

12

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

22 Date de dépôt : 05.07.07.

30 Priorité : 07.07.06 US 60818965.

43 Date de mise à la disposition du public de la
demande : 25.04.08 Bulletin 08/17.

56 Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Ce dernier n'a pas été
établi à la date de publication de la demande.*

60 Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

71 Demandeur(s) : ALERIS ALUMINUM KOBLENZ
GMBH — DE.

72 Inventeur(s) : KHOSLA SUNIL, NORMAN ANDREW
et VAN SCHOONEVELT HUGO.

73 Titulaire(s) :

74 Mandataire(s) : CASALONGA ET JOSSE.

54 PRODUITS EN ALLIAGE D'ALUMINIUM DE LA SERIE AA7000 ET LEUR PROCEDE DE FABRICATION.

57 L'invention concerne des produits en un alliage d'aluminium de la série AA7000, comportant 3 à 10 % de zinc, 1 à 3 % de magnésium, au plus 2,5 % de cuivre, moins de 0,25 % de fer et de plus de 0,12 à 0,35 % de silicium, ainsi qu'un procédé de fabrication de tels produits en alliage d'aluminium. En particulier, l'invention concerne des produits en alliage d'aluminium corroyé d'épaisseur relativement grande, soit à peu près de 30 à 300 mm. L'invention sert normalement à fabriquer des plaques laminées, mais peut aussi être appliquée à la fabrication de produits extrudés ou forgés. En particulier l'invention sert à produire des pièces de structure d'aéronefs, par exemple des éléments de longeron, qui sont usinés à partir de produits épais en alliage corroyé, y compris des plaques laminées.



B 07-2633 FR

Société dite : **Aleris Aluminum Koblenz GmbH**

**Produits en alliage d'aluminium de la série AA7000 et leur procédé
de fabrication**

Invention de : **KHOSLA Sunil**
NORMAN Andrew
Van SCHOONEVELT Hugo

Priorité d'une demande de brevet aux Etats-Unis d'Amérique, déposée
le 7 juillet 2006, sous le N° **60/818.965**

**Produits en alliage d'aluminium de la série AA7000
et leur procédé de fabrication**

La présente invention concerne un alliage d'aluminium de la série AA-7000, comprenant 3 à 10 % de zinc, 1 à 3 % de magnésium, au plus 2,5 % de cuivre, moins de 0,25 % de fer et de plus de 0,12 à 0,35 % de silicium, ainsi qu'un procédé de fabrication de produits en un tel alliage d'aluminium. Plus particulièrement, la présente invention concerne des produits en aluminium corroyé qui sont relativement épais, c'est-à-dire qui ont à peu près 30 à 300 mm d'épaisseur. Ces produits se présentent typiquement sous la forme de plaques obtenues par laminage, mais l'invention concerne aussi des produits fabriqués par extrusion ou forgeage. Parmi les représentants de pièces composantes de structure en alliage de l'invention, on peut mentionner les éléments intégraux de longerons et objets similaires, usinés à partir de profilés épais en alliage corroyé, y compris les plaques laminées. Les produits de la présente invention sont particulièrement appropriés pour la fabrication de pièces d'aéronef à forte résistance mécanique obtenues par extrusion ou forgeage. Ces aéronefs englobent les avions de ligne transportant des passagers en vol commercial, les avions cargos et certains avions militaires. On peut aussi fabriquer, selon l'invention, des pièces qui ne sont pas conçues pour des aéronefs, comme diverses plaques épaisses de moule ou des plaques d'usinage.

Dans ce qui suit, sauf indication contraire, les alliages et leurs états de traitement thermique sont désignés conformément aux documents "Aluminum Standards and Data" et "Registration Records" de l'Aluminum Association, publiés par celle-ci en 2006.

Sauf indication contraire, tous les pourcentages indiqués dans les descriptions de compositions d'alliage ou de compositions préférées d'alliage sont des pourcentages pondéraux.

Jusqu'à présent, on a utilisé des alliages d'aluminium de types divers pour fabriquer toute une variété de produits destinés à des applications de structure dans l'industrie aéronautique. Les concepteurs et les fabricants de l'industrie aéronautique essaient constamment d'améliorer le rendement énergétique du carburant et les performances des produits et de réduire les coûts de fabrication et de service. Pour
5 parvenir à ces améliorations tout en réduisant les coûts, la voie qu'on préfère est le concept "mono-alliage", c'est-à-dire le recours à un seul alliage d'aluminium qui soit capable d'offrir, dans les divers produits concernés, des caractéristiques mieux équilibrées.
10

Actuellement, l'état de la technique consiste à utiliser un alliage à grande tolérance aux dommages AA2x24 (par exemple AA2524), AA6x13 ou AA7x75 pour une tôle de fuselage, un alliage AA2324 ou AA7x75 pour un intrados, un alliage AA7055 ou AA7449 pour un
15 extrados, et un alliage AA7050, AA7010, AA7040 ou AA7140 pour les longerons et travées d'ailes ou d'autres profilés usinés à partir de tôles épaisses. La principale raison pour laquelle on utilise un alliage différent pour chaque application réside en ce que l'équilibre des propriétés approprié pour que la pièce de structure dans son ensemble offre la performance optimale est différent d'une pièce à l'autre.
20

Pour un revêtement de fuselage, on donne une très grande importance aux propriétés de tolérance aux dommages sous charge de traction, à savoir la FCGR ou vitesse de propagation des fissures de fatigue, la ténacité à la rupture sous contrainte plane et la tenue à la
25 corrosion. Compte tenu des exigences concernant ces caractéristiques, un alliage AA2x24-T351, à grande tolérance aux dommages (voir par exemple les documents brevets US n° 5 213 639 ou EP n° 1 026 270-A1) ou un alliage contenant du cuivre AA6xxx-T6 (voir par exemple les documents brevets US n° 4 589 932, 5 888 320 ou 2002/0039664-A1 ou EP n° 1 143 027-A1) serait le matériau que les fabricants de
30 l'aviation civile choisirait de préférence.

