



(11) **EP 2 655 680 B1**

(12) **FASCICULE DE BREVET EUROPEEN**

(45) Date de publication et mention  
de la délivrance du brevet:  
**22.05.2019 Bulletin 2019/21**

(51) Int Cl.:  
**C22C 21/12** <sup>(2006.01)</sup> **C22C 21/16** <sup>(2006.01)</sup>  
**C22F 1/057** <sup>(2006.01)</sup> **B64C 1/00** <sup>(2006.01)</sup>

(21) Numéro de dépôt: **11808899.6**

(86) Numéro de dépôt international:  
**PCT/FR2011/000659**

(22) Date de dépôt: **16.12.2011**

(87) Numéro de publication internationale:  
**WO 2012/085359 (28.06.2012 Gazette 2012/26)**

(54) **ALLIAGE ALUMINIUM CUIVRE LITHIUM À RÉSISTANCE EN COMPRESSION ET TÉNACITÉ AMÉLIORÉES**

ALUMINIUM-KUPFER-LITHIUM-LEGIERUNG MIT VERBESSERTER DRUCKFESTIGKEIT UND BESTÄNDIGKEIT

ALUMINIUM-COPPER-LITHIUM ALLOY WITH IMPROVED COMPRESSIVE STRENGTH 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 RS SE SI SK SM TR**

(30) Priorité: **20.12.2010 FR 1004962**  
**20.12.2010 US 201061424970 P**

(43) Date de publication de la demande:  
**30.10.2013 Bulletin 2013/44**

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

(72) Inventeurs:  
• **DANIELOU, Armelle**  
**73360 Les Echelles (FR)**  
• **POUGET, Gaëlle**  
**38000 Grenoble (FR)**  
• **SIGLI, Christophe**  
**38000 Grenoble (FR)**  
• **WARNER, Timothy**  
**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:  
**WO-A1-95/04837 WO-A1-96/10099**  
**WO-A1-2004/106570 WO-A1-2009/036953**  
**US-A- 5 211 910 US-A1- 2009 159 159**

- **SALEM H G ET AL: "STRUCTURAL EVOLUTION AND SUPERPLASTIC FORMABILITY OF FRICTION STIR WELDED AA 2095 SHEETS", JOURNAL OF MATERIALS ENGINEERING AND PERFORMANCE, ASM INTERNATIONAL, MATERIALS PARK, OH, US, vol. 13, no. 1, 1 février 2004 (2004-02-01), pages 24-31, XP001046644, ISSN: 1059-9495, DOI: 10.1361/10599490417551**
- **"INTERNATIONAL ALLOY DESIGNATIONS AND CHEMICAL COMPOSITION LIMITS FOR WROUGHT ALUMINUM AND WROUGHT ALUMINUM ALLOYS", INTERNATIONAL ALLOY DESIGNATIONS AND CHEMICAL COMPOSITION LIMITS FOR WROUGHT ALUMINUM AND WROUGHT ALUMINUM ALLOYS, XX, XX, 1 avril 2004 (2004-04-01), pages 1-35, XP003023672,**

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 2 655 680 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 laminés en alliage d'aluminium sont développés pour produire des pièces de haute résistance destinées notamment à l'industrie aéronautique et à l'industrie aérospatiale.
- [0003]** 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 que ces alliages soient sélectionnés dans les avions, leur performance par rapport aux autres propriétés
- 15 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 en traction et en compression, 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 certaines pièces telles que les extrados de voilure la limite d'élasticité en compression est une propriété essentielle. Ces propriétés mécaniques doivent de plus être de préférence stables dans le temps et
- 20 présenter une bonne stabilité thermique, c'est à dire ne pas être significativement modifiées par un vieillissement à température d'utilisation.
- [0004]** 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.
- 25 **[0005]** 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.
- [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 -
- 30 1,1, Ag = 0 - 0,6, Mg = 0,3-0,6 et Zn = 0 - 0,75.
- [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.
- 35 **[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 moins un élément pour le contrôle de la structure granulaire. Cette demande décrit également un procédé de fabrication de produits filés.
- 40 **[0010]** Il existe un besoin pour des produits laminés 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, en particulier la limite d'élasticité en traction et en compression et les propriétés de tolérance aux dommages, en particulier la ténacité, de stabilité thermique, de résistance à la corrosion et d'aptitude à l'usinage, tout en ayant une faible densité.
- 45 De plus il existe un besoin pour un procédé de fabrication de ces produits fiable et économique.

**Objet de l'invention**

- 50 **[0011]** Un premier objet de l'invention est un procédé de fabrication d'un produit laminé à base d'alliage d'aluminium dans lequel, successivement,
- a) on élabore un bain de métal liquide à base d'aluminium comprenant 4,2 à 4,6 % en poids de Cu, 0,85 à 0,95 % en poids de Li, 0,50 à 0,70 % en poids de Mg, 0,05 à 0,18 % en poids de Zr, 0,05 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, moins de 0,20 % en poids de Zn, au moins un élément choisi
- 55 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 plaque de laminage à partir dudit bain de métal liquide ;

- c) on homogénéise ladite plaque de laminage de façon à atteindre 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 lamine à chaud ladite plaque de laminage en une tôle jusqu'à une épaisseur comprise entre 8 et 50 mm en maintenant la température supérieure à 400 °C et de préférence supérieure à 420 °C,
- e) on met en solution ladite tôle entre 490 et 530 °C pendant 15 min à 8 h et on trempe ledit produit ;
- f) on tractionne de façon contrôlée ladite tôle avec une déformation permanente de 2 à 3,0 % et préférentiellement de 2,0 à 3,0 %,
- g) on réalise un revenu dans lequel ladite tôle atteint 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 70h,

étant entendu qu'on ne réalise pas de déformation à froid significative de ladite tôle, notamment par laminage à froid, entre le laminage à chaud d) et la mise en solution e).

**[0012]** Un deuxième objet de l'invention est un produit laminé d'épaisseur comprise entre 8 et 50 mm et de structure granulaire essentiellement non-recristallisée susceptible d'être obtenu par le procédé selon l'invention ayant à mi-épaisseur au moins une des combinaisons de caractéristiques suivantes :

