

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 1 184 474 A1

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(43) Date de publication:

06.03.2002 Bulletin 2002/10

(51) Int Cl.7: **C22C 21/00, C22F 1/04**

(21) Numéro de dépôt: **01420178.4**

(22) Date de dépôt: **06.08.2001**

(84) Etats contractants désignés:

**AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU
MC NL PT SE TR**

Etats d'extension désignés:

AL LT LV MK RO SI

(30) Priorité: **29.08.2000 FR 0011025**

(71) Demandeur: **Pechiney Rhenalu
75116 Paris (FR)**

(72) Inventeurs:

- **Tavernier, Philippe
27130 Mandres (FR)**

- **Gagniere, Jacques
27250 Rugles (FR)**

- **Gehanno, Hervé
61300 L'Aigle (FR)**

- **Henry, Sylvain
38500 Voiron (FR)**

- **Debreux, Régine
38660 Le Touvet (FR)**

- **Chenal, Bruno
38960 St. Etienne de Crossey (FR)**

(74) Mandataire: **Mougeot, Jean-Claude et al
PECHINEY, 217, cours Lafayette
69451 Lyon Cedex 06 (FR)**

(54) **Procédé de fabrication de bandes très minces en alliage aluminium-fer**

(57) L'invention a pour objet un procédé de fabrication de bandes en alliage d'aluminium d'épaisseur inférieure ou égale à 12 µm, comportant :

- l'élaboration d'un alliage de composition (% en poids) :
Si : 0,15 - 0,40 Fe : 1,10 - 1,70 Mg < 0,02 Mn : 0,30 - 0,50
autres éléments < 0,05 chacun et < 0,15 au total, reste aluminium,
- la coulée continue entre cylindres d'une bande de cet alliage d'épaisseur comprise entre 2 et 10 mm,
- l'homogénéisation de cette bande à une température comprise entre 450 et 620°C d'une durée comprise entre 8 et 40 h,
- le laminage à froid de cette bande,
- le recuit intermédiaire de la bande laminée à froid à une température comprise entre 200 et 400°C, et d'une durée comprise entre 8 et 15 h,

- le laminage à froid de la bande recuite jusqu'à l'épaisseur finale inférieure ou égale à 12 µm,
- le recuit final de la bande à une température comprise entre 200 et 300°C, d'une durée d'au moins 50 h.

Le procédé s'applique notamment à la fabrication de bandes destinées à des emballages alimentaires aseptiques du type briques.

EP 1 184 474 A1

Description**Domaine de l'invention**

5 **[0001]** L'invention concerne un procédé de fabrication de bandes très minces d'épaisseur inférieure ou égale à 12 μm , en alliage du type aluminium - fer. De telles bandes sont utilisées notamment pour la fabrication de complexes multicouches comportant une couche de papier ou de carton, une couche d'alliage d'aluminium et une couche de polymère, utilisables pour la confection d'emballages alimentaires aseptiques, flexibles ou rigides de type briques.

10 **Etat de la technique**

[0002] Les propriétés d'usage recherchées pour les bandes très minces en alliage d'aluminium sont une bonne résistance mécanique, un allongement suffisant, un très faible nombre de trous par unité de surface et une bonne résistance au déchirement et au pliage. L'absence de trous est liée essentiellement à la taille de grain, qui doit, en

15 toute hypothèse, être inférieure à l'épaisseur finale.
[0003] Par ailleurs, sur le plan de la fabrication industrielle du produit, il est important que l'alliage choisi puisse se couler et se laminier facilement, qu'il ne soit pas trop coûteux à élaborer, notamment qu'il n'exige pas une teneur en silicium trop basse, et qu'enfin la gamme de transformation du produit ne soit pas trop compliquée, en particulier qu'elle évite un trop grand nombre de traitements thermiques.

20 **[0004]** Les alliages utilisés habituellement pour cette application sont des alliages du type 1100 ou 1200 contenant moins de 1% en poids pour la somme des teneurs en silicium et en fer. Il est connu également d'utiliser, pour améliorer la résistance mécanique, des alliages à plus haut fer et addition de manganèse, tels que les alliages 8006 et 8015, enregistrés à l'Aluminum Association respectivement en 1978 et 1988.

