

DOCUMENT MADE AVAILABLE UNDER THE PATENT COOPERATION TREATY (PCT)

International application number:	PCT/FR2012/000061
International filing date:	16 February 2012 (16.02.2012)
Document type:	Certified copy of priority document
Document details:	Country/Office: US
	Number: 61/444,274
	Filing date: 18 February 2011 (18.02.2011)
Date of receipt at the International Bureau:	22 March 2012 (22.03.2012)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a),(b) or (b-bis)

- 8 MARS 2012

PA 7338208

THE UNITED STATES OF AMERICA**TO ALL TO WHOM THESE PRESENTS SHALL COME:****UNITED STATES DEPARTMENT OF COMMERCE
United States Patent and Trademark Office**

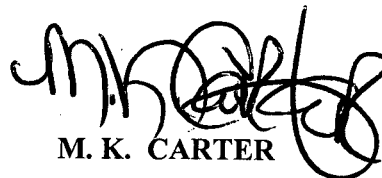
February 01, 2012

**THIS IS TO CERTIFY THAT ANNEXED HERETO IS A TRUE COPY FROM
THE RECORDS OF THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK
OFFICE OF THOSE PAPERS OF THE BELOW IDENTIFIED PATENT
APPLICATION THAT MET THE REQUIREMENTS TO BE GRANTED A
FILING DATE UNDER 35 USC 111.**

APPLICATION NUMBER: 61/444,274**FILING DATE: February 18, 2011**

**THE COUNTRY CODE AND NUMBER OF YOUR PRIORITY
APPLICATION, TO BE USED FOR FILING ABROAD UNDER THE PARIS
CONVENTION, IS US61/444,274**

**By Authority of the
Under Secretary of Commerce for Intellectual Property
and Director of the United States Patent and Trademark Office**



**M. K. CARTER
Certifying Officer**



Electronic Acknowledgement Receipt

EFS ID:	9476564
Application Number:	61444274
International Application Number:	
Confirmation Number:	2604
Title of Invention:	Demi-produit en alliage d-aluminium à microporosité améliorée et procédé de fabrication
First Named Inventor/Applicant Name:	Jarry Philippe
Customer Number:	84331
Filer:	Susan E. Shaw Mcbee/Sera Cho
Filer Authorized By:	Susan E. Shaw Mcbee
Attorney Docket Number:	2901683-046000
Receipt Date:	18-FEB-2011
Filing Date:	
Time Stamp:	13:32:06
Application Type:	Provisional

Payment information:

Submitted with Payment	yes
Payment Type	Deposit Account
Payment was successfully received in RAM	\$ 220
RAM confirmation Number	9448
Deposit Account	504254
Authorized User	

The Director of the USPTO is hereby authorized to charge indicated fees and credit any overpayment as follows:

Charge any Additional Fees required under 37 C.F.R. Section 1.17 (Patent application and reexamination processing fees)

Charge any Additional Fees required under 37 C.F.R. Section 1.19 (Document supply fees)

Charge any Additional Fees required under 37 C.F.R. Section 1.21 (Miscellaneous fees and charges)

File Listing:

Document Number	Document Description	File Name	File Size(Bytes)/ Message Digest	Multi Part /.zip	Pages (if appl.)
1	Provisional Cover Sheet (SB16)	Provisional_Transmittal.pdf	999526 2a00ccb1fd162887ac76b961db81de4b82904cc0	no	3

Warnings:

Information:

2		IR7690_Provisional_app.pdf	261934 cc0fadfb46e665b6c42111a2518272c49b79f05b8	yes	19
---	--	----------------------------	---	-----	----

Multipart Description/PDF files in .zip description

Document Description	Start	End
Specification	1	12
Claims	13	15
Abstract	16	16
Drawings-only black and white line drawings	17	19

Warnings:

Information:

3	Fee Worksheet (PTO-875)	fee-info.pdf	29567 268d35ff0db485f7d4dd42f29c6b1b613ed7139b3	no	2
---	-------------------------	--------------	--	----	---

Warnings:

Information:

Total Files Size (in bytes):			1291027
------------------------------	--	--	---------

This Acknowledgement Receipt evidences receipt on the noted date by the USPTO of the indicated documents, characterized by the applicant, and including page counts, where applicable. It serves as evidence of receipt similar to a Post Card, as described in MPEP 503.

New Applications Under 35 U.S.C. 111

If a new application is being filed and the application includes the necessary components for a filing date (see 37 CFR 1.53(b)-(d) and MPEP 506), a Filing Receipt (37 CFR 1.54) will be issued in due course and the date shown on this Acknowledgement Receipt will establish the filing date of the application.

National Stage of an International Application under 35 U.S.C. 371

If a timely submission to enter the national stage of an international application is compliant with the conditions of 35 U.S.C. 371 and other applicable requirements a Form PCT/DO/EO/903 indicating acceptance of the application as a national stage submission under 35 U.S.C. 371 will be issued in addition to the Filing Receipt, in due course.

New International Application Filed with the USPTO as a Receiving Office

If a new international application is being filed and the international application includes the necessary components for an international filing date (see PCT Article 11 and MPEP 1810), a Notification of the International Application Number and of the International Filing Date (Form PCT/RO/105) will be issued in due course, subject to prescriptions concerning national security, and the date shown on this Acknowledgement Receipt will establish the international filing date of the application.

Provisional Application for Patent Cover Sheet

This is a request for filing a PROVISIONAL APPLICATION FOR PATENT under 37 CFR 1.53(c)

Inventor(s)

Inventor 1

Remove

Given Name	Middle Name	Family Name	City	State	Country
JARRY		Philippe	Grenoble		FR

All Inventors Must Be Listed – Additional Inventor Information blocks may be generated within this form by selecting the **Add** button.**Add**

Title of Invention	Demi-produit en alliage d-aluminium à microporosité améliorée et procédé de fabrication
---------------------------	---

Attorney Docket Number (if applicable)	2901683-046000
--	----------------

Correspondence Address

Direct all correspondence to (select one):

☒ The address corresponding to Customer Number	☐ Firm or Individual Name
---	---

Customer Number	84331
-----------------	-------

The invention was made by an agency of the United States Government or under a contract with an agency of the United States Government.

☒ No.
☐ Yes, the name of the U.S. Government agency and the Government contract number are:

Entity Status

Applicant claims small entity status under 37 CFR 1.27

☐ Yes, applicant qualifies for small entity status under 37 CFR 1.27☒ No**Warning**

Petitioner/applicant is cautioned to avoid submitting personal information in documents filed in a patent application that may contribute to identity theft. Personal information such as social security numbers, bank account numbers, or credit card numbers (other than a check or credit card authorization form PTO-2038 submitted for payment purposes) is never required by the USPTO to support a petition or an application. If this type of personal information is included in documents submitted to the USPTO, petitioners/applicants should consider redacting such personal information from the documents before submitting them to USPTO. Petitioner/applicant is advised that the record of a patent application is available to the public after publication of the application (unless a non-publication request in compliance with 37 CFR 1.213(a) is made in the application) or issuance of a patent. Furthermore, the record from an abandoned application may also be available to the public if the application is referenced in a published application or an issued patent (see 37 CFR 1.14). Checks and credit card authorization forms PTO-2038 submitted for payment purposes are not retained in the application file and therefore are not publicly available.

