

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11)

EP 0 679 199 B1

(12)

FASCICULE DE BREVET EUROPEEN

(45) Date de publication et mention
de la délivrance du brevet:

02.06.1999 Bulletin 1999/22

(21) Numéro de dépôt: **95901489.5**

(22) Date de dépôt: **15.11.1994**

(51) Int Cl.⁶: **C22C 21/08, C22F 1/05**

(86) Numéro de dépôt international:
PCT/FR94/01330

(87) Numéro de publication internationale:
WO 95/14113 (26.05.1995 Gazette 1995/22)

(54) **ALLIAGE DE TYPE ALUMINIUM-SILICIUM-MAGNESIUM A DUCTILITE ET EMBOUTISSABILITE
AMELIOREES ET PROCEDE D'OBTENTION**

AL-SI-MG-LEGIERUNG MIT VERBESSERTER DEHNBARKEIT UND TIEFZIEHEIGENSCHAFTEN
UND VERFAHREN ZU DEREN HERSTELLUNG

ALUMINIUM-SILICON-MAGNESIUM ALLOY HAVING IMPROVED DUCTILITY AND
DEEP-DRAWING PROPERTIES, AND METHOD FOR PRODUCING SAME

(84) Etats contractants désignés:
CH DE FR GB IT LI

(30) Priorité: **17.11.1993 FR 9313966**
08.02.1994 FR 9401603

(43) Date de publication de la demande:
02.11.1995 Bulletin 1995/44

(73) Titulaire: **PECHINEY RHENALU**
92400 Courbevoie (FR)

(72) Inventeurs:
• **EHRSTROM, Jean-Christophe**
F-38130 Echirolles (FR)
• **FERTON, Daniel**
F-38000 Grenoble (FR)

• **SIGLI, Christophe**
F-38000 Grenoble (FR)

(74) Mandataire: **Mougeot, Jean-Claude**
PECHINEY
28, rue de Bonnel
69433 Lyon Cedex 03 (FR)

(56) Documents cités:
EP-A- 0 059 812 **EP-A- 0 259 232**
EP-A- 0 375 572 **EP-A- 0 548 007**
US-A- 4 589 932 **US-A- 4 614 552**

• **PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 015, no.**
123 (C-0816) 26 Mars 1991 & JP,A,03 006 348
(KOBE STEEL LTD.) 11 Janvier 1991

Il est rappelé que: Dans un délai de neuf mois à compter de la date de publication de la mention de la délivrance du brevet européen, toute personne peut faire opposition au brevet européen délivré, auprès de l'Office européen des brevets. L'opposition doit être formée par écrit et motivée. Elle n'est réputée formée qu'après paiement de la taxe d'opposition. (Art. 99(1) Convention sur le brevet européen).

EP 0 679 199 B1

Description

[0001] L'invention concerne des alliages d'aluminium type Al-Si-Mg à ductilité et emboutissabilité améliorées, utilisés sous forme de tôles ou bandes, ainsi qu'un procédé d'obtention de ceux-ci. Les tôles ou bandes sont particulièrement destinées à l'emboutissage et en particulier à la carrosserie automobile.

[0002] Pour une résistance mécanique donnée, la ductilité et l'emboutissabilité sont les caractéristiques essentielles des tôles ou bandes destinées à être mises en forme à froid, avant revêtements superficiels telles que la peinture et "cuisson" de ceux-ci.

[0003] Les alliages classiques utilisés dans ce domaine, tels que les alliages 6009, 6016, 6111 (décrit dans le brevet US 4 614 552), selon la désignation de l'Aluminium Association présentent encore des caractéristiques mécaniques d'utilisation et de formabilité insuffisantes.

[0004] Le brevet EP 0 375 572 de la demanderesse décrit un alliage contenant (en poids %) :

de 0,9 à 1,35 % Si

de 0,1 à 0,5 % Mg

Mn ≤ 0,3 %

de 0,5 à 0,8 % Cu

Fe ≤ 0,35 %

[0005] L'alliage selon l'invention contient (en poids %) :

de 0,15 à 0,65 Mn

de 0,3 à 0,6 Mg

de 0,7 à 1,2 Si

de 0,1 à 0,5 Cu

jusqu'à 0,4 Fe

jusqu'à 0,05 (chacun) et 0,15 (au total) d'autres éléments

reste Al

[0006] La composition préférée est la suivante :

de 0,25 à 0,45 Mn

de 0,3 à 0,5 Mg

de 0,85 à 1,10 Si

de 0,1 à 0,3 Cu

jusqu'à 0,3 Fe

reste: Al+ impuretés inévitables.

