



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) **EP 1 544 315 A1**

(12) **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

(43) Date de publication:
22.06.2005 Bulletin 2005/25

(51) Int Cl.7: **C22C 21/10**

(21) Numéro de dépôt: **04356196.8**

(22) Date de dépôt: **15.12.2004**

(84) Etats contractants désignés:
**AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR
HU IE IS IT LI LT LU MC NL PL PT RO SE SI SK TR**
Etats d'extension désignés:
AL BA HR LV MK YU

(30) Priorité: **16.12.2003 US 529594 P**

(71) Demandeurs:
• **Pechiney Rhenalu**
75116 Paris (FR)
• **Pechiney Rolled Products**
Ravenswood, WV 26164 (US)

(72) Inventeurs:
• **Bes, Bernard**
38180 Seyssins (FR)

• **Dumont, David**
26100 Romans-sur-Isere (FR)
• **Ehrstrom, Jean-Christophe**
38130 Echirolles (FR)
• **Warner, Timothy**
38340 Voreppe (FR)
• **Dangerfield, Vic**
Parkersburg, West Virginia 26101 (US)

(74) Mandataire: **Pigasse, Daniel et al**
Pechiney,
217, cours Lafayette
69451 Lyon Cedex 06 (FR)

(54) **Produit corroyé et élément de structure pour aéronef en alliage Al-Zn-Cu-Mg**

(57) L'invention a concerne un produit corroyé, notamment un produit laminé, filé ou forgé, en alliage de composition (% en poids) :

Zn 6,7 - 7,3 Cu 1,9 - 2,5 Mg 1,0 - 2,0 Zr
0,07 - 0,13

Fe ≤ 0,15 Si ≤ 0,15

autres éléments < 0,05 chacun et < 0,15 au total,
le reste Al

dans lequel Mg / Cu < 1,
traité par mise en solution, trempe, écrouissage à froid,
et revenu. L'écrouissage à froid peut être obtenu par
traction contrôlée et/ou transformation à froid, par
exemple laminage ou étirage. Le produit peut être utilisé
comme élément de structure en construction aéronau-
tique.

EP 1 544 315 A1

Description**Domaine de l'invention**

[0001] L'invention concerne des produits laminés, filés ou forgés en alliage Al-Zn-Cu-Mg traités par mise en solution, trempe, écrouissage à froid et revenu, et notamment des éléments de structure élaborés à partir de tels produits et destinés à la construction d'aéronefs.

Etat de la technique

[0002] On sait que lors de la fabrication de demi-produits et éléments structuraux pour construction aéronautique, les diverses propriétés recherchées ne peuvent pas être optimisées toutes en même temps et les unes indépendamment des autres. Lorsque l'on modifie la composition chimique de l'alliage ou les paramètres des procédés d'élaboration des produits, plusieurs propriétés critiques peuvent même montrer des tendances antagonistes. Tel est parfois le cas des propriétés rassemblées sous le terme « résistance mécanique statique » (notamment la résistance à la rupture R_m et la limite d'élasticité $R_{p0,2}$) d'une part, et des propriétés rassemblées sous le terme « tolérance aux dommages » (notamment la ténacité et la résistance à la propagation des fissures) d'autre part. Certaines propriétés d'usage comme la résistance à la fatigue, la résistance à la corrosion, l'aptitude à la mise en forme et l'allongement à rupture sont liées d'une façon compliquée et souvent imprévisible aux propriétés (ou « caractéristiques ») mécaniques. L'optimisation de l'ensemble des propriétés d'un matériau pour construction aéronautique fait donc très souvent intervenir un compromis entre plusieurs paramètres-clé.

[0003] Typiquement, on utilise pour les éléments de structure (sauf pour les intrados) de voilure des alliages de type 7xxx.

[0004] Le brevet US 5 865 911 (Aluminum Company of America) divulgue un alliage de type Al-Zn-Cu-Mg de composition

Zn 5,9 - 6,7 , Mg 1,6 - 1,86 , Cu 1,8 - 2,4 , Zr 0,08 - 0,15

pour la fabrication d'éléments de structure pour avions. Ces éléments de structure sont optimisés pour montrer une forte résistance mécanique, ténacité et résistance à la fatigue.

[0005] La demande de brevet WO 02/052053 décrit trois alliages de type Al-Zn-Cu-Mg de composition (a) Zn 7,3 + Cu 1,6 ; (b) Zn 6,7 + Cu 1,9 ; (c) Zn 7,4 + Cu 1,9 ; chacun de ces trois alliages contenant également Mg 1,5 + Zr 0,11 . Elle décrit également des procédés de traitement thermomécanique appropriés pour la fabrication d'éléments de structure pour avions.

[0006] On connaît par ailleurs l'alliage 7040 dont la composition chimique normalisée est :

Zn 5,7 - 6,7 Si ≤ 0,10	Mg 1,7 - 2,4 Fe ≤ 0,13	Cu 1,5 - 2,3 Ti ≤ 0,06	Zr 0,05 - 0,12 Mn ≤ 0,04
---------------------------	---------------------------	---------------------------	-----------------------------

autres éléments ≤ 0,05 chaque et ≤ 0,15 au total.

[0007] On connaît également l'alliage 7475 dont la composition chimique normalisée est :

Zn 5,2 - 6,2 Si ≤ 0,10	Mg 1,9-2,6 Fe ≤ 0,12	Cu 1,2-1,9 Ti ≤ 0,06	Cr 0,18-0,25 Mn ≤ 0,06
---------------------------	-------------------------	-------------------------	---------------------------

autres éléments ≤ 0,05 chaque et ≤ 0,15 au total.

[0008] Pour certains éléments de structure entrant dans la construction des ailes des avions civils, tels que les intrados d'ailes, on utilise couramment des alliages de la série 2xxx, par exemple l'alliage 2324.

[0009] Les alliages classiquement utilisés pour les éléments de structure de fuselage appartiennent à la série 2xxx, par exemple l'alliage 2024.

[0010] La présente invention a pour but d'obtenir des éléments de structure d'avion, et notamment des éléments de fuselage, en alliage Al-Zn-Cu-Mg, présentant, par rapport à l'art antérieur, une résistance mécanique améliorée, pour une tolérance aux dommages comparable, et une formabilité suffisante.

[0011] Elle a aussi pour but d'obtenir des éléments de structure d'avion, et notamment des éléments pour intrados d'ailes d'avion ou pour l'usinage de structures intégrales, en alliage Al-Zn-Cu-Mg, présentant, par rapport à l'art antérieur, un compromis amélioré entre les propriétés de résistance mécanique, de ténacité, et de résistance à la fatigue.

Objet de l'invention

[0012] L'invention a pour objet un produit corroyé, notamment un produit laminé, filé ou forgé, en alliage de composition (% en poids) :

Zn 6,7 - 7,3 Fe ≤ 0,15	Cu 1,9 - 2,5 Si ≤ 0,15	Mg 1,0 - 2,0	Zr 0,07 - 0,13
---------------------------	---------------------------	--------------	----------------

autres éléments < 0,05 chacun et < 0,15 au total, le reste Al
dans lequel Mg / Cu < 1,
traité par mise en solution, trempe, écrouissage à froid, et revenu. L'écrouissage à froid peut être obtenu par traction contrôlée et/ou transformation à froid, par exemple laminage ou étirage.

[0013] L'invention a également pour objet un élément de structure pour construction aéronautique, notamment un élément de fuselage d'aéronef, ou un élément d'intrados d'aile pour aéronef, ou encore un élément de structure intégrale pour aéronef, fabriqué à partir d'un produit corroyé, et notamment à partir d'un tel produit laminé ou filé.

