

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11)

EP 0 876 514 B1

(12)

FASCICULE DE BREVET EUROPEEN

(45) Date de publication et mention
de la délivrance du brevet:
14.07.1999 Bulletin 1999/28

(21) Numéro de dépôt: **97901668.0**

(22) Date de dépôt: **24.01.1997**

(51) Int Cl.⁶: **C22C 21/10, C22F 1/053**

(86) Numéro de dépôt international:
PCT/FR97/00144

(87) Numéro de publication internationale:
WO 97/27343 (31.07.1997 Gazette 1997/33)

(54) **PRODUITS EPAIS EN ALLIAGE AlZnMgCu A PROPRIETES AMELIOREES**

DICKE WERKSTUECKE AUS AL-ZN-MG-CU LEGIERUNG MIT VERBESSERTEN
EIGENSCHAFTEN

THICK AlZnMgCu ALLOY PRODUCTS HAVING IMPROVED PROPERTIES

(84) Etats contractants désignés:
DE FR GB

(30) Priorité: **25.01.1996 FR 9601103**

(43) Date de publication de la demande:
11.11.1998 Bulletin 1998/46

(73) Titulaire: **PECHINEY RHENALU
92400 Courbevoie (FR)**

(72) Inventeurs:

- **SHAHANI, Ravi**
F-38430 Moirans (FR)
- **VERDIER, Jean-François**
F-63500 Issoire (FR)
- **LASSINCE, Philippe**
F-63500 Issoire (FR)
- **RAYNAUD, Guy, Michel**
F-63500 Issoire (FR)
- **SIGLI, Christophe**
F-38000 Grenoble (FR)
- **SAINFORT, Pierre**
F-38000 Grenoble (FR)

(74) Mandataire: **Mougeot, Jean-Claude
PECHINEY
28, rue de Bonnel
69433 Lyon Cedex 03 (FR)**

(56) Documents cités:

EP-A- 0 377 779 **EP-A- 0 587 274**
WO-A-80/00711 **US-A- 3 881 966**
US-A- 5 277 719

- **S.R. LAMPMAN ET AL: "METALS HANDBOOK, VOL.2" 1990, ASM INTERNATIONAL, METALS PARK, OHIO, US XP002015076 *ALLIAGE 7050* voir page 112 - page 114**
- **METALLURGICAL TRANSACTIONS A PHYSICAL METALLURGY AND MATERIALS SCIENCE., vol. 22, no. 11, Novembre 1991, NEW YORK US, pages 2809-2817, XP000270489**
- **J.A.WAGNER ET AL: "THE EFFECT OF COPPER, CHROMIUM, AND ZIRCONIUM ON THE MECHANICAL PROPERTIES OF AL-ZN-MG-CU ALLOYS"**

Remarques:

Le dossier contient des informations techniques présentées postérieurement au dépôt de la demande et ne figurant pas dans le présent fascicule.

EP 0 876 514 B1

Il est rappelé que: Dans un délai de neuf mois à compter de la date de publication de la mention de la délivrance du brevet européen, toute personne peut faire opposition au brevet européen délivré, auprès de l'Office européen des brevets. L'opposition doit être formée par écrit et motivée. Elle n'est réputée formée qu'après paiement de la taxe d'opposition. (Art. 99(1) Convention sur le brevet européen).

Description**Domaine de l'invention**

5 **[0001]** L'invention concerne des produits en alliage d'aluminium du type AlZnMgCu (série 7000 selon la désignation de l'Aluminum Association) d'épaisseur supérieure à 60 mm. Ces produits peuvent être des plaques ou des tôles laminées à chaud, des blocs forgés ou des produits filés. Dans le cas où le produit n'est pas de forme parallépipédique, on entend par épaisseur la plus petite dimension du produit au moment de la trempe (par exemple l'épaisseur de la paroi la plus mince pour un profilé).

10

Etat de la Technique.

[0002] Des produits épais laminés, forgés ou filés en alliage d'aluminium de la série 7000 sont utilisés pour produire par découpage, surfaçage ou usinage dans la masse des pièces de haute résistance destinées à l'industrie aéronautique, par exemple des éléments de voilure tels que des longerons d'ailes ou des éclisses, ainsi que des éléments de fuselage tels que des cadres, ou des pièces pour la construction mécanique comme des composants de machines-outils ou des moules de matières plastiques.

15

[0003] Ces pièces doivent présenter un ensemble de propriétés souvent contradictoires les unes avec les autres, ce qui oblige à des compromis difficiles dans la définition précise de la composition chimique et de la gamme de transformation des produits utilisés.

20

[0004] En effet, les produits doivent souvent présenter à l'état traité thermiquement à la fois:

- une résistance mécanique élevée pour limiter le poids de métal utilisé,
- une tenacité suffisante pour réduire la vitesse de propagation des criques,
- 25 - une bonne résistance à la fatigue du fait de leur emploi dans des structures soumises à des vibrations ou à des contraintes non constantes dans le temps,
- une résistance suffisante à la corrosion sous tension.

25

[0005] De plus, l'alliage doit pouvoir être coulé et transformé dans de bonnes conditions pour conduire à une qualité métallurgique acceptable. La transformation après coulée de la plaque ou de la billette comprend habituellement une homogénéisation, une transformation à chaud par laminage, forgeage ou filage, une mise en solution, une trempe (par exemple par immersion ou pulvérisation à l'aide d'un liquide de trempe), éventuellement un détensionnement par traction à froid ou par compression, une maturation et un revenu.

30

[0006] Le refroidissement au cours de la trempe peut être plus ou moins rapide. On désigne ici par vitesse de trempe la vitesse moyenne de refroidissement (en °C/s) du produit entre 450 et 280°C, par rapport au quart d'épaisseur. On dit qu'un produit est sensible à la trempe si ses caractéristiques mécaniques statiques, telles que sa limite élastique, décroissent lorsque la vitesse de trempe décroît, ce qui, bien entendu, a plus de chances de se manifester sur des produits épais.

35

[0007] Pour obtenir une résistance mécanique élevée, ainsi qu'une bonne tenacité, on recherche généralement une structure fibrée qu'on obtient en évitant une recristallisation trop importante de l'alliage. Dans ce but, on ajoute à la composition un ou plusieurs éléments dits «antirecristallisants» tels que Zr, Ti, Cr, Mn, V, Hf ou Sc. Ainsi, les compositions enregistrées à l'Aluminum Association des alliages 7010 et du 7050 comportent une addition de Zr à des teneurs comprises respectivement entre 0,10 et 0,16%, et entre 0,08 et 0,15%.

40

[0008] Ceci est bien illustré par l'article récent de DORWARD et al. « Grain Structure and Quench-Rate Effects on Strength and Toughness of AA7050 AlZnMgCuZr Alloy Plate », Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 26A, pp. 2481-2484, qui indique par exemple, pour du 7050, une teneur Zr + Ti de 0,14% et montre l'effet, pour des tôles d'épaisseur 14 mm réalisées en laboratoire et non détensionnées, de variations extrêmes du taux de recristallisation entre 15 et 80%, sur la limite élastique des tôles à l'état T6. Il montre aussi l'effet de sensibilité à la trempe du 7050 en deçà d'une vitesse de trempe de 20°C/s, qui correspond à la vitesse de trempe de produits d'épaisseur supérieure à 50 mm environ.

45

[0009] Toutefois, ces expériences de laboratoire se distinguent de la pratique industrielle, puisque l'épaisseur finale de 14 mm est obtenue par un laminage à tiède qui aboutit à une microstructure assez corroyée, bien différente des microstructures qui caractérisent habituellement les tôles épaisses obtenues par laminage à chaud.

50

[0010] D'après l'article de DORWARD, l'effet du taux de recristallisation sur la tenacité L-T diminue avec la vitesse de trempe. A titre d'exemple, la figure 6 de l'article de DORWARD et al. montre que pour une vitesse de trempe de 8 °C/s (qui correspond à une mi-épaisseur d'environ 100 mm, caractéristique d'une tôle forte pour l'application visée) la tenacité L-T est la même pour un taux de recristallisation de 15 % et de 50 %, et diminue d'environ 10 % lorsque le taux de recristallisation passe à 90 %.

55

[0011] L'ajout d'éléments antirecristallisants, qui permettrait de limiter la recristallisation, présente comme inconvénient important de diminuer l'aptitude du produit à durcir après trempe et revenu, et ce d'autant plus qu'il est plus épais, le durcissement étant plus faible à coeur qu'en surface, entraînant une différence significative des caractéristiques mécaniques.

5 **[0012]** Ainsi l'article de M. CONSERVA et P. FIORINI « Interpretation of Quench Sensitivity in AlZnMgCu alloys » Metallurgical Transactions, vol. 4, mars 1973, pp. 857-862, fait mention d'une perte de capacité de durcissement structural, mesuré en terme de densité de zones GP, pour des tôles minces en alliage Al-Zn5,5 -Mg2,5-Cu1,6 avec addition soit de 0,23% de Cr, soit de 0,22% de Zr, par rapport au même alliage sans ces additions.

