froid éventuel, mise en solution complète et trempe, maturation éventuelle, laminage à froid avec ou sans traitement intermédiaire, caractérisé en ce que l'alliage est homogénéisé entre 550°C et 600°C pendant une durée de 6 à 24 h, suivi d'un palier à une température de 450°C à 530°C, de préférence 480°C à 510°C, d'une durée maximale de 4 h, la descente à la température du second palier étant comprise entre 20°/h et 120°/h.

40

5 - Procédé selon la revendication 4 caractérisé en ce que le métal subit une mise en solution entre 540 et 590°C (de préférence entre 550 et 570°C) et trempe à une épaisseur comprise entre l'épaisseur à la sortie du laminage à chaud incluse et l'épaisseur finale.

6 - Procédé selon la revendication 5 caractérisé en ce que le métal subit immédiatement après mise en solution et trempe ou après un laminage à froid jusqu'à une épaisseur intermédiaire (l'épaisseur de mise en solution et l'épaisseur finale étant comprises dans ce domaine) au moins un traitement intermédiaire à une température de 100 à 220°C pendant une durée de 5 mn à 8 h.

45

7 - Procédé selon l'une des revendications 4 à 6 caractérisé en ce que le durcissement structural final est obtenu pendant la cuisson des revêtements.

50

55

60

65

0300927

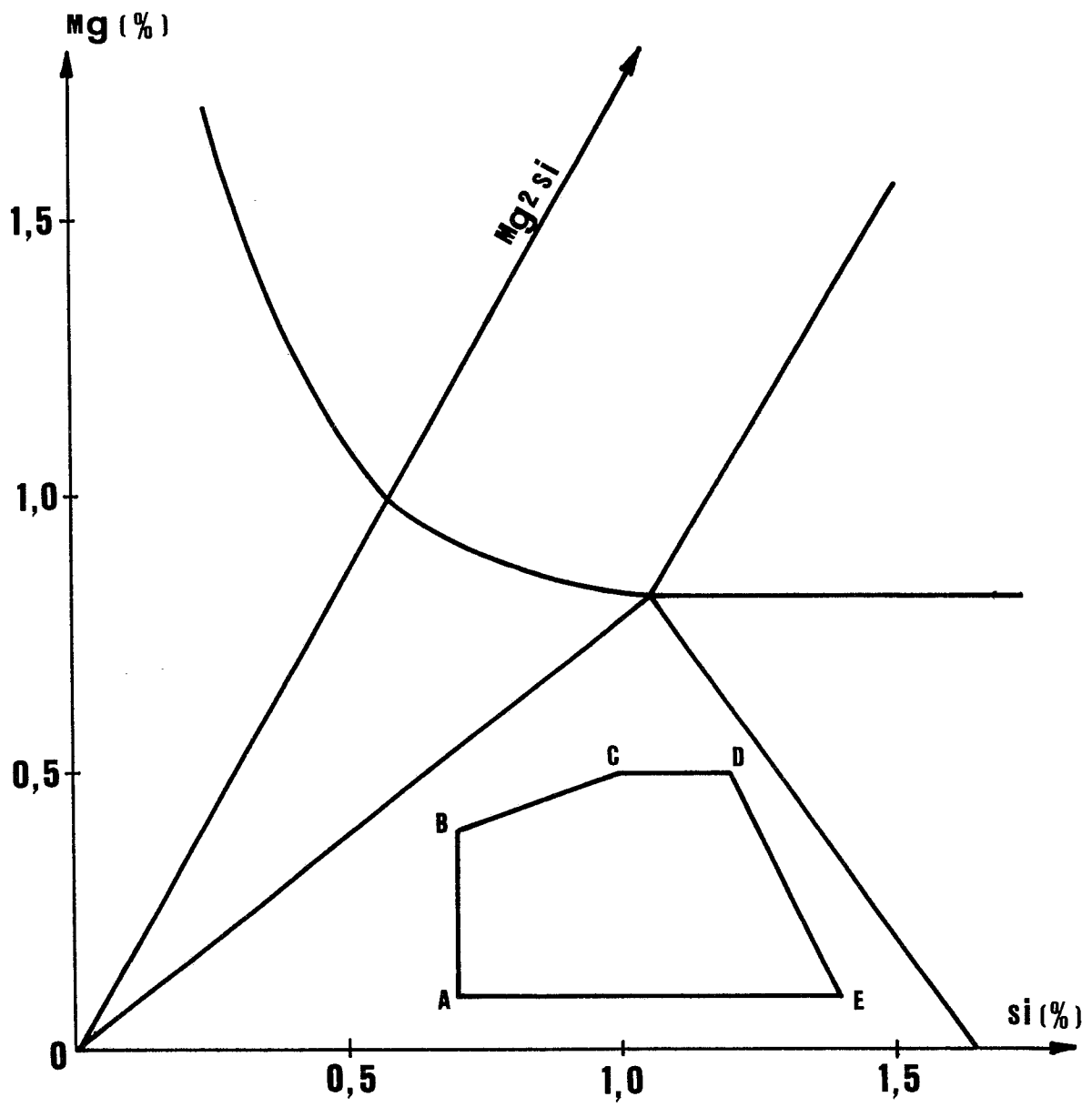


FIG. 1



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numero de la demande

EP 88 42 0210

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)
A,D	FR-A-2 375 332 (ALUMINIUM SUISSE) * Revendications 1,2,4 * ---	1	C 22 C 21/08
A	EP-A-0 057 959 (VEREINIGTE DEUTSCHE METALLWERKE) * Revendications 1-6 * ---	1	
A,D	EP-A-0 059 812 (SUMITOMO LIGHT METAL INDUSTRIES) * Revendications 1-10 * ---	1,4	
A	FR-A-2 432 555 (COORS CONTAINER CO.) * Revendications 1,5 * -----	1,4	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.4)
			C 22 C 21/08 C 22 C 21/00 C 22 C 21/02
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 28-09-1988	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			