

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 933 696**

51 Int. Cl.:

C22C 21/10 (2006.01)

C22F 1/053 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **09.01.2020 PCT/EP2020/050370**

87 Fecha y número de publicación internacional: **23.07.2020 WO20148140**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **09.01.2020 E 20700114 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **23.11.2022 EP 3911777**

54 Título: **Producto de aleación de aluminio de la serie 7xxx**

30 Prioridad:

18.01.2019 EP 19152546

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

13.02.2023

73 Titular/es:

NOVELIS KOBLENZ GMBH (100.0%)

Carl-Spaeter-Strasse 10

56070 Koblenz, DE

72 Inventor/es:

BÜRGER, ACHIM;

KHOSLA, SUNIL;

KRECHEL, CHRISTIAN GERHARD;

SPANGEL, SABINE MARIA y

MEYER, PHILIPPE

74 Agente/Representante:

FERNÁNDEZ POU, Felipe

ES 2 933 696 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Producto de aleación de aluminio de la serie 7xxx

5 CAMPO DE LA INVENCION

La invención se refiere a un tipo de aluminio forjado Al-Zn-Mg-Cu (o aleaciones de aluminio de las series 7000 o 7xxx según lo designado por la Aluminium Association). Más específicamente, la presente invención se refiere a una aleación de aluminio endurecible por envejecimiento, de alta resistencia, altamente resistente a la corrosión bajo tensión que tiene una resistencia mejorada a la desviación de grietas, y productos hechos de esa aleación de aluminio. Los productos fabricados con esta aleación son muy adecuados para aplicaciones aeroespaciales, pero no se limitan a eso. La aleación de aluminio se puede procesar en diversas formas de producto, por ejemplo, productos de placa delgada, placa gruesa, extruidos o forjados.

15 ANTECEDENTES DE LA INVENCION

Las aleaciones de aluminio de alta resistencia que están basadas en el sistema aluminio-zinc-magnesio-cobre se utilizan en numerosas aplicaciones. Por lo general, el perfil de propiedades de estas aleaciones debe ajustarse a la aplicación y es difícil mejorar una propiedad sin afectar negativamente a otras propiedades. Por ejemplo, la resistencia y la resistencia a la corrosión deben equilibrarse aplicando el temple más adecuado para la aplicación diana. Otra propiedad de relevancia es la resistencia a la desviación de grietas, donde la desviación de la trayectoria de grietas en un material puede ocurrir cuando una aleación susceptible se somete a una carga de fatiga en una grieta previa en una muestra L-S. Este fenómeno puede ser un desafío para los fabricantes de componentes ya que bajo ciertas condiciones puede verse afectada la integridad estructural. Se ha observado sensibilidad a la desviación de grietas, especialmente en aleaciones de aluminio de alta resistencia que contienen Zn. Por lo tanto, existe una necesidad de aleaciones de aluminio que combinen una resistencia elevada con una buena resistencia a la corrosión SCC y que al mismo tiempo tengan una resistencia a la desviación de grietas aumentada.

La patente europea EP-0863220-B2 divulga un tornillo o remache para uso en la industria del automóvil y fabricado a partir de una aleación de AlZnMgCu por extrusión, y en donde la aleación de AlZnMgCu consiste, en % en peso, 6,0-8,0 % de Zn, 2,0-3,5 % de Mg, preferiblemente 2,6-2,9 % de Mg, 1,6-1,9 % de Cu, 0,05-0,30 % de Zr, máx. 0,10% de Cr, máx. 0,50 % de Mn, máx. 0,10 % de Ti, máx. 0,20 % de Si, máx. 0,20 % de Fe, otros elementos cada uno máx. 0,05%, total máx. 0,15 %, resto aluminio e impurezas inevitables.

DESCRIPCION DE LA INVENCION

Como se apreciará a continuación en el presente documento, salvo que se indique lo contrario, las designaciones de aleación de aluminio y las designaciones de temple se refieren a las designaciones de la Aluminium Association en Aluminium Standards and Data and the Registration Records, según lo publicado por la Aluminium Association en 2018 y son bien conocidos para los expertos en la técnica. Las designaciones de temple también se establecen en la norma europea EN515.

Para cualquier descripción de composiciones de aleación o composiciones de aleación preferidas, todas las referencias a porcentajes son en porcentaje en peso a menos que se indique lo contrario.

Como se usa en el presente documento, el término "aproximadamente" cuando se usa para describir un intervalo de composición o cantidad de una adición de aleación significa que la cantidad real de la adición de aleación puede variar de la cantidad nominal prevista debido a factores tales como variaciones de procesamiento estándar como lo entienden aquellos expertos en la materia.

El término "hasta" y "hasta aproximadamente", como se emplean en el presente documento, incluyen explícitamente, pero no se limitan a, la posibilidad de cero porcentaje en peso del componente de aleación particular al que se refiere. Por ejemplo, hasta 0,5 % de Sc puede incluir una aleación de aluminio que no tenga Sc.

Es un objeto de la invención proporcionar un producto de aleación de aluminio forjado de la serie 7xxx que tenga un equilibrio mejorado de alta resistencia, alta resistencia SCC y que tenga una resistencia mejorada a la desviación de grietas.

Este y otros objetos y ventajas adicionales se cumplen o superan con la presente invención que proporciona un producto de aleación de aluminio forjado de la serie 7xxx, y que tiene preferiblemente un calibre de al menos 12,7 mm (0,5 pulgadas), y que tiene una composición que comprende, en % en peso,

Zn 6,50 % a 7,20 %,

ES 2 933 696 T3

Mg	2,30 % a 2,60 %,
Cu	1,30 % a 1,80 %,

y con la condición de que el contenido de Cu y Mg sea tal que $Cu+Mg < 4,50 \%$ y $Mg < 2,5 + 5/3(Cu - 1,2)$,

Fe	hasta 0,25 %, preferiblemente hasta 0,15 %,
Si	hasta 0,25 %, preferiblemente hasta 0,15 %,

5 y opcionalmente uno o más elementos seleccionados del grupo que consiste en:

Zr	hasta 0,3 %,
Cr	hasta 0,3 %,
Mn	hasta 0,45 %,
Ti	hasta 0,25 %, preferiblemente hasta 0,15 %,
Sc	hasta 0,5 %,
Ag	hasta 0,5%

siendo el resto aluminio e impurezas. Típicamente, tales impurezas están presentes cada una $< 0,05 \%$ y en total $< 0,15 \%$, y el producto se envejece para tener las siguientes propiedades:

10

– un límite elástico a la tracción convencional (en MPa) medido de acuerdo con la norma ASTM-B557-15 en la dirección L medido en un cuarto de espesor de más de $485-0,12*(t-100)$ MPa (siendo t el espesor del producto en mm). En una realización preferida, el límite elástico a la tracción es $>500-0,12(t-100)$ MPa, y más preferiblemente $>510-0,12(t-100)$ MPa.

