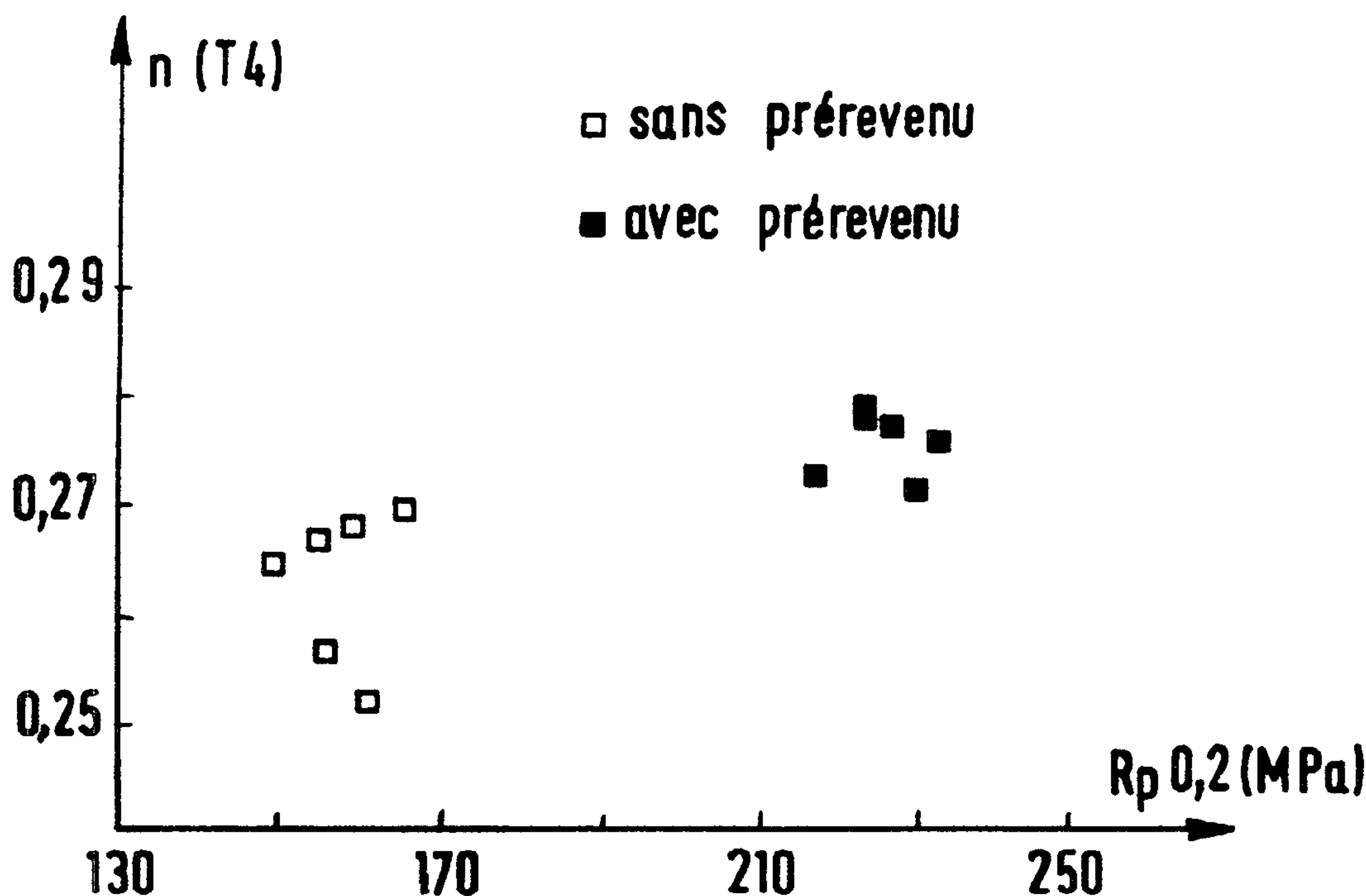




(86) Date de dépôt PCT/PCT Filing Date: 1994/11/15  
 (87) Date publication PCT/PCT Publication Date: 1995/05/26  
 (45) Date de délivrance/Issue Date: 2003/09/23  
 (85) Entrée phase nationale/National Entry: 1995/06/21  
 (86) N° demande PCT/PCT Application No.: FR 1994/001330  
 (87) N° publication PCT/PCT Publication No.: 1995/014113  
 (30) Priorités/Priorities: 1993/11/17 (93/13966) FR;  
 1994/02/08 (94/01603) FR