Description de l'invention

a) Définitions

[0014] Sauf mention contraire, toutes les indications relatives à la composition chimique des alliages sont exprimées en pourcent massique. Par conséquent, dans une expression mathématique, « 0,4 Zn » signifie : 0,4 fois la teneur en zinc, exprimée en pourcent massique ; cela s'applique mutatis mutandis aux autres éléments chimiques. Lorsque la teneur d'un élément est donnée en ppm (parts per million), cela se réfère à teneur massique et non pas atomique. La désignation des alliages suit les règles de THE ALUMINUM ASSOCIATION, connues de l'homme du métier. Les états métallurgiques sont définis dans la norme européenne EN 515. La composition chimique d'alliages d'aluminium normalisés est définie par exemple dans la norme EN 573-3. Sauf mention contraire, les caractéristiques mécaniques statiques, c'est-à-dire la résistance à la rupture R_m , la limite élastique $R_{p0,2}$ et l'allongement à la rupture A, sont déterminées par un essai de traction selon la norme EN 10002-1, l'endroit et le sens du prélèvement des éprouvettes étant définis dans la norme EN 485-1. La résistance à la fatigue est déterminée par un essai selon ASTM E 466, et la vitesse de propagation de fissures en fatigue (essai dit da/dN) selon ASTM E 647.

[0015] La courbe R est déterminée selon la norme ASTM E 561. A partir de la courbe R, on calcule le facteur d'intensité de contrainte critique K_{IC} , c'est à dire le facteur d'intensité qui provoque l'instabilité de la fissure. On calcule également le facteur d'intensité de contrainte K_{ICO} , en affectant à la charge critique la longueur initiale de la fissure, au début du chargement monotone. Ces deux valeurs sont calculées pour une éprouvette de forme voulue. K_{app} désigne le K_{ICO} correspondant à l'éprouvette ayant servi à faire le test de courbe R. Sauf mention contraire, la taille de la fissure à la fin de l'étape de préfissuration par fatigue est de W/4 pour les éprouvettes de type M(T), et de W/2 pour les éprouvettes de type CT, où W est la largeur d'éprouvette telle que définie dans la norme ASTM E 561.

[0016] Le terme « produit filé » inclut les produits dits « étirés », c'est-à-dire des produits qui sont élaborés par filage suivi d'un étirage.

[0017] Sauf mention contraire, les définitions de la norme européenne EN 12258-1 s'appliquent.

[0018] On appelle ici « élément de structure » ou « élément structural » d'une construction mécanique une pièce mécanique dont la défaillance est susceptible de mettre en danger la sécurité de ladite construction, de ses utilisateurs, des ses usagers ou d'autrui. Pour un avion, ces éléments de structure comprennent notamment les éléments qui composent le fuselage (tels que la peau de fuselage (fuselage skin en anglais), les raidisseurs ou lisses de fuselage (stringers), les cloisons étanches (bulkheads), les cadres de fuselage (circumferential frames), les ailes (tels que la peau de voilure (wing skin), les raidisseurs (stringers ou stiffeners), les nervures (ribs) et longerons (spars)) et l'empennage composé notamment de stabilisateurs horizontaux et verticaux (horizontal or vertical stabilisers), ainsi que les profilés de plancher (floor beams), les rails de sièges (seat tracks) et les portes.

[0019] On appelle ici « structure intégrale » la structure d'une partie d'un avion qui a été conçue de manière à assurer autant que possible la continuité de la matière sur une dimension aussi grande que possible afin de réduire le nombre de points d'assemblage mécaniques. Une structure intégrale peut être fabriquée soit par usinage dans la masse, soit par utilisation de pièces de forme obtenues par exemple par filage, forgeage ou moulage, soit encore par soudage d'éléments de structure réalisés en alliages soudables. On obtient ainsi des éléments de structure de taille plus importante et en une seule pièce, sans assemblage mécanique ou avec un nombre de points d'assemblage mécanique réduit comparé à une structure assemblée dans laquelle des tôles, minces ou fortes selon la destination de l'élément de structure (par exemple : élément de fuselage ou élément de voilure), sont fixées, le plus souvent par rivetage, sur

des raidisseurs et / ou cadres (qui peuvent être fabriqués par usinage à partir de produits filés ou laminés).

b) Description détaillée de l'invention

[0020] La présente invention peut s'appliquer à un alliage d'aluminium contenant entre 6,7 % et 7,3 % de zinc. La teneur en zinc doit être suffisamment élevée pour assurer de bonnes propriétés mécaniques, mais si elle est trop élevée, la sensibilité de l'alliage à la trempe augmente, ce qui risque, en particulier pour les produits épais, de dégrader le compromis des propriétés visées. Dans une réalisation avantageuse de l'invention, le produit est une tôle d'épaisseur inférieure à 20 mm. Dans une autre réalisation avantageuse de l'invention, le produit est une tôle forte d'épaisseur supérieure à environ 20 mm.

[0021] La composition chimique de l'alliage Al-Zn-Cu-Mg a été choisie de manière à ce que le rapport Mg/Cu de l'alliage objet de l'invention est inférieur à 1. De manière préférée, ce rapport est maintenu à une valeur inférieure à 0,9. Une valeur inférieure à 0,85, voire même d'environ 0,8 est préférée.

[0022] Le meilleur compromis a été trouvé lorsque le cuivre est maintenu à des teneurs comprises entre 1,9 et 2,5 %, et préférentiellement entre 2,0 et 2,3 %, tandis que le magnésium est fixé à des teneurs comprises entre 1 et 2 %, et préférentiellement entre 1,5 et 1,8 %.

[0023] La demanderesse a constaté qu'une teneur en zirconium comprise entre 0,07 et 0,13 % permettait d'accéder pour cette composition en éléments majeurs Al-Zn-Cu-Mg, à un meilleur compromis entre $R_{p0,2}$, ténacité (à température ambiante ou à froid) et résistance à la fatigue (notamment vitesse de propagation de fissures en fatigue). Au-dessus de 0,12 %, on observe un risque significatif de former des phases primaires de type Al_3Zr , sauf si le refroidissement est suffisamment rapide ; dans le cas de la coulée semi-continue, une telle vitesse suffisante peut être atteinte notamment lorsque l'on coule des billettes.

[0024] Pour les produits laminés, la teneur en Zr doit être inférieure à 0,12 %, et les meilleurs résultats ont été obtenus avec une teneur comprise entre 0,07 et 0,09 %. Une teneur en zirconium jusqu'à 0,13 % peut convenir pour des billettes.

[0025] En tous les cas, les teneurs en silicium et en fer doivent être maintenues chacune en-dessous de 0,15 %, et de préférence en-dessous de 0,10 %, pour avoir une bonne ténacité. Dans une réalisation particulièrement préférée de l'invention, la teneur en fer ne dépasse pas 0,07 %, et la teneur en silicium ne dépasse pas 0,06 %.

[0026] L'alliage selon l'invention peut être coulé selon l'une des techniques connues de l'homme du métier pour obtenir une forme brute, tel qu'une billette de filage, ou une plaque de laminage. Cette forme brute, éventuellement après scalpage, est ensuite homogénéisée, typiquement pendant une durée de 15 à 16 heures à une température comprise entre 470 et 485 °C.

[0027] La forme brute est ensuite transformée à chaud pour former des produits filés (notamment des barres, tubes ou profilés), des tôles laminées à chaud ou des pièces forgées. Dans une réalisation préférée de l'invention, la demanderesse a constaté que, de manière surprenante, le laminage à chaud de produits épais selon l'invention pouvait se réaliser à une température d'environ 350 °C, très inférieure à celle traditionnellement pratiquée pour ce type de produit (qui est d'environ 415 à 440 °C), sans affecter le compromis de propriétés requis pour des produits épais utilisés dans des structures d'aéronefs.

[0028] La transformation à chaud peut éventuellement être suivie d'une transformation à froid. A titre d'exemple, on peut fabriquer des tubes filés et étirés. Dans le cas des produits laminés, on peut aussi procéder à une ou plusieurs passes de laminage à froid. Cela sera nécessaire si l'on vise une épaisseur inférieure à 3 mm.

