(19) Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11) Numéro de publication : **0 666 333 A1**

(12) DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(21) Numéro de dépôt : **95420013.5**

(51) Int. Cl.[6] : **C22F 1/053,** C22F 1/04

(22) Date de dépôt : **23.01.95**

(30) Priorité : **25.01.94 FR 9401044**
23.03.94 FR 9403712

(43) Date de publication de la demande :
09.08.95 Bulletin 95/32

(84) Etats contractants désignés :
DE FR GB

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

(72) Inventeur : **Dermarkar, Salim**
20, rue de la Liberté
F-63500 Issoire (FR)
Inventeur : **Mace, Robert**
Rue de la Colombinière
F-38430 Saint Jean de Moirans (FR)
Inventeur : **Lassince, Philippe**
Le Bourg Vodable
F-63500 Issoire (FR)
Inventeur : **Ehrström, Jean-Christophe**
5 Place des Jacobins
F-38130 Echirolles (FR)
Inventeur : **Muller, Jean**
4, rue Voltaire
F-38500 Voiron (FR)

(74) Mandataire : **Mougeot, Jean-Claude et al**
PECHINEY
28, rue de Bonnel
F-69433 Lyon Cedex 03 (FR)

(54) Tôles fortes en alliages d'aluminium résistant à la fatigue et procédé d'obtention.

(57) L'invention est relative à des tôles fortes en alliage d'Al résistant à la fatigue et à un procédé d'obtention de celles-ci.
Ces tôles possèdent une durée de vie en fatigue supérieure à 100 000 cycles en traction ondulée (R = 0,1) sous une contrainte maximale égale à 50%, et même 60%, de la limite élastique.
La méthode consiste en une élaboration conduisant à une teneur en H2 inférieure à 0,15 g/cm3, en un corroyage à chaud inférieur à 2 ou 2,4 suivant l'épaisseur finale avec les deux dernières passes de laminage supérieures à 25 mm chacune.
L'invention trouve ses applications principales dans les domaines aéronautique et spatial.

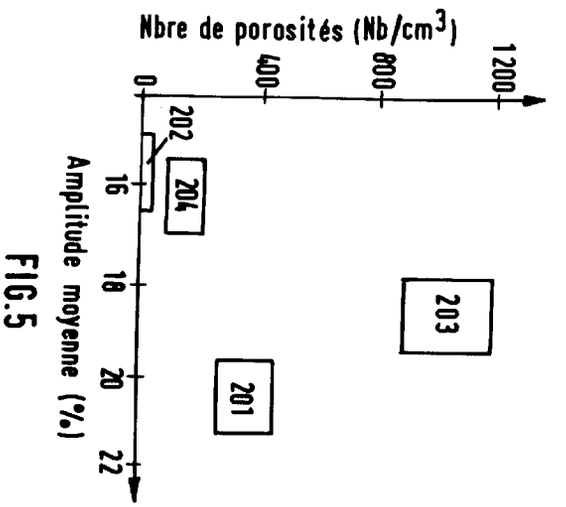


FIG.5

EP 0 666 333 A1

L'invention est relative à des tôles fortes en alliages d'Al résistant à la fatigue et à un procédé d'obtention de celles-ci.

On sait que les microporosités et les phases intermétalliques formées à la coulée sont des sites d'initiation préférentiels des fissures de fatigue; or la présence de celles-ci est inévitable en particulier dans les produits métallurgiques de forte section obtenus par coulée verticale conventionnelle.

Jusqu'ici, et afin de minimiser à la fois la densité et/ou la taille maximale des microporosités et des phases intermétalliques, on a cherché à couler des plaques très épaisses, afin de reboucher la plupart des microporosités et de fragmenter la plupart des phases intermétalliques, généralement concentrés au voisinage du grand plan médian de la plaque, lors du laminage à chaud en utilisant des corroyages C = Ei/Ef élevés, Ei étant l'épaisseur initiale et Ef l'épaisseur finale.

On sait que le procédé habituel d'obtention de tôles épaisses (épaisseur > 10 mm) consiste en la coulée de plaques, leur scalpage, leur homogénéisation, leur laminage à chaud. Les tôles ainsi obtenues sont mises en solution et trempées, subissent éventuellement une traction contrôlée pour réduire le niveau des contraintes internes et puis sont muries (états T 351 ou T4) ou revenues aux états T 651 ou T 7x51, suivant la nomenclature de l'Aluminum Association.

