



(11)

EP 2 449 142 B1

(12)

FASCICULE DE BREVET EUROPEEN

(45) Date de publication et mention
de la délivrance du brevet:
03.05.2017 Bulletin 2017/18

(51) Int Cl.:
C22C 21/00 (2006.01) **C22F 1/04** (2006.01)
C22F 1/057 (2006.01) **C22C 21/16** (2006.01)

(21) Numéro de dépôt: **10734173.7**

(86) Numéro de dépôt international:
PCT/FR2010/000455

(22) Date de dépôt: **22.06.2010**

(87) Numéro de publication internationale:
WO 2010/149873 (29.12.2010 Gazette 2010/52)

(54) **ALLIAGE ALUMINIUM CUIVRE LITHIUM A RESISTANCE MECANIQUE ET TENACITE AMELIOREES**

ALUMINIUM-KUPFER-LITHIUM-LEGIERUNG MIT VERBESSERTEN MECHANISCHE
BESTÄNDIGKEIT UND ZÄHIGKEIT

ALUMINIUM-COPPER-LITHIUM ALLOY WITH IMPROVED MECHANICAL RESISTANCE AND
TOUGHNESS

(84) Etats contractants désignés:
**AL AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB
GR HR HU IE IS IT LI LT LU LV MC MK MT NL NO
PL PT RO SE SI SK SM TR**

(30) Priorité: **25.06.2009 FR 0903096**
25.06.2009 US 220249 P

(43) Date de publication de la demande:
09.05.2012 Bulletin 2012/19

(73) Titulaire: **Constellium Isoire**
63500 Isoire (FR)

(72) Inventeurs:
• **DANIELOU, Armelle**
F-73360 Les Echelles (FR)
• **GASQUERES, Cédric**
F-63500 ISSOIRE (FR)
• **SIGLI, Christophe**
F-38000 Grenoble (FR)
• **WARNER, Timothy**
F-38340 Voreppe (FR)

(74) Mandataire: **Constellium - Propriété Industrielle**
C-TEC Constellium Technology Center
Propriété Industrielle
Parc Economique Centr'Alp
725, rue Aristide Bergès
CS10027
38341 Voreppe (FR)

(56) Documents cités:
EP-A1- 2 110 453 WO-A1-95/04837
WO-A1-2004/106570 WO-A1-2006/131627
WO-A1-2009/036953 WO-A2-95/32074
US-A- 4 999 061 US-A1- 2004 071 586
US-A1- 2005 006 008

• **ALCAN AEROSPACE: "2098 - O/T82P Al-Li**
Fuselage sheets" juin 2007 (2007-06),
XP002564468 Extrait de l'Internet:
URL: [http://www.pechiney-aerospace.com/aerospace/aerospace.nsf/0/A4BB16E6036F075EC12570190051B6E0/\\$FILE/Alcan_2098_Al-Li_sheets .pdf?OpenElement](http://www.pechiney-aerospace.com/aerospace/aerospace.nsf/0/A4BB16E6036F075EC12570190051B6E0/$FILE/Alcan_2098_Al-Li_sheets.pdf?OpenElement) [extrait le 2010-01-21]
• **"International alloy designations and chemical composition limits for wrought aluminium and wrought aluminium alloys" REGISTRATION RECORD SERIES, ALUMINUM ASSOCIATION, WASHINGTON, DC, US, 1 janvier 2004 (2004-01-01), pages 1-26, XP002903949**

Il est rappelé que: Dans un délai de neuf mois à compter de la publication de la mention de la délivrance du brevet européen au Bulletin européen des brevets, toute personne peut faire opposition à ce brevet auprès de l'Office européen des brevets, conformément au règlement d'exécution. L'opposition n'est réputée formée qu'après le paiement de la taxe d'opposition. (Art. 99(1) Convention sur le brevet européen).

EP 2 449 142 B1

Description**Domaine de l'invention**

- 5 **[0001]** L'invention concerne les produits en alliages aluminium-cuivre-lithium, plus particulièrement, de tels produits, leurs procédés de fabrication et d'utilisation, destinés en particulier à la construction aéronautique et aérospatiale.

Etat de la technique

- 10 **[0002]** Des produits, notamment des produits épais laminés, forgés ou filés en alliage d'aluminium sont développés pour produire par découpage, surfaçage ou usinage dans la masse des pièces de haute résistance destinées notamment à l'industrie aéronautique, à l'industrie aérospatiale ou à la construction mécanique.
- Les alliages d'aluminium contenant du lithium sont très intéressants à cet égard, car le lithium peut réduire la densité de l'aluminium de 3 % et augmenter le module d'élasticité de 6 % pour chaque pourcent en poids de lithium ajouté. Pour
- 15 que ces alliages soient sélectionnés dans les avions, leur performance par rapport aux autres propriétés d'usage doit atteindre celle des alliages couramment utilisés, en particulier en terme de compromis entre les propriétés de résistance mécanique statique (limite d'élasticité, résistance à la rupture) et les propriétés de tolérance aux dommages (ténacité, résistance à la propagation des fissures en fatigue), ces propriétés étant en général antinomiques. Pour les produits épais, ces propriétés doivent en particulier être obtenues à quart et à mi-épaisseur et les produits doivent donc avoir
- 20 une faible sensibilité à la trempe. On dit qu'un produit est sensible à la trempe si ses caractéristiques mécaniques statiques, telles que sa limite élastique, décroissent lorsque la vitesse de trempe décroît. La vitesse de trempe est la vitesse de refroidissement moyenne du produit au cours de la trempe.
- Ces propriétés mécaniques doivent de plus être de préférence stables dans le temps et ne pas être significativement modifiées par un vieillissement à température d'utilisation. Ainsi, l'utilisation prolongée des produits dans le cadre des
- 25 applications d'aviation civile nécessite une bonne stabilité des propriétés mécaniques, celle-ci étant par exemple simulée par un vieillissement de 1000 heures à 85 °C.
- [0003]** Ces alliages doivent également présenter une résistance à la corrosion suffisante, pouvoir être mis en forme selon les procédés habituels et présenter de faibles contraintes résiduelles de façon à pouvoir être usinés de façon intégrale.
- 30 **[0004]** Le brevet US 5,032,359 décrit une vaste famille d'alliages aluminium-cuivre-lithium dans lesquels l'addition de magnésium et d'argent, en particulier entre 0,3 et 0,5 pourcent en poids, permet d'augmenter la résistance mécanique.
- [0005]** Le brevet US 5,234,662 décrit des alliages de composition (en % en poids), Cu : 2,60 - 3,30, Mn : 0,0 - 0,50, Li : 1,30 - 1,65, Mg : 0,0 - 1,8, éléments maîtrisant la structure granulaire choisis parmi Zr et Cr : 0,0 - 1,5.
- 35 **[0006]** Le brevet US 5,455,003 décrit un procédé de fabrication d'alliages Al-Cu-Li qui présentent une résistance mécanique et une ténacité améliorés à température cryogénique, en particulier grâce à un écrouissage et un revenu appropriés. Ce brevet recommande en particulier la composition, en pourcentage en poids, Cu = 3,0 - 4,5, Li = 0,7 - 1,1, Ag = 0 - 0,6, Mg = 0,3-0,6 et Zn = 0 - 0,75. Le problème du vieillissement des produits pour des applications aéronautiques civiles n'y est pas mentionné car les produits visés sont essentiellement des réservoirs cryogéniques pour lanceurs de fusée ou navette spatiale.
- 40 **[0007]** Le brevet US 7,438,772 décrit des alliages comprenant, en pourcentage en poids, Cu : 3-5, Mg : 0,5-2, Li : 0,01-0,9 et décourage l'utilisation de teneur en lithium plus élevées en raison d'une dégradation du compromis entre ténacité et résistance mécanique.
- [0008]** Le brevet US 7,229,509 décrit un alliage comprenant (% en poids) : (2,5-5,5)Cu, (0,1-2,5) Li, (0,2-1,0) Mg, (0,2-0,8) Ag, (0,2-0,8) Mn, 0,4 max Zr ou d'autres agents affinant le grain tels que Cr, Ti, Hf, Sc, V, présentant notamment
- 45 une ténacité $K_{IC}(L) > 37,4 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ pour une limite élastique $R_{p0,2}(L) > 448,2 \text{ MPa}$ (produits d'épaisseur supérieure à 76,2 mm) et notamment une ténacité $K_{IC}(L) > 38,5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ pour une limite élastique $R_{p0,2}(L) > 489,5 \text{ MPa}$ (produits d'épaisseur inférieure à 76,2 mm).
- [0009]** La demande de brevet US 2009/142222 A1 décrit des alliages comprenant (en % en poids), 3,4 à 4,2% de Cu, 0,9 à 1,4 % de Li, 0,3 à 0,7 % de Ag, 0,1 à 0,6% de Mg, 0,2 à 0,8 % de Zn, 0,1 à 0,6 % de Mn et 0,01 à 0,6 % d'au
- 50 moins un élément pour le contrôle de la structure granulaire.
- [0010]** On connaît également l'alliage AA2050 qui comprend (% en poids) : (3,2-3,9) Cu, (0,7-1,3) Li, (0,20-0,6) Mg, (0,20-0,7) Ag, 0,25max. Zn, (0,20-0,50) Mn, (0,06-0,14) Zr et l'alliage AA2095 (3,7-4,3)Cu, (0,7-1,5) Li, (0,25-0,8) Mg, (0,25-0,6) Ag, 0,25max. Zn, 0,25 max. Mn, (0,04-0,18) Zr. Les produits en alliage AA2050 sont connus pour leur qualité en termes de résistance mécanique statique et de ténacité.
- 55 **[0011]** Il existe un besoin pour des produits, notamment des produits épais, en alliage aluminium-cuivre-lithium présentant des propriétés améliorées par rapport à celles des produits connus, en particulier en termes de compromis entre les propriétés de résistance mécanique statique et les propriétés de tolérance aux dommages, de stabilité thermique, de résistance à la corrosion et d'aptitude à l'usinage, tout en ayant une faible densité.