Pour un revêtement d'intrados, on souhaite disposer d'un équilibre similaire de propriétés, mais on peut admettre de sacrifier un peu de ténacité au profit d'une plus forte résistance à la traction. C'est pour-

quoi l'on estime logique de choisir un alliage AA2x24 dans l'état T39 ou dans un état T8x (voir par exemple les documents brevets US n° 5 865 914 ou 5 593 516 ou EP n° 1 114 877-A1).

5 Pour un extradados, où la charge de compression est plus importante que la charge de traction, la résistance à la compression, la tenue à la fatigue (fatigue S-N, durée de vie ou FCGR) et la ténacité à la rupture sont les propriétés les plus importantes. Actuellement, le premier choix serait un alliage AA7150, AA7055, AA7449 ou AA7x75 (voir par exemple les documents brevets US n° 5 221 377, 5 865 911, 10 5 560 789 ou 5 312 498). Ces alliages présentent une limite élastique élevée en compression, ainsi qu'une résistance à la corrosion et une ténacité à la rupture acceptables pour le moment, bien que pour les concepteurs d'avions, des améliorations concernant ces ensembles de propriétés seraient bienvenues.

15 Pour des profilés épais, de plus de 76,2 mm (3 pouces) d'épaisseur, ou des pièces usinées à partir de tels profilés, il est important que l'équilibre des caractéristiques soit homogène et fiable dans toute l'épaisseur du profilé. On utilise à l'heure actuelle, pour des applications de ce type, des alliages AA7050, AA7010 ou AA7040 (voir le brevet US n° 6 027 582) ou un alliage AA7085 (voir par exemple les documents brevets US n° 2002/0121319-A1 et 6 972 110). Un souhait majeur des fabricants d'avions est de disposer d'un alliage qui soit peu sensible à la trempe, c'est-à-dire dont les propriétés se dégradent peu dans l'épaisseur du produit quand la trempe est relativement lente, ou 20 dans des produits relativement épais. Ce sont en particulier les propriétés dans la direction S-T auxquelles s'intéressent en premier lieu les concepteurs et fabricants de pièces de structure.

25 On peut parvenir à produire des avions offrant de meilleures performances, c'est-à-dire une réduction des coûts de fabrication et des coûts d'exploitation, en améliorant l'équilibre de propriétés des alliages d'aluminium employés dans les pièces de structure et en n'utilisant de préférence qu'un seul type d'alliage afin de réduire le prix de l'alliage employé, ainsi que les coûts de recyclage des chutes et déchets en alliage d'aluminium.

On estime donc qu'il existe une demande pour un alliage d'aluminium capable d'offrir un équilibre de propriétés meilleur et plus approprié pour presque toutes les formes de produit concernées.

5 L'un des buts de la présente invention est de proposer des alliages d'aluminium de la série AA7000 qui possèdent des propriétés mieux équilibrées.

Un autre but de la présente invention est de proposer un produit en alliage d'aluminium corroyé de la série AA7000, qui comprend 3 à
10 10 % de zinc, 1 à 3 % de magnésium, au plus 2,5 % de cuivre, moins de 0,25 % de fer et de plus de 0,12 à 0,35 % de silicium, et qui présente des propriétés améliorées, en particulier une meilleure ténacité à la rupture.

Un autre but de la présente invention est de proposer un procédé
15 de fabrication de tels produits améliorés en alliages d'aluminium de la série AA7000.

Ces buts, ainsi que d'autres buts et avantages, sont atteints ou dépassés grâce à la présente invention, laquelle concerne un procédé
20 de fabrication d'un produit en un alliage d'aluminium corroyé de la série AA7000 qui comprend de plus de 0,12 à 0,35 % de silicium, et de préférence 3 à 10 % de zinc, 1 à 3 % de magnésium, au plus 2,5 % de cuivre, moins de 0,25 % de fer et de plus de 0,12 à 0,35 % de silicium, lequel procédé comporte les étapes suivantes :

- 25 a) couler le matériau d'un lingot d'une composition définie d'alliage d'aluminium de la série AA7000 ;
b) préchauffer et/ou homogénéiser le matériau coulé ;
c) travailler ce matériau à chaud, selon un ou plusieurs procédés choisis parmi les laminage, extrusion et forgeage ;
30 d) en option, travailler à froid le matériau travaillé à chaud ;
e) soumettre le matériau travaillé à chaud, et à froid le cas échéant, à un traitement thermique de mise en solution ("TTMS"), à une température et pendant un laps de temps suffisants pour faire passer en solution solide les constituants solubles présents dans l'alliage d'aluminium ;

f) refroidir le matériau qui a subi ce traitement thermique de mise en solution (appelé dans ce qui suit "matériau traité par TTMS"), de préférence en effectuant une trempe par pulvérisation ou une trempe par immersion dans de l'eau ou un autre milieu de trempe ;

5 g) en option, étirer ou comprimer le matériau traité par TTMS et refroidi, ou le travailler à froid d'une autre manière pour y provoquer la relaxation des contraintes, par exemple faire subir à ce matériau traité par TTMS et refroidi un planage, un tréfilage ou un laminage à froid ;

10 h) et faire mûrir ce matériau traité par TTMS et refroidi, le cas échéant étiré, comprimé ou autrement travaillé à froid, pour le faire parvenir à l'état de traitement thermique voulu.

