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

(11) Numéro de publication: **0 081 441**
A1

(12) # DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(21) Numéro de dépôt: **82420168.5**

(22) Date de dépôt: **01.12.82**

(51) Int. Cl.³: **C 22 F 1/04**
C 22 C 21/10

(30) Priorité: **03.12.81 FR 8122969**

(43) Date de publication de la demande:
15.06.83 Bulletin 83/24

(84) Etats contractants désignés:
AT BE CH DE GB IT LI LU NL SE

(71) Demandeur: **SOCIETE METALLURGIQUE DE GERZAT**
23 bis, rue Balzac
F-75008 Paris(FR)

(72) Inventeur: **Develay, Roger**
11, rue Lionel Terray Seyssins
F-38170 Seyssinet Pariset(FR)

(72) Inventeur: **Anagnostidis, Marc**
76 bis, avenue de Royat
F-63400 Chamalieres(FR)

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

(54) **Méthode pour l'obtention de produits filés en alliages type Al-Zn-Mg-Cu à haute résistance et à tenacité sens travers améliorée.**

(57) La présente invention concerne un procédé d'obtention de produits filés en alliage d'Al type Al–Zn–Mg–Cu à haute résistance qui possèdent à l'état traité (type T6 ou T7) une ductilité et une ténacité élevées, en particulier dans le sens travers, ainsi qu'une bonne résistance à la corrosion sous tension.

Cette méthode consiste à :

- couler un alliage dont la composition est la suivante (% en poids)

Fe ⩽ 0,10	Mn 0,15 à 0,25
Si ⩽ 0,08	Zr 0,08 à 0,14
Cu 1,0 à 2,0	Ti ⩽ 0,10
Mg 2,1 à 3,5	autres chacun ⩽ 0,05
Zn 7,2 à 9,5	autres total ⩽ 0,15
Cr 0,07 à 0,17	reste : Al

- à homogénéiser le produit coulé dans le domaine de températures compris entre 460°C et la température de fusion commençante de l'alliage
- à filer à chaud le produit à une température de l'ordre de 400°C
- à étirer éventuellement le produit filé à chaud à une température de l'ordre de 380°C
- à le mettre en solution dans le domaine de températures compris entre 460 et 490°C.
- à le tremper à l'eau froide ($\theta \leqslant 40°C$)
- à l'étirer éventuellement à froid avec une déformation

$$\left(\frac{S - s}{s}\right) \leqslant 10\ \%$$

- à pratiquer un revenu :
  · type T6 soit de 6 à 50 h entre 115 et 150°C
  ou
  · type T7 soit de 3 à 24 h entre 100 et 120°C
  + 8 à 20 h entre 150 et 170°C

les temps les plus longs étant généralement associés aux températures les plus basses.

./...

EP 0 081 441 A1

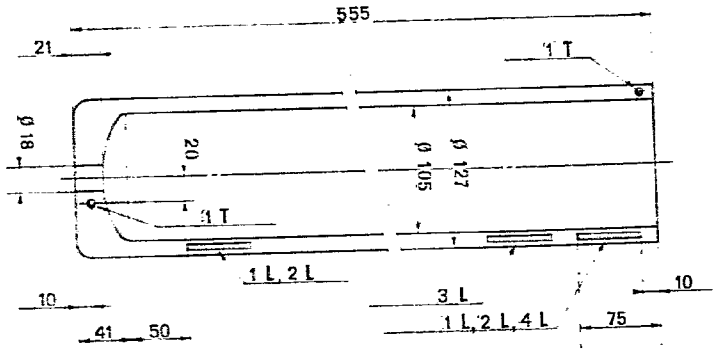


FIG.1

0081441

METHODE POUR L'OBTENTION DE PRODUITS FILES EN ALLIAGES TYPE Al-Zn-Mg-Cu A HAUTE RESISTANCE ET A TENACITE SENS TRAVERS AMELIOREE

La présente invention concerne un procédé d'obtention de produits filés en alliage d'Al type Al-Zn-Mg-Cu à haute résistance qui possèdent à l'état traité (type T6 ou T7) une ductilité et une ténacité élevées, en particulier dans le sens travers, ainsi qu'une bonne résistance à la corrosion sous tension.

On connaît déjà des produits filés à haute résistance présentant des caractéristiques de ductilité et de ténacité élevées dans le sens long (voir par exemple ceux décrits dans la demande de brevet français 2 457 908).