Objet de l'invention

[0012] Un premier objet de l'invention est un produit corroyé tel qu'un produit filé, laminé et/ou forgé, en alliage à base d'aluminium comprenant, en % en poids,

5 Cu : 3,2 - 3,7 ;
 Li : 0,8 - 1,3 ;
 Mg : 0,6 - 1,0 ;
 Zr : 0,05 - 0,18 ;
 10 Ag : 0,0 - 0,5 ;
 Mn : 0,0 - 0,5 ;
 Fe + Si $\leq$ 0,20 ;
 Zn $\leq$ 0,15 ;

15 au moins un élément parmi

Ti : 0,01 - 0,15 ;
 Sc : 0,05 - 0,3 ;
 Cr : 0,05 - 0,3 ;
 20 Hf : 0,05 - 0,5 ;

autres éléments $\leq$ 0,05 chacun et $\leq$ 0,15 au total, reste aluminium.

[0013] Un deuxième objet de l'invention est un procédé de fabrication d'un produit filé, laminé et/ou forgé à base d'alliage d'aluminium dans lequel

- 25 a) on élabore un bain de métal liquide à base d'aluminium comprenant 3,2 à 3,7 % en poids de Cu, 0,8 à 1,3 % en poids de Li, 0,6 à 1,0 % en poids de Mg, 0,05 à 0,18 % en poids de Zr, 0,0 à 0,5 % en poids d'Ag, 0,0 à 0,5 % en poids de Mn, au plus 0,20 % en poids de Fe + Si, au plus 0,15 % en poids de Zn, au moins un élément choisi parmi Cr, Sc, Hf et Ti, la quantité dudit élément, s'il est choisi, étant de 0,05 à 0,3 % en poids pour Cr et pour Sc, 0,05 à 0,5 % en poids pour Hf et de 0,01 à 0,15 % en poids pour Ti, les autres éléments au plus 0,05 % en poids chacun et 0,15 % en poids au total, le reste aluminium ;
- 30 b) on coule une forme brute à partir dudit bain de métal liquide ;
- c) on homogénéise ladite forme brute à une température comprise entre 450°C et 550° et de préférence entre 480 °C et 530°C pendant une durée comprise entre 5 et 60 heures ;
- 35 d) on déforme à chaud et optionnellement à froid ladite forme brute en un produit filé, laminé et/ou forgé ;
- e) on met en solution entre 490 et 530 °C pendant 15 min à 8 h et on trempe ledit produit ;
- f) on tractionne de façon contrôlée ledit produit avec une déformation permanente de 1 à 6 % et préférentiellement d'au moins 2 % ;
- 40 g) on réalise un revenu dudit produit comprenant un chauffage à une température comprise entre 130 et 170 °C pendant 5 à 100 heures et de préférence de 10 à 40h de façon à atteindre une limite d'élasticité proche du pic.

[0014] Encore un autre objet de l'invention est un élément de structure comprenant un produit selon l'invention.

[0015] Encore un autre objet de l'invention est l'utilisation d'un élément de structure selon l'invention pour la construction aéronautique.

Description des figures**[0016]**

- 50 Figure 1 : Exemple de courbe de revenu et de détermination de la pente de la tangente P_N .
 Figure 2 : Résultats de limite d'élasticité et de ténacité obtenus pour les échantillons de l'exemple 1.
 Figure 3 : Résultats de limite d'élasticité et de ténacité obtenus pour les échantillons des exemples 1 et 2, la limite d'élasticité étant proche du pic.
 Figure 4 : Résultats de limite d'élasticité et de ténacité obtenus pour les échantillons de l'exemple 3, la limite d'élasticité étant proche du pic.

Description de l'invention

[0017] Sauf mention contraire, toutes les indications concernant la composition chimique des alliages sont exprimées comme un pourcentage en poids basé sur le poids total de l'alliage. L'expression 1,4 Cu signifie que la teneur en cuivre exprimée en % en poids est multipliée par 1,4. La désignation des alliages se fait en conformité avec les règlements de The Aluminium Association, connus de l'homme du métier. La densité dépend de la composition et est déterminée par calcul plutôt que par une méthode de mesure de poids. Les valeurs sont calculées en conformité avec la procédure de The Aluminium Association, qui est décrite pages 2-12 et 2-13 de « Aluminum Standards and Data ». Les définitions des états métallurgiques sont indiquées dans la norme européenne EN 515.

Sauf mention contraire, les caractéristiques mécaniques statiques, en d'autres termes la résistance à la rupture R_m , la limite d'élasticité conventionnelle à 0,2% d'allongement $R_{p0,2}$ (« limite d'élasticité ») et l'allongement à la rupture A%, sont déterminés par un essai de traction selon la norme EN 10002-1, le prélèvement et le sens de l'essai étant définis par la norme EN 485-1.

Le facteur d'intensité de contrainte (K_Q) est déterminé selon la norme ASTM E 399. La norme ASTM E 399 donne les critères qui permettent de déterminer si K_Q est une valeur valide de K_{1C} . Pour une géométrie d'éprouvette donnée, les valeurs de K_Q obtenues pour différents matériaux sont comparables entre elles pour autant que les limites d'élasticité des matériaux soient du même ordre de grandeur.

Sauf mention contraire, les définitions de la norme EN 12258 s'appliquent. L'épaisseur des profilés est définie selon la norme EN 2066 :2001 : la section transversale est divisée en rectangles élémentaires de dimensions A et B ; A étant toujours la plus grande dimension du rectangle élémentaire et B pouvant être considéré comme l'épaisseur du rectangle élémentaire. La semelle est le rectangle élémentaire présentant la plus grande dimension A.

[0018] Le test MASTMAASIS (Modified ASTM Acetic Acid Salt Intermittent Spray) est effectué selon la norme ASTM G85.

[0019] On appelle ici « élément de structure » ou « élément structural » d'une construction mécanique une pièce mécanique pour laquelle les propriétés mécaniques statiques et/ou dynamiques sont particulièrement importantes pour la performance de la structure, et pour laquelle un calcul de structure est habituellement prescrit ou réalisé. Il s'agit typiquement d'éléments 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.

[0020] Selon la présente invention, il a été découvert qu'une classe sélectionnée d'alliages d'aluminium qui contiennent des quantités spécifiques et critiques de lithium, de cuivre et de magnésium et de zirconium permet de préparer des produits corroyés présentant un compromis amélioré entre ténacité et résistance mécanique, et une bonne résistance à la corrosion. De plus ces produits, lorsqu'ils subissent un revenu choisi de façon à atteindre une limite d'élasticité $R_{p0,2}$ proche de la limite d'élasticité $R_{p0,2}$ au pic, présentent une excellente stabilité thermique.

Les présents inventeurs ont constaté que de manière surprenante, il est possible d'améliorer le compromis entre les propriétés de résistance mécanique statique et les propriétés de tolérance aux dommages notamment de produits épais en alliages aluminium-cuivre-lithium, tels que notamment l'alliage AA2050, en augmentant la teneur en magnésium. En particulier, pour les produits épais ayant subi un revenu proche du pic, le choix des teneurs en cuivre, magnésium et lithium permet d'atteindre un compromis de propriétés favorable et d'obtenir une stabilité thermique du produit satisfaisante.

[0021] La teneur en cuivre des produits selon l'invention est comprise entre 3,2 et 3,7 % en poids. Lorsque la teneur en cuivre est trop élevée, la ténacité n'est pas suffisante notamment pour des revenus proches du pic et, par ailleurs, la densité de l'alliage n'est pas avantageuse. Lorsque la teneur en cuivre est trop faible, les caractéristiques mécaniques statiques minimales ne sont pas atteintes.

La teneur en lithium des produits selon l'invention est comprise entre 0,8 et 1,3 % en poids. Avantagusement, la teneur en lithium est comprise entre 0,9 % et 1,2 % en poids. De manière préférée, la teneur en lithium est au moins de 0,93 % en poids ou même au moins 0,94 % en poids. Lorsque la teneur en lithium est trop faible, la diminution de densité liée à l'ajout de lithium n'est pas suffisante.