- (i) pour des épaisseurs de 8 à 15 mm, à mi-épaisseur, une limite d'élasticité en traction  $R_{p0,2}(L) \geq 600$  MPa et de préférence  $R_{p0,2}(L) \geq 610$  MPa, une limite d'élasticité en compression  $R_{p0,2}(L) \geq 620$  MPa et de préférence  $R_{p0,2}(L) \geq 630$  MPa et une ténacité telle que  $K_{1C}(L-T) \geq 28$  MPa $\sqrt{m}$  et de préférence  $K_{1C}(L-T) \geq 32$  MPa $\sqrt{m}$  et/ou  $K_{app}(L-T) \geq 73$  MPa $\sqrt{m}$  et de préférence  $K_{app}(L-T) \geq 79$  MPa $\sqrt{m}$ , pour des éprouvettes CCT de largeur 300 mm et d'épaisseur 6,35 mm,
- (ii) pour des épaisseurs de 8 à 15 mm, à mi-épaisseur, une limite d'élasticité en traction  $R_{p0,2}(L) \geq 630$  MPa et de préférence  $R_{p0,2}(L) \geq 640$  MPa, une limite d'élasticité en compression  $R_{p0,2}(L) \geq 640$  MPa et de préférence  $R_{p0,2}(L) \geq 650$  MPa et une ténacité telle que  $K_{1C}(L-T) \geq 26$  MPa $\sqrt{m}$  et de préférence  $K_{1C}(L-T) \geq 30$  MPa $\sqrt{m}$  et/ou  $K_{app}(L-T) \geq 63$  MPa $\sqrt{m}$  et de préférence  $K_{app}(L-T) \geq 69$  MPa $\sqrt{m}$ , pour des éprouvettes CCT de largeur 300 mm et d'épaisseur 6,35 mm,,
- (iii) pour des épaisseurs de 15 à 50 mm, à mi-épaisseur, une limite d'élasticité en traction  $R_{p0,2}(L) \geq 610$  MPa et de préférence  $R_{p0,2}(L) \geq 620$  MPa, une limite d'élasticité en compression  $R_{p0,2}(L) \geq 620$  MPa et de préférence  $R_{p0,2}(L) \geq 630$  MPa et une ténacité  $K_{1C}(L-T) \geq 22$  MPa $\sqrt{m}$  et de préférence  $K_{1C}(L-T) \geq 24$  MPa $\sqrt{m}$ ,
- (iv) pour des épaisseurs de 15 à 50 mm, à mi-épaisseur, une limite d'élasticité en traction  $R_{p0,2}(L) \geq 580$  MPa et de préférence  $R_{p0,2}(L) \geq 590$  MPa, une limite d'élasticité en compression  $R_{p0,2}(L) \geq 600$  MPa et de préférence  $R_{p0,2}(L) \geq 610$  MPa et une ténacité  $K_{1C}(L-T) \geq 24$  MPa $\sqrt{m}$  et de préférence  $K_{1C}(L-T) \geq 26$  MPa $\sqrt{m}$ .

**[0013]** Un autre objet de l'invention est élément de structure d'avion, de préférence une peau de voilure extradors, comprenant un produit selon l'invention.

**[0014]** Encore un autre objet de l'invention est l'utilisation d'un produit selon l'invention ou d'un élément de structure selon l'invention pour la construction aéronautique.

## Description des figures

### [0015]

Figure 1 : Exemple de courbe de revenu et de détermination de la pente de la tangente  $P_N$ .

Figure 2 : Evolution de la limite d'élasticité en compression et de la limite d'élasticité en traction avec la déformation permanente lors de la traction contrôlée.

Figure 3 : Compromis de propriété entre la limite d'élasticité en compression et la ténacité  $K_{app}$  pour les alliages N°2 à N°5 de l'exemple 2.

## Description de l'invention

**[0016]** 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.

**[0017]** Les caractéristiques mécaniques statiques en traction, en d'autres termes la résistance à la rupture  $R_m$ , la limite d'élasticité conventionnelle à 0,2% d'allongement  $R_{p0,2}$ , et l'allongement à la rupture  $A\%$ , sont déterminés par un essai de traction selon la norme NF EN ISO 6892-1, le prélèvement et le sens de l'essai étant définis par la norme EN 485-1. La limite d'élasticité en compression a été mesurée à 0,2% de compression selon la norme ASTM E9.

**[0018]** 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.

Une courbe de l'intensité de contrainte en fonction de l'extension de fissure, connue comme la courbe R, est déterminée selon la norme ASTM E 561. Le facteur d'intensité de contrainte critique  $K_{IC}$ , en d'autres termes le facteur d'intensité qui rend la fissure instable, est calculé à partir de la courbe R. Le facteur d'intensité de contrainte  $K_{CO}$  est également calculé en attribuant la longueur de fissure initiale à la charge critique, au commencement de la charge monotone. Ces deux valeurs sont calculées pour une éprouvette de la forme requise.  $K_{app}$  représente le facteur  $K_{CO}$  correspondant à l'éprouvette qui a été utilisée pour effectuer l'essai de courbe R.

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

**[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 extradors ou intradors (upper or lower 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, une classe sélectionnée d'alliages d'aluminium qui contiennent des quantités spécifiques et critiques de lithium, de cuivre, de magnésium, d'argent et de zirconium permet de préparer dans certaines conditions de transformation des produits laminés présentant un compromis amélioré entre ténacité, limite d'élasticité en traction et limite d'élasticité en compression.

Les présents inventeurs ont constaté que de manière surprenante, il est possible d'améliorer pour ces alliages la limite d'élasticité en compression en choisissant des paramètres de procédé de transformation spécifiques, en particulier lors de la déformation à chaud et du détentionnement par traction contrôlée.

**[0021]** La teneur en cuivre des produits selon l'invention est comprise entre 4,2 et 4,6 % en poids. Dans une réalisation avantageuse de l'invention, la teneur en cuivre est au moins de 4,3% en poids. Une teneur en cuivre maximale de 4,4 % en poids est préférée.

La teneur en lithium des produits selon l'invention est comprise entre 0,85% et 0,95% en poids.

L'augmentation de la teneur en cuivre et dans une moindre mesure de la teneur en lithium contribue à améliorer la résistance mécanique statique, cependant, le cuivre ayant un effet néfaste notamment sur la densité, il est préférable de limiter la teneur en cuivre à la valeur maximale préférée. L'augmentation de la teneur en lithium a un effet favorable sur la densité, cependant les présents inventeurs ont constaté que pour les alliages selon l'invention, la teneur en lithium comprise entre 0,85 % et 0,95 % en poids permet une amélioration du compromis entre résistance mécanique (limite d'élasticité en traction et en compression) et ténacité et, de plus, la ténacité atteinte pour un revenu au pic ou proche du pic est plus élevée.

La teneur en magnésium des produits selon l'invention est comprise entre 0,50% et 0,70 % en poids. Les présents inventeurs ont constaté que la combinaison d'une teneur en magnésium comprise entre 0,50% ou préférentiellement 0,53% et 0,70% ou préférentiellement 0,65 % en poids et une teneur en lithium comprise entre 0,85 % et 0,95 % en poids conduit à un compromis entre résistance mécanique (limite d'élasticité en traction et en compression) et ténacité particulièrement avantageux, tout en gardant un taux d'échec lors de la transformation acceptable, et donc une fiabilité satisfaisante du procédé de fabrication.

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. Dans un mode de réalisation avantageux de l'invention, la teneur en zirconium est au moins égale à 0,11 % en poids.

La teneur en manganèse est comprise entre 0,0 et 0,5 % en poids. Dans un mode de réalisation de l'invention, la teneur en manganèse est comprise entre 0,2 et 0,4 % en poids. Dans un autre mode de réalisation de l'invention, la teneur en manganèse est inférieure à 0,1 % en poids et de préférence inférieure à 0,05 % en poids, ce qui permet pour les produits obtenus par le procédé selon l'invention de diminuer la quantité de phases métalliques insolubles et d'améliorer encore la tolérance au dommage.

La teneur en argent est comprise entre 0,05 % et 0,5 % en poids. Dans une réalisation avantageuse de l'invention, la teneur en argent est comprise entre 0,10 et 0,40 % en poids. L'addition d'argent contribue à améliorer le compromis de propriétés mécaniques des produits obtenus par le procédé selon l'invention.

**[0022]** 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 d'ajouter entre 0,01 et 0,10 % en poids de titane et on limite la teneur en Cr, Sc et Hf à au maximum 0,05 % en poids, ces éléments pouvant avoir un effet défavorable, notamment sur la densité et n'étant ajoutés que pour favoriser encore l'obtention d'une structure essentiellement non-recristallisée si nécessaire. Le zinc est une impureté indésirable, notamment en raison de sa contribution à la densité de l'alliage. La teneur en zinc est inférieure à 0,20 % en poids, de préférence  $Zn \leq 0,15$  % en poids et de manière préférée  $Zn \leq 0,05$  % en poids. La teneur en zinc est avantageusement inférieure à 0,04 % en poids. Il est possible de sélectionner la teneur des éléments d'alliage pour minimiser la densité. De préférences, les éléments d'additions contribuant à augmenter la densité tels que Cu, Zn, Mn et Ag sont minimisés et les éléments contribuant à diminuer la densité tels que Li et Mg sont maximisés de façon à atteindre une densité inférieure à 2.73 g/cm<sup>3</sup> et de préférence inférieure à 2.70 g/cm<sup>3</sup>.