Signature

Please see 37 CFR 1.4(d) for the form of the signature.

Signature	/Susan E. Shaw McBee/			Date (YYYY-MM-DD)	2011-02-18
First Name	Susan E. Shaw	Last Name	McBee	Registration Number (If appropriate)	39294

This collection of information is required by 37 CFR 1.51. The information is required to obtain or retain a benefit by the public which is to file (and by the USPTO to process) an application. Confidentiality is governed by 35 U.S.C. 122 and 37 CFR 1.11 and 1.14. This collection is estimated to take 8 hours to complete, including gathering, preparing, and submitting the completed application form to the USPTO. Time will vary depending upon the individual case. Any comments on the amount of time you require to complete this form and/or suggestions for reducing this burden, should be sent to the Chief Information Officer, U.S. Patent and Trademark Office, U.S. Department of Commerce, P.O. Box 1450, Alexandria, VA 22313-1450. DO NOT SEND FEES OR COMPLETED FORMS TO THIS ADDRESS. This form can only be used when in conjunction with EFS-Web. If this form is mailed to the USPTO, it may cause delays in handling the provisional application.

Privacy Act Statement

The Privacy Act of 1974 (P.L. 93-579) requires that you be given certain information in connection with your submission of the attached form related to a patent application or patent. Accordingly, pursuant to the requirements of the Act, please be advised that: (1) the general authority for the collection of this information is 35 U.S.C. 2(b)(2); (2) furnishing of the information solicited is voluntary; and (3) the principal purpose for which the information is used by the U.S. Patent and Trademark Office is to process and/or examine your submission related to a patent application or patent. If you do not furnish the requested information, the U.S. Patent and Trademark Office may not be able to process and/or examine your submission, which may result in termination of proceedings or abandonment of the application or expiration of the patent.

The information provided by you in this form will be subject to the following routine uses:

1. The information on this form will be treated confidentially to the extent allowed under the Freedom of Information Act (5 U.S.C. 552) and the Privacy Act (5 U.S.C. 552a). Records from this system of records may be disclosed to the Department of Justice to determine whether disclosure of these records is required by the Freedom of Information Act.
2. A record from this system of records may be disclosed, as a routine use, in the course of presenting evidence to a court, magistrate, or administrative tribunal, including disclosures to opposing counsel in the course of settlement negotiations.
3. A record in this system of records may be disclosed, as a routine use, to a Member of Congress submitting a request involving an individual, to whom the record pertains, when the individual has requested assistance from the Member with respect to the subject matter of the record.
4. A record in this system of records may be disclosed, as a routine use, to a contractor of the Agency having need for the information in order to perform a contract. Recipients of information shall be required to comply with the requirements of the Privacy Act of 1974, as amended, pursuant to 5 U.S.C. 552a(m).
5. A record related to an International Application filed under the Patent Cooperation Treaty in this system of records may be disclosed, as a routine use, to the International Bureau of the World Intellectual Property Organization, pursuant to the Patent Cooperation Treaty.
6. A record in this system of records may be disclosed, as a routine use, to another federal agency for purposes of National Security review (35 U.S.C. 181) and for review pursuant to the Atomic Energy Act (42 U.S.C. 218(c)).
7. A record from this system of records may be disclosed, as a routine use, to the Administrator, General Services, or his/her designee, during an inspection of records conducted by GSA as part of that agency's responsibility to recommend improvements in records management practices and programs, under authority of 44 U.S.C. 2904 and 2906. Such disclosure shall be made in accordance with the GSA regulations governing inspection of records for this purpose, and any other relevant (i.e., GSA or Commerce) directive. Such disclosure shall not be used to make determinations about individuals.
8. A record from this system of records may be disclosed, as a routine use, to the public after either publication of the application pursuant to 35 U.S.C. 122(b) or issuance of a patent pursuant to 35 U.S.C. 151. Further, a record may be disclosed, subject to the limitations of 37 CFR 1.14, as a routine use, to the public if the record was filed in an application which became abandoned or in which the proceedings were terminated and which application is referenced by either a published application, an application open to public inspection or an issued patent.
9. A record from this system of records may be disclosed, as a routine use, to a Federal, State, or local law enforcement agency, if the USPTO becomes aware of a violation or potential violation of law or regulation.

Demi-produit en alliage d'aluminium à microporosité améliorée et procédé de fabrication

5

Domaine de l'invention

L'invention concerne les demi-produits en alliage d'aluminium fabriqués par coulée semi-continue verticale avec refroidissement direct tels que les plaques de laminage et les
10 billettes de filage, plus particulièrement, de tels demi-produits, leurs procédés de fabrication et d'utilisation, destinés en particulier à la construction aéronautique et aérospatiale.

Etat de la technique

15 Les tôles fortes et les profilés épais en alliage d'aluminium sont utilisés notamment dans la construction aéronautique et aérospatiale. Ces produits sont obtenus en général par un procédé comprenant la coulée semi-continue verticale d'un demi produit, plaque de laminage ou billette de filage, en général l'homogénéisation, la déformation à chaud par laminage ou filage, la mise en solution et la trempe d'un alliage d'aluminium. Les alliages
20 les plus couramment utilisés sont les alliages de la série 2XXX, de la série 7XXX et certains alliages de la série 8XXX contenant du lithium.

Ces produits doivent présenter notamment certaines propriétés d'usage en particulier en termes de compromis entre les propriétés de résistance mécanique statique (limite d'élasticité en traction et en compression, résistance à la rupture) et les propriétés de
25 tolérance aux dommages (ténacité, résistance à la propagation des fissures en fatigue), ces propriétés étant en général antinomiques.

Il est connu que les propriétés de tolérance au dommage peuvent être influencées notamment par la présence dans les produits épais d'inclusions non métalliques et de microporosités.

30 Les microporosités apparaissent lors de la coulée des plaques et sont ensuite partiellement ou totalement rebouchées par le procédé de laminage. Ainsi, on recherche l'élimination des

microporosités d'une taille supérieure à environ 90 μm qui s'avèrent particulièrement néfastes pour la tolérance aux dommages.

Le brevet US 5,772,800 décrit un procédé permettant d'obtenir des tôles fortes d'épaisseur supérieure à 50 mm caractérisées par une densité de micropores de taille supérieure à 80 μm inférieure à 0.025 micropores par cm^2 et un volume de microporosité de la tôle inférieure à 0.005%, dans lequel les conditions de laminage à chaud les rapports de réduction sont adaptés en fonction du rayon du cylindre de laminage à chaud.

