



(11)

EP 2 984 195 B1

(12)

FASCICULE DE BREVET EUROPEEN

(45) Date de publication et mention
de la délivrance du brevet:
16.01.2019 Bulletin 2019/03

(51) Int Cl.:
C22C 21/14 ^(2006.01) **C22C 21/18** ^(2006.01)
C22C 21/12 ^(2006.01) **C22C 21/16** ^(2006.01)
C22F 1/057 ^(2006.01) **B22D 7/00** ^(2006.01)

(21) Numéro de dépôt: **14721432.4**

(86) Numéro de dépôt international:
PCT/FR2014/000076

(22) Date de dépôt: **07.04.2014**

(87) Numéro de publication internationale:
WO 2014/167191 (16.10.2014 Gazette 2014/42)

(54) **PROCÉDÉ DE TRANSFORMATION DE TÔLES EN ALLIAGE AL-CU-LI AMÉLIORANT LA FORMABILITÉ ET LA RÉSISTANCE À LA CORROSION**

VERFAHREN ZUR UMFORMUNG VON BLECHEN AUS AL-CU-LI-LEGIERUNG FÜR
VERBESSERTE FORMBARKEIT UND KORROSIONSBESTÄNDIGKEIT

PROCESS OF MANUFACTURING A ROLLED AL-CU-LI SHEET WITH IMPROVED FORMABILITY
AND CORROSION RESISTANCE

(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**

• **EBERL, Frank**
63500 Issoire (FR)

(30) Priorité: **12.04.2013 FR 1300870**

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

(43) Date de publication de la demande:
17.02.2016 Bulletin 2016/07

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

(56) Documents cités:
**EP-A1- 1 045 043 WO-A1-2006/131627
WO-A1-2007/080267 US-A- 5 455 003
US-A1- 2004 071 586 US-A1- 2009 142 222
US-B2- 7 229 509**

(72) Inventeurs:
• **SIGLI, Christophe**
38000 Grenoble (FR)
• **BES, Bernard**
38180 Seyssins (FR)

EP 2 984 195 B1

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).

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.
- 15 **[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 5,455,003 décrit un procédé de fabrication d'alliages Al-Cu-Li qui présentent une résistance mécanique et une ténacité améliorées 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.
- 20 **[0006]** 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.
- [0007]** 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.
- [0008]** 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
- 25 moins un élément pour le contrôle de la structure granulaire. Cette demande décrit également un procédé de fabrication de produits filés.
- [0009]** Le brevet EP 1,966,402, tout comme la demande WO2007080267, décrit un alliage ne contenant pas de zirconium destiné à des tôles de fuselage de structure essentiellement recristallisée comprenant (en % en poids) (2,1-2,8)Cu, (1,1-1,7) Li, (0,2-0,6) Mg, (0,1-0,8) Ag, (0,2-0,6) Mn. Les produits obtenus à l'état T8 ne sont pas aptes à une mise en forme importante, avec notamment un rapport $R_m/R_{p0.2}$ inférieur à 1,2 dans les directions L et LT. Ce document décrit un revenu par chauffage à 140 à 170°C pendant 5 à 80 heures.
- 30 **[0010]** Le brevet EP 1,891,247, tout comme la demande WO2006131627, décrit un alliage destiné à des tôles de fuselage comprenant (en % en poids) (3,0-3,4)Cu, (0,8-1,2) Li, (0,2-0,6) Mg, (0,2-0,5) Ag et au moins un élément parmi Zr, Mn, Cr, Sc, Hf et Ti, dans lequel les teneurs en Cu et en Li répondent à la condition $Cu + 5/3 Li < 5,2$. Les produits obtenus à l'état T8 ne sont pas apte à une mise en forme importante, avec notamment un rapport $R_m/R_{p0.2}$ inférieur à 1,2 dans les directions L et LT. Il a de plus été constaté que l'énergie globale à rupture mesurée par test Kahn qui est reliée à la ténacité diminue avec la déformation et de façon plus brutale pour une déformation de 6%, ce qui pose le problème de l'obtention d'une ténacité élevée quelque soit le taux de déformation local lors de la mise en forme. Ce
- 35 document décrit un revenu par chauffage à 140 à 170 °C pendant 5 à 30 heures.
- [0011]** Le brevet EP 1045043 décrit le procédé de fabrication de pièces formées en alliage de type AA2024, et notamment de pièces fortement déformées, par l'association d'une composition chimique optimisée et de procédés de fabrication particuliers, permettant d'éviter autant que possible la mise en solution sur tôle formée.
- [0012]** Dans l'article « Al-(4.5-6.3)Cu-1.3Li-0.4Ag-0.4Mg-0.14Zr Alloy Weldalite 049 » from Pickens, J R ; Heu-
- 45 baum, F H; Langan, T J ; Kramer, L S publié dans Aluminum--Lithium Alloys. Vol. III; Williamsburg, Virginia; USA; 27-31 Mar. 1989. (March 27, 1989), différents traitements thermique sont décrits pour ces alliages à forte teneur en cuivre.
- [0013]** Pour 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. L'amélioration du compromis entre la résistance mécanique la tolérance aux dommages est constamment recherchée. Par ailleurs leur résistance à la corrosion doit être suffisante que ce soit dans l'état final utilisé ou dans les états intermédiaires au cours de la gamme de fabrication.
- 50 Une autre propriété importante des tôles minces en alliage Al-Cu-Li, notamment celles dont l'épaisseur est comprise entre 0,5 et 10 mm, est l'aptitude à la mise en forme. Ces tôles sont notamment utilisées pour fabriquer des éléments de fuselage d'avion ou des éléments de fusée qui ont une forme générale complexe en 3 dimensions. Pour diminuer le coût de fabrication, les constructeurs aéronautiques cherchent à minimiser le nombre des étapes de formage des tôles, et à utiliser des tôles pouvant être fabriquées de manière peu onéreuse à l'aide de gammes de transformation courtes,
- 55

c'est-à-dire comprenant aussi peu d'étapes individuelles que possible.

Pour la fabrication des panneaux de fuselage, plusieurs procédés sont connus. Pour des faibles déformations lors de la mise en forme, typiquement inférieures à 4 %, il est possible d'approvisionner des tôles dans un état trempé mûri (état " T3 " peu écroui ou " T4 "), et de mettre en forme les tôles dans cet état.

Cependant, dans la plupart des cas, la déformation recherchée est importante, localement d'au moins 5% ou 6%. Une pratique actuelle des constructeurs aéronautiques consiste en général alors à approvisionner des tôles laminées à chaud ou à froid selon l'épaisseur requise, à l'état brut de fabrication (état " F " selon la norme EN 515) à l'état trempé mûri (état " T3 " ou " T4 "), voire à l'état recuit (état « O »), à les soumettre à un traitement thermique de mise en solution suivi d'une trempe, puis à les mettre en forme sur trempe fraîche (état « W »), avant enfin de les soumettre à un vieillissement naturel ou artificiel, de manière à obtenir les caractéristiques mécaniques requises.

Dans une autre pratique, on part d'une tôle dans un état O, voire un état T3, T4 ou à l'état F, on effectue une première opération de mise en forme à partir de cet état, et une deuxième mise en forme après mise en solution et trempe. Cette variante est notamment utilisée lorsque la mise en forme visée est trop importante pour pouvoir être effectuée en une seule opération à partir d'un état W, mais peut cependant être effectuée en deux passes à partir d'un état O. De plus les tôles à l'état O étant stables dans le temps sont plus aisées à transformer. Toutefois, la fabrication de la tôle à l'état O fait intervenir un recuit final de la tôle brute de laminage, et donc généralement une étape de fabrication supplémentaire, et également une mise en solution et une trempe sur le produit formé ce qui est contraire au but de simplification visé par la présente invention.

La mise en forme d'éléments de structure complexes à l'état T8 se limite à des cas de mise en forme peu importante car l'allongement et le rapport $R_m/R_{p0,2}$ sont trop faibles dans cet état.

