

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11)

EP 0 514 292 B1

(12)

FASCICULE DE BREVET EUROPEEN

(45) Date de publication et mention
de la délivrance du brevet:
31.07.1996 Bulletin 1996/31

(51) Int Cl.⁶: **C22F 1/053, C22C 21/10**

(21) Numéro de dépôt: **92420148.6**

(22) Date de dépôt: **11.05.1992**

(54) **Procédé pour améliorer l'isotropie transversale des produits épais en alliage d'aluminium de la série AA 7000**

Verfahren zur Verbesserung der Querisotropie eines dünnen Produktes aus einer AA 7000 Aluminium-Legierung

Process for improving the transverse isotropy of a thin product made from AA 7000 aluminium alloy

(84) Etats contractants désignés:
BE DE GB NL

(30) Priorité: **14.05.1991 FR 9105987**

(43) Date de publication de la demande:
19.11.1992 Bulletin 1992/47

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

(72) Inventeurs:
• **Lassince, Philippe**
F-63500 Issoire (FR)
• **Sainfort, Pierre**
F-38000 Grenoble (FR)

(74) Mandataire: **Séraphin, Léon et al**
PECHINEY
28, rue de Bonnel
F-69433 Lyon Cedex 03 (FR)

(56) Documents cités:
EP-A- 0 081 441 EP-A- 0 157 600
EP-A- 0 157 711 FR-A- 2 393 070
US-A- 3 847 681

- **DEFORMATION, PROCESSING, AND STRUCTURE, 1984, Ed. G. Krauss, ASM Metals Park, Ohio 44073, pages 279-301, J.C. Williams et E.A. Starke, Jr.**
- **MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING, 14 (1974), Ed. Elsevier Sequoia S.A., Lausanne, pages 23-36, E. Di Russo et al**

Remarques:

Le dossier contient des informations techniques présentées postérieurement au dépôt de la demande et ne figurant pas dans le présent fascicule.

EP 0 514 292 B1

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).

Description

L'invention concerne un procédé d'amélioration de l'isotropie des caractéristiques mécaniques de traction dans tout plan contenant la direction travers-court de produits épais en alliage d'Al à durcissement structural, appartenant à la série 7000 selon la désignation de l'Aluminum Association.

On sait que les produits corroyés épais en alliage d'aluminium de ce type présentent une zone de faible ductilité associée à de faibles résistances mécaniques de traction dans tout plan contenant la direction travers-court (TC) dans une zone située à 40-60° environ de cette direction travers-court.

Ceci conduit généralement à une insuffisance de tenue lors de sollicitations mécaniques exercées dans cette zone soit au cours de la fabrication, soit au cours de l'utilisation de tels matériaux.

On connaît également par l'article de J.C. WILLIAMS et E. A. STARKE "The role of Thermomechanical Processing in Tailoring the Properties of Aluminum and Titanium Alloys" publié dans les actes de l'ASM Materials Science Seminar "Deformation Processing and Structure" à Saint-Louis, Missouri, USA, en octobre 1982, des traitements thermomécaniques, désignés sous le sigle ITMT, comportant une succession de déformations et de traitements thermiques. Ces traitements ITMT conduisent à une structure fine équiaxe avec recristallisation complète entraînant une réduction de l'anisotropie du produit traité. Ces traitements complexes ne sont pas utilisés industriellement à cause de leur coût élevé, sauf pour la production de tôles superplastiques.

Le problème de l'anisotropie dans la ductilité travers-court est résolu par l'utilisation de la méthode de fabrication selon l'invention, telle que définie dans la revendication 1; les revendications 2 à 5 concernent des modes de réalisation préférés de cette méthode.

Ainsi, selon l'invention :

a) on coule un produit sous forme de lingots (plateaux ou billettes) en un alliage de la série 7000 selon la désignation de l'Aluminum Association, contenant au plus 90% des teneurs maximales en Fe et/ou Si et de préférence au plus 75% de celles-ci.

