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

(11) **EP 1 809 779 B1**

(12) **FASCICULE DE BREVET EUROPEEN**

(45) Date de publication et mention de la délivrance du brevet:
07.04.2010 Bulletin 2010/14

(21) Numéro de dépôt: **05805764.7**

(22) Date de dépôt: **19.09.2005**

(51) Int Cl.:
C22C 21/00 *(2006.01)* ***C22F 1/04*** *(2006.01)*

(86) Numéro de dépôt international:
PCT/FR2005/002310

(87) Numéro de publication internationale:
WO 2006/035133 (06.04.2006 Gazette 2006/14)

(54) **PRODUITS EN ALLIAGE D ' ALUMINIUM A HAUTE TENACITE ET PROCEDE D ' ELABORATION**

PRODUKTE AUS HOCHFESTER ALUMINIUMLEGIERUNG UND HERSTELLUNGSVERFAHREN DAFÜR

HIGH-STRENGTH ALUMINIUM ALLOY PRODUCTS AND METHOD FOR THE PRODUCTION THEREOF

(84) Etats contractants désignés:
AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR HU IE IS IT LI LT LU LV MC NL PL PT RO SE SI SK TR

(30) Priorité: **24.09.2004 FR 0410138**

(43) Date de publication de la demande:
25.07.2007 Bulletin 2007/30

(73) Titulaire: **ALCAN RHENALU**
75116 Paris (FR)

(72) Inventeurs:
- **BES, Bernard**
  F-38180 Seyssins (FR)
- **JARRY, Philippe**
  F-38000 Grenoble (FR)

(74) Mandataire: **Fénot, Dominique et al**
Alcan Centre de Recherches de Voreppe
725, rue Aristide Berges- BP 27
38341 Voreppe (FR)

(56) Documents cités:
EP-A- 0 493 318 **EP-A- 1 158 068**
EP-A- 1 205 567 **GB-A- 2 216 542**
US-A- 4 748 001 **US-A- 5 104 616**
US-A- 5 480 498 **US-B2- 6 645 321**

- **PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 009, no. 306 (C-317), 3 décembre 1985 (1985-12-03) & JP 60 145365 A (KOBE SEIKOSHO KK), 31 juillet 1985 (1985-07-31)**
- **DATABASE WPI Section Ch, Week 199602 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class M22, AN 1996-017581 XP002364207 & JP 07 292449 A (SKY ALUMINIUM CO LTD) 7 novembre 1995 (1995-11-07)**
- **DATABASE WPI Section Ch, Week 199648 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class M22, AN 1996-483994 XP002364263 & SU 701 000 A1 (LOBATKIN V I) 27 mars 1996 (1996-03-27)**

Il est rappelé que: Dans un délai de neuf mois à compter de la publication de la mention de la délivrance du brevet européen au Bulletin européen des brevets, toute personne peut faire opposition à ce brevet auprès de l'Office européen des brevets, conformément au règlement d'exécution. L'opposition n'est réputée formée qu'après le paiement de la taxe d'opposition. (Art. 99(1) Convention sur le brevet européen).

EP 1 809 779 B1

Description

Domaine de l'invention

[0001] L'invention concerne un nouveau procédé de fabrication pour des produits laminés en alliage d'aluminium à haute ténacité et haute résistance à la fatigue, ainsi que des produits obtenus par ce procédé. Ce procédé comprend un affinage particulier du métal liquide. Ces tôles peuvent être utilisées comme revêtement de fuselage d'avions.

Etat de la technique

[0002] On sait que lors de la fabrication de demi-produits et éléments structuraux pour construction aéronautique, les diverses propriétés recherchées ne peuvent pas être optimisées toutes en même temps et les unes indépendamment des autres. Lorsque l'on modifie la composition chimique de l'alliage ou les paramètres des procédés d'élaboration des produits, plusieurs propriétés critiques peuvent même montrer des tendances antagonistes. Tel est parfois le cas des propriétés rassemblées sous le terme « résistance mécanique statique » (notamment la résistance à la rupture R_m et la limite d'élasticité $R_{p0.2}$) d'une part, et des propriétés rassemblées sous le terme « tolérance aux dommages » (notamment la ténacité et la résistance à la propagation des fissures) d'autre part. Par ailleurs, certaines propriétés d'usage comme la résistance à la fatigue, la résistance à la corrosion, l'aptitude à la mise en forme et l'allongement à rupture sont liées d'une façon complexe et souvent imprévisible aux propriétés (ou « caractéristiques ») mécaniques. L'optimisation de l'ensemble des propriétés d'un matériau pour construction mécanique, par exemple dans le secteur aéronautique, fait donc très souvent intervenir un compromis entre plusieurs paramètres-clé.

[0003] A titre d'exemple, dans les avions civils de grande capacité, on peut utiliser pour les éléments de structure de fuselage des alliages de type Al-Si-Mg-Cu. Ces éléments doivent présenter d'une part une haute résistance mécanique, et d'autre part une bonne ténacité et une bonne résistance à la fatigue. Toute nouvelle possibilité d'améliorer l'un de ces groupes de propriétés sans dégrader les autres serait la bienvenue.

[0004] Jusqu'à présent, les efforts principaux ont porté sur l'optimisation de la composition chimique des alliages, ainsi que sur l'optimisation des conditions de transformation des tôles, c'est-à-dire des séquences de laminage et de traitement thermiques.

[0005] Ainsi, il est bien connu que dans les alliages des séries 2xxx et 7xxx, la réduction des impuretés fer et silicium conduit à une augmentation de la ténacité (voir l'article de J.T. Staley, « Microstructure and Toughness of High-Strength Aluminium Alloys » publié dans le livre « Properties Related to Fracture Toughness », ASTM Special Technical Publication 65, 1976, pp. 71-103). Dans certains cas, elle tend également à augmenter la résistance à a fatigue.

[0006] Il n'y a que peu d'études portant sur l'influence des conditions d'affinage du métal liquide et de coulée des formes brutes (telles que billettes et plaques) sur la ténacité des produits obtenus à partir de telles formes brutes.

[0007] La demande de brevet EP 1 205 567 A (Alcoa Inc.) enseigne que l'ajout de Ti et B ou C à un alliage de corroyage, à raison de 0,003 à 0,010 %, conduit à une taille de grains de fonderie inférieure ou égale à 200 μm.