Cependant pour certaines applications, en particulier dans les domaines où les matériaux sont très fortement sollicités et doivent présenter de grandes fiabilité et sécurité d'emploi (par exemple dans l'aéronautique, l'armement, etc...) les propriétés dans le sens travers sont encore insuffisantes, notamment dans les parties des pièces relativement peu corroyées.

Cette méthode consiste à :

- couler un alliage dont la composition est la suivante (% en poids)

Fe	$\leqslant$ 0,10
Si	$\leqslant$ 0,08
Cu	1,0 à 2,0
Mg	2,1 à 3,5
Zn	7,2 à 9,5
Cr	0,07 à 0,17
Mn	0,15 à 0,25
Zr	0,08 à 0,14
Ti	$\leqslant$ 0,10
autres chacun	$\leqslant$ 0,05
autres total	$\leqslant$ 0,15
reste = Al	

- à homogénéiser le produit coulé dans le domaine de températures compris entre 460°C et la température de fusion commençante de l'alliage
- à filer à chaud le produit à une température de l'ordre de 400°C
- à étirer éventuellement le produit filé à chaud à une température de

l'ordre de 380° C.

- à le mettre en solution dans le domaine de température compris entre 460 et 480° C.
- à le tremper à l'eau froide ($\theta \leqslant 40°$ C)
- à l'étirer éventuellement à froid avec une déformation $\left(\frac{S - s}{s}\right) \leqslant 10$ %
- à pratiquer un revenu :
  . type T6 soit de 6 à 50 h entre 115 et 150° C

ou

  . type T7 soit de 3 à 24 h entre 100 et 120° C
  + 8 à 20 h entre 150 et 170° C

les temps les plus longs étant généralement associés aux températures les plus basses.

Les propriétés optimales sont atteintes lorsque chacune des conditions suivantes sont, de préférence, réunies :

Analyse =	Fe $\leqslant$ 0,10
(% en poids)	Si $\leqslant$ 0,08
	Cu : 1,35 à 1,85
	Mg : 2,4 à 3,0
	Zn : 7,6 à 8,9
	Cr : 0,10 à 0,17
	Mn : 0,15 à 0,25
	Zr : 0,08 à 0,14
	Ti $\leqslant$ 0,10
	Autres chacun $\leqslant$ 0,05
	" Total $\leqslant$ 0,15
	Reste Al

Homogénéisation vers 470° C $\pm$ 5° C

Mise en solution entre 465 et 480° C

Ecrouissage à froid $\left(\frac{S - s}{s}\right)$ compris entre 1,5 et 5 %

Revenu type T6 : 25 à 35 h entre 115 et 130° C

ou type T7 : 5 à 10 h entre 100 et 110° C
+ 8 à 12 h entre 155 et 165° C

Il a été remarqué que les teneurs en éléments d'alliages principaux doivent être suffisantes pour obtenir les caractéristiques mécaniques recherchées, mais limitées supérieurement pour ne pas induire une fragili-

té excessive. La ductilité travers est également fortement influencée par les teneurs en Fe et Si qui doivent, de préférence, être tenues aussi basses que possible, dans les limites suivantes :

$$Fe \leqslant 0{,}05\ \%$$

$$Si \leqslant 0{,}05\ \%$$

$$Fe + Si \leqslant 0{,}06\ \%$$

Les exemples suivants illustrent les propriétés obtenues dans le cas d'un corps creux filé et d'une barre filée ; la figure 1 représente le détail du prélèvement des éprouvettes et la figure 2 le dessin de l'éprouvette de détermination du facteur K (voir annexe). - dimensions en mm.

EXEMPLE 1

On a coulé deux alliages A et B dont les compositions sont les suivantes l'alliage A, hors invention, constituant le témoin.

(% en poids)	A	B
Fe	0,14	0,05
Si	0,06	0,04
Cu	1,63	1,60
Zn	8,13	8,00
Mg	2,69	2,46
Mn	0,18	0,20
Cr	0,13	0,12
Zr	0,11	0,13
Ti	< 0,05	< 0,05

L'alliage A, coulé en semi-continu sous forme de billettes de 170 mm de diamètre a subi un traitement d'homogénéisation de 24 h à 460°C, a été filé par filage inverse à 400°C $\pm$ 10°C sous forme d'étuis de dimensions Ø 107 X 141 mm. Ces étuis ont été étirés à chaud à 380°C $\pm$ 20°C aux dimensions Ø 105,5 X 132 mm, usinés extérieurement par tournage au diamètre de 127,2 mm, décapés, mis en solution à 460°C, trempés à l'eau froide, étirés à froid sur trempe fraîche avec un taux d'écrouissage $(\frac{S - s}{s})$ de 4 % et revenus 30 h à 120°C.