[0007] On sait que la présence de Mn est favorable à la résistance mécanique et à la déformabilité; cette action est sensible au-delà de 0,1%; cependant au-delà de 0,8% Mn, il y a formation de composés (Al,Mn,Fe) grossiers qui nuisent à la formabilité. La demanderesse a aussi trouvé que des teneurs élevées en Mn conduisent à une homogénéisation de la déformation microscopique, ce qui est favorable à une bonne répartition des déformations.

Pour des valeurs de Mg inférieures à 0,25%, la limite élastique après cuisson des revêtements est trop faible; pour les valeurs supérieures à 0,8%, la formabilité devient insuffisante et la maturation trop rapide.

Si la teneur en Si est inférieure à 0,5%, les caractéristiques mécaniques sont trop faibles; si Si > 1,3%, des composés primaires grossiers apparaissent et nuisent à la formabilité.

Si la teneur en Cu est supérieure à 0,9%, la tenue à la corrosion (intercristalline) est insuffisante.

Si la teneur en Fe est supérieure à 0,5%, il en résulte une précipitation grossière néfaste à la formabilité.

[0008] Le procédé de fabrication habituellement utilisé comporte les opérations suivantes :

- coulée d'un alliage de composition donnée sous forme de lingots ou de bandes
- homogénéisation éventuelle
- réchauffage et laminage à chaud
- laminage à froid
- mise en solution
- mise en forme à froid à l'état T4
- revêtement superficiel éventuel et sa "cuisson", par exemple une peinture (laquelle contribue au durcissement de l'alliage) -voir par exemple US 4614552, US 4784921, US 4840852, WO 87/02712.

[0009] La demanderesse a trouvé que cette gamme pouvait être simplifiée et/ou améliorée, d'une part en réduisant l'étape d'homogénéisation à un réchauffage avant laminage à chaud, ou d'autre part, en introduisant une trempe rapide et une étape de pré-revenu après trempe et avant mâturation.

[0010] Ainsi, le procédé selon l'invention, comportant les opérations de coulée, réchauffage, laminage à chaud et éventuellement à froid, mise en solution et trempe, mâturation et éventuellement revêtement superficiel et "cuisson" de celui-ci, est caractérisé en ce que la température du réchauffage avant laminage à chaud et la température d'entrée au laminoir à chaud est comprise entre 460 et 520°C.

[0011] Une montée en température à une vitesse comprise entre 10°C/h et 150°C/h et une température de maintien limitée entre 460°C et 520°C conduisent en effet à un maximum de la densité volumique des précipités, au Mn : Al (Fe,Mn)Si; leur taille maximale est inférieure à 0,2 µm et leur taille médiane est inférieure à 0,07 µm.

[0012] Après montée en température, la durée de maintien en température est comprise entre 30 min et 24 h. La température de fin de laminage à chaud est de préférence inférieure à 400°C et même 350°C.

[0013] Les fins précipités au manganèse subsistent jusqu'au stade final, et la demanderesse émet l'hypothèse que la présence de ceux-ci est à l'origine de l'amélioration des caractéristiques de mise en forme à froid.

[0014] La mise en solution est de préférence réalisée entre 520 et 570°C et en particulier, entre 550 et 570°C, pendant 5 min à 1 h. La vitesse moyenne de trempe est de préférence supérieure à 100°C/sec.

[0015] Pour les faibles durées de maintien, un four à passage peut être utilisé.

[0016] Typiquement l'alliage mûrit à l'ambiante et atteint une dureté stationnaire en 15 jours environ, état dans lequel il est apte à subir des mises en forme.

[0017] Après formage et éventuellement un revêtement de surface, l'alliage peut subir un durcissement par revenu au cours du traitement de cuisson du revêtement (vers 180°C pendant 30 min). Il a cependant été remarqué que dans le cas d'un alliage homogénéisé de façon classique, la pratique d'un pré-revenu entre 70 et 150°C pendant 0,5 à 5 h après la trempe conduit à une augmentation notable du coefficient d'écrouissage n (après mâturation) et à une augmentation significative des caractéristiques de résistance mécanique (après cuisson des revêtements).

