

12 **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

21 Numéro de dépôt: 90420197.7

51 Int. Cl.⁵: **C22C 21/00, C22F 1/04**

22 Date de dépôt: 19.04.90

30 Priorité: 21.04.89 FR 8906135

43 Date de publication de la demande:
24.10.90 Bulletin 90/43

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

71 Demandeur: **PECHINEY RHENALU**
6, place de l'Iris Tour Manhattan LA
DEFENSE 2
F-92400 COURBEVOIE(FR)

72 Inventeur: **Doudeau, Michel**
17 rue du Belvédère
F-38500 Voiron(FR)

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

54 **Alliage Al-Li-Cu-Mg à bonne déformabilité à froid et bonne résistance aux dommages.**

57 L'invention concerne un alliage à base d'Al contenant essentiellement du Li, du Cu, du Mg et du Zr comme éléments d'alliages principaux et possédant une bonne aptitude à la déformation à froid, en particulier lors du laminage à froid de tôles ou bandes, et une bonne résistance aux dommages, c'est-à-dire essentiellement de bonnes résistances à la fatigue et à la corrosion sous tension ainsi qu'une bonne ténacité.

L'alliage a la composition pondérale suivante (en %) :

de 1,7 à 2,3 de Li
de 1,0 à 1,5 de Cu
de 1,0 à 1,8 de Mg
de 0,04 à 0,15 de Zr
jusqu'à 2 de Zn
jusqu'à 0,15 de Fe
jusqu'à 0,15 de Si
jusqu'à 0,5 de Mn
jusqu'à 0,25 de Cr
autres : chacun \leq 0,05

total \leq 0,15
reste Al.

Cet alliage est utilisable comme élément de structure, notamment dans les industries aéronautiques et spatiales.

EP 0 394 155 A1

ALLIAGE Al-Li-Cu-Mg A BONNE DEFORMABILITE A FROID ET BONNE RESISTANCE AUX DOMMAGES

L'invention concerne un alliage à base d'Al contenant essentiellement du Li, du Cu, du Mg et du Zr comme éléments d'alliages principaux et possédant une bonne aptitude à la déformation à froid, en particulier lors du laminage à froid de tôles ou bandes, et une bonne résistance aux dommages, c'est-à-dire essentiellement de bonnes résistances à la fatigue et à la corrosion sous tension ainsi qu'une bonne ténacité.

Les alliages d'Al contenant du Li sont essentiellement utilisés pour les applications exigeant un haut module d'élasticité et une faible densité, associés à des résistances mécaniques élevées. La recherche de ces résistances mécaniques élevées conduit à définir des alliages dont la teneur en éléments principaux Li, Mg et Cu sont de plus en plus élevées. On connaît dans ce domaine les alliages commerciaux désignés par 8090, 8091, 2090, 2091 selon les désignations de l'Aluminium Association.

Cependant, ces hautes résistances sont souvent associées à des ductilités ou ténacités relativement faibles et surtout à une aptitude à la déformation à froid, en particulier au laminage à froid, très limitée. Celle-ci se manifeste essentiellement par la formation de criques de rives importantes lors du laminage à froid des tôles ou bandes.

L'invention se propose donc de trouver un alliage de cette famille ayant un bon comportement à la transformation à froid, tout en conservant de bonnes propriétés mécaniques de résistance à la traction, de tenue à la fatigue, de résistance à la corrosion sous tension et de ténacité.

De façon plus précise, on cherche à obtenir un alliage qui, à l'état d'utilisation, possède des caractéristiques mécaniques ($R_{0,2}$; R_m ; A%) équivalentes à celles de l'alliage 2024-T3 (par ex. pour les tôles d'épaisseur 2 à 10 mm, $R_{0,2} \geq 290$ MPa dans toutes les directions du plan de laminage, conformément à la norme AIR 9048), ainsi qu'une bonne ténacité (par ex. pour des tôles d'épaisseur inférieure à 6 mm, $K_{IC} \geq 125$ MPa \sqrt{m} mesuré suivant la norme AMS 4100), et une bonne résistance à la corrosion sous contrainte (par ex. des produits d'épaisseur supérieure à 25 mm, une contrainte de traction de non rupture à 30 jours supérieure à 200 MPa dans le sens travers-court, dans les conditions d'essai des normes ASTM G44, G47 et G49).