L'alliage B, conforme à l'invention, a été partagé en quatre lots : B1, B2, B3, B4 :

- le lot B1 a été transformé d'une façon identique au lot A, à l'excep-

tion du taux d'écrouissage ($\frac{S - s}{s}$) qui a été de 10 % au lieu de 4 %
- le lot B2 a été transformé d'une façon identique au lot A.
- le lot B3 a été transformé d'une façon identique au lot B2, sauf que le traitement d'homogénéisation a été réalisée à 470° C (au lieu de 460°C) ; ce lot B3 correspond donc au domaine préférentiel de l'invention ;
- le lot B4 a été transformé d'une façon identique au lot B2, sauf en ce qui concerne le revenu final pratiqué ; 6 h à 105° C + 10 h à 150°C, 155°C, 160° C et 165°C (cas B41, B42, B43, B44, respectivement) ou à 120° C pendant 30 h (cas B40).

On a usiné dans les étuis ainsi obtenus (voir figure 1) :
- des éprouvettes de traction lisses (1) prélevées soit dans le corps de l'étui en distinguant le sens long (L) et le sens travers (sens tangentiel (T), soit dans le fond de l'étui dans le sens travers (T) (sens tangentiel). Ces éprouvettes ont servi, lors d'un essai de traction, à la détermination des caractéristiques mécaniques classiques, à savoir :
. limite élastique R 0,2
. charge de rupture Rm
. allongements à la rupture A % mesurés sur une longueur initiale utile égale à $5,65\sqrt{So}$, So étant la section de l'éprouvette avant traction.

- des éprouvettes de traction entaillées (2) avec un coefficient de concentration de contrainte K_T = 6,5 (rayon à fond d'entaille 0,025 mm) et prélevées dans le sens long du corps de l'étui. Ces éprouvettes ont été rompues par traction, ce qui a permis de déterminer leur charge de rupture Re. Le rapport Re/R 0,2 de la charge de rupture sur éprouvette entaillée à la limite élastique sur éprouvette lisse a été retenu comme critère d'appréciation.

- des éprouvettes de résilience (3) type Charpy V (entaille en V à 45°, de profondeur 2 mm, de rayon à fond d'entaille égal à 0,25 mm). Les éprouvettes ont été prélevées dans le sens long du corps des étuis, de façon que la fissure de rupture se propage dans le sens épaisseur du corps de l'étui (sens normalisé L-R). Elles ont été utilisées pour

déterminer les caractéristiques Enc (énergie de rupture sur éprouvette non pré-fissurée) et Eco (énergie de rupture sur éprouvette pré-fissurée par fatigue sur appareil Physmet).

- des éprouvettes (4) pour mesure du facteur de ténacité K : les conditions de détermination de ce facteur K sont décrites en annexe.

- des éprouvettes pour essais de corrosion sous forme d'anneaux C prélevés dans le corps ayant 40 mm de largeur. Ces éprouvettes ont été testées en corrosion sous tension suivant la norme AFNOR A 05-301.

Les résultats (valeurs moyennes) sont donnés dans le tableau I en annexe.

On observe pour les étuis A1, B1, B2 et B2, traités en T6, que les lots B1, B2,et B3 conformes à l'invention, présentent des allongements à la rupture, dans le sens travers de la partie peu corroyée du fond, nettement supérieurs à ceux du lot témoin A1. Par ailleurs, le lot B2, ayant subi un écrouissage après trempe et avant revenu situé dans le domaine préférentiel de l'invention ($\geqslant 1,5$ % et $\leqslant 5$ %) présente un ensemble de caractéristiques de traction plus performant que celui du lot B1 pour lequel l'écrouissage a été de 10 %.

De plus, le lot B3, dont les conditions d'homogénéisation de mise en solution, d'écrouissage entre trempe et revenu sont situées dans le domaine préférentiel de l'invention, apparaît comme particulièrement performant en particulier en ce qui concerne les allongements à la rupture dans le sens travers du fond de l'étui qui sont plus de quatre fois plus élevés que ceux du lot témoin A.