10 **[0013]** Cet article enseigne que le zirconium est plus favorable que le chrome pour limiter la perte de pouvoir durcissant de l'alliage au cours du revenu. Mais même en présence de zirconium, lorsque la vitesse de trempe est de 4°C/s, c'est-à-dire la vitesse de trempe à coeur d'un produit d'environ 200 mm d'épaisseur immergé dans l'eau froide, la chute du pouvoir durcissant est considérable et le zirconium ne permet plus de limiter la sensibilité à la trempe. L'article montre également que, pour la composition testée, même en l'absence de chrome ou de zirconium, on assiste à une chute du pouvoir durcissant pour une vitesse de trempe de l'ordre de 4°C/s.

15 **[0014]** Les métallurgistes russes ont proposé, pour diminuer la sensibilité à la trempe, l'alliage V93, ou 1930 selon la norme russe GOST 11069, qui ne comporte pas d'éléments antirecristallisants, mais présente une composition très éloignée de celles des alliages 7010 ou 7050, avec en particulier une teneur élevée en fer (entre 0,20 et 0,45%) défavorable à la tenacité et à la résistance à la fatigue.

20 **[0015]** L'article de H.A. HOLL « Investigations into the possibility of reducing quench sensitivity in high-strength AlZn-MgCu alloys », Journal of the Institute of Metals, juillet 1969, pp.200-205, fait la même constatation sur la nocivité des éléments Zr, Mn, Cr et V, c'est-à-dire les antirecristallisants, mais aussi de Fe et Si aux puretés commerciales, sur l'aptitude à la trempe de tôles minces. Cela signifie que pour diminuer la sensibilité à la trempe de ces alliages, il faut utiliser des compositions à bas Fe et Si, ce qui augmente les coûts de production par rapport aux alliages de pureté commerciale. L'enseignement de cet article qui concerne des tôles minces ne peut toutefois pas être transféré aux

25 **[0016]** Le brevet US 3881966 d'Alcoa concerne un alliage, enregistré ultérieurement à l'Aluminum Association sous la désignation 7050, contenant de 4,5 à 8% Zn, 1,7 à 3,25% Cu, 1,4 à 2,6% Mg, 0,05 à 0,25% Zr et moins de 0,04% Cr, avec diverses relations entre les teneurs en Zn, Mg et Cu. L'alliage permet, par rapport au 7075, un meilleur compromis entre la résistance mécanique, la tenacité, la résistance à la corrosion sous tension et la sensibilité à la

30 **[0017]** La demande WO 80/00711 de Boeing est relative à l'alliage enregistré ultérieurement comme AA 7150, contenant de 5,9 à 6,9% Zn, 2,0 à 2,7% Mg, 1,9 à 2,5% Cu, Fe < 0,15%, Si < 0,12% et de 0,08 à 0,15% Zr. La transformation à chaud est contrôlée de manière à limiter la recristallisation. Il réalise un bon compromis entre résistance mécanique, fatigue et tenacité.

35 **[0018]** La demande EP 0587274 de Reynolds décrit des alliages contenant de 5,5 à 10% Zn, de 1,75 à 2,6% Mg et 1,8 à 2,75% Cu, dans lesquels les proportions de ces éléments sont ajustées aux proportions stoechiométriques nécessaires à la formation des précipités MgZn₂ et Al₂CuMg. La tenacité et la résistance à la corrosion feuilletante sont améliorées. Un des exemples mentionnés concerne un alliage de composition: Zn = 6,56% Mg = 1,98% Cu = 1,99% Zr = 0,11% Fe = 0,051% Si = 0,05%. L'article de J.A. WAGNER et R.N. SHENOY « The Effect of Copper, Chromium and Zirconium on the Microstructure and Mechanical Properties of AlZnMgCu Alloys » Metallurgical Transactions A, vol. 22A, novembre 1991, pages 2809-2818, étudie la microstructure d'éprouvettes laminées à l'épaisseur de 38 mm en alliage contenant 6,70% Zn, 2,25% Mg, 0,1% Fe, 0,04% Si, avec des teneurs respectives en Cu de 1,5, 2 et 2,5% et une addition de 0,11% Zr ou 0,20% Cr, et évalue l'influence sur la résistance mécanique et la tenacité des variations de composition.

45 **[0019]** Enfin, la demanderesse a effectué un relevé des limites d'élasticité R_{0,2} sens L et TL sur des tôles en alliage 7050 traitées T7451 de différentes épaisseurs destinées à l'industrie aéronautique et a constaté une chute d'environ 0.5 MPa par mm d'épaisseur supplémentaire. Les figures 1 et 2 montrent la distribution statistique de ces valeurs respectivement pour le sens L et le sens TL. Ces résultats recourent ceux de l'article de DORWARD et al. mentionné plus haut qui montre, à l'état T6, une chute de l'ordre de 40 MPa entre des vitesses de trempe de 25°C/s et 8°C/s, qui correspondent approximativement à des vitesses de refroidissement à coeur dans l'eau froide de tôles d'épaisseur

50 respectives 60 et 150 mm.
[0020] Ainsi l'état de la technique n'indique aucun moyen, pour des produits épais en alliage 7000, permettant à la fois de maîtriser la recristallisation en utilisant du zirconium pour obtenir une résistance et une tenacité élevées et de limiter la sensibilité à la trempe pour disposer de caractéristiques mécaniques homogènes entre la surface et le coeur du produit et éviter la chute de résistance mécanique avec l'épaisseur du produit, surtout si l'on souhaite utiliser des alliages à pureté commerciale en Fe et Si. On sait par ailleurs que pour les alliages 7000 au cuivre, la résistance à la corrosion sous tension se dégrade lorsque la vitesse de trempe diminue, c'est-à-dire lorsque l'épaisseur augmente. Les produits épais en alliages 7000 à cuivre élevé ne sont donc pas une solution envisageable si l'on recherche un

bon comportement en corrosion.

But de l'invention

5 **[0021]** L'invention a pour but de trouver, pour des alliages 7000 au cuivre avec addition de zirconium, un domaine de composition particulier pour des produits épais qui les rende très peu sensibles à la trempe, dans lequel on maîtrise la recristallisation à un niveau faible tout en gardant une pureté commerciale en fer et silicium, et qui conduise à une résistance mécanique et une tenacité élevées, ainsi qu'à un bon comportement en fatigue, sans effet néfaste sur la résistance à la corrosion sous tension.

10 **Objet de l'invention**

[0022] L'invention a pour objet un produit laminé, filé ou forgé en alliage AlZnMgCu d'épaisseur > 60 mm, et de préférence > 125 mm, de composition (% en poids):

- 15
 5,9 < Zn < 8,7
 1,7 < Mg < 2,5 (et de préférence < 2,3)
 1,4 < Cu < 2,2 (et de préférence < 2,1)
 Fe < 0,14
 20 Si < 0,11
 0,05 < Zr < 0,15
 Mn < 0,02
 Cr < 0,02

25 avec: Cu + Mg < 4,1 (et de préférence < 4,05)
 autres éléments < 0,05 chacun et < 0,10 au total, reste aluminium,
 ce produit étant, après mise en forme, traité par mise en solution, trempe et revenu à l'état T7451 (détensionné par traction contrôlée) ou T7452 (détensionné par compression) et présentant les propriétés suivantes:

- 30 a) une limite élastique conventionnelle à 0,2% d'allongement $R_{0,2}$ mesurée à quart épaisseur en sens L et TL > 400 MPa,
 b) une tenacité en déformation plane sens S-L, mesurée à mi-épaisseur, > 26 MPa \sqrt{m} et sens L-T, mesurée à quart-épaisseur, > 74 - 0,08e - 0,07 $R_{0,2L}$ MPa \sqrt{m} (e étant l'épaisseur du produit en mm),
 c) un seuil de corrosion sous tension > 240 MPa, et de préférence > 300 MPa.

35 **[0023]** Les produits selon l'invention présentent une fraction volumique de grains recristallisés, mesurée dans la partie située entre quart-épaisseur et mi-épaisseur, ≤ 35%. La teneur en magnésium est, de préférence, maintenue supérieure à la teneur en cuivre.

[0024] L'invention a également pour objet un produit en alliage de composition plus restreinte:

- 40
 5,9 < Zn < 8,7
 1,7 < Mg < 2,15
 1,4 < Cu < 2,0
 Fe < 0,14 Si < 0,11
 45 Mn < 0,02
 Cr < 0,02
 0,05 < Zr < 0,15
 Mn < 0,02 Cr < 0,02

50 avec: Mg + Cu < 4,0
 autres éléments < 0,05 chacun et < 0,10 au total, reste aluminium,
 présentant les mêmes propriétés que précédemment, mais pour lequel le taux de recristallisation a peu d'influence sur ces propriétés.

