

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: FR
	Number: 11/00505
	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)



Brevet d'invention

Certificat d'utilité

COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle
certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme
d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le 17.FEV. 2012

Pour le Directeur général de l'Institut
national de la propriété industrielle
Le Directeur des brevets

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'Philippe CADRE'.

Philippe CADRE



1941

1942

1943

1944

1945

1946

1947

1948

1949

1950

1951

1952

1953

1954

1955

26bis, rue de Saint-Petersbourg - 75800 PARIS Cedex 08
Pour vous informer : INPI Direct 0 820 210 211
Pour déposer par télécopie : 33 (0)1 53 04 52 65

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE
page 1/2



Veuillez remplir cette requête à l'encre noire

DB 540 W - 03 09

18/02/2011 Réservé à l'INPI REMISE DES PIÈCES DATE 38 INPI - Rhône Alpes Grenoble LIEU 11/00505 N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI DATE DE DÉPÔT ATTRIBUÉE PAR L'INPI 18 FEV. 2011		1 NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE BUTRUILLE Jean-Rémi ALCAN CENTRE DE RECHERCHES DE VOREPPE 725, Rue Aristide Bergès BP 27 38341 VOREPPE - France	
Vos références pour ce dossier (facultatif) IR7690 JRB/ET			
Confirmation d'un dépôt par télécopie		☐ N° attribué par l'INPI à la télécopie	
2 NATURE DE LA DEMANDE		Cochez l'une des 4 cases suivantes	
Demande de brevet		☒	
Demande de certificat d'utilité		☐	
Demande divisionnaire		☐	
<i>Demande de brevet initiale</i> <i>ou demande de certificat d'utilité initiale</i>		N° _____ Date _____ N° _____ Date _____	
Transformation d'une demande de brevet européen <i>Demande de brevet initiale</i>		☐ N° _____ Date _____	
3 TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum) Demi-produit en alliage d'aluminium à microporosité améliorée et procédé de fabrication			
4 DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE		Pays ou organisation _____ N° _____ Date _____ Pays ou organisation _____ N° _____ Date _____ Pays ou organisation _____ N° _____ Date _____ ☐ S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»	
5 DEMANDEUR (Cochez l'une des 3 cases)		☒ Personne morale A compter de 1000 salariés ☐ Personne morale de moins de 1000 salariés ☐ Personne physique	
Nom ou dénomination sociale		ALCAN RHENALU	
Prénoms			
Forme juridique		SA	
N° SIREN		_____	
Code APE		_____	
Domicile ou siège	Rue	17, Place des Reflets La Défense 2	
	Code postal et ville	9 2 4 0 0 COURBEVOIE	
	Pays	FRANCE	
Nationalité		Française	
N° de téléphone (facultatif)		N° de télécopie (facultatif)	
Adresse électronique (facultatif)		eliane.tonin@alcan.com	
		☐ S'il y a plus d'un demandeur, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»	

Remplir impérativement la 2^{ème} page

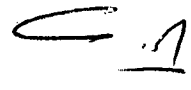
18/02/2011 Réservé à l'INPI

REMISE DES PIÈCES
DATE **38 INPI - Rhône Alpes Grenoble**

LIEU **11/00505**

N° D'ENREGISTREMENT
NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI

DB 540 W - 03 09

6 MANDATAIRE (s'il y a lieu)	
Nom	BUTRUILLÉ
Prénom	Jean-Rémi
Cabinet ou Société	ALCAN CENTRE DE RECHERCHES DE VOREPPE
Nationalité	Française
N° de pouvoir permanent et/ou de lien contractuel	PG18919
Adresse	Rue 725, Rue Aristide Bergès
	Code postal et ville 13 813 14 11
	Pays FRANCE
N° de téléphone (facultatif)	33) 04.76.57.80.42
N° de télécopie (facultatif)	33) 04.76.57.80.36
Adresse électronique (facultatif)	
7 INVENTEUR (S) Les inventeurs sont nécessairement des personnes physiques	
Les demandeurs et les inventeurs sont les mêmes personnes	☐ Oui ☒ Non : Dans ce cas remplir le formulaire de Désignation d'inventeur(s)
8 BÉNÉFICIAIRE DE LA RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES	
☐ Personne(s) physique(s) ☐ Entreprise de moins de 1000 salariés (attestation à fournir dans le mois du dépôt) ☐ Organisme à but non lucratif dans le domaine de l'enseignement ou de la recherche (attestation à fournir dans le mois du dépôt)	
9 SÉQUENCES DE NUCLEOTIDES ET/OU D'ACIDES AMINÉS	
☐ Cochez la case si la description contient une liste de séquences	
Le support électronique de données est joint ☐ La déclaration de conformité de la liste de séquences sur support papier avec le support électronique de données est jointe ☐	
Si vous avez utilisé l'imprimé « Suite », indiquez le nombre de pages jointes	
10 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire)	 BUTRUILLÉ Jean-Rémi
	VISA DE L'INPI 