Ce procédé nécessite des outils particuliers de laminage à chaud et dans certains cas, en fonction des outils disponibles et des épaisseurs recherchées, il n'est pas possible d'atteindre les conditions de transformation permettant le rebouchage efficace des porosités.

Il est donc souhaitable d'atteindre dès la coulée un demi-produit présentant une faible densité de micropores de grande dimension et un faible volume de microporosité.

Il est généralement admis que le dégazage du métal liquide permet de diminuer la quantité de microporosités en diminuant notamment la teneur en hydrogène. La teneur en hydrogène dans le métal liquide est mesurée par exemple à l'aide de sonde de type TelegasTM ou AlscanTM connues de l'homme du métier.

Des méthodes connues pour diminuer la teneur en hydrogène sont par exemple le traitement dans une poche de dégazage à l'aide d'un rotor par introduction de chlore et/ou d'argon. L'utilisation d'émissions ultrasoniques pour réaliser un dégazage du métal liquide est également connue.

La demande de brevet CH 669 795 décrit par exemple l'introduction de têtes ultrasoniques dans un canal de transfert depuis un four jusqu'à une fonderie de manière à obtenir le dégazage.

La demande de brevet US2007/235159 décrit un appareil et un procédé dans lequel une vibration ultrasonique est utilisée pour le dégazage du métal liquide en présence d'un gaz de purge tel que l'argon ou l'azote.

La demande internationale WO00/65109 décrit un dispositif d'injection de bulles de gaz dans un métal liquide, dans lequel le diamètre des bulles peut être diminué à l'aide d'ultrasons.

Cependant, la réduction de la teneur en hydrogène s'avère difficile à atteindre et dépendante de conditions externes telles que l'humidité ambiante. Il serait ainsi avantageux, à teneur en hydrogène constante, de pouvoir limiter la présence de microporosités de grande dimension.

- 5 De plus les traitements thermiques ultérieurs du métal solidifié, dont notamment l'homogénéisation, le plus souvent nécessaire pour des raisons métallurgiques, ont pour conséquence l'augmentation de la dimension des microporosités.

- 10 Il existe un besoin, pour des demi-produits non-corroyés en alliage d'aluminium tel que des plaques de laminage ou des billettes de filage, notamment en alliage 2XXX ou 7XXX, présentant une faible densité de microporosités de dimension supérieure à environ 90 µm, en particulier à l'état homogénéisé, et pour un procédé amélioré pour obtenir de tels produits.

15 **Objet de l'invention**

Un premier objet de l'invention est un procédé de fabrication d'un demi-produit non-corroyé en alliage d'aluminium tel qu'une plaque de laminage ou une billette de filage, comprenant les étapes de

- 20 (i) élaboration d'un bain de métal liquide en alliage de composition, en % en poids,

Zn : 0 – 12

Cu : 0 – 6

Mg : 0 – 6

Li : 0 – 3

- 25 Ag : 0 – 1

Si < 0.5

Fe < 0.5

optionnellement au moins un parmi Cr, Zr, Mn, Hf, Ti, Sc, V, B, avec une teneur < 0,5, reste aluminium,

- 30 (ii) traitement par ultrasons dudit bain de métal liquide dans un four et/ou dans une cuve à l'aide d'un dispositif immergé comportant au moins un émetteur d'ultrasons,

- (iii) transfert dudit bain de métal liquide ainsi traité vers un dispositif de solidification,
- (iv) coulée semi-continue verticale par refroidissement direct dudit bain de métal liquide traité.

Un deuxième objet de l'invention est une installation de coulée semi-continue verticale par refroidissement direct comprenant au moins un four nécessaire à la fusion du métal et/ou à son maintien en température et/ou à des opérations de préparation du métal liquide et d'ajustement de la composition, au moins une cuve destinée à effectuer un traitement d'élimination des impuretés dissoutes et/ou en suspension dans le métal liquide, un dispositif de solidification du métal liquide par coulée semi-continue verticale par refroidissement direct comprenant au moins une lingotière, un faux-fond, un descenseur, au moins un dispositif d'approvisionnement du métal liquide et un système de refroidissement, ces différents fours, cuves et dispositifs de solidification étant reliés entre eux par des chenaux dans lesquels le métal liquide peut être transporté, caractérisée en ce que la dite installation comprend également au moins un dispositif immergé comportant au moins un émetteur d'ultrasons positionné dans un four et/ou dans une cuve.

Encore un autre objet de l'invention est un demi-produit non corroyé susceptible d'être obtenu par le procédé selon l'invention présentant à mi-épaisseur une densité de micropores de dimension supérieure à 90 μm inférieure à 50 % et de préférence inférieure à 20% de la densité de micropores de dimension supérieure à 90 μm obtenue par un procédé identique mais ne comportant pas l'étape (ii) de traitement par ultrasons.

Description des figures

Figure 1 : Micrographies sans attaque chimique du métal solidifié non homogénéisé obtenues après traitement par ultrasons de diverses durées : Fig 1a : 0 mn, Fig 1b : 2 mn, Fig 1c : 6 mn, Fig 1d : 14 mn, Fig 1e : 29 mn.

Figure 2 : Micrographies sans attaque chimique du métal solidifié non homogénéisé obtenues après traitement par ultrasons de diverses durées : Fig 2a : 0 mn, Fig 2b : 2 mn, Fig 2c : 6 mn, Fig 2d : 14 mn, Fig 2e : 29 mn.

Figure 3 : Histogramme des dimensions de microporosité après homogénéisation, obtenues par tomographie des rayons X.

Description de l'invention

La désignation des alliages suit les règles de The Aluminum Association, connues de l'homme du métier. La composition chimique d'alliages d'aluminium normalisés est
5 définie par exemple dans la norme EN 573-3.

Sauf mention contraire, les définitions de la norme européenne EN 12258-1 s'appliquent.

Le problème d'amélioration des demi-produits non corroyés présentant une faible densité de microporosités de dimension supérieure à environ 90 µm est résolu par l'utilisation d'un procédé comprenant les étapes de

- 10 (i) élaboration d'un bain de métal liquide en alliage de composition, en % en poids,

Zn : 0 – 12

Cu : 0 – 6

Mg : 0 – 6

Li : 0 – 3

- 15 Ag : 0 – 1

Si < 0.5

Fe < 0.5

optionnellement au moins un parmi Cr, Zr, Mn, Hf, Ti, Sc, V, B, avec une teneur < 0,5, reste aluminium,

- 20 (ii) traitement par ultrasons dudit bain de métal liquide dans un four et/ou dans une cuve à l'aide d'un dispositif immergé comportant au moins un émetteur d'ultrasons,

(iii) transfert dudit bain de métal liquide ainsi traité vers un dispositif de solidification,

(iv) coulée semi-continue verticale par refroidissement direct dudit bain de métal liquide traité.