On tolère au moins 1 des éléments suivants jusqu'aux teneurs indiquées: $Zr \leq 0,15$, $Mn \leq 0,45$, $Cr \leq 0,23$, $Hf \leq 0,15$, $Ti \leq 0,10$ avec cependant une teneur globale inférieure à 0,90 %.

Le Zr est préférable dans les produits épais tels que tôles moyennes et fortes et produits forgés ou matricés d'épaisseur ≥ 20 mm.

On préfère Cr + Mn pour les produits minces (< 15 mm).

b) on homogénéise le produit de manière à dissoudre les eutectiques de coulée et à obtenir des composés intermétalliques suffisamment fins; on a de préférence des phases au Zr ($Al_3 Zr$ sphériques) de diamètre ≤ 30 nm et des phases $Al_{18} Cr_2 Mg_3$ et/ou $Al_{20} Cu_2 Mn$ sous forme de plaquettes ou bâtonnets dont la dimension maximale est inférieure à 500 nm.

c) on transforme ledit produit homogénéisé en un produit corroyé tel que tôles, profilés, etc... dans des conditions telles que le produit final ait, après mise en solution, un taux de recristallisation supérieur à 15%, et de préférence supérieur à 25 %, et inférieur à 35% mesuré par analyse d'image, sur coupe micrographique, dans une zone située dans le 1/3 central du produit.

d) le produit transformé à chaud est ensuite traité thermiquement par mise en solution, trempe, déformation plastique contrôlée éventuelle et revenu, et de préférence sur-revenu pour obtenir le produit final.

Il est connu que, pour obtenir les taux de recristallisation indiqués, la fin de la transformation à chaud doit être effectuée à une température ($T^\circ C$) suffisamment basse, typiquement inférieure à 390°C, et de préférence inférieure à 370°C, ces températures dépendant notamment de la nature et de la nuance de l'alliage considéré, de l'épaisseur du produit, avec un taux de déformation suffisamment élevé généralement >100 % et de préférence >150 %. Le taux de déformation est défini par

$$\frac{S - s}{s} \times 100$$

S étant la section droite transversale en cours de transformation lorsqu'elle atteint la température $T^\circ C$, et s la section droite transversale après déformation.

L'invention, qui concerne aussi les produits obtenus avec la méthode de l'invention, sera mieux comprise à l'aide des exemples suivants, et illustrée par les figures suivantes:

La Fig. 1 représente la corrélation entre $\Delta A/A$ (défini ci-après) dans le plan long/travers-court (L-TC) et le taux de recristallisation à mi-épaisseur pour des tôles épaisses en 7010.

EP 0 514 292 B1

La Fig. 2 représente une comparaison dans le plan travers-long/travers-court (TL/TC) de l'isotropie (de l'allongement %) de tôles épaisses en 7010 aux états T7651 et T7451.

Dans tous les exemples ci-après, l'anisotropie dans le plan considéré est caractérisée par le paramètre $\Delta A/A$ où ΔA est la différence d'allongement en traction entre la direction TC et la direction correspondant au minimum d'allongement, rapporté à l'allongement travers court A.

EXEMPLE 1

Influence du taux de recristallisation (voir aussi fig. 1)

Sur des tôles d'épaisseur 90 mm en 7075 ayant des taux de recristallisation respectivement de 5 et 25 % mesuré par analyse d'image à mi-épaisseur, on a obtenu les résultats suivants dans le plan L-TC.