[0029] Les produits obtenus sont ensuite mis en solution. Cette mise en solution peut se faire dans tout four approprié, tels que four à air (horizontal ou vertical), ou four à bain de sels. Dans un mode de réalisation préféré de l'invention conduisant à des produits épais (> 10 mm), cette mise en solution est réalisée à une température comprise entre 470 et 480 °C, et préférentiellement entre 475 et 480 °C pendant une durée d'au moins 4 heures. Dans un autre mode de réalisation préféré, conduisant à des produits minces (< 10 mm), la température de mise en solution est comprise entre 470 °C et 475 °C, et la durée de mise en solution, dont la valeur optimale dépend de l'épaisseur du produit, est typiquement d'au moins une heure.

[0030] Ensuite les produits sont trempés, de préférence dans un milieu liquide tel que l'eau, ledit liquide ayant préférentiellement une température ne dépassant pas 40 °C.

[0031] Les produits sont ensuite généralement soumis à une traction contrôlée avec un allongement permanent de l'ordre de 1 à 5 %, et préférentiellement de 1,5 à 3 %.

[0032] Enfin les produits sont soumis à un traitement de revenu, qui influe de manière importante sur les propriétés finales du produit. Suivant le compromis souhaité, on peut préférer un revenu bi-palier ou un revenu mono-palier.

[0033] Le produit selon l'invention conduit à des produits nouveaux qui ont des caractéristiques particulièrement intéressantes pour la construction aéronautique. Ces produits peuvent se présenter sous forme de tôles, notamment tôles de fuselage, tôles épaisses pour intrados ou pour structures intégrales, ou sous forme de profilés, ou encore sous forme de pièces forgées. Les produits laminés selon l'invention, qu'ils soient épais ou minces, présentent une

limite d'élasticité $R_{p0,2(L)}$ d'au moins 460 MPa, préférentiellement d'au moins 480 MPa, et encore plus préférentiellement d'au moins 500 MPa. La limite d'élasticité $R_{p0,2(L)}$ des produits d'une épaisseur inférieure à 20 mm peut atteindre 500 MPa, et de préférence d'au moins 520 MPa et même 530 MPa, pour un $K_{app(L-T)}$, mesuré selon ASTM E 561 sur une éprouvette de type C(T) avec $W=127$ mm et une épaisseur $B = 5,5$ mm d'au moins 100 MPa $\sqrt{m}$; cette dernière

valeur peut dépasser 103 MPa $\sqrt{m}$, et peut même dépasser 110 MPa $\sqrt{m}$.
[0034] Dans un mode de réalisation avantageux, on obtient une tôle d'une épaisseur comprise entre 1 et 10 mm présentant une valeur de $K_{C(T-L)}$, mesurée sur une éprouvette avec $W=760$ mm, supérieure à 130 MPa $\sqrt{m}$, et / ou une valeur de $K_{C(L-T)}$, mesurée sur une éprouvette avec $W=760$ mm, supérieure à 160 MPa $\sqrt{m}$.

[0035] Dans un autre mode de réalisation avantageux, on prépare une tôle avec une épaisseur inférieure à 20 mm qui présente au moins deux des couples de propriétés sélectionnés parmi :

- (a) $R_m(L) > 520$ MPa et $R_{p0,2(TL)} > 515$ MPa ;
- (b) $R_{p0,2(L)} > 500$ MPa et $R_{p0,2(TL)} > 480$ MPa ;
- (c) $R_{p0,2(L)} > 500$ MPa et $K_{app(T-L)} > 100$ MPa $\sqrt{m}$ (mesurée à la température ambiante sur éprouvette C(T) avec $W=127$ mm et $B = 5,5$ mm).

[0036] Dans encore un autre mode de réalisation avantageux, on prépare une tôle avec une épaisseur supérieure à 20 mm présentant au moins deux caractéristiques sélectionnées parmi

- (a) $R_m(L) > 540$ MPa ;
- (b) $R_{p0,2(L)} > 535$ MPa ;
- (c) $K_{app(L-T)} > 100$ MPa $\sqrt{m}$ (mesurée à la température ambiante sur éprouvette C(T) avec $W=127$ mm et $B = 7,6$ mm) ;
- (d) ΔK à une vitesse de propagation de fissure de $2,54 \mu m / cycle > 28$ MPa $\sqrt{m}$;
- (e) $K_{IC(L-T)} > 28$ MPa $\sqrt{m}$.

[0037] Dans encore un autre mode de réalisation avantageux de l'invention, on obtient des tôles d'une épaisseur supérieure à environ 20 mm, présentant une limite d'élasticité $R_{p0,2(L)}$ d'au moins 520 MPa, un $K_{app(L-T)}$, mesuré selon ASTM E 561 sur une éprouvette de type C(T) avec $W = 406$ mm et une épaisseur $B = 6,35$ mm d'au moins 130 MPa $\sqrt{m}$, et un $K_{C(L-T)}$, mesuré sur une éprouvette de type C(T) avec $W = 406$ mm et une épaisseur $B = 6,35$ mm d'au moins 185 MPa $\sqrt{m}$. Un tel produit peut avoir une vitesse de propagation de fissures de fatigue da/dn au sens T-L, déterminée à $\Delta K = 30$ MPa $\sqrt{m}$, inférieure à 28×10^{-4} mm/cycles.

[0038] Un autre avantage important du produit selon l'invention est le fait que, de manière surprenante, la valeur de $K_{app(L-T)}$, comme déterminée ci-dessus, est stable, voire plus haute, à froid par rapport à sa valeur à température ambiante. Plus précisément, cette valeur est légèrement augmentée par rapport à ce qu'elle est à température ambiante, lorsqu'on l'évalue à $-54^\circ C$. Ceci est particulièrement intéressant, puisque $-54^\circ C$ est environ la température typique atteinte par les éléments de structure lors du vol d'un avion civil à réaction. Or, on sait que dans certains alliages de la série 7xxx, la ténacité décroît avec la température. A titre d'exemple, il a été décrit que des tôles en 7475 T7651 montrent une baisse de 25 % de la ténacité (déterminée à partir de courbes R sur des panneaux d'épaisseur $B = 6$ mm au sens L-T) entre environ $20^\circ C$ et environ $-50^\circ C$ (voir P.R. Abelkis et al., Proceedings of « Fatigue at Low Temperatures », Louisville, Kentucky, 10 mai 1983, pages 257 - 273 (éditeur ASTM)). Dans les mêmes conditions, des tôles fortes en 7050 T7451 montrent une baisse de K_{IC} ou K_q au sens L-T ou T-L d'au moins 5% (voir W.F. Brown et al., Aerospace Materials Handbook, published by CINDAS (USAF CRDA Handbook Opération, Purdue University, 1997). La demanderesse a constaté une baisse de K_{IC} également pour des tôles fortes en AA7075 T7351, AA7475 T7351, AA7475 T7651, et AA7475 sous-revenu ; cette baisse est de l'ordre de 2 % à 10 %. Alors qu'il est connu que les caractéristiques mécaniques statiques $R_{p0,2}$ et R_m des alliages de la série 7xxx tendent à augmenter lorsque la température baisse d'environ $20^\circ C$ à environ $-50^\circ C$, ce qui assure une sécurité complémentaire de la structure à cette température, la baisse de la ténacité des alliages de la série 7xxx selon l'état de la technique doit être prise en compte lors du dimensionnement des éléments de structure. Le produit selon l'invention ne montre pas de baisse significative (c'est-à-dire supérieure à 2 %) de la ténacité à basse température, et dans certains cas, il montre même une légère augmentation de la ténacité à basse température.