25

Le présent inventeur a constaté que de manière surprenante, un traitement par ultrasons réalisé en amont de la coulée permet de diminuer la dimension des microporosités dans le métal solidifié même si la teneur en hydrogène n'est pas modifiée. Ainsi, le présent inventeur n'a pas observé d'effet de dégazage lié au traitement par ultrasons mais un effet
30 sur la dimension des microporosités. Bien qu'il ne soit pas lié à une théorie particulière, le présent inventeur pense que cet effet pourrait être lié à la nucléation plus tardive des

microporosités lors de la solidification en raison du meilleur mouillage des inclusions par le métal liquide en présence d'ultrasons et à la fragmentation des dites inclusions par le traitement par ultrasons.

- 5 L'élaboration du bain de métal liquide c'est-à-dire l'ajustement de la composition de l'alliage est réalisée selon des méthodes connues de l'homme du métier dans un four approprié.

10 L'invention est particulièrement avantageuse pour des alliages dont la teneur en Mg est au moins 0.1 % en poids et/ou la teneur en Li est au moins 0,1 % en poids. En effet, pour ce type d'alliage, il est particulièrement difficile d'obtenir une faible teneur en hydrogène par les procédés classiques de dégazage et de plus, en raison de leur forte oxydabilité, la teneur en inclusions est en général élevée. Or de manière surprenante, la présente invention permet
15 d'obtenir une densité de micropores avec une dimension supérieure à environ 90 µm faible, même en présence d'une teneur en hydrogène élevée. Ainsi, de manière préférée la teneur en hydrogène du bain de métal liquide lors de la solidification est au moins de 0,15 ml/100g, préférentiellement au moins 0,25 ml/100g et de manière préférée au moins 0,30 ml/100g ce qui permet lors de la coulée de simplifier voire de supprimer l'opération de dégazage.

20 Le procédé selon l'invention est particulièrement avantageux pour les alliages choisis parmi AA2014, AA2017, AA2024, AA2024A, AA2027, AA2139, AA2050, AA2195, AA2196, AA2296, AA2098, AA2198, AA2099, AA2199, AA2214, AA2219, AA2524, AA5019, AA5052, AA5083, AA5086, AA5154, AA5182, AA5186, AA5383, AA5754, AA5911 AA7010, AA7020, AA7040, AA7140, AA7050, AA7055, AA7056, AA7075, AA7449,
25 AA7450, AA7475, AA7081, AA7085, AA7910, AA7975.

Le métal liquide subit un traitement par ultrasons dudit bain de métal liquide dans un four et/ou dans une cuve (ou « poche ») à l'aide d'un dispositif immergé comportant au moins un émetteur d'ultrasons. Si le traitement est réalisé directement dans un chenal de transfert
30 (ou « goulotte »), le présent inventeur a constaté que compte tenu du débit nécessaire de métal liquide, il n'est pas possible d'atteindre l'effet recherché sur la dimension des

microporosités. De même si le traitement par ultrasons est réalisé directement dans le dispositif de solidification du métal liquide, l'effet recherché n'est pas atteint. Ainsi il est nécessaire que le traitement à l'aide du dispositif comportant au moins un émetteur d'ultrasons soit réalisé dans une partie de l'installation de coulée dans laquelle un temps
5 suffisant de traitement est possible, en amont du dispositif de solidification. De manière préférée, il n'est pas réalisé de traitement par un gaz tel que l'argon, le chlore ou l'azote simultanément au traitement par ultrasons. De même, on évite de préférence des conditions de traitement par ultrasons générant une agitation acoustique (« acoustic streaming »). En effet, le traitement gaz et/ou l'agitation acoustique génèrent des mouvements de métal
10 entraînant les oxydes formés en surface dans le métal liquide ce qui nuit à la qualité du métal liquide et à la dimension des microporosités.

L'émetteur d'ultrasons est utilisé de préférence à une fréquence comprise entre 18 et 22 kHz.

Le temps de traitement nécessaire pour atteindre l'effet recherché sur la microporosit  dépend en particulier de la puissance de l'émetteur d'ultrasons utilisé et de la quantité de
15 métal traité. De manière préférée le traitement par ultrasons d'une unité de masse est réalisé à une puissance totale d'ultrasons P pendant une durée t tels que l'énergie $P \times t$ soit au moins égale à une énergie minimale par unité de masse $E_{\min}$. La durée minimale de traitement par unité de masse est ainsi égale à $t_{\min} = E_{\min} / P$. Le présent inventeur a
20 constaté qu'une énergie minimale $E_{\min}$ de 4 kJ / kg, de préférence au moins 10 kJ / kg, et de manière préférée au moins 25 kJ / kg pouvait s'avérer suffisante lors du traitement d'une quantité de 16 kg en l'absence de brassage du métal liquide. Le présent inventeur pense que ces énergies minimales $E_{\min}$ de 4 kJ / kg, de préférence 10 kJ / kg et de manière préférée de 25 kJ / kg peuvent être généralisées dans la plupart des cas à des quantités plus élevées
25 mais pourraient cependant encore être réduite dans certains modes de réalisation, par exemple en modifiant la forme du signal acoustique et/ou en améliorant le brassage du métal liquide, de façon à atteindre une énergie minimale $E_{\min}$ de 1 kJ / kg, ou de préférence 2 ou 3 kJ / kg.

De préférence, la puissance totale P est au moins égale à 400 W et/ou la durée t est au
30 moins égal à 60 s.

Dans un mode de réalisation de l'invention, le traitement par ultrasons est réalisé pendant la coulée, c'est-à-dire pendant l'écoulement continu dans le dispositif de solidification du métal liquide, via une cuve (ou « poche ») de traitement. La cuve est dimensionnée pour que le temps de séjour moyen d'une unité de masse soit au moins égal à $t_{\min}$.

5 Dans un autre mode de réalisation préféré de l'invention le traitement à l'aide d'un dispositif comportant au moins un émetteur d'ultrasons est réalisé avant la coulée dans un four. Avantageusement, le métal liquide est brassé par un moyen électromagnétique de manière à circuler dans le volume excité par l'émetteur d'ultrasons. Un four à induction permet d'obtenir un brassage électromagnétique avantageux.

10 Il est avantageux que le bain de métal liquide soit à une température au moins égale à 690 °C et de préférence au moins égale à 700 °C lors du traitement par ultrasons. En effet, le traitement par ultrasons est d'autant plus efficace que le métal liquide est peu visqueux.