Enfin les lots B4x montrent que pour un traitement du type T7 avec deux paliers, il est permis de conférer aux alliages conformes à l'invention une résistance à la corrosion sous tension particulièrement élevée.

EXEMPLE 2

On a coulé en semi-continu, sous forme de billettes de diamètre 200 mm, trois alliages C, D et E de composition ci-après :

(% en poids)	C	D	E
Fe	0,16	0,09	0,02
Si	0,10	0,05	0,02
Cu	1,45	1,45	1,45
Mg	2,65	2,65	2,65
Zn	8,10	8,10	8,10
Mn	0,22	0,21	0,22
Cr	0,15	0,10	0,16
Zr	0,11	0,12	0,11
Ti	0,05	0,05	0,05

l'alliage C, hors invention, constituant le témoin.

Chacun des alliages a été homogénéisé durant 24 h à 475°C, écroûté au diamètre de 170 mm et transformé par filage à chaud inverse à la température de 350-400°C sous forme de barre de diamètre 50 mm. Les barres ont été mises en solution 1 h à 478°C, trempées à l'eau froide et revenues 24 h à 120°C.

Il a été prélevé dans les barres pour essais :

- des éprouvettes de traction lisses dans les sens long et travers pour mesure des caractéristiques R0,2, Rm et A % (sur $5,65\sqrt{So}$).
- des éprouvettes de traction entaillées avec un coefficient de concentration de contrainte égal à 8, dans le sens travers, pour mesure de Re et détermination du rapport Re/R0,2.
- des éprouvettes d'essai de ténacité (format : 30 X 31,25, épaisseur 12,5 mm) dans les sens L-R et C-R (désignation ASTM). Les conditions d'essais correspondant à la spécification ASTM E399 ont permis de déterminer le facteur de concentration de contrainte K_{Ic}.

Les résultats (valeurs moyennes) sont donnés dans le tableau 2 ci-après.

TABLEAU 2

	Sens *	Alliage C	Alliage D	Alliage E
RO,2 (MPa)	L	690	690	685
	T	545	540	540
Rm (MPa)	L	715	720	705
	T	605	610	610
A (%)	L	5	5,5	5,5
	T	4,9	6,5	6,6
Re/RO,2	T	0,90	1,20	1,30
K_{Ic} (Mpa$\sqrt{m}$)	L-R	32	35	38
	C-R	22	24	29
$\left(\frac{K_{Ic}}{RO,2}\right)^2$ (m)	L	0,215	0,255	0,310
	T	0,163	0,198	0,290

* L : long T : travers C: circonférentiel R : radial

A remarquer, en particulier, l'amélioration des propriétés dans le sens travers concernant plus particulièrement la plasticité (A %) et la ténacité (Re/RO,2 et K_{Ic}) dans le cas des alliages D et E conformes à l'invention, l'alliage E correspondant au domaine de composition privilégié de l'invention, présentant le meilleur comportement à cet égard. Il est à noter que la valeur du rapport $(\frac{K_{Ic}}{RO,2})^2$ qui est représentatif de la longueur critique d'une fissure entraînant la rupture catastrophique de la pièce correspondante est presque égale dans les sens travers et long pour ce dernier alliage.

ANNEXE

MESURE DU FACTEUR DE TENACITE K

L'éprouvette d'essai est représentée en figure 2.

Ses dimensions sont les suivantes :

- épaisseur : B = 8 mm
- largeur :W = 8 mm
- longueur : 55 mm
- entaille usinée : a = 2 mm,
  rayon à fond d'entaille $\leqslant$ 0,08 mm

Une fissure de fatigue est initiée sur l'éprouvette définie ci-dessus, prélevée dans le sens L-R, dans le corps, dans les conditions de la norme ASTM E399 ($0,45 < a/W < 0,55$, propagation en fatigue d'au moins 1,3 mm , charge inférieure à 60 % du Pq).

L'éprouvette, fissurée en fatigue, est ensuite soumise à un essai de flexion lente en trois points. Pendant l'essai, on enregistre la courbe: effort en fonction de la vitesse de déroulement du papier de l'enregistreur (vitesse constante).