(51) Cl.Int.<sup>6</sup>/Int.Cl.<sup>6</sup> C22C 21/08, C22F 1/05  
 (72) Inventeurs/Inventors:  
 EHRSTROM, JEAN-CHRISTOPHE, FR;  
 FERTON, DANIEL, FR;  
 SIGLI, CHRISTOPHE, FR  
 (73) Propriétaire/Owner:  
 PECHINEY RHENALU, FR  
 (74) Agent: ROBIC

(54) Titre : ALLIAGE DE TYPE ALUMINIUM-SILICON-MAGNESIUM A DUCTILITE ET EMBOUTISSABILITE AMELIOREES ET PROCEDE D'OBTENTION  
 (54) Title: ALUMINIUM-SILICON-MAGNESIUM ALLOY HAVING IMPROVED DUCTILITY AND DEEP-DRAWING PROPERTIES, AND METHOD FOR PRODUCING SAME



(57) Abrégé/Abstract:

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. L'alliage revendiqué possède la composition chimique suivante (en poids %): de 0,1 à 0,8 Mn; de 0,25 à 0,8 Mg; de 0,5 à 1,3 Si; jusqu'à 0,9 Cu; jusqu'à 0,5 Fe; jusqu'à 0,5 (chacun) et 0,15 (au total) d'autres éléments; reste Al. Ces tôles et bandes sont obtenues par coulée, laminage à chaud dans des conditions de réchauffage et de laminage particulières, laminage à froid, mâturation, formage et cuisson des revêtements, un pré-revenu étant éventuellement pratiqué entre trempe et mâturation.



DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIEE EN VERTU DU TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS (PCT)

<p>(51) Classification internationale des brevets<sup>6</sup> C22C 21/08, C22F 1/05 <b>2152402</b></p>	<p>A1</p>	<p>(11) Numéro de publication internationale: <b>WO 95/14113</b> (43) Date de publication internationale: 26 mai 1995 (26.05.95)</p>
<p>(21) Numéro de la demande internationale: PCT/FR94/01330 (22) Date de dépôt international: 15 novembre 1994 (15.11.94)</p> <p>(30) Données relatives à la priorité: 93/13966 17 novembre 1993 (17.11.93) FR 94/01603 8 février 1994 (08.02.94) FR</p> <p>(71) Déposant (pour tous les Etats désignés sauf US): PECHINEY RHENALU [FR/FR]; La Défense 2, 6, place de l'Iris, Tour Manhattan, F-92400 Courbevoie (FR).</p> <p>(72) Inventeurs; et (75) Inventeurs/Déposants (US seulement): EHRSTROM, Jean-Christophe [FR/FR]; 5, place des Jacobins, F-38130 Echirolles (FR). FERTON, Daniel [FR/FR]; 4, boulevard Maréchal-Leclerc, F-38000 Grenoble (FR). SIGLI, Christophe [FR/FR]; 2 ter, rue Fourier, F-38000 Grenoble (FR).</p> <p>(74) Mandataire: MOUGEOT, Jean-Claude; Péchiney, 28, rue de Bonnel, F-69433 Lyon Cédex 03 (FR).</p>		<p>(81) Etats désignés: BR, CA, CZ, JP, KR, NO, RU, US, brevet européen (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).</p> <p>Publiée Avec rapport de recherche internationale.</p>
<p>(54) Title: ALUMINIUM-SILICON-MAGNESIUM ALLOY HAVING IMPROVED DUCTILITY AND DEEP-DRAWING PROPERTIES, AND METHOD FOR PRODUCING SAME</p> <p>(54) Titre: ALLIAGE DE TYPE ALUMINIUM-SILICON-MAGNESIUM A DUCTILITE ET EMBOUTISSABILITE AMELIOREES ET PROCEDE D'OBTENTION</p> <p>(57) Abstract</p> <p>Aluminium-silicon-magnesium alloys having improved ductility and deep-drawing properties for use as sheet or strip, and a method for producing same, are disclosed. The sheet or strip is particularly suitable for deep-drawing and motor vehicle bodywork in particular. The claimed alloy has a chemical composition consisting of: 0.1-0.8 wt % Mn, 0.25-0.8 wt % Mg, 0.5-1.3 wt % Si, up to 0.9 wt % Cu, up to 0.5 wt % Fe, and other elements up to 0.5 wt % each and 0.15 in all, with the balance being Al. The sheet and strip are produced by casting, hot rolling under special reheating and rolling conditions, cold rolling, age-hardening, forming and curing of coatings, and optionally pre-tempering performed between quenching and age-hardening.</p> <p>(57) Abrégé</p> <p>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. L'alliage revendiqué possède la composition chimique suivante (en poids %): de 0,1 à 0,8 Mn; de 0,25 à 0,8 Mg; de 0,5 à 1,3 Si; jusqu'à 0,9 Cu; jusqu'à 0,5 Fe; jusqu'à 0,5 (chacun) et 0,15 (au total) d'autres éléments; reste Al. Ces tôles et bandes sont obtenues par coulée, laminage à chaud dans des conditions de réchauffage et de laminage particulières, laminage à froid, mâturation, formage et cuisson des revêtements, un pré-revenu étant éventuellement pratiqué entre trempe et mâturation.</p>		

