



CONFÉDÉRATION SUISSE
OFFICE FÉDÉRAL DE LA PROPRIÉTÉ INTELLECTUELLE

⑤ Int. Cl.: C 22 C 21/10
C 22 F 1/04

Brevet d'invention délivré pour la Suisse et le Liechtenstein
Traité sur les brevets, du 22 décembre 1978, entre la Suisse et le Liechtenstein



⑫ FASCICULE DU BREVET A5

⑪

634 354

⑳ Numéro de la demande: 5875/78

⑦ Titulaire(s):
Société de Transformation de l'Aluminium
Péchiney, Paris (FR)

㉒ Date de dépôt: 30.05.1978

③ Priorité(s): 02.06.1977 FR 77 17476

⑦ Inventeur(s):
Jean Bouvaist, Grenoble (FR)
Daniel Ferton, Grenoble (FR)

㉔ Brevet délivré le: 31.01.1983

④ Fascicule du brevet
publié le: 31.01.1983

⑦ Mandataire:
William Blanc & Cie conseils en propriété
industrielle S.A., Genève

⑤ Procédé de traitement thermique des tôles en alliage d'aluminium, en vue d'améliorer leur ténacité, et tôle obtenue par ce procédé.

⑤ On décrit un procédé de traitement thermique de tôles en alliage d'aluminium contenant du zinc, du magnésium et du cuivre à titre d'éléments d'addition principaux, en vue d'améliorer leur ténacité, ainsi que la tôle obtenue par ce procédé.

Ce procédé consiste à faire un traitement à haute température de durée suffisamment brève pour éviter la coalescence en trop grosses particules. Ce traitement se fait de préférence au stade de l'homogénéisation pour les produits minces et au stade de la mise en solution finale pour les produits épais.

La tôle obtenue par ce procédé renferme des particules de phase insoluble $Al_{12}Mg_2Cr$ ayant un diamètre moyen compris entre 800 Å et 1.000 Å.

Le procédé trouve son application en particulier pour les fabrications des tôles minces ou épaisses pour l'industrie aéronautique.

REVENDEICATIONS

1. Tôle en alliage à base d'aluminium, comprenant les éléments d'addition principaux suivants:

Zinc	= 5,2 à 6,2%
Magnésium	= 1,9 à 2,5%
Cuivre	= 1,2 à 2,9%
Chrome	= 0,18 à 0,25%

et les impuretés:

Fer	<0,12%
Silicium	<0,10%
Manganèse	<0,06%
Titane	<0,06%

et contenant des particules de phase insoluble $Al_{12}Mg_2Cr$, caractérisée par le fait que ces particules ont un diamètre moyen compris entre 800 et 1000 Å.

2. Tôle en alliage à base d'aluminium, selon la revendication 1, caractérisée en ce que le nombre des particules de phase insoluble $Al_{12}Mg_2Cr$ est compris entre 70 et 110/ μ^3 .

3. Tôle selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisée par le fait qu'elle a une épaisseur inférieure à 12,7 mm.

4. Tôle selon la revendication 3, caractérisée par le fait que cette tôle est une tôle plaquée.

5. Tôle selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisée par le fait qu'elle a une épaisseur supérieure à 8 mm.

6. Procédé de fabrication d'une tôle selon l'une des revendications 1 à 4, comprenant les opérations successives de coulée d'une plaque ayant la composition indiquée, d'homogénéisation, de laminage à chaud, enfin de mise en solution, de trempe et de revenu, caractérisé en ce que le traitement d'homogénéisation est effectué, sans palier préliminaire, à une température supérieure à celle de fusion des eutectiques métastables pendant une durée de 4 à 12 h.

7. Procédé selon la revendication 6, caractérisé par le fait que l'opération de laminage à chaud est immédiatement suivie d'un laminage à froid.

8. Procédé de fabrication d'une tôle selon l'une des revendications 1, 2 ou 5, comprenant les opérations successives de coulée d'une plaque ayant la composition indiquée, d'homogénéisation, de laminage à chaud, enfin de mise en solution, de trempe et de revenu, caractérisé en ce que le traitement de mise en solution comporte au moins un palier à une température comprise entre 505 et 535°C et de durée suffisante pour faire apparaître des particules de $Al_{12}Mg_2Cr$ de diamètre moyen compris entre 800 et 1000 Å.