Le facteur K a été calculé suivant la formule donnée par la norme ASTM E399 (Bend Specimen) qui est :

$$K = \frac{P \cdot S}{B \cdot W^{3/2}} \cdot \left| f\,(a/W) \right|$$

(en MPa $\sqrt{m}$)

avec :

P : charge maximum mesurée sur le graphique en newtons

S : distance entre appuis en m

W : largeur de l'éprouvette en m

B : épaisseur de l'éprouvette en m

a : longueur de la crique en m

Remarque : Mesure de la longueur a de la crique

L'éprouvette,après rupture, est projetée sur un verre dépoli à l'aide d'un profiloscope (g = 20)

La partie de la cassure qui correspond à la crique initiale engendrée

par fatigue est ensuite décalquée sur un papier transparent. On mesure alors les longueurs des fissures au quart, moitié et trois quarts de l'épaisseur de l'éprouvette.

La valeur de a utilisée dans la formule est la valeur moyenne des trois mesures.

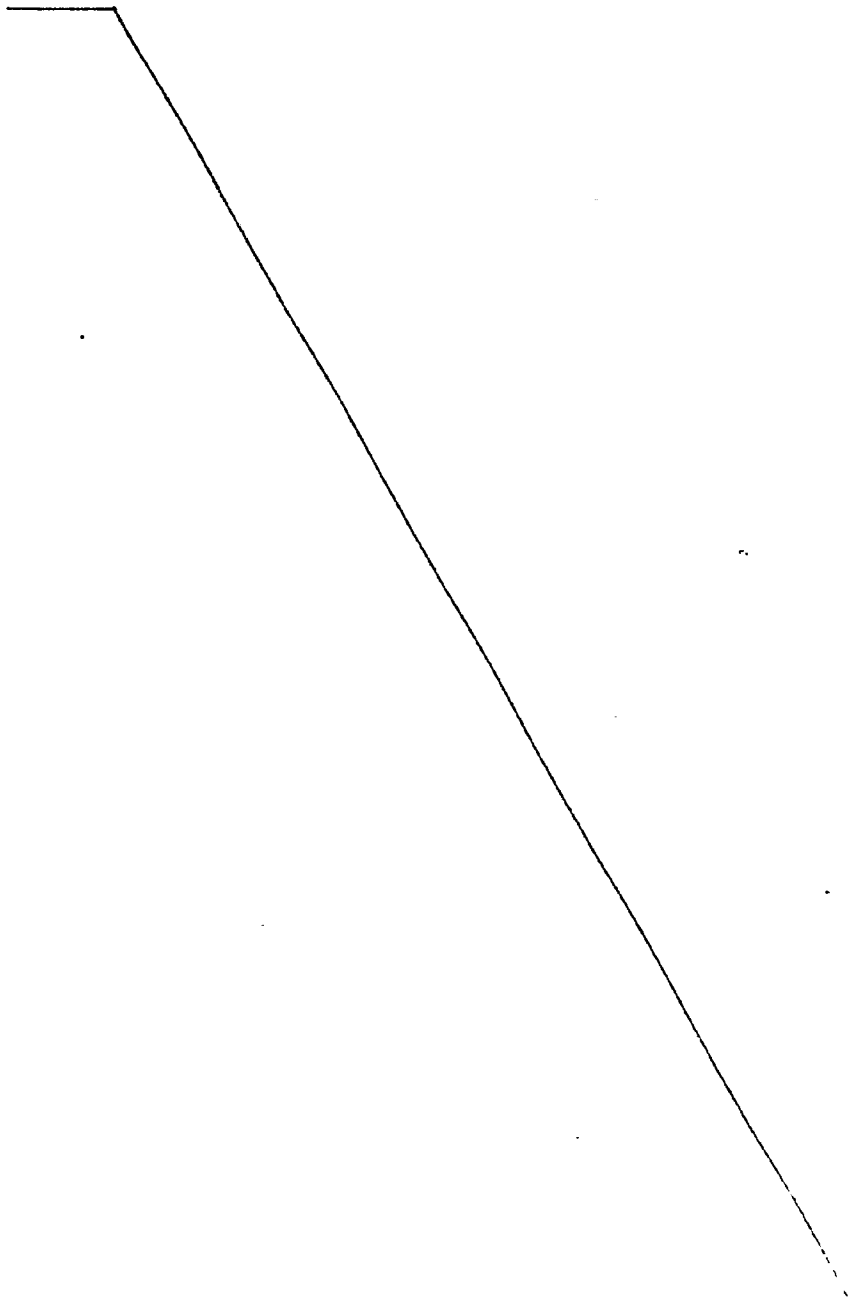


TABLEAU 1

Cas	Position	Sens	RO,2 (MPa)	Rm (MPa)	A %	Re/RO,2	Enc (J)	Eco (J)	K MPa $\times\sqrt{m}$	$(\frac{K}{RO,2})^2$ (m) *	Corrosion sous tension **
A1	corps	L	630	655	8,5	1,35	1,82	1,33	29,1	0,214	> 140 (a)
		T	635	660	8,0						
		L-R									
	fond	T	585	610	2,0						
B1	corps	L	590	635	9,3						
	fond	T	540	605	6,2						
B2	corps	L	620	655	9,1	1,35	2,53	1,93	35,4	0,325	> 140 (a)
		T	560	654	9,8						
		L-R									
	fond	T	560	615	5,6						
B3	corps	L	630	660	12,6						> 140 (a)
		T	605	660	12,0						
	fond	T	580	630	8,2						
B40		L	618	665	9,0						28j(b)
B41		L	590	631	11,4						34j(c)
B42		L	568	621	11,9						≥ 35j(d)
B43		L	548	603	12,7						≥ 35j(d)
B44		L	529	588	11,6						≥ 35j(d)

* représentatif de la longueur critique de fissuration catastrophique des pièces

** (a) limite de non rupture supérieure à 140 MPa en 30 jours
(b) rupture sous 330 MPa
(c) fissuration sous 330 MPa
(d) non fissuration sous 330 MPa

0081441

REVENDICATIONS

1/ Méthode d'obtention de produits filés du type Al-Zn-Mg-Cu qui possède à l'état traité des caractéristiques travers améliorées, caractérisée en ce que que l'on coule un alliage de composition suivante (% en poids)

Fe	$\leqslant$ 0,10
Si	$\leqslant$ 0,08