[0025] La ténacité en déformation plane est de préférence > 28 MPa \sqrt{m} dans le sens S-L et > 74 - 0,08e - 0,07 $R_{0,2L}$ MPa \sqrt{m} . Cette dernière formule est utilisée de manière habituelle dans l'industrie aéronautique.

55 **[0026]** L'invention a aussi pour objet des produits selon les revendications 5 et 7 de même composition que précédemment et présentant après un revenu durant un temps équivalent t(eq) compris entre 600 et 1000 heures, les propriétés suivantes:

EP 0 876 514 B1

- a) une fraction volumique de grains recristallisés (mesurée entre le quart et la mi-épaisseur) < 35%
b) $R_{0,2}$ à quart épaisseur sens L et TL > 425 MPa,
c) une tenacité en déformation plane sens S-L > 25 (préf. 28) $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ et sens L-T > 74 (préf. 75) - 0,08e - 0,07 $R_{0,2(L)}$ $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$.
d) un seuil de corrosion sous tension > 240 MPa (préf. 300 MPa).

[0027] Lorsque le temps équivalent est compris entre 1000 et 1600 h, les propriétés sont les suivantes:

- b) $R_{0,2}$ sens L et TL > 400 MPa,
c) tenacité en déformation plane sens S-L > 28 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ et sens L-T > 76 (préf. 77) - 0,08e - 0,07 $R_{0,2(L)}$ $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$,
d) un seuil de corrosion sous tension > 240 MPa.

[0028] On définit le temps équivalent $t(\text{eq})$ par la formule:

$$t(\text{eq}) = \left(\int \exp(-16000/T) dt \right) / \exp(-16000/T_{\text{ref}})$$

où T est la température instantanée en ° K au cours du revenu et T_{ref} est une température de référence choisie à 120°C (393°K). $t(\text{eq})$ est exprimé en heures.

Description des figures

[0029] La figure 1 représente la limite élastique à 0,2% $R_{0,2}$ sens L en fonction de l'épaisseur d'un ensemble de tôles en alliage 7050 à l'état T7451 de l'art antérieur.

[0030] La figure 2 représente de la même manière $R_{0,2}$ sens TL en fonction de l'épaisseur du même ensemble de tôles.

[0031] La figure 3 représente, dans un diagramme Mg-Cu le domaine de composition de l'invention (en traits discontinus), ainsi que le domaine préférentiel (en traits continus fins), et le domaine restreint (en traits continus épais)

Description de l'invention

[0032] Contrairement à toute attente, et en particulier à l'enseignement de l'article de DORWARD et al. cité plus haut, les inventeurs ont déterminé un domaine de composition d'alliages 7000, contenant du cuivre et du zirconium, avec des teneurs commerciales en fer et silicium, permettant de contrôler la recristallisation, et conduisant, à partir d'une épaisseur d'environ 60 mm, à une réduction de la sensibilité à la trempe du produit lorsque l'épaisseur du produit augmente, tout en maintenant une bonne tenacité et une bonne résistance à la corrosion sous tension, avec une gamme de transformation industrielle conventionnelle.

[0033] La teneur en magnésium de l'alliage est réduite par rapport à celle des alliages 7010 ou 7050, puisqu'elle est centrée autour de 2% au lieu de 2,3%, mais on ne peut descendre au dessous de 1,7% si on veut garder des caractéristiques mécaniques suffisantes. Le cuivre est centré vers 1,7%, ce qui correspond à une augmentation par rapport au 7010, mais une diminution par rapport au 7050. Il est important de maintenir un certain équilibre entre Cu et Mg: si $\text{Cu} + \text{Mg} > 4,1$, le compromis tenacité - limite élastique se dégrade et rend le produit inintéressant. Il peut s'avérer intéressant de garder la teneur en Mg supérieure à celle en Cu. Le domaine de composition selon l'invention, ainsi que le domaine préférentiel, est représenté sur un diagramme Mg-Cu à la figure 3.

[0034] On utilise principalement, comme élément antirecristallisant le zirconium, en évitant au maximum le manganèse et le chrome qui accroissent la sensibilité à la trempe. La teneur en Zr doit dépasser 0,05% pour agir sur la recristallisation, mais doit rester en dessous de 0,15% pour éviter la sensibilité à la trempe et éviter des problèmes à la coulée. Le fer et le silicium sont à des teneurs équivalentes à celles du 7010 et du 7050.

[0035] La gamme d'élaboration du produit selon l'invention est semblable à celle des produits en alliages 7000, par exemple en 7010 et 7050. Elle comprend la coulée d'une plaque ou d'une billette, une homogénéisation à une température comprise entre 450 et 485°C, une transformation à chaud en une ou plusieurs étapes par laminage, filage ou forgeage à une température comprise entre 370 et 460°C et contrôlée pour obtenir le taux de recristallisation désiré, une trempe par immersion ou par pulvérisation, à l'eau froide ou à une température inférieure à 95°C, un détensionnement par déformation à température ambiante (traction contrôlée ou compression) d'un taux inférieur à 5%, et un traitement de revenu, pour obtenir par exemple des états T6, T74, T76, T751, T7451 ou T7651, dans le cas notamment de l'utilisation de ces produits pour les moules de plasturgie.

Exemples

Exemple 1

5 [0036] On a coulé 6 plaques, 3 en alliage 7050 classique, 3 en alliage F selon l'invention, ne différant que par la teneur en Mg et Cu, de compositions suivantes (% en poids):

	Zn	Mg	Cu	Si	Fe	Zr
10 alliage 7050	6,1	2,35	2,20	0,05	0,09	0,10
alliage F	6,1	2,25	1,68	0,05	0,09	0,10

15 [0037] Les 6 plaques ont été scalpées, homogénéisées respectivement à 475°C (7050) et 465°C (alliage F), laminées pour chacun des alliages, l'une à l'épaisseur 130 mm, l'autre à 150 mm et la troisième à 200 mm. Pour les plaques en 7050, les températures d'entrée et de sortie du laminage étaient respectivement de 415 et 435°C; pour l'alliage F selon l'invention, elles étaient de 410 et 425°C. Les 6 tôles ont mises en solution à 480°C, trempées par immersion dans l'eau froide et tractionnées avec un taux de déformation de l'ordre de 2%. Les tôles ont ensuite été soumises à un revenu de type bipalier :

20 6 h à 120°C et 17 h à 165°C pour les tôles en alliage 7050,
6 h à 115°C et 10 h à 172°C pour les tôles en alliage F.

25 [0038] On a mesuré sur chacune des tôles à quart d'épaisseur la limite d'élasticité conventionnelle $R_{0,2}$ dans les sens L et TL (en MPa), ainsi que la tenacité K_{1c} sens L-T (en $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$) selon la norme ASTM E399 sur des éprouvettes CT. Les résultats sont reportés sur le tableau 1, la tenacité étant comparée à la valeur $(74 - 0,08e - 0,07 R_{0,2(L)} \text{MPa}\sqrt{\text{m}}$, dans laquelle e désigne l'épaisseur de la tôle en mm. Cette expression permet, pour les produits épais en alliages de type AlZnMgCu de composition proche des alliages connus 7010 et 7050 et des alliages selon l'invention, de comparer des produits d'épaisseur et / ou de caractéristiques mécaniques statiques différentes. On constate que les tôles en alliage selon l'invention présentent une absence totale de sensibilité à la trempe lorsque l'épaisseur augmente, ce qui n'est pas le cas pour les tôles en 7050 classique, comme cela ressortait déjà des figures 1 et 2. Ainsi, bien que les teneurs en Mg et Cu soient plus faibles, on obtient de manière inattendue, pour ces épaisseurs, une résistance mécanique égale ou supérieure. On constate également une bien meilleure tenacité.

Tableau 1

	Epaisseur [mm]	$R_{0,2(L)}$ à ¼ ép. [MPa]	$R_{0,2(TL)}$ à ¼ ép. [MPa]	$K_{1c(LT)}$ à ¼ ép. [$\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$]	$74 - 0,08e - 0,07 R_{0,2(L)}$ [$\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$]
35 alliage 7050	130	450	445	29,6	32,5
	150	443	442	28,4	31,1
	200	415	410	24,0	29,3
	130	445	440	37,5	32,8
40 alliage F (invention)	150	443	442	35,8	31,1
	200	448	438	32,6	27,3

Exemple 2

50 [0039] On a coulé 2 alliages dont le premier a une composition selon l'invention (alliage G) et le second est un alliage 7050 classique. Les compositions de ces alliages sont données au tableau 2.