[0008] La demande de brevet EP 1 158 068 A (Pechiney Rhenalu) enseigne que la ténacité des tôles épaisses en alliage d'aluminium à durcissement structural dans les états métallurgiques peu recristallisés, c'est à dire dont la fraction de grains recristallisés est inférieure à 35%,est influencée par la microstructure de coulée : une grande taille de grains de coulée peut, dans certains cas, conduire à une meilleure ténacité qu'une faible taille de grain. Ce résultat est obtenu notamment par un contrôle soigneux de la teneur en titane et bore, des éléments qui, ajoutés sous forme de TiB_2, affinent le grain du métal lors de sa solidification.

[0009] Le brevet US 5,104,616 (Baeckerud) s'intéresse en particulier aux problèmes posés par les particules dures de borures dans les industries de la boite boisson ou de la feuille mince en aluminium et enseigne qu'il peut être avantageux de remplacer un affinant contenant du bore par un affinant contenant du carbone. Cependant, les problèmes rencontrés dans l'industrie de l'emballage aluminium tels que les perces ne sont pas comparables à ceux rencontrés dans l'industrie aéronautique.

[0010] La présente invention a pour but de proposer un nouveau procédé pour obtenir des produits corroyés fortement recristallisés, de préférence laminés, et notamment des tôles minces en alliage de la série 6xxx à haute résistance mécanique qui montrent également une excellente ténacité et résistance à la fatigue.

Objet de l'invention

[0011] L'invention a pour objet un procédé de fabrication de produits en alliage d'aluminium, notamment de produits fortement recristallisés, à haute ténacité et résistance à la fatigue, qui comprend les étapes suivantes

(a) on prépare un bain d'un alliage d'aluminium,
(b) on introduit dans ledit bain un affinant,

(c) on coule une forme brute, telle qu'une billette de filage, une billette de forge ou une plaque de laminage,
(d) on transforme à chaud ladite forme brute, éventuellement après scalpage, pour former une ébauche ou un produit d'épaisseur finale,
(e) on transforme optionnellement à froid l'ébauche jusqu'à son épaisseur finale,
(f) on soumet le produit issu de l'étape (d) ou (e) à un traitement thermique de mise en solution et trempe, suivi d'un détensionnement par traction contrôlée avec un allongement permanent compris entre 0,5 et 5%, et éventuellement un revenu
caractérisé en ce que ledit affinant contient des particules de phases de type AlTiC, en ce que la quantité d'affinant est choisie de manière à ce que la taille moyenne de grain de fonderie de ladite forme brute soit supérieure à 500 μm et en ce que ledit alliage est un alliage AA6056 ou un alliage AA6156.

[0012] Un autre objet de la présente invention est une plaque de laminage susceptible d'être obtenue par le procédé de coulée.

[0013] Encore un autre objet de la présente invention est une tôle susceptible d'être obtenue à partir du procédé ou à partir de la plaque de laminage selon l'invention.

Description des figures

[0014] La figure 1 montre l'influence de l'affinant et de la teneur en titane sur le paramètre p*. La figure 2 montre l'influence de l'affinant et de la teneur en titane sur le paramètre s*. Dans ce deux figures, le triangle noir représente un alliage affiné au TiB_2, alors que les autres,alliages ont été affinés au AlTiC.

Description de l'invention

a) Définitions

[0015] Sauf mention contraire, toutes les indications relatives à la composition chimique des alliages sont exprimées en pourcent massique. Lorsque la concentration est exprimée en ppm (parts per million), cette indication se réfère également une concentration massique.

[0016] La désignation des alliages suit les règles de THE ALUMINIUM ASSOCIATION. Les états métallurgiques sont définis dans la norme européenne EN 515. La composition chimique d'alliages d'aluminium normalisés est définie par exemple dans la norme EN 573-3 ainsi que dans les publications de THE ALUMINUM ASSOCIATION. Ces règles, normes et publications sont connues de l'homme du métier. On entend ici par « alliage de la série 6xxx » ou « alliage de type Al-Mg-Si » les alliages d'aluminium (i) dont la composition chimique tombe dans une des désignations normalisées d'un alliage de la série 6xxx, ou (ii) qui est dérivé d'un alliage correspondant à une telle désignation normalisée par l'ajout ou la suppression d'un ou plusieurs éléments chimiques autre que le silicium ou le magnésium, et/ou par le dépassement (vers le haut ou vers le bas) de la limite de concentration normalisée d'un ou plusieurs éléments chimiques (y compris le silicium et le magnésium), étant entendu que dans les deux cas (i) et (ii), l'application des règles de désignation normalisées doit conduire à ranger cet alliage modifié dans la série 6xxx.

[0017] Sauf mention contraire, les caractéristiques mécaniques statiques, c'est-à-dire la résistance à la rupture R_m, la limite élastique $R_{p0,2}$, et l'allongement à la rupture A, sont déterminées par un essai de traction selon la norme EN 10002-1, l'endroit et le sens du prélèvement des éprouvettes étant définis dans la norme EN 485-1. La résistance à la fatigue est déterminée par un essai selon ASTM E 466, la vitesse de propagation de fissures en fatigue (essai dit da/dn) selon ASTM E 647, et le facteur d'intensité de contrainte critique K_C, Kco ou K_{app} selon ASTM E 561. Le terme « produit filé » inclut les produits dits « étirés », c'est-à-dire des produits qui sont élaborés par filage suivi d'un étirage.

[0018] Sauf mention contraire, les définitions de la norme européenne EN 12258-1 s'appliquent.

[0019] On appelle ici « élément de structure » ou « élément structural » d'une construction mécanique une pièce mécanique dont la défaillance est susceptible de mettre en danger la sécurité de ladite construction, de ses utilisateurs, de ses usagers ou d'autrui. Pour un avion, ces éléments de structure comprennent notamment les éléments qui composent le fuselage (tels que la peau de fuselage (fuselage skin en anglais), les raidisseurs ou lisses de fuselage (stringers), les cloisons étanches (bulkheads), les cadres de fuselage (circumferential frames)), les ailes (tels que la peau de voilure (wing skin), les raidisseurs (stringers ou stiffeners), les nervures (ribs) et longerons (spars)) et l'empennage composé notamment de stabilisateurs horizontaux et verticaux (horizontal or vertical stabilisers), ainsi que les profilés de plancher (floor beams), les rails de sièges (seat tracks) et les portes.