La teneur en magnésium des produits selon l'invention est comprise entre 0,6 et 1,0 % en poids et de manière préférée entre 0,65 ou 0,67 et 1,0 % en poids. Dans un mode de réalisation avantageux de l'invention la teneur en magnésium est au plus de 0,9 % en poids et de manière préférée au plus de 0,8 % en poids. Pour certaines applications, il est avantageux que la teneur en magnésium soit au moins de 0,7 % en poids.

La teneur en zirconium est comprise entre 0,05 et 0,18 % en poids et de préférence entre 0,08 et 0,14% en poids de façon à obtenir de préférence une structure des grains fibrée ou faiblement recristallisée.

La teneur en manganèse est comprise entre 0,0 et 0,5 % en poids. En particulier pour la fabrication de tôles épaisses, une teneur en manganèse comprise entre 0,2 et 0,4 % en poids permet d'améliorer la ténacité sans compromettre la résistance mécanique.

La teneur en argent est comprise entre 0,0 et 0,5 % en poids. Les présents inventeurs ont constaté que, bien que la présence d'argent soit avantageuse, en présence d'une quantité de magnésium selon l'invention une quantité importante d'argent n'est pas nécessaire pour obtenir l'amélioration souhaitée dans le compromis entre la résistance mécanique et la tolérance aux dommages. La limitation de la quantité d'argent est économiquement très favorable. Dans une réalisation avantageuse de l'invention, la teneur en argent est comprise entre 0,15 et 0,35 % en poids. Dans un mode de réalisation de l'invention, qui présente l'avantage de minimiser la densité, la teneur en argent est au plus de 0,25 % en poids.

La somme de la teneur en fer et de la teneur en silicium est au plus de 0,20 % en poids. De préférence, les teneurs en fer et en silicium sont chacune au plus de 0,08 % en poids. Dans une réalisation avantageuse de l'invention les teneurs en fer et en silicium sont au plus de 0,06 % et 0,04 % en poids, respectivement. Une teneur en fer et en silicium contrôlée et limitée contribue à l'amélioration du compromis entre résistance mécanique et tolérance aux dommages.

L'alliage contient également au moins un élément pouvant contribuer au contrôle de la taille de grain choisi parmi Cr, Sc, Hf et Ti, la quantité de l'élément, s'il est choisi, étant de 0,05 à 0,3 % en poids pour Cr et pour Sc, 0,05 à 0,5 % en poids pour Hf et de 0,01 à 0,15 % en poids pour Ti. De manière préférée on choisit entre 0,02 et 0,10 % en poids de titane. Le zinc est une impureté indésirable. La teneur en zinc est $Zn \leq 0,15$ % en poids et de préférence $Zn \leq 0,05$ % en poids. La teneur en zinc est avantageusement inférieure à 0,04 % en poids.

[0022] La densité des produits selon l'invention est inférieure à 2,72 g/cm³. De manière à réduire la densité des produits, on peut avantageusement sélectionner la composition pour obtenir une densité inférieure à 2,71 g/cm³ et de préférence inférieure à 2,70 g/cm³.

L'alliage selon l'invention est particulièrement destiné à la fabrication de produits épais, filés, laminés et/ou forgés. Par produits épais, on entend dans le cadre de la présente invention, des produits dont l'épaisseur est au moins de 30 mm et de préférence au moins de 50 mm. En effet l'alliage selon l'invention présente une faible sensibilité à la trempe ce qui est particulièrement avantageux pour les produits épais.

Les produits laminés selon l'invention ont de préférence une épaisseur comprise entre 30 et 200 mm et de manière préférée entre 50 et 170 mm.

Les produits épais selon l'invention présentent un compromis entre résistance mécanique et ténacité particulièrement avantageux.

Un produit selon l'invention, dans un état laminé, mis en solution, trempé et revenu de façon à atteindre une limite d'élasticité proche du pic, présentant à mi-épaisseur au moins un des couples de caractéristiques suivants pour des épaisseurs comprises entre 30 et 100 mm:

- (i) pour des épaisseurs de 30 à 60 mm, à mi-épaisseur, une limite d'élasticité $R_{p0,2}(L) \geq 525$ MPa et de préférence $R_{p0,2}(L) \geq 545$ MPa et une ténacité $K_{1C}(L-T) \geq 38$ MPa $\sqrt{m}$ et de préférence $K_{1C}(L-T) \geq 43$ MPa $\sqrt{m}$,
- (ii) pour des épaisseurs de 60 à 100 mm, à mi-épaisseur, une limite d'élasticité $R_{p0,2}(L) \geq 515$ MPa et de préférence $R_{p0,2}(L) \geq 535$ MPa et une ténacité $K_{1C}(L-T) \geq 35$ MPa $\sqrt{m}$ et de préférence $K_{1C}(L-T) \geq 40$ MPa $\sqrt{m}$,
- (iii) pour des épaisseurs de 100 à 130 mm, à mi-épaisseur, une limite d'élasticité $R_{p0,2}(L) \geq 505$ MPa et de préférence $R_{p0,2}(L) \geq 525$ MPa et une ténacité $K_{1C}(L-T) \geq 32$ MPa $\sqrt{m}$ et de préférence $K_{1C}(L-T) \geq 37$ MPa $\sqrt{m}$,
- (iv) pour des épaisseurs de 30 à 100 mm, à mi-épaisseur, une limite d'élasticité $R_{p0,2}(L)$ exprimée en MPa et une ténacité $K_{1C}(L-T)$ exprimée en MPa $\sqrt{m}$ telles que $K_{1C}(L-T) \geq -0.217 R_{p0,2}(L) + 157$ et de préférence $K_{1C}(L-T) \geq -0.217 R_{p0,2}(L) + 163$ et supérieure à 35 MPa $\sqrt{m}$.
- (v) après vieillissement de 1000 heures à 85 °C, une limite d'élasticité $R_{p0,2}(L)$ et un allongement à rupture $A\%(L)$ présentant une différence avec la limite d'élasticité $R_{p0,2}(L)$ et l'allongement à rupture $A\%(L)$ avant vieillissement inférieure à 10% et de préférence inférieure à 5%..

[0023] Dans un autre mode de réalisation de l'invention, on préfère cependant des produits plus minces, dont l'épaisseur est comprise entre 10 et 30 mm, typiquement d'environ 20 mm, car le compromis obtenu dans ces conditions entre résistance mécanique et ténacité est particulièrement avantageux.

[0024] Un produit selon l'invention, dans un état laminé, mis en solution, trempé et revenu de façon à atteindre une limite d'élasticité proche du pic, présentant à mi-épaisseur au moins un des couples de caractéristiques suivants pour des épaisseurs comprises entre 10 et 30 mm:

- (i) une limite d'élasticité $R_{p0,2}(L) \geq 525$ MPa et de préférence $R_{p0,2}(L) \geq 545$ MPa et une ténacité $K_{1C}(L-T) \geq 40$ MPa $\sqrt{m}$ et de préférence $K_{1C}(L-T) \geq 45$ MPa $\sqrt{m}$,
- (ii) une limite d'élasticité $R_{p0,2}(L)$ exprimée en MPa et une ténacité $K_Q(L-T)$ exprimée en MPa $\sqrt{m}$ telles que $K_{1C}(L-T) \geq -0,4 R_{p0,2}(L) + 265$ et de préférence $K_{1C}(L-T) \geq -0,4 R_{p0,2}(L) + 270$ et supérieure à 45 MPa $\sqrt{m}$,

(iii) après vieillissement de 1000 heures à 85 °C, une limite d'élasticité $R_{p0,2}(L)$ et un allongement à rupture $A\%(L)$ présentant une différence avec la limite d'élasticité $R_{p0,2}(L)$ et l'allongement à rupture $A\%(L)$ avant vieillissement inférieure à 10% et de préférence inférieure à 5%.

[0025] Les produits selon l'invention présentent également des propriétés avantageuses en termes de comportement en fatigue tant du point de vue de l'initiation des fissures (S/N) que de la vitesse de propagation (da/dN).

[0026] La résistance à la corrosion des produits de l'invention est généralement élevée ; ainsi, le résultat au test MASTMAASIS (normes ASTM G85 & G34) est au moins EA et de préférence P pour les produits selon l'invention.

[0027] Le procédé de fabrication des produits selon l'invention comprend des étapes d'élaboration, coulée, corroyage, mise en solution, trempe et revenu.

Dans une première étape, on élabore un bain de métal liquide de façon à obtenir un alliage d'aluminium de composition selon l'invention.

Le bain de métal liquide est ensuite coulé sous une forme brute, telle qu'une billette, une plaque de laminage ou une ébauche de forge.

La forme brute est ensuite homogénéisée à une température comprise entre 450°C et 550° et de préférence entre 480 °C et 530°C pendant une durée comprise entre 5 et 60 heures.

[0028] Après homogénéisation, la forme brute est en général refroidie jusqu'à température ambiante avant d'être préchauffée en vue d'être déformée à chaud. Le préchauffage a pour objectif d'atteindre une température de préférence comprise entre 400 et 500 °C et de manière préférée de l'ordre de 450 °C permettant la déformation de la forme brute.