Ainsi par exemple pour des tôles ayant des épaisseurs finales E_f comprises entre 100 mm et 150 mm, on part généralement de plaques ayant une épaisseur après scalpage > 3,5 E_f, soit des corroyages C > 3,5.

Le brevet FR 2529578 (=US 4511409) de la demanderesse et le brevet US 5277719 (ALCOA) décrivent un procédé pour augmenter la résistance à la fatigue des tôles épaisses en alliage d'aluminium en diminuant les microporosités, procédé comportant une étape initiale de forgeage.
Le second de ces brevets décrit un exemple dans lequel le taux de corroyage (forgeage et laminage) est de 2,6. Mais l'introduction d'une étape de préforgeage impose un double réchauffage des plaques et leur transport sur deux sites de production différents, ce qui entraîne une augmentation significative du coût de transformation.

La présente invention est relative à des tôles ayant des épaisseurs finales > 110 mm. Elle concerne des tôles en alliage d'Al à durcissement structural qui à l'état traité (trempe mûri, ou trempé et revenu, ou trempé mûri et revenu) possèdent une bonne santé interne, ainsi qu'une durée de vie en fatigue supérieure à 100.000 cycles en traction ondulée (R = 0,1) sous une contrainte maximale égale à 50% (et même 60%) de la limite élastique Rp0,2.
Contrairement à l'enseignement de l'art antérieur, la demanderesse a constaté, avec surprise, que des propriétés de fatigue nettement améliorées pouvaient être obtenues en limitant le corroyage à des valeurs C < 2,4 pour des tôles ayant des épaisseurs finales comprises entre 110 mm et 150 mm (et donc avec des épaisseurs de plaques scalpées < 360 mm), et même à des valeurs C < 2 pour des tôles ayant des épaisseurs finales comprises entre 150 mm et 250 mm (et donc avec des épaisseurs de plaques scalpées < 500 mm). Ce corroyage à chaud est obtenu de préférence uniquement par laminage, sans forgeage préalable.

Il a été également constaté que les propriétés de tenue à la fatigue sont encore améliorées si le métal liquide au moment de la coulée a été convenablement dégazé par des procédés connus de l'homme du métier (dégazage par du chlore ou par des produits contenant du chlore, poches de dégazage à l'argon), de manière à ce que les teneurs en hydrogène dans le métal liquide soient inférieures à 0,15 g/cm3. Il a été également constaté que les propriétés de fatigue sont encore améliorées si au cours du laminage à chaud les deux dernières passes de laminage (épaisseur d'entrée-épaisseur de sortie) sont supérieures à 25 mm chacune.

Les produits selon l'invention résistant à la fatigue sont caractérisés par une bonne santé interne, déterminée par un contrôle U.S au voisinage du plan médian des tôles épaisses.
L'appareil de contrôle utilisé est un émetteur-récepteur PR 02 de Synergetics ou 5052 de Panametrics avec les réglages suivants :

US focalisés : tache focale (à -6 dB ou mi-amplitude) en forme d'ellipsoïde allongé Ø 100 µm x 600 µm
fréquence : 50 MHz

Palpeur à large bande ($\frac{\Delta f}{fo}$ = 70%)

Il est associé à des moyens d'acquisition numérique et de traitement du signal, avec déplacement asservi du palpeur en xy au pas de 0,02 mm.
L'appareil est étalonné à l'aide d'un bloc étalon de même nature et dans le même état de traitement thermique que le produit testé, comportant des trous à fond plat 0 50 et 100 µm, auquel on attribue conventionnellement l'amplitude maximale de 80% sur l'écran de contrôle, ce qui fixe le gain global Go.
Le volume examiné, sur une tranche d'épaisseur maximale de 20 mm, est de 20 x 20 x 0,6 mm^3.

Les mesures sont repérées sur plusieurs localisations pour obtenir des valeurs statistiques fiables.

Les porosités sont définies par les pics dépassant un seuil, réglable, et fixé légèrement au-dessus du bruit de fond.

On détermine :

- le nombre de porosités (de taille équivalente > 20 µm, seuil de détection) par unité de volume
- la moyenne arithmétique des amplitudes maximales Amax, Amax étant la valeur maximum de l'écho sur une porosité,
- la moyenne arithmétique des amplitudes moyennes $\overline{A}$, $\overline{A}$ étant égale à

$$\frac{1}{(x1-x2)(y1-y2)} \int_{x_1}^{x_2} \int_{y_1}^{y_2} A \, dx \, dy,$$

x et y étant les distances sur l'image de la porosité considérée (voir fig. 7).