Le procédé selon l'invention permet, pour une teneur en hydrogène donnée dans le métal liquide, de diminuer la densité de micropores de grande dimension, ce qui est
15 particulièrement avantageux pour certains alliages, tels que les alliages contenant au moins 0,1 % de Mg et/ou 0,1% de Li, pour lesquels il est difficile de réduire la teneur en hydrogène.

Dans le cadre de la présente invention, on appelle dimension d'un micropore la dimension maximale du plus petit ellipsoïde qui contient le micropore.

20 Le procédé selon l'invention peut comporter des étapes de traitement classiques du métal liquide telles que la filtration et/ou le dégazage ce traitement pouvant consister à filtrer le métal liquide sur un média filtrant dans une « poche de filtration » ou à introduire dans le bain un gaz dit « de traitement » pouvant être inerte ou réactif dans une « poche de dégazage ».

25 Le procédé selon l'invention est réalisé dans une installation de coulée semi-continue verticale par refroidissement direct comprenant au moins un four nécessaire à la fusion du métal et/ou à son maintien en température et/ou à des opérations de préparation du métal liquide et d'ajustement de la composition, au moins une cuve destinée à effectuer un traitement d'élimination des impuretés dissoutes et/ou en suspension dans le métal liquide,
30 un dispositif de solidification du métal liquide par coulée semi-continue verticale par refroidissement direct comprenant au moins une lingotière, un faux-fond, un descenseur, au

moins un dispositif d'approvisionnement du métal liquide et un système de refroidissement, ces différents fours, cuves et dispositifs de solidification étant reliés entre eux par des chenaux dans lesquels le métal liquide peut être transporté, caractérisée en ce qu'elle comprend également au moins un dispositif immergé comportant au moins un émetteur d'ultrasons positionné dans un four et/ou dans une cuve.

Avantageusement, dans l'installation de coulée selon l'invention le dispositif comprenant un émetteur d'ultrasons est positionné dans un four à induction.

Une installation de coulée selon l'invention peut par ailleurs comprendre de nombreux dispositifs tels que un ou plusieurs fours nécessaires à la fusion du métal et/ou à son maintien en température et/ou à des opérations de préparation du métal liquide et d'ajustement de la composition, une ou plusieurs cuves (ou « poches ») destinées à effectuer un traitement d'élimination des impuretés dissoutes et/ou en suspension dans le métal liquide, ce traitement pouvant consister à filtrer le métal liquide sur un média filtrant dans une « poche de filtration » ou à introduire dans le bain un gaz dit « de traitement » pouvant être inerte ou réactif dans une « poche de dégazage ».

Les demi-produits non corroyés susceptibles d'être obtenus par le procédé selon l'invention présentent à mi-épaisseur une densité de micropores de dimension supérieure à 90 μm inférieure à 50 % et de préférence inférieure à 20% de la densité de micropores de dimension supérieure à 90 μm obtenue par un procédé identique mais ne comportant pas l'étape (ii) de traitement par ultrasons.

Les demi-produits selon l'invention sont particulièrement avantageux car même lorsque leur teneur en hydrogène est élevée, la densité de micropores de grande dimension est particulièrement faible.

De plus, les demi-produits selon l'invention sont particulièrement avantageux à l'état homogénéisé car ils présentent également dans cet état, pour lequel on observe typiquement une augmentation de la dimension des microporosités, une densité de micropores de grande dimension particulièrement faible. Le traitement d'homogénéisation est un traitement à haute température du demi-produit non corroyé issu de la coulée, typiquement à une température supérieure à 450 °C, la température dépendant de l'alliage considéré, qui est réalisé avant la déformation à chaud. Lors de l'homogénéisation, les microporosités ont

tendance à coalescer et ainsi le volume maximal des microporosités tend à augmenter et de même leur dimension tend à s'accroître même si l'homogénéisation favorise également la globulisation (réduction du rapport surface / volume).

L'homogénéisation permet d'améliorer les propriétés métallurgiques des produits, il est donc particulièrement avantageux d'obtenir un produit homogénéisé présentant une faible densité de microporosité de grand diamètre.

Ainsi, avantageusement, les demi-produits selon l'invention, optionnellement à l'état homogénéisé, dont la teneur hydrogène est supérieure à 0,15 ml/100 g, de préférence au moins 0,25 ml/100 g et de manière préférée au moins 0,30 ml/100g ont une densité de micropores de dimension supérieure à 90 μm inférieure 10/ mm^3 et de préférence inférieure à 5/ mm^3 .

Les demi-produits selon l'invention dont la teneur en lithium est au moins 0,1 % en poids et de préférence au moins 0,8 % en poids sont particulièrement avantageux.

La mesure de la teneur en hydrogène dans le solide étant délicate, on considère dans le cadre de la présente invention qu'une approximation satisfaisante de la teneur en hydrogène dans le produit solide est obtenue en mesurant la teneur en hydrogène dans le métal liquide juste avant la coulée, par des méthodes connues telles que le TelegasTM ou l'AlscanTM.

Les demi-produits selon l'invention sont particulièrement utiles pour des applications dans lesquelles la tolérance aux dommages et notamment la tenue en fatigue des produits est importante. Les demi-produits selon l'invention sont ainsi utilisés en particulier pour la fabrication par laminage de tôles destinées à l'industrie aéronautique pour la réalisation de longerons, de nervures, d'intrados et d'extrados et pour la fabrication par filage de profilés destinés à l'industrie aéronautique pour la réalisation de raidisseurs. De manière préférée, les demi-produits selon l'invention sont utilisés pour la fabrication de produits obtenus avec un faible corroyage et/ou un corroyage insuffisamment compressif tels que des produits pour lesquels le rapport entre l'épaisseur du demi-produit et l'épaisseur du produit après corroyage est inférieur à 4 ou de préférence 3,5 ou 3. Ainsi les demi-produits selon l'invention sont avantageux pour la fabrication de produits épais, dont l'épaisseur est au moins 100 mm, ou de préférence au moins 125 mm.

Exemple

Dans cet exemple, 16 kg d'aluminium en alliage AA5182 ont été fondus dans un creuset.

Le métal liquide a été maintenu à une température de 700 ± 5 °C pendant l'essai.

- 5 La teneur en hydrogène a été mesurée à l'aide d'un appareil AlscanTM toujours utilisé en dehors des périodes de traitement par ultrasons pour ne pas perturber le fonctionnement de la sonde. La surface du métal liquide a été balayée en permanence par un flux de 5 l/mn d'argon. Aucun dégazage ni brassage n'a été effectué.
- 10 Des traitements par ultrasons ont été réalisés à l'aide d'un émetteur d'ultrasons de puissance 500 W à une fréquence de 18 kHz. Des prélèvements ont été effectués après chaque traitement. On considère les durées de traitement de façon cumulative : un premier traitement de 2 mn est réalisé, un second traitement de 4 mn est réalisé ce qui correspond à une durée de traitement de $2 + 4 = 6$ mn, etc.
- 15 La microporosité des échantillons prélevés sous la forme de pions solidifiés à une vitesse représentative de celle d'une plaque de laminage ou une billette de filage a été caractérisée par microscopie optique. Les micrographies sont présentées sur les figures 1a à 1e et 2a à 2e.
- 20 La dimension des microporosités de ces échantillons a été mesurée par tomographie X après une homogénéisation de 12h à la température de 505 °C, ce qui permet de calculer la fraction volumique de microporosité et la densité de pores de dimension supérieure à 90 μm , 210 μm ou 420 μm . L'homogénéisation a pour effet d'augmenter la dimension des microporosités.
- 25 Les résultats sont présentés dans le tableau 1. L'histogramme du nombre de micropores en fonction de leur dimension est présenté sur la Figure 3.