26b/s, rue de Saint-Petersbourg - 75800 PARIS Cedex 08
Pour vous informer : INPI Direct 0 820 210 211
Pour déposer par télécopie : 33 (0)1 53 04 52 65

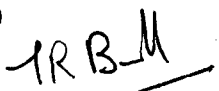
DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° 1.../1...

(À fournir dans le cas où les demandeurs et les inventeurs ne sont pas les mêmes personnes)



Veuillez remplir ce document à l'encre noire

DB 113 W - 02 09

Vos références pour ce dossier (facultatif)		IR7690 JRB/ET
N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL		1100505
TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum)		
Demi-produit en alliage d'aluminium à microporosité améliorée et procédé de fabrication		
LE(S) DEMANDEUR(S) :		
ALCAN RHENALU 17, Place des Reflets - La Défense 2 92400 COURBEVOIE - FRANCE		
DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) :		
1	Nom	JARRY
	Prénoms	Philippe
Adresse	Rue	22, quai Perrière
	Code postal et ville	38000 GRENOBLE - FRANCE
Société d'appartenance (facultatif)		
2	Nom	
	Prénoms	
Adresse	Rue	
	Code postal et ville	
Société d'appartenance (facultatif)		
3	Nom	
	Prénoms	
Adresse	Rue	
	Code postal et ville	
Société d'appartenance (facultatif)		
S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez plusieurs formulaires. Indiquez en haut à droite le N° de la page suivi du nombre de pages.		
DATE ET SIGNATURE(S) DU (DES) DEMANDEUR(S) OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire)  18 février 2011 - BUTRUILLE Jean-Rémi		

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 inférieur 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 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

- (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

- 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,

- (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 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

30

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 d'obtenir une densité de micropores avec une dimension supérieure à environ 90 µm faible,
15 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 microporosités
15 dépend en particulier de la puissance de l'émetteur d'ultrasons utilisé et de la quantité de 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 obtenu 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 microporosités 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/mm³ et de préférence inférieure à 5/mm³.

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.

- La dimension des microporosités de ces échantillons a été mesurée par tomographie X
- 20 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.

- Les résultats sont présentés dans le tableau 1. L'histogramme du nombre de micropores en
- 25 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
15 ml/100 g, de préférence au moins 0,25 ml/100 g et de manière préférée au moins 0,30 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
5 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
10 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.

15 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.

20 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

25 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.