9. Procédé selon la revendication 8, caractérisé en ce que le palier entre 505 et 535°C dure entre 30 à 90 min et est précédé par un palier entre 465 et 480°C d'une durée comprise entre 15 min et 4 h.

10. Procédé selon l'une des revendications 8 ou 9, caractérisé par le fait que l'opération de laminage à chaud est immédiatement suivie d'un laminage à froid.

L'invention concerne un procédé de traitement thermique de tôles en alliage d'aluminium en vue d'améliorer leur ténacité, ainsi que la tôle obtenue par ce procédé. Ce procédé peut être appliqué aussi bien aux tôles épaisses qu'aux tôles minces.

La ténacité des alliages d'aluminium s'apprécie en particulier par la mesure du facteur critique d'intensité de contrainte. Cette mesure s'effectue dans le cas de produits épais suivant la norme ASTM E 399-74 et conduit à la détermination du facteur K_{IC} .

Dans le cas des produits minces, la mesure se fait suivant une méthode proposée par l'ASTM, «Proposed Recommended Practice for R-Curve Determination», p. 811-825 de la partie 10 (1975) «Annual Book of ASTM Stds». Les éprouvettes sont à entaille

centrale (CCT) d'une largeur de 400 mm. Cette méthode conduit à la détermination du facteur K_{IC} .

La ténacité d'un produit, c'est-à-dire sa résistance à la propagation brutale d'une fissure, sera d'autant plus grande que la valeur du K_{IC} de K_{IC} sera élevée.

Le brevet français N° 2163281 décrit une méthode de traitement d'un alliage d'aluminium pour des applications aéronautiques de type 7475 ayant la composition suivante (en poids):

Zinc	= 5,2 à 6,2%
Magnésium	= 1,9 à 2,5%
Cuivre	= 1,2 à 2,9%
Chrome	= 0,18 à 0,25%

Fer	<0,12%
Silicium	<0,10%
Manganèse	<0,06%
Titane	<0,06%

Cette méthode vise à obtenir par traitement à haute température des ténacités et des résistances à la déchirure élevées, ces qualités étant liées, d'après le brevet en référence, à l'obtention de particules de phase E ($Al_{12}Mg_2Cr$) de taille moyenne supérieure à 1400 Å.

Ces traitements à haute température: 504 à 538°C doivent être de durée suffisante pour obtenir cette taille moyenne de particules.

Pratiquement, il est recommandé de faire un traitement de 6 à 48 h sur les lingots ou les plaques, puis un traitement de mise en solution sur la tôle de 15 min au moins et, de préférence, voisin de 2 h. Il est aussi possible de ne faire qu'un traitement unique à 504-538°C au niveau de la mise en solution, à condition qu'on puisse tolérer une durée de traitement de mise en solution à haute température assez prolongée pour obtenir les particules de phase E > 1400 Å.

L'invention découle de la découverte, faite par la titulaire, du fait qu'il n'est pas du tout utile d'obtenir des tailles moyennes de particules de phase E égales ou supérieures à 1400 Å pour obtenir des caractéristiques de ténacité améliorées sur cet alliage.

Une taille élevée de particules peut même présenter des inconvénients, par exemple favoriser les déformations à la trempe. En effet, ces déformations sont d'autant plus élevées que la limite élastique de l'alliage aux températures de trempe est plus basse. Or, à ces températures, les caractéristiques ne sont plus liées au durcissement structural, les zones de Guinier ayant bien évidemment disparu, mais au durcissement par phases dispersées dues aux insolubles. Mais ce durcissement est d'autant plus efficace que les particules sont plus proches et plus petites. Leur coalescence entraîne donc une diminution de la limite élastique, donc une augmentation des déformations.