b) Description détaillée de l'invention

[0020] La présente invention peut s'appliquer à des alliages de corroyage AA6056 et AA 6156 Elle est basée sur la

découverte que l'affinage d'un alliage d'aluminium à l'aide d'un affinant contenant des phases de type AlTiC ajouté dans la bonne proportion permet d'obtenir une microstructure très particulière de la forme brute coulée, et notamment une taille de grains supérieure à 500 μm et une distribution régulière des phases intermétalliques, observés par microscopie optique à un grossissement typiquement de 50. Après une transformation à chaud selon des procédés connus, suivie éventuellement d'une transformation à froid et d'un traitement thermique, on obtient, en particulier pour des produits fortement recristallisés, des produits corroyés qui montrent, d'une manière surprenante, une ténacité significativement meilleure et une vitesse de propagation de fissures plus faible que des produits élaborés à partir de formes brutes obtenues par les procédés connus. On entend par produit fortement recristallisé un produit pour lequel la fraction de grains recristallisés mesurée entre le quart-épaisseur et la mi-épaisseur des produits finis est supérieure à 70%. Dans une réalisation avantageuse de l'invention, les produits issus de l'étape (f) sont fortement recristallisés. On sait pour des produits faiblement recristallisés que la microstructure de coulée peut se répercuter jusqu'aux propriétés du produit transformé (par exemple laminé à chaud, à froid et traité thermiquement), mais dans le cas présent, le mécanisme de ce phénomène surprenant n'a pas encore pu être élucidé en termes de métallurgie structurale. Le produit élaboré par le procédé selon l'invention se distingue des produits selon l'état de la technique par la présence de phases de type AlTiC. Nous entendons par « phases de type AlTiC » toute phase ternaire Al-Ti-C ainsi que toute phase binaire Ti-C dans une matrice d'aluminium ; ce terme comprend notamment les phases $AlTiC_2$ et TiC. Ces phases sont typiquement ajoutées dans un fil d'affinant. Malgré la faible quantité de ces phases, leur effet sur la microstructure de coulée est très net. Puisque l'affinage au fil contenant des phases de type AlTiC peut se substituer à l'affinage au fil contenant du bore (tel que le AT5B) couramment utilisé, la forme brute élaborée par le procédé selon l'invention peut contenir moins de 0,0001 % de bore.

[0021] La microstructure de coulée obtenue par le procédé selon l'invention est caractérisée par deux paramètres, p* (dimension [μm]) et s* (dimension [μm^{-1}]). Ces paramètres caractérisent plus particulièrement la finesse et l'uniformité de la microsegrégation. Le paramètre p* caractérise la distance moyenne entre précipités dans les structures de solidification, et donc la dimension moyenne des zones dépourvues de précipités. Le paramètre s* caractérise l'uniformité de la répartition de ces distances. La définition précise de ces deux paramètres ainsi que la méthode pour leur détermination sont précisées dans l'article « Quantification of Spatial Distribution of as-cast Microstructural Features » par Ph. Jarry, M. Boehm et S. Antoine, paru dans Proceedings of the Light Metals 2001 Conference, Ed. J.L. Anjier, TMS, p. 903 - 909. La détermination du paramètre p* a fait l'objet d'un essai interlaboratoire dans le cadre du projet Européen VIRCAST, voir l'article de Ph. Jarry et A. Johansen « Characterisation by the p* method of eutectic aggregates spatial distribution in 5xxx and 3xxx aluminum alloys cast in wedge moulds and comparison with SDAS measurements", paru dans Solidification of Alloys, ed. M.G. Chu, D.A. Granger et Q. Han, TMS 2004.

[0022] Les parameters p* et s* sont basés sur l'analyse par microscopie optique de coupes polies de la forme brute à un grossissement typiquement de 50, ou tout autre grossissement qui réalise un bon compromis entre un échantillonnage représentatif de la microstructure étudiée et la résolution nécessaire. L'acquisition des images est effectuée typiquement par une caméra couleur de type CCD (charge-coupled device), reliée à un ordinateur d'analyse d'images. La procédure d'analyse, décrite en détail dans l'article précité de Ph. Jarry, M. Boehm et S. Antoine, comprend les étapes suivantes :

a. acquisition de l'image
b. seuillage des phases noires et analyse binaire des images présentant des niveaux de gris,
c. suppression des phases de très petite taille (pour un grandissement de 50, un groupe de moins de 5 pixels est considéré comme du bruit électronique),
d. analyse numérique de l'image à l'aide d'un algorithme de fermeture.

[0023] L'analyse numérique de l'image consiste en une fermeture itérative de l'image avec un pas grandissant. Le pas *i* qui ferme l'image C_i est défini par *i* dilatations successives de l'image du même objet (une dilatation consistant en le remplacement de chaque pixel d'une image par la valeur maximale de ses voisins) suivies par *i* érosions successives de l'image du même objet (une érosion consistant en le remplacement de chaque pixel d'une image par la valeur minimale de ses voisins) de l'image d, (à noter que les opérations d'érosion et de dilatation ne sont pas commutatives). Le rapport de surface A, qui représente la fraction surfacique des objets, est tracé en fonction du nombre de pas de fermeture *i*. On obtient une courbe sigmoïdale, qui est ensuite ajustée par une fonction sigmoïdale afin d'en extraire les paramètres caractéristiques p* et s*, sachant que p* est l'abscisse du point d'inflexion, exprimée en unités de longueur, et s* la pente au point d'inflexion de la courbe sigmoïdale.

[0024] Le paramètre p* est ainsi défini par l'équation

$$A = A_{min} + \frac{A_{max} - A_{min}}{(1 + \exp(\alpha(p^* - i)))}$$

dans laquelle
A désigne la fraction surfacique d'objets après transformation,
A_{min} désigne la fraction surfacique initiale de particules intermétalliques après seuillage,
A_{max} désigne leur fraction surfacique correspondant au remplissage conventionnel auquel on arrêt l'algorithme (en pratique 90%) afin d'éviter les problèmes de convergence lente en fin de remplissage,
i est le nombre de pas de calcul,
et α est un coefficient d'ajustement de la pente de la sigmoïde.

[0025] Le paramètre p* représente la distance moyenne entre particules présentes dans la matrice.

[0026] L'autre paramètre est s* défini par l'équation

$$s^* = \frac{\alpha \times (A_{max} - A_{min})}{4}$$

Il a été montré que 1/s* est proportionnel à l'écart type de la distribution des distances au premier voisin entre particules. Le paramètre s* est donc une mesure de la régularité de la distribution des phases dans la matrice.

[0027] La description de la structure de coulée par les paramètres s* et p* tient donc bien compte à la fois de la finesse et de l'uniformité de la microségrégation. La demanderesse a constaté que s* est plus significatif pour décrire la régularité de la distribution de particules, alors que p* est plus significatif pour décrire la finesse de leur distribution spatiale. Dans une réalisation préférée de l'invention, on fabrique une plaque de laminage selon le procédé de l'invention, de manière à obtenir une valeur de s* supérieure à 0,92 μm^{-1}, et de manière préférée supérieure à 0,94 μm^{-1} et à obtenir simultanément une valeur de p* inférieure à 107 μm.