Le coefficient d'écrouissage est égal à $n = d(Ln\sigma)/d\epsilon$, σ étant la contrainte de Von Misès et ϵ la déformation équivalente de Von Misès pour des déformations en traction comprises entre 5 et 20% ($\epsilon = Ln(1/\epsilon_0)$).

[0018] La figure 1 représente les évolutions du coefficient d'écrouissage n à l'état mûri en fonction de la limite élastique à l'état durci avec et sans pré-revenu, dans les conditions reportées à l'Exemple 2.

[0019] L'invention sera mieux comprise à l'aide des exemples suivants :

Exemple 1

[0020] Les alliages dont la composition est reportée au Tableau I ont été élaborés en lingots, de 1,25x0,6 m² de section, scalpés, réchauffés (vitesse de montée : 46°C/h; température de maintien: 480°C) et laminés à chaud avec une température d'entrée de 480°C et une température de sortie de 310°C jusqu'à une épaisseur de 4mm, puis à froid jusqu'à une épaisseur de 1,2mm.

[0021] La mise en solution en four à passage a été effectuée dans les conditions données au Tableau II, refroidissement brouillard puis les tôles ont subi un vieillissement de 15 jours à la température ambiante avant essais.

[0022] Les caractéristiques mécaniques (sens long) et les déformations à rupture ϵ_f en expansion biaxiale obtenues sont reportés au Tableau III.

[0023] Le test d'expansion biaxiale consiste à déformer une tôle 300x300x1,2 mm maintenue par un flan circulaire de diamètre 250 mm par une pression hydraulique. La déformation est mesurée au sommet du dôme formé. On peut constater que l'alliage suivant l'invention présente des caractéristiques de formabilité améliorées par rapport à celles des alliages obtenus selon l'art antérieur. On constate également un léger durcissement qui n'est pas spécifiquement recherché dans l'invention.

[0024] Les précipités au Mn ont une taille médiane à 0,06 µm avec une dimension maximale de 0,18 µm.

TABLEAU I

Alliage	Composition (poids %)				
	Mn	Mg	Si	Cu	Fe
A*	0,1	0,35	0,9	0,1	0,25
B	0,4	0,45	0,9	0,1	0,25
C	0,4	0,4	1,1	0,4	0,25

* : en dehors du domaine de l'invention

TABLEAU II

Gamme	Réchauffage		Mise en solution	Etat (T4)
	Vitesse	Maintien		
1 (témoin)	46°C/h	1h à 580°C	30 sec à 550°C	15 j à 20°C
2 (revendiquée)	46°C/h	2h à 480°C	30 min à 550°C	15 j à 20°C

TABLEAU III

Alliage	Gamme	R 0, 2 (MPa)	Rm (MPa)	A %	A % réparti	ε_f (%)
A	1	105	220	25	19	52
B	1	115	230	29	22	59
B*	2	120	235	31	23	62
C	1	135	250	28	21	53
C*	2	140	255	30	23	60

* selon l'invention.

Exemple 2

[0025] Un alliage de composition pondérale suivante (en %)

Si: 1,08 Fe: 0,10 Cu : 0,05 Mn: 0,38 Mg: 0,40 a été coulé en plateaux de 1,25 x 0,6 m², homogénéisé à 520°C pendant 33 h, laminé à chaud jusqu'à 4 mm d'épaisseur entre 494 et 304°C, laminé à froid jusqu'à 1,2 mm d'épaisseur, mis en solution dans un four à air avec une montée en 30 min à 560°C et maintien de 5 min à cette température et trempe à l'eau à 20°C.

10 min après la trempe, des échantillons ont subi un pré-revenu de 2 h à 100°C, d'autres échantillons de comparaison n'étant pas traités.

Les essais de traction ont été effectués 14 jours après la trempe et certains échantillons ont été contrôlés après un revenu de 30 min à 180°C, simulant les conditions de cuisson des revêtements.

[0026] Les résultats obtenus sont reportés sur le Tableau IV ci-après et représentés graphiquement sur la figure 1. On peut constater les effets bénéfiques du pré-revenu sur le coefficient n à l'état mûri (T4) et sur les caractéristiques mécaniques après cuisson des revêtements.