On notera que les propriétés optimales en termes de compromis de propriétés doivent être obtenues une fois la pièce mise en forme, notamment en tant qu'élément de fuselage, puisque que c'est la pièce mise en forme qui doit en particulier avoir de bonnes performances en tolérance aux dommages pour éviter une réparation trop fréquente d'éléments de fuselage. Il est généralement admis que les fortes déformations après mise en solution et trempe conduisent à une augmentation de la résistance mécanique mais à une forte dégradation de la ténacité.

[0014] Par ailleurs, les tôles qui sont délivrées au fabricant d'avion peuvent être stockées pendant une durée parfois significative avant d'être mises en forme et de subir un revenu. Il convient donc d'éviter que ces tôles soient sensibles à la corrosion de façon notamment à simplifier les conditions de stockage.

[0015] Il existe un besoin pour un procédé de fabrication simplifié permettant la mise en forme des produits laminés en alliage aluminium-cuivre-lithium pour obtenir notamment des éléments de fuselage de façon économique, tout en obtenant des caractéristiques mécaniques satisfaisantes, les produits présentant avant la mise en forme une résistance à la corrosion élevée.

Objet de l'invention

[0016] Un premier objet de l'invention est un procédé de fabrication d'un produit laminé à base d'alliage d'aluminium notamment pour l'industrie aéronautique dans lequel, successivement

a) on élabore un bain de métal liquide à base d'aluminium comprenant 2,1 à 3,9 % en poids de Cu, 0,6 à 2,0 % en poids de Li, 0,1 à 1,0 % en poids de Mg, 0 à 0,6 % en poids d'Ag, 0 à 1 % en poids de Zn, au plus 0,20 % en poids de la somme de Fe et de Si, au moins un élément choisi parmi Zr, Mn, Cr, Sc, Hf et Ti, la quantité dudit élément, s'il est choisi, étant 0,05 à 0,18 % en poids pour Zr, 0,1 à 0,6 % en poids pour Mn, 0,05 à 0,3 % en poids pour Cr, 0,02 à 0,2 % en poids 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) optionnellement, on homogénéise ladite plaque de laminage ;

d) on lamine à chaud et optionnellement à froid ladite plaque de laminage en une tôle d'épaisseur comprise entre 0,5 et 10 mm,

e) on met en solution ladite tôle et on la trempe;

f) optionnellement on réalise un planage et/ou on tractionne de façon contrôlée ladite tôle avec une déformation cumulée d'au moins 0,5% et inférieure à 3%,

g) on réalise un traitement thermique court dans lequel ladite tôle atteint une température comprise entre 145°C et 175°C et de préférence entre 150°C et 170°C pendant 0,1 à 45 minutes et de préférence pendant 0,5 à 5 minutes, la vitesse de chauffage étant comprise entre 3 et 600 °C/min, dans lequel le dit traitement thermique court est réalisé de façon à obtenir un temps équivalent à 150 °C de 0,5 à 35 minutes et de préférence de 1 à 20 minutes, le temps équivalent t_i à 150 °C est défini par la formule :

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

où T (en Kelvin) est la température instantanée de traitement du métal, qui évolue avec le temps t (en minutes), et T_{ref} est une température de référence fixée à 423 K, t_i est exprimé en minutes, 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 et dans lequel, la vitesse de refroidissement est comprise entre 1 et 1000 °C/min.

[0017] Un autre objet de l'invention est un produit laminé susceptible d'être obtenu par le procédé selon l'invention présentant une limite d'élasticité $R_{p0,2}(L)$ et/ou $R_{p0,2}(LT)$ comprise entre 75% et 90 %, préférentiellement entre 80 et 85% et de préférence entre 81% et 84% de la limite d'élasticité dans la même direction d'une tôle de même composition à l'état T4 ou T3 ayant subi la même traction contrôlée après trempe, au moins une propriété choisie parmi un rapport $R_m/R_{p0,2}(L)$ d'au moins 1,40 et de préférence au moins 1,45 et un rapport $R_m/R_{p0,2}(LT)$ au moins 1,45 et de préférence au moins 1,50 et présente au moins une propriété de résistance à la corrosion choisie parmi une cotation selon la norme ASTM G34 pour des tôles soumises aux conditions du test ASTM G85 A2 de P et/ou EA et une corrosion intergranulaire peu développée pour des tôles soumises aux conditions de la norme ASTM G110.

[0018] Encore un autre objet de l'invention est l'utilisation d'un produit obtenu par un procédé selon l'invention pour la fabrication d'un élément de structure pour avion, notamment d'une peau de fuselage d'avion.

Description des figures

[0019]

Figure 1 : Coupe micrographique de l'échantillon S après exposition dans les conditions ASTM G110.

Figure 2 : Coupe micrographique de l'échantillon H2 après exposition dans les conditions ASTM G110.

Figure 3 : Coupe micrographique de l'échantillon A30 après exposition dans les conditions ASTM G110.

Figure 4 : Coupe micrographique de l'échantillon A120 après exposition dans les conditions ASTM G110.

Description de l'invention

[0020] 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. Les définitions des états métallurgiques sont indiquées dans la norme européenne EN 515.

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. Les tests de résistance à la corrosion sont effectués selon les normes ASTM G34, ASTM G85 A2 et ASTM G110.

Selon l'invention, on réalise après laminage sous forme de tôle, mise en solution, trempe et optionnellement planage et/ou traction au moins un traitement thermique court avec une durée et une température telles que la tôle atteigne une température comprise entre 145°C et 175°C et de préférence entre 150°C et 170°C pendant 0,1 à 45 minutes, avantageusement de 0,2 à 20 minutes, de préférence pendant 0,5 à 5 minutes et de manière préférée pendant 1 à 3 minutes, la vitesse de chauffage étant comprise entre 3 et 600 °C/min. Le traitement thermique court est avantageusement réalisé après un vieillissement naturel d'au moins 24 heures après la trempe et de préférence au moins 48 heures après la trempe. En effet, il est avantageux qu'un vieillissement ait lieu avec apparition de précipités durcissants pour que le traitement thermique court ait l'effet désiré. Typiquement, suite au traitement thermique court, la limite d'élasticité $R_{p0,2}$ est significativement plus faible, c'est-à-dire d'au moins 20 MPa ou même d'au moins 40 MPa dans les directions L et LT, par rapport à celle de la même tôle dans un état T3 ou T4. Le traitement thermique court n'est pas un revenu avec lequel on obtiendrait un état T8 mais un traitement thermique particulier qui permet d'obtenir un état non standardisé particulièrement apte à la mise en forme. En effet, une tôle à l'état T8 présente une limite d'élasticité supérieure à celle de la même tôle dans un état T3 ou T4 alors qu'après le traitement thermique court selon l'invention la limite d'élasticité est au contraire plus faible que celle d'un état T3 ou T4. Le traitement thermique court est réalisé de façon à obtenir un temps équivalent à 150 °C de 0,5 à 35 minutes, de préférence de 1 à 20 minutes et de manière préférée de 2 à 10 minutes, le temps équivalent t_i à 150 °C est défini par la formule :

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

où T (en Kelvin) est la température instantanée de traitement du métal, qui évolue avec le temps t (en minutes), et T_{ref} est une température de référence fixée à 423 K, t_i est exprimé en minutes, 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.

De manière surprenante, les présents inventeurs ont constaté que les propriétés mécaniques obtenues à l'issue du traitement thermique court sont stables dans le temps, ce qui permet d'utiliser les tôles dans l'état obtenu à l'issue du traitement thermique court à la place de tôle dans un état O ou dans un état W pour la mise en forme. De plus les présents inventeurs ont constaté que de manière surprenante, la vitesse de chauffage élevée lors du traitement thermique court et/ou une faible durée du traitement thermique court permettent d'obtenir une aptitude améliorée à la mise en forme tout en maintenant une résistance à la corrosion de la tôle issue du traitement thermique court, notamment à la corrosion intergranulaire et exfoliante, équivalente à celle d'une tôle à l'état T3 ou T4.