15

– una vida mínima sin fallo debido al agrietamiento por corrosión bajo tensión (SCC) medida de acuerdo con la norma ASTM G47-98 de al menos 30 días a un nivel de tensión transversal corto (ST) de 170 MPa. En una realización preferida a un nivel de tensión transversal corto (ST) de 205 MPa, y más preferiblemente de 240 MPa.

20

– un valor mínimo de $K_{m\acute{a}x-desv}$ sin desviación de grietas debido al ensayo de propagación de grietas en atmósfera estándar a temperatura ambiente de acuerdo con la norma ASTM E647-13e01 en dirección L-S en muestras CT de al menos $40 MPa\sqrt{m}$ como promedio, preferiblemente de al menos $45 MPa\sqrt{m}$ como promedio, más preferiblemente de al menos $50 MPa\sqrt{m}$ como promedio, ensayando en un ensayo de fatiga con carga controlada y desviación de grietas definida como una desviación de grietas de más de 20° del plano de fractura previsto. Como se usa en el presente documento, la "resistencia a la desviación de grietas" se determina preparando al menos muestras C(T) por triplicado de acuerdo con la norma ASTM E647-13e01, titulada "Standard Test Method for Measurement of Fatigue Crack Growth Rates" ("ASTM E647"). Las al menos muestras C(T) por triplicado se toman en la dirección L-S entre anchura/3 y 2anchura/3 del material, donde la dimensión "B" de la muestra es 6,35 mm (0,25 pulgadas) y la dimensión "W" de la muestra es al menos 25 mm (0,98 pulgadas), tomada desde la posición T/2. Las muestras de ensayo se ensayan según el método de ensayo de amplitud de carga constante de la norma ASTM E647, con $R = 0,1$ (igual a $P_{m\acute{i}n}/P_{m\acute{a}x}$), aire ambiente o de alta humedad, a temperatura ambiente. La grieta previa debe cumplir con todos los requisitos de validez de la norma ASTM E647, y la grieta previa debe realizarse según lo requerido por la norma ASTM E647. El ensayo se inicia con un $K_{m\acute{a}x} > 10 MPa\sqrt{m}$. (9,098 ksi $\sqrt{pulgada}$), y la fuerza inicial debe ser lo suficientemente grande como para que la desviación de grietas ocurra antes de que el requisito de validez de la muestra C(T) de la norma ASTM E647 $((W-a)\geq (4/\pi)*(K_{m\acute{a}x-desv}/TYS)^2)$ ya no se cumpla para el ensayo. El ensayo debe ser válido de acuerdo con la norma ASTM E647 hasta el punto de desviación de grietas. Una grieta se "desvía" cuando la grieta de la muestra C(T) se desvía sustancialmente del plano de fractura previsto (por ejemplo, entre $20-110^\circ$) en cualquier dirección, y la desviación conduce a la separación de la muestra a lo largo de un plano de fractura no previsto. La longitud de grieta promedio en la desviación (a_{desv}) se obtiene usando el promedio de los dos valores de superficie (valores delantero y posterior). $K_{m\acute{a}x-desv}$ es el factor de intensidad-tensión máximo calculado usando la longitud de grieta promedio en la desviación (a_{desv}), la fuerza máxima aplicada ($P_{m\acute{a}x}$) y la expresión del factor de intensidad-tensión de acuerdo con la norma ASTM E647 A1.5.1.1 para la muestra C(T) (Nota: ΔK y ΔP deberían reemplazarse por $K_{m\acute{a}x-desv}$ y $P_{m\acute{a}x}$, respectivamente, según la relación de proporción de tensión $R = K_{m\acute{i}n}/K_{m\acute{a}x}$ y $\Delta K = K_{m\acute{a}x} - K_{m\acute{i}n}$ como se define en la norma ASTM E6473.2.14).

50

Mediante un control cuidadoso de los niveles de Zn, Cu y Mg en particular en la aleación de aluminio, y cuando se envejece en particular a una condición T7, el producto de aleación de aluminio forjado de la serie 7xxx

ES 2 933 696 T3

proporciona un equilibrio mejorado de alta resistencia, alta resistencia SCC en combinación con una buena resistencia a la desviación de grietas.

5 En una realización, el producto de aleación de aluminio forjado tiene un contenido de Zn máximo de 7,10 %. El contenido mínimo de Zn es 6,50 %, preferiblemente 6,60 %, y lo más preferiblemente 6,75 %, para obtener suficiente resistencia.

10 El producto de aleación de aluminio forjado tiene un contenido de Cu máximo de 1,80 %, y preferiblemente máximo de 1,75 %, y lo más preferiblemente máximo de 1,70 %. El contenido mínimo de Cu es 1,30 %, y más preferiblemente 1,35 %, para proporcionar suficiente resistencia en combinación con un alto valor mínimo de $K_{\text{máx-desv}}$ sin desviación de grietas.

15 El producto de aleación de aluminio forjado tiene un contenido de Mg de al menos 2,30 %, preferiblemente de al menos 2,35 %, y lo más preferiblemente de al menos 2,45 %, para proporcionar suficiente resistencia en combinación con un mayor valor mínimo de $K_{\text{máx-desv}}$ sin desviación de grietas. El producto de aleación de aluminio forjado tiene un contenido de Mg máximo de 2,60 %, y preferiblemente máximo de 2,55 %.

20 En una realización más preferida, el producto de aleación de aluminio forjado tiene 6,75 % a 7,10 % de Zn, 2,35 % a 2,55 % de Mg, y 1,35 % a 1,75 % de Cu.