La déformation à chaud et optionnellement à froid est typiquement effectuée par filage, laminage et/ou forgeage de façon à obtenir un produit filé, laminé et/ou forgé dont l'épaisseur est de préférence d'au moins 30 mm. Le produit ainsi obtenu est ensuite mis en solution par traitement thermique entre 490 et 530 °C pendant 15 min à 8 h, puis trempé typiquement avec de l'eau à température ambiante ou préférentiellement de l'eau froide. Le produit subit ensuite une traction contrôlée avec une déformation permanente de 1 à 6 % et préférentiellement d'au moins 2%. Les produits laminés subissent de préférence une traction contrôlée avec une déformation permanente supérieure à 3 %. Dans un mode de réalisation avantageux de l'invention, la traction contrôlée est réalisée avec une déformation permanente comprise entre 3 et 5%. Un état métallurgique préféré est l'état T84. Des étapes connues telles que le laminage, le planage, le redressage la mise en forme peuvent être optionnellement réalisées après mise en solution et trempe et avant ou après la traction contrôlée. Dans un mode de réalisation de l'invention on réalise une étape de laminage à froid d'au moins 7 % et de préférence d'au moins 9% avant de réaliser une traction contrôlée avec une déformation permanente de 1 à 3 %.

Un revenu est réalisé comprenant un chauffage à une température comprise entre 130 et 170°C et de préférence entre 150 et 160°C pendant 5 à 100 heures et de préférence de 10 à 40h de façon à atteindre une limite d'élasticité $R_{p0,2}$ proche de la limite d'élasticité $R_{p0,2}$ au pic.

Il est connu que pour les alliages à durcissement structural tels que les alliages Al-Cu-Li la limite d'élasticité augmente avec la durée de revenu à une température donnée jusqu'à une valeur maximale appelée le pic de durcissement ou « pic » puis diminue avec la durée de revenu. Dans le cadre de la présente invention, on appelle courbe de revenu l'évolution de la limite d'élasticité en fonction de la durée équivalente de revenu à 155 °C. Un exemple de courbe de revenu est présenté sur la Figure 1. Dans le cadre de la présente invention, on détermine si un point N de la courbe de revenu, de durée équivalente à 155 °C t_N et de limite d'élasticité $R_{p0,2}(N)$ est proche du pic en déterminant la pente P_N de la tangente à la courbe de revenu au point N. On considère dans le cadre de la présente invention que la limite d'élasticité d'un point N de la courbe de revenu est proche de la limite d'élasticité au pic si la valeur absolue de la pente P_N est au plus de 3 MPa/h. Comme illustré par la figure 1, un état sous-revenu est un état pour lequel P_N est positif et un état sur-revenu est un état pour lequel P_N est négatif.

Pour obtenir une valeur approchée de P_N , pour un point N de la courbe dans un état sous-revenu, on peut déterminer la pente de la droite passant par le point N et par le point précédent N-1, obtenu pour une durée $t_{N-1} < t_N$ et présentant une limite d'élasticité $R_{p0,2}(N-1)$, on a ainsi $P_N \approx (R_{p0,2}(N) - R_{p0,2}(N-1)) / (t_N - t_{N-1})$. En théorie, la valeur exacte de P_N est obtenue lorsque t_{N-1} tend vers t_N . Cependant, si la différence $t_N - t_{N-1}$ est faible, la variation de limite élastique risque d'être peu significative et la valeur imprécise. Les présents inventeurs ont constaté qu'une approximation satisfaisante de P_N est en général obtenue lorsque la différence $t_N - t_{N-1}$ est comprise entre 2 et 15 heures et de préférence est de l'ordre de 3 heures.

Le temps équivalent t_i à 155 °C est défini par la formule :

$$t_i = \frac{\int \exp(-16400/T) dt}{\exp(-16400/T_{ref})}$$

où T (en Kelvin) est la température instantanée de traitement du métal, qui évolue avec le temps t (en heures), et T_{ref} est une température de référence fixée à 428 K. t_i est exprimé en heures. La constante $Q/R = 16400$ K est dérivée de l'énergie d'activation pour la diffusion du Cu, pour laquelle la valeur $Q = 136100$ J/mol a été utilisée.

[0029] La limite d'élasticité proche de la limite d'élasticité au pic est typiquement au moins égale à 90%, en général même au moins égale à 95% et de façon fréquente au moins 97% de la limite d'élasticité $R_{p0,2}$ au pic. La limite d'élasticité au pic et la limite d'élasticité maximale pouvant être obtenue en faisant varier les paramètres de durée et de température du revenu. La limite d'élasticité au pic est en général évaluée de façon satisfaisante en faisant varier la durée de revenu entre 10 et 70h pour une température de 155 °C après une traction de 3.5%.

[0030] En général, pour les alliages de type Al-Cu-Li, les états nettement sous-revenus correspondent à des compromis entre la résistance mécanique statique ($R_{p0,2}$, R_m) et la tolérance aux dommages (ténacité, résistance à la propagation des fissures en fatigue) plus intéressant qu'au pic et a fortiori qu'au-delà du pic. Toutefois, les présents inventeurs ont constaté qu'un état sous revenu mais proche du pic permet à la fois d'obtenir un compromis entre résistance mécanique statique et tolérance aux dommages intéressant mais également d'améliorer la performance en termes de résistance à la corrosion et de stabilité thermique. De plus, l'utilisation d'un état sous-revenu proche du pic permet d'améliorer la robustesse du procédé industriel : une variation des conditions de revenu conduit à une faible variation des propriétés obtenues.

Ainsi, il est avantageux de réaliser un sous-revenu proche du pic, c'est à dire un sous-revenu avec les conditions de durée et de température équivalente à celles d'un point N de la courbe de revenu à 155 °C tel que la tangente à la courbe de revenu en ce point a une pente P_N , exprimée en MPa/h, telle que $0 < P_N \leq 3$ et de préférence $0,2 < P_N \leq 2,5$.

[0031] Les produits selon l'invention peuvent de manière avantageuse être utilisés dans des éléments de structure, en particulier d'avion. L'utilisation, d'un élément de structure incorporant au moins un produit selon l'invention ou fabriqué à partir d'un tel produit est avantageux, en particulier pour la construction aéronautique. Les produits selon l'invention sont particulièrement avantageux pour la réalisation de produits usinés dans la masse, tels que notamment des éléments intrados ou extrados dont la peau et les raidisseurs proviennent d'un même produit de départ, des longerons et des nervures, de même que toute autre utilisation où les présentes propriétés pourraient être avantageuses.

[0032] Ces aspects, ainsi que d'autres de l'invention sont expliqués plus en détail à l'aide des exemples illustratifs et non limitant suivants.

Exemples

Exemple 1.

[0033] Dans cet exemple, plusieurs plaques de dimension 2000 x 380 x 120 mm dont la composition est donnée dans le tableau 1 ont été coulées.

Tableau 1. Composition en % en poids et densité des alliages Al-Cu-Li coulés sous forme de plaque. (Ref : référence ; Inv : invention).

	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ag	Li	Zr	Densité (g/cm ³)
1 (Ref)	0,012	0,022	3,54	0,38	0,32	-	0,24	0,89	0,10	2,706
2 (Ref)	0,012	0,023	3,53	0,38	0,32	-	-	0,91	0,10	2,699
3 (Inv)	0,012	0,032	3,53	0,38	0,67	-	0,25	0,93	0,10	2,698
4 (Inv)	0,011	0,022	3,5	0,38	0,67	-	-	0,94	0,10	2,692
5 (Ref)	0,078	0,088	3,52	0,38	0,34	-	0,25	0,91	0,10	2,705
6 (Ref)	0,015	0,029	3,50	0,39	0,31	0,39	0,24	0,95	0,10	2,707
Ti : visé 0,02 % en poids pour les alliages 1 à 6										

[0034] Les plaques ont été homogénéisées à environ 500 °C pendant environ 12 heures puis débitées et scalpées de façon à obtenir des lopins de dimension 400 x 335 x 90 mm. Les lopins ont été laminés à chaud pour obtenir des tôles ayant une épaisseur de 20 mm. Les tôles ont été mises en solution à 505 +/- 2 °C pendant 1h, trempées avec de l'eau à 75 °C de manière à obtenir une vitesse de refroidissement d'environ 18°C/s et simuler ainsi les propriétés obtenues à mi-épaisseur de tôle d'épaisseur 80 mm. Les tôles ont ensuite été tractionnées avec un allongement permanent de 3,5%.

[0035] Les tôles ont subi un revenu compris entre 10 h et 50 h à 155 °C. Des échantillons ont été prélevés à mi-

EP 2 449 142 B1

épaisseur pour mesurer les caractéristiques mécaniques statiques en traction ainsi que la ténacité K_Q . Les éprouvettes utilisées pour la mesure de ténacité avaient une largeur $W = 25$ mm et une épaisseur $B = 12,5$ mm. D'une manière générale, les valeurs de K_Q obtenues à partir de ce type d'éprouvette sont plus faibles que celles obtenues à partir d'éprouvettes présentant une épaisseur et une largeur supérieures. Deux mesures, réalisées à partir d'éprouvettes ayant une largeur $W = 40$ mm et une épaisseur $B = 20$ mm, confirment cette tendance. On peut penser que des mesures obtenues à partir d'éprouvettes encore plus larges permettant d'obtenir des mesures valides de K_{IC} seraient également plus élevées que les mesures obtenues avec les éprouvettes de largeur $W = 25$ mm et d'épaisseur $B = 12,5$ mm. Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau 2.