[0005] La composition enregistrée du 8006 est (% en poids) :
 25 Si < 0,4 Fe : 1,2 - 2 Cu < 0,30 Mn : 0,3 - 1 Mg < 0,10 Zn < 0,10

[0006] La composition enregistrée du 8015 est :
 Si < 0,30 Fe : 0,8 - 1,4 Cu < 0,10 Mn : 0,10 - 0,40 Mg < 0,10 Zn < 0,10

[0007] Un inconvénient important des alliages à haut fer est la difficulté de recycler les chutes de fabrication pour d'autres applications ; en effet, la fabrication de bandes très minces est une opération délicate qui conduit à une mise

30 au mille importante en générant beaucoup de rebuts. Un moyen d'éviter cet inconvénient est d'utiliser, pour la production des ébauches, une machine de coulée continue, par exemple une coulée continue entre cylindres, qui permet de recycler directement les chutes et rebuts de fabrication dans le four d'alimentation de la machine. Cet avantage s'ajoute aux avantages intrinsèques de la coulée continue, notamment le faible coût d'investissement.
[0008] Le brevet US 5,380,379, déposé en 1993 au nom d'Alcoa Aluminio Do Nordeste, décrit une bande d'aluminium de composition (% en poids) :

35 Si < 0,2 Fe : 1,35 - 1,6 Cu : 0,1 - 0,4 Mn : 0,3 - 0,6 B : 0,01 - 0,02
 élaborée par coulée continue entre cylindres à une épaisseur comprise entre 4,8 et 10 mm, recuit à plus de 450°C et laminage à froid. Dans le cas où l'épaisseur finale de la bande est inférieure à 9 μm , le brevet préconise un recuit intermédiaire supplémentaire.

40 **[0009]** Le brevet EP 0750685 (Alcan International), déposé en 1994, concerne une feuille mince d'épaisseur comprise entre 5 et 40 μm , de composition (% en poids) :
 Si < 0,4 Fe : 1,2 - 2,0 Mn : 0,2 - 1,0 Mg et/ou Cu : 0,1 - 0,5 Zn < 0,1
 avec une taille moyenne de grain inférieure à 5 μm après recuit final. Le métal peut être coulé par coulée semi-continue conventionnelle, ou par coulée continue entre cylindres ou entre courroies.

45 **[0010]** La demande WO 98/45492 (Alcan International) décrit une feuille mince recyclable, destinée notamment aux applications ménagères, de composition :

Si : 0,2 - 0,5 Fe : 0,4 - 0,8 Cu : 0,1 - 0,3 Mn : 0,05 - 0,3

contenant au moins 2% en poids de dispersoïdes et au moins 0,1% de cuivre et/ou de manganèse en solution solide. L'alliage est coulé en continu et on procède à un recuit intermédiaire au cours du laminage à froid.

50

Objet de l'invention

[0011] Le but de l'invention est de fournir un procédé de fabrication de bandes en alliage du type aluminium - fer d'épaisseur inférieure ou égale à 12 μm , et de préférence inférieure à 9 μm , utilisant une coulée continue entre cylindres, et conduisant à des bandes présentant à la fois une bonne résistance mécanique et une résistance élevée au déchirement et au pliage, dans des conditions techniques et économiques compatibles avec une production industrielle importante.

[0012] L'invention a pour objet un procédé de fabrication de bandes en alliage d'aluminium d'épaisseur inférieure

ou égale à 12 µm, et de préférence < 9 µm, comportant :

- l'élaboration d'un alliage de composition (% en poids) :
Si : 0,15 - 0,40 Fe : 1,10 - 1,70 Mg < 0,02 Mn : 0,30 - 0,50
autres éléments < 0,05 chacun et < 0,15 au total, reste aluminium,
- la coulée continue entre cylindres d'une bande de cet alliage d'épaisseur comprise entre 2 et 10 mm,
- l'homogénéisation de cette bande à une température comprise entre 450 et 620°C d'une durée comprise entre 8 et 40 h,
- le laminage à froid de cette bande
- le recuit intermédiaire de la bande laminée à froid à une température comprise entre 200 et 400°C, et d'une durée comprise entre 8 et 15 h,
- le laminage à froid de la bande recuite jusqu'à l'épaisseur finale inférieure ou égale à 12 µm,
- le recuit final de la bande à une température comprise entre 200 et 300°C, d'une durée d'au moins 50 h.

Description de l'invention

[0013] Le procédé selon l'invention combine une composition particulière à l'intérieur de la composition AA du 8006 et une gamme de fabrication, conduisant à des propriétés d'emploi intéressantes pour la fabrication des complexes pour emballages alimentaires, en évitant des contraintes pénalisantes sur le plan industriel.