**ALLIAGE DE TYPE ALUMINIUM-SILICON-MAGNESIUM A DUCTILITE  
ET EMBOUTISSABILITE AMELIOREES ET PROCEDE D'OBTENTION**

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.

- 10 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.

Les alliages classiques utilisés dans ce domaine, tels que les alliages 6009, 6016, 6111, selon la désignation de l'Aluminium Association présentent encore des caractéristiques mécaniques d'utilisation et de formabilité insuffisantes.

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

- 20           de 0,1 à 0,8 Mn  
             de 0,25 à 0,8 Mg  
             de 0,5 à 1,3 Si  
             jusqu'à 0,9 Cu  
             jusqu'à 0,5 Fe  
             jusqu'à 0,5 (chacun) et 0,15 (au total) d'autres éléments  
             reste : Al.

La présente invention vise aussi une méthode d'obtention d'une tôle ou bande en alliage d'aluminium comportant la coulée de lingots de composition (% 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 aluminium,

10 une homogénéisation ou un réchauffage des lingots, un laminage, une mise en solution, une trempe, un prérevenu entre 70 et 150°C d'une durée de 0,5 à 5 h, et une maturation, une mise en forme et un traitement de cuisson des revêtements.

La présente invention concerne aussi un alliage d'aluminium pour bandes et tôles destinées à l'emboutissage caractérisé en ce qu'il contient:

20 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 aluminium,

et des précipités au manganèse du type Al(Mn, Fe)Si, dont la taille médiane est inférieure à 0,07  $\mu\text{m}$  et la taille maximale inférieure à 0,20  $\mu\text{m}$ .

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.

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  
 10 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.

20 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.

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
- 30 - laminage à froid
- mise en solution
- mise en forme à froid à l'état T4
- revêtement superficiel éventuel et sa "cuisson", par exemple une

3a

peinture (laquelle contribue au durcissement de l'alliage) -voir par exemple US 4614552, US 4784921, US 4840852, WO 87/02712.

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 maturation.

10 Ainsi, le procédé selon l'invention, comportant les opérations de coulée, réchauffage, laminage à chaud et éventuellement à froid, mise en solution et trempe, maturation 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.

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.

20 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.

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.

30 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.

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

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.

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 maturation) et à une augmentation significative des caractéristiques de résistance mécanique (après cuisson des revêtements).

Le coefficient d'écrouissage est égal à  $n = d(\ln \sigma) / d \epsilon$ ,  $\sigma$  étant la contrainte de Von Misès et  $\epsilon$  la déformation équivalente de Von Misès pour des déformations en traction comprises entre 5 et 20% ( $\epsilon = \ln(1/\sigma_0)$ ).