FIG 1/3

Fig 1a

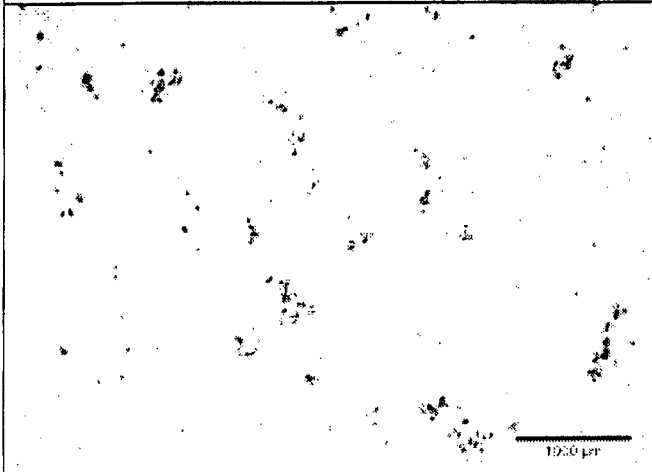


Fig 1b

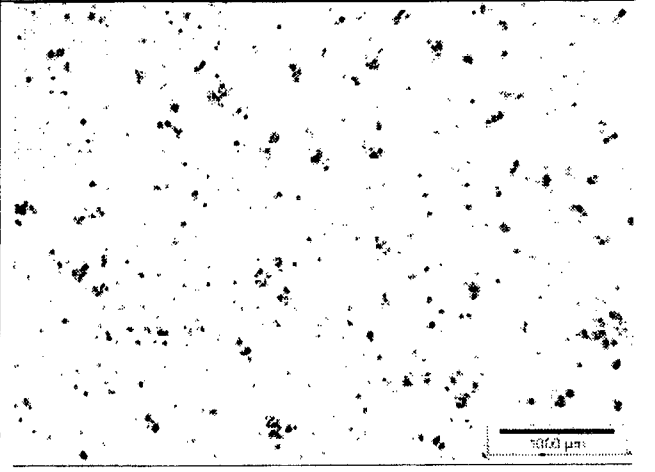


Fig 1c

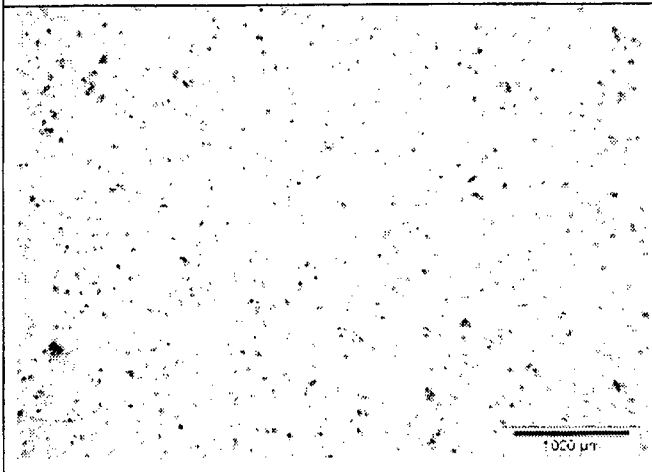


Fig 1d

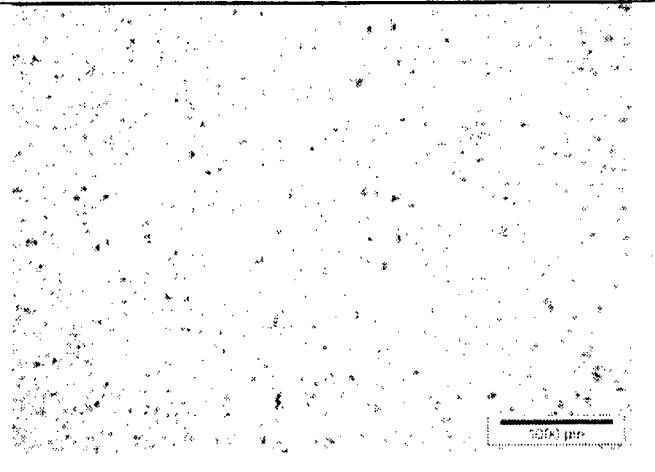


Fig 1e

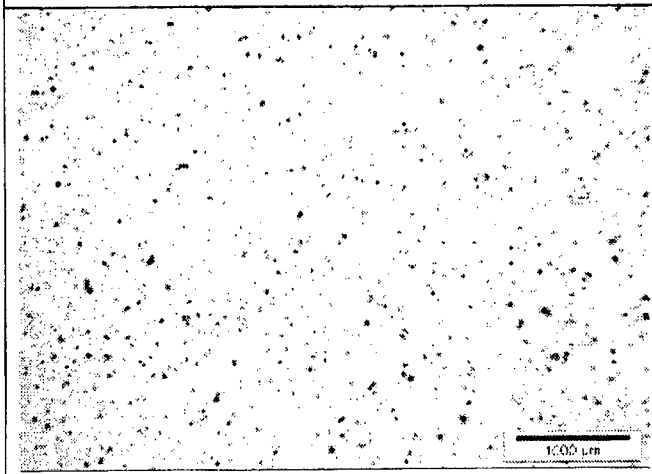