20 En una realización más preferida, el producto de aleación de aluminio forjado tiene 6,75 % a 7,10 % de Zn, 2,45 % a 2,55 % de Mg, y 1,35 % a 1,75 % de Cu.

25 En la Tabla 1 siguiente se proporciona una visión general de los intervalos preferidos de Zn, Cu y Mg para el producto de aleación de aluminio forjado según la invención.

Tabla 1. Una descripción general de los intervalos preferidos de Zn, Cu y Mg en el producto de aleación de aluminio forjado de la serie 7xxx según esta invención.

	Zn	Mg	Cu	Condición
Ancho	6,50-7,20	2,30-2,60	1,30-1,80	$\text{Cu}+\text{Mg} < 4,50 \ \& \ \text{Mg} < 2,5 + 5/3*(\text{Cu}-1,2)$
Preferido	6,50-7,20	2,30-2,60	1,30-1,80	$\text{Cu}+\text{Mg} < 4,45 \ \& \ \text{Mg} < 2,55 + 2*(\text{Cu}-1,25)$
Más preferido	6,75-7,10	2,35-2,55	1,35-1,75	-
Lo más preferido	6,75-7,10	2,45-2,55	1,35-1,75	-

30 En una realización, el producto de aleación de aluminio forjado comprende además hasta 0,3 % de uno o más elementos seleccionados del grupo de V, Ni, Co, Nb, Mo, Ge, Er, Hf, Ce, Y, Dy y Sr.

35 Los contenidos de hierro y silicio deben mantenerse significativamente bajos, por ejemplo, sin exceder aproximadamente 0,15 % de Fe y preferiblemente menos de 0,10 % de Fe y sin exceder aproximadamente 0,15 % de Si y preferiblemente 0,10 % de Si o menos. En cualquier caso, es concebible que se puedan tolerar niveles todavía ligeramente más elevados de ambas impurezas, como máximo aproximadamente 0,25 % de Fe y como máximo aproximadamente 0,25 % de Si, aunque en una base menos preferida en el presente documento.

40 El producto de aleación de aluminio forjado comprende opcionalmente uno o más elementos formadores de dispersoides para controlar la estructura del grano y la sensibilidad de temple seleccionado del grupo que consiste en: Zr hasta 0,3 %, Cr hasta 0,3 %, Mn hasta 0,45 %, Ti hasta 0,25 %, Sc hasta 0,5 %.

45 Un máximo preferido para el nivel de Zr es 0,25 %. Un intervalo adecuado del nivel de Zr es de aproximadamente 0,03 % a 0,25 %, y más preferiblemente aproximadamente de 0,05 % a 0,18 %, y lo más preferiblemente aproximadamente de 0,05 % a 0,13 %. Zr es el elemento de aleación formador de dispersoides preferido en el producto de aleación de aluminio según esta invención.

50 La adición de Sc es preferiblemente de no más del 0,5 % y más preferiblemente no más de 0,3 %, y lo más preferiblemente no más de aproximadamente 0,25 %. Un límite inferior preferido para la adición de Sc es 0,03 %, y más preferiblemente 0,05 %. En una realización, cuando se combina con Zr, la suma de Sc+Zr debería ser menor que 0,35 %, preferiblemente menor que 0,30 %.

55 Otro elemento formador de dispersoides que se puede añadir, solo o con otros formadores de dispersoides, es Cr. Los niveles de Cr deberían estar preferiblemente por debajo 0,3 %, y más preferiblemente a un máximo de aproximadamente 0,25 %, y lo más preferiblemente a un máximo de aproximadamente 0,22 %. Un límite inferior preferido para Cr sería aproximadamente 0,04 %.

En otra realización del producto forjado de aleación de aluminio según la invención está libre de Cr, en términos prácticos esto significaría que se considera una impureza y el contenido de Cr es de hasta 0,05 %, y preferiblemente hasta 0,04 %, y más preferiblemente sólo hasta 0,03 %.

5

Se puede añadir Mn como un único formador de dispersoides o en combinación con uno cualquiera de los otros formadores de dispersoides mencionados. Un máximo para la adición de Mn es aproximadamente 0,4 %. Un intervalo práctico para la adición de Mn está en el intervalo de aproximadamente 0,05 % a 0,4 %, y preferiblemente en el intervalo de aproximadamente de 0,05 % a 0,3 %. Un límite inferior preferido para la adición de Mn es aproximadamente 0,12 %. Cuando se combina con Zr, la suma de Mn más Zr debería ser menor que aproximadamente 0,4 %, preferiblemente menor que aproximadamente 0,32 %, y un mínimo adecuado es aproximadamente 0,12 %.

10

En otra realización del producto forjado de aleación de aluminio según la invención está libre de Mn, en términos prácticos esto significaría que se considera una impureza y el contenido de Mn es de hasta 0,05 %, y preferiblemente hasta 0,04 %, y más preferiblemente sólo hasta 0,03 %.

15

En otra realización, cada uno de Cr y Mn están presentes solo a nivel de impurezas en el producto forjado de aleación de aluminio. Preferiblemente, la presencia combinada de Cr y Mn es solo hasta 0,05 %, preferiblemente hasta 0,04 %, y más preferiblemente hasta 0,02 %.

20

Se puede añadir intencionalmente plata (Ag) en un intervalo de hasta 0,5 % para mejorar aún más la resistencia durante el envejecimiento. Un límite inferior preferido para la adición de Ag intencionada sería de aproximadamente 0,05 % y, más preferiblemente, de aproximadamente 0,08 %. Un límite superior preferido sería aproximadamente 0,4 %.

25

En una realización, la Ag es un elemento de impureza y puede estar presente hasta 0,05 %, y preferentemente hasta 0,03 %.