[0040] Les plaques coulées ont été homogénéisées autour de 470°C et laminées en 3 passes à l'épaisseur 6 pouces (152 mm), 7,5 pouces (190 mm) ou 8 pouces (203 mm) selon les cas indiqués au tableau 3. Les températures de sortie du laminage sont également indiquées au tableau 3. Les tôles ont été mises en solution à 480°C, trempées par immersion dans l'eau froide et soumises à une traction contrôlée avec un taux de déformation de 2%. Les tôles ont ensuite été soumises à un revenu de type bipalier :

55 6 h à 115 °C et 10 h à 172 °C pour les tôles en alliage G (selon l'invention),

EP 0 876 514 B1

6 h à 120 °C et 17 h à 165 °C pour les tôles en alliage 7050 (art antérieur).

[0041] On a mesuré pour chaque couple alliage-épaisseur la limite d'élasticité $R_{0,2}$ à quart d'épaisseur dans les sens L et TL et la tenacité K_{1c} dans les sens L-T (à quart d'épaisseur), T-L (à quart d'épaisseur) et S-L (à mi-épaisseur) selon la norme ASTM E399. On a mesuré également le taux de recristallisation de chacune des tôles au quart-épaisseur et à mi-épaisseur. Cette mesure a été faite sur des échantillons traités T351, traité ensuite 6 h à 160°C, puis polis et attaqués par une solution contenant 84 parties de solution chromique, 15 parties de solution nitrique et 1 partie de solution fluorhydrique, à température ambiante pendant environ ½ h. Le taux de recristallisation a été mesuré par analyse d'image sur des micrographies de ces échantillons, les grains recristallisés apparaissant en clair sur la matrice non recristallisée en sombre. L'ensemble des résultats a été reporté sur le tableau 3.

[0042] On constate que les tôles selon l'invention présentent une limite élastique du même ordre ou supérieure à celle du 7050 avec un niveau de tenacité, en particulier dans le sens L-T, plus élevé. En effet, la tenacité L-T de la tôle en alliage 7050 n'atteint pas 31,4 MPa√m pour l'épaisseur 152 mm ni 28,1 MPa√m pour l'épaisseur 190 mm, c'est-à-dire les valeurs correspondant à 74 - 0,08e - 0,07 $R_{0,2L}$.

[0043] On a mesuré par ailleurs, sur les tôles selon l'invention, des charges de rupture sens TC > 300 MPa après 30 jours dans une solution de NaCl à 3,5%, avec des cycles d'immersion-émersion de 10 et 50 mn, selon la norme ASTM G 44-75 relative à la mesure de la résistance à la corrosion sous tension.

Tableau 2

Alliage	Zn (%)	Mg (%)	Cu (%)	Fe (%)	Si (%)	Zr (%)
G (invention)	6,01	2,26	1,62	0,09	0,04	0,11
alliage 7050	6,01	2,28	2,22			

Tableau 3

Alliage n°	Epais. mm	Temp. sortie °C	$R_{0,2(L)}$ à ¼ ép MPa	$R_{0,2(TL)}$ à ¼ ép MPa	$K_{1c(LT)}$ à ¼ ép MPa√m	$K_{1c(TL)}$ à ¼ ép MPa√m	$K_{1c(SL)}$ à ½ ép MPa√m	Taux de recrist à ¼% ép %	74 - 0,08e - 0,07 $R_{0,2(L)}$ MPa√m
G	203	429	441	437	33,5	26,4	29,0	4	26,9
G	152	425	440	435	33,7	27,4	29,1	6	31,0
7050	152	427	435	431	28,4	24,8	27,1	42	31,4
7050	190	435	439	421	26,8	24,2	26,9	38	28,1

Exemple 3

[0044] On a coulé 5 types d'alliages dont les compositions sont données au tableau 4. L'alliage A est un 7050 classique, l'alliage B un 7050 optimisé à basse teneur en Mg. Les alliages C, D et E ont des compositions selon l'invention. Les plaques coulées ont été homogénéisées autour de 470°C et laminées à chaud à des épaisseurs de 8 pouces (203 mm) ou 8,5 pouces (215 mm). Les tôles ont été mises en solution à 480°C, trempées par immersion dans l'eau froide et soumises à une traction contrôlée avec un taux de déformation de 2%. Les tôles ont ensuite été soumises à un revenu de type bipalier classique avec un premier palier entre 115 °C et 120 °C, et un deuxième palier autour de 170 °C, ce traitement de type bipalier étant caractérisé par un temps équivalent $t(eq)$ entre 950 heures et 1580 heures, donné par l'équation:

$$t(eq) = \frac{\int \exp(-16000/T) dt}{\exp(-16000/T_{ref})}$$

où T (en Kelvin) signifie la température du traitement thermique qui évolue avec le temps t (en heures), et T_{ref} est une température de référence, prise ici à 393 K soit 120 °C.

[0045] On a mesuré pour chaque couple alliage-épaisseur la limite d'élasticité $R_{0,2}$ dans le sens L à quart d'épaisseur et la tenacité K_{1c} à quart d'épaisseur dans les sens L-T selon la norme ASTM E399 On a mesuré également le taux

EP 0 876 514 B1

de recristallisation de chacune des tôles par la méthode décrite dans l'exemple 2. L'ensemble des résultats a été reporté sur le tableau 4. Les alliages de types A et B correspondent à l'art antérieur, les alliages de type C, D et E à l'invention. Pour tous ces alliages, le seuil de corrosion sous contrainte était supérieur à 300 MPa.

Tableau 4

alliage	Mg %	Zn %	Cu %	épaisseur mm	taux de recrist. à ¼ ép. %	R _{0,2(L)} à ¼ ép. MPa	K _{1c(LT)} à ¼ ép. MPa√m	74 - 0,08e - 0,07 R _{0,2(L)} MPa√m
A	2,42	6,0	2,29	215	< 10	418	24,6	27,5
A	2,42	6,0	2,29	215	< 10	420	23,4	27,4
A	2,42	6,0	2,29	215	< 10	432	25,7	26,6
A	2,42	6,0	2,29	215	< 10	430	25,7	26,7
B	2,07	6,4	2,15	203	20	417	27,2	28,6
C	2,22	6,0	1,84	215		444	29,9	25,7
C	2,22	6,0	1,84	215		440	29,8	26,0
C	2,22	6,0	1,84	215	< 10	441	31,6	25,9
C'	2,21	6,0	1,83	215	< 10	432	30,3	26,6
C	2,22	6,0	1,84	215	< 10	419	30,3	27,5
D	2,25	6,0	1,60	203	< 10	444	30,9	26,7
D	2,25	6,0	1,60	203	< 10	432	32,8	27,5
D'	2,32	6,1	1,68	215	< 10	416	32,9	27,7
E	2,08	6,4	1,69	215	< 10	465	35,6	24,3

[0046] On constate que pour les alliages A et B, la valeur de K_{1c(LT)} mesurée à quart d'épaisseur est toujours inférieure à la valeur de référence 74 - 0,08e - 0,07 R_{0,2(L)}, tandis que pour les alliages selon l'invention, elle est toujours significativement supérieure. Ceci signifie que le compromis entre caractéristiques mécaniques statiques et tenacité est meilleur.

Exemple 4

[0047] On a coulé 3 alliages de type E dont les compositions sont données au tableau 5. Les alliages ont été transformés selon le procédé de l'exemple 3, et soumis au même type d'essais. Les résultats sont donnés au tableau 5.

Tableau 5

alliage	Mg %	Zn %	Cu %	épaisseur mm	taux de recrist. à ¼ ép. %	R _{0,2(L)} à ¼ ép. MPa	K _{1c(LT)} à ¼ ép. MPa√m	74 - 0,08e - 0,07 R _{0,2(L)} MPa√m
E	2,08	6,4	1,69	215	< 10	465	35,6	24,3
E'	2,01	6,4	1,62	215	25	460	32,0	24,6
E''	1,99	6,4	1,66	215	70	442	29,0	25,9

[0048] On constate que pour le domaine restreint de composition choisi le taux de recristallisation n'a qu'une influence limitée sur le compromis tenacité - limite élastique dans la mesure où la valeur de K_{1c(LT)} mesurée à quart d'épaisseur est toujours nettement supérieure à la valeur de référence 74 - 0,08e - 0,07 R_{0,2(L)}.

Exemple 5

[0049] On a coulé 4 types d'alliages dont les compositions sont données au tableau 6. Les alliages de type E correspondent à l'invention, l'alliage de type B correspond à l'art antérieur. Tous les alliages ont été transformés selon le

EP 0 876 514 B1

procédé de l'exemple 3. L'épaisseur des tôles était de 215 mm. Toutefois, on a exploré l'influence du temps équivalent du deuxième palier du revenu. Les tôles ont été soumises aux mêmes types d'essais. Les résultats sont donnés au tableau 6.