Tableau 2. Propriétés mécaniques obtenues pour les différentes tôles.

Alliage	Durée de revenu en heures à 155°C	$R_{p0,2}$ L (Mpa)	R_m L (Mpa)	A_L (%)	K_Q (MPa.m ^{1/2}) L-T	Evaluation de la pente P_N (MPa/h)
1	0	302,6	392,8	15,6	39,4	
	14	481,4	519,8	13,2	51,2	12,8
	18	501,1	538,6	14,3	47,7	4,9
	18				48,5 *	
	23	501,2	536,4	13,9	46,6	0,0
	36	509,6	544,8	13,4	45,8	0,6
2	0	300,6	393,6	15,5	30,7	
	14	442,2	489,9	14,2	44,0	10,1
	18	465,7	507,5	13,8	48,4	5,9
	23	474,0	513,0	13,0	46,2	1,7
	36	486,6	523,7	12,0	47,2	1,0
3	0	358,8	455,8	18,0	-	
	14	437,0	503,6	15,5	46,1	5,6
	18	488,4	532,1	13,2	44,4	12,9
	23	502,7	540,7	14,3	48,2	2,8
	23				53,6 *	
	36	534,5	561,7	11,7	45,0	2,4
	40	535,5	563,7	12,5	43,6	0,2
4	0	361,6	449,8	14,2	34,1	
	14	408,7	487,9	15,6	41,3	3,4
	18	452,3	506,1	13,3	48,2	10,9
	23	469,6	515,2	12,8	45,5	3,5
	36	509,2	539,2	10,3	47,2	3,0
5	18	498,3	531,3	10,9	35,8	
6	0	310,3	403,9	15,5	36,3	
	14	512,5	549,2	12,7	41,2	14,4
	18	521,3	557,1	12,1	40,9	2,2
	23	526,3	561,0	11,7	39,8	1,0
* éprouvette de largeur $W = 40$ mm et d'épaisseur $B = 20$ mm.						

[0036] La figure 2 présente les compromis de propriétés obtenus pour les échantillons présentant une pente P_N

EP 2 449 142 B1

comprise entre 0 et 3 et les mesures de ténacité effectuées avec des échantillons de largeur $W = 25$ mm et d'épaisseur $B = 12,5$ mm. Les produits selon l'invention présentent un compromis de propriétés significativement amélioré par rapport aux produits de référence.

Exemple 2 (Référence)

[0037] Dans cet exemple, plusieurs plaques d'épaisseur 406 mm dont la composition est donnée dans le tableau 3 ont été coulées.

Tableau 3. Composition en % en poids et densité des alliages Al-Cu-Li coulés sous forme de plaque.

	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ag	Li	Zr	Densité (g/cm ³)
8 (Ref)	0,03	0,06	3,51	0,41	0,3	0,02	0,37	0,84	0,09	2,713
9 (Ref)	0,03	0,04	4,2		0,4		0,35	1,06	0,11	2,700
10 (Ref)	0,03	0,05	3,87	0,02	0,31	0,01	0,35	1,06	0,11	2,695

[0038] Les plaques ont été homogénéisées puis scalpées. Après homogénéisation, les plaques ont été laminées à chaud pour obtenir des tôles ayant une épaisseur de 50 mm. Les tôles ont été mises en solution trempées à l'eau froide et tractionnées avec un allongement permanent compris entre 3,5% et 4,5%

[0039] Les tôles ont subi un revenu de compris entre 10 h et 50 h à 155 °C. Des échantillons ont été prélevés à mi-épaisseur pour mesurer les caractéristiques mécaniques statiques en traction ainsi que la ténacité K_Q . Les éprouvettes utilisées pour la mesure de ténacité avaient une largeur $W = 80$ mm et une épaisseur $B = 40$ mm. Les critères de validité de K_{1C} ont été remplis pour certains échantillons. Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau 4.

Tableau 4 Propriétés mécaniques obtenues pour les différentes tôles

	durée de revenu à 155°C	Rm MPa	Rp _{0,2} MPa	A (%)	K _Q (MPa.m ^{1/2}) L-T	K _Q (MPa.m ^{1/2}) T-L	Evaluation de la pente P _N (MPa/h)
8	15	531	494	10,1	46,0 (K _{1C})	37,4 (K _{1C})	
	18	534	498	10,0	46,1 (K _{1C})	35,7 (K _{1C})	1,2
	21	544	510	9,4	44,0 (K _{1C})	35,0 (K _{1C})	4
	24	543	508	10,4	44,2 (K _{1C})	35,4 (K _{1C})	-0,5
9	20	628	605	7,4	23,4		
	25	630,5	608,5	7,5	22,3		0,7
	30	628	606	6,0	22,9		-0,5
	35	626	603	6,5	22,0		-0,6
10	0	410	311		55,5		
	10	568,5	529,5		36,8		21,8
	15	593	562		30,4		6,5
	20	594,5	562,5		20,0		0,1
	30	587,5	557,5		27,0		-0,5
	45	613,5	587,5		24,7		2

[0040] Dans la figure 3 les points 8, 9 et 10 ont été ajoutées à la Figure 2 (pente P_N comprise entre 0 et 3) bien qu'ils concernent des éprouvettes de géométrie différente pour la mesure de K_Q (K_{1C}) afin de faciliter la comparaison entre l'invention et l'art antérieur. On confirme ainsi que les produits selon l'invention présentent un compromis de propriétés significativement améliorés par rapport à l'art antérieur.

Exemple 3.

[0041] Dans cet exemple, plusieurs plaques de dimension 2000 x 380 x 120 mm dont la composition est donnée dans le tableau 5 ont été coulées.

Tableau 5. Composition en % en poids et densité des alliages Al-Cu-Li coulés sous forme de plaque. (Ref : référence ; Inv : invention).

	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ag	Li	Ti	Zr	Densité (g/cm ³)
11 (Ref)	0,035	0,059	3,56	0,35	0,32	-	0,25	0,90	0,03	0,11	2,706
12 (Inv)	0,035	0,058	3,66	0,35	0,68	-	0,25	0,89	0,02	0,12	2,702
13 (Ref)	0,036	0,059	3,57	0,34	1,16	-	0,25	0,86	0,02	0,12	2,697

[0042] Les plaques ont été homogénéisées à environ 500 °C pendant environ 12 heures puis débitées et scalpées de façon à obtenir des lopins de dimension 400 x 335 x 90 mm. Les lopins ont été laminés à chaud pour obtenir des tôles ayant une épaisseur de 20 mm. Les tôles ont été mises en solution à 505 +/- 2 °C pendant 1h et trempées avec de l'eau froide. Les tôles ont ensuite été tractionnées avec un allongement permanent de 3,5%.

[0043] Les tôles ont subi un revenu compris entre 18 h et 72 h à 155 °C. Des échantillons ont été prélevés à mi-épaisseur pour mesurer les caractéristiques mécaniques statiques en traction ainsi que la ténacité K_Q . Les éprouvettes utilisées pour la mesure de ténacité avaient une largeur $W = 25$ mm et une épaisseur $B = 12,5$ mm.

Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau 6.

Tableau 6. Propriétés mécaniques obtenues pour les différentes tôles.

Alliage	Durée de revenu en heures à 155°C	$R_{p0,2}$ L (Mpa)	R_m L (Mpa)	A L (%)	K_Q (MPa.m ^{1/2}) L-T	Evaluation de la pente P_N (MPa/h)
11	18	512,8	543,2	13,2	54,7	
	36	521,4	550,4	12,2	50,7	0,5
	72	520,4	549,5	11,8	48,5	0,0
12	18	492,0	535,9	13,0	65,9	
	23	528,8	558,5	11,2		6,7
	36	548,1	573,4	11,1	56,9	1,5
	40	555,7	579,7	10,8	56,6	1,9
	72	566,8	588,1	11,0	49,2	0,3
13	18	409,1	496,7	18,6	61,2	
	36	427,7	504,1	17,2	60,9	1,0
	72	502,2	537,5	13,3	53,4	2,1

[0044] La figure 4 présente les compromis de propriétés obtenus pour les échantillons présentant une pente P_N comprise entre 0 et 3 et les mesures de ténacité effectuées avec des échantillons de largeur $W = 25$ mm et d'épaisseur $B = 12,5$ mm. Les produits selon l'invention présentent un compromis de propriétés significativement amélioré par rapport aux échantillons de référence.

Exemple 4

[0045] Dans cet exemple, on a comparé la stabilité thermique de produits en alliage 12 selon les conditions de revenu utilisées.