Ces objectifs sont atteints avec un alliage ayant la composition pondérale suivante (en %) :

1,7 \leq Li \leq 2,3
 1,0 \leq Cu \leq 1,5
 1,0 \leq Mg \leq 1,8
 avec Mg/Cu < 1,5
 0,04 \leq Zr \leq 0,15
 Zn jusqu'à 2
 Fe jusqu'à 0,15
 Si jusqu'à 0,15
 Mn jusqu'à 0,5
 Cr jusqu'à 0,25
 autres : chacun \leq 0,05
 total \leq 0,15
 reste : Al.

L'alliage a de préférence une teneur en Mg > 1,1% et/ou un rapport Mg/Cu < 1,4. Lorsque l'alliage contient du Zn, sa teneur est de préférence comprise entre 0,1 et 0,4%.

Au-dessous des valeurs limites inférieures des éléments d'alliages principaux, les caractéristiques mécaniques de résistance sont insuffisantes; au-delà de Li=2,3%, les criques de rives au laminage deviennent trop importantes; au-delà de Cu=1,5% ou Mg=1,8% les propriétés de tolérance au dommage diminuent en particulier la durée de vie en fatigue; si Mg/Cu \geq 1,5 la résistance à la corrosion diminue. Le Zn contribue à la résistance mécanique et pour 0,1 \leq Zn \leq 0,4% la tenue à la corrosion sous tension est améliorée.

L'alliage selon l'invention est élaboré et transformé de façon classique; une gamme comportant une homogénéisation, une transformation à chaud, telle que laminage, forgeage, filage, matriçage, etc... suivie éventuellement d'un recuit et /ou d'une transformation à froid, telle que laminage, étirage, tréfilage, calibrage, etc... est adéquate.

L'homogénéisation est généralement pratiquée entre 450 et 550 °C pendant 12 à 48h et de préférence à une température inférieure à 525 °C.

Le recuit, s'il y a lieu, est pratiqué entre 350 et 475 °C pendant 1 à 20 heures.

Le traitement thermique final consiste en une mise en solution entre 450 et 550 °C et de préférence à une

température inférieure à 525 ° C, une trempe, et un revenu compris entre 135 et 200 ° C et de préférence de 150 à 200 ° C, pendant des durées comprises entre 1h à 100h, les temps les plus long étant généralement associés aux températures les plus basses et vice versa. Une déformation plastique comprise entre 1 et 5% (par traction ou compression) peut être appliquée entre trempe et revenu.

5 L'invention sera mieux comprise à l'aide des exemples suivants illustrés par les figures suivantes :

. La figure 1 représente la variation de la longueur (maximale) des criques de rives au laminage à froid en fonction de la teneur en Li (pour un écrouissage de 70% env.)

. La figure 2 représente la ténacité de différentes coulées en fonction de leur limite d'élasticité dans le sens long

10 . La figure 3 représente la vitesse de fissuration en fonction de ΔK , d'une coulée selon l'invention, en comparaison de celle du 2024-T3

. La figure 4 représente les durées de vie d'éprouvettes de fatigue des coulées étudiées, en fonction de leur limite d'élasticité sens long.

15

EXEMPLE 1

Caractéristiques mécaniques de traction et résistance à la corrosion sous tension

20

Une coulée de composition chimique suivante (% en poids) :

Li 1,95; Cu 1,25; Mg 1,1; Zr 0,07; Fe 0,04; Si 0,04; reste Al

a été homogénéisée à 525-530 ° C pendant 25 heures, réchauffée 24h à 475 ° C, laminée à chaud de

25 jusqu'à 1,6 mm d'épaisseur, mise en solution à 500 ° C \pm 10 ° C pendant 15 min, écrouie à froid de 2 % , puis revenue dans les conditions suivantes ;

A/ 96h à 135 ° C B/ 48h à 175 ° C et C/ 19h à 195 ° C.