TABLEAU IV

Homo.	Prévenu	ETAT T4							Après 30 min à 180°C						
		Rp0,2 (MPa)	Rm (MPa)	A25 (%) *	Au (%) **	n	A50 (%) ***		Rp0,2 (MPa)	Rm (MPa)	A25 (%) *	Au (%) **	n	A50 (%) ***	
520	non	143 144 147	272 274 273	33,74 32,9 30,66	23,99 23,1 22,49	0,265 0,257 0,252	28,87 28 26,58		149 155 161	269 271 271	30,4 26,5 27,9	21,9 20,7 20,4	0,242 0,233 0,224	26,17 23,59 24,13	
520	non	139 138 139	270 269 268	33,05 33,1 33,9	24,07 24,26 24,29	0,268 0,27 0,267	28,56 28,68 29,1		159 166 155	265 267 265	26,4 28,1 26	19,8 20,6 19,9	0,228 0,221 0,228	23,13 24,33 22,93	
520	2h 100°C	130 130 132,3	260 260 257,8	30,99 32,17 30,74	23,7 24,17 23,59	0,277 0,279 0,276	27,35 28,17 27,17		226 223 233	309 309 313	21,5 23,1 25,5	13,6 15,9 16,3	0,178 0,172 0,166	17,5 19,5 20,88	
520	2h 100°C	132 131 128	256 256 259	32,08 31,14 32,88	24,67 23,9 25,01	0,271 0,273 0,278	28,37 27,52 28,7		229 217 223	307 305 304	24 26,8 23,5	15,9 16,7 16,3	0,167 0,17 0,174	19,95 21,71 19,92	

* A25 : allongement sur 25 mm, mesuré

** Au : allongement réparti

*** A50 : allongement sur 50 mm, calculé.

Exemple 3

[0027] Des produits ont été traités conformément à l'Exemple 2, sauf en ce qui concerne différentes vitesses de refroidissement lors de la trempe.

[0028] Les résultats obtenus sont reportés au Tableau V.

TABLEAU V

Vitesse de trempe (°C/sec)	ETAT T4				30 min à 180°C R 0,2
	R 0,2 (MPa)	Rm (MPa)	A (%)	Au (%)	(MPa)
6	111	247	30,7	22,2	120
20	117	251	30,9	23,4	136
580	140	271	32,4	24,4	161

[0029] On constate que les vitesses de trempe élevées sont nettement favorables à l'obtention des caractéristiques mécaniques élevées à l'état durci, avec une augmentation de l'allongement réparti à l'état T4.

Revendications

1. Alliage d'aluminium pour bandes et tôles destinées à l'emboutissage caractérisé en ce qu'il contient en poids % :

de 0,15 à 0,65 Mn
de 0,3 à 0,6 Mg
de 0,7 à 1,2 Si
de 0,1 à 0,5 Cu
jusqu'à 0,4 Fe.
jusqu'à 0,05 (chacun et 0,15 (au total) d'autres éléments
reste Al

2. Alliage selon la revendication 1 caractérisé en ce qu'il contient :

de 0,25 à 0,45 Mn
de 0,3 à 0,5 Mg
de 0,85 à 1,10 Si
de 0,1 à 0,3 Cu
jusqu'à 0,3 Fe.

3. Alliage suivant l'une des revendications 1 à 3 caractérisé en ce qu'il contient des précipités au Mn, type A1 (Mn, Fe) Si, dont la taille médiane est inférieure à 0,07 µm et la taille maximale inférieure à 0,20 µm.

4. Méthode d'obtention de tôles ou bandes en alliage d'Al suivant l'une des revendications 1 à 3, comportant un réchauffage sans homogénéisation et un laminage à chaud (et éventuellement à froid), une mise en solution et trempe et une maturation à la température ambiante, caractérisée en ce que la température de réchauffage et de début de laminage à chaud est comprise entre 460 et 520°C.

5. Méthode selon la revendication 4, caractérisée en ce que la durée de maintien à la température est comprise entre 30 min et 24 h.

6. Méthode selon l'une des revendications 4 ou 5, caractérisée en ce que la vitesse de montée en température est comprise entre 10°C/h et 150°C/h.

7. Méthode selon l'une des revendications 4 à 6, caractérisée en ce que la température de fin de laminage à chaud est inférieure à 400°C, et de préférence inférieure à 350°C.

8. Méthode selon l'une des revendications 4 à 7, caractérisée en ce que la mise en solution a lieu entre 520 et 570°C, pendant 5 min à 1 h.