[0039] En tant qu'éléments de structure pour intrados d'ailes d'avions, les produits selon l'invention remplacent avantageusement les éléments de structure en alliage connus en alliages 2x24, par exemple en alliage 2024 ou 2324. A titre d'exemple, des produits laminés selon l'invention peuvent avoir une épaisseur inférieure à environ 10 mm et ainsi être utilisés comme revêtement de fuselage. Ils peuvent aussi avoir une épaisseur supérieure à environ 10 mm et ainsi être utilisés comme intrados. Des produits laminés d'une épaisseur supérieure à environ 40 mm peuvent servir pour la fabrication d'éléments de structure par usinage intégral, comme décrit ci-dessous. Des produits laminés d'une épaisseur supérieure à environ 60 mm peuvent servir pour la fabrication de raidisseurs ou cadres, notamment pour des

avions de grande capacité.

[0040] Les produits selon l'invention peuvent être plaqués sur au moins une face selon les méthodes et avec les alliages habituellement utilisés pour plaquer les produits en alliages de type Al-Zn-Cu-Mg. Cela est particulièrement intéressant pour les tôles utilisées pour la fabrication d'éléments de fuselage d'avions, qui doivent résister à la corrosion.

Un alliage de placage utilisable est le 7072.

[0041] Une utilisation particulièrement avantageuse des produits selon l'invention est liée au concept de la structure intégrale en construction aéronautique. Une grande partie des structures d'avions sont dimensionnées en fonction d'un compromis entre la tolérance au dommage et la résistance aux charges statiques. Les exigences de tolérance au dommage sont précisées par exemple dans l'article « Damage Tolerance Certification of Commercial Aircraft » de T. Swift, ASM Handbook vol. 19 (1996), pp 566 - 576. Le dimensionnement sous les chargements statiques est expliqué par exemple dans le livre « Airframe Stress Analysis and Sizing » de M. Niu, Hong Kong Conmilit Press Ltd, 1999, notamment pages 607 à 654. Du point de vue du matériau, il est connu que, généralement, la tolérance au dommage des alliages de la série 7xxx, et notamment leur ténacité, décroît lorsque leur limite d'élasticité augmente. Ce phénomène entraîne une spécialisation des alliages à haute tolérance au dommage - notamment les alliages de la série 2xxx - vers les pièces sollicitées très fortement en traction, sachant que la certification en tolérance nécessite d'admettre la présence de fissures et, à l'inverse, des alliages à haute limite d'élasticité - notamment les alliages de la série 7xxx, vers les pièces sollicitées très fortement en compression. En réalité, les pièces sollicitées très fortement en compression comme les extrados de voilure et les barques de fuselage subissent aussi des charges de traction qui, bien que moins fortes, nécessitent que le matériau ait une certaine tolérance au dommage. Réciproquement, des pièces comme les intrados de voilure ou les pavillons de fuselage, sollicitées très fortement en traction, ont besoin d'avoir une certaine résistance en compression. Ainsi, il arrive fréquemment que la tolérance au dommage soit le paramètre dimensionnant pour une pièce essentiellement sollicitée en compression et réciproquement. Alors, par exemple, un gain de ténacité de x% à limite d'élasticité constante comme avec l'alliage selon l'invention peut se traduire par un gain de poids du même niveau, voire supérieur si le fait d'autoriser une charge plus forte sur la pièce considérée autorise aussi l'allègement d'autres composants. De même, un gain de limite d'élasticité de x%, à tolérance au dommage constante, peut se traduire par un gain de poids de l'ordre de x/3 % à x %. Pour les produits selon l'invention, x est typiquement compris entre 15 et 30%.

[0042] Dans une structure intégrale, la continuité entre les raidisseurs et la peau fait que la tolérance au dommage devient plus critique que dans un composant assemblé par rivetage. En effet, à contrainte donnée, le facteur d'intensité de contrainte croît fortement lorsque le raidisseur est franchi par une fissure, puisqu'on doit admettre que ce raidisseur sera nécessairement fissuré. Les présents inventeurs ont trouvé que des produits à forte ténacité, pour une limite d'élasticité donnée, sont particulièrement bien adaptés à la fabrication de structures intégrales. Dans un mode de réalisation particulièrement avantageux de cet aspect de la présente invention, on fabrique des panneaux de barque de fuselage ou des revêtements de voilure par usinage intégral de produits selon l'un des modes de réalisations précédentes, sachant que lesdits produits, et notamment les tôles fortes, destinées à l'usinage ont avantageusement une épaisseur d'au moins 40 mm ; cette valeur dépend aussi du type d'avion, et notamment de sa taille. Selon les constatations des inventeurs, on peut ainsi réaliser un gain de poids qui est du même ordre grandeur que le gain en ténacité, soit environ 10%, par rapport à une structure intégrale réalisée dans un alliage de type AA7475 selon l'état de la technique. Plus précisément, le produit selon l'invention, avec une limite d'élasticité $R_{p0.2(L)}$ à mi-épaisseur d'au moins 540 MPa et une ténacité $K_{app(LT)}$ mesurée sur un spécimen de type M(T) avec une largeur W de 16 pouces (environ 406 mm) d'au moins 140 MPa $\sqrt{m}$, permet de réaliser des éléments de structure pour construction aéronautique, tels qu'un élément de peau de voilure, avec un gain de poids d'au moins 10% par rapport à la même pièce, de même forme et taille, réalisée en alliage 7475 selon l'état de la technique et présentant typiquement un $R_{p0.2(L)}$ à mi-épaisseur de 475 MPa, et un $K_{app(LT)}$ mesurée sur un spécimen de type M(T) avec une largeur W de 16 pouces (environ 406 mm) de 125 MPa $\sqrt{m}$.

[0043] La demanderesse a constaté qu'un affinage du grain à un niveau réduit par rapport à la pratique habituelle pendant la coulée permet d'obtenir un compromis de propriétés, et notamment un niveau de ténacité, particulièrement intéressant. L'utilisation d'un affinant au TiC (par exemple ajout d'un fil A13%Ti0.15%C) dans des doses contrôlées s'avère particulièrement bénéfique, le germe de solidification obtenu avec cette approche présentant un compromis germination - croissance différent des germes obtenus en affinant par exemple avec l'A15%Ti1%B (c'est à dire un germe de type TiB₂). Le niveau de cet affinage peut être quantifié par la quantité de C ajouté, car il correspond indirectement à la quantité de germes de solidification ajoutée, ainsi que par la quantité de Ti libre (non combiné avec le C) dans l'alliage. Bien que la stoechiométrie du germe ne soit pas quantifiée de façon définitive, on peut considérer que le germe est composé de TiC, chaque atome de C se combinant avec un atome de Ti pour former lesdits germes.

[0044] Il existe différents type d'affinants Al - x%Ti - y%C, en général le Ti étant ajouté en excès par rapport au C. La quantité de germes ajoutés est proportionnelle à la quantité d'affinant (en kilogrammes) ajouté par tonne de métal liquide multipliée par y %, c'est-à-dire proportionnelle à A (nombre de kilogrammes d'affinant ajouté par tonne de métal) x y%.

[0045] A titre d'exemple, pour l'ajout de 2 kg/t d'Al-3%TiO,15%C, l'ajout de germes peut ainsi être quantifié en spécifiant 3 g/t de C ajouté (2 x 0,0015 kg/t).

[0046] Il convient de noter qu'il y a d'autres manières que l'ajout d'Al-3%Ti-0,15%C pour arriver à l'ajout de la même quantité de germes, par exemple en ajoutant deux fois plus d'un affinant à concentration deux fois moindres de C.

[0047] Dans un mode de réalisation avantageux de la présente invention, on ajoute ainsi un affinant contenant du titane et du carbone, de manière à ce la quantité de carbone ajoutée se situe entre 0,4 et 3 g/t de carbone, préférentiellement entre 0,6 et 2 g/t, et de manière à ce que la teneur totale en Ti dans le produit final se situe entre 50 et 500 ppm (en poids), préférentiellement entre 150 et 300 ppm.

[0048] D'autres modes de réalisation avantageux sont décrits dans les revendications.

[0049] Dans les exemples qui suivent, on décrit à titre d'illustration des modes de réalisation avantageux de l'invention. Ces exemples n'ont pas de caractère limitatif.