**[0023]** Le procédé de fabrication des produits selon l'invention comprend les étapes d'élaboration, coulée, homogénéisation, laminage avec une température supérieure à 400 °C, mise en solution, trempe, traction entre 2 et 3,0% 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 forme de plaque de laminage.

La plaque de laminage est ensuite homogénéisée de façon à atteindre 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. Le traitement d'homogénéisation peut être réalisé en un ou plusieurs paliers.

**[0024]** Après homogénéisation, la plaque de laminage est en général refroidie jusqu'à température ambiante avant d'être préchauffée en vue d'être laminée à chaud. Le préchauffage a pour objectif d'atteindre une température permettant de maintenir une température d'au moins 400 °C et de préférence d'au moins 420 °C lors du laminage à chaud. Un réchauffage intermédiaire est réalisé si au cours du laminage à chaud la température diminue de façon excessive. Le laminage à chaud est réalisé jusqu'à une épaisseur comprise entre 8 et 50 mm et de manière préférée entre 12 et 40 mm. On ne réalise pas de déformation à froid significative, notamment par laminage à froid, entre le laminage à chaud et la mise en solution. En effet, une telle étape de laminage à froid risquerait de conduire à une structure recristallisée qui est indésirable dans le cadre de l'invention. Une déformation à froid significative est typiquement une déformation d'au moins environ 5% ou 10%.

**[0025]** Le produit ainsi obtenu est ensuite mis en solution par traitement thermique permettant d'atteindre une température comprise 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.

La combinaison de la composition choisie, en particulier de la teneur en zirconium, et de la gamme de transformation, en particulier la température de déformation à chaud et l'absence de déformation à froid avant mise en solution, permet d'obtenir une structure granulaire essentiellement non-recristallisée. Par structure granulaire essentiellement non-recristallisée, on entend un taux de structure granulaire non-recristallisée à mi-épaisseur supérieur à 70 % et de préférence supérieur à 85%.

Le produit subit ensuite une traction contrôlée avec une déformation permanente de 2 à 3,0 % et préférentiellement de 2,0% à 3,0%. Une traction contrôlée avec une déformation permanente maximale d'environ 2,5 % est préférée. Les présents inventeurs ont constaté que, de manière surprenante, la limite d'élasticité en compression diminue avec les déformations permanentes croissantes lors de la traction contrôlée tandis que la limite d'élasticité en traction augmente dans ces conditions. Il existe donc une déformation permanente par traction contrôlée optimale permettant d'obtenir une limite d'élasticité en compression élevée tout en maintenant une limite d'élasticité en traction suffisante. De manière avantageuse, la déformation permanente par traction contrôlée est choisie de manière à obtenir une limite d'élasticité en compression au moins égale à la limite d'élasticité en traction. Les présents inventeurs ont par ailleurs constaté que de manière surprenante l'effet du taux de déformation permanente sur la limite d'élasticité en compression est spécifique aux produits laminés, des essais sur les produits filés ont montré qu'un tel effet n'est pas observé dans ce cas.

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% et d'au plus 15% après mise en solution et trempe et avant traction contrôlée. Cependant compte tenu notamment du coût de cette étape de laminage à froid supplémentaire, il est avantageux dans un autre mode de réalisation de réaliser directement la traction contrôlée après mise en solution et trempe.

Un revenu est réalisé dans lequel le produit atteint 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 70h. Le revenu peut être réalisé en un ou plusieurs paliers. 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.

**[0026]** 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 20 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.

On peut utiliser la limite d'élasticité en traction ou en compression pour déterminer si le revenu permet d'atteindre un état proche du pic, cependant les résultats ne sont pas nécessairement identiques. Dans le cadre de l'invention, on préfère utiliser les valeurs de limite d'élasticité en compression pour l'optimisation du revenu.

**[0027]** 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 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 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.

**[0028]** Ainsi, il est avantageux de réaliser un état essentiellement sous-revenu proche du pic de limite d'élasticité en compression, c'est à dire un état essentiellement sous-revenu avec les conditions de durée et de température équivalente à celles d'un point N de la courbe de revenu en compression 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  $-1 < P_N \leq 3$  et de préférence  $-0,5 < P_N \leq 2,3$ .

**[0029]** Les produits laminés obtenus par le procédé selon l'invention ont, une épaisseur comprise entre 8 et 50 mm, et à mi-épaisseur au moins une des combinaisons de caractéristiques suivantes :

(i) pour des épaisseurs de 8 à 15 mm, à mi-épaisseur, une limite d'élasticité en traction  $R_{p0,2(L)} \geq 600$  MPa et de préférence  $R_{p0,2(L)} \geq 610$  MPa, une limite d'élasticité en compression  $R_{p0,2(L)} \geq 620$  MPa et de préférence  $R_{p0,2(L)} \geq 630$  MPa et une ténacité telle que  $K_{1C}(L-T) \geq 28$  MPa $\sqrt{m}$  et de préférence  $K_{1C}(L-T) \geq 32$  MPa $\sqrt{m}$  et/ou  $K_{app}(L-T) \geq 73$  MPa $\sqrt{m}$  et de préférence  $K_{app}(L-T) \geq 79$  MPa $\sqrt{m}$ , pour des éprouvettes CCT de largeur 300 mm et d'épaisseur 6,35 mm,

(ii) pour des épaisseurs de 8 à 15 mm, à mi-épaisseur, une limite d'élasticité en traction  $R_{p0,2(L)} \geq 630$  MPa et de préférence  $R_{p0,2(L)} \geq 640$  MPa, une limite d'élasticité en compression  $R_{p0,2(L)} \geq 640$  MPa et de préférence  $R_{p0,2(L)}$

## EP 2 655 680 B1

≥ 650 MPa et une ténacité telle que  $K_{1C} (L-T) \geq 26 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  et de préférence  $K_{1C} (L-T) \geq 30 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  et/ou  $K_{app} (L-T) \geq 63 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  et de préférence  $K_{app} (L-T) \geq 69 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , pour des éprouvettes CCT de largeur 300 mm et d'épaisseur 6,35 mm,

(iii) pour des épaisseurs de 15 à 50 mm, à mi-épaisseur, une limite d'élasticité en traction  $R_{p0,2}(L) \geq 610 \text{ MPa}$  et de préférence  $R_{p0,2}(L) \geq 620 \text{ MPa}$ , une limite d'élasticité en compression  $R_{p0,2}(L) \geq 620 \text{ MPa}$  et de préférence  $R_{p0,2}(L) \geq 630 \text{ MPa}$  et une ténacité  $K_{1C} (L-T) \geq 22 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  et de préférence  $K_{1C} (L-T) \geq 24 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ,

(iv) pour des épaisseurs de 15 à 50 mm, à mi-épaisseur, une limite d'élasticité en traction  $R_{p0,2}(L) \geq 600 \text{ MPa}$  et de préférence  $R_{p0,2}(L) \geq 610 \text{ MPa}$ , une limite d'élasticité en compression  $R_{p0,2}(L) \geq 580 \text{ MPa}$  et de préférence  $R_{p0,2}(L) \geq 590 \text{ MPa}$  et une ténacité  $K_{1C} (L-T) \geq 24 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  et de préférence  $K_{1C} (L-T) \geq 26 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ .

**[0030]** Des éléments de structure d'avion selon l'invention comprennent des produits selon l'invention. Un élément de structure d'avion préféré est une peau de voilure extradados.

**[0031]** 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 d'éléments extradados d'aile d'avion.

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

### Exemples

Exemple 1.

**[0033]** L'exemple 1 ne fait pas partie de l'invention mais est utile à la compréhension de l'invention.

**[0034]** Dans cet exemple, une plaque de section 406 x 1520 mm en alliage dont la composition est donnée dans le tableau 1 a été coulée.

Tableau 1. Composition en % en poids et densité de l'alliage N°1

Alliage	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ag	Li	Zr	Ti	Densité (g/cm <sup>3</sup> )
N°1	0,03	0,05	4,56	0,38	0,42	0,02	0,31	1,09	0,13	0,03	2.727

**[0035]** La plaque a été homogénéisée à environ 500 °C pendant environ 20 heures. La plaque a été laminée à chaud à une température supérieure à 445 °C pour obtenir des tôles d'épaisseur 25 mm. Les tôles ont été mises en solution à environ 510 °C pendant 5h, trempées avec de l'eau à 20 °C. Les tôles ont ensuite été tractionnées avec un allongement permanent compris entre 2% et 6%.

**[0036]** Les tôles ont subi un revenu mono palier de 40 h à 155 °C pour les tractions à 2 et 3%, 30h pour 4% et 20h pour 6%, ce revenu permettant d'atteindre une limite d'élasticité en traction et en compression au pic ou proche du pic. Des échantillons ont été prélevés à mi-épaisseur pour mesurer les caractéristiques mécaniques statiques en traction et en compression ainsi que la ténacité  $K_Q$ . Les éprouvettes utilisées pour la mesure de ténacité avaient une largeur  $W = 40 \text{ mm}$  et une épaisseur  $B = 20 \text{ mm}$ . Les mesures effectuées étaient valides selon la norme ASTM E399. Les résultats sont présentés dans le Tableau 2.

**[0037]** La structure des tôles obtenues était essentiellement non-recristallisée. Le taux de structure granulaire non-cristallisée à mi-épaisseur était de 90%.

## EP 2 655 680 B1

Tableau 2. Propriétés mécaniques obtenues pour les différentes tôles.

Alliage	Revenu	Allongement permanent lors de la traction contrôlée	Rp <sub>0,2</sub> L Traction (Mpa)	Rp <sub>0,2</sub> L Compression (Mpa)	K <sub>1C</sub> (MPa.m <sup>1/2</sup> ) L-T
N°1	40h 155°C	2%	621	639	24,2
	40h 155°C	3%	627	633	
	30h 155 °C	4%	633	629	
	20h 155 °C	6%	635	622	23.4

**[0038]** La figure 2 présente l'évolution de la limite d'élasticité en traction et en compression en fonction de l'allongement permanent lors de la traction contrôlée. Pour un allongement permanent lors de la traction compris entre 2 et 3,5 % un compromis favorable est obtenu entre la limite d'élasticité en compression et la limite d'élasticité en traction. Ainsi dans ces conditions, la limite d'élasticité en compression est supérieure à la limite d'élasticité en traction, la d'élasticité en traction restant supérieure à 620 MPa.

### Exemple 2

**[0039]** Dans cet exemple, plusieurs plaques de section 120 x 80 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.

Alliage	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ag	Li	Zr	Ti	Densité (g/cm <sup>3</sup> )
N°2	0,03	0,04	4,34	-	0,30	-	0,37	0,91	0,14	0,02	2,717
N°3	0,03	0,06	4,37	-	0,58	-	0,36	0,89	0,14	0,03	2,715
N°4	0,03	0,05	4,31	-	0,33	-	0,37	1,14	0,14	0,03	2,698
N°5	0,03	0,05	4,37	-	0,58	-	0,36	1,15	0,13	0,03	2,694

**[0040]** Les plaques ont été homogénéisées par un traitement bi-palier de 8h à 500°C suivi de 12h à 510°C puis scalpées. Après homogénéisation, les plaques ont été laminées à chaud pour obtenir des tôles ayant une épaisseur de 9,4 mm avec réchauffage intermédiaire au cas où la température diminue à moins 400 °C. Les tôles ont été mises en solution 5h à environ 510 °C, trempées à l'eau froide et tractionnées avec un allongement permanent de 3%.

**[0041]** La structure des tôles obtenues était essentiellement non-recristallisée. Le taux de structure granulaire non-cristallisée à mi-épaisseur était de 90%.

**[0042]** Les tôles ont subi un revenu compris entre 15 h et 50 h à 155 °C. Des échantillons ont été prélevés à mi-épaisseur pour mesurer les caractéristiques mécaniques statiques en traction, en compression ainsi que la ténacité K<sub>Q</sub>. Les éprouvettes utilisées pour la mesure de ténacité avaient une largeur W=25 mm et une épaisseur B = 8 mm. Les critères de validité de K<sub>1C</sub> ont été remplis pour certains échantillons. Des mesures de ténacité ont également été obtenues sur des échantillons CCT de largeur 300 mm et d'épaisseur 6.35 mm. Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau 4.



## EP 2 655 680 B1

Tableau 4 Propriétés mécaniques obtenues pour les différentes tôles

	Alliage	durée de revenu à 155°C	Propriétés en tension			Propriété en compression		Ténacité	
			R <sub>m</sub> MPa	R <sub>p0,2</sub> MPa Tension	A (%)	R <sub>p0,2</sub> MPa Compression	P <sub>N</sub> (MPa/h)	K <sub>Q</sub> (MPa.m <sup>1/2</sup> ) L-T	K <sub>app</sub> (MPa.m <sup>1/2</sup> ) L- T CCT 300
5  10	N°2	8	582	525	11,8	504			
		15	625	588	10,3	603	14,2	41,6	
		20	640	609	10,7	631	5,6	38,6 (K <sub>1C</sub> )	
		30	635	606	9,6	622	-1,0	37,6	
		50	645	618	9,7	641	0,9	31,5 (K <sub>1C</sub> )	76
15	N°3	8	592	545	10,5	536			
		15	633	602	9,4	613	11,0	41,9	
		20	640	613	8,0	625	2,3	39,7(K <sub>1C</sub> )	
20		30	640	613	9,6	623	-0,2	40,9	
		50	649	626	8,9	647	1,2	35,3 (K <sub>1C</sub> )	82
25	N°4	8	619	571	9,7	591			
		15	657	629	10,0	634	6,1	36,4 (K <sub>1C</sub> )	
		20	668	642	9,7	649	3,0	31,5	
		30	671	647	8,0	652	0,3	33,6 (K <sub>1C</sub> )	66
		50	674	653	8,2	668	0,8	28,1 (K <sub>1C</sub> )	
30	N°5	8	622	588	7,7	576			
		15	645	620	8,3	631	7,8	35,7	
		20	667	643	9,4	658	5,4	32,6	
		30	669	650	7,0	654	-0,4	30,9	72
		50	665	645	8,6			29,1 (K <sub>1C</sub> )	

**[0043]** La Figure 3 illustre le compromis obtenu entre la limite d'élasticité en compression et la ténacité K<sub>app</sub>.