Les résultats des caractéristiques mécaniques de traction déterminées dans les conditions de la norme

30 ASTM E 8M sur éprouvettes plates ($K_t = 1,035$) dans le sens Long (L), Travers (T) et à 60 ° de la direction de laminage (X) ainsi que les résultats d'essais de corrosion sous tension dans le sens travers long (TL) dans les conditions indiquées sont reportés au Tableau I.

EXEMPLE 2

35

Aptitude au laminage à froid

40 Des coulées à teneurs en Li, Cu et Mg variables, dont les analyses sont reportées au Tableau II, ont été élaborées, coulées en plateau de section 800x300 mm², puis homogénéisées, scalpées, réchauffées et laminées à chaud jusqu'à une épaisseur de 4mm. Puis elles ont été laminées à froid, et caractérisées, pour chaque écrouissage intermédiaire, par la longueur maximale de criques de rives produites.

45 La figure 1 montre, qu'au-delà de Li=2,3%, et pour un écrouissage de 70% les criques de rives deviennent importantes et surtout sont instables, c est-à-dire qu'elles peuvent se propager rapidement jusqu'à détacher un morceau de la tôle laminée.

EXEMPLE 3

50

Ténacité

Des tôles de 1,6mm d'épaisseur recristallisées issues des coulées ci-dessus, ont été traitées par trempe après mise en solution à 527 ° C pendant 20min puis écrouies de 2%. Elles ont ensuite été revenues soit à 55 190 ° C 12 heures (●) soit à 150 ° C, 24 heures (+).

Les valeurs de K_{IC} selon la norme interne MBB-FOKKER FH 4.2,1400 déterminées par traction jusqu'à rupture d'éprouvettes de longueur 620 mm, de largeur 160 mm, et ayant une entaille centrale de 53,3mm dans le sens L-T sont données à la figure 2 en fonction de la limite d'élasticité dans le sens long.

La coulée selon l'invention présente globalement la meilleure ténacité.

EXEMPLE 4

5

Vitesse de propagation des fissures en fatigue

10 Les propriétés des tôles issues de la coulée 2141 de 1,6mm d'épaisseur ci-dessus ont été comparées à celles de l'alliage classique 2024 à l'état T3 dans les états de traitement thermique donnés à l'Exemple 3 sur éprouvettes CCT 160mm (norme interne MBB-FOKKER, sens LT) et reportées à la Fig.3. Cette coulée présente une résistance en fatigue supérieure à celle de l'alliage 2024-T3.

15 EXEMPLE 5

FATIGUE : amorçage des fissures

20 Les propriétés de fatigue de tôles de 1,6mm d'épaisseur issues de coulées ci-dessus ont été déterminées en traction ondulée ($\sigma = 90 \pm 40$ MPa) dans le sens L-T sur éprouvettes prismatiques ($K_t = 1$) aux états de traitement thermique correspondant à l'Exemple 3. La coulée selon l'invention présente les meilleures caractéristiques de fatigue (voir fig.4).

25

TABLEAU I

30

35

40

REVENU	SENS	R0,2 (MPa)	Rm (MPa)	A% (%)	CSC TL (jours)
96h à 135 ° C	L	338	435	12,2	-
	TL	343	451	14,2	3 NR 30 *
	X	290	414	17,2	-
48h à 175 ° C	L	382	440	11,0	-
	TL	390	456	11,5	3 NR 30 *
	X	336	419	13,5	-
19h à 195 ° C	L	365	416	11,0	-
	TL	372	430	11,5	3 NR 30 *
	X	341	400	13,0	-

* 3 éprouvettes non rompues en 30 jours.