Exemples

Exemple 1

[0050] On a élaboré un alliage N dont la composition chimique était conforme à l'invention. Le métal liquide a été traité d'abord dans un four de maintien par injection de gaz à l'aide d'un rotor de type Irma®, et puis dans une poche de type Alpur®, ces deux marques appartenant à la demanderesse. L'affinage a été fait en ligne, c'est-à-dire dans le chenal entre le four de maintien et la poche Alpur®, à raison de 1,1 kg/tonne de fil Al-3%Ti-0,15%C (diamètre 9.5 mm). On a coulé une plaque de taille industrielle. Elle a été détendue pendant 10 h à 350°C.

[0051] Le produit ainsi coulé a été homogénéisé après scalpage pendant 15 heures à une température comprise entre 471°C et 482 °C (entre 880°F et 900 °F), puis laminé à chaud jusqu'à une épaisseur de 5 mm (0,2 inches). La température de début de laminage était de 450°C (840°F), et la température de fin de laminage était de 349°C (660°F). Des tôles de largeur 178 mm (7 inches) et de longueur 508 mm (20 inches) ont été prélevées. Ces coupons ont été mises en solution dans un four à bain de sel pendant 1 heure à 472°C, puis trempées à l'eau, et tractionnées jusqu'à obtenir une déformation permanente de 2%. Les coupons ainsi obtenus ont ensuite subi un traitement de vieillissement artificiel bi-palier, le premier palier étant de 6 heures à 105°C, le deuxième palier étant de 18 heures à 155°C, afin d'atteindre le pic de propriétés mécaniques.

[0052] On a également élaboré, selon un procédé similaire, des tôles d'épaisseurs 6 mm et 3,2 mm en alliage Y.

[0053] Des plaques en alliages de type 2xxx (références E et F, hors invention) ont également été élaborées selon le procédé suivant :

[0054] On a coulé l'alliage en traitant le métal liquide d'abord dans un four de maintien par injection de gaz à l'aide d'un rotor de type Irma®, et puis dans une poche de type Alpur®. L'affinage a été fait en ligne, c'est-à-dire dans le chenal entre le four de maintien et la poche Alpur®, à raison de 0,7 kg/tonne de fil AT5B (diamètre 9.5 mm). Les plaques ont été détendues pendant 10h à 350°C. Ces plaques ont subi une homogénéisation pendant 12 heures à 500°C, puis un laminage à chaud (température de fin de laminage comprise entre 230 et 255°C) jusqu'à une épaisseur de 6 mm. On a ensuite effectué un traitement de mise en solution dans un four à bain de sel pendant 1 heure à 500°C sur des coupons de 600 mm sur 200 mm. Cette opération a été suivie d'une trempe à l'eau froide à environ 20°C et d'une traction jusqu'à obtenir une déformation permanente de 2% (état T351).

[0055] Des plaques en alliage 7xxx selon l'art antérieur ont été aussi coulées (référence G), dans le même dispositif de fonderie que les tôles en alliage 2xxx décrites précédemment. On a obtenu une plaque qui a ensuite été homogénéisée pendant 24 heures à 470°C puis 24 heures à 495°C, puis laminée à chaud (température de fin de laminage comprise entre 230 et 255°C) jusqu'à une épaisseur de 6 mm. Un traitement de mise en solution de 1 heure à 450°C dans un four à bain de sel a été ensuite effectué sur un coupon de 600 mm par 200 mm. Cette opération a été suivie d'une trempe à l'eau et d'une traction pour obtenir une déformation permanente de 2%. Le coupon a ensuite subi un traitement de vieillissement artificiel de 5 heures à 100°C puis 6 heures à 155°C, afin d'atteindre le pic de propriétés mécaniques (état T6).

[0056] Une plaque en alliage AA7475 a également été coulée (référence H) suivant les procédés classiques de l'art antérieur. La plaque ainsi obtenue a été homogénéisée pendant 9 heures à 480°C, puis co-laminée à chaud à une température d'environ 270°C, avec une tôle en 7072, jusqu'à obtenir une tôle plaquée d'épaisseur 4,5 mm. Le placage en 7072 correspondait à environ 2% de l'épaisseur finale. Le produit ainsi obtenu a été mis en solution dans un four à bain de sel pendant 45 minutes à 478°C, puis trempé à l'eau à une température d'environ 20°C, puis il a subi une traction pour obtenir une déformation permanente de 2%. Il a ensuite subi une opération de revenu bi-palier de 4 heures à 120°C, puis de 24 heures à 162°C (état T76).

[0057] Les compositions chimiques des alliages N, Y, E, F, G et H mesurées sur un pion de spectrométrie prélevé dans le chenal de coulée, sont rassemblées dans le tableau 1 :

Tableau 1 :

Composition chimique								
Alliage	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Zr	Cr
N (invention)	0,05	0,06	2,05	-	1,64	7,08	0,08	-
Y (invention)	0,04	0,05	2,16	-	1,80	6,76	0,09	-
E (2024A)	<0,06	0,06	4,12	0,4	1,37	-	-	-
G	0,05	0,08	1,47	-	1,56	4,27	0,11	-
H (7475)	0,03	0,06	1,5	-	2,22	5,73	-	0,21
Placage (7072)	0,15	0,35	<0,02	<0,05	<0,10	1,05	<0,03	<0,03

[0058] On a mesuré la résistance à la rupture R_m (en MPa), la limite d'élasticité conventionnelle à 0,2% d'allongement $R_{p0,2}$ (en MPa) et l'allongement à la rupture A (en %) par un essai de traction selon EN 10002-1.

[0059] Les résultats des mesures des caractéristiques mécaniques statiques à l'état T6 pour les tôles N et Y selon l'invention, et à l'état T351 pour les tôles E, F et G selon l'art antérieur sont présentés dans le tableau 2 :

Tableau 2 :

Caractéristiques mécaniques statiques							
Tôle	Epaisseur [mm]	Sens L			Sens TL		
		R_m [MPa]	$R_{p0,2}$ [MPa]	A [%]	R_m [MPa]	$R_{p0,2}$ [MPa]	A [%]
N	5,08	539	508	13,9	541	495	13,9
Y	6	557	530	13,9	555	519	13,6
E	6,35	482	365	22,8	466	319	23,5
G	6,35	435	373	15,1	436	366	14,8
H	4,6	475	414	13,3	484	414	12,5

[0060] On constate que la tôle selon l'invention présente dans les deux directions mesurées une résistance à la rupture et une limite d'élasticité très supérieures à celles des tôles en alliage 2xxx. L'allongement de la tôle selon l'invention est moins élevé que celui de la tôle E, mais suffisant par rapport aux applications visées. Par rapport aux alliages 7xxx de l'art antérieur G et H, l'alliage selon l'invention présente dans les deux directions mesurées une résistance à la rupture et une limite d'élasticité significativement améliorées, pour un allongement comparable.

[0061] Les tôles N, E, F, G et H ont fait l'objet d'une évaluation de la ténacité, mesurée par la détermination des facteurs d'intensité de contrainte K_{c0} ou K_{app} , selon la norme ASTM 561 ; cette détermination a été effectuée dans la direction T-L, sur des éprouvettes C(T) avec $W = 127$ mm (5 inches) et $B = 5,5$ mm..

Les résultats sont reportés dans le tableau 3 ci-dessous.

Tableau 3 :

mesures de K_{app}	
Tôle	K_{app} [MPa $\sqrt{m}$]
N (invention)	107
E (2024 A)	105
G	97
H (7475 plaqué)	87

[0062] La tôle Y en épaisseur 6 mm présentait une ténacité K_{app} de 150 MPa $\sqrt{m}$ ($W = 760$ mm) ou 134 MPa $\sqrt{m}$ ($W = 406$ mm) dans la direction L-T, et de 128 MPa $\sqrt{m}$ ($W = 760$ mm) ou 110 MPa $\sqrt{m}$ ($W = 406$ mm) dans la direction T-L.