[0046] Des tôles en alliage 12 transformées par le procédé décrit dans l'exemple 3 jusqu'à l'étape de revenu exclue ont subi un revenu à 155 °C ou à 143 °C pendant des durées croissantes indiquées dans le Tableau 7. Les tôles ayant été revenues 34h à 143 °C et 40h à 155 °C ont ensuite subi un vieillissement de 1000 heures à 85 °C. Des échantillons

EP 2 449 142 B1

ont été prélevés à mi-épaisseur pour mesurer les caractéristiques mécaniques statiques en traction avant et après le vieillissement.

[0047] Les résultats obtenus sont présentés dans le Tableau 7. Le revenu de 34 heures à 143 °C, pour lequel la pente P_n est évaluée à 7,1 ne présente pas une stabilité thermique satisfaisante. Ainsi après vieillissement la limite d'élasticité a augmenté de 15% et l'allongement a diminué de 13%. Au contraire, le revenu de 40 heures à 155 °C, pour lequel la pente P_n est évaluée à 1,9 présente une stabilité thermique satisfaisante, avec une évolution de ces propriétés inférieure à 5%.

Tableau 7. Propriétés mécaniques obtenues pour les tôles en alliage 12 avant et après vieillissement de 1000h à 85°C.

Température de revenu	Durée de revenu en heures	Avant vieillissement de 1000 h à 85 °C			Evaluation de la pente P_N (MPa/h)	Après vieillissement de 1000 h à 85 °C		
		$R_{p0,2} L$ (Mpa)	$R_m L$ (Mpa)	$A L$ (%)		$R_{p0,2} L$ (Mpa)	$R_m L$ (Mpa)	$A L$ (%)
155 °C	23	528,8	558,5	11,2	6,7			
	36	548,1	573,4	11,1	1,5			
	40	555,7	579,7	10,8	1,9	564,3	578,0	10,2
143 °C	20	368,0	472,7	17,2				
	24	381,7	479,3	16,1	3,4			
	34	452,7	516,0	13,5	7,1	521,7	565,3	11,7

Revendications

1. Produit corroyé tel qu'un produit filé, laminé et/ou forgé, en alliage à base d'aluminium comprenant, en % en poids,

Cu : 3,2 - 3,7 ;
 Li : 0,8 - 1,3 ;
 Mg: 0,6 - 1,0 ;
 Zr: 0,05 - 0,18 ;
 Ag : 0,0 - 0,5 ;
 Mn : 0,0 - 0,5 ;
 Fe + Si $\leq$ 0,20 ;
 Zn $\leq$ 0,15 ;

au moins un élément parmi

Ti : 0,01 - 0,15 ;
 Sc : 0,05 - 0,3 ;
 Cr : 0,05 - 0,3 ;
 Hf : 0,05 - 0,5 ;

autres éléments $\leq$ 0,05 chacun et $\leq$ 0,15 au total, reste aluminium.

2. Produit selon la revendication 1 dans lequel la teneur en lithium est comprise entre 0,9 et 1,2 % en poids.

3. Produit selon une quelconque des revendications 1 à 2 dans lequel la teneur en magnésium est comprise entre 0,65 et 1,0 % en poids et de préférence entre 0,7 et 0,9 % en poids.

4. Produit selon une quelconque des revendications 1 à 3 dans lequel la teneur en manganèse est comprise entre 0,2 et 0,4 % en poids.

5. Produit selon une quelconque des revendications 1 à 4 dont l'épaisseur est au moins égale à 30 mm et de préférence au moins égale à 50 mm.

6. Produit selon la revendication 5 dans un état laminé, mis en solution, trempé et revenu de façon à atteindre une limite d'élasticité proche du pic, présentant à mi-épaisseur au moins un des couples de caractéristiques suivants pour des épaisseurs comprises entre 30 et 100 mm:

(i) pour des épaisseurs de 30 à 60 mm, à mi-épaisseur, une limite d'élasticité $R_{p0,2}(L) \geq 525$ MPa et de préférence $R_{p0,2}(L) \geq 545$ MPa et une ténacité $K_{1C}(L-T) \geq 38$ MPa $\sqrt{m}$ et de préférence $K_{1C}(L-T) \geq 43$ MPa $\sqrt{m}$,
(ii) pour des épaisseurs de 60 à 100 mm, à mi-épaisseur, une limite d'élasticité $R_{p0,2}(L) \geq 515$ MPa et de préférence $R_{p0,2}(L) \geq 535$ MPa et une ténacité $K_{1C}(L-T) \geq 35$ MPa $\sqrt{m}$ et de préférence $K_{1C}(L-T) \geq 40$ MPa $\sqrt{m}$,
(iii) pour des épaisseurs de 100 à 130 mm, à mi-épaisseur, une limite d'élasticité $R_{p0,2}(L) \geq 505$ MPa et de préférence $R_{p0,2}(L) \geq 525$ MPa et une ténacité $K_{1C}(L-T) \geq 32$ MPa $\sqrt{m}$ et de préférence $K_{1C}(L-T) \geq 37$ MPa $\sqrt{m}$,
(iv) pour des épaisseurs de 30 à 100 mm, à mi-épaisseur, une limite d'élasticité $R_{p0,2}(L)$ exprimée en MPa et une ténacité $K_{1C}(L-T)$ exprimée en MPa $\sqrt{m}$ telles que $K_{1C}(L-T) \geq -0.217 R_{p0,2}(L) + 157$ et de préférence $K_{1C}(L-T) \geq -0.217 R_{p0,2}(L) + 163$ et supérieure à 35 MPa $\sqrt{m}$.
(v) après vieillissement de 1000 heures à 85 °C, une limite d'élasticité $R_{p0,2}(L)$ et un allongement à rupture $A\%(L)$ présentant une différence avec la limite d'élasticité $R_{p0,2}(L)$ et l'allongement à rupture $A\%(L)$ avant vieillissement inférieure à 10% et de préférence inférieure à 5%..

7. Produit selon une quelconque des revendications 1 à 4 dans un état laminé, mis en solution, trempé et revenu de façon à atteindre une limite d'élasticité proche du pic, présentant à mi-épaisseur au moins un des couples de caractéristiques suivants pour des épaisseurs comprises entre 10 et 30 mm :

(i) une limite d'élasticité $R_{p0,2}(L) \geq 525$ MPa et de préférence $R_{p0,2}(L) \geq 545$ MPa et une ténacité $K_{1C}(L-T) \geq 40$ MPa $\sqrt{m}$ et de préférence $K_{1C}(L-T) \geq 45$ MPa $\sqrt{m}$,
(ii) une limite d'élasticité $R_{p0,2}(L)$ exprimée en MPa et une ténacité $K_Q(L-T)$ exprimée en MPa $\sqrt{m}$ telles que $K_{1C}(L-T) \geq -0.4 R_{p0,2}(L) + 265$ et de préférence $K_{1C}(L-T) \geq -0.4 R_{p0,2}(L) + 270$ et supérieure à 45 MPa $\sqrt{m}$,
(iii) après vieillissement de 1000 heures à 85 °C, une limite d'élasticité $R_{p0,2}(L)$ et un allongement à rupture $A\%(L)$ présentant une différence avec la limite d'élasticité $R_{p0,2}(L)$ et l'allongement à rupture $A\%(L)$ avant vieillissement inférieure à 10% et de préférence inférieure à 5% .

8. Procédé de fabrication d'un produit filé, laminé et/ou forgé à base d'alliage d'aluminium dans lequel

a) on élabore un bain de métal liquide à base d'aluminium comprenant 3,2 à 3,7 % en poids de Cu, 0,8 à 1,3 % en poids de Li, 0,6 à 1,0 % en poids de Mg, 0,05 à 0,18 % en poids de Zr, 0,0 à 0,5 % en poids d'Ag, 0,0 à 0,5% en poids de Mn, au plus 0,20 % en poids de Fe + Si, au plus 0,15 % en poids de Zn, au moins un élément choisi parmi Cr, Sc, Hf et Ti, la quantité dudit élément, s'il est choisi, étant de 0,05 à 0,3 % en poids pour Cr et pour Sc, 0,05 à 0,5 % en poids pour Hf et de 0,01 à 0,15 % en poids pour Ti, les autres éléments au plus 0,05% en poids chacun et 0,15% en poids au total, le reste aluminium ;
b) on coule une forme brute à partir dudit bain de métal liquide ;
c) on homogénéise ladite forme brute à une température comprise entre 450°C et 550° et de préférence entre 480°C et 530°C pendant une durée comprise entre 5 et 60 heures ;
d) on déforme à chaud et optionnellement à froid ladite forme brute en un produit filé, laminé et/ou forgé ;
e) on met en solution entre 490 et 530 °C pendant 15 min à 8 h et on trempe ledit produit ;
f) on tractionne de façon contrôlée ledit produit avec une déformation permanente de 1 à 6 % et préférentiellement d'au moins 2% ;
g) on réalise un revenu dudit produit comprenant un chauffage à une température comprise entre 130 et 170 °C pendant 5 à 100 heures et de préférence de 10 à 40h de façon à atteindre une limite d'élasticité proche du pic, le revenu étant réalisé avec les conditions de durée et de température équivalentes à celles d'un point N de la courbe de revenu à 155 °C tel que la tangente à la courbe de revenu en ce point a une pente P_N , exprimée en MPa/h, telle que $0 < P_N \leq 3$.