De manière préférée, pour le traitement thermique court, la vitesse de chauffage est comprise entre 10 et 400 °C/min et préférentiellement entre 40 et 300 °C/min. La vitesse de chauffage est typiquement la pente moyenne de la température de la tôle en fonction du temps pendant le chauffage entre la température ambiante et 145°C.

Pour des tôles d'épaisseur inférieure à 6 mm la vitesse de chauffage est préférentiellement au moins 80 °C/min.

De façon à limiter le temps équivalent à 150 °C, il est préférable également de refroidir suffisamment vite les tôles après le traitement court. Lors du traitement thermique court la vitesse de refroidissement est comprise entre 1 et 1000 °C/min, préférentiellement entre 10 et 800 °C/min. La vitesse de refroidissement est typiquement la pente moyenne de la température de la tôle en fonction du temps pendant le refroidissement entre 145°C et 70 °C ou même entre 145°C et 30 °C. Dans un mode de réalisation de l'invention le refroidissement est réalisé par aspersion d'un liquide tel que par exemple de l'eau ou par immersion dans un tel liquide. Dans un autre mode de réalisation de l'invention, le refroidissement est réalisé à l'air avec optionnellement une convection forcée, la vitesse de refroidissement étant alors de préférence comprise entre 1 et 400 °C/min, préférentiellement entre 40 et 200 °C/min. Avantagusement le traitement thermique court est réalisé dans un four de traitement en continu. Typiquement, un four de traitement en continu est un four tel que la tôle est approvisionnée sous la forme d'une bobine qui est déroulée de façon continue pour être traitée thermiquement dans le four puis refroidie et bobinée.

[0021] Les présents inventeurs ont constaté que de manière surprenante, non seulement le traitement thermique court permet de simplifier le procédé de fabrication des produits en supprimant la mise en forme sur état O ou W, mais de plus que le compromis entre résistance mécanique statique et tolérance aux dommages à l'état revenu est au moins identique ou même amélioré grâce au procédé de l'invention, par rapport à un procédé ne comprenant pas de traitement thermique court. En particulier pour une déformation supplémentaire à froid d'au moins 5% après traitement thermique court, le compromis obtenu entre résistance mécanique statique et ténacité est amélioré par rapport à l'état de la technique.

[0022] L'avantage du procédé selon l'invention est obtenu pour des produits ayant une teneur en cuivre comprise entre 2,1 et 3,9 % en poids. Dans une réalisation avantageuse de l'invention, la teneur en cuivre est au moins de 2,8 % ou 3% en poids. Une teneur en cuivre maximale de 3,7 ou 3,4 % en poids est préférée.

La teneur en lithium est comprise entre 0,6% ou 0,7% et 2,0 % en poids. Avantagusement, la teneur en lithium est au moins 0,70 % en poids. Une teneur en lithium maximale de 1,4 ou même 1,1 % en poids est préférée.

La teneur en magnésium est comprise entre 0,1% et 1,0% en poids. Préférentiellement, la teneur en magnésium est au moins de 0,2 % ou même 0,25 % en poids. Dans un mode de réalisation de l'invention la teneur maximale en magnésium est de 0,6 % en poids.

La teneur en argent est comprise entre 0 % et 0,6 % en poids. Dans une réalisation avantageuse de l'invention, la teneur en argent est comprise entre 0,1 et 0,5 % en poids et de manière préférée entre 0,15 et 0,4 % en poids. L'addition d'argent contribue à améliorer le compromis de propriétés mécaniques des produits obtenus par le procédé selon l'invention. La teneur en zinc est comprise entre 0 % et 1 % en poids. De manière préférée, la teneur en zinc est inférieure à 0,6 % en poids, de préférence inférieure à 0,40% en poids. Le zinc est généralement une impureté indésirable, notamment en raison de sa contribution à la densité de l'alliage, dans un mode de réalisation de l'invention la teneur en zinc est inférieure à 0,2% en poids et de préférence inférieure à 0,04 % en poids. Cependant dans un autre mode de réalisation le zinc peut être utilisé seul ou en combinaison avec l'argent, une teneur minimale en zinc de 0,2 % en poids est alors avantageuse.

[0023] L'alliage contient également au moins un élément pouvant contribuer au contrôle de la taille de grain choisi parmi Zr, Mn, Cr, Sc, Hf et Ti, la quantité de l'élément, s'il est choisi, étant de 0,05 à 0,18 % en poids pour Zr, 0,1 à 0,6% en poids pour Mn, 0,05 à 0,3 % en poids pour Cr, 0,02 à 0,2 % en poids 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 0,08 et 0,15 % en poids de zirconium et

entre 0,01 et 0,10 % en poids de titane et on limite la teneur en Mn, 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.

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

Dans un autre mode de réalisation de l'invention, la teneur en manganèse est comprise entre 0,2 et 0,4 % en poids et la teneur en zirconium est inférieure à 0,04 % en poids.

[0024] 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.

Les autres éléments ont une teneur au plus 0,05% en poids chacun et 0,15% en poids au total, il s'agit d'impuretés inévitables, le reste est de l'aluminium.

[0025] Le procédé de fabrication selon l'invention comprend les étapes d'élaboration, coulée, laminage, mise en solution, trempe, optionnellement planage et/ou traction et traitement thermique court.

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 peut ensuite optionnellement être 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.

[0026] La plaque de laminage est ensuite laminée à chaud et optionnellement à froid en une tôle. L'épaisseur de ladite tôle est comprise entre 0,5 et 10 mm, avantageusement entre 0,8 et 8 mm et de préférence entre 1 et 6 mm.

[0027] Le produit ainsi obtenu est ensuite mis en solution typiquement par un traitement thermique permettant d'atteindre une température comprise entre 490 et 530 °C pendant 5 min à 8 h, puis trempé typiquement avec de l'eau à température ambiante ou préférentiellement de l'eau froide.

On peut optionnellement réaliser ensuite un planage et/ou on tractionne de façon contrôlée la tôle ainsi mise en solution et trempée, avec une déformation cumulée d'au moins 0,5% et inférieure à 3%. Lorsque qu'un planage est réalisé, la déformation effectuée lors du planage n'est pas toujours connue précisément mais elle est estimée à environ 0,5 %.

Quand elle est réalisée, la traction contrôlée est mise en oeuvre avec une déformation permanente comprise entre 0,5 à 2,5 % et de préférence comprise entre 0,5 à 1,5 %. Cependant dans un mode de réalisation de l'invention on réalise le traitement thermique court directement après trempe sans écrouissage intermédiaire, mais avantageusement après un vieillissement naturel d'au moins 24 heures. Ce mode de réalisation sans écrouissage intermédiaire est avantageux en particulier lorsque les étapes de mise en solution, trempe et traitement thermique court sont réalisées en continu dans un four de traitement en continu. Par ailleurs les présents inventeurs ont constaté qu'en l'absence d'écrouissage intermédiaire entre trempe et traitement thermique court des défauts tels que les lignes de Lüders apparaissant après mise en forme pouvaient être supprimés dans certains cas.

[0028] Le produit subit ensuite un traitement thermique court déjà décrit.

A l'issue du traitement thermique court, la tôle obtenue par le procédé selon l'invention présente avantageusement, typiquement pendant au moins 50 jours et même pendant au moins 200 jours, après traitement thermique court, une limite d'élasticité $R_{p0,2}(L)$ et/ou $R_{p0,2}(LT)$ comprise entre 75% et 90%, préférentiellement entre 80 et 85% et de préférence entre 81% et 84% de la limite d'élasticité dans la même direction d'une tôle de même composition à l'état T4 ou T3 ayant subi la même traction contrôlée après trempe, au moins une propriété choisie parmi un rapport $R_m/R_{p0,2}(L)$ d'au moins 1,40 et de préférence au moins 1,45 et un rapport $R_m/R_{p0,2}(LT)$ au moins 1,45 et de préférence au moins 1,50 et présente au moins une propriété de résistance à la corrosion choisie parmi une cotation selon la norme ASTM G34 pour des tôles soumises aux conditions du test ASTM G85 A2 de P et/ou EA et une corrosion intergranulaire peu développée pour des tôles soumises aux conditions de la norme ASTM G110.