30

En una realización, el producto de aleación de aluminio forjado de la serie 7xxx, que tiene preferiblemente un calibre de al menos 12,7 mm (0,5 pulgadas), tiene una composición que consiste en, en % en peso,

Zn	6,50 % a 7,20 %,
Mg	2,30 % a 2,60 %,
Cu	1,30 % a 1,80 %,

y con la condición de que $Cu+Mg < 4,50$ y $Mg < 2,5 + 5/3(Cu - 1,2)$,

Fe	hasta 0,25 %,
Si	hasta 0,25 %,

35

y opcionalmente uno o más elementos seleccionados del grupo que consiste en:

Zr	hasta 0,3 %,
Cr	hasta 0,3 %,
Mn	hasta 0,45 %,
Ti	hasta 0,25%,
Sc	hasta 0,5 %,
Ag	hasta 0,5%

siendo el resto aluminio e impurezas cada uno $< 0,05$ %, total $< 0,15$ %, y con intervalos de composición más estrechos preferidos como se describe y reivindica en el presente documento.

40

En otra realización, el producto de aleación de aluminio forjado de la serie 7xxx, que tiene preferiblemente un calibre de al menos 12,7 mm (0,5 pulgadas), tiene una composición que consiste en, en % en peso,

Zn	6,50 % a 7,20 %,
Mg	2,30 % a 2,60 %,
Cu	1,30 % a 1,80 %,

45

y con la condición de que $Cu+Mg < 4,50$ y $Mg < 2,5 + 5/3(Cu - 1,2)$,

Fe	hasta 0,25 %, preferiblemente hasta 0,15 %,
----	---

ES 2 933 696 T3

- Si hasta 0,25 %, preferiblemente hasta 0,15 %,
Zr 0,05 % a 0,18 %, preferiblemente 0,05 % a 0,13 %,
Ti hasta 0,25 %, preferiblemente hasta 0,15 %,

siendo el resto aluminio e impurezas cada uno < 0,05%, total < 0,15 %, y con intervalos de composición más estrechos preferidos como se describe y reivindica en el presente documento.

- 5 Para proporcionar el mejor equilibrio en resistencia, resistencia SCC y resistencia mejorada a la desviación de grietas, el producto forjado se proporciona preferiblemente en una condición T7 sobreenvejecida. Más preferiblemente, una condición T7 seleccionada del grupo que consiste en: T73, T74, T76, T77 y T79.

- 10 En una realización preferida, el producto forjado se proporciona en un temple T74, más en particular un temple T7451, o en un temple T76, más en particular un temple T7651.

En una realización preferida, el producto forjado se proporciona en un temple T77, más en particular un temple T7751, o en un temple T79, más en particular un temple T7951.

- 15 En una realización preferida, el producto forjado según esta invención tiene un espesor nominal de al menos 12,7 mm (0,5 pulgadas). En otra realización, el espesor es de al menos 25,4 mm (1,0 pulgadas). En otra realización más, el espesor es de al menos 38,1 mm (1,5 pulgadas), y preferiblemente de al menos 76,2 mm (3,0 pulgadas). En una realización, el espesor máximo es de 304,8 mm (12,0 pulgadas). En una realización preferida, el espesor máximo es de 254 mm (10,0 pulgadas) y más preferiblemente de 203,2 mm (8,0 pulgadas).

- 20 El producto forjado puede presentarse en diversas formas, en particular como un producto laminado, un producto extruido o como un producto forjado.

- 25 En una realización preferida, el producto forjado se proporciona como un producto laminado, más en particular como un producto de chapa laminada.

En una realización, el producto forjado es un producto aeroespacial, más en particular una pieza estructural de una aeronave, por ejemplo, un larguero de ala, una nervadura de ala, un revestimiento de ala, una viga de piso o un almacén de fuselaje.

- 30 En una realización particular, el producto forjado se proporciona como un producto laminado, idealmente como una pieza estructural de una aeronave, que tiene un espesor en un intervalo de 38,4 mm (1,5 pulgadas) a 307,2 mm (12,0 pulgadas), y con intervalos más estrechos preferidos como se describe y reivindica en el presente documento, y se proporciona en una condición T7, más preferiblemente en una condición T74 o T76. En esta
35 realización, el producto laminado tiene las propiedades que se describen y reivindican en el presente documento.

- 40 En una realización particular, el producto forjado se proporciona como un producto laminado, idealmente como una pieza estructural de una aeronave, que tiene un espesor en un intervalo de 38,1 mm (1,5 pulgadas) a 304,8 mm (12,0 pulgadas), y con intervalos más estrechos preferidos como se describe y reivindica en el presente documento, y se proporciona en una condición T76, más preferiblemente en una condición T7651. En esta realización, el producto laminado tiene las propiedades que se describen y reivindican en el presente documento.

- 45 En otro aspecto de la invención, se refiere a un método para producir el producto de aleación de aluminio forjado de la serie 7xxx, preferiblemente que tiene un calibre de al menos 12,7 mm (0,5 pulgadas), comprendiendo el método las etapas, en ese orden, de:

- 50 a. colar la materia prima de un lingote de la aleación de aluminio de la serie AA7000 según esta invención,

b. precalentar y/o homogeneizar la materia prima colada;

- 55 c. trabajar en caliente la materia prima mediante uno o más métodos seleccionados del grupo que consiste en laminación, extrusión y forjado;

d. opcionalmente trabajar en frío la materia prima trabajada en caliente;

- 60 e. tratar térmicamente en disolución ("SHT") la materia prima trabajada en caliente y opcionalmente trabajada en frío;

f. enfriar la materia prima de SHT, preferiblemente mediante uno de temple por pulverización o temple por inmersión en agua u otros medios de temple;

5 g. opcionalmente, estirar o comprimir la materia prima SHT enfriado o de otro modo trabajar en frío la materia prima SHT enfriado para aliviar tensiones, por ejemplo, nivelar o estirar o laminar en frío la materia prima SHT enfriada;

10 h. envejecer artificialmente la materia prima SHT enfriada y opcionalmente estirada o comprimida o de otro modo trabajada en frío para lograr el temple deseado, preferiblemente a una condición T7.