Dans les conditions définies ci-dessus, les produits selon l'invention respectent les limites suivantes :

Nombre de porosités $\leqq 800/cm^3$

Moyenne des Amplitudes moyennes $\overline{A} \leqq 22$ %

Moyenne des Amplitudes maximales Amax $\leqq 50$ %

Dans la suite du texte nous utiliserons les abréviations ou notations suivantes:

L = sens long
TL = sens travers long
TC = sens travers court
R = contrainte maximale/contrainte minimale d'un cycle lors des essais de fatigue
Kt = coefficient d'entaille
ΔK = variation du facteur d'intensité de contrainte lors des essais de fatigue
da/dn = vitesse de propagation des fissures de fatigue

L'invention sera mieux comprise à l'aide des exemples suivants, illustrés par les figures 1 à 7.

La figure 1 représente une coupe macrographique suivant le plan L/TC (long/travers court) d'une tôle de 118 mm d'épaisseur issue du format A de l'exemple 1.

La figure 2 représente une coupe macrographique suivant le plan L/TC d'une tôle de 125 mm issue du format B de l'exemple 1.

Les figures 3 et 4 représentent la densité et la répartition des phases intermétalliques des tôles issues respectivement de format A et B de l'exemple 1, plan L/TC.

Les figures 5 et 6 représentent dans un diagramme amplitude - nombre de porosités/cm^3, les résultats des micrographies acoustiques réalisées sur le produit de l'exemple 5, l'étalon étant un trou à fond plat Ø 100 µm.

La figure 7 représente le principe de détermination des grandeurs Amax et $\overline{A}$.

Les alliages seront désignés suivant la nomenclature de l'Aluminum Association.

EXEMPLE 1

Des plaques en alliage 7010 ont été élaborés d'une part en formats d'épaisseur 420 mm après scalpage (hors invention : format A) et d'autre part en format d'épaisseur 260 mm après scalpage (selon l'invention : format B). L'épaisseur de métal enlevée au scalpage est identique dans les deux cas. La teneur en hydrogène dans le métal liquide est dans les deux cas < 0,15 g/cm3.

Ces plaques scalpées ont été homogénéisées dans des conditions identiques (30 heures à 470°C), puis laminées à chaud à 390°C dans des conditions identiques, avec la séquence suivante de passes de laminage :

Format A: 20-30-40-40-34-34 mm

Format B: 22-23-26-28-32 mm

L'épaisseur finale des tôles est de 118 mm pour le format A, ce qui conduit à un facteur de corroyage C de 3,56 pour le format A et de 125 mm pour le format B, ce qui conduit à un facteur de corroyage C de 2,08 pour le format B. On dispose d'un traceur du facteur de corroyage révélé par le facteur de forme du grain métallurgique dans une coupe L/TC (figures 1 et 2). Le facteur de forme du grain de coulée est de l'ordre de 4 à 6 pour le format A et de l'ordre de 2 à 3 pour le format B.

Les deux tôles ont ensuite subi un traitement de mise en solution de 8 heures à 480°C suivi d'une trempe à l'eau, d'une traction contrôlée de 2,1% et d'un traitement de revenu de 10 heures à 120°C suivi de 8 heures à 170°C, de manière à leur conférer les caractéristiques de l'état T 7651.

Les deux tôles ont fait l'objet d'une caractérisation complète en fatigue avec des essais "stair-case" à 10^5 cycles dans le sens TL à mi-épaisseur avec R = 0,05. Les éprouvettes de fatigue de l'essai "stair-case" ont été utilisées pour mesurer par analyse d'image sur coupe micrographique la taille et le nombre des micropo-

sités. Les mesures par analyse d'image ont été effectuées sur coupe polie dans un plan L - TC à mi-épaisseur, sous grossissement x 100, avec examen de 150 champs de 1 mm x 1 mm, soit une surface totale examinée de 150 mm2 par éprouvette. Le paramètre mesuré est le Dmax, plus grande dimension dans le plan d'observation, pour tous les Dmax > à 20 microns. Les résultats des caractérisations en fatigue "stair-case" et des mesures de la densité surfacique des microporosités sont rassemblées au Tableau I. Les résultats de vitesses de propagation de fissures sont rassemblées dans le tableau II.

