

⑫

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

⑳ Numéro de dépôt: **84420126.9**

⑤① Int. Cl.⁴: **B 22 F 3/20**
C 22 C 1/04

㉔ Date de dépôt: **18.07.84**

③① Priorité: **21.07.83 FR 8312381**

④③ Date de publication de la demande:
13.02.85 Bulletin 85/7

⑧④ Etats contractants désignés:
CH DE GB IT LI

⑦① Demandeur: **CEGEDUR SOCIETE DE**
TRANSFORMATION DE L'ALUMINIUM PECHINEY
23, Rue Balzac
F-75008 Paris(FR)

⑦② Inventeur: **Meunier, Jean**
5, rue Casimir Périer
F-38000 Grenoble(FR)

⑦④ Mandataire: **Vanlaer, Marcel et al,**
PECHINEY 28, rue de Bonnel
F-69433 Lyon Cédex 3(FR)

⑤④ Procédé d'obtention à partir de poudre d'alliage d'aluminium à haute résistance de demi-produits filés.

⑤⑦ La présente invention est relative à un procédé d'obtention à partir de poudre d'alliage d'aluminium à haute résistance de demi-produits filés.

Elle est caractérisée en ce que l'on met en oeuvre notamment une poudre d'un alliage d'aluminium-lithium obtenue par atomisation sous gaz neutre. Cette poudre est chargée dans une gaine (1) en alliage d'aluminium du type 5000, puis dégazée à chaud sous une pression inférieure à la pression atmosphérique; après scellement de la gaine, l'ensemble est filé en inverse à chaud et traité thermiquement à l'air ambiant.

Le demi-produit composite plaqué (1,2) ainsi obtenu présente une très haute résistance et trouve son application notamment dans l'industrie de l'aéronautique.

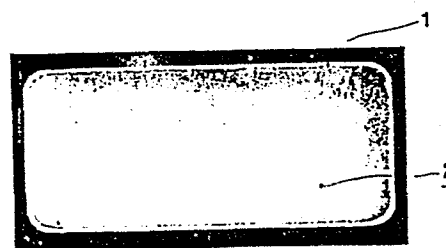


FIG.1

PROCEDE D'OBTENTION A PARTIR DE POUDRE D'ALLIAGE D'ALUMINIUM
A HAUTE RESISTANCE DE DEMI-PRODUITS FILÉS

La présente invention est relative à l'obtention à partir de poudre d'alliage d'aluminium à haute résistance de demi-produits filés destinés notamment à des applications dans l'industrie aéronautique.

5 Dans le domaine de l'aluminium, l'obtention de demi-produits filés peut faire appel dans une phase initiale, soit à des procédés de coulée, soit à des procédés de compression de poudres. Le choix entre l'un ou l'autre de ces procédés est fait principalement en fonction de la composition de l'alliage mis en oeuvre et des caractéristiques mécaniques recherchées
10 pour le demi-produit.

Dans la présente invention, le problème est de filer des alliages d'aluminium en vue d'obtenir des demi-produits destinés plus particulièrement à l'aéronautique et pour lesquels on recherche à la fois une résistance
15 à la rupture relativement élevée et généralement supérieure à 500 MPa, et un allongement convenable au moins égal à 5 %.

De telles caractéristiques peuvent être réalisées en mettant en oeuvre, soit des alliages qui, suivant les normes de l'Aluminium Association,
20 appartiennent à la série des 7000 et notamment les alliages 7090 et 7091, soit plus récemment des alliages de la famille du lithium, tels que ceux qui contiennent notamment 2 à 3 % de lithium ainsi que d'autres éléments d'addition comme le cuivre, le magnésium, le zinc, le zirconium, etc...

25 Toutefois, les procédés classiques évoqués ci-dessus s'adaptent mal à ces alliages.

En effet, si l'on opère par coulée, on obtient généralement une forte ségrégation du produit coulé qui présente alors une grande aptitude à la
30 criquabilité, d'où un taux de rebut prohibitif des pièces ainsi réalisées. Quant aux demi-produits filés qui en résultent, leur structure à gros grains et à phases grossières les rendent particulièrement fragiles. Autant d'inconvénients qui rendent ce procédé inadapté au but recherché.