15 La aleación de aluminio se proporciona como un lingote o planchón para fabricar un producto forjado adecuado mediante técnicas de colada habituales en la técnica para productos moldeados, por ejemplo, colada por enfriamiento directo-(DC), colada electromagnética (EMC) y colada de agitación electromagnética (EMS). También se pueden usar planchones resultantes de la colada continua, por ejemplo, las de cinta o las de rodillos, lo que puede ser especialmente ventajoso cuando se producen productos finales de menor calibre. También se pueden usar afinadores de grano tales como los que contienen titanio y boro, o titanio y carbono, como es bien conocido en la técnica. El contenido de Ti en la aleación de aluminio es de hasta 0,25 %, y preferiblemente hasta 0,15 %, y más preferiblemente en un intervalo de 0,01 % a 0,1 %. Opcionalmente, se puede aliviar la tensión de un lingote fundido, por ejemplo, manteniéndolo a una temperatura en un intervalo de aproximadamente 350°C a 450°C, seguido de un enfriamiento lento a temperatura ambiente. Después de colar la materia prima de aleación, un lingote normalmente se raspa para eliminar las zonas de segregación cerca de la superficie de colada del lingote.

25 Es conocido en la técnica que el propósito de un tratamiento térmico de homogeneización tiene al menos los siguientes objetivos: (i) disolver en la mayor medida posible las fases solubles gruesas formadas durante la solidificación, y (ii) reducir los gradientes de concentración para facilitar la etapa de disolución. Un tratamiento de precalentamiento logra también algunos de estos objetivos.

30 Comúnmente, un precalentamiento se refiere al calentamiento de un lingote a una temperatura establecida y remojo a esta temperatura durante un tiempo establecido seguido del inicio de la laminación en caliente a aproximadamente esa temperatura. La homogeneización se refiere a un ciclo de calentamiento, remojo y enfriamiento con una o más etapas de remojo, aplicadas a un lingote de laminación en el que la temperatura final después de la homogeneización es la temperatura ambiente.

35 Un tratamiento de precalentamiento típico para aleaciones de la serie AA7xxx usado en el método según esta invención sería una temperatura de 390°C a 450°C con un tiempo de remojo en el intervalo de 2 a 50 horas, más típicamente de 2 a 20 horas.

40 En primer lugar, las fases eutécticas y/o fases intermetálicas solubles, como la fase S, la fase T y la fase M en la materia prima de aleación, se disuelven utilizando la práctica habitual de la industria. Normalmente, esto se lleva a cabo calentando la materia prima a una temperatura inferior a 500°C, normalmente en un intervalo de 450°C a 485°C, ya que la fase S (fase-Al₂MgCu) tiene una temperatura de fusión de aproximadamente 489°C en las aleaciones de la serie AA7xxx y la fase M (fase-MgZn₂) tiene un punto de fusión de aproximadamente 478°C. Esto puede lograrse mediante un tratamiento de homogeneización en dicho intervalo de temperatura y dejando que se enfríe hasta la temperatura de laminado en caliente, o después de la homogeneización, la materia prima se enfría y recalienta posteriormente antes del laminado en caliente. El proceso de homogeneización también se puede realizar si se desea en dos o más etapas, y que normalmente se llevan a cabo en un intervalo de temperatura de 430°C a 490°C para las aleaciones de la serie AA7xxx. En una realización favorable particular se aplica un proceso de homogeneización de dos etapas, hay una primera etapa entre 455°C y 470°C, y una segunda etapa entre 470°C y 485°C, para optimizar el proceso de disolución de las diversas fases dependiendo de la composición exacta de la aleación.

55 El tiempo de remojo a la temperatura o temperaturas de homogeneización está en el intervalo de 1 a 50 horas, y más típicamente durante 2 a 20 horas. Las velocidades de calentamiento que se pueden aplicar son aquellas habituales en la técnica.

Después del precalentamiento y/o práctica de homogeneización la materia prima se trabaja en caliente mediante uno o más métodos seleccionados del grupo que consiste en laminación, extrusión y forjado. El método de laminación en caliente es preferido para la presente invención.

60 El trabajo en caliente, y en particular el laminado en caliente, se puede realizar hasta un calibre final de preferiblemente 12,7 mm (0,5 pulgadas) o más.

65 En una realización del procedimiento, la aleación de aluminio se lamina en caliente en una primera serie de etapas de laminación en caliente hasta un calibre intermedio de laminación en caliente, seguido de una etapa

intermedia de calentamiento y, a continuación, se lamina en caliente en una segunda serie de etapas de laminación en caliente hasta el calibre de laminación en caliente final.

- 5 En otra realización, el material de la placa se lamina en caliente en un primer paso de laminado en caliente a un calibre intermedio de laminado en caliente, seguido de un tratamiento de recocido de recristalización a una temperatura hasta el intervalo de temperatura SHT y luego se lamina en caliente en un segundo paso de laminado en caliente para calibre final laminado en caliente. Esto mejorará la isotropía de las propiedades y puede aumentar aún más la resistencia frente a la desviación del agrietamiento.
- 10 Alternativamente, la etapa de trabajo en caliente se puede realizar para proporcionar la materia prima en un calibre intermedio. Posteriormente, esta materia prima de calibre intermedio puede trabajarse en frío, por ejemplo, mediante laminación, hasta un calibre final. Dependiendo de la cantidad de trabajo en frío, se puede usar un recocido intermedio antes o durante la operación de trabajo en frío.
- 15 Una etapa siguiente del proceso es el tratamiento térmico en disolución ("SHT") de la materia prima trabajada en caliente y, opcionalmente, trabajado en frío. El producto debería calentarse para llevar a disolución lo máximo posible todas o sustancialmente todas las porciones del zinc, magnesio y cobre solubles. La SHT se lleva a cabo preferiblemente en el mismo intervalo de temperatura e intervalo de tiempo que el tratamiento de homogeneización según esta invención como se establece en esta descripción, junto con los intervalos más estrechos preferidos. Sin embargo, se cree que también pueden ser muy útiles tiempos de remojo más cortos, por ejemplo en el intervalo de aproximadamente 2 a 180 minutos. El SHT se lleva a cabo normalmente en un horno discontinuo o continuo. Después de SHT, es importante que la aleación de aluminio se enfríe con una velocidad de enfriamiento alta a una temperatura de 175°C o menos, preferiblemente a temperatura ambiente, para evitar o minimizar la precipitación incontrolada de fases secundarias, por ejemplo, Al₂CuMg y Al₂Cu, y/o MgZn₂.
- 20 Por otro lado, las velocidades de enfriamiento no deberían ser demasiado altas para permitir una planitud suficiente y un bajo nivel de tensiones residuales en el producto. Se pueden conseguir velocidades de enfriamiento adecuadas con el uso de agua, por ejemplo, inmersión en agua o chorros de agua.
- 25 La materia prima puede trabajarse en frío adicionalmente, por ejemplo, estirándolo en el intervalo de 0,5 % a 8 % de su longitud original para aliviar tensiones residuales en el mismo y mejorar la planeidad del producto. Preferiblemente, el estiramiento está en el intervalo de aproximadamente el 0,5 % a 6 %, más preferiblemente de aproximadamente 1 % a 3 %. Después de enfriar, la materia prima se envejece artificialmente, preferiblemente para proporcionar una condición T7, más preferiblemente una condición T7x51.
- 30 A continuación, se mecaniza una forma estructural deseada o próxima a la forma estructural neta a partir de estas secciones en placa tratadas térmicamente, más a menudo generalmente después de un envejecimiento artificial, por ejemplo.
- 35 SHT, temple, operaciones opcionales de alivio de tensión y envejecimiento artificial también se siguen en la fabricación de secciones hechas por extrusión o etapas de procesado por forjado.
- 40