TABLEAU I

Format	Epais.finale de la Tôle (mm)	Contrainte à 10^5 cycles (MPa)	Nombre de porosités /cm2 ayant 20 < Dmax < 100 μm	Nombre de porosités /cm2 ayant Dmax > 100 μm	Rp0,2 TL (MPa)
A-coulée 92990	118	212 ± 15	107	3	455
A-coulée 92292	118	210 ± 5	110	10	455
B-coulée 93193	125	246 ± 5	67	0	453

TABLEAU II

Format	Epaisseur finale de la tôle (mm)	da/dN à 10MPa νm (mm/cycle)	da/dN à 20MPa νm (mm/cycle)
A-coulée 92990	118	$1,8\ 10^{-4}$	10^{-3}
B-coulée 93139	125	10^{-4}	10^{-3}

Il apparaît clairement à l'examen de ces résultats que l'utilisation du format de coulée selon l'invention (Format B) permet d'améliorer très significativement le niveau de contrainte admissible à 10^5 cycles et la vitesse de propagation des fissures da/dn à ΔK = 10 MPa νm. Cette amélioration est corrélée à une diminution de l'ordre de 40% des porosités ayant des Dmax compris entre 20 μm (limite de détection) et 100 μm, et à la disparition des porosités ayant un Dmax > 100 μm.

Les figures 3 et 4 montrent la taille et la répartition des intermétalliques dans le cas des deux formats. On constate une taille et une densité d'intermétalliques réduites dans le cas du format B.

EXEMPLE 2

Des plaques en alliage 7050 ont été élaborées d'une part en formats d'épaisseur 420 mm après scalpage (hors invention : format A) et d'autre part en format d'épaisseur 260 mm après scalpage (selon l'invention : format B). L'épaisseur de métal enlevée au scalpage est identique dans les deux cas. La teneur en hydrogène dans le métal est dans les deux cas < 0,15 g/cm3.

Ces plaques ont été homogénéisées dans des conditions identiques (16 heures à 475°C), puis laminées à chaud avec la séquence suivante des 2 dernières passes de laminage :

Format A	28 mm/32 mm	épaisseur finale 204 mm
Format B	34 mm/34 mm	épaisseur finale 204 mm

Ceci conduit à un facteur de corroyage C de 2,05 pour le format A et de 1,27 pour le format B.

Les deux tôles ont ensuite subi un traitement de remise en solution de 20 heures à 478°C suivi d'une trempe à l'eau, une traction contrôlée de 1,6% et un traitement de revenu de 6 heures à 120°C suivi de 21 heures à 165°C de manière à leur conférer les caractéristiques de l'état T 7451.

Les deux tôles ont fait l'objet d'une caractérisation en durée de vie en fatigue sous 242 MPa; R = 0,1; Kt = 1. Les moyennes logarithmiques de durée de vie sur 8 éprouvettes prélevées dans le sens TL à mi-largeur et mi-épaisseur des tôles sont regroupées dans le Tableau III, ainsi que le nombre maximum de porosités par cm2. A cet état la limite élastique est de 411 MPa dans le sens TL pour la tôle issue du format B (selon l'invention) et de 420 MPa dans le sens TL pour la tôle issue du format A (hors invention).

TABLEAU III

Format	Epaisseur finale de la tôle (mm)	Moyenne logarithmique de durée de vie (en cycles)	Nombre maximum de porosités/(cm2)	Rp0,2 TL (MPa)
A-coulée 96343	204	71000	7	420
B-coulée 96381	204	118000	4	411

Il apparaît clairement à l'examen de ces résultats que l'utilisation du format de coulée selon l'invention (format B) permet d'améliorer très significativement le niveau de durée de vie en fatigue et de réduire la densité des microporosités.

EXEMPLE 3

Quatre plaques en alliage 7010 ont été élaborées en format d'épaisseur 260 mm après scalpage (selon l'invention : format B). Les teneurs en hydrogène dans le métal coulé et les valeurs des dernières passes de laminage sont reportées au Tableau V. Les limites élastiques et la limite de fatigue à 10^6 cycles ont été mesurées à l'état T7651 et figurent au Tableau V (sens TL).