Selon l'invention, on effectue au moins un traitement thermique à une température supérieure à 500 °C, mais inférieure à la température de solidus de l'alliage d'aluminium AA7000 concerné, et ce traitement
15 thermique est effectué soit après le traitement thermique d'homogénéisation et avant le travail à chaud, soit après le traitement thermique de mise en solution de l'étape (c), soit à deux reprises, c'est-à-dire après le traitement thermique d'homogénéisation et avant le travail à chaud, et aussi après le traitement thermique de mise en solution de l'étape (e).

20 On peut prendre l'alliage d'aluminium sous la forme de lingot, de brame ou de billette, pour en faire un produit corroyé approprié par une technique usuelle de coulée comme la coulée semi-continue ou la coulée électromagnétique, en cristalliseur ("coulée EMC") ou avec agitation ("coulée EMS"). On peut aussi employer des brames obtenues
25 par coulée continue, par exemple dans des appareils de coulée à bande ou à rouleau, ce qui peut être particulièrement avantageux quand on veut obtenir des produits finis relativement minces. On peut aussi avoir recours, comme on le sait bien dans ce domaine technique, à des agents d'affinage des grains, tels ceux qui contiennent titane et bore ou bien titane et carbone. Après la coulée du matériau en alliage, il est
30 habituel d'écroûter le lingot pour en éliminer les zones de ségrégation qui se trouvent à proximité de la surface du lingot coulé.

Dans ce domaine technique, on sait que le traitement thermique d'homogénéisation a pour but de faire en sorte, d'une part, que les pha-

ses solubles grossières formées au cours de la solidification se dissolvent autant que possible, et d'autre part, que les gradients de concentration s'atténuent pour que l'étape de dissolution soit facilitée. Un traitement de préchauffage permet aussi d'atteindre ces objectifs, dans une certaine mesure. Dans le cas des alliages de la série AA7000, un traitement de préchauffage typique serait réalisé à une température de 420 à 460 °C, à laquelle on maintiendrait la pièce traitée durant 3 à 50 heures et en particulier durant 3 à 20 heures.

Dans la mise en œuvre normale dans l'industrie, ce sont d'abord les phases eutectiques solubles, telles que les phases S, T et M, présentes dans le matériau d'alliage qui sont dissoutes. Typiquement, on y parvient en chauffant le matériau à une température inférieure à 500 °C, en particulier à une température de 450 à 485 °C, puisque dans les alliages de la série AA7000, la phase eutectique S, c'est-à-dire la phase Al_2MgCu , fond vers 489 °C et la phase M, c'est-à-dire la phase MgZn_2 , fond vers 478 °C. Comme on le sait dans ce domaine, on peut pour ce faire effectuer un traitement d'homogénéisation à une température située dans l'intervalle indiqué, puis laisser le matériau refroidir jusqu'à la température de travail à chaud, ou bien on peut, après le traitement d'homogénéisation, faire refroidir le matériau et le chauffer à nouveau jusqu'à la température de travail à chaud. On peut également, si on le souhaite, effectuer le traitement régulier d'homogénéisation en deux étapes ou plus : dans le cas des alliages de la série AA7000, on opère alors, typiquement, dans la plage de température allant de 430 à 490 °C. Par exemple, dans un mode opératoire en deux étapes, on réalise une première étape entre 457 et 463 °C, et une deuxième étape entre 470 et 485 °C, afin d'optimiser les processus de dissolution des diverses phases en fonction de la composition précise de l'alliage.

Dans la pratique industrielle, la durée de maintien à la température d'homogénéisation dépend de l'alliage, comme le sait bien tout spécialiste en la matière, mais elle vaut d'habitude 1 à 50 heures. Pour ce qui est des vitesses de chauffage, on peut appliquer celles qui sont de règle dans ce domaine technique.

C'est là que cesse l'opération d'homogénéisation, selon la technique antérieure. Mais un aspect important de la présente invention réside en ce que, après ces opérations régulières d'homogénéisation, au cours desquelles il y a, au sein de la composition d'alliage, dissolution
5 complète des phases solubles, les phases eutectiques, présentes depuis la solidification, on fait subir à l'alliage au moins un traitement thermique supplémentaire, à une température supérieure à 500 °C, mais inférieure à la température de solidus de l'alliage en question.

Dans le cas des alliages de la série AA7000, il est préférable
10 que cette température vaille de plus de 500 °C à 550 °C, en particulier de 505 à 540 °C, mieux encore de 510 à 535 °C, et surtout au moins 520 °C.

Pour les alliages de cette série, le maintien en température, lors de ce traitement thermique supplémentaire, peut durer à peu près 1 à 50
15 heures. Il est plus pratique que ce maintien en température ne dure pas plus d'environ 30 heures, et mieux encore, pas plus d'environ 15 heures. Maintenir trop longtemps le produit à une température trop élevée pourrait mener à un grossissement indésirable des phases dispersoïdes, ce qui aurait une influence néfaste sur les propriétés mécaniques du
20 produit final.