- Si l'on recourt aux procédés de la métallurgie des poudres, on se heurte, notamment avec les alliages au lithium, car cet élément a une très grande réactivité chimique, à un problème de pollution par l'environnement. Certes, on peut palier cette difficulté en protégeant momentanément la poudre du milieu extérieur par une gaine par exemple, jusqu'à ce qu'elle ait été densifiée par compression et frittage. C'est ainsi qu'on a cherché à appliquer le processus connu suivant comprenant les étapes de :
- pulvérisation de l'alliage par atomisation,
 - 10 - compression de la poudre sous forme d'un lopin,
 - mise sous gaine du lopin,
 - dégazage à chaud du lopin sous pression réduite et fermeture de la gaine,
 - compression de l'ensemble à chaud dans une matrice et frittage de la
 - 15 poudre,
 - usinage de la gaine pour la séparer du lopin,
 - filage à chaud du lopin fritté,
 - application de traitements thermiques, de mise en solution éventuellement et de revenu nécessaire pour atteindre les caractéristiques re-
 - 20 quises.

Mais un tel procédé, outre le fait qu'il comporte une gamme d'opérations nombreuses et relativement complexes, présente également d'autres inconvénients. C'est ainsi que lorsqu'il s'agit de mettre en oeuvre des poudres très sensibles à l'environnement, on ne peut les fabriquer de façon classique par atomisation dans l'air car elles s'oxyderaient et conduiraient à des produits aux caractéristiques mécaniques inadaptées. Il faut donc recourir à des atmosphères de gaz neutre tel que l'hélium de préférence.

30

Dans ces conditions d'atomisation, la poudre obtenue présente alors une morphologie particulière de grains sphériques. Ces grains ont le désavantage de mal se prêter à la compression et donnent lieu à la formation de lopins de mauvaise qualité mécanique qui tendent à s'effriter.

35

Certes, on pourrait augmenter le taux de compression de la poudre pour éviter cet ennui, mais on réduirait de ce fait les possibilités de

dégazage ultérieur du lopin à chaud et on nuirait ainsi à la qualité du produit final. C'est pourquoi, on est obligé de limiter ce taux de compression à froid de sorte qu'avant et au cours de la mise sous gaine, et en tout cas jusqu'à ce qu'ils aient été densifiés à 100 %, ces lopins ont la possibilité de réagir avec le milieu environnant et de capter notamment l'humidité de l'air, ce qui provoque outre une oxydation de l'alliage, la formation d'hydrogène au sein du lopin. Cet hydrogène va entraîner la présence, dans les demi-produits résultant du filage de tels lopins, de porosités très préjudiciables à la haute résistance souhaitée.

De plus, la présence de ce gaz et d'autres produits de la réaction avec l'environnement va limiter le taux de frittage et empêcher d'atteindre une densification finale convenable lors de l'opération de compression à chaud. C'est pourquoi, il est impératif de procéder à un dégazage poussé du lopin.

Néanmoins, dans les conditions du procédé évoqué ci-dessus, et en prenant toutes les précautions pour réaliser un bon dégazage, on constate dans la plupart des cas qu'après compression à chaud et frittage du lopin au sein de la gaine, puis élimination de la gaine, le produit obtenu se file mal et conduit à des demi-produits criqués sur lesquels apparaissent des décohésions locales.

Dans une certaine mesure, on a pu parer à ces défauts en jouant sur la température du filage, la nature de l'outillage ou même en diminuant la vitesse de filage mais c'est alors au détriment de l'économie du procédé.

En outre, dans le cas des alliages aluminium-lithium, il faut prendre des précautions lors des traitements thermiques destinés à améliorer leurs caractéristiques mécaniques, en raison de leur sensibilité à l'environnement. En particulier, on ne peut pas procéder à ces traitements dans des fours à l'air ambiant.

Au vu des difficultés inhérentes à ce procédé de l'art antérieur, mais voulant néanmoins bénéficier des avantages de la métallurgie des poudres, la demanderesse a cherché à le modifier afin de mieux l'adapter au problème posé. En particulier, elle a voulu, tout en simplifiant le procédé,

faciliter le dégazage à chaud de la poudre, améliorer les conditions de filage pour éviter les criques et les décohésions et permettre les traitements thermiques sans précaution particulière.

5 Elle est arrivée ainsi à obtenir des demi-produits filés sous forme de composites plaqués dans lesquels l'âme en alliage à haute résistance, initialement pulvérulente, a été protégée constamment au cours de sa mise en forme de l'action polluante de l'environnement par une gaine étanche, ce qui confère une structure saine dépourvue de toute porosité
10 et de haute résistance, et où ladite âme se trouve en contact intime avec une gaine qui épouse fidèlement la forme de la filière, ce qui donne au composite une structure compacte et de géométrie régulière.

Ce procédé est caractérisé en ce que l'on charge la poudre dans une gaine
15 en alliage d'aluminium, dégaze la poudre à chaud sous une pression inférieure à la pression atmosphérique, scelle la gaine, file l'ensemble en inverse à chaud et traite thermiquement à l'air ambiant.