[0063] La tôle selon l'invention présente un K_{app} largement supérieur aux tôles en alliage 7xxx de l'art antérieur, et du même ordre de grandeur que les tôles en alliage 2xxx.

[0064] On a également testé le comportement en fatigue selon la norme ASTM E 647, en mesurant la vitesse de propagation de fissures dans la tôle N par comparaison aux tôles E, F et G. Les éprouvettes utilisées étaient de type C(T), avec W de 76,2 mm (3 inches).

[0065] Les résultats de vitesse de propagation de fissure da/dN pour un ΔK de 10 MPa $\sqrt{m}$, puis de 30 MPa $\sqrt{m}$ ont été mesurés ; le ΔK pour une vitesse de propagation de 100 $\mu\text{inch}/\text{cycle}$ (ou 2,54 $\mu\text{m}/\text{cycle}$) a été mesuré. Les résultats comparatifs sont présentés au tableau 4. La tôle Y avait une épaisseur de 6 mm.

Tableau 4 :

Résultats de fatigue			
Tôle	da/dN (10) T-L (10^{-4} mm/cycles)	da/dN (30) T-L (10^{-4} mm/cycles)	ΔK à 100 μ inch/cycle [MPa $\sqrt{m}$]
N (invention)	1,4	29	27,5
Y (invention)	1,3	33	27
E (2024A)	1,4	30	27
G	1,1	38	25,9

[0066] La tôle selon l'invention se comporte au moins aussi bien en fatigue que les tôles selon l'art antérieur.

[0067] Une tôle Y d'épaisseur 3,2 mm avait da/dN (10) T-L de 1,7 10^{-4} mm/cycles, da/dN (30) T-L de 30 10^{-4} mm/cycles, et ΔK à 100 μ inch/cycle de 28,3 MPa $\sqrt{m}$.

[0068] A titre de comparaison, on a élaboré dans les mêmes conditions une tôle d'épaisseur de 6mm en alliage Zn 9,24 ; Mg 1,60 ; Cu 2,13 ; Zr 0,06 ; Si 0,03 ; Fe 0,04 à partir d'une plaque de laminage homogénéisée à 470°C pendant 48 heures, qui a été laminée à chaud, mises en solution (465°C pendant 60 minutes), trempées, et tractionnées (1,5% d'allongement permanent). On a obtenu à l'état T76 les caractéristiques mécaniques suivantes :

$R_{m(L)}$ 548 MPa, $R_{p0.2(L)}$ 524 MPa, $A_{(L)}$ 13,6%, $R_{m(TL)}$ 545 MPa, $R_{p0.2(TL)}$ 511 MPa, $A_{(TL)}$ 12,9%, $K_{app(L-T)}$ 128 MPa $\sqrt{m}$ avec $W = 760$ mm, $K_{C(L-T)}$ 154 MPa $\sqrt{m}$ avec $W = 760$ mm, $K_{app(T-L)}$ 80 MPa $\sqrt{m}$, $K_{C(T-L)}$ 84 MPa $\sqrt{m}$.

Exemple 2

[0069] On a élaboré un alliage M dont la composition chimique était conforme à l'invention. A titre de comparaison, une plaque en alliage 2324 selon l'art antérieur (référence I) a été élaborée selon un procédé de coulée classique. Les compositions chimiques des alliages M et I, mesurées sur un pion de spectrométrie prélevé dans le chenal de coulée, sont rassemblées dans le tableau :

Tableau 5:

Composition chimique							
Alliage	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Zr
M	0.05	0.06	2,05	-	1,64	7,08	0,08
I (AA2324)	<0,10	<0,12	3,8-4,4	0,3-0,9	1,2-1,8	<0,20	<0,05

[0070] Après scalpage, les plaques en alliage M ont été homogénéisées pendant 15 heures à 479°C, puis refroidies lentement jusqu'à 420 - 440°C et laminées jusqu'à une épaisseur de 25,4 mm. La température de sortie du laminage à chaud était de 354°C, ce qui est significativement plus bas que celle qui est habituellement pratiquée pour ce type de produit.

[0071] Les tôles ainsi obtenues ont ensuite été soumises à traitement de mise en solution à 479°C pendant 4 heures (temps total dont environ 1/3 passé à la montée en température), puis trempées, et tractionnées de sorte que la déformation permanente en résultant soit de 2%. Les tôles ont ensuite subi un traitement de revenu artificiel pendant 8 heures à 160°C.

[0072] On a mesuré la résistance à la rupture R_m (en MPa), la limite d'élasticité conventionnelle à 0,2% d'allongement $R_{p0.2}$ (en MPa) et l'allongement à la rupture A (en %) par un essai de traction selon EN 10002-1, pour la tôle selon l'invention, et pour la tôle selon l'art antérieur. Les résultats correspondants sont reportés dans le tableau 6 ci-dessous.

[0073] L'alliage 1 (AA2324) a subi une gamme classique jusqu'à obtenir une tôle en alliage AA 2324, d'épaisseur 25,4 mm à l'état T39, c'est-à-dire une étape d'homogénéisation, suivie d'un laminage à chaud, puis d'une mise en

solution et trempe, suivis d'un écrouissage à froid d'environ 9%, et d'une traction contrôlée permettant d'obtenir une déformation permanente comprise entre 1,5 et 3%.

Tableau 6 :

Caractéristiques mécaniques statiques				
Tôle	Epaisseur [mm]	Sens L		
		R _m [MPa]	R _{p0,2} [MPa]	A [%]
M	25,4	570	540	12,3
I	25,4	490	470	14

[0074] On constate que la résistance à la rupture et la limite d'élasticité de la tôle selon l'invention sont sensiblement plus élevées que celles de la tôle I utilisée généralement pour ces applications, et ce pour des allongements tout à fait comparables.

[0075] Les tôles M et I ont également fait l'objet d'une évaluation de la ténacité, mesurée par la détermination des facteurs d'intensité de contrainte critique K_C et K_{C0} ou K_{app}, selon la norme ASTM 561 ; cette détermination a été effectuée à la température ambiante dans la direction L-T, sur des éprouvettes M(T) avec B = 6,35mm (0.25 inches) et W=406,4mm (16 inches), ainsi que sur des éprouvettes C(T), avec B = 7,6mm (0,3 inches) et W=127mm (5 inches). On a également déterminé K_{app} sur une éprouvette C(T) avec B = 7,6 mm et W = 127 mm dans la direction L-T à une température de -54°C. Les résultats sont reportés dans le tableau 7 ci-dessous.

Tableau 7 :

mesures de K _C et K _{app}					
Tôle	K _C (L-T) éprouvette M(T) [MPa√m] température ambiante	K _{app} (L-T) éprouvette M(T) [MPa√m] température ambiante	K _{app} (L-T) éprouvette C(T) [MPa√m] température ambiante	K _{app} (L-T) éprouvette C(T) [MPa√m] à -54°C	K _{app} (L-T) éprouvette M(T) [MPa√m] à -54°C
M	199	140	118	124	126
I	177	121	96	99	-

[0076] On constate que l'alliage selon l'invention présente dans toutes les conditions une ténacité meilleure que l'alliage 1 classique. De plus, et de manière surprenante, l'alliage selon l'invention présente un K_{app}(L-T) à -54°C qui est du même ordre qu'à température ambiante.

[0077] Les tôles M et I ont également été testées en résistance à la fatigue suivant la direction L, suivant les deux protocoles suivants issus de la norme ASTM E 466 :

1) On utilise une éprouvette dite « à encoche », d'épaisseur 5 mm, de largeur 38,1 mm, et de longueur 254 mm, présentant deux encoches circulaires de rayon 43,2 mm, usinées symétriquement par rapport au centre de l'éprouvette à une distance de 12,7 mm du centre. Le test se fait suivant la norme ASTM E 466, en appliquant une contrainte cyclique telle que la contrainte maximum soit égale à 270 MPa, et la contrainte minimum soit égale à 27 MPa (R=0,1), et ce à une fréquence de 15 Hz.