Un spécialiste en la matière reconnaîtra immédiatement qu'on peut avoir au moins recours aux divers modes opératoires suivants pour l'étape d'homogénéisation, en obtenant dans chaque cas les mêmes effets techniques :

- 25 a) on effectue un traitement normal d'homogénéisation, conforme à la pratique industrielle, après quoi l'on élève encore la température pour effectuer le traitement thermique supplémentaire de l'invention, puis on refroidit le matériau à la température de travail à chaud, par exemple 470 °C ;
- 30 b) on opère comme dans le cas (a), à ceci près que, après le traitement supplémentaire de l'invention, on fait refroidir le matériau, par exemple jusqu'à la température ambiante, et ultérieurement on le chauffe de nouveau jusqu'à la température de travail à chaud ;

c) on opère comme dans le cas (a), à ceci près que, entre le traitement normal d'homogénéisation et le traitement supplémentaire de l'invention, on fait refroidir le matériau, par exemple jusqu'au-dessous de 150 °C ou jusqu'à la température ambiante ;

- 5 d) entre les divers traitements, à savoir le traitement normal, le traitement supplémentaire de l'invention et le chauffage à la température de travail à chaud, on fait refroidir le matériau, par exemple jusqu'au-dessous de 150 °C ou jusqu'à la température ambiante, après quoi on le chauffe à nouveau jusqu'à la température appropriée.

10 Dans les cas où, après le traitement thermique supplémentaire de l'invention, on fait d'abord refroidir le matériau, par exemple jusqu'à la température ambiante, avant de le chauffer de nouveau pour le travailler à chaud, il est préférable de le faire refroidir rapidement, pour éviter ou réduire au minimum une formation non maîtrisée de précipités de diverses phases secondaires, par exemple Al_2CuMg , Al_2Cu ou Mg_2Zn .

15 Après avoir opéré conformément à l'invention le préchauffage et/ou le traitement d'homogénéisation, on peut faire subir au matériau un travail à chaud, c'est-à-dire une ou plusieurs opérations choisies parmi les laminage, extrusion et forgeage, en appliquant de préférence
20 les pratiques industrielles normales. Dans le cadre de cette invention, on préfère effectuer un laminage à chaud.

On peut effectuer ce travail à chaud, en particulier un laminage à chaud, jusqu'à obtenir un produit présentant l'épaisseur finale voulue, par exemple 3 mm ou moins, ou bien un produit relativement épais. On
25 peut aussi effectuer l'opération de travail à chaud de manière à obtenir un matériau d'épaisseur intermédiaire, typiquement une tôle ou une plaque mince. On peut ensuite soumettre ce matériau d'épaisseur intermédiaire à une opération de travail à froid, par exemple un laminage, qui l'amènera à l'épaisseur finale voulue. En fonction de la composition de
30 l'alliage et de l'intensité du travail à froid, on peut opérer un recuit intermédiaire avant ou pendant cette opération de travail à froid.

Dans un mode particulier de réalisation du procédé de l'invention, après avoir soumis le produit en alliage d'aluminium à un TTMS (traitement thermique de mise en solution) normal et l'avoir fait refroidir

dir rapidement, on soumet ce matériau, conformément à l'invention, à un traitement thermique supplémentaire, qu'on pourrait appeler "second TTMS", à une température plus élevée que celle du premier TTMS normal, après quoi on fait rapidement refroidir ce matériau pour éviter la formation indésirable de précipités de diverses phases. Entre le premier

5 TTMS et le second, on peut faire refroidir le matériau rapidement en suivant le mode opératoire normal, mais on peut également amener le matériau de la température du premier TTMS à celle du second, et après l'y avoir maintenu suffisamment longtemps, le faire refroidir rapidement. Ce second traitement thermique de mise en solution a pour

10 but d'améliorer encore davantage les propriétés des produits en alliage, et il est préférable de le réaliser à une température et durant un laps de temps situés dans les mêmes intervalles, généraux ou rétrécis préférés, que ceux qui sont indiqués dans le présent mémoire à propos du traitement d'homogénéisation du procédé de l'invention. Mais on pense qu'il

15 peut aussi être encore très utile de maintenir le matériau à température pendant un laps de temps plus court, par exemple d'à peu près 2 à 180 minutes. Grâce à ce traitement thermique supplémentaire, on peut parvenir, autant qu'il est pratiquement possible, à ce que se dissolvent tous

20 les précipités de phase Mg_2Si qui se sont formés lors du refroidissement suivant le traitement d'homogénéisation ou lors d'une opération de travail à chaud ou de tout autre traitement thermique intermédiaire. On effectue normalement le traitement thermique de mise en solution dans un four fonctionnant en mode discontinu, mais on peut aussi le

25 mettre en œuvre en continu. Il est important qu'après ce traitement thermique de mise en solution, l'on fasse refroidir l'alliage d'aluminium à une température inférieure ou égale à 175 °C, et de préférence jusqu'à la température ambiante, pour éviter ou réduire au minimum une formation non maîtrisée de précipités de phases secondaires, par exemple

30 Al_2CuMg , Al_2Cu et/ou Mg_2Zn . Mais d'autre part, il est préférable que les vitesses de refroidissement ne soit pas trop élevées, pour que le produit puisse être suffisamment plan et qu'il y ait en lui peu de contraintes résiduelles. On peut parvenir à des valeurs appropriées de vitesse

de refroidissement en employant de l'eau pour le refroidissement, par exemple l'aspersion par jets d'eau ou l'immersion dans un bain d'eau.