TABLEAU IV

Format	H2 (g/cm3)	2 dernières Passes (mm)	Porosités/cm2 (> 20 µm)	Contrainte de rupture à 10^6 cycles (MPa)	Rp0,2 TL (MPa)
B/1	0,3	7/5	109	115 ± 5,9	446
B/2	0,3	17/16	90	112 ± 3,8	443
B/3	< 0,15	6/5	16	200 ± 26,1	451
B/4	< 0,15	19/18	7	215 ± 11,3	455

L'effet de la teneur en hydrogène est très significatif, l'effet des passes rebouchantes au laminage est moins marqué et sensible seulement sur les faibles niveaux d'hydrogène.

EXEMPLE 4

Quatre plaques en alliage 7050 ont été élaborées en format d'épaisseur 260 mm (selon l'invention : format B).
Deux de ces plaques ont été élaborées avec un lit de fusion ne comportant pas de copeaux recyclés, les deux autres plaques ont été élaborées avec un lit de fusion comportant 10% de copeaux recyclés.
Ces plaques ont été transformées selon la gamme décrite dans l'exemple 2, et conduites jusqu'à des épaisseurs finales de 200 mm et 150 mm. Les moyennes logarithmiques de durée de vie en fatigue sous 242 MPa, R = 0,1, Kt = 1 à l'état T 7451 ont été mesurées dans chaque cas. Les résultats sont regroupés dans le Tableau V1.

TABLEAU V

Repère	Teneur en copeaux de lit de fusion (%)	Epaisseur finale (mm)	Moyenne logarithmique de durée de vie (cycles)	Rp0,2 TL (MPa)
201	0%	200	118000	411
202	0%	150	145000	436
203	10%	200	93000	413
204	10%	150	112000	447

Nous avons utilisé dans ce cas la technique de caractérisation des porosités par ultrasons à 50 MHz comme décrit ci-dessus.

Les résultats obtenus sont groupés à la figure 5. On vérifie bien en comparant les domaines caractéristiques 201 et 203 un effet marqué de la composition du lit de fusion pour les tôles de 200 mm d'épaisseur, le produit 201 sans copeaux présentant le nombre de porosités le plus faible corrélé au niveau de fatigue le plus élevé. Cette différence est atténuée pour le moindre nombre de porosités sur des tôles de 150 mm d'épaisseur (comparaison des domaines caractéristiques 202 et 204) du fait de l'écrouissage plus élevé. Cependant, le niveau de fatigue du produit 202 reste significativement plus élevé que celui du produit 204, confirmant l'importance de la qualité du lit de fusion.

Revendications

1. Tôles épaisses en alliages d'Al à durcissement structural résistant à la fatigue, caractérisées en ce que la densité des porosités de taille équivalente supérieure à 20 μm et situées au voisinage du plan médian de laminage est inférieure à 800 par cm^3.

2. Tôles selon la revendication 1 caractérisées en ce que la moyenne des amplitudes maximum des défauts est inférieure à 50 %.

3. Tôles selon la revendication 1 caractérisées en ce que la moyenne des amplitudes moyennes de défauts est inférieure à 22 %.

4. Tôles épaisses selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisées en ce qu'à l'état traité, elles possèdent une durée de vie en fatigue supérieure à 100 000 cycles en traction ondulée (R = 0,1) sous une contrainte maximale égale à 50% de la limite élastique Rp0,2.

5. Tôles épaisses selon la revendication 4 caractérisées en ce que la durée de vie en fatigue dépasse 100 000 cycles sous une contrainte égale à 60% de Rp02.

6. Méthode d'obtention de tôles épaisses supérieures à 110 mm, caractérisée en ce que le corroyage à chaud C est inférieur à 2,4 pour des épaisseurs comprises entre 110 et 150 mm et C est inférieur à 2 pour des épaisseurs comprises entre 150 et 250 mm.

7. Méthode selon la revendication 6, caractérisée en ce que le corroyage à chaud est uniquement un laminage.

8. Méthode selon l'une des revendications 6 ou 8 caractérisée en ce que la teneur en H2 du métal liquide est inférieure à 0,15 g/cm3.

9. Méthode selon l'une des revendications 6 à 8 caractérisée en ce que les deux dernières passes de laminage à chaud sont supérieures à 25 mm chacune.