La poudre d'alliage utilisée est obtenue par atomisation dans un gaz
20 neutre, de préférence l'hélium, et éventuellement par atomisation dans l'air dans le cas des alliages de la série 7000.

Cette poudre a de préférence une granulométrie inférieure à 400 μ m de façon à obtenir un demi-produit convenable. Elle est chargée directement
25 dans la gaine à la sortie de l'atomiseur en vrac sans compression préalable de sorte qu'on évite ainsi la phase de compression à froid prévue dans le procédé antérieur. Ceci a pour avantage, tout en simplifiant le procédé, de supprimer les problèmes inhérents à la pollution de la poudre lors de cette opération et de faciliter le dégazage ultérieur. Toutefois,
30 fois, pour certaines poudres de densité faible, obtenues à partir des alliages de la série 7000 atomisés dans l'air, on peut procéder à une pré-compression à froid de la poudre avant de la charger dans la gaine.

La gaine utilisée est en alliage d'aluminium se prêtant bien à la déformation lors de l'opération de filage. Ce peut être un alliage de la série
35 5000 et de préférence un A-G3 ou un A-G5. Elle a la forme d'une boîte cylindrique fermée, équipée sur l'un de ses fonds d'un appendice destiné

au remplissage et au dégazage ultérieur. Cette gaine a une épaisseur de l'ordre de quelques millimètres qui varie suivant son diamètre.

5 Après chargement, le contenu de la gaine est relié à un dispositif de pompage de gaz par l'intermédiaire de l'appendice et sous son action, on établit et maintient une pression inférieure à la pression atmosphérique et en tout cas inférieure à 0,13 Pa tout en portant la gaine et son contenu à une température comprise entre 350 et 550° C.

10 Dans ces conditions, le dégazage de l'alliage à haute résistance s'effectue parfaitement sans être entravé par les freinages qui résultaient dans le procédé de l'art antérieur du passage du gaz entre des grains de poudre serrés les uns contre les autres du fait de la compression initiale à froid.

15 La gaine est alors scellée de façon étanche par un moyen adéquat, et soumise directement à une opération de filage en inverse à une température comprise entre 350 et 500° C.

20 Ainsi, on supprime l'étape de l'art antérieur consistant à comprimer à chaud et à fritter la poudre dans une matrice avant usinage de la gaine et filage.

On constate alors de façon surprenante que le demi-produit obtenu est
25 compact et présente un placage régulier continu en contact intime avec la poudre sous jacente. Mais un tel résultat ne peut être obtenu que par filage en inverse.

On sait, en effet, qu'il existe deux types principaux de filage : le
30 filage direct et le filage inverse.

- Dans le filage direct, le métal est poussé au moyen d'un pilon le long du conteneur de la presse, au travers d'une filière fixe qui détermine le profil du demi-produit.

35 Si on applique ce type de filage au lopin comprimé à chaud de l'art antérieur, il se produit un frottement important du métal sur la paroi du conteneur, ce qui entraîne l'apparition de criques et de décohésions

locales dont on a parlé plus haut. Par contre, si on file l'ensemble gaine-conteneur suivant l'invention, la gaine sert de lubrifiant et diminue les frottements du produit avec le conteneur. Toutefois, cette gaine se déchire et pénètre à l'intérieur de la poudre de sorte que le
5 demi-produit filé obtenu présente un placage discontinu avec des inclusions de gaine dans l'âme ce qui supprime toute protection ultérieure contre l'environnement et empêche l'obtention d'une haute résistance.

- Dans le filage inverse, la filière est fixée sur le pilon et le métal
10 file dans un sens opposé à celui de l'avance du pilon.
Quand on applique ce type de filage à la poudre gainée, on constate que la densification de la poudre s'effectue correctement, que la gaine ne subit aucune déformation préjudiciable à la bonne étanchéité de la poudre comprimée sous jacente, c'est-à-dire qu'elle ne se déchire pas,
15 ni ne pénètre à l'intérieur de la poudre compactée mais forme un placage régulier et en contact intime avec toute la périphérie de l'alliage à haute résistance de sorte qu'il en résulte un demi-produit de rectitude convenable épousant parfaitement le profil de la filière utilisée et particulièrement insensible aux agressions de l'environnement.
20 De plus, l'action "lubrifiante" de la gaine supprime tout frottement de la poudre avec la filière, de sorte que l'on peut augmenter sensiblement les vitesses de filage habituellement utilisées dans l'art antérieur et atteindre des vitesses supérieures à celles obtenues lors du filage de produits coulés en alliages durs sans risque de décohé-
25 sion en surface des grains de poudre insuffisamment frittés comme c'était le cas avec les produits obtenus dans l'art antérieur par filage après compression à chaud.