La invención se ilustrará ahora con referencia a los siguientes ejemplos no limitantes según la invención.

Ejemplo 1.

- 45 A escala industrial de fabricación se han colado en CC lingotes de laminación de 6 aleaciones de aluminio diferentes con unas dimensiones de 1470x440 mm y varios metros de longitud, excepto la aleación A3 que tiene unas dimensiones de 1260x440 mm. Las composiciones de aluminio (en % en peso) se enumeran en la Tabla 2 y en donde las aleaciones A1, A2, A3 y A4 son aleaciones comparativas y las aleaciones A5 y A6 son según la invención. La aleación A1 está dentro de los intervalos de composición de AA7475, la aleación A2 dentro de AA7181 y la aleación A3 dentro de AA7010. Los lingotes han sido sometidos a alivio de tensiones como es habitual en la técnica y seguidos de un tratamiento térmico de homogeneización en dos etapas. La aleación A1 se homogeneizó durante 2 horas a 470°C seguido de 15 horas a 495°C, y las aleaciones A2 a A6 se homogeneizaron cada una durante 12 horas a 470°C seguido de 25 horas a 475°C. Por razones logísticas,
- 50 después de la homogeneización, los lingotes se enfriaron a temperatura ambiente utilizando velocidades de enfriamiento habituales en la técnica, se descascarillaron para mejorar la planitud del lingote y eliminar la superficie de fundición, se recalentaron a 410°C y luego se laminaron en caliente hasta obtener un producto laminado en múltiples etapas de laminación a un espesor de 100 mm. Se tomaron submuestras de los productos de placa laminada en caliente y se sometieron a un tratamiento térmico en disolución durante 24 horas a 470°C en un horno a escala de laboratorio y se enfriaron con agua fría. A continuación, las muestras se han envejecido artificialmente durante 5 horas a 120°C, seguidas de 15 horas a 165°C. Las prácticas de envejecimiento artificial aplicadas llevan los productos laminados a un temple T76. A continuación, a partir del material envejecido artificialmente, se mecanizaron submuestras tomadas de la ubicación relevante a las dimensiones para el ensayo según con las normas relevantes.
- 55
- 60
- 65

Tabla 2. Composición de la aleación (en % en peso) de las seis aleaciones ensayadas. El resto se hace mediante aluminio e impurezas inevitables.

Aleación	Zn	Mg	Cu	Zr	Ti	Fe	Si	Cr
A1	5,87	2,40	1,62	-	0,03	0,06	0,04	0,20
A2	7,38	1,96	1,64	0,12	0,03	0,04	0,02	-
A3	6,37	2,33	1,76	0,12	0,03	0,05	0,03	-
A4	6,49	2,52	1,76	0,11	0,03	0,03	0,016	-
A5	6,57	2,30	1,76	0,11	0,03	0,03	0,016	-
A6	6,99	2,48	1,57	0,11	0,03	0,03	0,017	-

5 Las propiedades mecánicas (límite elástico a la tracción (TYS), resistencia máxima a la tracción (UTS) y alargamiento Asomm) en las direcciones L y ST se determinaron en un cuarto de espesor de acuerdo con la norma aplicable EN 2002-1. El promedio de tres muestras se enumera en la Tabla 3.

10 Se ha ensayado la vida mínima (en días) sin fallos debido al agrietamiento por corrosión bajo tensión (SCC) medido de acuerdo con la norma ASTM G47-98 a un nivel de tensión transversal corta (ST) de 170 MPa. Los resultados también se enumeran en la Tabla 3 y todas las muestras tuvieron un tiempo de vida sin fallos de más de 30 días.