FIG.1



FIG.2



FIG.3

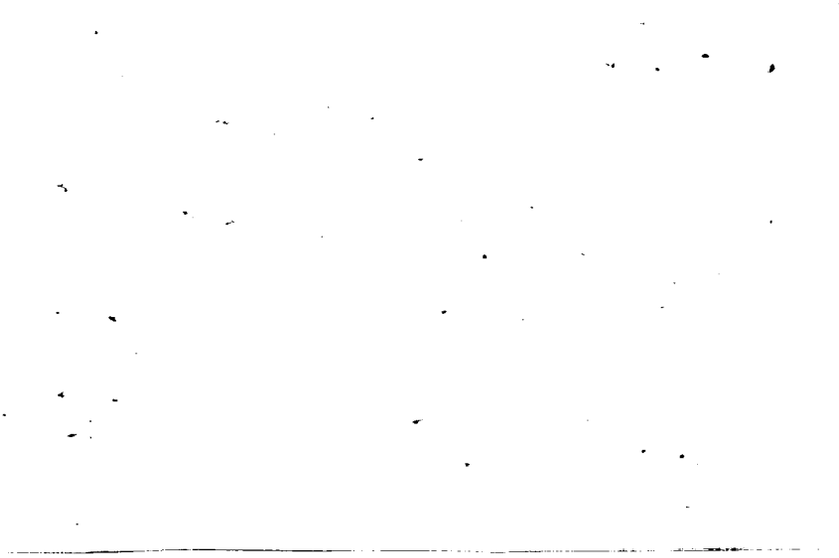


FIG.4

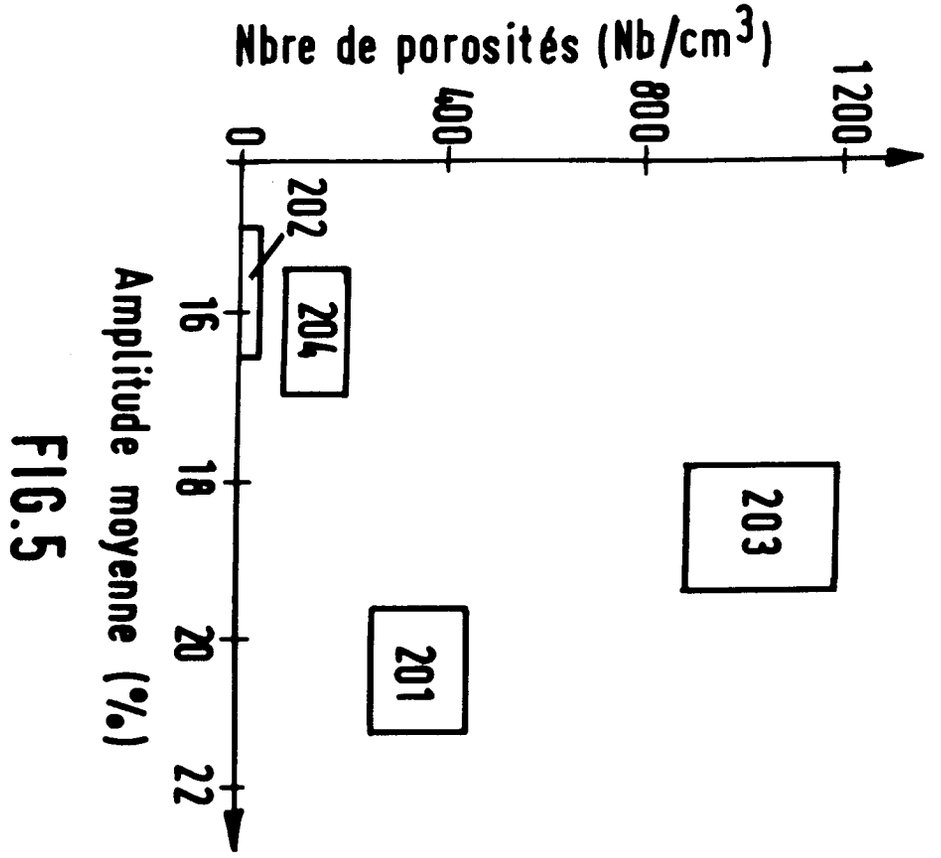

Nbre de porosités (Nb/cm3)
0
400
800
1200
Amplitude moyenne (%)
16
18
20
22
202
204
201
203