5 Dans encore un autre mode de réalisation de l'invention, on traite les produits en alliage défini de la série AA7000 en suivant les modes opératoires normaux d'homogénéisation et/ou de préchauffage, après quoi l'on fait subir aux produits le traitement thermique de mise en solution préféré décrit ci-dessus, à savoir un traitement TTMS normal suivi d'un second traitement TTMS effectué dans les gammes définies de température et de durée, avec une préférence pour les mêmes gammes plus étroites déjà indiquées. Ceci aboutit aux mêmes avantages en ce qui concerne les caractéristiques des produits. On peut effectuer un premier TTMS normal, puis faire refroidir le matériau rapidement et le chauffer à nouveau jusqu'à la température où on le maintiendra pour le second TTMS, mais on peut également amener le matériau de la température du premier TTMS à celle du second, et après l'y avoir maintenu suffisamment longtemps, le faire refroidir rapidement.

15 On peut encore faire subir au matériau une opération de travail à froid, par exemple un étirage qui l'allonge de 0,5 à 8 % de sa longueur initiale, afin d'éliminer les contraintes résiduelles encore présentes dans le matériau et d'améliorer la planéité du produit. De préférence, le taux auquel on effectue un tel étirage vaut de 0,5 à 6 %, et mieux encore de 0,5 à 5 %.

25 Après avoir fait refroidir le matériau, on le fait mûrir, normalement à température ambiante, et/ou on peut aussi le faire mûrir artificiellement. On peut en particulier faire mûrir artificiellement les produits relativement épais. C'est en fonction du système de l'alliage que l'on fait mûrir celui-ci de façon naturelle, normalement à température ambiante, ou de manière artificielle. On peut appliquer aux produits en alliage de la série AA7000 obtenus par le procédé de l'invention tous les modes opératoires de maturation connus dans ce domaine technique, ainsi que ceux qu'on pourra mettre au point ultérieurement, afin de leur conférer les résistances mécaniques et autres caractéristiques techniques requises.

Dans ces profilés plats qui ont subi les traitements thermiques décrits plus haut, et le plus souvent, en général, après les avoir fait mûrir artificiellement, on usine ensuite des pièces de structure de forme voulue, par exemple un longeron d'aile d'une seule pièce. Dans la fabrication de profilés épais obtenus par des procédés d'extrusion et/ou de forgeage, on fait aussi se suivre les opérations de traitement thermique de mise en solution et de trempe, des opérations optionnelles de relaxation des contraintes, et une maturation artificielle.

Le fait de mettre en œuvre le traitement thermique conformément à l'invention a pour effet que les caractéristiques de tolérance aux dommages du produit en alliage sont meilleures que celles d'un produit en alliage identique, lui aussi à forte teneur en silicium, mais traité sans mettre en œuvre les étapes de procédé qui caractérisent l'invention. On peut en particulier constater une amélioration de l'une ou de plusieurs des caractéristiques suivantes : ténacité à la rupture, ténacité à la rupture en orientation S-L, ténacité à la rupture en orientation S-T, allongement à la rupture, allongement à la rupture en orientation S-T, caractéristiques de fatigue, en particulier vitesse de propagation des fissures de fatigue FCGR, courbe de fatigue S-N et fatigue axiale, résistance à la corrosion, en particulier résistance à la corrosion feuilletante, à la fissuration par corrosion sous contrainte (SCC), et à la corrosion intergranulaire (IGC). On a établi que l'amélioration des caractéristiques mécaniques est significative, car elle peut aller jusqu'à 15 %, et jusqu'à plus de 20 % dans les meilleurs des cas.

On parvient en outre, pour les produits en alliage d'aluminium de l'invention, qui ont de préférence subi un traitement conforme à l'invention, à des propriétés qui sont meilleures ou au moins aussi bonnes que celles qu'on obtient avec un alliage de même composition, mais présentant la basse teneur ordinaire en silicium, traité suivant le mode opératoire industriel ordinaire. Cette invention permet donc de fabriquer des produits en alliage d'aluminium dont les caractéristiques sont équivalentes ou similaires à celles de produits à basse teneur en silicium, ce qui représente un avantage économique certain, puisque le coût des matières premières à basse teneur en silicium est plus élevé.

Dans ce qui suit, on avance une explication de la surprenante amélioration des propriétés des produits corroyés de l'invention, tout en avertissant que ce n'est que pure et simple hypothèse qui, à l'heure actuelle, n'est pas parfaitement confirmée par l'expérience.

5 Dans la technique antérieure, on considère que les phases de constituant Mg_2Si sont insolubles dans les alliages d'aluminium de la série AA7000, et l'on sait que ces particules sont des sites d'amorçage de fissures de fatigue. En particulier dans le cas des applications aéronautiques, d'après la technique antérieure, il est indispensable d'ajuster
10 à des niveaux très bas les teneurs en fer et en silicium, pour obtenir des produits dont les propriétés de tolérance aux dommages, comme la vitesse de propagation des fissures de fatigue et la ténacité à la rupture sont améliorées. Il est clair, d'après divers documents de la technique antérieure, que le silicium est considéré comme une impureté dont il
15 faut réduire la proportion à une valeur aussi faible qu'il est raisonnablement possible de le faire. Par exemple, dans le document brevet US n° 2002/0121319-A1, on discute de l'influence de ces impuretés sur les éléments ajoutés à l'alliage, et l'on y explique que le silicium fixe une certaine quantité de magnésium et n'en laisse ainsi qu'une "teneur effective en magnésium" disponible pour passer en solution. On y suggère
20 de remédier à cela en ajoutant un surplus de magnésium, pour compenser le magnésium fixé à l'état de Mg_2Si , voir le paragraphe [0030] de ce document brevet US n° 2002/0121319-A1. Mais on n'y suggère nulle part que l'on puisse faire repasser en solution les particules de Mg_2Si
25 en effectuant un traitement thermique bien maîtrisé. Pour ce qui est de la réalisation du traitement d'homogénéisation, on y mentionne qu'on peut effectuer l'homogénéisation en un certain nombre d'étapes maîtrisées, mais en fin de compte, on explique qu'il est préférable de maintenir à un niveau bas, spécialement à moins de 1 % en volume, la fraction volumique totale combinée des constituants solubles et insolubles, voir
30 le paragraphe [0102] de ce document brevet US n° 2002/0121319-A1. Dans les exemples cités dans ce document, les températures et durées des traitements thermiques sont indiquées, mais nulle part on ne trouve divulguées des températures ou des durées qui seraient appropriées pour