[0029] Dans un mode de réalisation avantageux, à l'issue du traitement thermique court, la tôle obtenue par le procédé selon l'invention présente typiquement pendant au moins 50 jours et même pendant au moins 200 jours après traitement thermique court, une combinaison d'au moins une propriété choisie parmi $R_{p0,2}(L)$ d'au moins 220 MPa et de préférence d'au moins 250 MPa, $R_{p0,2}(LT)$ d'au moins 200 MPa et de préférence d'au moins 230 MPa, $R_m(L)$ d'au moins 340 MPa et de préférence d'au moins 380 MPa, $R_m(LT)$ d'au moins 320 MPa et de préférence d'au moins 360 MPa avec une propriété choisie parmi $A\%(L)$ au moins 14% et de préférence au moins 15%, $A\%(LT)$ au moins 24% et de préférence au moins 26%, $R_m/R_{p0,2}(L)$ au moins 1,40 et de préférence au moins 1,45, $R_m/R_{p0,2}(LT)$ au moins 1,45 et de préférence au moins 1,50 et présente au moins une propriété de résistance à la corrosion choisie parmi une cotation selon la norme ASTM G34 pour des tôles soumises aux conditions du test ASTM G85 A2 de P et/ou EA et une corrosion intergranulaire peu développée pour des tôles soumises aux conditions de la norme ASTM G110.

[0030] Dans un mode de réalisation avantageux de l'invention à l'issue du traitement thermique court, la tôle obtenue

par le procédé selon l'invention présente un rapport $R_m/R_{p0,2}$ dans la direction LT d'au moins 1,52 ou 1,53.

[0031] Avantageusement, pendant au moins 50 jours et manière préférée pendant au moins 200 jours après le traitement thermique court, la tôle obtenue par le procédé selon l'invention présente une limite d'élasticité $R_{p0,2}(L)$ inférieure à 290 MPa et de préférence inférieure à 280 MPa et $R_{p0,2}(LT)$ inférieure à 270 MPa et/ou une résistance à rupture $R_m(L)$ inférieure à 410 MPa et de préférence inférieure à 400 MPa et $R_{p0,2}(LT)$ inférieure à 390 MPa.

[0032] Avantageusement la cotation selon la norme ASTM G34 pour des tôles soumises aux conditions du test ASTM G85 A2 est P ou P-EA.

[0033] Dans le cadre de l'invention on considère que la corrosion intergranulaire pour les tôles soumises aux conditions de la norme ASTM G110 est peu développée si elle correspond aux images des figures 1 ou 2. Avantageusement, la tôle obtenue par le procédé selon l'invention présente une résistance à la corrosion intergranulaire au moins égale à celle d'une tôle de même composition à l'état T3 ou T4.

[0034] A l'issue du traitement thermique court, la tôle peut être stockée sans difficultés particulières grâce à sa résistance à la corrosion intergranulaire. La tôle issue du traitement thermique court est prête pour une déformation supplémentaire à froid, notamment une opération de mise en forme en 3 dimensions. Un avantage de l'invention est que cette déformation supplémentaire peut atteindre localement ou de façon généralisée des valeurs de 6 à 8% ou même jusque 10%. Pour atteindre des propriétés mécaniques suffisantes à l'issue du revenu à l'état T8, une déformation minimale cumulée de 2% entre ladite déformation supplémentaire et la déformation cumulée par planage et/ou on traction contrôlée optionnellement réalisée avant le traitement thermique court est avantageuse. De manière préférée, la déformation supplémentaire à froid est localement ou de façon généralisée d'au moins 1% de préférence au moins 4% et de manière préférée d'au moins 6%.

[0035] On réalise enfin un revenu dans lequel ladite tôle ainsi mise en forme atteint une température comprise entre 130 et 170°C, avantageusement entre 145 et 165 °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.

Avantageusement la déformation à froid est effectuée par un ou plusieurs procédés de mise en forme tels que l'étréage, l'étréage-formage, l'emboutissage, le fluotournage ou le pliage. Dans une réalisation avantageuse, il s'agit d'une mise en forme dans les trois dimensions de l'espace pour obtenir une pièce de forme complexe, de préférence par étréage-formage. Ainsi le produit obtenu à l'issue du traitement thermique court peut être mis en forme comme un produit dans un état O ou un produit dans un état W. Cependant, par rapport à un produit dans un état O il a l'avantage de ne plus nécessiter de mise en solution et trempe pour atteindre les propriétés mécaniques finales, un simple traitement de revenu étant suffisant. Par rapport à un produit dans un état W, il a l'avantage d'être stable et de ne pas nécessiter de chambre froide et de ne pas poser de problèmes liés à la déformation de cet état. Le produit présente également l'avantage en général de ne pas générer de lignes de Lüders réductrices lors de la mise en forme. Ainsi on peut par exemple effectuer le traitement thermique court chez le fabricant de tôle, le stocker sans précautions particulière grâce à sa résistance élevée à la corrosion intergranulaire et effectuer la mise en forme chez le fabricant de structure aéronautique, directement sur le produit livré. Le procédé selon l'invention permet d'effectuer la mise en forme en 3 dimensions d'une tôle à l'issue du traitement thermique court sans que la tôle ne soit dans un état T8, un état O ou un état W avant cette mise en forme en 3 dimensions.

[0036] De manière surprenante, le compromis entre les propriétés mécaniques statiques et les propriétés de tolérance aux dommages obtenues à l'issue du revenu est avantageux par rapport à celui obtenue pour un traitement semblable ne comprenant pas de traitement thermique court.

[0037] L'utilisation d'un produit susceptible d'être obtenu par le procédé selon l'invention comprenant les étapes de traitement thermique court, déformation à froid et revenu pour la fabrication d'un élément de structure pour avion, notamment d'une peau de fuselage est particulièrement avantageux.

Exemple

[0038] Dans cet exemple, on a comparé des conditions de traitement thermique court pour une tôle en alliage AA2198 d'épaisseur 4,3 mm. Une plaque de laminage en alliage AA2198 dont la composition est donnée dans le Tableau 1 a été homogénéisée puis laminée à chaud jusqu'à l'épaisseur 4,3 mm. Les tôles ainsi obtenues ont été mises en solution 30 mn à 505 °C puis trempées à l'eau.

Tableau 1. Composition de la tôle en alliage AA2198 utilisée, en % en poids.

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zr	Li	Ag	Ti	Zn
0,03	0,05	3,3	0,05	0,34	0,14	0,99	0,28	0,03	0,03

[0039] Les tôles ont ensuite été tractionnées de façon contrôlée. La traction contrôlée a été réalisée avec un allonge-

EP 2 984 195 B1

ment permanent de 2 %. Le vieillissement naturel a été d'au moins 24 heures après la trempe.

Les tôles ont ensuite subi un traitement thermique court dont les conditions sont données dans le Tableau 2. Les vitesses de chauffage les plus élevées, représentatives des vitesses de chauffages obtenues dans un four de traitement en continu, ont été obtenues par immersion dans un bain d'huile tandis que les vitesses de chauffage les plus faibles ont été obtenues par traitement à l'air contrôlé, représentatif des conditions industrielles dans un four statique. La vitesse de refroidissement était de l'ordre de 60 °C / min pour l'ensemble des essais.