En outre, il est difficile d'augmenter la taille moyenne des particules de phase E sans que ne coalescent des particules de taille très élevée (de l'ordre du micron). Or, une recherche faite par S.A. Levy (Reynolds Metals Company) et publiée par «National Technical Information Service», comparant des alliages 7075 au zirconium et au chrome respectivement, a montré que les premiers qui ont la plus faible proportion de grosses particules (1 à 10 μ) ont aussi la ténacité la plus élevée.

Selon le procédé de l'invention, il n'est pas non plus nécessaire de faire un traitement thermique à haute température au stade de la mise en solution; il peut très bien être fait seulement au stade de l'homogénéisation, c'est-à-dire sur plaques ou lingots de fonderie.

Mais que le traitement soit fait au stade de l'homogénéisation ou de la mise en solution, les produits obtenus par le procédé objet de l'invention sont caractérisés par un diamètre moyen de particules de phase E, calculée suivant la méthode décrite ci-après, compris entre 800 et 1000 Å.

Cette distribution des diamètres de particules peut également être caractérisée par le nombre de particules de phase E par unité de volume: de 70 à 110 particules par μ^3 .

Il est important, afin de définir avec plus de précision les caractéristiques de l'invention, d'indiquer comment ces mesures de diamètre de particules sont exécutées.

Compte tenu du faible diamètre des précipités de phase E, la seule technique possible pour évaluer leur diamètre est l'examen de lames minces de l'alliage en microscopie électronique par transmission. Afin de remédier au caractère localisé de ce type d'examen, plusieurs lames minces (en général 4) sont examinées dans chaque cas. Sur l'ensemble de celles-ci on examine au total 30 champs à grossissement 20 000, ce qui représente une surface totale examinée de 400 μ^2 . On mesure alors les dimensions des particules à l'aide d'une loupe micrométrique au 1/10^e de mm. L'étalonnage du microscope est réalisé à l'aide d'une grille micrométrique étalon et l'incertitude sur le grossissement après étalonnage est inférieure à 0,2%. On a vérifié au préalable par microdiffraction électronique que toutes les particules visibles correspondaient à la phase E.

Pour déterminer la taille de particules équiaxes de formes irrégulières, telles que des grains, des cellules, ou des particules de précipités, il est d'usage de les assimiler à des sphères et de calculer alors le diamètre moyen par :

$$\bar{D} = \frac{\sum N_j D_j}{\sum N_j}$$

l'écart type de la distribution $\sigma(D)$ et N_V le nombre total de particules par unité de volume (d'après Underwood, «Quantitative Stereology», 1970, Addison – Wesley Publishing Co. New York).

Dans le cas des particules non équiaxes, apparaissant en microscopie électronique en transmission sous forme de bâtonnets de largeur l et de longueur L , on suppose que leur dimension dans la direction normale au plan d'observation est aussi égale à la plus grande dimension mesurée dans le plan d'observation (soit L), et on les assimile lors du comptage à des particules sphériques de diamètre L : cela conduit à surestimer quelque peu le diamètre moyen.

Le nombre de particules par microcube est calculé en divisant le nombre de particules comptées dans le champ total de 400 μ^2 par le volume de métal examiné (épaisseur de la lame voisine de 0,12 μ m).

Le traitement thermique objet de l'invention, lui permet d'obtenir la distribution de particules définie ci-dessus et les caractéristiques mécaniques qui en découlent et qui seront indiquées plus loin, peut s'appliquer selon deux variantes :

— La première variante s'applique de préférence aux produits minces, c'est-à-dire pratiquement aux tôles d'épaisseur comprise entre 1 et 12,7 mm et, plus particulièrement, entre 1 à 5 mm.

Ce traitement consiste à faire une homogénéisation sur les plaques de fonderie comprise entre 4 et 12 h et, de préférence, voisine de 8 h à une température comprise entre 505 et 535°C, donc

supérieure à celle du point de fusion des eutectiques métastables. Les tôles sont ensuite laminées à chaud puis à froid et, enfin, elles subissent un traitement de mise en solution classique à une température inférieure à 499°C, pouvant être très bref, et compris, par exemple, entre 10 et 20 min. Enfin, elles sont de façon classique soumises à une trempe et à un revenu.