essayer de provoquer la dissolution des particules du constituant Mg_2Si , c'est-à-dire une température de traitement d'homogénéisation pouvant monter jusqu'à 482 °C (900 °F) et une température de traitement de mise en solution pouvant monter jusqu'à 482 °C (900 °F).

5 Mais selon la présente invention, on a découvert que pour divers alliages d'aluminium de la série AA7000, ce qu'on perçoit en général comme la phase constitutive Mg_2Si peut se dissoudre lors d'un traitement thermique soigneusement maîtrisé, et si l'on ne peut faire passer en solution toutes les particules de Mg_2Si , du moins peut-on leur conférer une morphologie sphéroïdale, de manière à améliorer par là les caractéristiques de ténacité à la rupture et/ou de fatigue de l'alliage. Une fois passés en solution solide, le silicium et/ou le magnésium seront ainsi, pour leur plus grande part, disponibles pour jouer leur rôle lors de la maturation ultérieure, ce qui peut entraîner une amélioration supplémentaire des propriétés mécaniques et des résistances aux corrosions. Du fait qu'on augmente délibérément la teneur en silicium dans les alliages des produits de l'invention, il y a plus de silicium disponible pour les processus ultérieurs de maturation. Toutefois, grâce au traitement de l'invention, ceci ne conduit pas à ce que soient présents, dans le produit final, de gros grains de phase Mg_2Si , qui seraient très gênants. On pourrait aussi sacrifier, dans une certaine mesure, les améliorations résultant de l'addition délibérée de silicium en appauvrissant la composition d'alliage en magnésium et/ou en cuivre, ce qui permettrait d'améliorer la ténacité du produit en alliage. C'est ainsi que le silicium, généralement perçu comme une impureté nuisible, peut devenir un élément d'alliage ajouté à dessein, qui a divers effets techniquement avantageux.

20 Dans les alliages de la série AA7000, la limite supérieure pour la teneur en silicium se situe vers 0,35 %, et de préférence vers 0,25 %, car une trop forte teneur en silicium pourrait conduire à la formation de trop nombreux gros grains de phase Mg_2Si qui ne pourraient pas passer complètement en solution solide et contrarieraient donc les gains obtenus en termes d'amélioration des caractéristiques. Dans les alliages de la série AA7000, la limite inférieure pour la teneur en silicium se situe

à plus de 0,12 %. Dans les alliages utilisés dans l'invention, la teneur en silicium vaut de préférence au moins environ 0,15 %, et mieux encore, au moins environ 0,17 %.

5 On peut traiter avec profit, en suivant le procédé de cette invention, un produit en alliage d'aluminium corroyé de la série AA7000 qui comprend, en pourcentages pondéraux :

- à peu près 3 à 10 % de zinc,
- à peu près 1 à 3 % de magnésium,
- 0 à environ 2,5 % de cuivre,
- 10 – moins de 0,25 %, de préférence moins de 0,10 %, de fer,
- et de plus de 0,12 à 0,35 %, de préférence de plus de 0,12 à 0,25 %, et mieux encore à peu près 0,15 à 0,25 % de silicium,
- ainsi que l'un ou plusieurs des éléments suivants :
- au plus environ 0,5 %, de préférence 0,03 à 0,20 %, de zirconium,
- 15 – au plus environ 0,3 % de titane,
- au plus environ 0,4 % de chrome,
- au plus environ 0,5 % de scandium,
- au plus environ 0,3 % de hafnium,
- au plus environ 0,4 %, de préférence moins de 0,3 %, de manganèse,
- 20 – au plus environ 0,4 % de vanadium,
- et au plus environ 0,5 % d'argent,
- ainsi que, en option,
- au plus environ 0,05 % de calcium,
- 25 – au plus environ 0,05 % de strontium
- et au plus environ 0,004 % de béryllium,

le reste étant constitué par de l'aluminium, avec des éléments et impuretés accidentellement présents, chacun à raison de moins de 0,05 %, et pour moins de 0,15 % au total.

30 Dans un mode préféré de réalisation, les alliages traités selon le procédé de l'invention contiennent du zinc en une proportion d'au moins environ 5,5 %, de préférence d'au moins environ 6,1 %, et mieux encore d'au moins environ 6,4 %, ainsi qu'en une proportion d'au plus environ 8,5 %, et mieux encore d'au plus environ 8,0 %.

Dans un mode préféré de réalisation, les alliages traités selon le procédé de l'invention contiennent du magnésium en une proportion d'au plus environ 2,5 %, de préférence d'au plus environ 2,2 %, et mieux encore d'au plus environ 1,85 %.

5 Dans un mode préféré de réalisation, les alliages traités selon le procédé de l'invention contiennent du cuivre en une proportion d'au moins environ 0,9 %, et de préférence d'au moins environ 1,1 %, ainsi qu'en une proportion d'au plus environ 2,1 %, et mieux encore d'au plus environ 1,9 %.