9. Méthode selon l'une des revendications 4 à 8, caractérisée en ce que la maturation à la température ambiante est au moins de 15 jours.

10. Méthode d'obtention de tôles ou bandes en alliage d'Al suivant l'une des revendications 1 à 3 comportant au moins une homogénéisation ou un réchauffage des lingots, un laminage à chaud (et éventuellement à froid), une mise en solution et trempe, une maturation, une mise en forme, et un traitement de cuisson des revêtements, caractérisée en ce qu'un pré-revenu entre 70 et 150°C d'une durée de 0,5 à 5 h est pratiqué entre la trempe et la maturation.

11. Méthode d'obtention d'une tôle ou bande d'alliage d'Al suivant la revendication 10 caractérisée en ce que la vitesse moyenne de refroidissement lors de la trempe est supérieure à 100° C/sec.

Patentansprüche

1. Aluminiumlegierung für zum Tiefziehen bestimmte Bänder und Bleche, dadurch gekennzeichnet, daß sie enthält (in Masse-%) :

0,15 bis 0,65 Mn
0,3 bis 0,6 Mg
0,7 bis 1,2 Si
0,1 bis 0,5 Cu
bis zu 0,4 Fe
bis zu (jeweils) 0,5 und (insgesamt) 0,15 weitere Elemente
Rest Al.

2. Legierung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß sie enthält :

0,25 bis 0,45 Mn
0,3 bis 0,5 Mg
0,85 bis 1,10 Si
0,1 bis 0,3 Cu
bis zu 0,3 Fe.

3. Legierung nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß sie Mn-Niederschläge vom Typ Al (Mn, Fe) Si enthält, deren mittlere Größe kleiner als 0,07 µm und deren maximale Größe kleiner als 0,20 µm ist.

4. Verfahren zur Herstellung von Blechen oder Bändern aus einer Aluminiumlegierung nach einem der Ansprüche 1 bis 3, umfassend ein Aufwärmen ohne Homogenisierung und ein Warmwalzen (und eventuell ein Kaltwalzen), ein Lösungsglühen und Abschrecken und eine Kaltauslagerung bei Raumtemperatur, dadurch gekennzeichnet, daß die Erwärmungstemperatur und die Temperatur zu Beginn des Warmwalzens zwischen 460 und 520°C liegt.

5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperaturhaltezeit 30 min bis 24 h beträgt.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 4 oder 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperaturanstiegsgeschwindigkeit 10°C/h bis 150°C/h beträgt.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 4 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperatur am Ende des Warmwalzens niedriger als 400°C und vorzugsweise niedriger als 350°C ist.

8. Verfahren nach einem der Ansprüche 4 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß das Lösungsglühen bei 520 bis 570°C während 5 min bis 1 h erfolgt.

9. Verfahren nach einem der Ansprüche 4 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß die Kaltauslagerung bei Raumtemperatur mindestens 15 Tage dauert.

10. Verfahren zur Herstellung von Blechen oder Bändern aus einer Aluminiumlegierung nach einem der Ansprüche 1 bis 3, umfassend mindestens eine Homogenisierung oder ein Aufwärmen der Barren, ein Warmwalzen (und eventuell ein Kaltwalzen), ein Lösungsglühen und Abschrecken, eine Kaltauslagerung, ein Formen und ein Brennen

der Beschichtungen, dadurch gekennzeichnet, daß zwischen Abschrecken und Kaltauslagerung eine Vorauslagerungsbehandlung bei 70 bis 150°C während einer Dauer von 0,5 bis 5 h. durchgeführt wird.

11. Verfahren zur Herstellung eines Bleches oder Bandes aus einer Aluminiumlegierung nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß die durchschnittliche Abkühlungsgeschwindigkeit beim Abschrecken mehr als 100°C/sec beträgt.

Claims

1. An aluminium alloy for strips and sheets for deep drawing, characterised in that it contains, in weight % :

0.15 to 0.65 Mn
0.3 to 0.6 Mg
0.7 to 1.2 Si
0.1 to 0.5 Cu
up to 0.4 Fe
up to 0,05 (each et 0.15 (in total) of other elements,
remainder : Al

2. An alloy according to claim 1, characterised in that it contains :

0.25 to 0.45 Mn
0.3 to 0.5 Mg
0.85 to 1,10 Si
0.1 to 0.3 Cu
up to 0.3 Fe.

