

**Code de distribution interne :**

- (A)  Publication au JO  
(B)  Aux Présidents et Membres  
(C)  Aux Présidents  
(D)  Pas de distribution

**D E C I S I O N**  
**du 22 juin 2004**

**N° du recours :** T 1167/01 - 3.2.2  
**N° de la demande :** 95420049.9  
**N° de la publication :** 0670377  
**C.I.B. :** C22F 1/053  
**Langue de la procédure :** FR

**Titre de l'invention :**

Alliage d'aluminium 7000 à haute résistance mécanique et  
procédé d'obtention

**Demandeur :**

PECHINEY RHENALU

**Opposant :**

-

**Référence :**

-

**Normes juridiques appliquées :**

CBE Art. 56

**Mot-clé :**

"Activité inventive (non)"

**Décisions citées :**

-

**Exergue :**

-



N° du recours : T 1167/01 - 3.2.2

**D E C I S I O N**  
**de la Chambre de recours technique 3.2.2**  
**du 22 juin 2004**

**Requérant :** PECHINEY RHENALU  
6, place de l'Iris  
Tour Manhattan La Défense 2  
F-92400 Courbevoie (FR)

**Mandataire :** Mugeot, Jean-Claude  
PECHINEY  
Immeuble "SIS"  
217, cours Lafayette  
F-69451 Lyon Cedex 06 (FR)

**Décision attaquée :** **Décision de la Division d'examen de l'Office européen des brevets signifiée par voie postale le 28 mai 2001 par laquelle la demande de brevet européen n°95420049.9 a été rejetée conformément aux dispositions de l'article 97(1) CBE.**

**Composition de la Chambre :**

**Président :** M. G. Noël  
**Membres :** R. Ries  
E. Dufrasne

## **Exposé des faits et conclusions**

I. Le présent recours vise à renverser la décision du 28 mai 2001 de la Division d'examen rejetant la demande de brevet européen n° 95 420 049.9 au motif que l'objet de la revendication 1 selon la requête principale n'était pas brevetable pour défaut de nouveauté vis-à-vis du document

D1 : EP-A-0 081 441.

La Division d'examen a indiqué en outre que l'objet de la revendication 1 ne présentait pas d'activité inventive vis-à-vis de l'enseignement du document D1 combiné avec celui du document

D4 : R. Delasi et P. Adler : "Calorimetric studies of 7000 Series Aluminium" Metallurgical Transactions A, vol. 8A, July 1977, pages 1177 à 1183.

Quant à la requête subsidiaire, la Division d'examen a indiqué que les caractéristiques introduites dans la revendication 1 n'ajoutaient aucune contribution inventive pour les mêmes raisons que celles indiquées vis-à-vis de la requête principale.

II. La demanderesse (requérante) a formé un recours et payé la taxe correspondante le 30 juillet 2001. Avec son mémoire exposant les motifs du recours, reçu le 10 septembre 2001, elle requiert soit l'annulation de la décision contestée et la délivrance d'un brevet européen sur la base du jeu de revendications soumis le 6 octobre 1999 (requête principale) soit le renvoi de l'affaire à la Division d'examen pour poursuite de

l'examen au fond de la revendication 10 et des autres revendications non examinées, soumises le 20 novembre 2000 (requête subsidiaire).

III. Dans une notification accompagnant l'invitation à une procédure orale, la Chambre a émis des doutes sur la nouveauté et l'activité inventive de l'alliage en aluminium selon la requête principale, et sur la tôle constituée de cet alliage selon la requête subsidiaire.

Les documents suivants, soumis à la fois par la requérante et avec les observations d'un tiers, ont été pris en considération :

- D5: DSC Analysis on alloy 7449P, DERA Farnborough, Hamshire, GU14 OLX, cinq pages
- D6: H. W. Antes et H. Markus : "Homogenization improves properties of 7000 Series Aluminium Alloys", Metals Engineering Quaterly, November 1970, pages 9 à 11
- D7: H. W. Antes et al.: "Strength and Ductility of 7000-Series Wrought Aluminum Alloys as Affected by Ingot Structure", Transactions of the Metallurgical Society of AIME, 1967, volume 239, pages 1634 à 1642
- D8: M. V. Hyatt: "New aluminium aircraft alloys for the 1980's" in Proc. of the Symposium "Aluminium alloys in the Aircraft Industries", Turin, Italie, 1976, pages 31 à 44