Tableau 1

Durée de traitement par ultrasons (minutes)	Micrographie	Teneur en hydrogène (ml H ₂ /100g)	Fraction volumique de microporosité à l'état homogénéisé (%)	Densité de pores de dimension supérieur (micropores / mm ³), à l'état homogénéisé		
				à 90 µm	à 210 µm	à 420 µm
0	Fig 1a - Fig 2a	0,394	0.129	19,1	2.9	0.17
2	Fig 1b - Fig 2b	0,287 – 0,348				
6 (4 + 2)	Fig 1c - Fig 2c	0,341 – 0,348	0.145	22,8	3.1	0.13
14 (8 + 4 + 2)	Fig 1d - Fig 2d	0,327	0.019	4.5	0,3	0
29 (15 + 8 + 4 + 2)	Fig 1e - Fig 2e	0.314 - 0.302	0,004	1.2	0,07	0

Les structures observées sont présentées sur les Figures 1 et 2 montrent qu'à l'état brut de coulée, un effet très net est observé pour un traitement de 6 minutes à 500 W alors qu'aucun effet n'est détecté pour un traitement de 2 minutes à 500 W. A l'état homogénéisé, un effet très net est observé pour un traitement de 14 minutes à 500W, pour lequel on constate une diminution de plus de 75 % des micropores de dimension supérieure à 90 µm.

Revendications

1. Procédé de fabrication d'un demi-produit non-corroyé en alliage d'aluminium tel qu'une plaque de laminage ou une billette de filage, comprenant les étapes de
 - 5 (i) élaboration d'un bain de métal liquide en alliage de composition, en % en poids,
Zn : 0 – 12
Cu : 0 – 6
Mg : 0 – 6
Li : 0 – 3
10 Ag : 0 – 1
Si < 0.5
Fe < 0.5
optionnellement au moins un parmi Cr, Zr, Mn, Hf, Ti, Sc, V, B, avec une teneur < 0,5, reste aluminium,
 - 15 (ii) traitement par ultrasons dudit bain de métal liquide dans un four et/ou dans une cuve à l'aide d'un dispositif immergé comportant au moins un émetteur d'ultrasons,
 - (iii) transfert dudit bain de métal liquide ainsi traité vers un dispositif de solidification,
 - (iv) coulée semi-continue verticale par refroidissement direct dudit bain de métal liquide traité.
- 20 2. Procédé selon la revendication 1 dans lequel ledit traitement par ultrasons est réalisé à une puissance totale d'ultrasons P pendant une durée t tels que l'énergie $P \times t$ soit au moins égale à une énergie minimale par unité de masse $E_{\min}$ de 1 kJ/kg, la durée minimale de traitement de l'unité de masse étant appelée $t_{\min} = E_{\min} / P$.
- 25 3. Procédé selon la revendication 2 dans lequel P est au moins égal à 400 W et/ou t est au moins égal à 60 s.
4. Procédé selon la revendication 2 ou la revendication 3 dans lequel ledit traitement par
30 ultrasons est réalisé pendant la coulée dans une cuve dimensionnée pour que le temps de séjour moyen d'une unité de masse soit au moins égal à $t_{\min}$.

5. Procédé selon une quelconque des revendications 1 à 3 dans lequel ledit traitement par ultrasons est réalisé dans un four brassé par un moyen électromagnétique, typiquement un four à induction.
- 5 6. Procédé selon une quelconque des revendications 1 à 5 dans lequel ledit bain de métal liquide est à une température au moins égale à 690 °C lors du traitement par ultrasons.
7. Procédé selon une quelconque des revendications 1 à 6 caractérisé en ce que ledit bain de métal liquide est en alliage ayant une teneur en Mg d'au moins 0.1 % en poids et/ou
10 une teneur en Li d'au moins 0,1 % en poids.
8. Procédé selon une quelconque des revendications 1 à 7 dans lequel la teneur en hydrogène dudit bain de métal liquide lors de la solidification est au moins de 0,15 ml/100 g, de préférence au moins 0,25 ml/100 g et de manière préférée au moins 0,30
15 ml/100g.
9. Procédé selon une quelconque des revendications 1 à 8 dans lequel ledit alliage est choisi parmi AA2014, AA2017, AA2024, AA2024A, AA2027, AA2139, AA2050, AA2195, AA2196, AA2296, AA2098, AA2198, AA2099, AA2199, AA2214, AA2219,
20 AA2524, AA5019, AA5052, AA5083, AA5086, AA5154, AA5182, AA5186, AA5383, AA5754, AA5911 AA7010, AA7020, AA7040, AA7140, AA7050, AA7055, AA7056, AA7075, AA7449, AA7450, AA7475, AA7081, AA7085, AA7910, AA7975.
10. Procédé selon une quelconque des revendications 1 à 9 dans lequel le demi-produit
25 obtenu présente à mi-épaisseur une densité de micropores de dimension supérieure à 90 µm inférieure à 50 % et de préférence inférieure à 20% de la densité de micropores de dimension supérieure à 90 µm obtenue par un procédé identique mais ne comportant pas l'étape (ii) de traitement par ultrasons.
- 30 11. Installation de coulée semi-continue verticale par refroidissement direct comprenant au moins un four nécessaire à la fusion du métal et/ou à son maintien en température et/ou

à des opérations de préparation du métal liquide et d'ajustement de la composition, au moins une cuve destinée à effectuer un traitement d'élimination des impuretés dissoutes et/ou en suspension dans le métal liquide, un dispositif de solidification du métal liquide par coulée semi-continue verticale par refroidissement direct comprenant au moins une lingotière, un faux-fond, un descenseur, au moins un dispositif d'approvisionnement du métal liquide et un système de refroidissement, ces différents fours, cuves et dispositifs de solidification étant reliés entre eux par des chenaux dans lesquels le métal liquide peut être transporté, caractérisée en ce que la dite installation comprend également au moins un dispositif immergé comportant au moins un émetteur d'ultrasons étant positionné dans un four et/ou dans une cuve.

12. Installation selon la revendication 11 dans laquelle ledit dispositif comprenant un émetteur d'ultrasons est positionné dans un four à induction.