[0014] La composition de l'alliage présente une teneur en silicium, comprise entre 0,15 et 0,40%, qui ne nécessite pas l'utilisation d'une base pure et n'a donc pas besoin d'être particulièrement contrôlée, contrairement à l'enseignement du brevet US 5,380,379 qui préconise une teneur en silicium inférieure à 0,2% pour éviter la formation d'intermétalliques AlFeSi et AlMnSi. La teneur en fer, comprise entre 1,1 et 1,7%, et de préférence < 1,4%, se situe dans la fourchette basse du 8006, et se situe dans celle du 8015. La teneur en manganèse, comprise entre 0,3 et 0,5%, est, elle aussi, dans la fourchette basse du 8006. Les teneurs en magnésium et en cuivre sont maintenues à des niveaux bas.

[0015] L'alliage est coulé à l'aide d'une machine de coulée continue de bandes entre deux cylindres refroidis, comme par exemple le Jumbo 3CTM de la société Pechiney

[0016] Rhenalu. La coulée se fait à une épaisseur comprise entre 2 et 10 mm, à une vitesse de coulée comprise entre 0,5 et 3 m/mn. Il est possible de recycler la totalité des chutes et rebuts de fabrication dans le four d'alimentation de la machine. La bande coulée est ensuite homogénéisée à une température comprise entre 450 et 620°C pendant une durée comprise entre 8 et 40 h, puis refroidie lentement.

[0017] On procède ensuite à un laminage à froid d'ébauchage jusqu'à une épaisseur comprise entre 0,8 et 0,3 mm, puis à un recuit intermédiaire à une température comprise entre 200 et 400°C, de manière à obtenir une structure fine, et de préférence entre 302°C et 370°C pour obtenir une structure recristallisée, avec une taille de grain ne dépassant pas 30 µm, et de préférence 15 µm. La bande est ensuite laminée à froid jusqu'à l'épaisseur finale selon la technique habituelle, puis soumise à un recuit final de dégraissage à une température comprise entre 200 et 300°C, pendant une durée d'au moins 50 h., dépendant notamment de la largeur de la bande.

[0018] Les bandes selon l'invention présentent une résistance à la rupture supérieure à 100 MPa, une limite élastique supérieure à 80 MPa, un allongement à la rupture supérieur à 3% et une porosité selon la norme EN 546-4 inférieure à 10 trous par dm². Elles présentent également une résistance au déchirement et au pliage améliorées par rapport aux bandes issues de coulée classique.

[0019] On peut noter qu'on obtient une bande de moins de 12 µm avec des propriétés d'emploi tout à fait satisfaisantes en n'ayant qu'un seul recuit intermédiaire, alors que, pour la même gamme d'épaisseur, le brevet US 5,380,379 préconise un premier recuit intermédiaire entre 200 et 250°C, à une épaisseur comprise entre 0,31 et 0,38 mm, puis un second recuit intermédiaire entre 200 et 300°C, à une épaisseur comprise entre 20 et 45 µm.

[0020] Ces performances sont obtenues grâce à un contrôle précis de la recristallisation au moyen de la taille, de la morphologie et de la distribution des particules intermétalliques. Une distribution homogène de particules de taille suffisamment importante et une désaturation maximale de la solution solide de manganèse conduisent à une recristallisation à grains fins et homogènes, qui contribue aux bonnes propriétés mécaniques, notamment la résistance au déchirement et au pliage, ainsi qu'à la faible porosité du produit.

[0021] Les bandes obtenues par le procédé selon l'invention conviennent particulièrement à la fabrication de complexes multicouches, par exemple les complexes papier ou carton - aluminium - polymère destinés à la confection d'emballages alimentaires aseptiques du type briques. Elles peuvent également être utilisées nues, laquées ou vernies pour divers types d'emballages.

Exemples

Exemple 1

[0022] On a préparé un alliage de composition : Si = 0,23% Fe = 1,26% Cu = 0,017% Mn = 0,37% Mg = 0,0032% Ti = 0,008%

[0023] L'alliage a été coulé en largeur 1500 mm, à l'épaisseur 8 mm et à une vitesse de 0,96 m/mn sur une machine de coulée entre deux cylindres refroidis de marque Jumbo 3C™ de la société Pechiney Rhenalu. La bande coulée a été homogénéisée pendant 12 h à une température de 600°C. La bande a été ensuite laminée à froid jusqu'à l'épaisseur de 0,5 mm, puis soumise à un recuit intermédiaire en bobine de 12 h à 350°C, pour que le métal recristallise à grains fins. Elle a été ensuite relaminée jusqu'à l'épaisseur finale de 6,60 µm, puis soumise à un recuit final de dégraissage pendant environ 80 h à 280°C.