Taux recrist. (%)	Direction (°)	Allongement A (%)	$\frac{\Delta A \times 100}{A}$
5%	0 (TC)	5,3	64
	30	2,1	
	45	1,9	
	60	6,5	
	90 (L)	11,9	
25%	0 (TC)	6,6	15
	30	5,6	
	45	5,6	
	60	8,8	
	90 (L)	12,0	

EXEMPLE 2

Influence de la pureté

Des tôles de 100 mm d'épaisseur en alliages 7075 et 7475 ayant respectivement les teneurs en Fe et Si suivantes :

	7075	7475
% Fe	0,18	0,05
% Si	0,10	0,04

ont été obtenues suivant une même gamme de fabrication et de traitement thermique. Les résultats obtenus dans le plan L-TC sont les suivants :

Alliage	Direction (°)	A (%)	$\frac{\Delta A}{A} \times 100$
7075	0 (TC)	6	34
	30	4,1	
	45	6	
	60	8,5	
	90 (L)	9	
7475	0 (TC)	8,8	22
	30	6,9	
	45	8,4	
	60	11,0	
	90 (L)	12,2	

EXEMPLE 3

Influence de l'état de revenu (fig. 2)

La comparaison statistique de la moyenne arithmétique de l'écart ΔA entre les états T74 et T76 sur des tôles d'épaisseur 80, 105 et 150 mm traitées en laboratoire.

On constate que l'état T74 est plus favorable que l'état T76.

Revendications

1. Méthode pour améliorer l'isotropie dans tout plan contenant la direction travers court de produits épais en alliages d'Al à durcissement structural, de la série 7000, méthode selon laquelle :

a) on coule une composition contenant au plus 90% des teneurs maximales en Fe et Si selon les désignations de l'Aluminum Association.

b) on homogénéise cette composition

c) on transforme à chaud le produit homogénéisé dans des conditions telles que le taux de recristallisation du produit final soit supérieur ou égal à 15 % et inférieur à 35%.

d) le produit est ensuite traité thermiquement par mise en solution, trempe, déformation contrôlée éventuelle et revenu conduisant au produit final.

2. Méthode selon la revendication 1, caractérisée en ce que la composition contient des teneurs en Fe et Si atteignant au plus 75% des teneurs maximales de l'Aluminium Association.

3. Méthode selon l'une des revendications 1 à 2, caractérisée en ce que la transformation à chaud conduit à un taux de recristallisation supérieur ou égal à 25%.

4. Méthode selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisée en ce que l'alliage est un alliage, contenant au plus 0,15% Zr, 0,45% Mn, 0,23% Cr, 0,15 Hf, 0,10% Ti avec $Zr + Mn + Cr + Hf + Ti \leq 0,90\%$.

5. Méthode selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisée en ce que le revenu conduit à un état T74 selon les désignations de l'Aluminum Association.

6. Produit épais obtenu selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que la diminution relative $\frac{\Delta A}{A}$ d'allongement en traction entre la direction TC et la direction correspondant au minimum d'allongement est inférieure à 35% dans tout plan contenant une direction travers court.

7. Produit épais selon la revendication 8, caractérisé en ce que $A\% > 3$ dans tout plan contenant une direction travers court.

8. Produit selon l'une des revendications 6 ou 7, caractérisé en ce que les phases $Al_3 Zr$ ont un diamètre inférieur ou égal à 30 nm et en ce que les phases $Al_{13} Cr_2 Mg_3$ et/ou $Al_{20} Cu_2 Mn$ sont sous formes de plaquettes ou bâtonnets dont la dimension maximale est inférieure à 500 nm.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Verbesserung der Isotropie in jeder die Querkurzrichtung enthaltenden Ebene von dicken Erzeugnissen aus Al-Legierungen mit Gefügeaushärtung der Serie 7000, gemäß dem:

a) man eine höchstens 90 % der Maximalgehalte an Fe und Si nach den Angaben der Aluminum Association enthaltende Zusammensetzung gießt,

b) man diese Zusammensetzung homogenisiert,

c) man das homogenisierte Erzeugnis unter solchen Bedingungen warmverformt, daß der Rekristallisationsgrad des Enderzeugnisses über oder gleich 15 % und unter 35 % ist, und

d) das Erzeugnis anschließend durch Lösungsglühen, Abschrecken, eventuelles gesteuertes Verformen und Warmauslagerung zum Erhalten des Enderzeugnisses wärmebehandelt wird.