[0028] Selon l'invention, la forme brute obtenue à l'issue de la coulée, telle qu'une billette de filage, une billette de forge ou une plaque de laminage, est transformée à chaud et optionnelement à froid jusqu'à son épaisseur finale. On soumet ensuite le produit d'épaisseur finale à un traitement thermique de mise en solution et trempe, suivi d'un détensionnement par traction contrôlée avec un allongement permanent compris entre 0,5 et 5%, et éventuellement suivi d'un revenu. Si l'allongement permanent obtenu lors du détensionnement par traction contrôlée est inférieur à 0,5%, le produit n'atteint pas une planéité suffisante. Si l'allongement permanent obtenu lors du détensionnement par traction contrôlée est supérieur à 5%, les propriétés de tolérance aux dommages peuvent être affectées.

[0029] Le procédé selon l'invention est particulièrement bien adapté pour élaborer des produits corroyés en alliage AA6056, en AA6156 ou en alliages similaires. Pour ces deux alliages, on préfère limiter la teneur en fer à 0,15%, et même à 0,13%, afin de diminuer la tendance à la microsegrégation lors de la coulée. Un mode de réalisation avantageux pour les alliages à traitement thermique comprend la transformation de la plaque de laminage par laminage à chaud en tôle d'une épaisseur comprise entre 3 et 12 mm, et le traitement thermique jusqu'à l'état T6. Appliqué aux alliages AA6056 ou AA6156, ce procédé conduit à une tôle avec une tolérance aux dommages K_R , déterminée au sens T-L pour une extension de fissure Δa_{eff} de 20 mm à partir d'une courbe R mesurée selon ASTM E561, d'au moins 115 MPa$\sqrt{m}$, et préférentiellement d'au moins 116 MPa$\sqrt{m}$.

[0030] On peut également appliquer, en utilisant des modes opératoires connus, un placage sur l'une ou les deux faces de ladite plaque de laminage, après scalpage ou éventuellement après une première séquence de laminage à chaud ; à titre d'exemple, cela peut être avantageux avec les alliages AA6056 et AA6156.

[0031] Une tôle en alliages AA6056 ou AA6156 fabriquée par le procédé selon l'invention possède par ailleurs à l'état T6 dans une épaisseur comprise entre 3 et 12 mm une tolérance aux dommages K_R , déterminée au sens T-L pour une extension de fissures Δa_{eff} de 60 mm obtenue à partir d'une courbe R mesurée selon ASTM E561, d'au moins 175 Pa$\sqrt{m}$.

[0032] Par ailleurs, sa vitesse de propagation de fissures da/dn au sens T-L, mesurée selon ASTM E 561 sur un panneau de largeur w = 400 pour Δk = 50 NTa$\sqrt{m}$ et R = 0.1, est inférieure à 2 10^{-2} mm/cycle.

[0033] Dans la pratique industrielle, l'amélioration du paramètre K_R qui résulte du procédé selon la présente invention pourra permettre d'augmenter la valeur minimale garantie de ce paramètre pour une contrainte donnée, sachant que ce paramètre, comme tous les paramètres qui caractérisent un produit métallurgique, montre toujours une certaine dispersion statistique.

[0034] Dans les exemples qui suivent, on décrit à titre d'illustration des modes de réalisation avantageux de l'invention. Ces exemples n'ont pas de caractère limitatif.

Exemples :

Exemple 1 :

[0035] On a coulé un alliage AA6056 en deux plaques de laminage de taille industrielle et notamment d'une épaisseur de 446 mm, à une vitesse de 55 mm/minute et à une température de 680°C. La composition chimique comprenait (en % massiques) :

Si 0,81 Mg 0,70 Cu 0,93 Mn 0,49 Fe 0,09.

[0036] Le Tableau 1 donne la méthode d'affinage (fil AlT3C0,15 ou AT5B. La désignation A1T3C0,15 correspond à une composition Al-3%Ti-0,15%C. La désignation AT5B correspond à une composition Al-5%Ti-1%B ; ce produit est connu aussi sous la désignation commerciale « AlTiB 5 :1 »), la teneur en Ti (en ppm massiques), le taux d'inoculation ainsi que des valeurs moyennes pour les paramètres s* et p* tels que définis ci-dessus. Les paramètres s* et p* ont été déterminés sur des échantillons coupées à environ 140 mm de la peau et au tiers largeur des plaques de laminage.

Tableau 1

Référence	Ti [ppm]	Taux d'inoculation [kg/t]	Affinant	s*	p*
4032A	180	0,7	AT5B	0,88	110
4032B	180	0,5	AlT3C0,15	0,99	101

[0037] A partir de ces plaques de laminage, on a fabriqué des tôles plaquées d'une épaisseur finale de 5 mm à l'état T6 en utilisant la même gamme de transformation comportant une homogénéisation, le laminage à chaud, la mise en solution, la trempe, le détensionnement par traction contrôlée et un revenu. L'allongement permanent obtenu lors du détensionnement par traction contrôlée était de 1,5%, La fraction de grains recristallisés mesurée entre le quart-épaisseur et la mi-épaisseur des produits finis était proche de 100%.

[0038] On a déterminé les caractéristiques mécaniques statiques ainsi que la tolérance aux dommages de ces tôles. Les résultats sont rassemblés au tableau 2. Le paramètre $K_{R(20)}$ se réfère à une valeur d'extension de fissure Δa_{eff} de 20 mm.

[0039] On a également déterminé la vitesse de propagation de fissures da/dn selon ASTM E 647 à partir d'une tôle de largeur w = 400 mm au sens T-L, avec un rapport R = 0,1.

Tableau 2

Référence / Paramètre	4032A	4032B
$R_{m(L)}$ [MPa]	369	373
$R_{p0,2(L)}$ [MPa]	353	355
$A_{(L)}$ [%]	15,0	14,2
$R_{m(TL)}$ [MPa]	372	375
$R_{p0,2(TL)}$ [MPa]	340	342
$A_{(TL)}$ [%]	13,0	12,5
$K_{R(20)(T-L)}$ [MPa$\sqrt{m}$]	113	119
$K_{R(40)(T-L)}$ [MPa$\sqrt{m}$]	148	153
$K_{R(60)(T-L)}$ [MPa$\sqrt{m}$]	172	178
da/dn pour Δk =10 MPa$\sqrt{m}$ [mm/cycle]	1,10 10^{-4}	1,5 10^{-4}
da/dn pour Δk = 30 MPa$\sqrt{m}$ [mm/cycle]	3,62 10^{-3}	2,90 10^{-3}
da/dn pour Δk = 50 MPa$\sqrt{m}$ [mm/cycle]	2,62 10^{-2}	1,85 10^{-2}

[0040] On constate que les caractéristiques mécaniques statiques des deux tôles ne diffèrent guère de manière

significative. En revanche, la résistance aux dommages, représentée par le paramètre K_R, augmente de manière significative lorsque l'affinage du métal liquide a été effectué avec un fil contenant des phases de type AlTiC. Pour ce dernier produit, la vitesse de propagation de fissures est plus faible lorsque le facteur d'intensité de contrainte atteint environ 30 MPa√m.