Le traitement d'homogénéisation se fait sans palier préalable à une température plus faible et sans obligation de respecter une quelconque vitesse de montée en température. Peu importe que des phases liquides apparaissent momentanément et soient résorbées par la suite. Il suffit simplement que la teneur en hydrogène soit limitée à une valeur inférieure à 2 ppm et, de préférence, 0,1 ppm et que toutes les précautions soient prises pour éviter pendant le traitement une pression partielle de vapeur d'eau trop élevée à l'intérieur du four.

15 — La deuxième variante s'applique de préférence aux tôles épaisses, c'est-à-dire pratiquement aux tôles d'épaisseur supérieur à 8 mm et, plus particulièrement, supérieure à 15 mm.

Pour ce type de produit, le traitement objet de l'invention se caractérise par la combinaison d'une homogénéisation classique, c'est-à-dire inférieure à 477, 460°C par exemple. Le produit est ensuite laminé à chaud jusqu'à l'épaisseur finale, puis il subit, avant la trempe, un traitement de mise en solution au cours duquel le traitement à haute température est effectué. Ce traitement de mise en solution se différencie par deux paliers :

25 a) le premier palier à une température habituelle pour ce type de traitement comprise entre 465 et 488°C d'une durée comprise entre 15 min et 4 h,

b) le deuxième palier à haute température (de 505 à 535°C) d'une durée assez brève, si l'on considère qu'il constitue le seul palier à haute température pendant toute la gamme de transformation de 1/2 h à 1 1/2 h. Un traitement de trempe et un revenu terminent la gamme de transformation.

Toutefois, dans le cas de produits ne présentant pas de point de fusion eutectique vers 490°C, le premier palier n'est pas indispensable et il est possible de monter rapidement à une température comprise entre 505 et 535°C.

Les exemples qui vont suivre servent à illustrer l'invention et à mieux mettre en évidence les différences avec l'art antérieur.

Les exemples 1 et 2 concernent des tôles minces alors que les 40 exemples 3 et 4 concernent des tôles épaisses.

Exemple 1 :

A partir d'un même lot de deux plaques d'alliage 7475, en provenance d'une même coulée, on a procédé aux opérations 45 figurant dans le tableau ci-après :

	Gamme classique – Plaque N° 1	Gamme selon l'invention – Plaque N° 2
Homogénéisation	8 h à 460°C	8 h à 515°C
Laminage à chaud	de 280 mm d'épaisseur à 4,5 mm	de 280 mm d'épaisseur à 4,5 mm
Laminage à froid	de 4,5 mm d'épaisseur à 1,6 mm	de 4,5 mm d'épaisseur à 1,6 mm
Mise en solution	15 min à 465°C	15 min à 465°C
Trempe	eau froide	eau froide
Revenu	4 h à 122°C + 15 h à 162°C	4 h à 122°C + 15 h à 162°C

La ténacité a été appréciée, d'une part, par le rapport $Re/R_{0,2}$, rapport de la résistance à la rupture à la traction d'une éprouvette entaillée (rayon du fond d'entaille moins de 13 μ), à la limite élastique à 0,2% d'allongement et, d'autre part, par la valeur du coefficient K_C ,

facteur critique d'intensité de contrainte exprimé en mégapascals/
65 $\sqrt{\text{mètre}}$. Ce rapport $Re/R_{0,2}$ qui fait l'objet de la norme ASTM E 338-73, pour les tôles minces et d'un projet de norme ASTM pour les tôles épaisses («Book of Standards», partie 10, 1974, p. 657-668) est en bonne corrélation avec le facteur K_C .

Les résultats complétés par l'indication des diamètres moyens de particules de phase E figurent dans le tableau ci-après.