2. Verfahren nach dem Anspruch 1,
dadurch gekennzeichnet, daß die Zusammensetzung Fe- und Si-Gehalte enthält, die höchstens 75 % der Maximalgehalte der Aluminum Association erreichen.
- 5 3. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 2,
dadurch gekennzeichnet, daß die Warmverformung zu einem Rekristallisationsgrad über oder gleich 25 % führt.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3,
dadurch gekennzeichnet, daß die Legierung eine Legierung ist, die höchstens 0,15 % Zr, 0,45 % Mn, 0,23 % Cr,
10 0,15 % Hf, 0,10 Ti enthält, wobei $Zr + Mn + Cr + Hf + Ti \leq 0,90 \%$ gilt.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4,
dadurch gekennzeichnet, daß das Warmauslagerung zu einem T74-Zustand nach den Angaben der Aluminum Association führt.
- 15 6. Nach einem der Ansprüche 1 bis 5 erhaltenes dickes Erzeugnis,
dadurch gekennzeichnet, daß die relative Zugdehnungsverminderung $\frac{\Delta A}{A}$ zwischen der Querkurz(TC)-Richtung und der der Minimaldehnung entsprechenden Richtung in jeder eine Querkurzrichtung enthaltenden Ebene unter 35 % ist.
- 20 7. Dickes Erzeugnis nach dem Anspruch 8,
dadurch gekennzeichnet, daß in jeder eine Querkurzrichtung enthaltenden Ebene $A \% > 3$ ist.
8. Erzeugnis nach einem der Ansprüche 6 oder 7,
25 dadurch gekennzeichnet, daß die Al_3Zr -Phasen einen Durchmesser unter oder gleich 30 nm haben und daß die $Al_{18}Cr_2Mg_3$ - und/oder $Al_{20}Cu_2Mn$ -Phasen in Formen von Plättchen oder Stäbchen sind, deren maximale Abmessung unter 500 nm ist.

30 Claims

1. Method for improving the isotropy in any plane containing the short transverse direction of thick Al alloy products with structural hardening, of the 7000 series, wherein:
 - 35 a) a composition containing at most 90% of the maximum Fe and Si contents according to the designations of the Aluminium Association is cast,
 - b) said composition is homogenized,
 - c) the homogenized product is subjected to hot transformation under conditions such that the degree of recrystallization of the final product is equal to or higher than 15% and lower than 35%, and
 - 40 d) the product is then heat treated by solution treatment, quenching optional controlled deformation and ageing resulting in the final product.
2. Method according to claim 1 characterized in that the composition contains Fe and Si contents reaching at the most 75% of the maximum contents according to the Aluminium Association.
- 45 3. Method according to one of claims 1 and 2 characterized in that the hot transformation step leads to a degree of recrystallization equal to or higher than 25%.
4. Method according to one of claims 1 to 3 characterized in that the alloy is an alloy containing at most 0.15% Zr, 0.45% Mn, 0.23% Cr, 0.15 Hf, 0.10% Ti with $Zr + Mn + Cr + Hf + Ti \leq 0.90\%$.
- 50 5. Method according to one of claims 1 to 4 characterized in that the ageing step leads to a T74 temper according to the designations of the Aluminium Association.
- 55 6. Thick product obtained according to any one of claims 1 to 5 characterized in that the relative reduction $\Delta A/A$ in respect of elongation in traction between the direction TC and the direction corresponding to the minimum of elongation is less than 35% in any plane containing a short transverse direction.