[0024] On a mesuré la résistance à la rupture R_m , la limite d'élasticité conventionnelle à 0,2% d'allongement $R_{0,2}$ (en MPa) et l'allongement à la rupture A (en %), en les comparant aux propriétés de bandes de même épaisseur en alliage 1200 coulé en coulée semi-continue traditionnelle. Les résultats sont indiqués au tableau 1.

Tableau 1

	Invention	1200
R_m (Mpa)	103	73
$R_{0,2}$ (Mpa)	86	50
A (%)	3,2	2,7

[0025] On a mesuré également la porosité de la bande par le nombre de trous au dm² selon la norme EN 546-4. Cette porosité est de 6 trous au dm², à comparer à une valeur moyenne de 13 trous au dm² pour l'alliage 1200 en coulée classique.

Exemple 2

[0026] On a procédé à des essais de résistance au déchirement pour des feuilles découpées dans des bandes en alliage 1200 issues de coulée classique et d'épaisseur 6,3, 6,6 et 9 µm, et dans des bandes selon l'invention de mêmes épaisseurs. Les essais ont été réalisés par la méthode Elmendorf selon la norme EN 21974 (ISO 1974). L'essai consiste à déterminer la force nécessaire pour propager un déchirement sur une éprouvette. Un premier test sans fente prédéfinie donne un indicateur de la résistance à l'amorçage et à la propagation d'une fissure; et un deuxième avec fente prédéfinie permet de quantifier la résistance à la propagation seule. La force choisie dans la liste du paragraphe 1 de l'annexe A de la norme est de 4 N pour le déchirement amorcé, et de 32 N pour le déchirement non amorcé. Chaque éprouvette est constituée d'un sandwich de 8 feuilles, dont la direction de laminage coïncide avec la direction de propagation de fissure. Les résultats (moyenne de plusieurs essais) relatifs à la force moyenne nécessaire au déchirement F1 (avec amorçage de fissure) et F2 (sans amorçage de fissure) sont rassemblés au tableau 2.

Tableau 2

Alliage	Epaisseur (µm)	F1 (mN)	F2 (mN)
1200	6,3	52	236
1200	6,6	53	224
1200	9	45	280
Invention	6,3	78	435
Invention	6,6	56	440
Invention	9	94	560

[0027] On constate que les feuilles selon l'invention présentent une résistance au déchirement plus élevée que celles élaborées par coulée classique.

Exemple 3

[0028] On a procédé à des mesures de résistance au pliage selon la norme ISO 5626, en utilisant l'appareil de Lhomargy. La sollicitation de pliage est réalisée par un mouvement de va-et-vient d'une fente située entre 4 cylindres qui contrôlent l'angle de pliage. Le dispositif d'attache de la bande et l'effort de tension ont été légèrement modifié pour tenir compte de la différence entre l'aluminium et le papier. La distance entre les mors a été allongée à 35 mm (au lieu de 28,5 mm) et le système de contrepoids ajusté pour donner des tensions de 0,4 N, 1,7 N et 3 N (au lieu de 9,81 N et 8 N). Les échantillons utilisés ont pour dimensions 170 mm x 15 mm (au lieu de 100 x 15 mm), la direction de laminage étant alignée avec la lame de pliage, c'est-à-dire perpendiculaire à la direction de l'effort de tension. Les essais ont été réalisés sur des bandes en alliage 1200 d'épaisseur 6,6 et 9 μm , issues de coulée classique, et des bandes selon l'invention de mêmes épaisseurs.

[0029] On a mesuré le nombre de cycles à rupture C pour différents types de sollicitations (tension et contrainte). Les résultats (moyenne de plusieurs essais) sont indiqués au tableau 3.

Tableau 3

Alliage / ép.	Tension (N)	Contrainte (MPa)	C
1200 6,6 μm	0,4	4	170
	1,7	17	45
	3	30	26
	8	80	5
Invention 6,6 μm	0,4	4	184
	1,7	17	50
	3	30	29
	8	80	8
1200 9 μm	0,4	3	209
	1,7	13	47
	3	22	27
Invention 9 μm	0,4	3	184
	1,7	13	45
	3	22	33

[0030] On constate que les bandes selon l'invention, bien que plus résistantes mécaniquement, présentent une résistance au pliage plutôt meilleure que l'alliage 1200 en coulée classique pour l'épaisseur 6,6 μm , et à peu près équivalente pour l'épaisseur 9 μm .