Cu	1,0 à 2,0
Mg	2,1 à 3,5
Zn	7,2 à 9,5
Cr	0,07 à 0,17
Mn	0,15 à 0,25
Zr	0,08 à 0,14
Ti	$\leqslant$ 0,10
Autres chacun	$\leqslant$ 0,05
total	$\leqslant$ 0,15
Reste = Al	

l'on homogénéise le produit coulé dans le domaine de températures compris entre 460°C et la température de fusion commençante de l'alliage,
l'on file à chaud à une température de l'ordre de 400°C,
on étire éventuellement à chaud le produit filé,
l'on met en solution dans le domaine de température compris entre 460 et 480°C,
l'on trempe à l'eau froide ($\theta \leqslant 40°C$), l'on écroui à froid avec une déformation $(\frac{S - s}{s}) \leqslant 10$ %,
l'on pratique un revenu :

. type T_6 : soit de 6 à 50 h entre 115 et 150°C
ou . type T_7 : soit de 3 à 24 h entre 100 et 120°C
+ 8 à 20 h entre 150 et 170°C

les temps les plus longs étant généralement associés aux températures les plus basses.

2/ Méthode selon la revendication 1, caractérisée en ce que l'alliage a la composition préférentielle suivante (% en poids)

Fe	$\leqslant$ 0,10
Si	$\leqslant$ 0,08
Cu	1,35 à 1,85
Mg	2,4 à 3,0

Zn 7,6 à 8,9
Cr 0,10 à 0,17
Mn 0,15 à 0,25
Zr 0,08 à 0,14
Ti ≤ 0,10
Autres chacun ≤ 0,05
Autres total ≤ 0,15

3/ Méthode selon l'une des revendications 1 ou 2 caractérisée en ce que les teneurs en Fe et Si sont limitées à (% en poids) :

Fe ≤ 0,05
Si ≤ 0,05
Fe + Si ≤ 0,06

4/ Méthode selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisée en ce que l'homogénéisation est effectuée entre 465 et 475° C.

5/ Méthode selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisée en ce que la mise en solution est effectuée entre 465 et 480°C.

6/ Méthode selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisée en ce que l'écrouissage à froid ($\frac{S - s}{s}$) est compris entre 1,5 et 5 %.

7/ Méthode selon l'une des revendications là 6, caractérisée en ce que le revenu est effectué dans le domaine de températures compris entre 115 à 130° C durant 25 à 35 heures.

8/ Méthode selon l'une des revendications 1 à 6, caractérisée en ce que le revenu comporte un séjour de 5 à 10 h entre 100 et 110° C et un séjour de 8 à 12 h entre 155 et 165° C.