EP 0 514 292 B1

7. Product according to claim 6 characterized in that $A\% > 3$ in any plane containing a short transverse direction.
8. Product according to one of claims 6 and 7 characterized in that the Al_3Zr phases have a diameter equal to or below 30 nm and in that the $Al_{18}Cr_2Mg_3$ and/or $Al_{20}Cu_2Mn$ phases are in the form of small platelets or rods whose maximum size is below 500 nm.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

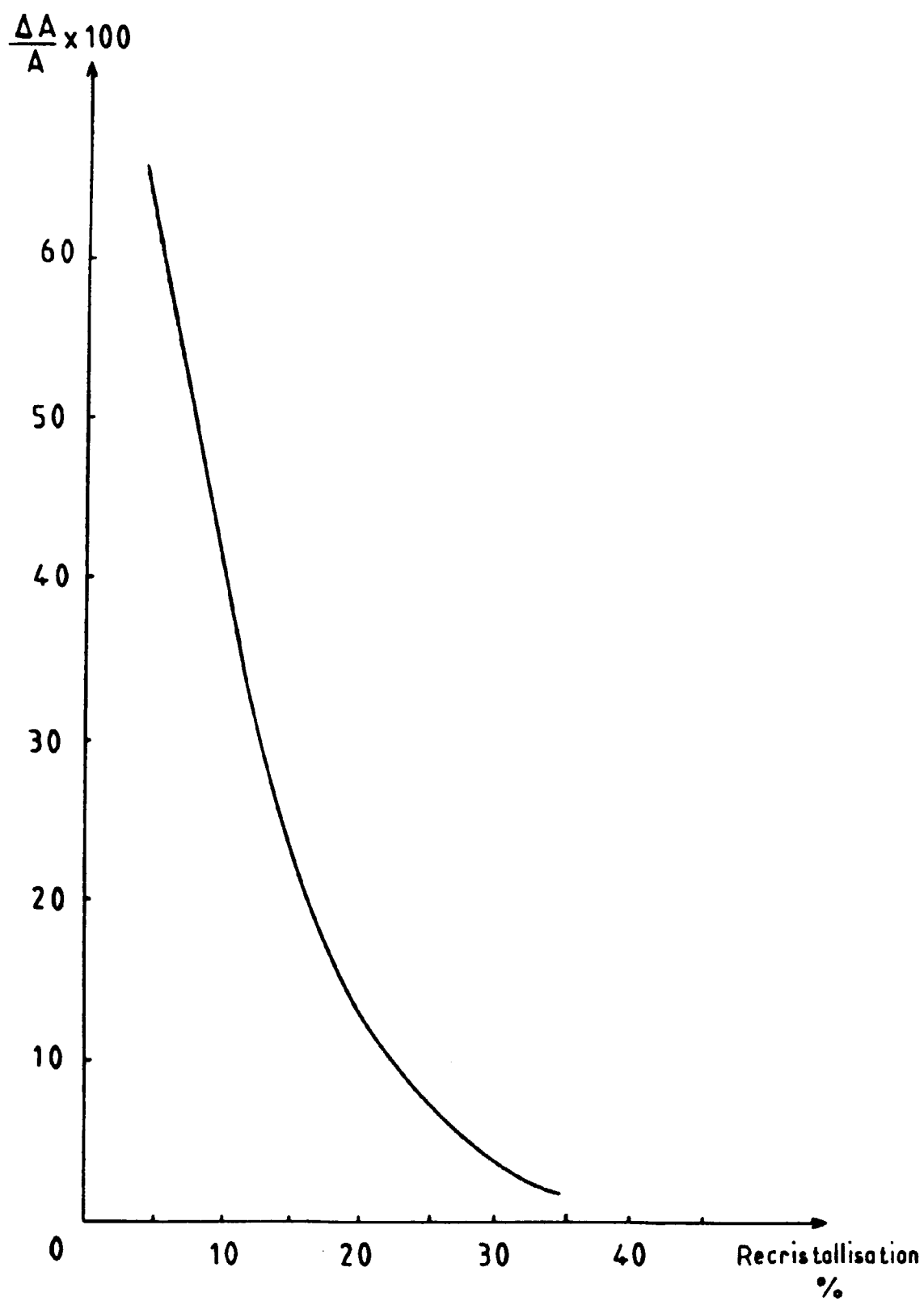


FIG. 1

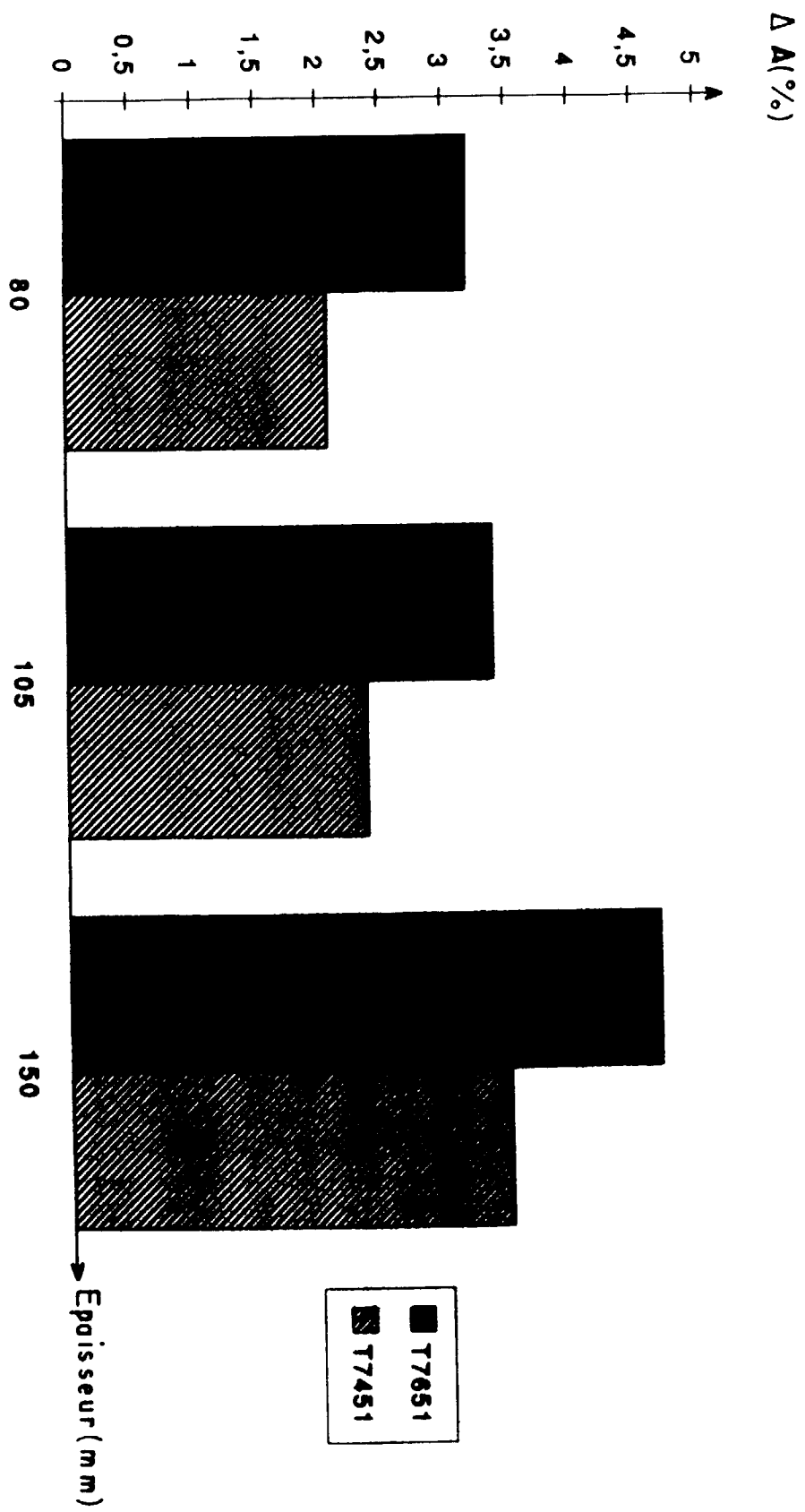


FIG. 2