15 También se ha ensayado para el valor mínimo de $K_{m\acute{a}x-desv}$ sin desviación de grietas debido al ensayo de propagación de grietas en atmósfera estándar a temperatura ambiente de acuerdo con la norma ASTM E647-13e01 en dirección L-S en muestras CT, ensayado en un ensayo de fatiga controlada por carga y desviación de grietas definida como una grieta que se desvía más de 20° del plano de fractura previsto. Como se usa en el presente documento, la "resistencia a la desviación de grietas" se determina preparando al menos muestras C(T) por triplicado de acuerdo con la norma ASTM E647-13e01, titulada "Standard Test Method for Measurement of Fatigue Crack Growth Rates" ("ASTM E647"). Las al menos muestras C(T) por triplicado se toman en la dirección L-S entre anchura/3 y 2anchura/3 del material, donde la dimensión "B" de la muestra es de 6,35 mm (0,25 pulgadas) y la dimensión "W" de la muestra es de al menos 25 mm (0,98 pulgadas), tomada de la posición T/2. Las muestras de ensayo se ensayan de acuerdo con el método de ensayo de amplitud de carga constante de la norma ASTM E647, con $R = 0,1$ (igual a $P_{m\acute{i}n}/P_{m\acute{a}x}$), aire ambiente o de alta humedad, a temperatura ambiente. La grieta previa debe cumplir con todos los requisitos de validez de la norma ASTM E647, y la grieta previa debe realizarse de acuerdo con lo que exige la norma ASTM E647. El ensayo se inicia usando una $K_{m\acute{a}x} > 10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (9,098 ksi $\sqrt{\text{pulgada}}$), y la fuerza inicial debe ser lo suficientemente grande como para que la desviación de grietas ocurra antes de que el requisito de validez de la muestra C(T) de la norma ASTM E647 C(T) $((W-a) \geq (4\pi)^*(K_{m\acute{a}x-desv}/TYS)^2)$ ya no se cumpla para el ensayo. El ensayo debe ser válido de acuerdo con la norma ASTM E647 hasta el punto de desviación de grietas. Una grieta se "desvía" cuando la grieta de la muestra C(T) se desvía sustancialmente del plano de fractura previsto (por ejemplo, entre 20-110°) en cualquier dirección, y la desviación conduce a la separación de la muestra a lo largo de un plano de fractura no deseado. La longitud de grieta promedio en la desviación (a_{desv}) se obtiene usando el promedio de los dos valores de superficie (valores delantero y posterior). $K_{m\acute{a}x-desv}$ es el factor de intensidad-tensión máximo calculado usando la longitud de la grieta promedio en la desviación (a_{desv}), la fuerza máxima aplicada ($P_{m\acute{a}x}$) y la expresión del factor de intensidad-tensión de acuerdo con la norma ASTM E647 A1.5.1.1 para la muestra C(T) (Nota: ΔK y ΔP deberían reemplazarse por $K_{m\acute{a}x-desv}$ y $P_{m\acute{a}x}$, respectivamente, según la relación de proporción de tensión $R = K_{m\acute{i}n}/K_{m\acute{a}x}$ y $\Delta K = K_{m\acute{a}x} - K_{m\acute{i}n}$ como se define en ASTM E6473.2.14).

40 **Tabla 3.** Resultados de los ensayos de las seis aleaciones.

Aleación	Propiedades de tracción			SCC (días)	$K_{m\acute{a}x-desv} \text{ (MPa}\sqrt{\text{m}})$
	TYS (MPa)	UTS (MPa)	$A_{50 \text{ mm}}$ (%)		
A1	444	517	14,47	>30	47,40
A2	469	523	15,40	>30	38,25
A3	493	540	13,37	>30	45,42
A4	522	573	11,60	>30	50,09
A5	503	551	12,67	>30	49,67
A6	524	572	12,03	>30	52,19

De los resultados de la Tabla 3 se puede ver que todos los productos de aleaciones de aluminio tienen una buena resistencia SCC, que es un requisito previo para su uso en muchas aplicaciones aeroespaciales.

5 De de los resultados de la Tabla 3 se puede ver que la aleación A1 proporciona una muy buena resistencia SCC en combinación con una buena resistencia a la desviación de grietas. Sin embargo, al menos los niveles de resistencia en la dirección L son muy bajos, lo que hace que la aleación de aluminio no sea un candidato ideal para en particular aplicaciones aeroespaciales estructurales.

10 La aleación A2 tiene un contenido de Zn significativamente aumentado y proporciona niveles de resistencia más elevados en la dirección L. Sin embargo, la resistencia frente a la desviación de grietas es significativamente menor en comparación con la aleación A1 y la aleación A3.

15 En comparación con la aleación A1, la aleación A3 tiene, debido a al menos un contenido de Zn más elevado, también una resistencia en la dirección L más elevada. La resistencia frente a la desviación de grietas es ligeramente inferior a la de la aleación A1, lo que es de acuerdo con lo esperado, ya que uno esperaría que con el aumento de la resistencia, en particular con el aumento del límite elástico a la tracción, la $K_{m\acute{a}x,desv}$ disminuiría. Las aleaciones A5 y A6 según esta invención proporcionan una combinación favorable de buena resistencia SCC, niveles de resistencia aumentados a y resistencia frente a la desviación de grietas aumentada. En la Figura 1, se representa la $K_{m\acute{a}x,desv}$ frente a la TYS en la dirección L para todas las aleaciones
20 ensayadas. A partir de esta figura, se puede ver que la aleación A6 proporciona el equilibrio más favorable.

La invención no está limitada a las realizaciones descritas anteriormente, sino que puede variar ampliamente dentro del alcance de la invención como se define en las reivindicaciones adjuntas.

REIVINDICACIONES

1. Un producto de aleación de aluminio forjado de la serie 7xxx que tiene una composición que comprende, en % en peso,

5

Zn	6,50 a 7,20,
Mg	2,30 a 2,60,
Cu	1,30 a 1,80,

y en donde $Cu+Mg < 4,50$, y en donde $Mg < 2,5 + 5/3(Cu - 1,2)$,

Fe	hasta 0,25,
Si	hasta 0,25,

y opcionalmente uno o más elementos seleccionados del grupo que consiste en:

Zr	hasta 0,3,
Cr	hasta 0,3,
Mn	hasta 0,45,
Ti	hasta 0,25,
Sc	hasta 0,5,
Ag	hasta 0,5,

10

siendo el resto aluminio e impurezas,

y en donde dicho producto se envejece para lograr:

15

- un límite elástico a la tracción convencional (en MPa) medido en la dirección L medido en un cuarto de espesor de más de $485-0,12^*(t-100)$ MPa (siendo t el espesor del producto en mm).

20

- una vida mínima sin fallo debido al agrietamiento por corrosión bajo tensión (SCC) medida de acuerdo con la norma ASTM G47-98 de al menos 30 días a un nivel de tensión transversal corto (ST) de 170 MPa.

25

- un valor mínimo $K_{m\acute{a}x-desv}$ sin desviación de grietas debido al ensayo de propagación de grietas en atmósfera estándar a temperatura ambiente de acuerdo con la norma ASTM E647-13e01 en la dirección L-S en muestras CT de al menos $40 MPa\sqrt{m}$ como promedio, preferiblemente de al menos $45 MPa\sqrt{m}$ como promedio, ensayando en un ensayo de fatiga y desviación de grietas controlado definido como una desviación de grietas de más de 20° del plano de fractura previsto.

2. Un producto de aleación de aluminio forjado de la serie 7xxx según la reivindicación 1,

30

en donde el contenido de Zn es al menos 6,60 % y/o

en donde el contenido de Zn es máximo 7,10 %.