Tableau 2 - Conditions de traitement thermique court

Invention ou Référence	Echantillon	Vitesse de chauffage (°C/min)	Durée de maintien (min)	Température de maintien (°C)	Temps équivalent à 150 °C (min)
Référence	S	-	-	-	-
Invention	H1	100	1	150	1,3
Invention	H2	100	2	150	2,3
Invention	H4	100	4	150	4,3
Invention	H8	100	8	150	8,3
Invention	H16	100	16	150	16,3
Invention	H30	100	30	150	30,3
Référence	A30	0,33	30	150	61,8
Référence	A60	0,33	60	150	91,8
Référence	A120	0,33	120	150	151,8
Référence	A240	0,33	240	150	271,8

[0040] Les propriétés mécaniques statiques après traitement thermique court ont été caractérisées dans les directions longitudinale (L) et transverse (LT) et sont présentées dans le Tableau 3.

Tableau 3 - Propriétés mécaniques statiques en MPa ($R_{p0,2}$ et R_m) ou en % (A%)

Echantillon	$R_{p0,2}$ (L)	R_m (L)	A%(L)	$R_{p0,2}$ (LT)	R_m (LT)	A%(LT)
S	322	438	13,4	288	408	23,2
H1	274	394	14,4	246	373	24,2
H2	271	393	14,0	246	373	26,0
H4	261	384	13,2	238	366	26,9
H8	260	382	13,8	236	365	25,4
H16	259	383	13,8	234	365	25,5
H30	257	384	13,5	233	364	27,1
A30	262	387	14,2	239	370	27,1
A60	261	391	14,9	237	368	26,4
A120	265	391	15,2	240	369	27,3
A240	285	403	16,5	254	375	27,4

[0041] Les propriétés de résistance à la corrosion des tôles ont été évaluées dans les conditions des essais normalisés de corrosion intergranulaire (ASTM G110) et de corrosion exfoliante (MASTMAASIS dry bottom ASTM G85-A2). La durée d'essai d'immersion du test ASTM G110 est de 6h et la durée d'essai du test MASTMAASIS est de 750h. Les caractérisations ont été effectuées en surface (« peau ») et après usinage d'un dixième de l'épaisseur (« T/10 »).

Les résultats des essais de corrosion intergranulaire selon ASTM G110 sont présentés dans le Tableau 4.

Les coupes micrographiques représentatives d'une corrosion intergranulaire peu développée et piqûres sont données

EP 2 984 195 B1

sur les Figures 1 (échantillon S) et 2 (échantillon H2). Les observations ont été faites au microscope optique à des grossissements de X200. Une coupe micrographique représentative d'une corrosion intergranulaire développée et piqûres est donnée sur la Figure 3 (échantillon A30). Une coupe micrographique représentative d'une corrosion intergranulaire développée est donnée sur la Figure 4 (échantillon A120).

Tableau 4 : résultats des essais de corrosion intergranulaire selon ASTM G110

Echantillon	Surface testée	
	Peau	T/10
S	C.I. peu développée + piqûre	C.I. peu développée + piqûre
H1	C.I. peu développée + piqûre	C.I. peu développée + piqûre
H2	C.I. peu développée + piqûre	C.I. peu développée + piqûre
H4	C.I. peu développée + piqûre	C.I. peu développée + piqûre
H8	C.I. peu développée + piqûre	C.I. peu développée + piqûre
H16	C.I. peu développée + piqûre	C.I. peu développée + piqûre
H30	C.I. peu développée + piqûre	C.I. peu développée + piqûre
A30	C.I. développée + piqûre	C.I. développée + piqûre
A60	C.I. développée	C.I. développée
A120	C.I. développée	C.I. développée
A240	C.I. développée	C.I. développée
C.I. : corrosion intergranulaire		

[0042] Les résultats des essais de corrosion exfoliante côtés selon la norme ASTM G34 pour les tôles soumises aux conditions du test MASTMAASIS (dry bottom ASTM G85-A2) sont présentés dans le Tableau 5.

Tableau 5 - Résultats des essais de corrosion exfoliante dans les conditions du test MASTMAASIS (dry bottom ASTM G85-A2).

Echantillon	Surface testée	
	Peau	T/10
S	P	P
H1	P-EA	P-EA
H2	P-EA	P-EA
H4	P-EA	P-EA
H8	P-EA	P-EA
H16	P-EA	P-EA
H30	EA	EA
A30	EB-EC	EB-EC
A60	EC	EB-EC
A120	EC	EC
A240	EC	EC

[0043] L'échantillon S est un échantillon à l'état T3. Il ne présente pas des propriétés mécaniques permettant d'envisager sa mise en forme pour les déformations les plus élevées. Les échantillons A30, A60, A120, A240 présentent des propriétés mécaniques permettant d'envisager la mise en forme pour les déformations les plus élevées mais présentent une résistance à la corrosion nécessitant des précautions particulières lors du stockage.

Les échantillons H1, H2, H4, H8, H16 et H30 présentent simultanément des propriétés mécaniques permettant d'envisager

sager sa mise en forme pour les déformations les plus élevées et une résistance à la corrosion permettant d'envisager un stockage sans précautions particulières. L'échantillon H1 présente cependant des propriétés mécaniques un peu moins favorables, notamment en termes d'allongement dans la direction LT. L'échantillon H30 présente des propriétés un peu moins favorables, en particulier en termes de résistance à la corrosion.

Revendications

1. Procédé de fabrication d'un produit laminé à base d'alliage d'aluminium notamment pour l'industrie aéronautique dans lequel, successivement,

a) on élabore un bain de métal liquide à base d'aluminium comprenant 2,1 à 3,9 % en poids de Cu, 0,6 à 2,0 % en poids de Li, 0,1 à 1,0 % en poids de Mg, 0 à 0,6 % en poids d'Ag, 0 à 1 % en poids de Zn, au plus 0,20 % en poids de la somme de Fe et de Si, au moins un élément choisi parmi Zr, Mn, Cr, Sc, Hf et Ti, la quantité dudit élément, s'il est choisi, étant 0,05 à 0,18 % en poids pour Zr, 0,1 à 0,6 % en poids pour Mn, 0,05 à 0,3 % en poids pour Cr, 0,02 à 0,2 % en poids 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) optionnellement, on homogénéise ladite plaque de laminage ;
 d) on lamine à chaud et optionnellement à froid ladite plaque de laminage en une tôle d'épaisseur comprise entre 0,5 et 10 mm,
 e) on met en solution ladite tôle et on la trempe ;
 f) optionnellement on réalise un planage et/ou on tractionne de façon contrôlée ladite tôle avec une déformation cumulée d'au moins 0,5 % et inférieure à 3 %,
 g) on réalise un traitement thermique court dans lequel ladite tôle atteint une température comprise entre 145°C et 175°C et de préférence entre 150°C et 170°C pendant 0,1 à 45 minutes et de préférence pendant 0,5 à 5 minutes, la vitesse de chauffage étant comprise entre 3 et 600 °C/min, dans lequel le dit traitement thermique court est réalisé de façon à obtenir un temps équivalent à 150 °C de 0,5 à 35 minutes et de préférence de 1 à 20 minutes, le temps équivalent t_i à 150 °C est défini par la formule :

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

où T (en Kelvin) est la température instantanée de traitement du métal, qui évolue avec le temps t (en minutes), et T_{ref} est une température de référence fixée à 423 K, t_i est exprimé en minutes, 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 et dans lequel, la vitesse de refroidissement est comprise entre 1 et 1000 °C/min.

2. Procédé selon la revendication dans lequel, lors de l'étape g de traitement thermique court la vitesse de refroidissement est comprise entre 10 et 800 °C/min.
3. Procédé selon une quelconque des revendications 1 à 2 dans lequel on réalise ledit traitement thermique court directement après trempe sans écrouissage intermédiaire.
4. Procédé selon une quelconque des revendications 1 à 3 dans lequel la teneur en cuivre est au moins de 2,8 % et au maximum de 3,4 % en poids.
5. Procédé selon une quelconque des revendications 1 à 4 dans lequel la teneur en lithium est au moins 0,70 % en poids et au maximum de 1,1 % en poids.
6. Procédé selon une quelconque des revendications 1 à 5 dans lequel la teneur en magnésium est au moins de 0,2 % et au maximum de 0,6 % en poids.
7. Procédé selon une quelconque des revendications 1 à 6 dans lequel l'alliage contient entre 0,08 et 0,15 % en poids de zirconium, entre 0,01 et 0,10 % en poids de titane et dans lequel la teneur en Mn, Cr, Sc et Hf est au maximum 0,05 % en poids.