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.

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

#### Exemple 1

Les alliages dont la composition est reportée au Tableau I ont été élaborés en lingots, de 1,25x0,6 m<sup>2</sup> 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.

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.

Les caractéristiques mécaniques (sens long) et les déformations à rupture  $\epsilon_f$  en expansion biaxiale obtenues sont reportés au Tableau III.

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.

Les précipités au Mn ont une taille médiane à 0,06  $\mu\text{m}$  avec une dimension maximale de 0,18  $\mu\text{m}$ .

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

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	$\epsilon_f$ (%)
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

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 m<sup>2</sup>, 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.

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

\* A25 : allongement sur 25 mm, mesuré

\*\* Au : allongement réparti

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

2152402

Exemple 3

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

Les résultats obtenus sont reportés au Tableau V.

5

TABLEAU V

Vitesse de trempe (°C/sec)	ETAT T4				30 min à 180°C R 0,2 (MPa)	
	R 0,2 (MPa)	Rm (MPa)	A (%)	Au (%)		
10	6	111	247	30,7	22,2	120
15	20	117	251	30,9	23,4	136
	580	140	271	32,4	24,4	161

On constate que les vitesses de trempe élevées sont nettement favorables à l'obtention des caractéristiques mécaniques élevées à l'état durci, 20 avec une augmentation de l'allongement réparti à l'état T4.

REVENDICATIONS

1. Méthode d'obtention d'une tôle ou bande en alliage d'aluminium comportant la coulée de lingots de composition (% 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 aluminium,
- 10 une homogénéisation ou un réchauffage des lingots, un laminage, une mise en solution, une trempe, un prérevenu entre 70 et 150°C d'une durée de 0,5 à 5 h, et une maturation, une mise en forme et un traitement de cuisson des revêtements.
2. Méthode selon la revendication 1, caractérisée en ce que ledit laminage est un laminage à chaud.
3. Méthode selon la revendication 2, caractérisée en ce qu'elle comprend une étape de laminage à froid après le
- 20 laminage à chaud et avant la mise en solution.
4. Méthode selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisée en ce que l'alliage 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.

5. Méthode selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisée en ce que la vitesse moyenne de refroidissement lors de la trempe est supérieure à 100°C/s.
6. Méthode selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisée en ce qu'elle comporte un réchauffage et que la température de réchauffage et de début de laminage à chaud est comprise entre 460 et 520°C
7. Méthode selon la revendication 6, caractérisée en ce que la durée de maintien à la température de réchauffage est comprise entre 30 mn et 24 h.
8. Méthode selon l'une quelconque des revendications 6 ou 7, caractérisée en ce que la vitesse de montée en température au réchauffage est comprise entre 10°C/h et 150°C/h.
9. Méthode selon l'une quelconque des revendications 6 à 8, caractérisée en ce que la température de fin de laminage à chaud est inférieure à 400°C.
10. Méthode selon la revendication 9, caractérisée en ce que la température de fin de laminage à chaud est inférieure à 350°C.
11. Méthode selon l'une quelconque des revendications 6 à 10, caractérisée en ce que la mise en solution a lieu entre 520 et 570°C pendant 5 mn à 1 h.

12. Méthode selon l'une quelconque des revendications 6 à 11, caractérisée en ce que la durée de la maturation à température ambiante est d'au moins 15 jours.
13. Tôle en alliage d'aluminium obtenue par une méthode selon l'une quelconque des revendications 1 à 12, caractérisée en ce qu'elle contient des précipités au manganèse du type  $\text{Al}(\text{Mn}, \text{Fe})\text{Si}$ , dont la taille médiane est inférieure à  $0,07 \mu\text{m}$  et la taille maximale inférieure à  $0,20 \mu\text{m}$ .
- 10 14. Alliage d'aluminium pour bandes et tôles destinées à l'emboutissage caractérisé en ce qu'il contient:
- 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 aluminium,
- et des précipités au manganèse du type  $\text{Al}(\text{Mn}, \text{Fe})\text{Si}$ , dont la taille médiane est inférieure à  $0,07 \mu\text{m}$  et la taille maximale inférieure à  $0,20 \mu\text{m}$ .