Exemple 2 :

[0041] On a coulé d'autres plaques de laminage en alliage AA6056 en utilisant le procédé selon l'invention. Les paramètres d'affinage et de microstructure de coulée sont résumés dans le tableau 3.

Tableau 3

Référence	Ti [ppm]	Taux d'inoculation [kg/t]	Affinant	s*	p*
4031A	50	0,5	AlT3C0,15	0,95	106
4031B	50	1	AlT3C0,15	0,98	101
4033A	430	0,5	AlT3C0,15	1,00	99
4033B	430	2	AlT3C0,15	1,04	87
4034A	630	0,5	AlT3C0,15	0,98	97
4034B	630	2	AlT3C0,15	1,01	94
4035A	80	0,5	AlT3C0,15	0,99	95
4035B	80	0,5	AlT3C0,15	0,98	96

[0042] Sur la base des données et résultats des tableaux 1 et 3, la figure 1 donne une comparaison des finesses des microstructures de coulée (paramètre p*) en fonction de la teneur en Ti et du type d'affinant. De même, la figure 2 donne une comparaison de la régularité des microstructures de coulée (paramètre s*).

Commentaire concernant les exemples 1 et 2 :

[0043] Le tableau 4 résume la teneur en Ti totale dans les alliages des exemples 1 et 2, ainsi que la taille de grains de fonderie.

Tableau 4

Référence	Affinant		Ti [ppm]	Fe [%]	Taille de grain		
	Type	Kg/t			Moyenne [μm]	Ecart-type	IC
4031A	AlTiC	0,5	50	0,09	902	214	153
4031B	AlTiC	1	50	0,09	655	101	72
4032A	AT5B	0,7	180	0,08	388	38	27
4032B	AlTiC	0,5	180	0,08	713	112	80
4033A	AlTiC	0,5	430	0,07	757	143	102
4033B	AlTiC	2	430	0,07	664	200	143
4034A	AlTiC	0,5	630	0,2	833	201	144
4034B	AlTiC	2	630	0,2	644	113	81
4035A	AlTiC	0,5	80	0,2	771	171	122
4035B	AlTiC	0,5	80	0,2	822	118	84

[0044] La teneur en Ti et C apportée par le fil d'affinage peut être-calculée à partir du taux d'inoculation et de la composition du fil :

Un affinage classique à 0,7 kg/t d'ATB5 introduit environ 7 ppm de B. Un affinage avec 1 kg/t de fil de type AT3C0.15 tel qu'utilisé pour ces essais introduit environ 1,5 ppm de C. Un affinage de 0,5 kg/t du même fil introduit la moitié, soit environ 0,75 ppm de C, alors qu'un affinage de 2 kg/t introduit le double, soit environ 3 ppm. Pour le titane, un affinage de 1 kg/t de AT3C0.15 introduit environ 30 ppm, un affinage de 0,5 kg/t la moitié (environ 15 ppm), et un affinage de 2 kg/t le double (environ 60 ppm).

Revendications

1. Procédé d'élaboration de produits en alliage d'aluminium à haute ténacité et résistance à la fatigue qui comprend les étapes suivantes

   (a) on prépare un bain d'un alliage d'aluminium,
   (b) on introduit dans ledit bain un affinant,
   (c) on coule une forme brute, telle qu'une billette de filage, une billette de forge ou une plaque de laminage,
   (d) on transforme à chaud ladite forme brute, éventuellement après scalpage, pour former une ébauche ou un produit d'épaisseur finale,
   (e) on transforme optionnellement à froid l'ébauche jusqu'à son épaisseur finale,
   (f) on soumet le produit issu de l'étape (d) ou (e) à un traitement thermique de mise en solution et trempe, suivi d'un détensionnement par traction contrôlée avec un allongement permanent compris entre 0,5 et 5%, et éventuellement suivi d'un revenu.

   caractérisé en ce que ledit affinant contient des particules de phases de type AlTiC, **en ce que** la quantité d'affinant est choisie de manière à ce que la taille moyenne de grain de fonderie de ladite forme brute soit supérieure à 500 μm et **en ce que** ledit alliage est un alliage AA6056 ou un alliage AA6156.

2. Procédé selon la revendication 1 **caractérisé en ce que** la quantité d'affinant est choisie de manière à ce que la distribution des phases intermétalliques de ladite forme brute, observée par microscopie optique avec un grossissement de 50, soit régulière.

3. Procédé selon la revendication 1 ou 2 **caractérisé en ce que** la fraction recristallisée mesurée entre le quart-épaisseur et la mi-épaisseur des produits issus de l'étape (f) soit supérieure à 70%.

4. Procédé selon une des revendications 1 à 3, **caractérisé en ce que** ladite forme brute contient moins de 0,0001% de bore.

5. Procédé selon une quelconque des revendications 1 à 4, dans lequel la teneur en fer ne dépasse pas 0,15%, et de manière préférée ne dépasse pas 0,13%.

6. Procédé selon une quelconque des revendications 1 à 5, dans lequel ladite forme brute est une plaque de laminage.

7. Procédé selon la revendication 6, dans lequel on applique un placage sur l'une ou les deux faces de ladite plaque de laminage, après scalpage ou éventuellement après une première séquence de laminage à chaud.

8. Plaque de laminage en alliage AA6056 ou AA6156 dont la taille moyenne de grain de fonderie est supérieure à 500 μm susceptible d'être obtenue par un procédé comprenant les étapes (a) à (c) du procédé selon une quelconque des revendications 1 ou 4 à 7 **caractérisée par** un paramètre s* supérieur à 0,92 μm^{-1}, et de manière préférée supérieur à 0,94 μm^{-1} et par un paramètre p* inférieur à 107 μm,
   où le paramètre p* est défini par l'équation

$$A = A_{min} + \frac{A_{max} - A_{min}}{(1 + \exp(\alpha(p^* - i)))}$$

   et où le paramètre s* est défini par l'équation

$$s^* = \frac{\alpha \times (A_{max} - A_{min})}{4}$$

dans lesquelles
A désigne la fraction surfacique d'objets après transformation,
A_{min} désigne la fraction surfacique initiale de particules intermétalliques après seuillage,
A_{max} désigne leur fraction surfacique correspondant au remplissage conventionnel auquel on arrête l'algorithme afin d'éviter les problèmes de convergence lente en fin de remplissage,
i est le nombre de pas de calcul,
et α est un coefficient d'ajustement de la pente de la sigmoïde.