Un tel demi-produit composite plaqué se prête alors très bien aux opérations de traitement thermique, de mise en solution à 530° C pratiquées
30 généralement sur les alliages au lithium et de revenu pendant 6 à 10 heures entre 150 et 200° C dans des fours à l'air classiques sans qu'il soit nécessaire de prendre des précautions particulières puisque la gaine étanche exerce un rôle protecteur vis à vis de l'environnement.

35

Les dessins qui accompagnent la présente demande sont relatifs à des méplats de 50 x 22 mm, filés à partir de poudres d'alliages Al-Li-Cu-Mg-Zr

et d'une gaine en A-G3 suivant le procédé de l'invention. Ils montrent sur la figure 1 une coupe transversale et sur la figure 2 une coupe longitudinale du méplat.

5 Sur la figure 1, on peut constater que la gaine (1) est disposée régulièrement tout autour de la partie compactée (2) et ne présente aucune séparation locale. De même, sur la figure 2, on peut également noter, outre la régularité du placage (3) autour de l'âme (4) une parfaite rectitude du profilé.

10

La présente invention trouve son application dans l'obtention de demi-produits ayant une grande résistance mécanique, un allongement convenable et une bonne tenue à l'environnement, caractéristiques qui les rendent particulièrement aptes à des applications dans l'industrie aéro-

15

nautique.

REVENDICATIONS

- 1°/ Procédé d'obtention à partir de poudre d'alliage d'aluminium à haute résistance de demi-produits filés, caractérisé en ce que l'on charge la poudre dans une gaine en alliage d'aluminium, dégaze la poudre à chaud sous une pression inférieure à la pression atmosphérique, scelle la
5 gaine, file l'ensemble en inverse à chaud et traite thermiquement à l'air ambiant.
- 2°/ Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la poudre a une granulométrie inférieure à 400 μm .
- 10 3°/ Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'alliage d'aluminium en poudre appartient au groupe constitué par la série des 7000.
- 15 4°/ Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce que l'alliage d'aluminium en poudre appartient au groupe constitué par les alliages 7090 et 7091.
- 5°/ Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'alliage
20 d'aluminium en poudre contient du lithium.
- 6°/ Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce que l'alliage d'aluminium en poudre contient 2 à 3 % de lithium.
- 25 7°/ Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce que l'alliage d'aluminium en poudre contient au moins un des éléments appartenant au groupe constitué par le cuivre, le magnésium, le zinc et le zirconium.
- 8°/ Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce que la poudre
30 est obtenue par atomisation dans l'air.
- 9°/ Procédé selon la revendication 8, caractérisé en ce que la poudre est précompactée à froid avant chargement dans la gaine.
- 35 10°/ Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce que la poudre est obtenue par atomisation dans un gaz neutre.

11°/ Procédé selon la revendication 10, caractérisé en ce que le gaz neutre est de l'hélium.

5 12°/ Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la gaine est en alliage d'aluminium appartenant au groupe constitué par la série des 5000.

10 13°/ Procédé selon la revendication 12, caractérisé en ce que la gaine appartient au groupe constitué par les A-G3 et les A-G5.

14°/ Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la poudre est dégazée à une température comprise entre 350 et 550° C.

15 15°/ Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'on dégaze la poudre sous une pression absolue inférieure à 0,13 Pa.

16°/ Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'on file à une température comprise entre 350 et 500° C.

20 17°/ Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'on file à une vitesse supérieure à celle des produits coulés en alliages durs.

25 18°/ Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce que le produit filé est soumis à un traitement de mise en solution vers 500° C à l'air ambiant.

19°/ Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le produit filé est soumis à un traitement de revenu entre 150 et 200° C pendant 6 à 10 heures.