FIG 2/3

Fig 2a

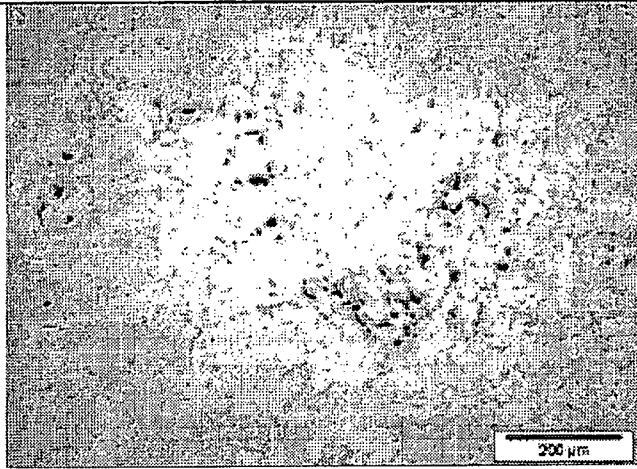


Fig 2b

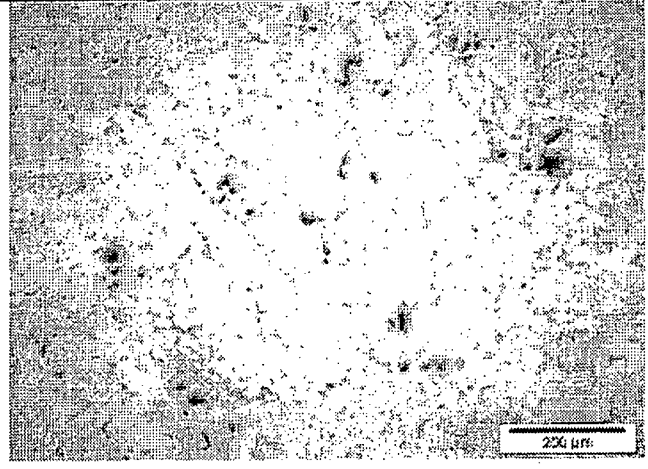


Fig 2c

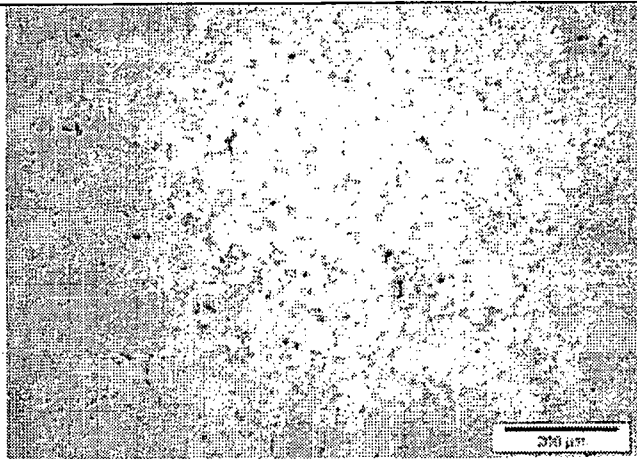


Fig 2d

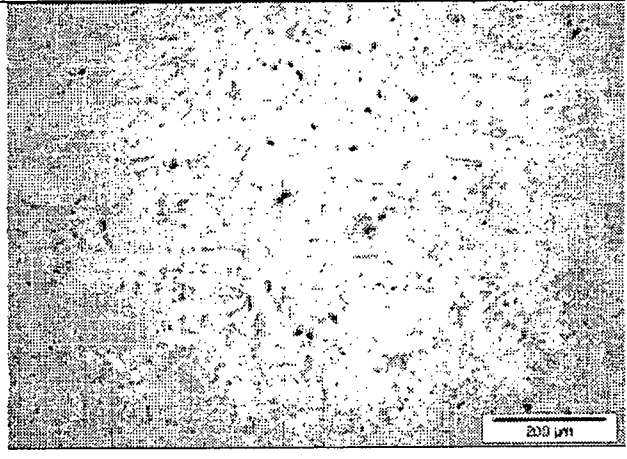


Fig 2e

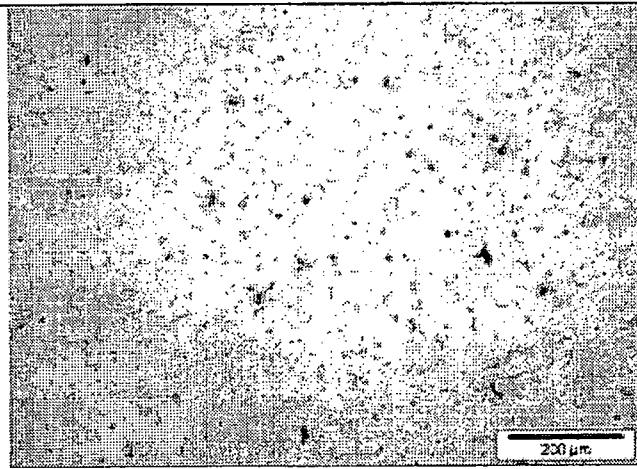


FIG 3/3