9. Plaque de laminage selon la revendication 8 **caractérisée en ce qu'**elle contient moins de 0,0001 % de bore.

10. Tôle laminée susceptible d'être obtenue à partir d'une plaque de laminage selon une quelconque des revendications 8 à 9.

11. Tôle laminée en alliage AA6056 ou AA6156 selon la revendication 10, **caractérisée en ce qu'**elle possède à l'état T6 dans une épaisseur comprise entre 3 et 12 mm une tolérance aux dommages K_R , déterminée au sens T-L pour une extension de fissure Δa_{eff} de 20 mm à partir d'une courbe R mesurée selon ASTM E561, d'au moins 115 MPa$\sqrt{m}$, et préférentiellement d'au moins 116 MPa$\sqrt{m}$.

12. Tôle en alliage AA6056 ou AA6156 selon une quelconque des revendication 10 à 11, **caractérisée en ce qu'**elle possède à l'état T6 dans une épaisseur comprise entre 3 et 12 mm une tolérance aux dommages K_R , déterminée au sens T-L pour une extension de fissure Δa_{eff} de 60 mm à partir d'une courbe R mesurée selon ASTM E561, d'au moins 175 MPa$\sqrt{m}$.

13. Tôle en alliage AA6056 ou AA6156 selon une quelconque des revendications 10 à 12, **caractérisée en ce que** sa vitesse de propagation de fissures da/dn au sens L-T, mesurée selon ASTM E 561 au sens L-T sur un panneau de largeur w = 400 pour Δk = 50 3MPa$\sqrt{m}$ et R = 0.1 , est inférieure à 2 10^{-2} mm/cycle.

14. Tôle en alliage AA6056 ou AA6156 selon une quelconque des revendications 10 à 13 **caractérisée en ce qu'**elle est plaquée sur une ou deux faces.

Claims

1. Process for manufacturing aluminium alloy products, with high toughness and fatigue resistance that includes the following steps:

(a) an aluminium alloy bath is prepared,
(b) a refining agent containing particles of AlTiC type phases is added into the said bath,
(c) an as-cast form such as an extrusion ingot, a forging ingot or a rolling ingot is cast,
(d) the said as -cast form is hot transformed, possibly after scalping, to form a blank or a product with the final thickness,
(e) optionally the blank is cold transformed to its final thickness,
(f) a solution heat treatment and quenching is applied to the product output from step (d) or (e), followed by relaxation by controlled stretching with permanent elongation between 0.5 and 5%, and possibly annealing,

characterised in that the quantity of refining agent is chosen such that the average casting grain size of the said as-cast form is more than 500 μm and **in that** said alloy is an AA6056 or AA6156 alloy.

2. Process according to claim 1, characteri sed in that the quantity of refining agent is chosen such that there is a uniform distribution of intermetallic phases of the said as cast form, observed by an optical microscope with a magnification of 50.

3. Process according to claim 1 or 2, characteris ed in that the recrystallised fraction measured between the quarter thickness and the mid -thickness of products output from step (f) is greater than 70%.

4. Process according to claims 1 to 3, **characterised in that** said as-cast form contains less than 0.0001% of boron.

5. Process according to any one of claims 1 to 4, in which the iron content does not exceed 0.15%, and preferably does not exceed 0.13%.

6. Process according to any one of claims 1 to 5, in which the said as-cast form is a rolling ingot.

7. Process according to claim 6, in which the said rolling ingot is cladded on one or both sides, after scalping or possibly after a first hot rolling sequence.

8. Rolling ingot made of an alloy AA6056 or AA6156 with an average casting grain size higher than 5 00 μm that can be obtained by a process including steps (a) to (c) of the process according to any one of claims 1 or 4 to 7 **characterized by** a parameter s* greater than 0.92 μm^{-1}, and preferably greater than 0.94 μm and by a parameter p* of less than 107 μm,
wherein parameter p* is defined according to the equation

$$A = A_{\min} + \frac{A_{\max} - A_{\min}}{(1 + \exp(\alpha(p^* - i)))}$$

and wherein parameter s* is defined by the equation

$$s^* = \frac{\alpha \times (A_{\max} - A_{\min})}{4}$$

in which:

A denotes the surface area fraction of objects after transformation,
A_{min} denotes the initial surface area fraction of intermetallic particles after thresholding,
A_{max} denotes their surface area fraction corresponding to conventional filling at which the algorithm is normally stopped (in practice 90%) in order to avoid slow convergence problems at the end of filling,
i is the number of calculation steps,
and α is a sigmoid slope adjustment factor.

9. Rolling ingot according to claim 8 **characterized in that** the boron content is at least 0,0001%.

10. Rolled sheet that can be obtained star ting from a rolling ingot according to any one of claims 8 to 9

11. Rolled sheet made from an AA6056 or AA6156 alloy according to claim 10, **characterised in that** it is in the T6 temper with a thickness between 3 and 12 mm, a damage tolerance K_R determined in the T -L direction for a crack extension of Δa_{eff} equal to 20 mm using an R curve measured according to ASTM E561, equal to at least 115 MPa √m, and preferably at least 116 MPa√M.

12. Rolled sheet made from an AA6056 or AA6156 alloy according to claim 10 or 11, **characterised in that** it is in the T6 temper with a thickness between 3 and 12 mm, has a damage tolerance K_R determined in the T-L direction for a crack extension Δa_{eff} equal to 60 mm using an R curve measured according to ASTM E561, equal to at least 175 MPa√m.

13. Rolled sheet made from an AA6056 or AA6156 alloy according to one of claims 10 to 12, **characterised in that** its crack propagation rate da/dn in the T -L direction, measured according to ASTM E 561 on a panel with width w = 400 for Δk = 50 MPa√m and R = 0.1, is less than 2 x 10^{-2} mm/cycle.