13. Demi-produit non corroyé susceptible d'être obtenu par le procédé selon une quelconque des revendications 1 à 10 présentant à mi-épaisseur une densité de micropores de dimension supérieure à 90 μm inférieure à 50 % et de préférence inférieure à 20% de la densité de micropores de dimension supérieure à 90 μm obtenue par un procédé identique mais ne comportant pas l'étape (ii) de traitement par ultrasons.

14. Demi-produit selon la revendication 13, optionnellement à l'état homogénéisé, dont la teneur hydrogène est supérieure à 0,15 ml/100 g, de préférence au moins 0,25 ml/100 g et de manière préférée au moins 0,30 ml/100g et dont la densité de micropores de dimension supérieure à 90 μm est inférieure 10/mm³ et de préférence inférieure à 5/mm³

15. Demi-produit selon la revendication 13 ou selon la revendication 14 dont la teneur en lithium est au moins 0,1 % en poids et de préférence au moins 0,8 % en poids.

ABREGE

Demi-produit en alliage d'aluminium à microporosité améliorée et procédé de fabrication

5

L'invention concerne un demi-produit non corroyé présentant à mi-épaisseur une densité de micropores de dimension supérieure à 90 μm inférieure à 50 % et de préférence inférieure à 20% de la densité de micropores de dimension supérieure à 90 μm obtenue par un procédé
10 selon l'art antérieur. Un procédé de fabrication permettant d'obtenir un produit selon l'invention comporte notamment une étape de traitement par ultrasons du bain de métal liquide dans un four et/ou dans une cuve à l'aide d'un dispositif immergé comportant au moins un émetteur d'ultrasons. Les demi-produits selon l'invention sont particulièrement
15 avantageux pour la fabrication par laminage de tôles destinées à l'industrie aéronautique pour la réalisation de longerons, de nervures, d'intrados et d'extrados et pour la fabrication par filage de profilés destinés à l'industrie aéronautique pour la réalisation de raidisseurs.

FIGURE d'ABREGE

Figure 3

FIG 1/3

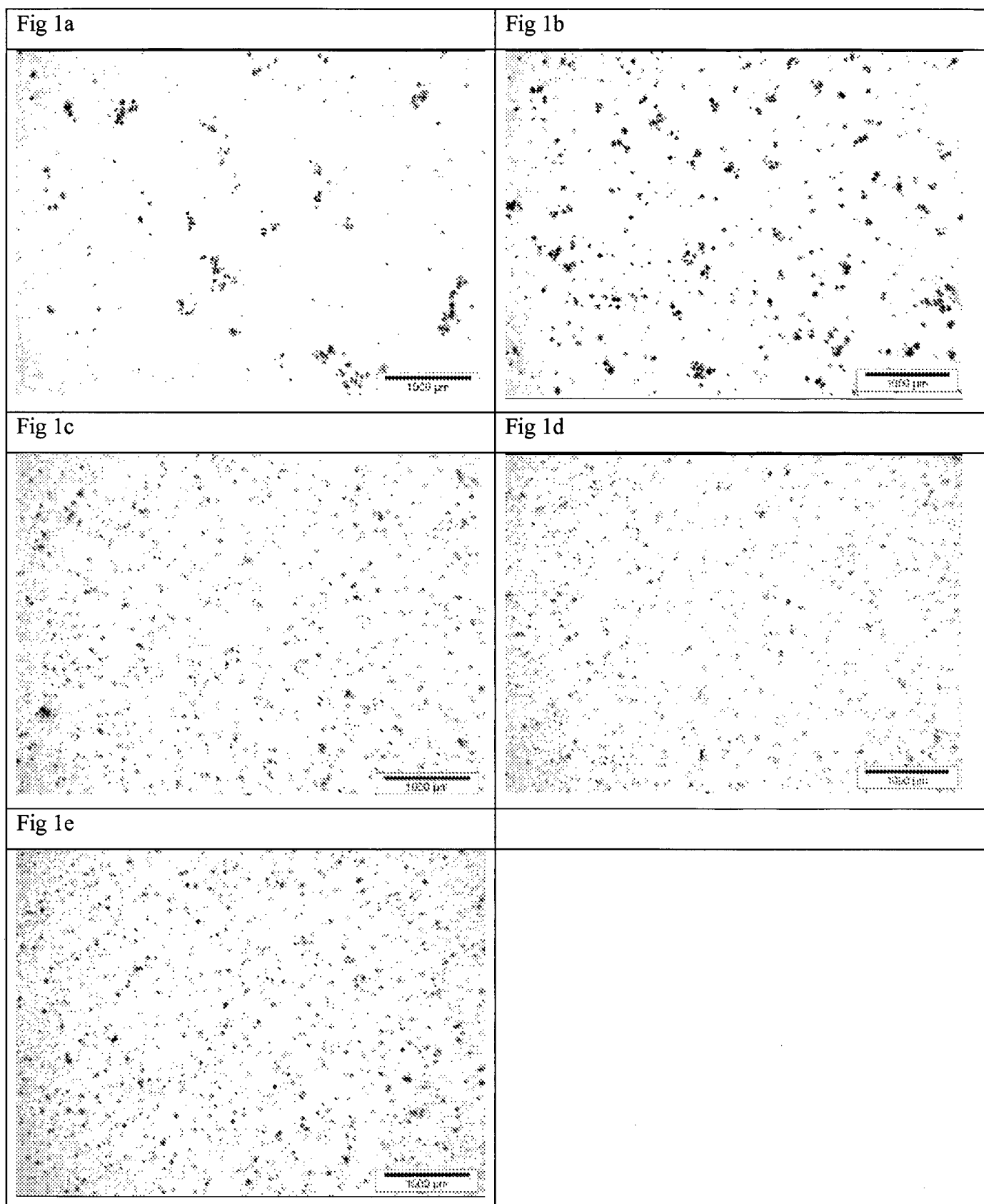
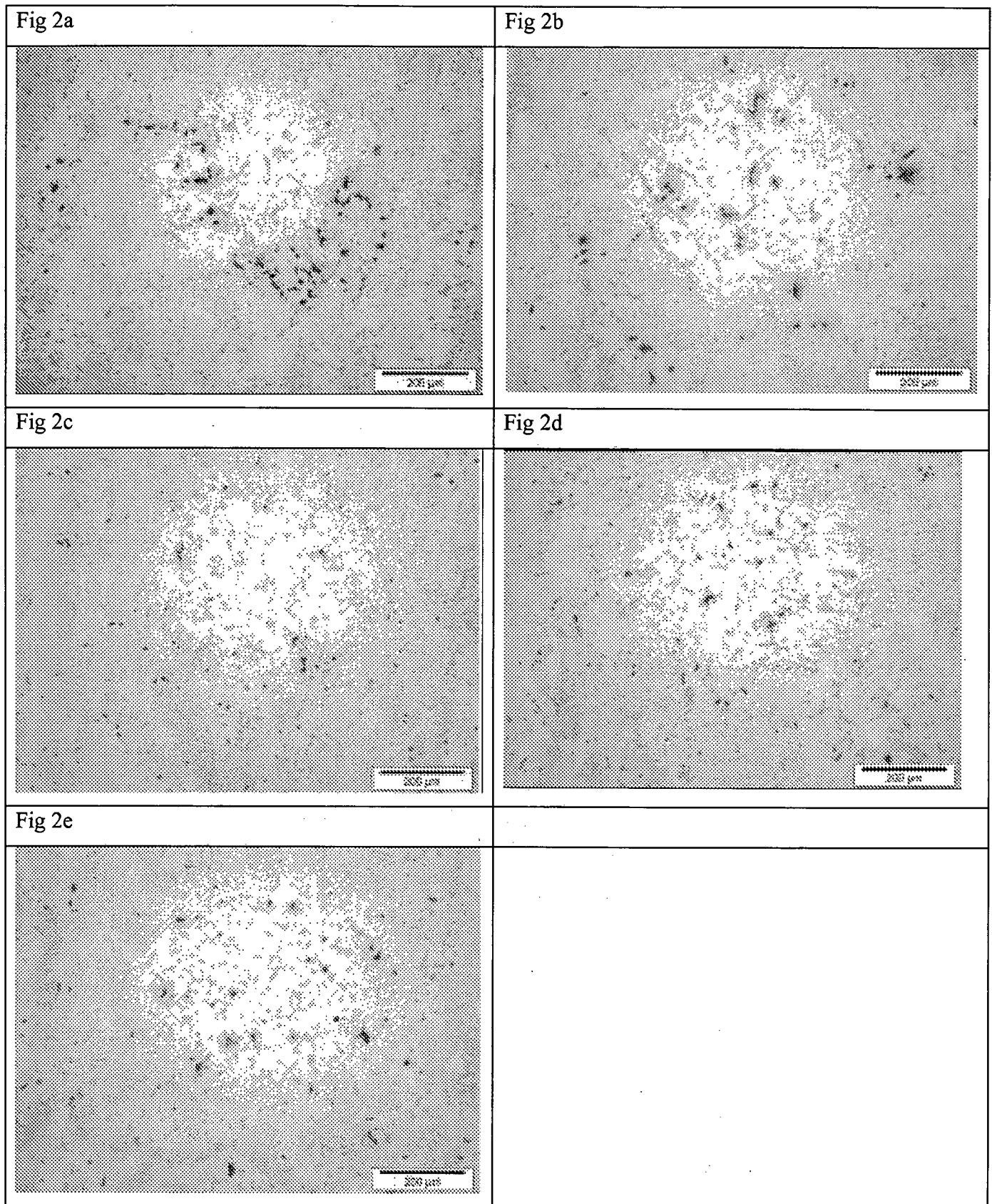