8. Procédé selon une quelconque des revendications 1 à 7 dans lequel après l'étape g,

h) on réalise une déformation supplémentaire à froid de ladite tôle de telle sorte que la déformation supplémentaire soit inférieure à 10%,

i) on réalise un revenu dans lequel ladite tôle atteint une température comprise entre 130 et 170°C avantageusement entre 145 et 165 °C et de préférence entre 150 et 160°C pendant 5 à 100 heures et de préférence de 10 à 70h.

9. Produit laminé susceptible d'être obtenu par le procédé selon une quelconque des revendications 1 à 7, présentant une limite d'élasticité $R_{p0,2}(L)$ et/ou $R_{p0,2}(LT)$ comprise entre 75% et 90 % , préférentiellement entre 80 et 85% et de préférence entre 81% et 84% de la limite d'élasticité dans la même direction d'une tôle de même composition à l'état T4 ou T3 ayant subi la même traction contrôlée après trempe, au moins une propriété choisie parmi un rapport $R_m / R_{p0,2} (L)$ d'au moins 1,40 et de préférence au moins 1,45 et un rapport $R_m / R_{p0,2} (LT)$ au moins 1,45 et de préférence au moins 1,50 et présente au moins une propriété de résistance à la corrosion choisie parmi une cotation selon la norme ASTM G34 pour des tôles soumises aux conditions du test ASTM G85 A2 de P et/ou EA et une corrosion intergranulaire peu développée pour des tôles soumises aux conditions de la norme ASTM G110.

10. Produit laminé selon la revendication 9 présentant une combinaison d'au moins une propriété choisie parmi $R_{p0,2}(L)$ d'au moins 220 MPa et de préférence d'au moins 250 MPa, $R_{p0,2}(LT)$ d'au moins 200 MPa et de préférence d'au moins 230 MPa, $R_m(L)$ d'au moins 340 MPa et de préférence d'au moins 380 MPa, $R_m(LT)$ d'au moins 320 MPa et de préférence d'au moins 360 MPa avec une propriété choisie parmi $A\%(L)$ au moins 14% et de préférence au moins 15%, $A\%(LT)$ au moins 24% et de préférence au moins 26%, $R_m / R_{p0,2} (L)$ au moins 1,40 et de préférence au moins 1,45, $R_m / R_{p0,2} (LT)$ au moins 1,45 et de préférence au moins 1,50.

11. Produit laminé selon la revendication 9 ou la revendication 10 tel que la cotation selon la norme ASTM G34 pour des tôles soumises aux conditions du test ASTM G85 A2 est P ou P-EA.

12. Utilisation d'un produit obtenu par le procédé selon la revendication 8 pour la fabrication d'un élément de structure pour avion, notamment d'une peau de fuselage d'avion.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines Walzerzeugnisses auf Basis einer Aluminiumlegierung insbesondere für die Luftfahrtindustrie, wobei nacheinander

a) ein Flüssigmetallbad auf Basis von Aluminium hergestellt wird, enthaltend 2,1 bis 3,9 Gew.-% Cu, 0,6 bis 2,0 Gew.-% Li, 0,1 bis 1,0 Gew.-% Mg, 0 bis 0,6 Gew.-% Ag, 0 bis 1 Gew.-% Zn, höchstens 0,20 Gew.-% der Summe von Fe und Si, mindestens ein Element gewählt unter Zr, Mn, Cr, Sc, Hf und Ti, wobei die Menge dieses Elementes, falls gewählt, 0,05 bis 0,18 Gew.-% für Zr, 0,1 bis 0,6 Gew.-% für Mn, 0,05 bis 0,3 Gew.-% für Cr, 0,02 bis 0,2 Gew.-% für Sc, 0,05 bis 0,5 Gew.-% für Hf und 0,01 bis 0,15 Gew.-% für Ti beträgt, weitere Elemente jeweils $\leq 0,05$ und insgesamt $\leq 0,15$, Rest Aluminium;

b) aus dem Flüssigmetallbad ein Walzbarren gegossen wird;

c) der Walzbarren wahlweise homogenisiert wird;

d) der Walzbarren warm- und wahlweise kaltgewalzt wird, um ein Blech mit einer Dicke zwischen 0,5 und 10 mm zu erhalten;

e) das Blech lösungsgeglüht und abgeschreckt wird;

f) das Blech wahlweise gerichtet und/oder kontrolliert gereckt wird, und zwar mit einer kumulativen Verformung von mindestens 0,5% und unterhalb 3%;

g) eine kurze Wärmebehandlung durchgeführt wird, bei der das Blech eine Temperatur zwischen 145°C und 175°C und vorzugsweise zwischen 150°C und 170°C während 0,1 bis 45 Minuten und vorzugsweise während 0,5 bis 5 Minuten erreicht, wobei die Aufheizgeschwindigkeit im Bereich zwischen 3 und 600°C/min liegt, wobei die kurze Wärmebehandlung so durchgeführt wird, dass sich eine Äquivalentzeit bei 150°C von 0,5 bis 35 Minuten und vorzugsweise von 1 bis 20 Minuten ergibt, wobei die Äquivalentzeit t_e bei 150°C definiert ist durch die Formel:

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

- 5 worin T (in Kelvin) die jeweilige Behandlungstemperatur des Metalls ist, die sich mit der Zeit t (in Minuten) verändert, und T_{ref} eine auf 423 K festgelegte Referenztemperatur ist, t_i in Minuten ausgedrückt ist, die Konstante Q/R = 16400 K aus der Aktivierungsenergie für die Diffusion von Cu abgeleitet ist, für die der Wert Q = 136100 J/mol verwendet wurde, und wobei die Abkühlgeschwindigkeit zwischen 1 und 1000°C/min beträgt.
- 10 2. Verfahren nach Anspruch 1, wobei im Schritt g) der kurzen Wärmebehandlung die Abkühlgeschwindigkeit zwischen 10 und 800°C/min beträgt.
3. Verfahren nach irgendeinem der Ansprüche 1 bis 2, wobei die kurze Wärmebehandlung unmittelbar nach dem Abschrecken ohne Zwischenverfestigung durchgeführt wird.
- 15 4. Verfahren nach irgendeinem der Ansprüche 1 bis 3, wobei der Kupfergehalt mindestens 2,8 und höchstens 3,4 Gew.-% beträgt.
- 20 5. Verfahren nach irgendeinem der Ansprüche 1 bis 4, wobei der Lithiumgehalt mindestens 0,70 und höchstens 1,1 Gew.-% beträgt.
6. Verfahren nach irgendeinem der Ansprüche 1 bis 5, wobei der Magnesiumgehalt mindestens 0,2 und höchstens 0,6 Gew.-% beträgt.
- 25 7. Verfahren nach irgendeinem der Ansprüche 1 bis 6, wobei die Legierung zwischen 0,08 und 0,15 Gew.-% Zirkonium, zwischen 0,01 und 0,10 Gew.-% Titan enthält, und wobei der Gehalt an Mn, Cr, Sc und Hf höchstens 0,05 Gew.-% beträgt.
- 30 8. Verfahren nach irgendeinem der Ansprüche 1 bis 7, wobei nach dem Schritt g)
- h) eine zusätzliche Kaltverformung des Blechs so durchgeführt wird, dass die zusätzliche Verformung weniger als 10 % beträgt,
- i) eine Auslagerung durchgeführt wird, bei der das Blech eine Temperatur zwischen 130 und 170°C, vorteilhaft zwischen 145 und 165°C und bevorzugt zwischen 150 und 160°C während 5 bis 100 Stunden und vorzugsweise
- 35 10 bis 70 Stunden erreicht.
9. Walzerzeugnis erhältlich durch das Verfahren nach irgendeinem der Ansprüche 1 bis 7, mit einer Dehngrenze R_{p0,2}(L) und/oder R_{p0,2}(LT) zwischen 75 und 90%, vorzugsweise zwischen 80 und 85% und besser noch zwischen 81 und 84% der Dehngrenze in gleicher Richtung eines Blechs gleicher Zusammensetzung im Zustand T4 oder
- 40 T3, das nach dem Abschrecken in gleicher Weise kontrolliert gereckt wurde, mit mindestens einer Eigenschaft ausgewählt aus einem Verhältnis R_m/R_{p0,2}(L) von mindestens 1,40 und vorzugsweise mindestens 1,45 und einem Verhältnis R_m/R_{p0,2}(LT) von mindestens 1,45 und vorzugsweise mindestens 1,50, und mit mindestens einer Korrosionseigenschaft ausgewählt aus einer Einstufung P und/oder EA nach dem ASTM G34-Standard für Bleche, die den Bedingungen der Prüfung gemäß ASTM G85 A2 unterliegen, und einer schwach ausgebildeten interkristallinen Korrosion für Bleche, die den Bedingungen der Norm ASTM G110 unterliegen.
- 45 10. Walzerzeugnis nach Anspruch 9, aufweisend eine Kombination von wenigstens einer Eigenschaft, ausgewählt aus R_{p0,2}(L) von mindestens 220 MPa und vorzugsweise mindestens 250 MPa, R_{p0,2}(LT) von mindestens 200 MPa und vorzugsweise mindestens 230 MPa, R_m(L) von mindestens 340 MPa und vorzugsweise mindestens 380 MPa,
- 50 R_m(LT) von mindestens 320 MPa und vorzugsweise mindestens 360 MPa, mit einer Eigenschaft, ausgewählt aus A%(L) von mindestens 14% und vorzugsweise mindestens 15%, A%(LT) von mindestens 24% und vorzugsweise mindestens 26%, R_m/R_{p0,2}(L) von mindestens 1,40 und vorzugsweise mindestens 1,45, R_m/R_{p0,2}(LT) von mindestens 1,45 und vorzugsweise mindestens 1,50.
- 55 11. Walzerzeugnis nach Anspruch 9 oder Anspruch 10, welches so beschaffen ist, dass es sich bei der Einstufung nach dem ASTM G34-Standard für Bleche, die den Bedingungen der ASTM G85 A2-Prüfung unterliegen, um P oder P-EA handelt.

12. Verwendung eines durch das Verfahren nach Anspruch 8 erhaltenen Erzeugnisses für die Herstellung eines Strukturelementes für Flugzeuge, insbesondere einer Flugzeugrumpfhaut.

Claims

1. Method for manufacturing a rolled product with an aluminium alloy base in particular for the aeronautical industry, successively,

a) a bath of liquid metal with an aluminium base is elaborated comprising 2.1 to 3.9% by weight of Cu, 0.6 to 2.0% by weight of Li, 0.1 to 1.0% by weight of Mg, 0 to 0.6% by weight of Ag, 0 to 1% by weight of Zn, at most 0.20% by weight of the sum of Fe and of Si, at least one element from among Zr, Mn, Cr, Sc, Hf and Ti, the quantity of said element, if it is chosen, being 0.05 to 0.18% by weight for Zr, 0.1 to 0.6% by weight for Mn, 0.05 to 0.3% by weight for Cr, 0.02 to 0.2% by weight 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 at most 0.05% by weight each and 0.15% by weight in total, the rest aluminium;
 b) a rolled slab is cast using said bath of liquid metal;
 c) optionally, said rolled slab is homogenised;
 d) said rolled slab is hot rolled and optionally cold rolled into a sheet of a thickness between 0.5 and 10 mm,
 e) said sheet is solution heat treated and quenched;
 f) optionally a levelling is carried out and/or said sheet is pulled in a controlled manner with a cumulative deformation of at least 0.5% and less than 3%,
 g) a short heat treatment is carried out wherein said sheet reaches a temperature between 145°C and 175°C and preferably between 150°C and 170°C for 0.1 to 45 minutes and preferably for 0.5 to 5 minutes, the speed of heating being between 3 and 600°C/min, in which said short heat treatment is carried out in such a way as to obtain an equivalent time at 150°C of 0.5 to 35 minutes and preferably from 1 to 20 minutes, the equivalent time t_i at 150°C is defined by the formula:

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

where T (in Kelvin) is the instantaneous treatment temperature of the metal, which changes with the time t (in minutes), and T_{ref} is a reference temperature set to 423 K, t_i is expressed in minutes, the constant $Q/R = 16400$ K is derived from the activation energy for the diffusion of the Cu, for which the value $Q = 136100$ J/mol was used and wherein, the speed of cooling is between 1 and 1000°C/min.

2. Method according to the claim wherein, during the step g of short heat treatment the speed of cooling is between 10 and 800°C/min.
3. Method according to any of claims 1 to 2 wherein said short heat treatment is carried out directly after quenching without intermediate strain-hardening.
4. Method according to any of claims 1 to 3 wherein the content in copper is at least 2.8% and at most 3.4% by weight.
5. Method according to any of claims 1 to 4 wherein the content in lithium is at least 0.70% by weight and at most 1.1% by weight.
6. Method according to any of claims 1 to 5 wherein the content in magnesium is at least 0.2% and at most 0.6% by weight.
7. Method according to any of claims 1 to 6 wherein the alloy contains between 0.08 and 0.15% by weight of zirconium, between 0.01 and 0.10% by weight of titanium and wherein the content in Mn, Cr, Sc and Hf is at most 0.05% by weight.
8. Method according to any of claims 1 to 7 wherein after the step g,
- h) an additional cold deformation is carried out on said sheet in such a way that the additional deformation is less than 10%,

i) a tempering is carried out wherein said sheet reaches a temperature between 130 and 170°C advantageously between 145 and 165°C and preferably between 150 and 160°C for 5 to 100 hours and preferably from 10 to 70h.

9. Rolled product able to be obtained by the method according to any of claims 1 to 7, having a limit of elasticity $R_{p0.2}$ (L) and/or $R_{p0.2}$ (LT) between 75% and 90%, preferentially between 80 and 85% and preferably between 81% and 84% of the limit of elasticity in the same direction of a sheet of the same composition in the state T4 or T3 having been subjected to the same controlled traction after quenching, at least one property chosen from among a $R_m/R_{p0.2}$ (L) ratio of at least 1.40 and preferably at least 1.45 and a $R_m/R_{p0.2}$ (LT) ratio at least 1.45 and preferably at least 1.50 and has at least one corrosion resistance property chosen from among a grade according to the standard ASTM G34 for sheets subjected to the conditions of the test ASTM G85 A2 of P and/or EA and an intergranular corrosion that is little developed for sheets subjected to the conditions of the standard ASTM G110.
10. Rolled product according to claim 9 having a combination of at least one property chosen from among $R_{p0.2}$ (L) of at least 220 MPa and preferably of at least 250 MPa, $R_{p0.2}$ (LT) of at least 200 MPa and preferably of at least 230 MPa, R_m (L) of at least 340 MPa and preferably of at least 380 MPa, R_m (LT) of at least 320 MPa and preferably of at least 360 MPa with a property chosen from among A%(L) at least 14% and preferably at least 15%, A%(LT) at least 24% and preferably at least 26%, $R_m/R_{p0.2}$ (L) at least 1.40 and preferably at least 1.45, $R_m/R_{p0.2}$ (LT) at least 1.45 and preferably at least 1.50.
11. Rolled product according to claim 9 or claim 10 such as the grade according to the standard ASTM G34 for sheets subjected to the conditions of the test ASTM G85 A2 is P or P-EA.
12. Use of a product obtained by the method according to claim 8 for the manufacture of a structure element for aircraft, in particular an aircraft fuselage skin.