14. Rolled sheet made from an AA6056 or AA6156 alloy according to one of claims 10 to 13 **characterized in that** it is cladded on one or two sides.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung hochfester und ermüdungsfester Aluminiumlegierungsprodukte, das folgende Schritte umfasst:

   (a) es wird ein Aluminiumlegierungsbad hergestellt,
   (b) in das Bad wird ein Feinungsmittel eingebracht,
   (c) es wird eine Rohform gegossen, wie z.B. ein Pressbarren, ein Schmiedebarren oder ein Walzbarren,
   (d) die Rohform wird warm umgeformt, eventuell nach erfolgtem Fräsen, um ein Vormaterial oder ein Produkt mit Enddicke herzustellen,
   (e) das Vormaterial wird optional auf seine Enddicke kalt umgeformt,
   (f) das Produkt aus dem Schritt (d) oder (e) wird einer Wärmebehandlung bestehend aus Lösungsglühen und Abschrecken unterzogen, an die sich eine Entspannung durch kontrolliertes Recken mit einer bleibenden Dehnung zwischen 0,5 und 5 % und eventuell eine Warmauslagerung anschließen,

   dadurch gekennzeichnet, dass das Feinungsmittel Teilchen aus AlTiC-Phasen enthält, dass die Menge an Feinungsmittel so gewählt wird, dass die mittlere Gusskorngröße der Rohform größer als 500 μm ist und dass die Legierung eine Legierung AA6056 oder eine Legierung AA6156 ist.

2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Menge an Feinungsmittel so gewählt wird, dass die im Lichtmikroskop mit 50-facher Vergrößerung beobachtete Verteilung der intermetallischen Phasen der Rohform regelmäßig ist.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet, dass** der rekristallisiere Anteil gemessen zwischen einem Viertel der Dicke und der halben Dicke der Produkte aus dem Schritt (f) größer als 70 % ist.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Rohform weniger als 0,0001 % Bor enthält.

5. Verfahren nach irgendeinem der Ansprüche 1 bis 4, wobei der Gehalt an Eisen 0,15 % und vorzugsweise 0,13 % nicht übersteigt.

6. Verfahren nach irgendeinem der Ansprüche 1 bis 5, wobei die Rohform ein Walzbarren ist.

7. Verfahren nach Anspruch 6, wobei nach erfolgtem Fräsen oder eventuell nach einer ersten Warmwalzstufe eine Plattierung auf eine oder beide Seiten des Walzbarrens aufgebracht wird.

8. Walzbarren aus Legierung AA6056 oder AA6156 mit einer mittleren Gusskorngröße größer als 500 μm, der durch ein Verfahren gewonnen werden kann, welches die Schritte (a) bis (c) des Verfahrens nach irgendeinem der Ansprüche 1 oder 4 bis 7 umfasst, **gekennzeichnet durch** einen Parameter s* größer als 0,92 μm^{-1}, vorzugsweise größer als 0,94 μm^{-1}, und **durch** einen Parameter p* kleiner als 107 μm,
   wobei der Parameter p* definiert ist **durch** die Gleichung

$$A = A_{min} + \frac{A_{max} - A_{min}}{1 + exp(\alpha(p^* - i))},$$

   und wobei der Parameter s* definiert ist **durch** die Gleichung

$$s^* = \frac{\alpha \times (A_{max} - A_{min})}{4},$$

   worin
   A den Oberflächenanteil von Gegenständen nach erfolgter Umformung bezeichnet,
   A_{min} den anfänglichen Oberflächenanteil intermetallischer Teilchen nach erfolgter Schwellenwertbestimmung be-

zeichnet,
A_{max} ihren Oberflächenanteil entsprechend der konventionellen Füllung bezeichnet, bei welcher der Algorithmus gestoppt wird, um die Probleme der langsamen Konvergenz am Ende des Füllvorgangs zu vermeiden,
i die Zahl der Rechenschritte ist,
und α ein Koeffizient zum Abgleich der Steilheit der Sigmoidkurve ist.

9. Walzbarren nach Anspruch 8, **dadurch gekennzeichnet, dass** er weniger als 0,0001 % Bor enthält.

10. Walzblech, welches aus einem Walzbarren nach irgendeinem der Ansprüche 8 bis 9 gewonnen werden kann.

11. Walzblech aus Legierung AA6056 oder AA6156 nach Anspruch 10, **dadurch gekennzeichnet, dass** es im Zustand T6 in einer Dicke im Bereich zwischen 3 und 12 mm eine Schadentoleranz K_R, ermittelt aus einer nach ASTM E 561 gemessenen R-Kurve in Quer-Längsrichtung bei einer Rissausdehnung Δa_{eff} von 20 mm, von mindestens 115 MPa$\sqrt{m}$ und vorzugsweise von mindestens 116 MPa$\sqrt{m}$ besitzt.

12. Blech aus Legierung AA6056 oder AA6156 nach irgendeinem der Ansprüche 10 bis 11, **dadurch gekennzeichnet, dass** es im Zustand T6 in einer Dicke im Bereich zwischen 3 und 12 mm eine Schadentoleranz K_R, ermittelt aus einer nach ASTM E 561 gemessenen R-Kurve in Quer-Längsrichtung bei einer Rissausdehnung Δa_{eff} von 60 mm, von mindestens 175 MPa$\sqrt{m}$ besitzt.

13. Blech aus Legierung AA6056 oder AA6156 nach irgendeinem der Ansprüche 10 bis 12, **dadurch gekennzeichnet, dass** seine Rissausbreitungsgeschwindigkeit da/dn in Längs-Querrichtung, gemessen nach ASTM E 561 in Längs-Querrichtung an einer Platte der Breite w = 400 bei Δk = 50 MPa$\sqrt{m}$ und R = 0.1, kleiner als 2 10^{-2} mm / Zyklus ist.

14. Blech aus Legierung AA6056 oder AA6156 nach irgendeinem der Ansprüche 10 bis 13, **dadurch gekennzeichnet, dass** es auf einer oder beiden Seiten plattiert ist.