FIG.5

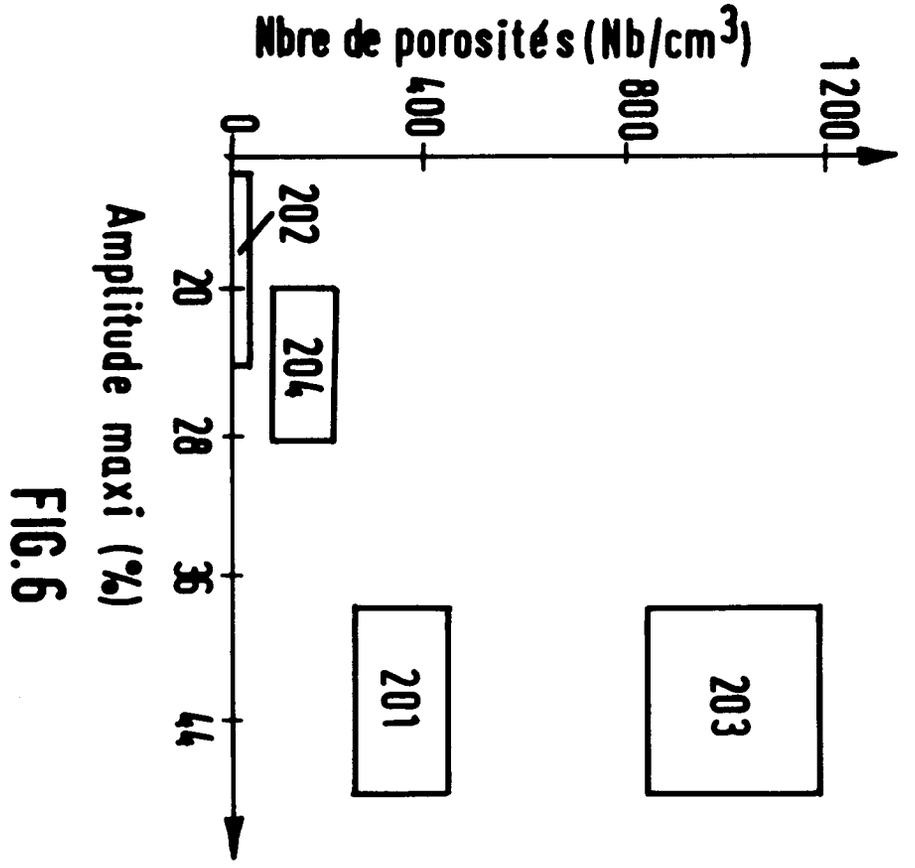

Nbre de porosités (Nb/cm3)
0
400
800
1200
Amplitude maxi (%)
20
28
36
44
202
204
201
203