10 Il est traditionnel de mettre dans ces alliages du béryllium, qui sert d'agent de désoxydation et d'inhibiteur de fissuration du lingot. Toutefois, pour des raisons de sécurité et de protection de l'environnement et de la santé, les alliages qui constituent les modes particulièrement préférés de l'invention ne contiennent pratiquement pas de béryl-
15 lium. On peut ajouter à ces alliages de petites quantités de calcium ou de strontium, ou des deux, qui ont les mêmes effets que le béryllium.

Il faut que la teneur en fer de l'alliage soit inférieure à 0,25 %. Si le produit en alliage doit être employé dans des applications aéronautiques, il est préférable que la teneur en fer se trouve vers le bas de
20 cet intervalle, par exemple à moins d'environ 0,10 % et mieux encore à moins d'environ 0,08 %, afin que la ténacité, en particulier, soit maintenue à un niveau suffisamment élevé. Si le produit en alliage doit être employé en tant que plaque d'usinage, on peut admettre qu'il contienne plus de fer. Mais on estime que même pour des applications aéronauti-
25 ques, on peut accepter qu'il y ait du fer en quantité modérée, par exemple en une proportion d'à peu près 0,09 à 0,13 %, voire d'à peu près 0,10 à 0,15 %. Les spécialistes en ce domaine pourraient juger que ceci a un effet néfaste sur la ténacité du produit, mais quand on a recours au procédé de l'invention, on regagne une certaine partie, si ce n'est la
30 totalité, de ce qu'on a perdu en termes de caractéristiques du produit en alliage. Il en résulte qu'on dispose d'un produit en alliage qui, bien que contenant du fer en quantité modérée, présente, s'il a été traité suivant la présente invention, des propriétés équivalentes à celles d'un produit en alliage, identique sauf en ce qu'il contient moins de fer, par

exemple 0,05 % ou 0,07 %, et traité selon la technique habituelle. On obtient donc des propriétés de niveau similaire, bien que la teneur en fer de l'alliage soit plus élevée. Ceci présente un avantage économique significatif, en raison du coût élevé des matières premières à très basse teneur en fer.

5

On peut ajouter de l'argent à l'alliage, en une proportion d'au plus environ 0,5 %, afin d'augmenter encore la résistance mécanique au cours de la maturation. Il est préférable d'en ajouter au moins environ 0,03 % et mieux encore au moins environ 0,08 %, et il est préférable d'en ajouter au plus environ 0,4 %.

10

Pour maîtriser la structure des grains et la sensibilité à la trempe, on peut ajouter chacun des éléments formateurs de dispersoïdes que sont les zirconium, scandium, hafnium, vanadium, chrome et manganèse. Les teneurs optimales en formateurs de dispersoïdes dépendent de la mise en œuvre du traitement, mais si l'on choisit une composition chimique unique en les principaux éléments, c'est-à-dire le zinc, le cuivre et le magnésium, dans les intervalles de proportions préférés, et si l'on respecte cette composition chimique pour toutes les formes de produits concernées, alors les teneurs en zirconium doivent être inférieures à environ 0,5 %.

15

20

Il est préférable que la teneur en zirconium ne vaille pas plus de 0,2 %. Il convient que la teneur en zirconium se situe dans la gamme allant à peu près de 0,03 à 0,20 %, et il est davantage préférable qu'elle ne vaille pas plus d'environ 0,15 %. Le zirconium est un élément d'alliage préféré pour un produit en alliage traité suivant cette invention. On peut certes ajouter du zirconium associé à du manganèse, mais pour les produits relativement épais fabriqués selon le procédé de l'invention, il est préférable, si l'on y ajoute du zirconium, d'éviter toute addition de manganèse, et mieux encore, de maintenir la teneur en manganèse à un niveau inférieur à 0,03 %. En effet, dans un produit épais, les phases de manganèse grossissent plus vite que les phases de zirconium, ce qui a l'effet néfaste de rendre le produit en alliage plus sensible à la trempe.

25

30

Il est préférable de ne pas ajouter dans l'alliage plus d'environ 0,5 % de scandium, il vaut encore mieux ne pas en ajouter plus d'environ 0,3 %, et il est surtout préférable de ne pas en ajouter plus d'environ 0,18 %. La proportion totale de scandium et de zirconium, considérés conjointement, doit être inférieure à 0,3 % et de préférence inférieure à 0,2 %, et il vaut encore mieux qu'elle vaille au plus environ 0,17 %, en particulier quand le rapport des teneurs en zirconium et en scandium se situe entre 0,7 et 1,4.

Le chrome est un autre élément formateur de dispersoïdes qu'on peut ajouter, seul ou associé à d'autres formateurs de dispersoïdes. De préférence, la teneur en chrome doit être inférieure à environ 0,4 %, mais il vaut mieux qu'elle soit au plus égale à environ 0,3 %, ou même encore mieux, qu'elle ne dépasse pas environ 0,2 %. Il est d'autre part préférable que cette teneur en chrome vaille au moins environ 0,04 %.

Il se peut que le chrome, employé seul, ne soit pas aussi efficace que le zirconium seul, mais on peut quand même obtenir avec lui des résultats de dureté similaires, au moins dans le cas où le produit en alliage corroyé est une plaque d'usinage. La proportion totale de chrome et de zirconium, considérés conjointement, ne doit pas dépasser à peu près 0,23 %, et de préférence à peu près 0,18 %.