45

50

55

TABLEAU II

5

Analyses des coulées étudiées (% en poids)				
N°	% Li	% Cu	% Mg	
2133	2,67	1,12	0,63	H.I*
2134	2,66	1,09	1,28	H.I*
10 2135	2,65	1,64	0,69	H.I*
2139	2,64	1,65	1,22	H.I*
2140	2,07	1,17	0,69	H.I*
15 2141	2,06	1,14	1,45	Inv **
2142	2,07	1,65	0,68	H.I
2147	2,12	1,74	1,44	H.I
20 2149	2,35	1,48	0,98	H.I
2144	2,1	1,9	0,92	H.I
Fe = 0,03%; Si = 0,02% et Zr = 0,05% pour toutes les coulées.				
* H.I.: hors invention				
** Inv: selon l'invention.				

25

30

Revendications

35 1. Alliage d'Al contenant essentiellement du Li, du Mg, du Cu et du Zr possédant une bonne déformabilité à froid et de bonnes caractéristiques de résistance aux dommages à l'état traité, caractérisé en ce qu'il contient (en poids %) :

de 1,7 à 2,3 de Li
 de 1,0 à 1,5 de Cu) avec Mg/Cu < 1,5
 de 1,0 à 1,8 de Mg)
 de 0,04 à 0,15 de Zr
 40 jusqu'à 2 de Zn
 jusqu'à 0,15 de Fe
 jusqu'à 0,15 de Si
 jusqu'à 0,5 de Mn
 jusqu'à 0,25 de Cr
 45 autres : chacun \leq 0,05
 total \leq 0,15
 reste Al.

2. Alliage selon la revendication 1 caractérisé en ce qu'il contient plus de 1,1% Mg.

3. Alliage selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que Mg/Cu < 1,4.

4. Alliage selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce qu'il contient de 0,1 à 0,4% Zn.

5. Procédé d'obtention d'un alliage selon l'une de ces revendications 1 à 4 comprenant l'élaboration, la coulée, une homogénéisation, la transformation à chaud, un recuit et une transformation à froid éventuel(le)s, la mise en solution, la trempe, une déformation à froid éventuelle et un revenu, caractérisé en ce que l'homogénéisation a lieu entre 450 et 550 °C pendant 12 à 48 heures.

6. Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce que l'homogénéisation a lieu entre 450 et 525 °C.

7. Procédé selon la revendication 4 caractérisé en ce que le recuit est pratiqué entre 350 et 475 pendant 1 à 20 heures.

8. Procédé selon l'une des revendications 5 à 7 caractérisé en ce que la mise en solution est effectuée

entre 450 et 550 ° C.

9. Procédé selon la revendication 7 caractérisé en ce que la mise en solution est effectuée entre 450 et 525 ° C.

5 10. Procédé selon l'une des revendications 5 à 9 caractérisé en ce que le revenu est effectué entre 135 et 200 ° C.

11. Procédé selon la revendication 10 caractérisé en ce que le revenu est pratiqué entre 150 et 200 ° C.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