FIG 2/3



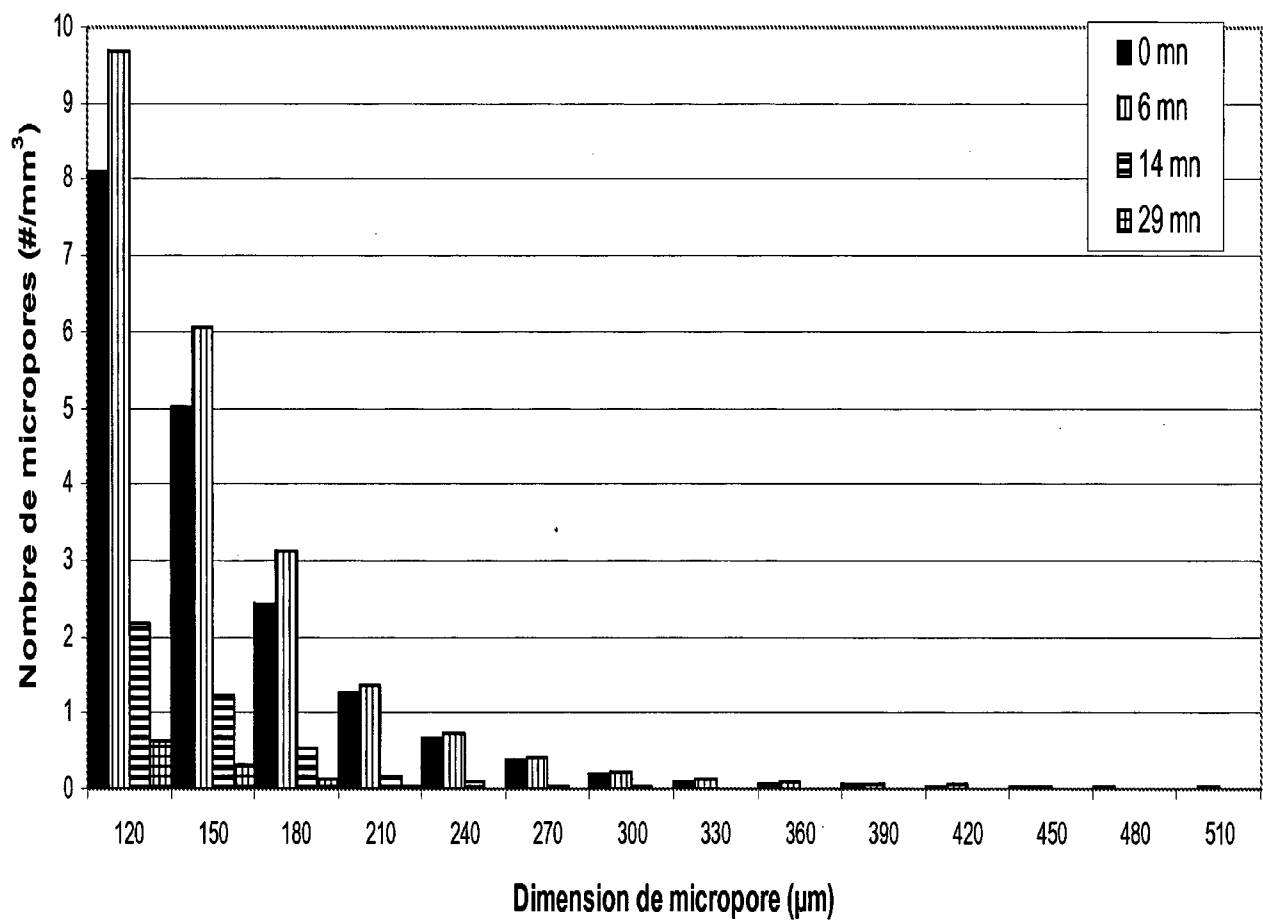


FIG 3/3