**[0044]** La combinaison de la composition selon l'invention (Alliage N°3) avec le procédé selon l'invention conduit, en particulier pour un revenu de 50 heures à 155 °C, revenu étant le plus favorable du point de vue du de la stabilité thermique, à un compromis particulièrement favorable entre limite d'élasticité en compression, limite d'élasticité en traction et ténacité.

Exemple 3.

**[0045]** Dans cet exemple, une plaque de section 406 x 1525 mm en alliage du procédé selon l'invention dont la composition est donnée dans le tableau 5 a été coulée.

Tableau 5. Composition en % en poids et densité de l'alliage N°1

Alliage	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ag	Li	Zr	Ti	Densité (g/cm <sup>3</sup> )
N°6	0,02	0,03	4,3	-	0,58	<0,01	0,34	0,88	0,13	0,04	2.714

**[0046]** La plaque a été homogénéisée à environ 500 °C pendant environ 30 heures. La plaque a été laminée à chaud à une température supérieure à 400 °C pour obtenir des tôles d'épaisseur 25 mm. Les tôles ont été mises en solution à environ 510 °C pendant 5h, trempées avec de l'eau à 20 °C. Les tôles ont ensuite été tractionnées avec un allongement permanent de 2% ou 3%.

**[0047]** Les tôles ont subi un revenu mono palier de 10 h à 30h à 155 °C. Des échantillons ont été prélevés à mi-

épaisseur pour mesurer les caractéristiques mécaniques statiques en traction et en compression ainsi que la ténacité  $K_Q$ . Les éprouvettes utilisées pour la mesure de ténacité avaient une largeur  $W = 40$  mm et une épaisseur  $B = 20$  mm. Les mesures effectuées étaient valides selon la norme ASTM E399. Les résultats sont présentés dans le Tableau 6 [0048] La structure des tôles obtenues était essentiellement non-recristallisée. Le taux de structure granulaire non-cristallisée à mi-épaisseur était supérieur à 90%.

Tableau 6. Propriétés mécaniques obtenues pour les différentes tôles.

	Alliage	Allongement permanent lors de la traction contrôlée	durée de revenu à 155°C	Propriétés en tension			Propriété en compression		Ténacité $K_Q$ (MPa.m <sup>1/2</sup> ) L-T
				R <sub>m</sub> MPa	R <sub>p0,2</sub> MPa	A (%)	R <sub>p0,2</sub> MPa Compression	P <sub>N</sub> (MPa/h)	
10  15  20	6	2 %	10h	585	532	12,6	527		52,3
		2 %	20h	622	590	10,1	593	6,6	33,4 (K <sub>1C</sub> )
		2 %	30h	630	604	9,1	610	1,7	28,4 (K <sub>1C</sub> )
		3 %	10h	604	569	11,7	560		44,4
		3 %	20h	630	606	9,9	599	3,9	30,4 (K <sub>1C</sub> )
		3 %	30h	635	612	9,3	609	1,1	26,4 (K <sub>1C</sub> )

## Revendications

1. Procédé de fabrication d'un produit laminé à base d'alliage d'aluminium dans lequel, successivement,

a) on élabore un bain de métal liquide à base d'aluminium comprenant 4,2 à 4,6 % en poids de Cu, 0,85 à 0,95 % en poids de Li, 0,50 à 0,70 % en poids de Mg, 0,05 à 0,18 % en poids de Zr, 0,05 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, moins de 0,20 % 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 plaque de laminage à partir dudit bain de métal liquide ;

c) on homogénéise ladite plaque de laminage de façon à atteindre 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 lamine à chaud ladite plaque de laminage en une tôle jusqu'à une épaisseur comprise entre 8 et 50 mm en maintenant la température supérieure à 400 °C et de préférence supérieure à 420 °C,

e) on met en solution ladite tôle entre 490 et 530 °C pendant 15 min à 8 h et on trempe ledit produit ;

f) on tractionne de façon contrôlée ladite tôle avec une déformation permanente de 2 à 3,0 % et préférentiellement de 2,0 à 3,0 %,

g) on réalise un revenu dans lequel ladite tôle atteint 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 70h,

étant entendu qu'on ne réalise pas de déformation à froid significative de ladite tôle, notamment par laminage à froid, entre le laminage à chaud d) et la mise en solution e).

2. Procédé selon la revendication 1 dans lequel la teneur en Cu est comprise entre 4,3 et 4,4 % en poids.

3. Procédé selon une quelconque des revendications 1 à 2 dans lequel la teneur en Mg est comprise entre 0,53 et 0,65 % en poids.

4. Procédé selon une quelconque des revendications 1 à 3 dans lequel la teneur en Mn est inférieure à 0,1 % en poids et de préférence inférieure à 0,05 % en poids.

5. Procédé selon une quelconque des revendications 1 à 4 dans lequel les teneurs en Fe et en Si sont chacune au plus de 0,08 % en poids et/ou la teneur en Ti est comprise entre 0,01 et 0,10 % en poids et la teneur en Cr, Sc et Hf est au maximum 0,05 % en

poids et/ou

la teneur en Zn est au plus de 0,15 % en poids et de manière préférée au plus de 0,05 % en poids.

6. Procédé selon une quelconque des revendications 1 à 5 dans lequel la déformation permanente par traction contrôlée est choisie de manière à obtenir une limite d'élasticité en compression au moins égale à la limite d'élasticité en traction.

7. Procédé selon une quelconque des revendications 1 à 6 dans lequel on réalise la traction contrôlée directement après mise en solution et trempe.

8. Procédé selon une quelconque des revendications 1 à 7 dans lequel le revenu est un sous-revenu proche du pic de limite d'élasticité en compression.

9. Produit laminé d'épaisseur comprise entre 8 et 50 mm et de structure granulaire essentiellement non-recristallisée susceptible d'être obtenu par le procédé selon une quelconque des revendications 1 à 8 ayant à mi-épaisseur au moins une des combinaisons de caractéristiques suivantes :

(i) pour des épaisseurs de 8 à 15 mm, à mi-épaisseur, une limite d'élasticité en traction  $R_{p0,2}(L) \geq 600$  MPa et de préférence  $R_{p0,2}(L) \geq 610$  MPa, une limite d'élasticité en compression  $R_{p0,2}(L) \geq 620$  MPa et de préférence  $R_{p0,2}(L) \geq 630$  MPa et une ténacité telle que  $K_{1C}(L-T) \geq 28$  MPa $\sqrt{m}$  et de préférence  $K_{1C}(L-T) \geq 32$  MPa $\sqrt{m}$  et/ou  $K_{app}(L-T) \geq 73$  MPa $\sqrt{m}$  et de préférence  $K_{app}(L-T) \geq 79$  MPa $\sqrt{m}$ , pour des éprouvettes CCT de largeur 300 mm et d'épaisseur 6,35 mm,

(ii) pour des épaisseurs de 8 à 15 mm, à mi-épaisseur, une limite d'élasticité en traction  $R_{p0,2}(L) \geq 630$  MPa et de préférence  $R_{p0,2}(L) \geq 640$  MPa, une limite d'élasticité en compression  $R_{p0,2}(L) \geq 640$  MPa et de préférence  $R_{p0,2}(L) \geq 650$  MPa et une ténacité telle que  $K_{1C}(L-T) \geq 26$  MPa $\sqrt{m}$  et de préférence  $K_{1C}(L-T) \geq 30$  MPa $\sqrt{m}$  et/ou  $K_{app}(L-T) \geq 63$  MPa $\sqrt{m}$  et de préférence  $K_{app}(L-T) \geq 69$  MPa $\sqrt{m}$ , pour des éprouvettes CCT de largeur 300 mm et d'épaisseur 6,35 mm,