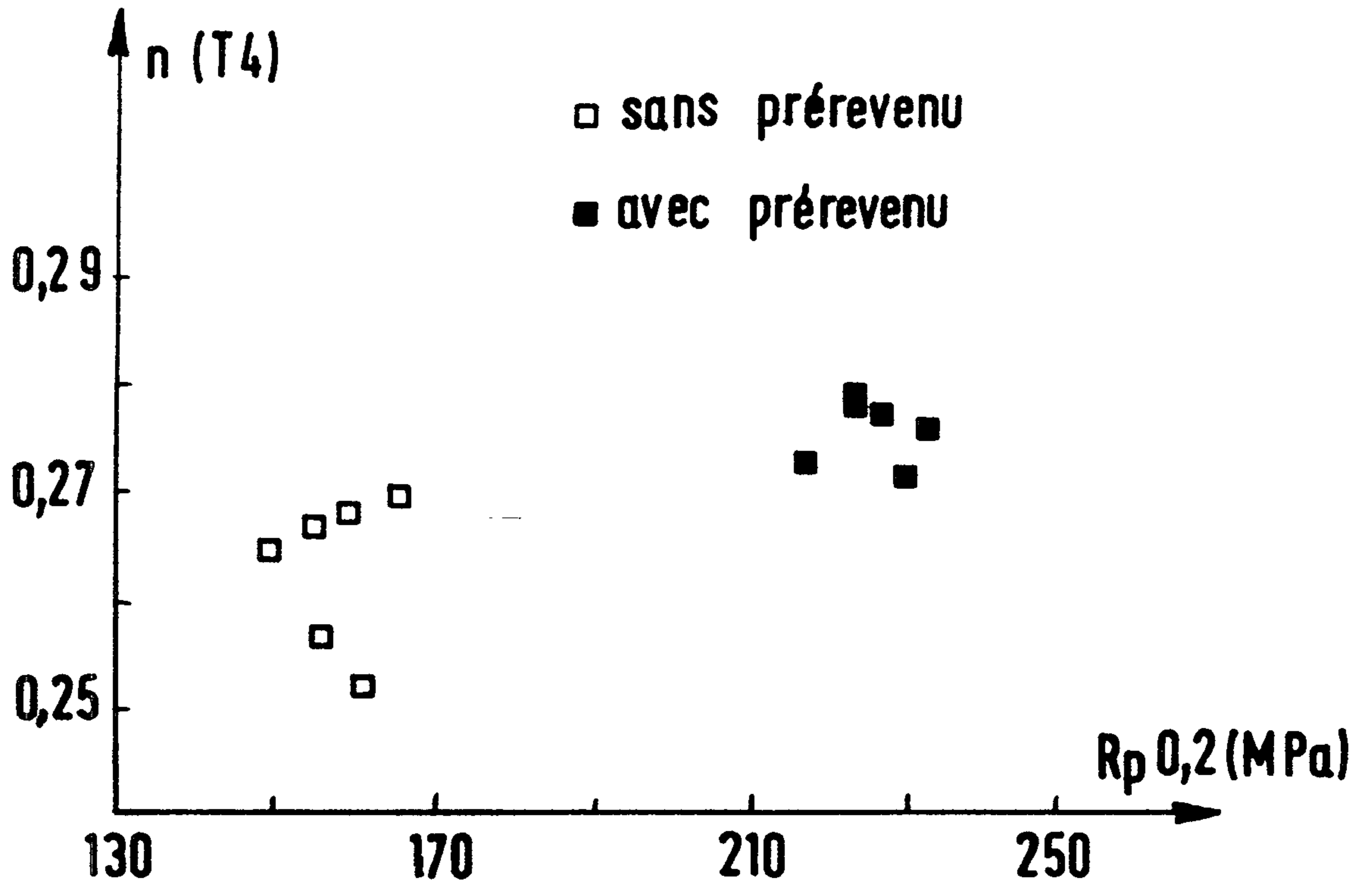


FIG.1