Tableau 6

alliage	Mg %	Zn %	Cu %	taux de recrist. à ¼ ép. %	t(eq) heures	R _{0,2(L)} à ¼ ép. MPa	K _{1c(LT)} à ¼ ép MPa√m	74 - 0,08e - 0,07 R _{0,2(L)} MPa√m
E	1,99	6,4	1,66	60	989	442	29,0	25,9
E"	1,99	6,4	1,66	60	1186	431	28,7	26,6
E"	1,99	6,4	1,66	60	1383	408	30,2	28,2
E	2,08	6,4	1,69	< 10	661	477	33,9	23,2
E	2,08	6,4	1,69	< 10	858	465	35,6	24,2
E'	2,01	6,4	1,62	30	661	479	29,7	23,2
E'	2,01	6,4	1,62	30	858	459	32,0	24,6
E'	2,01	6,4	1,62	30	1055	448	32,5	25,4
B	2,13	6,0	2,10	15	1120	429	26,6	27,7
B	2,13	6,0	2,10	15	1383	417	27,2	28,6
B	2,13	6,0	2,10	15	1645	411	27,9	29,0

[0050] On constate que pour les produits selon l'invention, pour le domaine restreint de composition choisi les conditions du revenu n'ont que peu d'influence sur le compromis tenacité - limite élastique, dans la mesure où la valeur de K_{1c(LT)} mesurée à quart d'épaisseur est toujours nettement supérieure à la valeur de référence 74 - 0,08e - 0,07 R_{0,2(L)}. En revanche, les produits selon l'art antérieur sont caractérisés par une valeur de K_{1c(LT)} qui se situe toujours nettement au-dessous de la valeur de référence.

Exemple 6

[0051] On a coulé 2 alliages de type D dont les compositions sont données au tableau 7 (la teneur en zinc était de 6,0 % pour les deux alliages). Les alliages ont été transformés selon le procédé de l'exemple 3. Les tôles ont été soumises au même type d'essais. Les résultats sont donnés au tableau 7.

5
10
15
20
25
30
35
40
45
50
55

Tableau 7

alliage	Mg %	Cu %	Zr %	ép. mm mm	taux de recrist. à 1/4 ép. %	taux de recrist. à 1/2 ép. %	R _{0,2(L)} à 1/4 ép. MPa	R _{0,2(TL)} à 1/4 ép. MPa	K _{10(LT)} à 1/4 ép. MPa√m	K _{10(RL)} à 1/2 ép. MPa√m	74 - 0,08e - 0,07 R _{0,2(L)} MPa√m
D	2,25	1,60	0,12	203		17	431	431	32,8	29,5	27,5
D	2,25	1,60	0,12	153	4	8	433	431	33,8	29,7	31,5
D"	2,28	1,65	0,11	203	40	30	459	445	25,4	26,1	25,6
D"	2,28	1,65	0,11	152	44	35	447	441	28,5	25,0	30,5

[0052] On constate que pour le domaine de composition choisi la recristallisation est critique pour obtenir un compromis tenacité - limite élastique acceptable. Plus particulièrement, la valeur du taux de recristallisation ne doit pas dépasser environ 35 % entre quart épaisseur et mi-épaisseur pour assurer que la valeur de $K_{1\sigma(LT)}$ mesurée à quart d'épaisseur est toujours supérieure à la valeur de référence $74 - 0,08e - 0,07 R_{0,2(L)}$.

5

Revendications

1. Produit laminé, filé ou forgé en alliage d'aluminium AlZnMgCu d'épaisseur > 60 mm de composition en % en poids:

10

5,9 < Zn < 8,7
 1,7 < Mg < 2,5
 1,4 < Cu < 2,2
 Fe < 0,14
 Si < 0,11
 0,05 < Zr < 0,15
 Mn < 0,02
 Cr < 0,02

15

20

avec: Mg + Cu < 4,1
 autres éléments < 0,05 chacun et < 0,10 au total, reste aluminium,
 ce produit étant, après mise en forme, traité par mise en solution, trempe et revenu à l'état T7451 ou T7452,
 présentant une microstructure avec, entre le quart et la mi-épaisseur, une fraction volumique de grains recristallisés
 < 35%, ainsi que les propriétés suivantes:

25

a) une limite élastique $R_{0,2}$ mesurée à quart-épaisseur > 400 MPa en sens L et TL,
 b) une ténacité en déformation plane sens S-L, mesurée à mi-épaisseur, selon la norme ASTM E399 > 26
 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ et sens L-T, mesurée à quart-épaisseur, > $74 - 0,08e - 0,07 R_{0,2(L)}$ $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ où e = épaisseur du produit
 en mm,
 c) un seuil de corrosion sous tension selon ASTM G 44-75 > 240 MPa

30

2. Produit selon la revendication 1, dans lequel 1,7 < Mg < 2,3.

3. Produit selon l'une quelconque des revendications 1 et 2, dans lequel 1,4 < Cu < 2,1.

35

4. Produit selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que la tenacité en déformation plane sens S-L est
 > 28 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ et sens L-T > $74 - 0,08e - 0,07 R_{0,2(L)}$ $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$.

5. Produit laminé, filé ou forgé en alliage d'aluminium AlZnMgCu d'épaisseur > 60 mm de composition % en poids:

40

5,9 < Zn < 8,7
 1,7 < Mg < 2,5 et préférentiellement 1,7 < Mg < 2,3
 1,4 < Cu < 2,2 et préférentiellement 1,4 < Cu < 2,1
 Fe < 0,14
 Si < 0,11
 0,05 < Zr < 0,15
 Mn < 0,02
 Cr < 0,02

45

50

avec: Mg + Cu < 4,1 et préférentiellement Mg + Cu < 4,05,
 autres éléments < 0,05 chacun et < 0,10 au total, reste aluminium,
 ce produit étant, après mise en forme, traité par mise en solution, trempe et revenu pendant un temps équivalent
 t(eq)

55

$$t(\text{eq}) = \frac{\int \exp(-16000/T) dt}{\exp(-16000/T_{\text{ref}})}$$

EP 0 876 514 B1

compris entre 600 heures et 1000 heures, où T en Kelvin signifie la température du traitement thermique qui évolue avec le temps t en heures, et T_{ref} est une température de référence, prise à 393 K, et présentant les propriétés suivantes:

- 5 a) une fraction volumique de grains recristallisés mesurée entre le quart et la mi-épaisseur < 35%,
b) une limite élastique $R_{0,2}$ mesurée à quart-épaisseur > 425 MPa en sens L et TL,
c) une ténacité en déformation plane sens S-L, mesurée à mi-épaisseur, selon la norme ASTM E 399 > 25 MPa \sqrt{m} et sens L-T, mesurée à quart-épaisseur, > 74 - 0,08e - 0,07 $R_{0,2L}$ MPa \sqrt{m} où e = épaisseur en mm,
d) un seuil de corrosion sous tension > 240 MPa selon ASTM G 44-75.

10

6. Produit selon la revendication 5, caractérisé par les propriétés suivantes :

- a) une limite élastique $R_{0,2}$ mesurée à quart-épaisseur > 425 MPa en sens L et TL,
b) une ténacité en déformation plane sens S-L > 28 MPa \sqrt{m} et sens L-T > 75 - 0,08e - 0,07 $R_{0,2L}$ MPa \sqrt{m} (e = épaisseur en mm).

15

7. Produit laminé, filé ou forgé en alliage d'aluminium AlZnMgCu d'épaisseur > 60 mm de composition en % en poids;

- 20 5,9 < Zn < 8,7
1,7 < Mg < 2,5 et préférentiellement 1,7 < Mg < 2,3
1,4 < Cu < 2,2 et préférentiellement 1,4 < Cu < 2,1
Fe < 0,14
Si < 0,11
0,05 < Zr < 0,15
25 Mn < 0,02
Cr < 0,02

25

avec: Mg + Cu < 4,1 et préférentiellement Mg + Cu < 4,05,
autres éléments < 0,05 chacun et < 0,10 au total, reste aluminium,
ce produit étant, après mise en forme, traité par mise en solution, trempe et revenu pendant un temps équivalent
30 t(eq)

30

$$t(eq) = \frac{\int \exp(-16000/T) dt}{\exp(-16000/T_{ref})}$$

35

compris entre 1000 heures et 1600 heures, où T en Kelvin signifie la température du traitement thermique qui évolue avec le temps t en heures, et T_{ref} est une température de référence, prise à 393 K, présentant les propriétés suivantes:

40

- a) une fraction volumique de grains recristallisés mesurée entre le quart et la mi-épaisseur < 35%,
b) une limite élastique $R_{0,2}$ mesurée à quart-épaisseur > 400 MPa en sens L et TL,
c) une ténacité en déformation plane sens S-L, mesurée à mi-épaisseur, selon la norme ASTM E 399 > 28 MPa \sqrt{m} et sens L-T, mesurée à quart-épaisseur, > 76 - 0,08e - 0,07 $R_{0,2L}$ MPa \sqrt{m} où e = épaisseur en mm,
d) un seuil de corrosion sous tension > 240 MPa, selon ASTM G 44-75.

45

8. Produit selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que le seuil de corrosion sous tension est supérieur à 300 MPa.