FIG.6

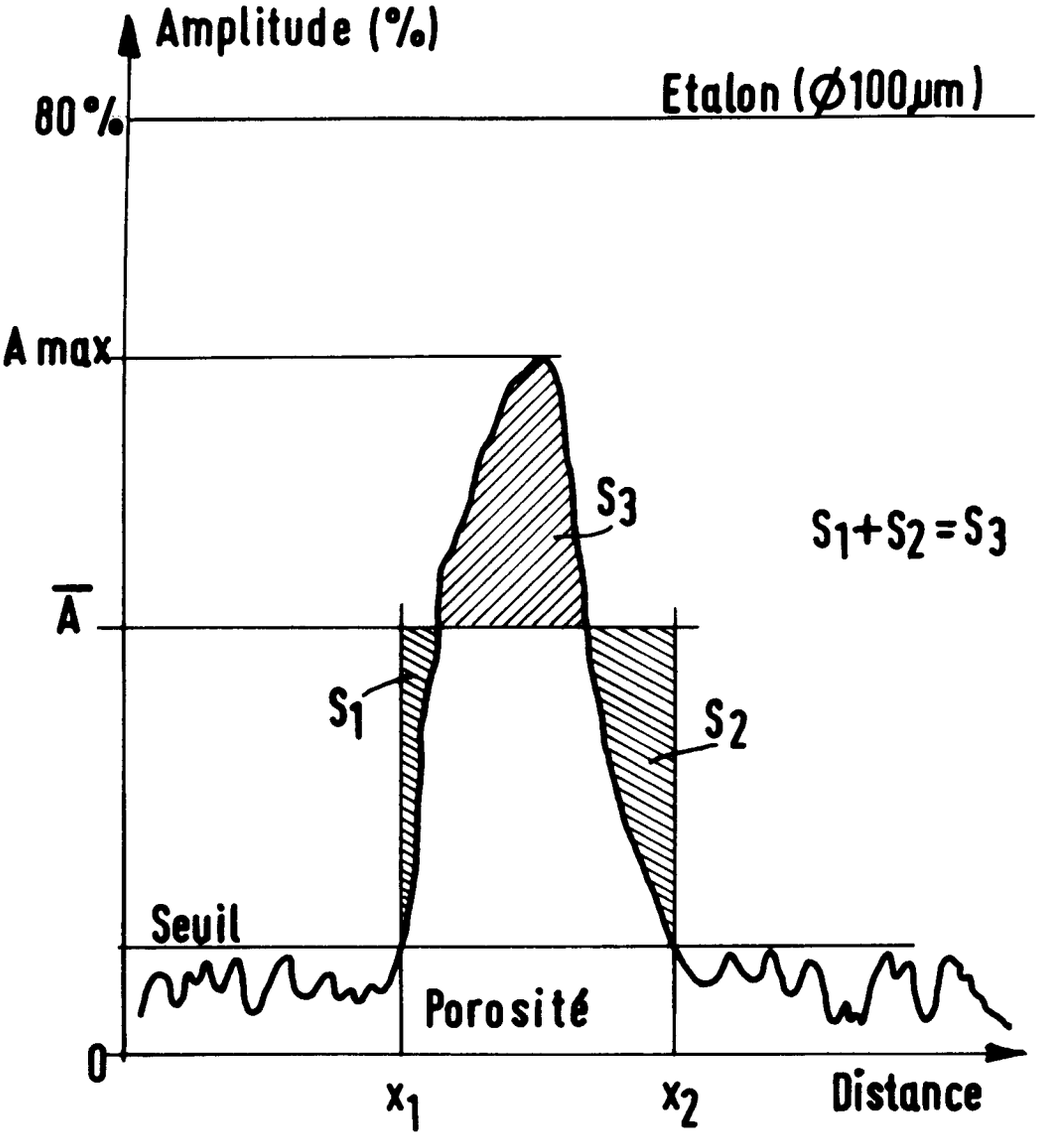

Amplitude (%)
Etalon (Ø100µm)
80 %
A max
$\overline{A}$
S3
S1+S2=S3
S1
S2
Seuil
Porosité
0
x1
x2
Distance

FIG.7

Office européen des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numero de la demande
EP 95 42 0013

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.6)
X	US-A-5 277 719 (KUHLMAN G WILLIAM ET AL) * colonne 2, ligne 53 - colonne 3, ligne 15; revendications 1,13,14 * * colonne 3, ligne 49 - colonne 4, ligne 25; exemple 1 *	1,6,8,9	C22F1/053 C22F1/04
A	JOURNAL OF TESTING AND EVALUATION, vol. 18, PHILADELPHIA, US, pages 439-445, P.E.MAGNUSEN ET AL 'DURABILITY ASSESSMENT BASED ON INITIAL MATERIAL QUALITY' * figure 1 *	1,6	
A	EDITORS K.SALAMA ET AL 'ADVANCES IN FRACTURE RESEARCH PROC. 7TH INT. CONF. ON FRACTURE HOUSTON 20-24 MARCH 1989' 1989 , PERGAMON PRESS , OXFORD, GB P.E. MAGNUSEN ET AL "THE INFLUENCE OF MATERIAL QUALITY ON AIRFRAME STRUCTURAL DURABILITY" * page 999 - page 1007 *	1,6	
A	FR-A-2 529 578 (CEGEDUR) * revendication 1; tableaux 2,4 *	6	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.6) C22F
A	TRANS AMERICAN FOUNDRYMANS SOCIETY, vol. 94, 1986 US, pages 47-56, M.ABBAS ET AL 'MICROPOROSITY OF AIRCAST AND VACUUM CAST ALUMINUM ALLOYS'		
A	METALLURGICAL TRANSACTIONS, vol. 4, - 1973 NEW YORK US, pages 1069-1076, K-H. GHIEN ET AL 'CAST MICROSTRUCTURE AND FATIGUE BEHAVIOR OF A HIGH STRENGTH ALUMINUM ALLOY (KO-1)'		

Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications

Lieu de la recherche	Date d'achèvement de la recherche	Examinateur
LA HAYE	29 Mai 1995	Gregg, N

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

EPO FORM 1503 03.82 (P04C02)