9. Procédé selon la revendication 8 dans lequel la déformation à chaud et optionnellement à froid est réalisée jusqu'à une épaisseur d'au moins 30 mm.

10. Procédé selon la revendication 8 ou la revendication 9 dans lequel la traction contrôlée est réalisée avec une déformation permanente comprise entre 3 et 5%.

11. Procédé selon une quelconque des revendications 8 à 10 dans lequel $0,2 < P_N \leq 2,5$.

12. Elément de structure comprenant un produit selon une quelconque des revendications 1 à 7.

13. Utilisation d'un élément de structure selon la revendication 12 pour la construction aéronautique.

5 14. Utilisation selon la revendication 13 dans lequel l'élément de structure est un élément intrados ou extrados dont la peau et les raidisseurs proviennent d'un même produit de départ, un longeron ou une nervure.

Patentansprüche

10 1. Kneterzeugnis wie ein Strangpress-, Walz- und/oder Schmiedeerzeugnis, aus einer Legierung auf Basis von Aluminium mit (in Gew.-%):

15 Cu: 3,2 - 3,7;
Li: 0,8 - 1,3;
Mg: 0,6 - 1,0;
Zr: 0,05 - 0,18;
Ag: 0,0 - 0,5;
Mn: 0,0 - 0,5;
20 Fe + Si $\leq$ 0,20;
Zn $\leq$ 0,15;

mindestens einem Element unter

25 Ti: 0,01 - 0,15;
Sc: 0,05 - 0,3;
Cr: 0,05 - 0,3;
Hf: 0,05-0,5;

30 weitere Elemente jeweils $\leq$ 0,05 und insgesamt $\leq$ 0,15, Rest Aluminium.

2. Erzeugnis nach Anspruch 1, bei dem der Lithium-Gehalt zwischen 0,9 und 1,2 Gew.-% liegt.

35 3. Erzeugnis nach irgendeinem der Ansprüche 1 bis 2, bei dem der Magnesium-Gehalt zwischen 0,65 und 1,0 Gew.-% und vorzugsweise zwischen 0,7 und 0,9 Gew.-% liegt.

4. Erzeugnis nach irgendeinem der Ansprüche 1 bis 3, bei dem der Mangan-Gehalt zwischen 0,2 und 0,4 Gew.-% liegt.

40 5. Erzeugnis nach irgendeinem der Ansprüche 1 bis 4, dessen Dicke mindestens 30 mm und vorzugsweise mindestens 50 mm beträgt.

6. Erzeugnis nach Anspruch 5 in einem gewalzten, lösungsgeglühten, abgeschreckten und ausgelagerten Zustand, derart, dass eine nahezu maximale Streckgrenze erreicht ist, welches Erzeugnis in halber Dicke mindestens eines der folgenden Merkmalspaare bei Dicken zwischen 30 und 100 mm aufweist:

45 (i) bei Dicken von 30 bis 60 mm, in halber Dicke, eine Streckgrenze $R_{p0,2}(L) \geq 525$ MPa und vorzugsweise $R_{p0,2}(L) \geq 545$ MPa und eine Bruchzähigkeit $K_{IC}(L-T) \geq 38$ MPa $\sqrt{m}$ und vorzugsweise $K_{IC}(L-T) \geq 43$ MPa $\sqrt{m}$,
(ii) bei Dicken von 60 bis 100 mm, in halber Dicke, eine Streckgrenze $R_{p0,2}(L) \geq 515$ MPa und vorzugsweise $R_{p0,2}(L) \geq 535$ MPa und eine Bruchzähigkeit $K_{IC}(L-T) \geq 35$ MPa $\sqrt{m}$ und vorzugsweise $K_{IC}(L-T) \geq 40$ MPa $\sqrt{m}$,
50 (iii) bei Dicken von 100 bis 130 mm, in halber Dicke, eine Streckgrenze $R_{p0,2}(L) \geq 505$ MPa und vorzugsweise $R_{p0,2}(L) \geq 525$ MPa und eine Bruchzähigkeit $K_{IC}(L-T) \geq 32$ MPa $\sqrt{m}$ und vorzugsweise $K_{IC}(L-T) \geq 37$ MPa $\sqrt{m}$,
(iv) bei Dicken von 30 bis 100 mm, in halber Dicke, eine Streckgrenze $R_{p0,2}(L)$ ausgedrückt in MPa und eine Bruchzähigkeit $K_{IC}(L-T)$ ausgedrückt in MPa $\sqrt{m}$, so dass $K_{IC}(L-T) \geq -0.217 R_{p0,2}(L) + 157$ und vorzugsweise $K_{IC}(L-T) \geq -0.217 R_{p0,2}(L) + 163$ und größer als 35 MPa $\sqrt{m}$,
55 (v) nach 1000 Stunden Auslagerung bei 85°C eine Streckgrenze $R_{p0,2}(L)$ und Bruchdehnung $A\%(L)$, die mit der Streckgrenze $R_{p0,2}(L)$ und Bruchdehnung $A\%(L)$ vor Auslagerung eine Differenz von weniger als 10 % und vorzugsweise weniger als 5 % aufweisen.

7. Erzeugnis nach irgendeinem der Ansprüche 1 bis 4 in einem gewalzten, lösungsgeglühten, abgeschreckten und ausgelagerten Zustand, derart, dass eine nahezu maximale Streckgrenze erreicht ist, welches Erzeugnis in halber Dicke mindestens eines der folgenden Merkmalspaare bei Dicken zwischen 10 und 30 mm aufweist:

- (i) eine Streckgrenze $R_{p0,2}(L) \geq 525$ MPa und vorzugsweise $R_{p0,2}(L) \geq 545$ MPa und eine Bruchzähigkeit $K_{IC}(L-T) \geq 40$ MPa $\sqrt{m}$ und vorzugsweise $K_{IC}(L-T) \geq 45$ MPa $\sqrt{m}$,
- (ii) eine Streckgrenze $R_{p0,2}(L)$ ausgedrückt in MPa und eine Bruchzähigkeit $K_{IC}(L-T)$ ausgedrückt in MPa $\sqrt{m}$, so dass $K_{IC}(L-T) \geq -0.4 R_{p0,2}(L) + 265$ und vorzugsweise $K_{IC}(L-T) \geq -0.4 R_{p0,2}(L) + 270$ und größer als 45 MPa $\sqrt{m}$,
- (iii) nach 1000 Stunden Auslagerung bei 85 °C eine Streckgrenze $R_{p0,2}(L)$ und Bruchdehnung $A\%(L)$, die mit der Streckgrenze $R_{p0,2}(L)$ und Bruchdehnung $A\%(L)$ vor Auslagerung eine Differenz von weniger als 10 % und vorzugsweise weniger als 5 % aufweisen.

8. Verfahren zur Herstellung eines Strangpress-, Walz- und/oder Schmiedeerzeugnisses aus Aluminiumlegierung, bei dem

- a) ein Flüssigmetallbad auf Basis von Aluminium hergestellt wird, enthaltend 3,2 - 3,7 Gew.-% Cu, 0,8 - 1,3 Gew.-% Li, 0,6 - 1,0 Gew.-% Mg, 0,05 - 0,18 Gew.-% Zr, 0,0 - 0,5 Gew.-% Ag, 0,0 - 0,5 Gew.-% Mn, höchstens 0,20 Gew.-% Fe + Si, höchstens 0,15 Gew.-% Zn, mindestens ein Element ausgewählt unter Cr, Sc, Hf und Ti, wobei die Menge des Elementes, falls gewählt, 0,05 bis 0,3 Gew.-% für Cr und für Sc, 0,05 - 0,5 Gew.-% für Hf und 0,01 bis 0,15 Gew.-% für Ti beträgt, weitere Elemente jeweils höchstens 0,05 Gew.-% und insgesamt 0,15 Gew.-%, Rest Aluminium;
- b) aus dem Flüssigmetallbad eine Rohform gegossen wird;
- c) die Rohform bei einer Temperatur zwischen 450°C und 550°C und vorzugsweise zwischen 480°C und 530°C für eine Dauer von 5 bis 60 Stunden homogenisiert wird;
- d) die Rohform warm und wahlweise kalt zu einem Strangpress-, Walz- und/oder Schmiedeerzeugnis umgeformt wird;
- e) das Erzeugnis zwischen 490 und 530°C für 15 Minuten bis 8 Stunden lösungsgeglüht und abgeschreckt wird;
- f) das Erzeugnis kontrolliert gereckt wird, mit einer bleibenden Verformung von 1 bis 6 % und vorzugsweise mindestens 2 %;
- g) das Erzeugnis einer Auslagerungsbehandlung unterzogen wird, umfassend eine Erhitzung auf eine Temperatur zwischen 130 und 170°C für 5 bis 100 Stunden und vorzugsweise 10 bis 40 Stunden, derart, dass eine nahezu maximale Streckgrenze erreicht wird, wobei die Auslagerung unter den gleichen Zeit- und Temperaturverhältnissen wie ein Punkt N der Auslagerungskurve bei 155°C durchgeführt wird, so dass die die Auslagerungskurve in diesem Punkt berührende Tangente eine Steigung P_N hat, ausgedrückt in MPa/h, die so ist, dass $0 < P_N \leq 3$.