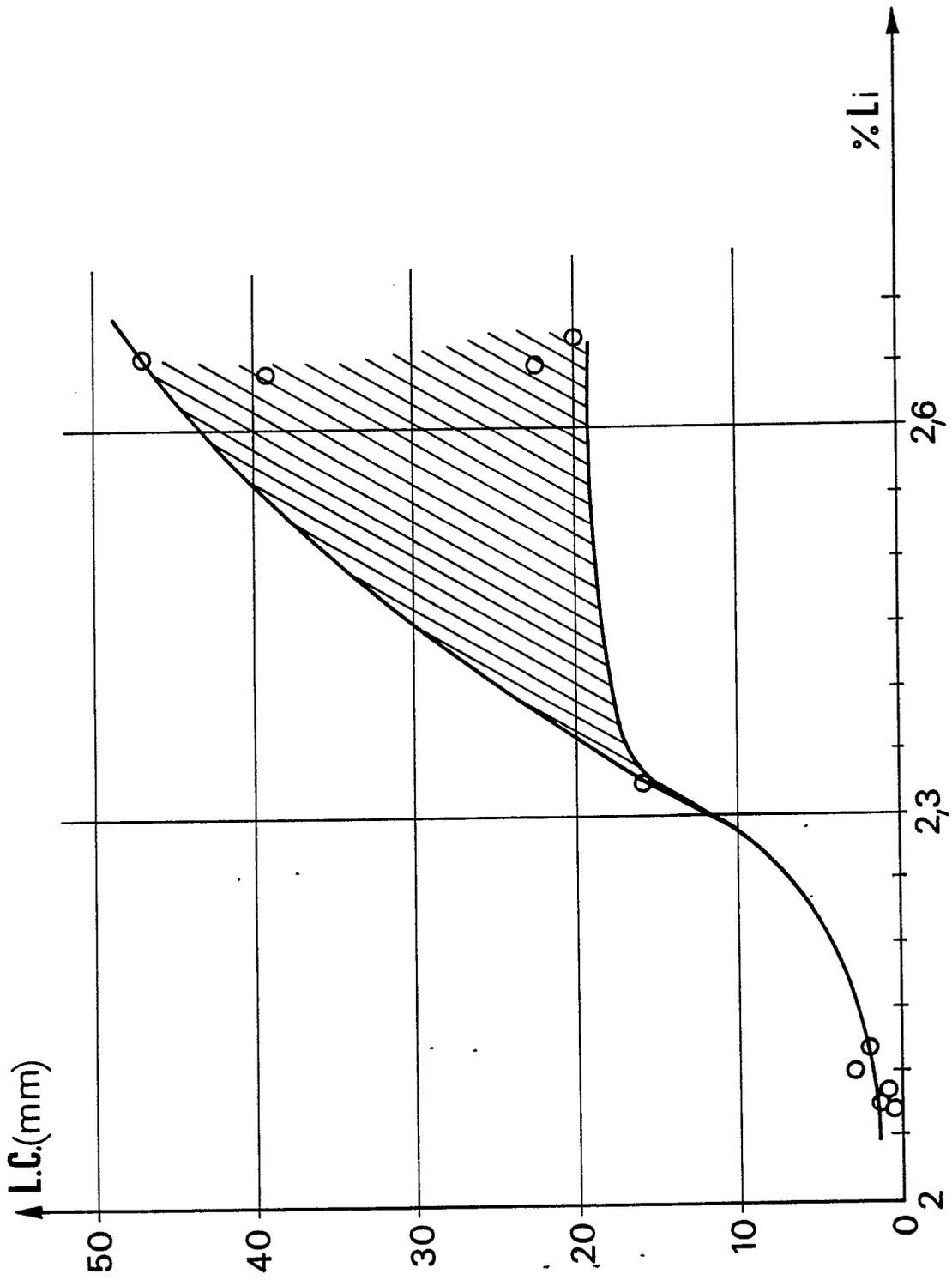


FIG.1

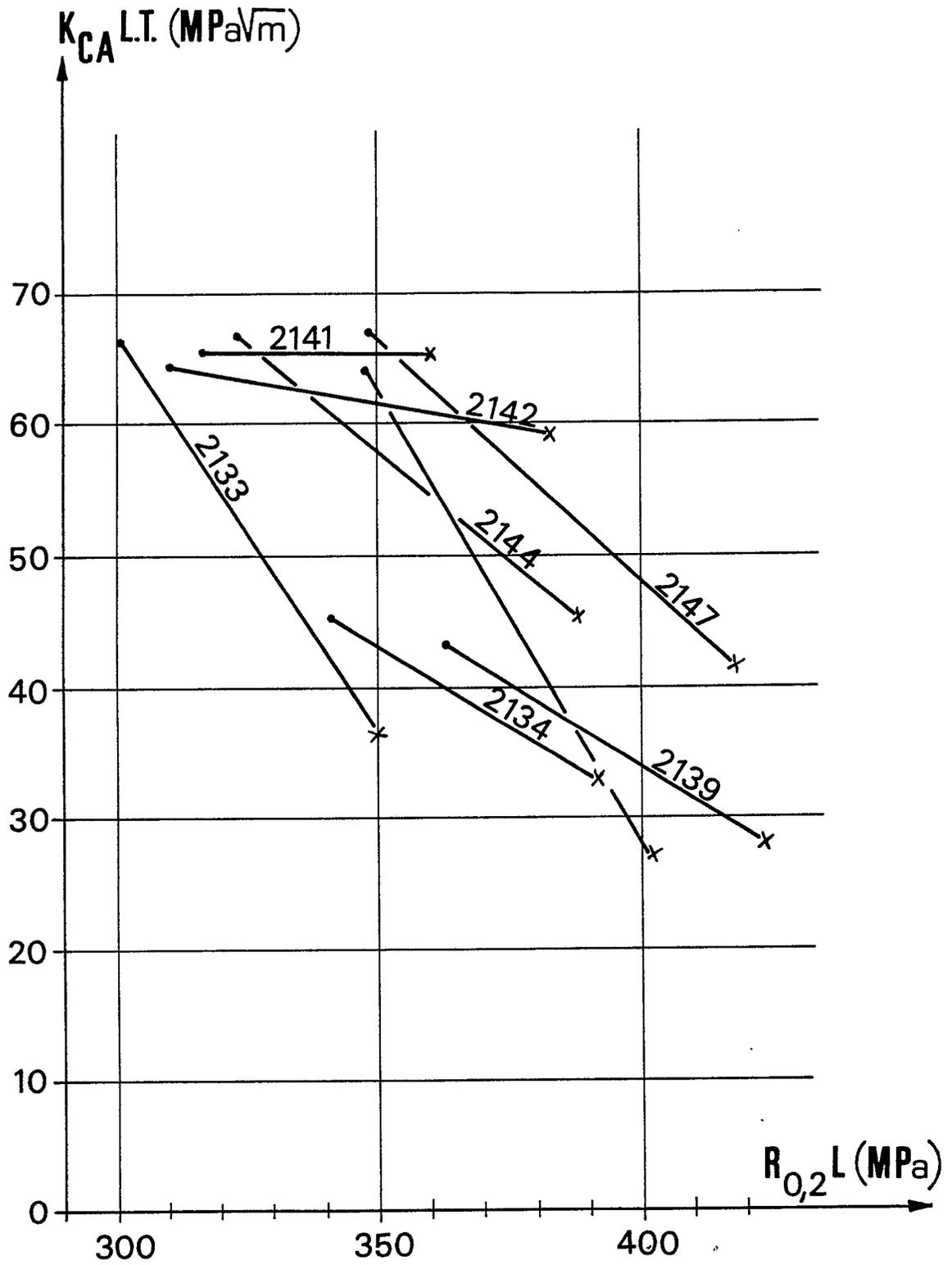


FIG. 2

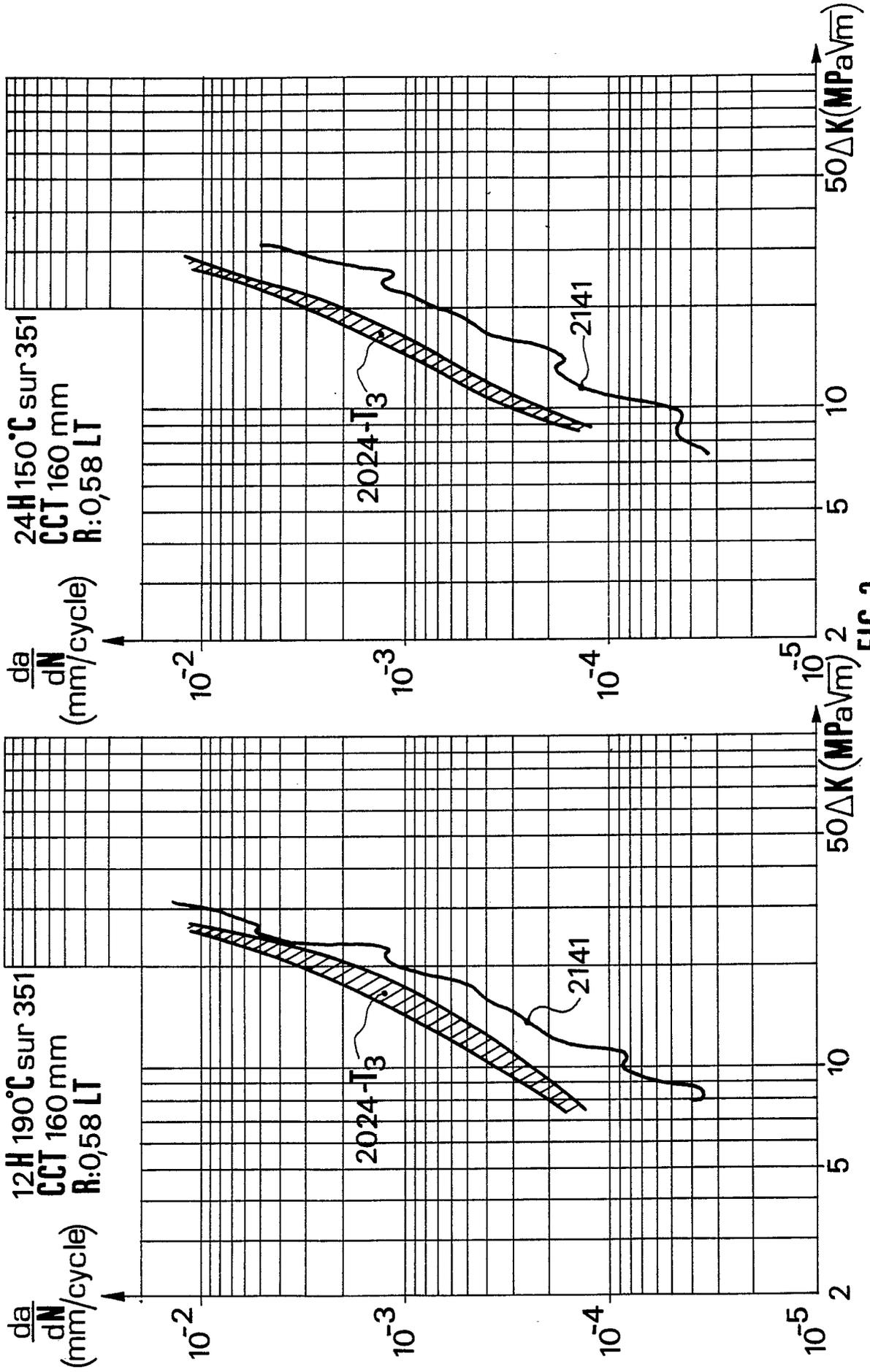


FIG. 3

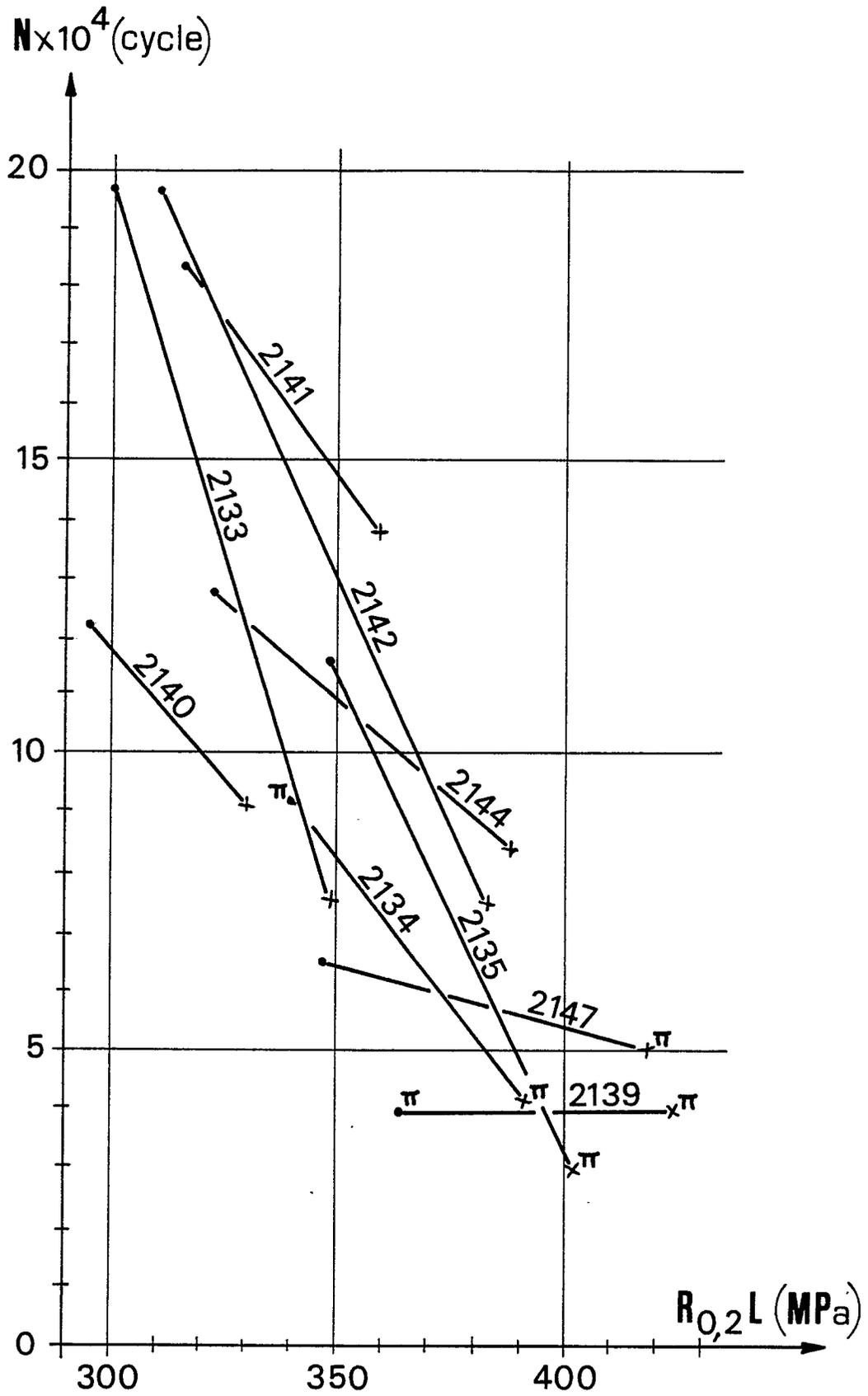


FIG. 4



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.5)
X	EP-A-0 149 193 (THE BOEING CO.) * Revendications 1-3 *	1-3	C 22 C 21/00