2) On utilise une éprouvette dite « à double trous », d'épaisseur 2,54 mm, de largeur 25,4 mm et de longueur 209 mm, présentant deux trous circulaires de diamètre 4,8 mm, situés sur la ligne médiane de l'éprouvette, à égale distance du centre de l'éprouvette, dont les centres sont distants de 19 mm. Le test se fait suivant la norme ASTM E 466, en appliquant une contrainte cyclique telle que la contrainte maximum soit égale à 140 MPa, et la contrainte minimum soit égale à 14 MPa (R=0,1), et ce à une fréquence de 15Hz.

[0078] Ce test a été réalisé sur 5 éprouvettes pour chaque protocole, et la moyenne logarithmique des 5 tests a été calculée.

[0079] Les résultats de ces deux protocoles de tests sur les deux tôles M et I sont présentés dans le tableau 8 ci-dessous :

EP 1 544 315 A1

Tableau 8 :

Résultats de fatigue		
Tôle	Nombre de cycles (moyenne Log sur 5 tests) Eprouvette « à encoches »	Nombre de cycles (moyenne Log sur 5 tests) Eprouvette « à double trou »
M	299213	330737
I	181402	337730

[0080] La variabilité de ce test est généralement assez grande, mais l'on constate sur ce test que la tôle selon l'invention et la tôle habituellement utilisée se situent dans les mêmes ordres de grandeur en terme de durée de vie en fatigue.

[0081] On a également testé le comportement en fatigue selon la norme ASTM E 647, en mesurant la vitesse de propagation de fissures dans la tôle M par comparaison à la tôle I. Les éprouvettes utilisées étaient de type C(T), avec B égal à 9,52 mm (0,375 inches), et W égal à 101,6 mm (4 inches).

[0082] La courbe vitesse de propagation de fissure en fonction de ΔK a été tracée, et le ΔK à une vitesse de 2,54 $\mu\text{m}/\text{cycle}$ (10^{-4} inch/cycle) a été mesuré; les résultats comparatifs sont présentés au tableau 9 :

Tableau 9 :

Résultats de fatigue Valeurs de ΔK pour une vitesse de fissuration donnée	
Tôle	ΔK à 2,54 $\mu\text{m}/\text{cycle}$ (10^{-4} inch/cycle) [$\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$]
M	30,8
I	26,8

[0083] Enfin, le comportement en corrosion exfoliante des tôles de cet essai a été évalué selon la norme ASTM G34 ; ce test a été fait en surface, et à mi-épaisseur, dans les conditions adaptées aux alliages 7xxx pour la tôle M selon l'invention, et dans les conditions adaptées aux alliages 2xxx pour la tôle I. L'échantillon M selon l'invention a été classé EA, à la fois en surface et à mi-épaisseur, tandis que l'échantillon I selon l'art antérieur a été classé EA en surface, et EB à mi-épaisseur. La tôle selon l'invention est donc au moins aussi performante, sinon plus performante, en tenue à la corrosion exfoliante, que la tôle selon l'art antérieur.

[0084] On constate que la tôle M est meilleure pour chacun des paramètres physiques suivants : caractéristiques mécaniques statiques, K_{app} , résistance à la fatigue, vitesse de propagation de fissures.

Exemple 3

[0085] On a élaboré un alliage P similaire à l'alliage M de l'exemple 2. On a élaboré à partir de cet alliage, en suivant une gamme de fabrication similaire à celle de l'exemple 2, des tôles fortes laminées intégralement à chaud (température d'entrée : 420 - 440°C) d'une épaisseur de 75 mm.

[0086] Après mise en solution et trempe comme indiqué dans l'exemple 2, les tôles ont été soumises aux procédés de revenu à deux paliers suivants :

- Premier palier : montée en température de 30 °C / heure jusqu'à 120°C et un maintien pendant 6 heures à cette température de 120°C.
- Deuxième palier : montée en température de 15°C / heure jusqu'à 160°C et un maintien pendant 5 heures (procédé A), 10 heures (procédé B) ou 15 heures (procédé C) à cette température de 160°C.

Les valeurs de $K_{\text{app(L-T)}}$ ont été déterminées sur des éprouvettes de type C(T) avec W = 127 mm et B = 7,6 mm.

[0087] Le tableau 10 résume les caractéristiques mécaniques obtenues :

Tableau 10 :

Procédé	$R_{p0.2(L)}$ [MPa]	$R_m(L)$ [MPa]	$A_{(L)}$ [%]	$K_{IC(L-T)}$ [$\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$]	$K_{\text{app(L-T)}}$ [$\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$]
A	542	561	9,7	30,1	57,1
B	525	549	10,2	32,8	63,2

EP 1 544 315 A1

Tableau 10 : (suite)

Procédé	R _{p0.2} (L) [MPa]	R _m (L) [MPa]	A _(L) [%]	K _{IC(L-T)} [MPa√m]	K _{app(L-T)} [MPa√m]
C	507	537	11,3	34,6	72,5

Revendications

- Produit corroyé, notamment laminé, filé ou forgé, en alliage de type AlZnCuMg, **caractérisé en ce qu'il** comporte (% en poids) :

Zn 6,7-7,3 % Fe<0,15%	Cu 1,9-2,5 % Si < 0,15 %	Mg 1,0 - 2,0 %	Zr 0,07- 0,13 %
--------------------------	-----------------------------	----------------	-----------------

autres éléments ne dépassant pas 0,05 % chacun et 0,15 % au total, le reste aluminium, dans lequel Mg / Cu < 1, ledit produit étant traité par mise en solution, trempe, écrouissage à froid, et revenu.

- Produit selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** $Zr \leq 0,12\%$.
- Produit selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** Zr 0,07 - 0,09 %.
- Produit selon une quelconque des revendications 1 à 3, **caractérisé en ce que** Cu 2,0 - 2,3 %.
- Produit selon une quelconque des revendications 1 à 4, **caractérisé en ce que** Mg 1,5-1,8 %.
- Produit selon une quelconque des revendications 1 à 5, **caractérisé en ce que** Mg / Cu $\leq 0,80$.
- Produit selon une quelconque des revendications 1 à 6, **caractérisé en ce que** l'alliage contient entre 50 et 500 ppm de titane, et préférentiellement entre 150 et 300 ppm de titane.
- Produit selon une quelconque des revendications 1 à 7, **caractérisé en ce qu'il** a été élaboré à partir d'un métal affiné avec un affinant qui contient du Ti et du C.
- Produit selon une quelconque des revendications 1 à 8 d'une épaisseur inférieure à 20 mm, **caractérisé en ce que**
 - K_{app(T-L)} (mesurée à la température ambiante sur éprouvette C(T) avec W = 127 mm et B = 5,5 mm) > 100 MPa√m, et préférentiellement > 103 MPa√m), et
 - R_{p0.2(L)} > 500 MPa, préférentiellement > 520 MPa et encore plus préférentiellement > 530 MPa.
- Produit selon une quelconque des revendications 1 à 9, **caractérisé en ce que** R_{m(L)} > 500 MPa, et préférentiellement > 530 MPa.
- Produit selon une quelconque des revendications 1 à 8 ou 10, **caractérisé en ce que** R_{p0.2(L)} > 460 MPa, préférentiellement > 480 MPa, et encore plus préférentiellement > 500 MPa.
- Tôle avec une épaisseur inférieure à 20 mm selon une quelconque des revendications 2 à 8, présentant au moins deux des couples de propriétés sélectionnés parmi :
 - R_{m(L)} > 520 MPa et R_{p0.2(TL)} > 515 MPa ;
 - R_{p0.2(L)} > 500 MPa et R_{p0.2(TL)} > 480 MPa ;
 - R_{p0.2(L)} > 500 MPa et K_{app(T-L)} > 100 MPa√m (mesurée à la température ambiante sur éprouvette C(T) avec W=127 mm et B = 5,5 mm).
- Tôle selon la revendication 12, **caractérisée en ce que** da/dn au sens T-L est inférieur à 28 x 10⁻⁴ mm/cycles, déterminé à $\Delta K = 30 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.
- Tôle d'une épaisseur comprise entre 1 et 10 mm selon une quelconque des revendications 1 à 13, **caractérisée**

en ce que $K_{C(T-L)}$, mesuré sur une éprouvette avec $W=760$ mm, est supérieur à $130 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, et / ou en ce que $K_{C(L-T)}$, mesuré sur une éprouvette avec $W=760$ mm, est supérieur à $160 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.