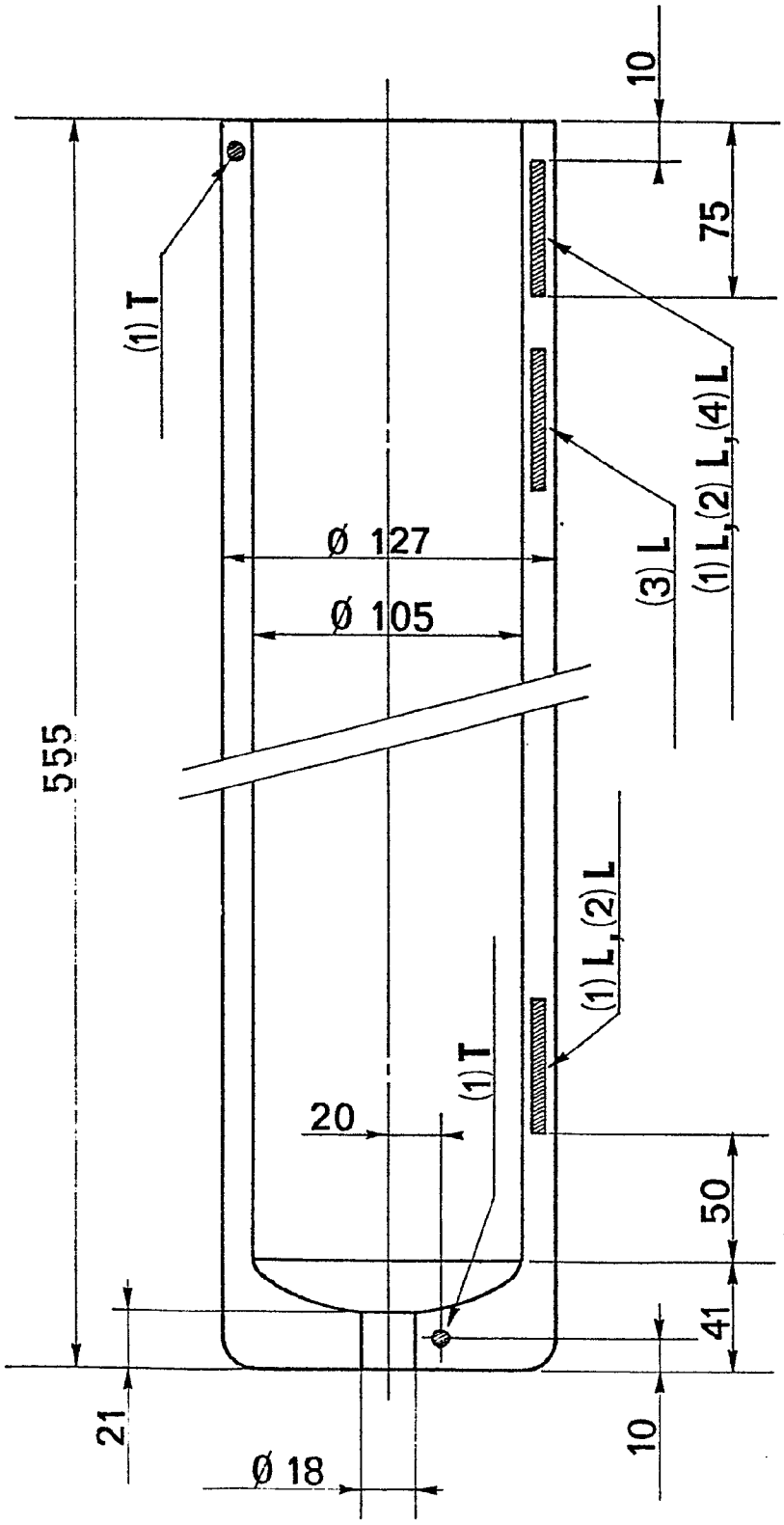


FIG.1

2·2

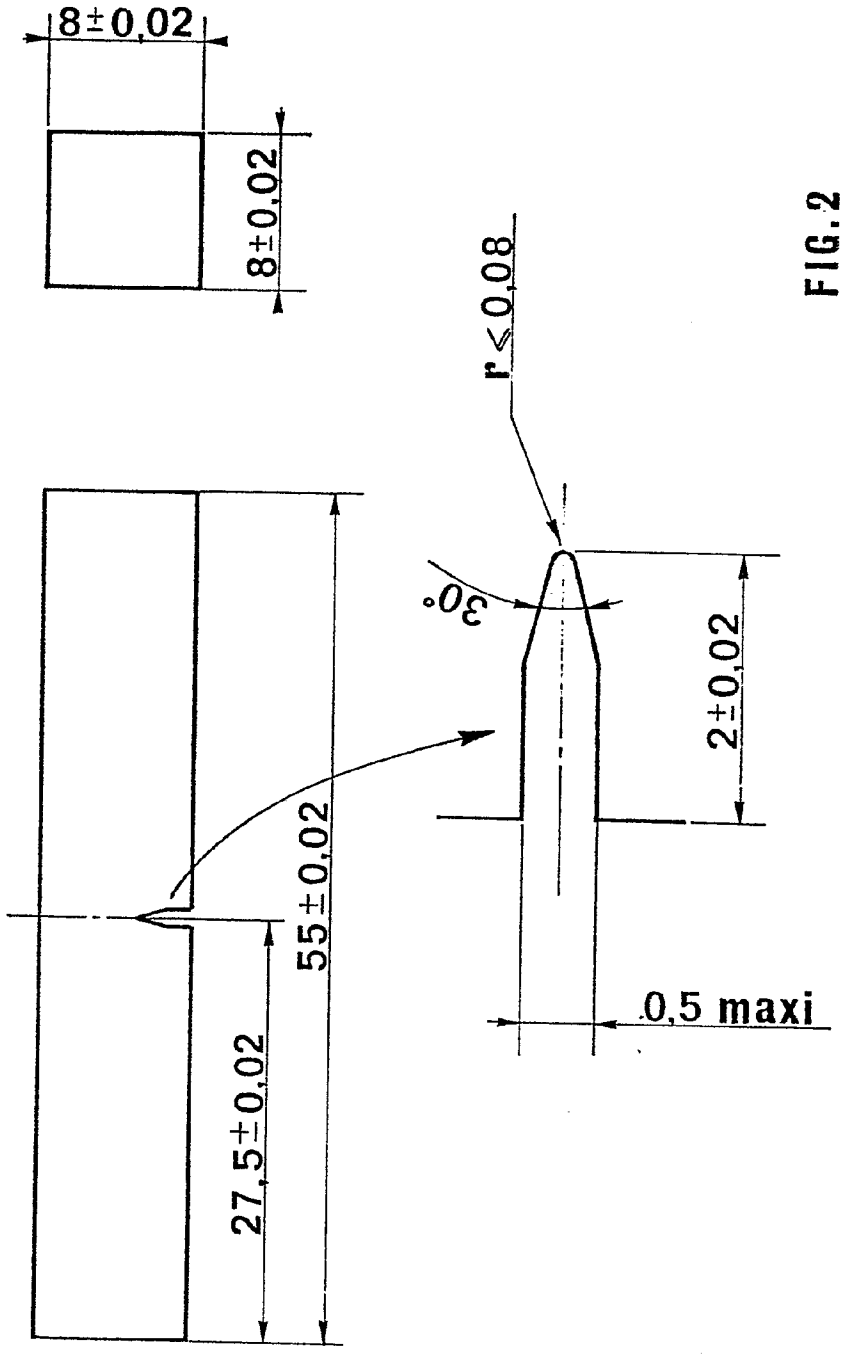


FIG.2

0081441

Office européen des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande

EP 82 42 0168

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 ³)
Y	FR-A-2 222 450 (ALUMINUM COMPANY OF AMERICA) *Revendications 1,2,5,6,11*	1	C 22 F 1/04 C 22 C 21/10
Y	*Revendication 3*	4	
Y	*Revendications 11,12*	8	
Y,D	FR-A-2 457 908 (SOCIETE METALLURGIQUE DE GERZAT) *Revendication 1*	1,2	
A	FR-A-2 249 175 (ALUMINUM COMPANY OF AMERICA) *Revendications 1,2*	1	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl. ³)
A	FR-A-2 249 176 (ALUMINUM COMPANY OF AMERICA) *Revendications 1,2*	1	C 22 F 1/04 C 22 C 21/10
A	US-A-3 945 861 (ANDERSON et al.) *Revendications 1,2,3,5,8*	1	
A	US-A-3 881 966 (STALEY et al.) *Revendications 1,2*	1	

Le présent rapport de recherche a été établi pour toutes les revendications

Lieu de la recherche	Date d'achèvement de la recherche	Examinateur
LA HAYE	10-03-1983	LIPPENS M.H.

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

OEB Form 1503 03 82