(iii) pour des épaisseurs de 15 à 50 mm, à mi-épaisseur, une limite d'élasticité en traction  $R_{p0,2}(L) \geq 610$  MPa et de préférence  $R_{p0,2}(L) \geq 620$  MPa, une limite d'élasticité en compression  $R_{p0,2}(L) \geq 620$  MPa et de préférence  $R_{p0,2}(L) \geq 630$  MPa et une ténacité  $K_{1C}(L-T) \geq 22$  MPa $\sqrt{m}$  et de préférence  $K_{1C}(L-T) \geq 24$  MPa $\sqrt{m}$ ,

(iv) pour des épaisseurs de 15 à 50 mm, à mi-épaisseur, une limite d'élasticité en traction  $R_{p0,2}(L) \geq 580$  MPa et de préférence  $R_{p0,2}(L) \geq 590$  MPa, une limite d'élasticité en compression  $R_{p0,2}(L) \geq 600$  MPa et de préférence  $R_{p0,2}(L) \geq 610$  MPa et une ténacité  $K_{1C}(L-T) \geq 24$  MPa $\sqrt{m}$  et de préférence  $K_{1C}(L-T) \geq 26$  MPa $\sqrt{m}$ .

10. Élément de structure d'avion, de préférence une peau de voilure extradors, comprenant un produit selon la revendication 9.

11. Utilisation produit selon la revendication 9 ou d'un élément de structure selon la revendication 10 pour la construction aéronautique.

## Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines Walzerzeugnisses aus einer Legierung auf Aluminiumbasis, bei dem nacheinander

a) ein Flüssigmetallbad auf Aluminiumbasis hergestellt wird, enthaltend 4,2 bis 4,6 Gew.-% Cu, 0,85 bis 0,95 Gew.-% Li, 0,50 bis 0,70 Gew.-% Mg, 0,05 bis 0,18 Gew.-% Zr, 0,05 bis 0,5 Gew.-% Ag, 0,0 bis 0,5 Gew.-% Mn, maximal 0,20 Gew.-% Fe + Si, weniger als 0,20 Gew.-% Zn, wenigstens ein Element ausgewählt unter Cr, Sc, Hf und Ti, wobei die Menge des Elements, falls ausgewählt, 0,05 bis 0,3 Gew.-% für Cr und für Sc, 0,05 bis 0,5 Gew.-% für Hf und 0,01 bis 0,15 Gew.-% für Ti beträgt, weitere Elemente jeweils maximal 0,05 Gew.-% und insgesamt 0,15 Gew.-%, Rest Aluminium;

b) aus dem Flüssigmetallbad ein Walzbarren gegossen wird;

c) der Walzbarren so homogenisiert wird, dass eine Temperatur zwischen 450 °C und 550 °C und vorzugsweise zwischen 480 °C und 530 °C für eine Dauer von 5 bis 60 Stunden erreicht wird;

d) der Walzbarren zu einem Blech bis zu einer Dicke zwischen 8 und 50 mm warmgewalzt und dabei die Temperatur oberhalb von 400 °C und vorzugsweise oberhalb von 420 °C gehalten wird,

e) das Blech zwischen 490 °C und 530 °C während 15 Minuten bis 8 Stunden lösungsgeglüht wird und das Erzeugnis abgeschreckt wird;

f) das Blech kontrolliert gereckt wird, mit einer bleibenden Verformung von 2 bis 3,0 % und vorzugsweise 2,0

bis 3,0 %,

g) eine Auslagerungsbehandlung durchgeführt wird, bei der das Blech eine Temperatur zwischen 130 und 170 °C und vorzugsweise zwischen 150 und 160 °C für 5 bis 100 Stunden und vorzugsweise 10 bis 70 Stunden erreicht,

wobei keine signifikante Kaltumformung des Blechs, insbesondere durch Kaltwalzen, zwischen dem Warmwalzen d) und dem Lösungsglühen e) durchgeführt wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, wobei der Gehalt an Cu zwischen 4,3 und 4,4 Gew.-% beträgt.

3. Verfahren nach irgendeinem der Ansprüche 1 bis 2, wobei der Gehalt an Mg zwischen 0,53 und 0,65 Gew.-% beträgt.

4. Verfahren nach irgendeinem der Ansprüche 1 bis 3, wobei der Gehalt an Mn weniger als 0,1 Gew.-% und vorzugsweise weniger als 0,05 Gew.-% beträgt.

5. Verfahren nach irgendeinem der Ansprüche 1 bis 4, wobei die Gehalte an Fe und Si jeweils maximal 0,08 Gew.-% betragen, und/oder der Gehalt an Ti zwischen 0,01 und 0,10 Gew.-% und der Gehalt an Cr, Sc und Hf maximal 0,05 Gew.-% beträgt, und/oder der Gehalt an Zn maximal 0,15 Gew.-% und bevorzugt maximal 0,05 Gew.-% beträgt.

6. Verfahren nach irgendeinem der Ansprüche 1 bis 5, bei dem die bleibende Verformung durch kontrolliertes Recken so gewählt wird, dass eine Druckstreckgrenze erhalten wird, die mindestens gleich der Zugstreckgrenze ist.

7. Verfahren nach irgendeinem der Ansprüche 1 bis 6, bei dem das kontrollierte Recken unmittelbar nach dem Lösungsglühen und Abschrecken durchgeführt wird.

8. Verfahren nach irgendeinem der Ansprüche 1 bis 7, bei dem die Auslagerungsbehandlung eine Unteralterung nahe der maximalen Druckstreckgrenze ist.

9. Walzerzeugnis mit einer Dicke zwischen 8 und 50 mm und einer im Wesentlichen nichtrekristallisierten Kornstruktur, welches durch das Verfahren nach irgendeinem der Ansprüche 1 bis 8 herstellbar ist und auf halber Dicke mindestens eine der folgenden Eigenschaftskombinationen aufweist:

- (i) bei Dicken von 8 bis 15 mm, auf halber Dicke, eine Zugstreckgrenze  $R_{p0,2}(L) \geq 600$  MPa und vorzugsweise  $R_{p0,2}(L) \geq 610$  MPa, eine Druckstreckgrenze  $R_{p0,2}(L) \geq 620$  MPa und vorzugsweise  $R_{p0,2}(L) \geq 630$  MPa, und eine solche Zähigkeit, dass  $K_{IC}(L-T) \geq 28$  MPa $\sqrt{m}$  und vorzugsweise  $K_{IC}(L-T) \geq 32$  MPa $\sqrt{m}$  und/oder  $K_{app}(L-T) \geq 73$  MPa $\sqrt{m}$  und vorzugsweise  $K_{app}(L-T) \geq 79$  MPa $\sqrt{m}$ , für CCT-Proben von 300 mm Breite und 6,35 mm Dicke,
- (ii) bei Dicken von 8 bis 15 mm, auf halber Dicke, eine Zugstreckgrenze  $R_{p0,2}(L) \geq 630$  MPa und vorzugsweise  $R_{p0,2}(L) \geq 640$  MPa, eine Druckstreckgrenze  $R_{p0,2}(L) \geq 640$  MPa und vorzugsweise  $R_{p0,2}(L) \geq 650$  MPa, und eine solche Zähigkeit, dass  $K_{IC}(L-T) \geq 26$  MPa $\sqrt{m}$  und vorzugsweise  $K_{IC}(L-T) \geq 30$  MPa $\sqrt{m}$  und/oder  $K_{app}(L-T) \geq 63$  MPa $\sqrt{m}$  und vorzugsweise  $K_{app}(L-T) \geq 69$  MPa $\sqrt{m}$ , für CCT-Proben von 300 mm Breite und 6,35 mm Dicke,
- (iii) bei Dicken von 15 bis 50 mm, auf halber Dicke, eine Zugstreckgrenze  $R_{p0,2}(L) \geq 610$  MPa und vorzugsweise  $R_{p0,2}(L) \geq 620$  MPa, eine Druckstreckgrenze  $R_{p0,2}(L) \geq 620$  MPa und vorzugsweise  $R_{p0,2}(L) \geq 630$  MPa, und eine Zähigkeit  $K_{IC}(L-T) \geq 22$  MPa $\sqrt{m}$  und vorzugsweise  $K_{IC}(L-T) \geq 24$  MPa $\sqrt{m}$ ,
- (iv) bei Dicken von 15 bis 50 mm, auf halber Dicke, eine Zugstreckgrenze  $R_{p0,2}(L) \geq 580$  MPa und vorzugsweise  $R_{p0,2}(L) \geq 590$  MPa, eine Druckstreckgrenze  $R_{p0,2}(L) \geq 600$  MPa und vorzugsweise  $R_{p0,2}(L) \geq 610$  MPa, und eine Zähigkeit  $K_{IC}(L-T) \geq 24$  MPa $\sqrt{m}$  und vorzugsweise  $K_{IC}(L-T) \geq 26$  MPa $\sqrt{m}$ .