- D9: D. Thompson: "Metallurgical Factors Affecting High Strength Aluminium Alloy Production", Metallurgical Transactions A, volume 6A, Avril 1975, pages 671 à 683
- D12: I. Kolobnev: "Heat treatment of Aluminium Alloys", Traduction anglaise de l'original en russe par le "Israel Program for Scientific Translations", Jerusalem 1963, page 278
- D14: C. Sigli et R. Shahani: "Applications of Multicomponent Phase Diagrams to Aluminum alloys", Proceedings of the Int. Conf. on Solid-Solid Phase Transformations 1999, pages 697 à 900 (cité par la demanderesse, publié après la date de priorité de la demande)
- D15: US-A-5 221 377 (cité dans la partie introductive de la demande et cité par la demanderesse).
- IV. La procédure orale s'est tenue le 22 juin 2004 en l'absence de la requérante qui, comme annoncé dans sa lettre du 14 juin 2004, n'était pas représentée.
- V. La revendication 1 selon la requête principale se lit :
- "1. Alliage à haute résistance mécanique de la série 7000 contenant en poids % de 7 à 13,5 Zn, de 1 à 3,8 Mg, de 0,6 à 2,7 Cu, de 0 à 0,5 Mn, de 0 à 0,4 Cr et de 0 à 0,2 Zr, autres dont Ti jusqu'à 0,05 chacun et 0,15 au total, reste Al et les impuretés habituelles Fe et Si, obtenu par coulée, solidification entre liquidus et solidus à une vitesse moyenne < 600°C/min, refroidissement jusqu'à la température ambiante,

homogénéisation et corroyage dans le cas de produits corroyés, mise en solution, trempe et revenu, caractérisé en ce qu'à l'état revenu, l'énergie spécifique associée au signal AED de fusion (mesurée sur un appareil AED Perkin Elmer DSC7, avec une vitesse de chauffage de 20°C/min sur un échantillon d'environ 50 mg) est inférieure à 3 J/g (et de préférence 2 J/g) en valeur absolue."

La revendication 1 selon la requête subsidiaire se lit :

"1. Tôle en alliage à haute résistance mécanique de la série 7000 contenant (en poids %) de 7 à 13,5 Zn, de 1 à 3,8 Mg, de 0,6 à 2,7 Cu, de 0 à 0,5 Mn, de 0 à 0,4 Cr et de 0 à 0,2 Zr, autres dont Ti jusqu'à 0,05 chacun et 0,15 au total, reste Al et les impuretés habituelles Fe et Si, obtenu par coulée, solidification entre liquidus et solidus à une vitesse moyenne < 600°C/min, refroidissement jusqu'à la température ambiante, homogénéisation, laminage, mise en solution, trempe et revenu à l'état T6, T651, ou T652, caractérisée en ce qu'à l'état revenu, l'énergie spécifique associée au signal AED de fusion (mesurée sur un appareil AED Perkin Elmer DSC7, avec une vitesse de chauffage de 20°C/min sur un échantillon d'environ 50 mg) est inférieure à 2 J/g en valeur absolue."

VI. La requérante a fait valoir ce qui suit :

La Division d'examen s'appuie pour l'essentiel sur le document D1 et sur les essais comparatifs (document D5) fournis par le tiers pour conclure, dans sa décision, au défaut de nouveauté de la revendication 1 de la requête principale. Or ces documents ne précisent pas si les

alliages examinés ont été refroidis à une vitesse de solidification entre liquidus et solidus  $<600^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , tel que le mentionne le préambule de la revendication 1. A cela s'ajoute que les valeurs des essais comparatifs ont été déterminées avec une vitesse de chauffage de  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ .

En revanche, la partie caractérisante de la revendication 1 précise que l'énergie spécifique (et donc la température de début de fusion) a été déterminée par analyse enthalpique différentielle (AED), avec une vitesse de chauffage des échantillons de  $20^{\circ}\text{C}/\text{min}$ . Ceci est important car plus on se rapproche de la température théorique de fusion, plus la vitesse de chauffage modifie la valeur de la température mesurée, qui est également influencée par la composition chimique non constante de l'alliage et par la fusion locale hors équilibre thermodynamique. Ceci est confirmé par le document D14 publié ultérieurement. Comme on peut le constater à la lecture du document D14, tableau 2, page 699, on obtient dans le cadre de la détermination du début de fusion (incipient melting temperature ; pic de fusion commençante) des valeurs de température différentes selon que l'on utilise une température de chauffage de  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$  ou de  $20^{\circ}\text{C}/\text{min}$ . Les valeurs indiquées dans le document D5, qui ont été obtenues avec une vitesse de chauffage de  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$  ne sont donc pas comparables aux valeurs d'énergie spécifique requises dans la demande de brevet, obtenues à  $20^{\circ}\text{C}/\text{min}$ . Elles ne permettent donc pas de remettre en question la nouveauté de l'objet de la revendication 1.

Le document D4 utilise certes l'analyse enthalpique différentielle (AED) également appliquée dans le cadre

de la demande de brevet, mais dans le but d'expliquer le mécanisme des modifications microstructurelles qui ont pu être observées au microscope électronique. Il n'est cependant en aucun cas question d'optimiser les conditions de température requises pour l'homogénéisation et la mise en solution sur la base d'un paramètre défini par AED, lequel a été mesuré sur un produit traité (c'est-à-dire après la mise en solution, la trempe et le revenu), tel que cela est suggéré dans la présente demande de brevet. Les exigences de nouveauté et d'activité inventive de l'objet de la revendication 1 de la requête principale sont donc remplies.

La nouveauté de l'objet de la revendication 1 selon la requête subsidiaire n'a pas été contestée dans la décision attaquée. Les arguments se rapportant à l'activité inventive de la revendication 1 selon la requête principale valent aussi pour la revendication 1 selon la requête subsidiaire. La Division d'examen ne s'étant pas prononcée sur l'objet de la revendication 10 selon la requête subsidiaire, lequel porte sur l'utilisation de tôles épaisses en alliage d'aluminium du type revendiqué, la demande de brevet devrait être renvoyée à la première instance pour poursuite de l'examen.

## **Motifs de la décision**

1. Le recours est recevable.

2. *Etat de la technique et comparaison avec l'objet de la revendication 1 (requête principale)*

2.1 Le document D1 concerne un procédé d'obtention de produits filés en alliage d'aluminium type Al-Zn-Mg-Cu à haute résistance de la série AA7000, lesquels possèdent à l'état T6 ou T7 une ductilité et une ténacité élevées. En raison de leurs excellentes propriétés mécaniques, ces produits sont utilisés particulièrement dans l'aéronautique et dans l'armement. Ce procédé consiste à couler un alliage dont la composition est la suivante (% en poids) : de 7,2 à 9,5% Zn, de 2,1 à 3,5% Mg, de 1,0 à 2,0% Cu, de 0,15 à 0,25% Mn, de 0,07 à 0,17% Cr, de 0,08 à 0,14% Zr,  $\leq 0,10\%$  Ti,  $\leq 0,10\%$  Fe,  $\leq 0,08\%$  Si, reste Al et impuretés habituelles chacune  $\leq 0,05\%$ ,

- à homogénéiser le produit coulé dans la plage de température comprise entre 460°C et la température de fusion commençante de l'alliage,
- à filer à chaud le produit à une température de l'ordre de 400°C et à étirer le produit à une température de l'ordre de 380°C,
- à le mettre en solution dans le domaine de température compris entre 460 et 480°C,
- à le tremper à l'eau ( $\theta \leq 40^\circ\text{C}$ ),
- à l'étirer à froid
- à pratiquer un revenu type T6 ou T7 (voir D1, pages 1 et 2).

Selon l'exemple 2 du document D1, notamment dans le cas des alliages D et E, qui s'inscrivent tous les deux dans le cadre des limites revendiquées, l'homogénéisation est réalisée à 475°C durant 24 h avant écrouissage à un diamètre de 170 mm ; la mise en solution est opérée à 478°C pendant 1 h et le revenu pendant 24 h à 120°C. Ces compositions et conditions de traitement sont très similaires à celles énoncées sous l'exemple 2, alliage A<sub>1</sub> de la présente demande de brevet (homogénéisation 48 h/470°C, trempe, laminage à chaud, mise en solution 474°C, revenu état T651 24h/120°C). Aussi peut-on supposer à juste titre que les propriétés mécaniques des produits obtenus de la sorte sont dans les deux cas très similaires. Il est de ce fait pleinement justifié de considérer le document D1 comme l'état de la technique le plus proche.