Y	---	5-11	C 22 F 1/04
X	EP-A-0 188 762 (ALUMINIUM CO. OF AMERICA) * Revendications 1,2 *	1-3	
X	EP-A-0 088 511 (THE SECRETARY OF STATE FOR DEFENCE IN HER BRITANNIC MAJESTY'S GOVERNMENT OF THE UNITED KINGDOM OF GREAT BRITAIN AND NORTHERN IRELAND) * Revendication 1 *	1	
A	WO-A-8 502 416 (CEGEDUR SOCIETE DE TRANSFORMATION DE L'ALUMINIUM PECHINEY) * Revendication 1 *	1	
A	EP-A-0 090 583 (ALCAN INTERNATIONAL LTD) * Revendications 1,4 *	1	
A	EP-A-0 124 286 (ALCAN INTERNATIONAL LTD) * Résumé *	1	C 22 C C 22 F
Y	EP-A-0 157 711 (CEGEDUR SOCIETE DE TRANSFORMATION DE L'ALUMINIUM PECHINEY) * Revendications 1,4; exemple 1 *	5-11	
A	EP-A-0 158 571 (CEGEDUR SOCIETE DE TRANSFORMATION DE L'ALUMINIUM PECHINEY) * Revendications 10,12-14 *	5-11	
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 20-07-1990	Examineur GREGG N. R.
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	