1/1

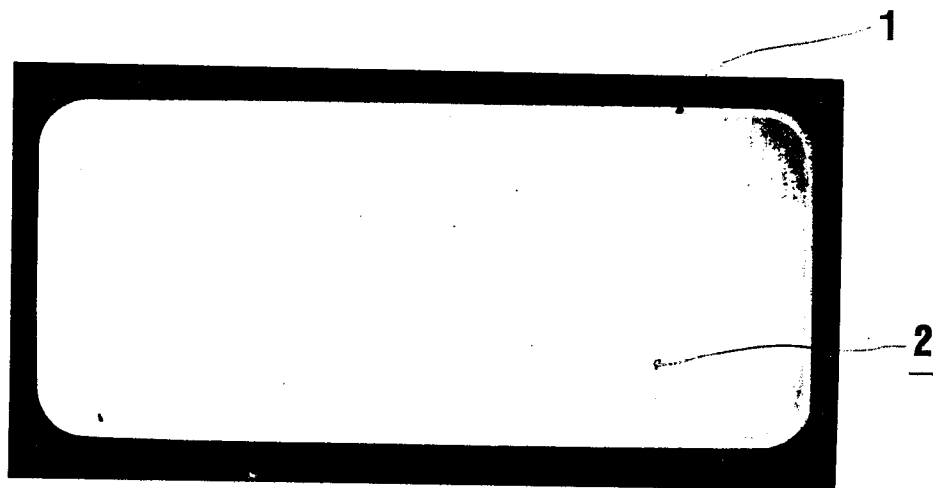


FIG. 1

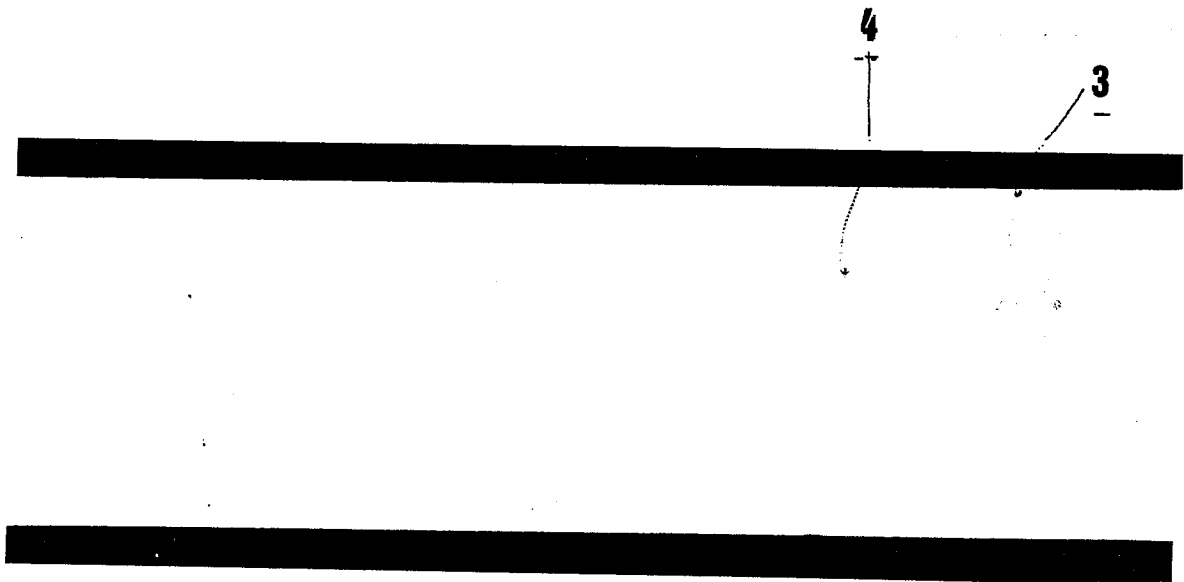


FIG. 2



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

0133144
Numéro de la demande

EP 84 42 0126

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Categorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl. 3)
P, X	EP-A-0 100 470 (SHOWA DENKO K.K. et al.) 15-02-1984 * exemple 3; pages 34-37; exemple 1; pages 15-16 *	1-19	B 22 F 3/20 C 22 C 1/04
Y	--- EP-A-0 045 622 (MPD) * revendications 1, 10, 12, 14, 16, 18, 19; pages 7-8, exemple 1 *	1-19	
Y	--- EP-A-0 019 569 (CEGEDUR SOCIETE DE TRANSFORMATION DE L'ALUMINIUM PECHINEY) * revendication 1; page 1, ligne 32 - page 5, ligne 24 *	1-19	
Y	--- FR-A-2 043 668 (LOCKHEED) * revendications 13-14; exemple 1; pages 8-13 *	1-7, 14-18	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl. 3)
Y	--- US-A-4 379 719 (G.J. HILDEMAN) * résumé; revendications 1, 8, 20; colonne 3, lignes 24-46 *	1, 2, 9, 10, 13-16	B 22 F C 22 C
Y	--- FR-A-1 155 274 (VEREINIGTE LEICHTMETALL-WERKE) * résumé *	1, 3, 4, 7, 12	
Le présent rapport de recherche a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 28-09-1984	Examineur SCHRUIERS H.J.
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	