D1 ne divulgue cependant pas la partie caractérisante de la revendication 1, selon laquelle l'énergie spécifique associée au signal AED de fusion (mesurée sur un appareil AED Perkin Elmer DSC7 avec une vitesse de chauffage de 20°C/min sur un échantillon d'environ 50 mg) doit être inférieure à 3 J/g.

## 2.2 Problème et solution :

Partant de cet état de la technique et comme exposé dans la demande de brevet à la page 2, lignes 15 à 20, le problème à résoudre selon la demande de brevet consiste à proposer un procédé permettant d'obtenir par métallurgie conventionnelle des produits A1 de la série AA7000 à hautes résistance, ductilité et ténacité, capables de satisfaire aux exigences élevées posées dans les domaines de l'armement (par ex. pièces de missiles

d'armement) et de l'aéronautique (rails de sièges et panneaux de voilures d'avion). Le problème technique à résoudre est donc le même que celui décrit dans le document D1 (voir page 1, lignes 9 à 19).

Le problème posé dans la demande de brevet est résolu par une homogénéisation et une mise en solution pratiquées à des températures aussi élevées que possible, soit des températures situées à moins de 10°C ou à moins de 5°C en-dessous de la température de fusion de l'eutectique sans toutefois faire apparaître de phase liquide (voir page 2, ligne 51 à page 3, ligne 1). Il est ainsi possible de remettre en solution les phases précipitées non désirées, un état de l'alliage qui se traduit par une très faible valeur d'énergie spécifique. Afin de déterminer le point exact du début de la fusion, on réalise d'abord sur alliage traité, pour chaque composition d'alliage choisie, un thermogramme à l'aide d'un appareil d'analyse enthalpique différentielle (AED) Perkin-Elmer DSC7 avec une vitesse de chauffage de 20°C/min. Puis le contrôle de la température d'homogénéisation et de mise en solution est optimisé sur la base des données obtenues par ladite analyse. L'énergie spécifique associée au pic de fusion doit, après traitement thermique, être inférieure à 3 J/g (voir demande de brevet page 2, lignes 26 à 31).

### 2.3 Activité inventive :

L'homme du métier sait, à partir de nombreuses publications, que les propriétés mécaniques, telles que la résistance, la ténacité et la ductilité, des alliages Al corroyés à haute résistance de la série 7000 commercialisés et principalement utilisés dans

l'aéronautique, peuvent être gravement altérées par la présence de phases secondaires non dissoutes, et que, inversement, la dissolution de ces phases permet d'améliorer considérablement lesdites propriétés mécaniques (voir p.ex. D6, page 9, colonne de gauche, lignes 1 à 9, lignes 21 à 24 ; D7, page 1634, colonne de gauche, lignes 18 à 24). L'homme du métier cherchera par conséquent délibérément mais sans faire preuve d'activité inventive, à remettre autant que possible ou intégralement en solution ces phases secondaires néfastes en contrôlant de manière optimale la température lors de l'homogénéisation et de la mise en solution, c'est-à-dire en utilisant pour la mise en solution des températures aussi élevées que possible, sans toutefois faire apparaître de phases liquides (voir à ce sujet D6, page 10, colonne de droite, lignes 4 à 6, alinéa "Olsen Ductility", lignes 4 à 7 ; D7, page 1634, colonne 1, lignes 25, 26 ; colonne 2, lignes 2 à 5, tableau 1, alliage 7001, page 1640, colonne 1, Discussion, deuxième phrase, page 1642, Conclusions ; D8, page 41, 2<sup>ème</sup> colonne, point 4 ; D9, page 681, 1<sup>ère</sup> colonne, "Solution Heat Treatment and Aging", phrase 1 ; D12, page 278, alinéas 1 à 3). C'est sur la base de ces principes métallurgiques connus d'une manière générale de l'homme du métier, que fonctionne également le procédé revendiqué lorsqu'il prescrit une homogénéisation et une mise en solution à des températures de moins de 10°C ou de 5°C en-dessous de la température de fusion commençante de l'alliage.