Figure 1

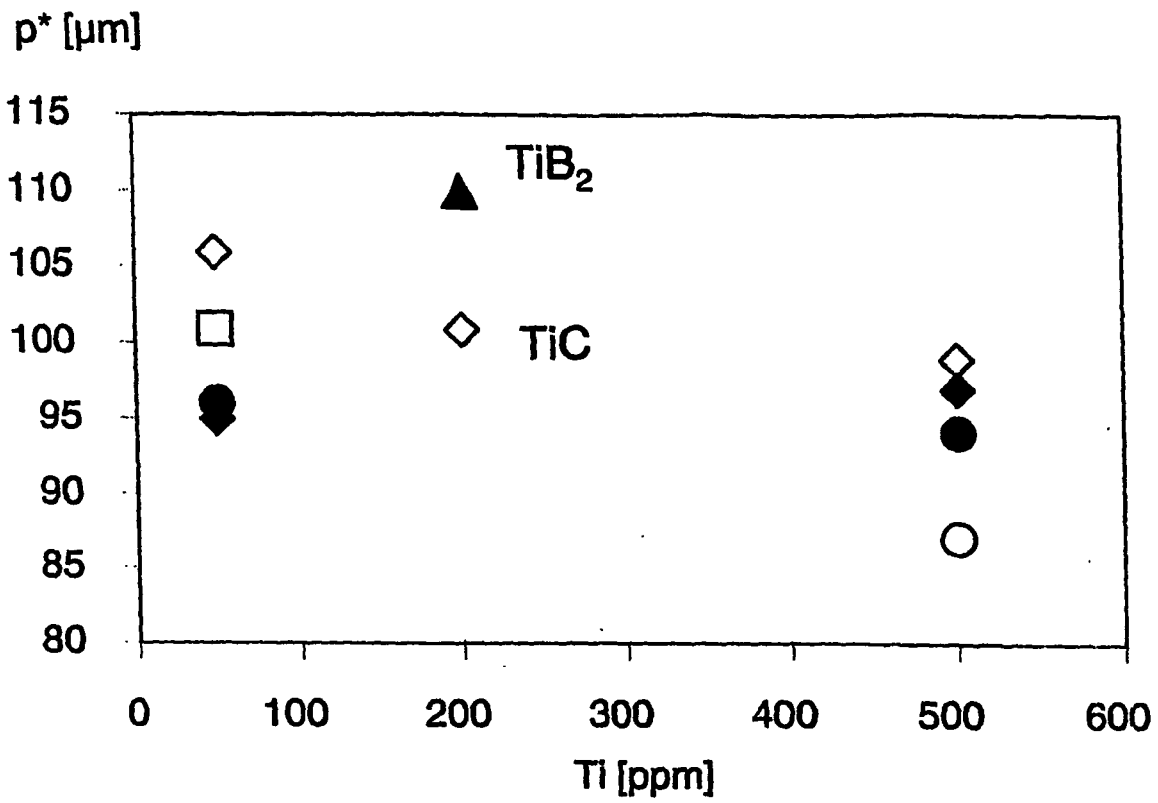
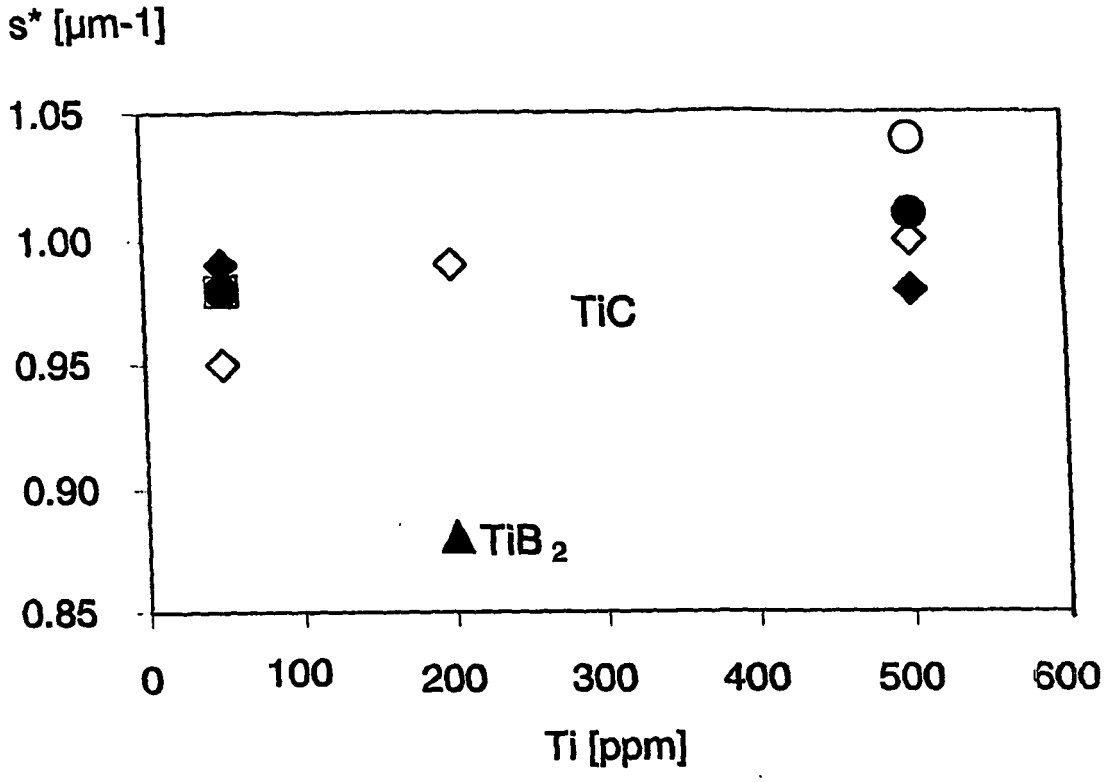

p* [µm]
115
110
105
100
95
90
85
80
TiB2
TiC
0
100
200
300
400
500
600
Ti [ppm]

Figure 2


s* [µm-1]
1.05
1.00
0.95
0.90
0.85
TiC
TiB 2
0
100
200
300
400
500
600
Ti [ppm]

RÉFÉRENCES CITÉES DANS LA DESCRIPTION

Cette liste de références citées par le demandeur vise uniquement à aider le lecteur et ne fait pas partie du document de brevet européen. Même si le plus grand soin a été accordé à sa conception, des erreurs ou des omissions ne peuvent être exclues et l'OEB décline toute responsabilité à cet égard.

Documents brevets cités dans la description

- EP 1205567 A **[0007]**
- EP 1158068 A, Pechiney Rhenalu **[0008]**
- US 5104616 A, Baeckerud **[0009]**

Littérature non-brevet citée dans la description

- Microstructure and Toughness of High-Strength Aluminium Alloys. **J.T. Staley.** Properties Related to Fracture Toughness. ASTM Special Technical Publication, 1976, vol. 65, 71-103 **[0005]**
- Quantification of Spatial Distribution of as-cast Microstructural Features. **Ph. Jarry ; M. Boehm ; S. Antoine.** Proceedings of the Light Metals 2001 Conference. TMS, 903-909 **[0021]**
- Characterisation by the p* method of eutectic aggregates spatial distribution in 5xxx and 3xxx aluminum alloys cast in wedge moulds and comparison with SDAS measurements. **Ph. Jarry ; A. Johansen.** Solidification of Alloys. TMS, 2004 **[0021]**