9. Produit selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisé en ce que la teneur en magnésium est supérieure à la teneur en cuivre.

50

10. Produit laminé, filé ou forgé d'épaisseur supérieure à 60 mm en alliage d'aluminium AlZnMgCu de composition en % en poids:

55

- 5,9 < Zn < 8,7
1,7 < Mg < 2,15
1,4 < Cu < 2,0

EP 0 876 514 B1

Fe < 0,14
Si < 0,11
0,05 < Zr < 0,15
Mn < 0,02
Cr < 0,02

5
avec: Mg + Cu < 4,0
autres éléments < 0,05 chacun et < 0,10 au total, reste aluminium,
10 traité, après mise en forme, par mise en solution, trempe et revenu à l'état T7451 ou T7452, et présentant, quel que soit le degré de recristallisation, les propriétés suivantes:

a) une limite élastique $R_{0,2}$ mesurée à quart-épaisseur > 400 MPa en sens L et TL,
b) une ténacité en déformation plane sens S-L, mesurée à mi-épaisseur, selon la norme ASTM E399 > 26 MPa \sqrt{m} et sens L-T, mesurée à quart-épaisseur, > 74 - 0,08e - 0,07 $R_{0,2(L)}$ MPa \sqrt{m} où e = épaisseur en mm,
15 c) un seuil de corrosion sous tension selon ASTM G 44-75 > 240 MPa

11. Procédé de fabrication d'un produit selon l'une quelconque des revendications 1 à 10 comportant la coulée d'une plaque ou d'une billette, une homogénéisation à une température comprise entre 440 et 485°C, une transformation à chaud en une ou plusieurs étapes par laminage, filage ou forgeage à une température comprise entre 370 et 460°C et contrôlée pour obtenir une fraction volumique de grains recristallisés > 35% entre le quart et la mi-épaisseur, une mise en solution à une température comprise entre 460 et 485°C, une trempe à l'eau froide ou à une température < 95°C, une déformation à température ambiante à un taux < 5% et un revenu.

12. Utilisation d'un produit selon l'une des revendications 1 à 6 pour la fabrication d'éléments de structure d'avions.

13. Utilisation selon la revendication 12 pour la fabrication de longerons d'aile d'avion.

14. Utilisation d'un produit selon l'une des revendications 1 à 10 pour la fabrication de moules d'injection de matières plastiques.

Patentansprüche

1. Gewalztes, stranggepreßtes oder geschmiedetes Erzeugnis mit einer Wanddicke > 60 mm aus einer Aluminiumlegierung vom Typ AlZnMgCu folgender Zusammensetzung in Masse-% :

5,9 < Zn < 8,7
1,7 < Mg < 2,5
1,4 < Cu < 2,2
Fe < 0,14
Si < 0,11
0,05 < Zr < 0,15
Mn < 0,02
Cr < 0,02

mit : Mg + Cu < 4,1
weitere Elemente jeweils < 0,05 und insgesamt < 0,10, Rest Aluminium, wobei dieses Erzeugnis nach Umformung durch Lösungsglühen, Abschrecken und Warmauslagerung im Behandlungszustand T7451 oder T7452 behandelt wird, eine Mikrostruktur mit, zwischen einem Viertel und der halben Wanddicke, einen Volumenanteil an rekristallisierten Körnern < 35%, und folgende Eigenschaften aufweist :

a) eine auf einem Viertel der Wanddicke gemessene Dehngrenze $R_{0,2}$ > 400 Mpa in L- und TL-Richtung,
b) eine auf der halben Wanddicke gemessene Bruchzähigkeit gegen ebene Verformung in S-L-Richtung gemäss der ASTM E399 Norm > 26MPa \sqrt{m} und auf dem Viertel der Wanddicke gemessene Bruchzähigkeit in L-T-Richtung > 74 - 0,08e - 0,07 $R_{0,2(L)}$ MPa \sqrt{m} , wobei e die Wanddicke des Erzeugnisses in mm ist,
c) eine Spannungskorrosionsschwelle gemäss der ASTM G 44-75 Norm > 240 MPa.

EP 0 876 514 B1

2. Erzeugnis nach Anspruch 1, bei dem $1,7 < \text{Mg} < 2,3$.
3. Erzeugnis nach einem der Ansprüche 1 und 2, bei dem $1,4 < \text{Cu} < 2,1$.
- 5 4. Erzeugnis nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Bruchzähigkeit gegen ebene Verformung in S-L Richtung $> 28 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ und in L-T Richtung $> 74 - 0,08e - 0,07R_{0,2(L)} \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ist.
5. Gewalztes, stranggepreßtes oder geschmiedetes Erzeugnis mit einer Wanddicke $> 60 \text{ mm}$ aus einer Aluminiumlegierung vom Typ AlZnMgCu folgender Zusammensetzung (in Masse-%) :

10

$$\begin{aligned} 5,9 < \text{Zn} < 8,7 \\ 1,7 < \text{Mg} < 2,5 \text{ und vorzugsweise } 1,7 < \text{Mg} < 2,3 \\ 1,4 < \text{Cu} < 2,2 \text{ und vorzugsweise } 1,4 < \text{Cu} < 2,1 \\ \text{Fe} < 0,14 \\ 15 \quad \text{Si} < 0,11 \\ 0,05 < \text{Zr} < 0,15 \\ \text{Mn} < 0,02 \\ \text{Cr} < 0,02 \end{aligned}$$

20 mit: $\text{Mg} + \text{Cu} < 4,1$ und vorzugsweise $\text{Mg} + \text{Cu} < 4,05$, weitere Elemente jeweils $< 0,05$ und insgesamt $< 0,10$, Rest Aluminium, wobei dieses Erzeugnis nach Umformung durch Lösungsglühen, Abschrecken und Warmauslagerung während einer Äquivalenzzeit $t(\text{eq})$

25

$$t(\text{eq}) = \frac{\int \exp(-16000/T) dt}{\exp(-16000/T_{\text{ref}})}$$

30 von 600 Stunden bis 1000 Stunden, wobei T (in Kelvin) die mit der Zeit t (in Stunden) veränderliche Temperatur der Wärmebehandlung und T_{ref} eine bei 393°K gemessene Referenztemperatur ist, behandelt wird und folgende Eigenschaften aufweist:

- a) einen zwischen einem Viertel und der halben Wanddicke gemessenen Volumenanteil an rekristallisierten Körnern $< 35\%$,
- b) eine auf einem Viertel der Wanddicke gemessene Dehngrenze $R_{0,2} > 425 \text{ Mpa}$ in L- und TL-Richtung,
- 35 c) eine auf der halben Wanddicke gemäss ASTM E399 gemessene Bruchzähigkeit gegen ebene Verformung in S-L-Richtung $> 25 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ und auf einem Viertel der Wanddicke gemessene Bruchzähigkeit in L-T-Richtung $> 74 - 0,08e - 0,07 R_{0,2(L)} \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, wobei e die Wanddicke des Erzeugnisses in mm ist,
- d) eine Spannungskorrosionsschwelle gemäss ASTM G 44-75 $> 240 \text{ MPa}$.

- 40 6. Erzeugnis nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß er aufweist :
- a) eine auf einem Viertel der Wanddicke gemessene Dehngrenze $R_{0,2} > 425 \text{ Mpa}$ in L- und TL-Richtung,
- b) eine Bruchzähigkeit gegen ebene Verformung in S-L-Richtung $> 28 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ und in L-T-Richtung $> 75 - 0,08e - 0,07 R_{0,2(L)} \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ist (e = Wanddicke des Produkts in mm).
- 45 7. Gewalztes, stranggepreßtes oder geschmiedetes Erzeugnis mit einer Wanddicke $> 60 \text{ mm}$ aus einer Aluminiumlegierung vom Typ AlZnMgCu folgender Zusammensetzung (in Masse-%) :

50

$$\begin{aligned} 5,9 < \text{Zn} < 8,7 \\ 1,7 < \text{Mg} < 2,5 \text{ und vorzugsweise } 1,7 < \text{Mg} < 2,3 \\ 1,4 < \text{Cu} < 2,2 \text{ und vorzugsweise } 1,4 < \text{Cu} < 2,1 \\ \text{Fe} < 0,14 \\ \text{Si} < 0,11 \\ 55 \quad 0,05 < \text{Zr} < 0,15 \\ \text{Mn} < 0,02 \\ \text{Cr} < 0,02 \end{aligned}$$

mit: $\text{Mg} + \text{Cu} < 4,1$ und vorzugsweise $\text{Mg} + \text{Cu} < 4,05$

EP 0 876 514 B1

weitere Elemente jeweils < 0,05 und insgesamt < 0,10, Rest Aluminium, wobei dieses Erzeugnis nach Umformung durch Lösungsglühen, Abschrecken und Warmauslagerung während einer Äquivalentzeit $t(eq)$

5

$$t(eq) = \frac{\int \exp(-16000/T) dt}{\exp(-16000/T_{ref})}$$

10

von 600 Stunden bis 1000 Stunden, wobei T (in Kelvin) die mit der Zeit t (in Stunden) veränderliche Temperatur der Wärmebehandlung und T_{ref} eine bei 393°K gemessene Referenztemperatur behandelt ist, und folgende Eigenschaften aufweist :

15

- a) einen zwischen einem Viertel und der halben Wanddicke gemessenen Volumenanteil an rekristallisierten Körnern < 35%,
- b) eine auf einem Viertel der Wanddicke gemessene Dehngrenze $R_{0,2} > 400$ MPa in L- und TL-Richtung,
- c) eine auf der halben Wanddicke gemäss ASTM E399 gemessene Bruchzähigkeit gegen ebene Verformung in S-L-Richtung $> 28 \text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ und auf einem Viertel der Wanddicke gemessene Bruchzähigkeit in L-T-Richtung $> 76 - 0,08e - 0,07 R_{0,2L} \text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ (e = Wanddicke in mm),
- d) eine Spannungskorrosionsschwelle gemäss ASTM G44-75 > 240 MPa.