Les conditions opératoires pour la mesure de K_{IC} ou de K_{IC} sont indiquées par un groupe de deux lettres dont la première désigne le sens

de l'effort et la deuxième le sens de propagation de la fissure avec les significations suivantes: L = sens long

T = sens travers long

S = sens travers court

	Re/R _{0,2}	K _{IC} (T-L)	Diamètre moyen des particules	Nombre de particules/μ ³
Plaque N° 1	0,95	128	680 Å	168
Plaque N° 2 (selon l'invention)	0,96	137	825 Å	70

Exemple 2:

A partir d'un même lot de deux plaques d'alliage 7475 provenant de la même coulée que celle de l'exemple 1, on a procédé aux opérations suivantes:

	Gamme classique -- Plaque N° 3	Gamme selon l'invention -- Plaque N° 4
Homogénéisation	8 h à 460°C	8 h à 515°C
Laminage à chaud	de 280 mm d'épaisseur à 7,2 mm	de 280 mm d'épaisseur à 7,2 mm
Laminage à froid	de 7,2 mm d'épaisseur à 4,75 mm	de 7,2 mm d'épaisseur à 4,75 mm
Mise en solution	26 min à 465°C	26 min à 465°C
Trempe	eau froide	eau froide
Revenu	4 h à 122°C + 15 h à 162°C	4 h à 122°C + 15 h à 162°C

Les résultats des mesures destinées à apprécier la ténacité des alliages essayés figurent dans le tableau ci-après:

	Re/R _{0,2}	K _{IC} (T-L)	Diamètre moyen des particules	Nombre de particules/μ ³
Plaque N° 3	0,83	82,5	680 Å	168
Plaque N° 4	0,94	123	865 Å	86

Dans chacun de ces deux exemples, les valeurs de K_{IC} les plus élevées sont obtenues par le traitement objet de l'invention.

Exemple 3:

A partir d'un même lot de trois plaques d'alliage 7475, en provenance d'une même coulée mais différente de la coulée des exemples 1 et 2, on a réalisé les opérations schématisées dans le tableau ci-après:

	Gamme classique -- Plaque N° 5	Gamme selon l'invention (1 ^{re} variante) -- Plaque N° 6	Gamme selon l'invention (2 ^e variante) -- Plaque N° 7
Homogénéisation	8 h à 460°C	8 h à 515°C	8 h à 460°C
Laminage à chaud	de 280 mm d'épaisseur à 16 mm	de 280 mm d'épaisseur à 16 mm	de 280 mm d'épaisseur à 16 mm
Mise en solution	3 h à 465°C	3 h à 482°C	3 h à 482°C + 1 h à 515°C
Trempe	eau froide	eau froide	eau froide

	Gamme classique – Plaque N° 5	Gamme selon l'invention (1 ^{re} variante) – Plaque N° 6	Gamme selon l'invention (2 ^e variante) – Plaque N° 7
Revenu	5 h à 120°C + 15 h à 159°C	6 h à 105°C + 24 h à 157°C	5 h à 120°C + 15 h à 159°C
K _C , sens L-T	147	165	189

Exemple 4:

A partir de deux autres plaques provenant de la même coulée que celle de l'exemple 3, on a réalisé les opérations décrites dans le tableau ci-après:

	Gamme classique – Plaque N° 8	Gamme selon l'invention (2 ^e variante) – Plaque N° 9
Homogénéisation	8 h à 460°C	8 h à 460°C
Laminage à chaud	de 280 mm d'épaisseur à 80 mm	de 280 mm d'épaisseur à 60 mm
Mise en solution	3 h à 465°C	3 h à 482°C + 1 h à 515°C
Trempe	eau froide	eau froide
Revenu	6 h à 105°C + 24 h à 165°C	6 h à 105°C + 24 h à 165°C

Les valeurs mesurées de K_{1C} dans les trois sens: L-T, T-L et S-L, ainsi que le diamètre moyen des particules de phase E, figurent dans le tableau ci-après:

	K _{1C} (MPa √m)			Diamètre moyen des particules	Nombre de particules/μ ³
	L-T	T-L	S-L		
Plaque N° 8	40,5	38,9	32,6	695 Å	119
Plaque N° 9	51,7	39,3	37,3	842 Å	81

Dans chacun de ces quatre exemples, on note une amélioration notable des valeurs de K_{1C} ou de K_C. Les résultats obtenus sur la plaque N° 9 soumise seulement à 1 h de traitement à 515°C sont remarquables.