Revendications

1. Procédé de fabrication de bandes en alliage d'aluminium d'épaisseur inférieure ou égale à 12 μm , comportant

- l'élaboration d'un alliage de composition (% en poids) :
Si : 0,15 - 0,40 Fe : 1,10 - 1,70 Mg < 0,02 Mn : 0,30 - 0,50
autres éléments < 0,05 chacun et < 0,15 au total, reste aluminium,
- la coulée continue entre cylindres d'une bande de cet alliage d'épaisseur comprise entre 2 et 10 mm,
- l'homogénéisation de cette bande à une température comprise entre 450 et 620°C d'une durée comprise entre 8 et 40 h,
- le laminage à froid de cette bande,
- le recuit intermédiaire de la bande laminée à froid à une température comprise entre 200 et 400°C, et d'une durée comprise entre 8 et 15 h,
- le laminage à froid de la bande recuite jusqu'à l'épaisseur finale inférieure ou égale à 12 μm ,
- le recuit final de la bande à une température comprise entre 200 et 300°C, d'une durée d'au moins 50 h.

EP 1 184 474 A1

2. Procédé selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** l'épaisseur de la bande est inférieure à 9 μm .
3. Procédé selon l'une des revendications 1 ou 2, **caractérisé en ce que** la teneur en fer de l'alliage est inférieure à 1,40%.
4. Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, **caractérisé en ce que** le recuit intermédiaire est unique, c'est-à-dire qu'il n'y en a pas d'autre entre deux étapes de laminage à froid.
5. Bande en alliage d'aluminium d'épaisseur inférieure ou égale à 12 μm , fabriquée par un procédé selon l'une des revendications 1 à 4, **caractérisé en ce qu'elle** présente une résistance à la rupture $R_m > 100 \text{ MPa}$, une limite élastique $R_{0,2} > 80 \text{ Mpa}$, un allongement à la rupture $A > 3\%$ et une porosité selon la norme EN 546-4 $< 10 \text{ trous/dm}^2$.
6. Utilisation de bandes selon la revendication 5 pour la fabrication d'emballages alimentaires aseptiques de type briques.



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande
EP 01 42 0178

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.7)
D,A	US 5 380 379 A (MAIWALD KLAUS P ET AL) 10 janvier 1995 (1995-01-10) * revendication 1; figure 1 *	1	C22C21/00 C22F1/04
D,A	WO 95 25825 A (ALCAN INT LTD ;MAHON GARY JOHN (GB); MARSHALL GRAEME JOHN (GB); RI) 28 septembre 1995 (1995-09-28) * revendications 1,6 *	1	
A	GB 1 524 355 A (ALCAN RES & DEV) 13 septembre 1978 (1978-09-13) * page 2, ligne 88 - ligne 127; revendication 1 *	1	
A	DATABASE CHEMABS 'en ligne! CHEMICAL ABSTRACTS SERVICE, COLUMBUS, OHIO, US; EKSTROEM, HANS-ERIK ET AL: "Strip cast aluminum foil" retrieved from STN Database accession no. 124:238761 CA XP002169114 * abrégé *	1	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.7)
			C22C C22F
A	US 5 080 728 A (HASENCLEVER JOCHEN) 14 janvier 1992 (1992-01-14)		
A	WO 98 45492 A (ALCAN INT LTD ;DAVISSON THOMAS L (US); NADKARNI SADASHIV (US); MON) 15 octobre 1998 (1998-10-15)		
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche		Date d'achèvement de la recherche	Examineur
LA HAYE		22 novembre 2001	Gregg, N
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES		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	
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			

EPO FORM 1503 03/82 (P04C02)

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET EUROPEEN NO.**

EP 01 42 0178

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche européenne visé ci-dessus.

Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

22-11-2001

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication		Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 5380379	A	10-01-1995	CA	2104335 A1	19-02-1995
WO 9525825	A	28-09-1995	AT	173301 T	15-11-1998
			AU	683361 B2	06-11-1997
			AU	1901095 A	09-10-1995
			CA	2185216 A1	28-09-1995
			DE	69505957 D1	17-12-1998
			DE	69505957 T2	27-05-1999
			DK	750685 T3	26-07-1999
			EP	0750685 A1	02-01-1997
			ES	2124536 T3	01-02-1999
			WO	9525825 A1	28-09-1995
			GB	2301375 A ,B	04-12-1996
			JP	9510504 T	21-10-1997
GB 1524355	A	13-09-1978	HK	68979 A	05-10-1979
US 5080728	A	14-01-1992	DE	3914020 A1	31-10-1990
			CA	2015667 A1	28-10-1990
			EP	0394818 A1	31-10-1990
WO 9845492	A	15-10-1998	AU	6491898 A	30-10-1998
			BR	9808456 A	23-05-2000
			WO	9845492 A1	15-10-1998
			EP	0972089 A1	19-01-2000
			NO	994824 A	30-11-1999

EPO FORM P0480

Pour tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No. 12/82