Figure 1

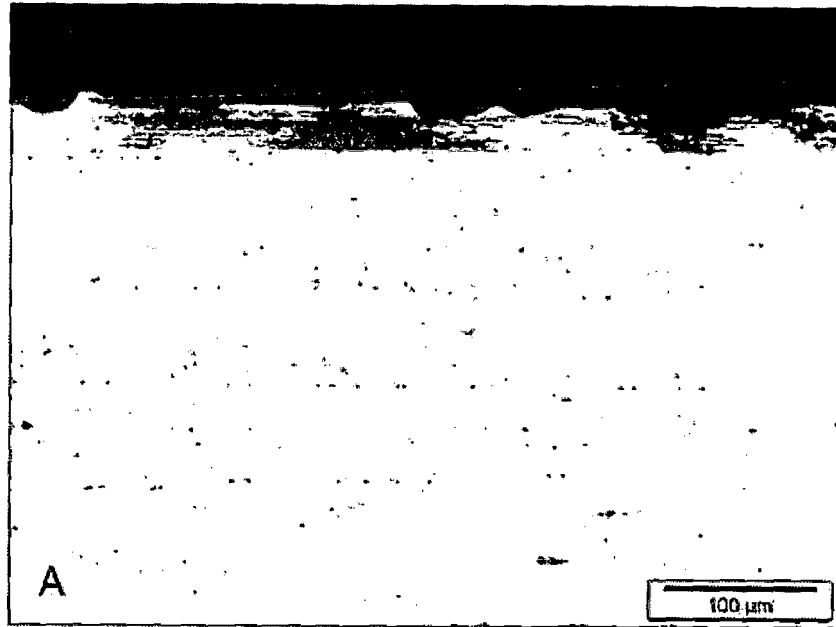


Figure 2

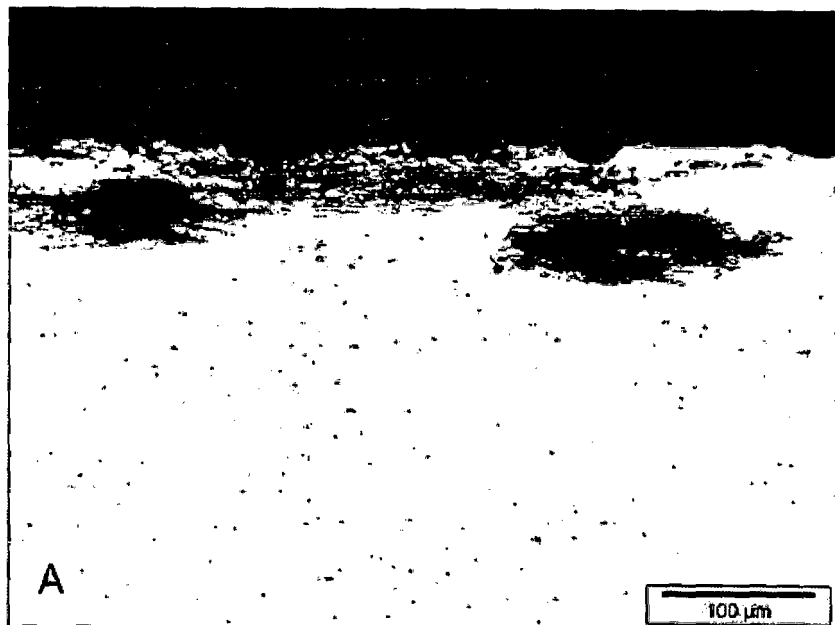


Figure 3

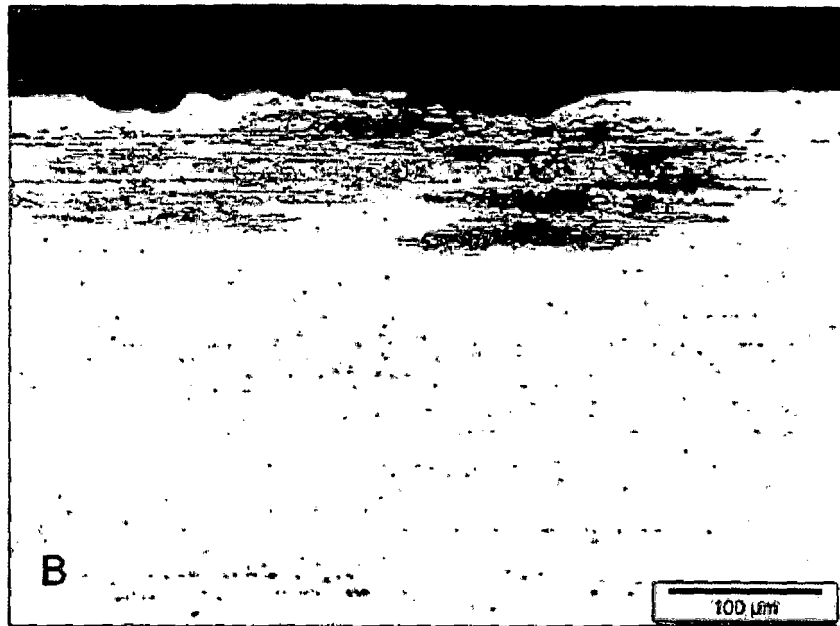
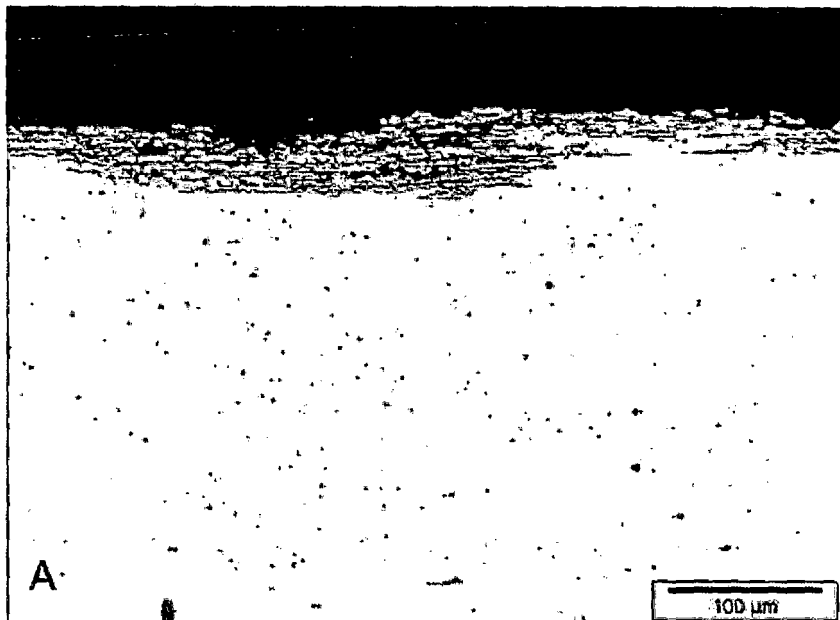


Figure 4



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 5455003 A [0005]
- US 7438772 B [0006]
- US 7229509 B [0007]
- US 2009142222 A1 [0008]
- EP 1966402 A [0009]
- WO 2007080267 A [0009]
- EP 1891247 A [0010]
- WO 2006131627 A [0010]
- EP 1045043 A [0011]

Littérature non-brevet citée dans la description

- PICKENS, J R ; HEUBAUM, F H ; LANGAN, T J ;
KRAMER, L S.
Al--(4.5-6.3)Cu--1.3Li--0.4Ag--0.4Mg--0.14Zr Alloy
Weldalite 049. *Aluminum--Lithium Alloys*, 27 Mars
1989, vol. III [0012]