15. Tôle d'une épaisseur supérieure à 3 mm selon une quelconque des revendications 2 à 14, **caractérisée en ce qu'elle a été laminée uniquement à chaud.**

16. Tôle avec une épaisseur supérieure à 10 mm selon une quelconque des revendications 2 à 13 ou 15, **caractérisée en ce qu'elle a été soumise à une mise en solution d'au moins 4 heures à une température comprise entre 470 et 480°C, et préférentiellement comprise entre 475 et 480°C.**

17. Tôle avec une épaisseur inférieure à 10 mm selon une quelconque des revendications 2 à 15, **caractérisée en ce qu'elle a été soumise à une mise en solution d'au moins 1 heure à une température comprise entre 470 et 475°C.**

18. Tôle avec une épaisseur supérieure à 20 mm selon une quelconque des revendications 2 à 11 ou 16 à 17, présentant au moins deux caractéristiques sélectionnées parmi

(a) $R_m(L) > 540 \text{ MPa}$;

(b) $R_{p0,2}(L) > 535 \text{ MPa}$;

(c) $K_{app(L-T)} > 100 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (mesurée à la température ambiante sur éprouvette C(T) avec $W=127$ mm et $B = 7,6$ mm) ;

(d) ΔK à une vitesse de propagation de fissure de $2,54 \mu\text{m} / \text{cycle} > 28 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$;

(e) $K_{IC(L-T)} > 28 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.

19. Tôle avec une épaisseur supérieure à 20 mm selon une quelconque des revendications 2 à 11 ou 16 à 18, présentant au moins deux caractéristiques sélectionnées parmi

(a) une limite d'élasticité $R_{p0,2}(L)$ d'au moins 520 MPa ;

(b) un $K_{app(L-T)}$ (mesuré à la température ambiante selon ASTM E 561 sur une éprouvette de type C(T) avec $W = 406$ mm et une épaisseur $B = 6,35$ mm) d'au moins $130 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$;

(c) un $K_{IC(L-T)}$ (mesuré à la température ambiante sur une éprouvette de type C(T) avec $W = 406$ mm et une épaisseur $B = 6,35$ mm) d'au moins $185 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.

20. Tôle selon une quelconque des revendications 1 à 19, **caractérisée en ce qu'elle est plaquée d'au moins une face.**

21. Produit selon une quelconque des revendications 1 à 20, **caractérisé en ce qu'il a été élaboré à partir d'un métal liquide auquel on a ajouté un affinant contenant du titane et du carbone, de manière à ce la quantité de carbone ajoutée se situe entre 0,4 et 3 g/t de carbone, préférentiellement entre 0,6 et 2 g/t, et de manière à ce que la teneur totale en Ti dans le produit final se situe entre 50 et 500 ppm (en poids), préférentiellement entre 150 et 300 ppm.**

22. Élément de structure pour construction aéronautique fabriqué à partir d'au moins un produit selon une quelconque des revendications 1 à 22.

23. Structure intégrale pour construction aéronautique incorporant un ou plusieurs produits selon une quelconque des revendications 1 à 22.

24. Utilisation d'un produit laminé selon une quelconque des revendications 2 à 16 ou 16 ou 18 ou 22 d'une épaisseur inférieure à 10 mm comme revêtement de fuselage.

25. Utilisation d'un produit, notamment laminé, selon une quelconque des revendications 1 à 12 ou 16, 17, ou 19 à 22 d'une épaisseur supérieure à 40 mm pour la fabrication par usinage d'éléments de structure d'avions.

26. Utilisation d'un produit, notamment laminé, selon une quelconque des revendications 1 à 12 ou 16, 17, ou 19 à 22 d'une épaisseur supérieure à 60 mm pour la fabrication de raidisseurs ou cadres d'avions.



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande

EP 04 35 6196

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int.Cl.7)
D,X	WO 02/052053 A (ALCOA INC; CHAKRABARTI, DHRUBA, J; LIU, JOHN; GOODMAN, JAY, H; VENEMA,) 4 juillet 2002 (2002-07-04) * page 25, alinéa 54 - page 28, alinéa 60; exemple 5; tableau 2 * * alinéa [0078] * * page 41, alinéa 83 - page 46, alinéa 86; exemple B; tableaux 4,5 * * revendications * * figures *	1-8, 10-13, 15,16, 18-26	C22C21/10
X	US 4 863 528 A (BROWN ET AL) 5 septembre 1989 (1989-09-05) * colonne 7, ligne 38 - colonne 14, ligne 15; exemple 1; tableau IV * * revendications *	1,2,6-26	
X	EP 0 589 807 A (SOCIETE METALLURGIQUE DE GERZAT) 30 mars 1994 (1994-03-30) * Exemples 1-2; alliage 2; page 2, ligne 42 - page 4, ligne 33 * * revendications *	1,2,4, 6-8,10, 11,21	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.7)
X	EP 0 587 274 A (REYNOLDS METALS COMPANY) 16 mars 1994 (1994-03-16) * page 5, ligne 48 - page 10, ligne 6; exemples 19030-D; tableau I * * revendications * * figures *	1-4,6-26	C22C
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche Munich		Date d'achèvement de la recherche 18 février 2005	Examineur Patton, G
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	

2

EPO FORM 1503 03.82 (P04C02)

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET EUROPEEN NO.**

EP 04 35 6196

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche européenne visé ci-dessus.
Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

18-02-2005

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
WO 02052053	A	04-07-2002	US 2002150498 A1	17-10-2002
			BR 0116422 A	30-12-2003
			CA 2432089 A1	04-07-2002
			CN 1489637 T	14-04-2004
			EP 1346073 A1	24-09-2003
			JP 2004517210 T	10-06-2004
			WO 02052053 A1	04-07-2002
			US 2002121319 A1	05-09-2002

US 4863528	A	05-09-1989	US 5221377 A	22-06-1993
			US 4832758 A	23-05-1989
			AU 7109874 A	15-01-1976
			CA 1045528 A1	02-01-1979
			DE 2446933 A1	30-04-1975
			FR 2249176 A1	23-05-1975
			GB 1480351 A	20-07-1977
			IL 45569 A	31-05-1977
			IT 1029591 B	20-03-1979
			JP 1075770 C	25-12-1981
			JP 50074510 A	19-06-1975
			JP 56015463 B	10-04-1981
			SE 414193 B	14-07-1980
			SE 7410780 A	28-04-1975
			SU 822761 A3	15-04-1981
			US 4477292 A	16-10-1984

EP 0589807	A	30-03-1994	FR 2695942 A1	25-03-1994
			AT 167237 T	15-06-1998
			AU 670114 B2	04-07-1996
			AU 4751193 A	31-03-1994
			BR 9303846 A	29-03-1994
			CA 2106320 A1	23-03-1994
			DE 69319051 D1	16-07-1998
			DE 69319051 T2	10-12-1998
			DK 589807 T3	22-03-1999
			EP 0589807 A1	30-03-1994
			ES 2118209 T3	16-09-1998
			JP 6256882 A	13-09-1994

EP 0587274	A	16-03-1994	US 5312498 A	17-05-1994
			EP 0587274 A1	16-03-1994

EPO FORM P0460

Pour tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No.12/82