20

8. Erzeugnis nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet dass die Spannungskorrosionsschwelle > 300 Mpa ist.

25

9. Erzeugnis nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß die Magnesiumkonzentration höher ist als die Kupferkonzentration.

30

10. Gewalztes, stranggepreßtes oder geschmiedetes Erzeugnis mit einer Wanddicke > 60 mm aus einer Aluminiumlegierung vom Typ AlZnMgCu folgender Zusammensetzung (in Masse-%) :

35

- 5,9 < Zn < 8,7
- 1,7 < Mg < 2,15
- 1,4 < Cu < 2,0
- Fe < 0,14
- Si < 0,11
- 0,05 < Zr < 0,15
- Mn < 0,02
- Cr < 0,02

40

mit : Mg + Cu < 4,0

weitere Elemente jeweils < 0,05 und insgesamt < 0,10, Rest Aluminium, wobei dieses Erzeugnis nach Umformung durch Lösungsglühen, Abschrecken und Warmauslagerung im Behandlungszustand T7451 oder T7452 behandelt wird und welcher auch immer der Rekristallisierungsgrad folgende Eigenschaften aufweist :

45

- a) eine auf einem Viertel der Wanddicke gemessene Dehngrenze $R_{0,2} > 400$ MPa in L- und TL-Richtung,
- b) eine auf der halben Wanddicke gemäss ASTM E399 gemessene Bruchzähigkeit gegen ebene Verformung in S-L-Richtung $> 26 \text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ und auf einem Viertel der Wanddicke gemessene Bruchzähigkeit in L-T-Richtung $> 74 - 0,08e - 0,07 R_{0,2L} \text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ (e = Wanddicke in mm),
- c) eine Spannungskorrosionsschwelle gemäss ASTM G44-75 > 240 MPa.

50

11. Verfahren zur Herstellung eines Erzeugnisses nach einem der Ansprüche 1 bis 10, umfassend einen Platten- oder Bolzenguß, eine Homogenisierung bei einer Temperatur von 440 bis 485°C, eine ein- oder mehrschrittige Warmumformung durch Walzen, Strangpressen oder Schmieden bei einer Temperatur von 370 bis 460°C, die um einen zwischen einem Viertel und der halben Wanddicke gemessenen Volumenanteil an rekristallisierten Körnern < 35% kontrolliert ist, ein Lösungsglühen bei einer Temperatur von 460 bis 485°C, ein Abschrecken mit kaltem Wasser oder bei einer Temperatur < 95°C, eine Verformung bei Raumtemperatur in einem Verhältnis < 5 % und eine Warmauslagerung.

55

12. Verwendung eines Erzeugnisses nach einem der Ansprüche 1 bis 6 für die Herstellung von Strukturelementen für Flugzeuge.

13. Verwendung nach Anspruch 12 für die Herstellung von Tragflügelholmen für Flugzeuge.

14. Verwendung eines Erzeugnisses nach einem der Ansprüche 1 bis 10 für die Herstellung von Kunststoffspritzgußformen.

5

Claims

10

1. A rolled, extruded or forged AlZnMgCu aluminium alloy product > 60 mm thick, with the following composition (% by weight):

15

- 5,9 < Zn < 8,7
- 1,7 < Mg < 2,5
- 1,4 < Cu < 2,2
- Fe < 0,14
- Si < 0,11
- 0,05 < Zr < 0,15
- Mn < 0,02
- Cr < 0,02

20

with: Mg + Cu < 4,1
 other elements < 0,05 each and < 0,10 in total, balance aluminium,
 this product being, after forming, treated by solution heat treating, quenching and ageing at the T7451 ou T7452 temper, exhibiting a microstructure with, between ¼ and mid-thickness, a volume fraction of recrystallized grains < 35%, and the following properties:

25

- a) a yield strength $R_{0,2}$ measured at ¼ thickness 400 MPa in the L and TL direction,
- b) a plane-strain fracture toughness in the S-L direction according to ASTM standard E399 and measured at mid-thickness $> 28 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ and measured in the L-T direction at ¼ thickness $74 - 0,08e - 0,07 R_{0,2(L)} \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, e being the thickness of the product in mm,
- c) a stress corrosion threshold according to ASTM G 44-75 standard $> 240 \text{ MPa}$

30

2. The product according to claim 1, wherein $1,7 < \text{Mg} < 2,3$.

35

3. The product according to either of claims 1 or 2, wherein $1,4 < \text{Cu} < 2,1$.

4. The product according to any of claims 1 through 3, characterised in that the plane strain fracture toughness in the S-L direction is $> 28 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ and in the L-T direction is $> 74 - 0,08e - 0,07 R_{0,2(L)} \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.

40

5. A rolled, extruded or forged AlZnMgCu aluminium alloy product > 60 mm thick with the following composition % by weight:

45

- 5,9 < Zn < 8,7
- 1,7 < Mg < 2,5 and preferably $1,7 < \text{Mg} < 2,3$
- 1,4 < Cu < 2,2 and preferably $1,4 < \text{Cu} < 2,1$
- Fe < 0,14
- Si < 0,11
- 0,05 < Zr < 0,15
- Mn < 0,02
- Cr < 0,02

50

with: Mg + Cu < 4,1 and preferably Mg + Cu < 4,05,
 other elements < 0,05 each and < 0,10 in total, balance aluminium,
 this product being, after forming, treated by solution heat treating, quenching and ageing for an equivalent time t(eq)

55

$$t(\text{eq}) = \frac{\int \exp(-16000/T) dt}{\exp(-16000/T_{\text{ref}})}$$

EP 0 876 514 B1

comprised between 600 hours and 1000 hours, wherein T (in Kelvin) indicates the temperature of the heat treatment, which evolves with the time t (in hours), et T_{ref} is a reference temperature, set at 393°K, having the following properties:

- 5 a) a volume fraction of recrystallized grains, measured between $\frac{1}{4}$ and mid-thickness, < 35%,
b) a yield strength $R_{0,2}$ measured at $\frac{1}{4}$ thickness > 425 MPa in the L et TL directions,
c) a plane-strain fracture toughness in the S-L direction > 25 MPa \sqrt{m} and in the L-T direction > 74 - 0,08e - 0,07 $R_{0,2L}$ MPa \sqrt{m} , where e is the thickness of the product in mm,
d) a stress corrosion threshold > 240 MPa.

10

6. The product according to claim 5, characterised by the following properties:

- a) a yield strength $R_{0,2}$ measured at 1/4-thickness > 425 MPa in the L et TL directions,
b) a plane-strain fracture toughness in the S-L direction > 28 MPa \sqrt{m} and in the L-T direction > 75 - 0,08e - 0,07 $R_{0,2L}$ MPa \sqrt{m} (e = thickness of the product in mm).

15

7. A rolled, extruded or forged AlZnMgCu aluminium alloy product > 60 mm thick, with the composition in % by weight:

- 5,9 < Zn < 8,7
1,7 < Mg < 2,5 and preferably 1,7 < Mg < 2,3
1,4 < Cu < 2,2 and preferably 1,4 < Cu < 2,1
Fe < 0,14
Si < 0,11
0,05 < Zr < 0,15
Mn < 0,02
Cr < 0,02

20

25

with: Mg + Cu < 4,1 and preferably Mg + Cu < 4,05,

other elements < 0,05 each and < 0,10 in total, balance aluminium,

30

this product being, after forming, treated by solution heat treating, quenching and ageing for an equivalent time $t(eq)$

$$t(eq) = \frac{\int \exp(-16000/T) dt}{\exp(-16000/T_{ref})}$$

35

of between 1000 hours and 1600 hours, where T (in Kelvin) indicates the temperature of the heat treatment, which evolves with the time t (in hours), et T_{ref} is a reference temperature, set at 393°K, having the following properties:

- 40 a) a volume fraction of recrystallized grains, measured between $\frac{1}{4}$ and mid-thickness, < 35%,
b) a yield strength $R_{0,2}$ measured at $\frac{1}{4}$ thickness > 400 MPa in the L et TL directions,
c) a plane-strain fracture toughness in the S-L direction > 28 MPa \sqrt{m} and in the L-T direction > 746 - 0,08e - 0,07 $R_{0,2L}$ MPa \sqrt{m} , where e is the thickness of the product in mm,
d) a stress corrosion threshold > 240 MPa.