9. Verfahren nach Anspruch 8, bei dem das Warm- und wahlweise Kaltumformen bis auf eine Dicke von mindestens 30 mm durchgeführt wird.

10. Verfahren nach Anspruch 8 oder Anspruch 9, bei dem das kontrollierte Recken mit einer bleibenden Verformung von 3 bis 5 % durchgeführt wird.

11. Verfahren nach irgendeinem der Ansprüche 8 bis 10, bei dem $0,2 < P_N \leq 2,5$.

12. Strukturelement umfassend ein Erzeugnis nach irgendeinem der Ansprüche 1 bis 7.

13. Verwendung eines Strukturelementes nach Anspruch 12 für den Flugzeugbau.

14. Verwendung nach Anspruch 13, bei der das Strukturelement ein Flügelunterseiten- oder Flügeloberseiten- element ist, dessen Außenhaut und Versteifungen aus demselben Ausgangsprodukt stammen, einem Längsträger bzw. einer Rippe.

Claims

1. Wrought product such as an extruded, rolled and/or forged product, made from aluminium-based alloy comprising, as % by weight,

Cu : 3.2 - 3.7;
 Li : 0.8 - 1.3;
 Mg : 0.6 - 1.0;
 Zr : 0.05 - 0.18;
 Ag : 0.0 - 0.5;
 Mn : 0.0 - 0.5;
 Fe + Si $\leq$ 0.20;
 Zn $\leq$ 0.15;

at least one element from

Ti: 0.01 - 0.15;
 Sc: 0.05 - 0.3;
 Cr: 0.05 - 0.3;
 Hf: 0.05 - 0.5;

other elements $\leq$ 0.05 each and $\leq$ 0.15 in total, the remainder aluminium.

2. Product according to claim 1, in which the lithium content is between 0.9% and 1.2% by weight.
3. Product according to either claim 1 or claim 2, in which the magnesium content is between 0.65% and 1.0% by weight and preferably between 0.7% and 0.9% by weight.
4. Product according to any of claims 1 to 3, in which the manganese content is between 0.2% and 0.4% by weight.
5. Product according to any of claims 1 to 4, the thickness of which is at least 30 mm and preferably at least 50 mm.
6. Product according to claim 5, in a rolled state, solution heat treated, quenched and aged so as to achieve a tensile yield strength close to the peak, having at mid-thickness at least one of the following pairs of characteristics for thicknesses of between 30 and 100 mm:
 - (i) for thicknesses of 30 to 60 mm, at mid-thickness, a tensile yield strength $R_{p0.2}(L) \geq 525$ MPa and preferably $R_{p0.2}(L) \geq 545$ MPa and a toughness $K_{1C}(L-T) \geq 38$ MPa $\sqrt{m}$ and preferably $K_{1C}(L-T) \geq 43$ MPa $\sqrt{m}$,
 - (ii) for thicknesses of 60 to 100 mm, at mid-thickness, a tensile yield strength $R_{p0.2}(L) \geq 515$ MPa and preferably $R_{p0.2}(L) \geq 535$ MPa and a toughness $K_{1C}(L-T) \geq 35$ MPa $\sqrt{m}$ and preferably $K_{1C}(L-T) \geq 40$ MPa $\sqrt{m}$,
 - (iii) for thicknesses of 100 to 130 mm, at mid-thickness, a tensile yield strength $R_{p0.2}(L) \geq 505$ MPa and preferably $R_{p0.2}(L) \geq 525$ MPa and a toughness $K_{1C}(L-T) \geq 32$ MPa $\sqrt{m}$ and preferably $K_{1C}(L-T) \geq 37$ MPa $\sqrt{m}$,
 - (iv) for thicknesses of 30 to 100 mm, at mid-thickness, a tensile yield strength $R_{p0.2}(L)$ expressed in MPa and a toughness $K_{1C}(L-T)$ expressed in MPa $\sqrt{m}$ such that $K_{1C}(L-T) \geq -0.217 R_{p0.2}(L) + 157$ and preferably $K_{1C}(L-T) \geq -0.217 R_{p0.2}(L) + 163$ and greater than 35 MPa $\sqrt{m}$,
 - (v) after aging of 1000 hours at 85°C, a tensile yield strength $R_{p0.2}(L)$ and an elongation at break $A\%(L)$ having a difference from the tensile yield strength $R_{p0.2}(L)$ and the elongation at break $A\%(L)$ before aging of less than 10% and preferably less than 5%.
7. Product according to any of claims 1 to 4, in a rolled state, solution heat treated, quenched and aged so as to achieve a tensile yield strength close to the peak, having at mid-thickness at least one of the following pairs of characteristics for thicknesses of between 10 and 30 mm:
 - (i) a tensile yield strength $R_{p0.2}(L) \geq 525$ MPa and preferably $R_{p0.2}(L) \geq 545$ MPa and a toughness $K_{1C}(L-T) \geq 40$ MPa $\sqrt{m}$ and preferably $K_{1C}(L-T) \geq 45$ MPa $\sqrt{m}$,
 - (ii) a tensile yield strength $R_{p0.2}(L)$ expressed in MPa and a toughness $K_Q(L-T)$ expressed in MPa $\sqrt{m}$ such that $K_{1C}(L-T) \geq -0.4 R_{p0.2}(L) + 265$ and preferably $K_{1C}(L-T) \geq -0.4 R_{p0.2}(L) + 270$ and greater than 45 MPa $\sqrt{m}$,
 - (iii) after aging of 1000 hours at 85°C, a tensile yield strength $R_{p0.2}(L)$ and an elongation at break $A\%(L)$ having a difference from the tensile yield strength $R_{p0.2}(L)$ and the elongation at break $A\%(L)$ before aging of less than 10% and preferably less than 5%.
8. Method for manufacturing an extruded, rolled and/or forged product based on aluminium alloy, in which

a) a liquid metal bath based on aluminium is produced, comprising 3.2 to 3.7% by weight Cu, 0.8 to 1.3% by weight Li, 0.6 to 1.0% by weight Mg, 0.05 to 0.18% by weight Zr, 0.0 to 0.5% by weight Ag, 0.0 to 0.5% by weight Mn, no more than 0.20% by weight Fe + Si, no more than 0.15% by weight Zn, at least one element chosen from Cr, Sc, Hf and Ti, the quantity of said element, if chosen, being from 0.05 to 0.3% by weight for Cr and for Sc, 0.05 to 0.5% by weight for Hf and from 0.01 to 0.15% by weight for Ti, the other elements no more than 0.05% by weight each and 0.15% by weight in total, the remainder aluminium;

b) a rough form is cast from said liquid metal bath;

c) said rough form is homogenised at a temperature between 450°C and 550°C and preferably between 480°C and 530°C for a period of between 5 and 60 hours.

d) said rough form is hot worked and optionally cold worked into an extruded, rolled and/or forged product;

e) solution heat treatment is carried out at between 490°C and 530°C for 15 minutes to 8 hours and said product is quenched;

f) said product is stretched in a controlled manner with a permanent deformation of 1% to 6% and preferentially at least 2%;

g) aging of said product is carried out, comprising heating at a temperature of between 130°C and 170°C for 5 to 100 hours and preferably 10 to 40 hours so as to achieve a tensile yield strength close to the peak, the aging being carried out under duration and temperature conditions equivalent to those of a point N on the aging curve at 155°C such that the tangent to the aging curve at this point has a slope P_N , expressed in MPa/h, such that $0 < P_N \leq 3$.

9. Method according to claim 8, in which the hot and optionally cold working is carried out to a thickness of at least 30 mm.
10. Method according to claim 8 or claim 9, in which the controlled stretching is carried with a permanent deformation of between 3% and 5%.
11. Method according to any of claims 8 to 10, in which $0.2 < P_N \leq 2.5$.
12. Structure element comprising a product according to any of claims 1 to 7.
13. Use of a structure element according to claim 12 for aeronautical construction.
14. Use according to claim 13, in which the structure element is an upper wing or lower wing element, the skin and stiffeners of which come from the same starting product, a spar or a rib.

RÉFÉRENCES CITÉES DANS LA DESCRIPTION

Cette liste de références citées par le demandeur vise uniquement à aider le lecteur et ne fait pas partie du document de brevet européen. Même si le plus grand soin a été accordé à sa conception, des erreurs ou des omissions ne peuvent être exclues et l'OEB décline toute responsabilité à cet égard.

Documents brevets cités dans la description

- US 5032359 A [0004]
- US 5234662 A [0005]
- US 5455003 A [0006]
- US 7438772 B [0007]
- US 7229509 B [0008]
- US 2009142222 A1 [0009]