3. An alloy according to any one of claims 1 to 2, characterised in that it contains Mn precipitates of the type Al (Mn, Fe) Si, in which the average size is less than 0.07 µm and the maximum size is less than 0.20 µm.

4. A process for the production of sheets or bands of an Al alloy in accordance with any one of claims 1 to 3, comprising the steps of reheating without homogenization and hot rolling (and optionally cold rolling), solution heat treating and quenching, and ageing at room temperature, characterised in that the reheating temperature and the temperature at the start of the hot rolling step is between 460 and 520° C.

5. A process according to claim 4, characterised in that the temperature is held for between 30 min and 24 h.

6. A process according to claims 4 or 5, characterised in that the heating rate is between 10° C/h and 150° C/h.

7. A process according to any one of claims 4 to 6, characterised in that the hot rolling end temperature is less than 400° C, preferably less than 350° C.

8. A process according to any one of claims 4 to 7, characterised in that the solution heat treatment step is carried out at between 520° C and 570° C, for 5 min to 1 h.

9. A process according to any one of claims 4 to 8, characterised in that the room temperature ageing period is at least 15 days.

10. A process for the production of sheets or strips of Al alloy in accordance with any of claims 1 to 3, comprising at least one ingot homogenization or reheating step, a hot rolling step (and optionally a cold rolling step), a solution heat treatment step and a quenching step, an ageing step, a forming step and a firing treatment step for any coating, characterised in that pre-tempering between 70 and 150°C of a period of 0.5 to 5 h is carried out between the quenching and ageing steps.

11. A process for the production of a sheet or strip of Al alloy in accordance with claim 10, characterised in that the average cooling rate during the quenching step is greater than 100° C/sec.

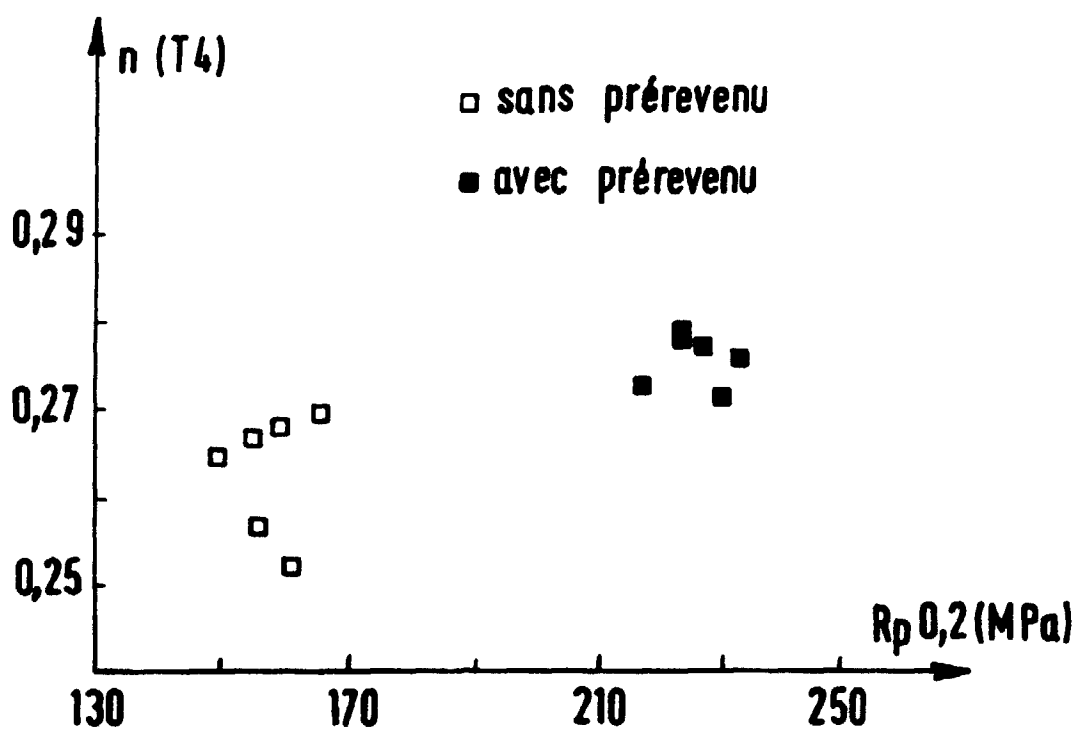


FIG.1