Pour appliquer ces connaissances, l'homme du métier sait également qu'il peut déterminer de manière fiable la température critique à laquelle des phases de fusion liquides commencent à se former (incipient melting point)

et qu'il ne doit en aucun cas dépasser, par exemple en recourant à des mesures calorimétriques telles que celles décrites dans les documents D3 et D4. Notamment le document D4 décrit une méthode de mesure utilisant un calorimètre différentiel (differential scanning calorimeter - DSC = AED), appareil également utilisé dans la demande de brevet, afin de déterminer des réactions telles que la dissolution et la formation de précipitations pouvant survenir sur des barres en aluminium 7075 T651 laminées (voir D4, page 1177, colonne de droite, lignes 3 à 23, page 1178, colonne de gauche, lignes 21 à 24). Il va sans dire que la méthode de mesure AED se prête de manière illimitée également à la détermination de la valeur exacte de la température de la fusion commençante (incipient melting point). Contrairement à l'avis de la requérante, on ne peut discerner aucune activité inventive dans l'utilisation en soi de la méthode de mesure AED pour déterminer le pic de fusion commençante.

- 2.4 La requérante a, eu égard au document D14 publié ultérieurement, souligné que des températures de chauffage différentes, appliquées dans le cadre de la méthode AED, pouvaient donner des valeurs différentes pour la température de la fusion commençante. Les essais comparatifs (document D5) fournis par le tiers et effectués à 10°C/min sur l'alliage 7449P (exemple 2 de D1) seraient par conséquent dénués de pertinence.

La Chambre ne conteste pas cet argument. Mais les résultats présentés dans le document D5, obtenus à partir des données de l'exemple 2 de D1, laissent penser qu'une analyse AED réalisée avec une vitesse de chauffage de 10°C/min permet également d'obtenir des

valeurs de température fiables. Ainsi, les valeurs mesurées, c'est-à-dire le pic de fusion de 484,1°C et la température initiale de 477,3°C (début de la fusion commençante), correspondent essentiellement aux résultats présentés à la figure 1 de la demande. En outre, la valeur maximale de l'énergie spécifique de l'échantillon coulé (obtenu de façon conventionnelle) de 19,78 J/g a complètement disparu après l'homogénéisation à 475°C, ce qui correspond à une valeur < 3 J/g, ou < 2 J/g ou < 1 J/g. Dans son mémoire exposant les motifs du recours, la requérante n'a pas contesté les arguments précédents avancés par le tiers dans sa lettre du 3 février 2000, page 4. La caractéristique se rapportant à une énergie spécifique < 3 J/g indiquée dans la partie caractérisante de la revendication 1 doit donc être considérée comme un paramètre rarement obtenu, résultant automatiquement de la mise en solution de l'alliage à une température juste en dessous du pic de fusion commençante et dont la valeur vaut très probablement également pour l'exemple 2 du document D1.

Il ressort de ce qui précède que l'objet de la revendication 1 ne présente pas d'activité inventive par rapport à l'enseignement du document D1, compte tenu des connaissances techniques générales de l'homme du métier.

3. *Requête subsidiaire :*

L'objet de la revendication 1 selon la requête subsidiaire concerne non pas un alliage mais une tôle laminée en alliage d'aluminium 7000, laquelle doit présenter selon la méthode AED une énergie spécifique inférieure à 2 J/g.

Selon la demande de brevet page 3, lignes 5-6, après l'opération de corroyage, l'alliage peut être mis en forme par de nombreux procédés (laminage, forgeage, filage, matriçage). Il n'est toutefois pas précisé lequel de ces procédés de mise en forme est le plus avantageux. Les tôles en alliage 7000 constituent du reste des pièces typiquement et généralement utilisées dans l'aéronautique, comme mentionné p.ex. dans le document D15 (cité dans la demande), colonne 5, ligne 38 à la colonne 6, ligne 16. La limitation de l'objet de la revendication 1 selon la requête subsidiaire à des tôles obtenues par laminage n'ajoute par conséquent aucune contribution inventive. Les mêmes arguments que ceux avancés sous le point 2.4 précédent valent également pour une énergie spécifique  $< 2$  J/g.

Il en résulte que les objets de la revendication 1, de la revendication 6 de procédé et de la revendication 10 d'utilisation selon la requête subsidiaire n'impliquent pas non plus d'activité inventive.

## **Dispositif**

**Par ces motifs, il est statué comme suit :**

Le recours est rejeté.

Le Greffier :

Le Président :

G. Magouliotis

M. Noël