10. Strukturbauteil eines Flugzeugs, vorzugsweise eine Außenhaut für die Flügelsaugseite, welches ein Erzeugnis nach Anspruch 9 umfasst.

11. Verwendung eines Erzeugnisses nach Anspruch 9 oder eines Strukturbauteils nach Anspruch 10 für den Flugzeugbau.

## Claims

1. Process for manufacturing a rolled product containing aluminium alloy wherein, the following steps are performed in succession,

a) a molten metal bath containing aluminium is produced comprising 4.2 to 4.6% Cu by weight, 0.85 to 0.95% Li by weight, 0.50 to 0.70% Mg by weight, 0.05 to 0.18% Zr by weight, 0.05 to 0.5% Ag by weight, 0.0 to 0.5% Mn by weight, at the most 0.20% Fe + Si by weight, less than 0.20% Zn by weight, at least one element chosen from Cr, Sc, Hf and Ti, the quantity of said element, if it is 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, other elements at most 0.05% by weight each and 0.15% by weight in total, the rest aluminium;

b) a rolling ingot is cast from said molten metal bath;

c) said rolling ingot is homogenised in order to reach a temperature ranging between 450°C and 550° and preferably between 480°C and 530°C for a period ranging between 5 and 60 hours;

d) said rolling ingot is hot rolled into a plate up to a thickness between 8 and 50 mm, maintaining the temperature higher than 400°C and preferably higher than 420°C,

e) said plate undergoes solution heat treatment between 490 and 530°C for 15 min to 8 hours and said product is quenched;

f) said plate undergoes controlled stretching with a permanent set of 2 to 3.0% and preferably of 2.0 to 3.0%,

g) aging is performed wherein said plate reaches a temperature ranging between 130 and 170°C and preferably between 150 and 160°C for 5 to 100 hours and preferably from 10 to 70 hours,

given that no significant cold working is carried out on said plate, in particular by cold rolling, between hot rolling d) and solution heat treatment e).

2. Process according to claim 1 wherein the Cu content ranges between 4.3 and 4.4% by weight.
3. Process according to any one of claims 1 to 2 wherein the Mg content ranges between 0.53 and 0.65% by weight.
4. Process according to any of claims 1 to 3 wherein the Mn content is lower than 0.1% by weight and preferably lower than 0.05% by weight.
5. Process according to any one of claims 1 to 4 wherein  
the Fe and Si contents are each at the most 0.08% by weight and/or  
the Ti content ranges between 0.01 and 0.10% by weight and the Cr, Sc and Hf content is at the most 0.05% by weight and/or  
the Zn content is at the most 0.15% by weight and preferably at the most 0.05% by weight.
6. Process according to any one of claims 1 to 5 wherein the permanent set by controlled traction is selected so as to obtain a compressive yield strength at least equal to the tensile yield strength.
7. Process according to any one of claims 1 to 6 wherein controlled stretching is carried out directly after solution treatment and quenching.
8. Process according to any one of claims 1 to 7 wherein the aging is under-aging close to the peak compressive yield strength.
9. Rolled product of thickness between 8 and 50 mm and essentially unrecrystallised granular structure likely to be obtained by the process according to any one of claims 1 to 8 having at mid-thickness at least one of the following combinations of characteristics:

(i) for thicknesses from 8 to 15 mm, at mid-thickness, a tensile yield strength  $R_{p0.2}(L) \geq 600$  MPa and preferably  $R_{p0.2}(L) \geq 610$  MPa, a compressive yield strength  $R_{p0.2}(L) \geq 620$  MPa and preferably  $R_{p0.2}(L) \geq 630$  MPa and toughness such that  $K_{1C}(L-T) \geq 28$  MPa $\sqrt{m}$  and preferably  $K_{1C}(L-T) \geq 32$  MPa $\sqrt{m}$  and/or  $K_{app}(L-T) \geq 73$  MPa $\sqrt{m}$  and preferably  $K_{app}(L-T) \geq 79$  MPa $\sqrt{m}$ , for 300 mm wide and 6.35 mm thick CCT test specimens,

(ii) for thicknesses from 8 to 15 mm, at mid-thickness, a tensile yield strength  $R_{p0.2}(L) \geq 630$  MPa and preferably  $R_{p0.2}(L) \geq 640$  MPa, a compressive yield strength  $R_{p0.2}(L) \geq 640$  MPa and preferably  $R_{p0.2}(L) \geq 650$  MPa and toughness such that  $K_{1C}(L-T) \geq 26$  MPa $\sqrt{m}$  and preferably  $K_{1C}(L-T) \geq 30$  MPa $\sqrt{m}$  and/or  $K_{app}(L-T) \geq 63$  MPa $\sqrt{m}$

## EP 2 655 680 B1

and preferably  $K_{app} (L-T) \geq 69 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , for 300 mm wide and 6.35 mm thick CCT test specimens,  
(iii) for thicknesses from 15 to 50 mm, at mid-thickness, a tensile yield strength  $R_{p0.2} (L) \geq 610 \text{ MPa}$  and preferably  $R_{p0.2} (L) \geq 620 \text{ MPa}$ , a compressive yield strength  $R_{p0.2} (L) \geq 620 \text{ MPa}$  and preferably  $R_{p0.2} (L) \geq 630 \text{ MPa}$  and toughness such that  $K_{1C} (L-T) \geq 22 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  and preferably  $K_{1C} (L-T) \geq 24 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ,  
(iv) for thicknesses from 15 to 50 mm, at mid-thickness, a tensile yield strength  $R_{p0.2} (L) \geq 580 \text{ MPa}$  and preferably  $R_{p0.2} (L) \geq 590 \text{ MPa}$ , a compressive yield strength  $R_{p0.2} (L) \geq 600 \text{ MPa}$  and preferably  $R_{p0.2} (L) \geq 610 \text{ MPa}$  and toughness such that  $K_{1C} (L-T) \geq 24 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  and preferably  $K_{1C} (L-T) \geq 26 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ .

10. Airplane structural element, preferably an upper wing skin, including a product according to claim 9.

11. Use of the product according to claim 9 or of a structural element according to claim 11 for aircraft construction.

Figure 1

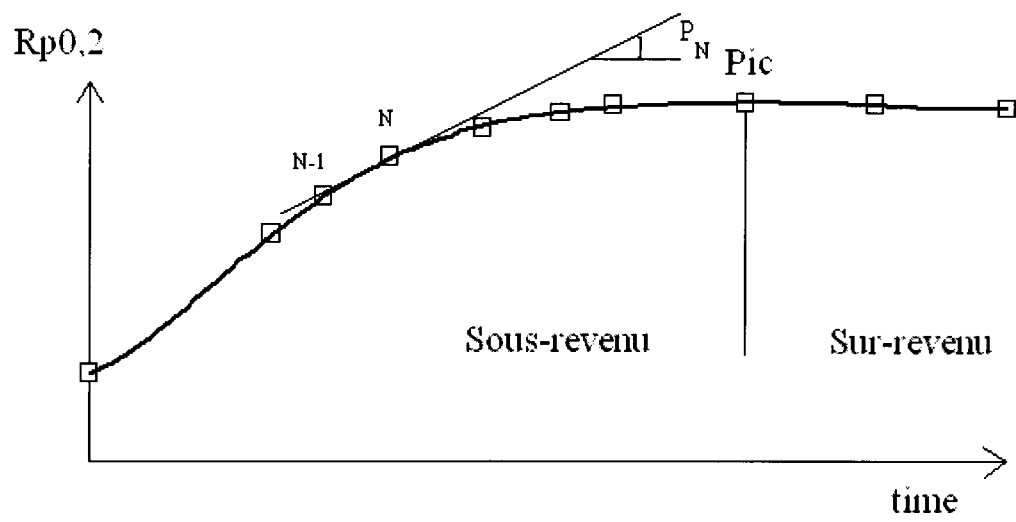


Figure 2

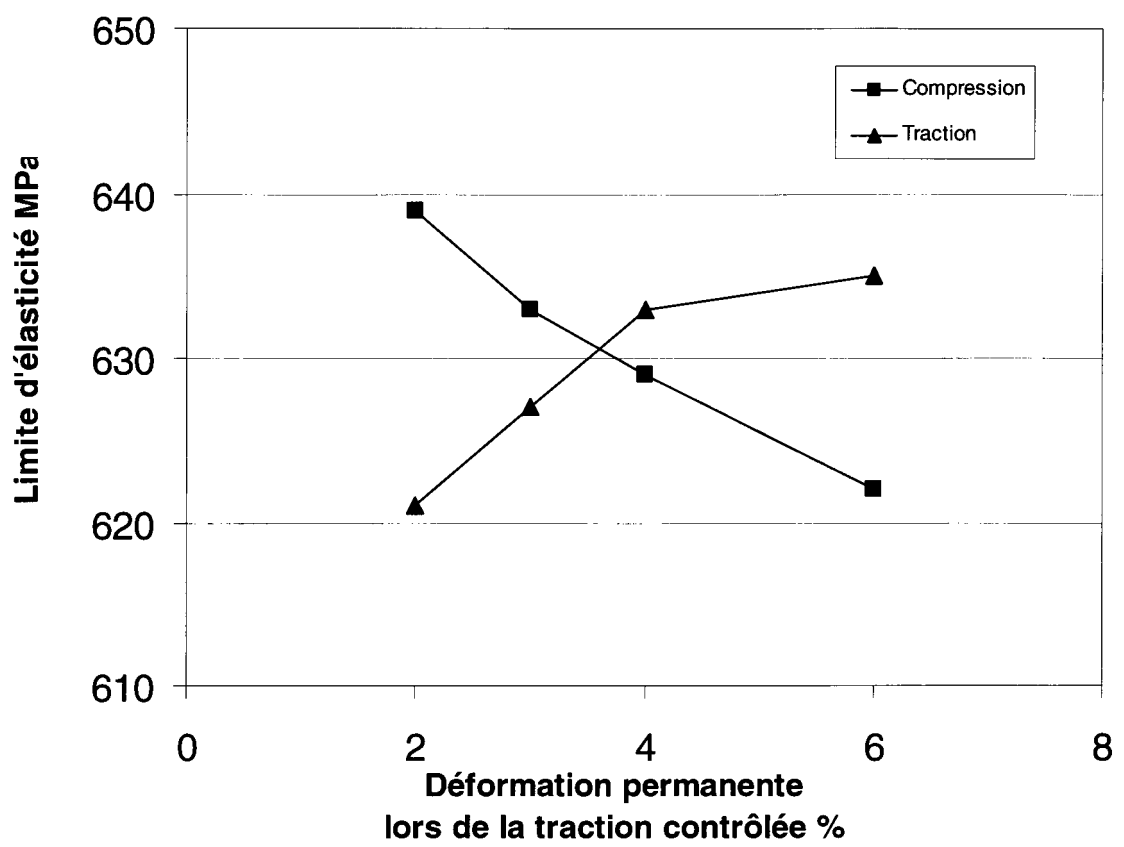
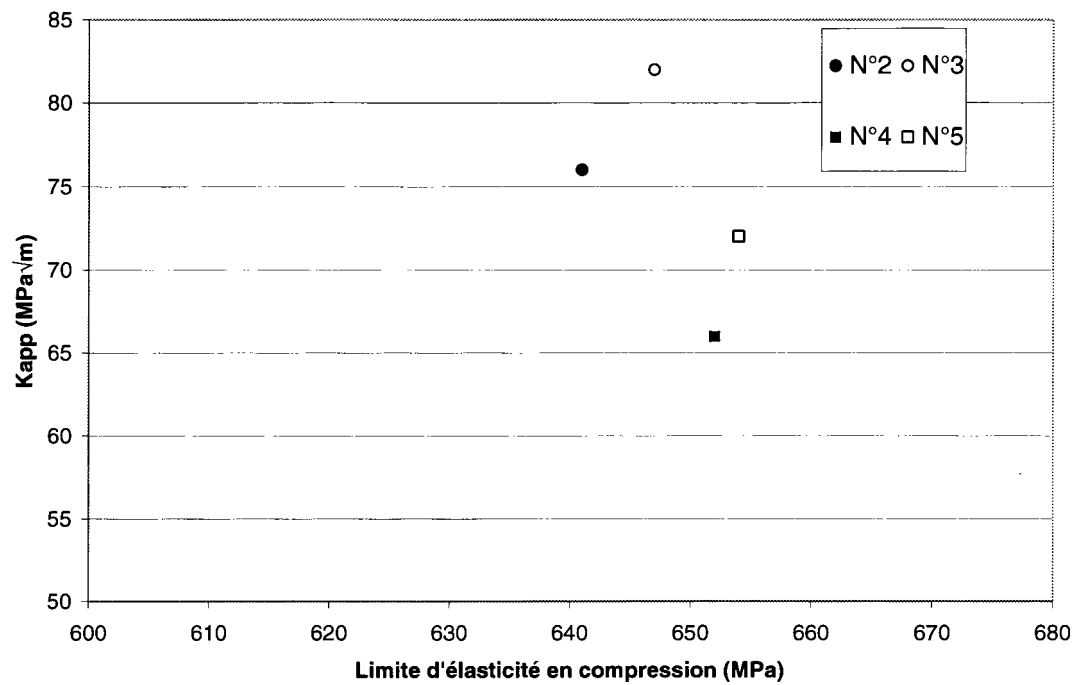




Figure 3 :



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

### Littérature non-brevet citée dans la description

- Aluminum Standards and Data. The Aluminium Association, 2-12, 2-13 [0016]