3. Un producto de aleación de aluminio forjado de la serie 7xxx según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 2, en donde

35

Zn	6,75 a 7,10,
Mg	2,35 a 2,55,
Cu	1,35 a 1,75.

4. Un producto de aleación de aluminio forjado de la serie 7xxx según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde

40

Zn	6,75 a 7,10,
Mg	2,45 a 2,55,
Cu	1,35 a 1,75.

ES 2 933 696 T3

5. Un producto de aleación de aluminio forjado de la serie 7xxx según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en donde dicho producto tiene un contenido de Zr en un intervalo de 0,03 % a 0,25 %, y preferiblemente en un intervalo de 0,05 % a 0,18 %.
- 5 6. Un producto de aleación de aluminio forjado de la serie 7xxx según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en donde dicho producto tiene un contenido de Cr en un intervalo de 0,04 % a 0,3 %, y preferiblemente en un intervalo de 0,04 % a 0,25 %; y/o
- 10 en donde dicho producto tiene un contenido de Mn en un intervalo de 0,05 % a 0,4 %, y preferiblemente en un intervalo de 0,05 % a 0,3 %
7. Un producto de aleación de aluminio forjado de la serie 7xxx según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en donde dicho producto tiene un contenido de Cr de hasta 0,05 %, preferiblemente hasta 0,03 %; y/o
- 15 en donde dicho producto tiene un contenido de Mn de hasta 0,05 %, y preferentemente hasta 0,03 %.
8. Un producto de aleación de aluminio forjado de la serie 7xxx según la reivindicación 7, en donde dicho producto tiene una suma de Mn+Cr hasta 0,05 %.
- 20 9. Un producto de aleación de aluminio forjado de la serie 7xxx según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8,
- en donde dicho producto tiene un espesor de al menos 12,7 mm; y/o
- 25 en donde dicho producto es un producto aeroespacial.
10. Un producto de aleación de aluminio forjado de la serie 7xxx según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en donde dicho producto está en una condición T7; y en particular en donde el producto está en una condición T7 seleccionada del grupo que consiste en T73, T74, T76, T77 y T79, y preferiblemente seleccionada del grupo que consiste en T7451, T7651, T7751 y T7951.
- 30 11. Un producto de aleación de aluminio forjado de la serie 7xxx según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en donde el producto tiene un espesor de al menos 25,4 mm, más preferiblemente de al menos 38,1 mm y lo más preferiblemente de al menos 76,8 mm, y preferiblemente como máximo 304,8 mm.
- 35 12. Un producto de aleación de aluminio forjado de la serie 7xxx según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, en donde dicho producto está en forma de producto laminado, extruido o forjado; y/o en donde el producto tiene la forma de un producto laminado.
- 40 13. Un producto de aleación de aluminio forjado de la serie 7xxx según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, en donde dicho producto se envejece para lograr uno o más de:
- 45 - un límite elástico a la tracción convencional (en MPa) medido en la dirección L medido en un cuarto de espesor de más de $500-0,12*(t-100)$ MPa (siendo t el espesor del producto en mm), y preferentemente de más de $510-0,12*(t-100)$ MPa;
- 50 - un valor $K_{m\acute{a}x-desv}$ mínimo sin desviación de grietas debido al ensayo de propagación de grietas en atmósfera estándar a temperatura ambiente de acuerdo con la norma ASTM E647-13e01 en la dirección L-S en muestras CT de al menos 50 MPa \sqrt{m} como promedio, en un ensayo de fatiga y desviación de grietas de carga controlada definido como una desviación de grietas de más de 20° del plano de fractura previsto;
- 55 - una vida mínima sin fallo por agrietamiento por corrosión bajo tensión (SCC) medida de acuerdo con la norma ASTM G47-98 de al menos 30 días, a un nivel de tensión transversal corto (ST) de 205 MPa, y preferiblemente a un nivel de tensión transversal corto (ST) de 240 MPa.
14. Un producto de aleación de aluminio forjado de la serie 7xxx según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13, en donde el producto forjado es una pieza estructural de aeronave; y/o
- 60 en donde el producto forjado es una pieza estructural de aeronave seleccionada del grupo de un larguero de ala, nervadura de ala, revestimiento de ala, viga de piso y armazón de fuselaje.
15. Método de fabricación de un producto de aleación de aluminio laminado según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14, que tenga preferiblemente un calibre de al menos 12,7 mm, comprendiendo el método las etapas de:
- 65

ES 2 933 696 T3

- (a) colar un lingote que tenga una composición de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8;
- 5 (b) homogeneizar el lingote colado;
- (c) laminar en caliente el lingote colado a un producto laminado en caliente que tiene un espesor de al menos 12,7 mm;
- 10 (d) opcionalmente, trabajar en frío el producto laminado en caliente;
- (e) tratar térmicamente en disolución el producto laminado;
- 15 (f) enfriar el producto tratado térmicamente en disolución, preferiblemente mediante uno de temple por pulverización o temple por inmersión en agua u otros medios de temple;
- (g) estirar el producto enfriado y tratado térmicamente en disolución, preferiblemente en el intervalo de 0,5 % a 6 % de su longitud original; y
- 20 (h) envejecer artificialmente a una condición T7, preferiblemente seleccionada del grupo que consiste en T7451, T7651, T7751 y T7951, para lograr:
- un límite elástico a la tracción convencional (en MPa) medido en la dirección L medido en un cuarto de espesor de más de $485-0,12*(t-100)$ MPa (siendo t el espesor del producto en mm).
 - 25 - una vida mínima sin fallo debido al agrietamiento por corrosión bajo tensión (SCC) medida de acuerdo con la norma ASTM G47-98 de al menos 30 días a un nivel de tensión transversal corto (ST) de 170 MPa.
 - 30 - un valor mínimo $K_{m\acute{a}x-desv}$ sin desviación de grietas debido al ensayo de propagación de grietas en atmósfera estándar a temperatura ambiente de acuerdo con la norma ASTM E647-13e01 en la dirección L-S en muestras CT de al menos $40 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ como promedio, preferiblemente de al menos $45 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ como promedio, probado en un ensayo de fatiga y desviación de grietas de carga controlada definido como una desviación de grietas de más de 20° del plano de fractura previsto.

Fig. 1