45

8. The product according to any of claims 1 through 7, characterised in that the stress corrosion threshold is higher than 300 MPa.

9. The product according to any of claims 1 through 8, characterised in that the magnesium content is higher than the copper content.

50

10. A rolled, extruded or forged product AlZnMgCu aluminum alloy product > 60 mm thick, with the composition in % by weight:

- 55 5,9 < Zn < 8,7
1,7 < Mg < 2,15
1,4 < Cu < 2,
Fe < 0,14

EP 0 876 514 B1

Si < 0,11
0,05 < Zr < 0,15
Mn < 0,02
Cr < 0,02

5

with: Mg + Cu < 4,0

other elements < 0,05 each and < 0,10 in total, balance aluminium, treated, after forming, by solution heat treatment, quenching and ageing at the T7451 or T7452 temper, and exhibiting, whatever the recrystallization ratio, the following properties:

10

a) a yield strength $R_{0,2}$ measured at $\frac{1}{4}$ thickness > 400 MPa in the L et TL directions,
b) a plane-strain fracture toughness in the S-L direction measured at mid-thickness according to ASTM standard E399 > 26 MPa \sqrt{m} and in the L-T direction > 74 - 0,08e - 0,07 $R_{0,2L}$ MPa \sqrt{m} , where e is the thickness of the product in mm,

15

c) a stress corrosion threshold according to ASTM standard G 44-75 > 240 MPa.

11. A process for manufacturing a product according to any of claims 1 through 10 comprising the casting of a plate or a billet, an homogenization at a temperature between 440 and 485°C, a hot transformation in one or more stages by rolling, extrusion or forging at a temperature between 370 et 460°C and controlled to obtain a volume fraction of recrystallized grains > 35% between $\frac{1}{4}$ and mid-thickness, a solution heat treatment at a temperature between 460 et 485°C, a quenching in cold water or at a temperature < 95°C, a deformation at the ambient temperature at a rate < 5% and an ageing.

20

12. The utilization of a product according to any of claims 1 through 6 to manufacture structural members for aircraft.

25

13. The utilization according to claim 12 to manufacture airplane wing spars.

14. The utilization of a product according to any of claims 1 through 10 for the manufacture of injection moulds for plastics.

30

35

40

45

50

55

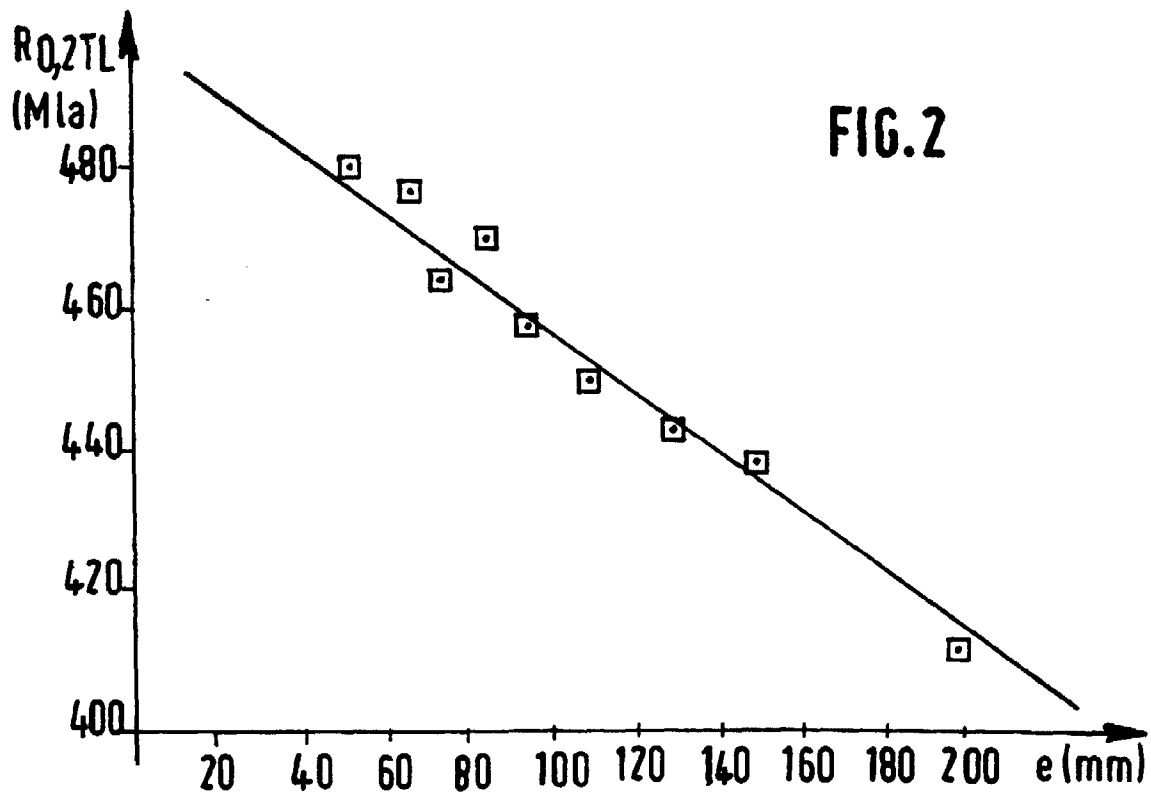
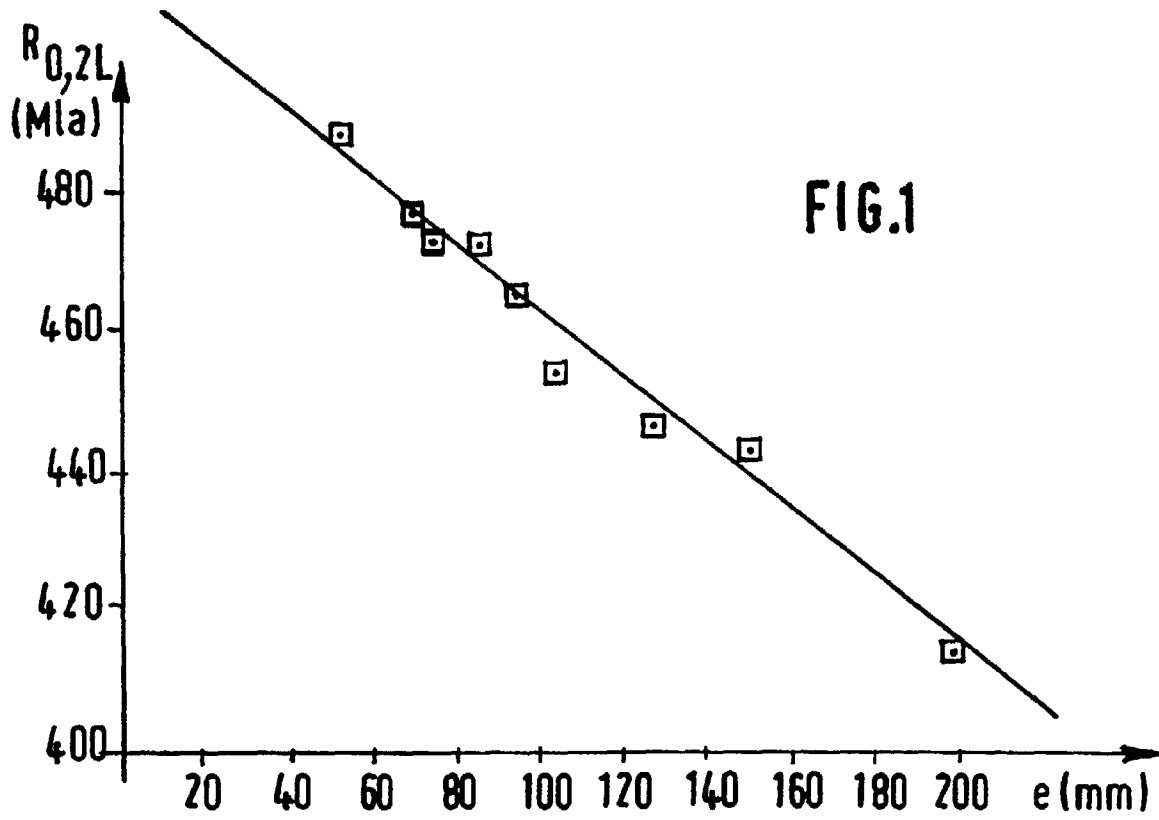


FIG. 3