Il est préférable que la proportion totale de scandium, de zirconium et de chrome, considérés conjointement, vaille au plus à peu près 0,4 % et il vaut encore mieux qu'elle ne dépasse pas 0,27 %.

Dans un autre mode de réalisation d'un produit en alliage d'aluminium corroyé de l'invention, le produit en alliage ne contient pas de chrome. En pratique, cela signifie que sa teneur en chrome se situe au niveau de ce qu'on appelle normalement une impureté, soit à moins de 0,05 % et de préférence à moins de 0,02 %, ou mieux encore, que cet alliage ne contient pratiquement pas de chrome, ce qui veut dire qu'il n'y a eu aucune addition volontaire de cet élément d'alliage dans la composition, mais qu'en raison de la présence d'impuretés et/ou de la survenue de phénomènes d'extraction au contact de l'appareillage de production, il se peut néanmoins que des traces de cet élément se retrouvent dans le produit en alliage final. En particulier dans les pro-

duits relativement épais, par exemple de plus de 3 mm d'épaisseur, le chrome fixe une certaine fraction du magnésium pour donner des particules de composé $Al_{12}Mg_2Cr$ qui ont un effet néfaste sur la sensibilité du produit en alliage corroyé vis-à-vis de la trempe et qui peuvent former de grosses particules au niveau des joints de grains, et qui ont de ce fait un effet néfaste sur les caractéristiques de tolérance aux dommages.

On peut ajouter du manganèse dans la composition d'alliage, en tant que seul élément formateur de dispersoïdes ou associé à d'autres formateurs de dispersoïdes. La teneur en manganèse doit valoir au plus environ 0,4 %. Il est approprié que la teneur en manganèse vaille à peu près de 0,05 à 0,4 %, et il est préférable qu'elle vaille à peu près de 0,05 à 0,3 %. Il est d'autre part préférable qu'elle vaille au moins environ 0,12 %. La proportion totale de manganèse et de zirconium, considérés conjointement, doit valoir moins d'environ 0,4 % et de préférence moins d'environ 0,32 %, mais il convient d'autre part qu'elle vaille au moins à peu près 0,12 %

Dans un autre mode de réalisation d'un produit en alliage d'aluminium corroyé de l'invention, le produit en alliage ne contient pas de manganèse. En pratique, cela signifie que sa teneur en manganèse se situe à moins de 0,03 % et de préférence à moins de 0,02 %, ou mieux encore, que cet alliage ne contient pratiquement pas de manganèse, ce qui veut dire qu'il n'y a eu aucune addition volontaire de cet élément d'alliage dans la composition, mais qu'en raison de la présence d'impuretés et/ou de la survenue de phénomènes d'extraction au contact de l'appareillage de production, il se peut néanmoins que des traces de cet élément se retrouvent dans le produit en alliage final.

Dans un autre mode préféré de réalisation d'un produit en alliage d'aluminium corroyé de l'invention, on n'ajoute pas volontairement de vanadium dans l'alliage, de sorte que s'il y a du vanadium, il n'y en a qu'en tant qu'impureté, soit normalement moins de 0,05 %, et de préférence, moins de 0,02 %.

Selon un autre mode de réalisation de l'invention, les alliages utilisés dans l'invention présentent des compositions chimiques situées dans les gammes correspondant à celles des alliages AA7010, AA7040, AA7140, AA7050, AA7081 ou AA7085, ainsi que de leurs variantes, 5
sauf pour ce qui est de leur teneur plus élevée en silicium, qui se situe selon l'invention, comme on l'a mentionné plus haut, dans l'intervalle allant de plus de 0,12 à 0,35 %, ou dans l'un des intervalles plus étroits indiqués plus haut.

Dans un mode préféré de réalisation de l'invention, un produit 10
en alliage corroyé de la série AA7000 qui peut être avantageusement traité suivant le procédé de l'invention est essentiellement constitué des éléments suivants, en les pourcentages pondéraux suivants :

- à peu près 3 à 10 % de zinc,
- à peu près 1 à 3 % de magnésium,
- 15 – 0 à environ 2,5 % de cuivre,
- moins de 0,25 %, de préférence moins de 0,10 %, de fer,
- et de plus de 0,12 à 0,35 %, de préférence de plus de 0,12 à 0,25 %, et mieux encore à peu près 0,15 à 0,25 % de silicium,
- ainsi que de l'un ou plusieurs des éléments suivants :
- 20 – au plus environ 0,5 %, de préférence 0,03 à 0,20 %, de zirconium,
- au plus environ 0,3 % de titane,
- au plus environ 0,4 % de chrome,
- au plus environ 0,5 % de scandium,
- au plus environ 0,3 % de hafnium,
- 25 – au plus environ 0,4 %, de préférence moins de 0,3 %, de manganèse,
- et au plus environ 0,5 % d'argent,
- ainsi que, en option,
- d'au plus environ 0,05 % de calcium,
- 30 – d'au plus environ 0,05 % de strontium
- et d'au plus environ 0,004 % de béryllium,

le reste étant constitué par de l'aluminium, avec des éléments et impuretés accidentellement présents, chacun à raison de moins de 0,05 %, et pour moins de 0,15 % au total.

Dans un autre mode préféré de réalisation de l'invention, un produit en alliage corroyé de la série AA7000 qui peut être avantageusement traité suivant le procédé de l'invention est essentiellement constitué des éléments suivants, en les pourcentages pondéraux suivants :

- 5 – 7,0 à 8,0 % de zinc,
 - 1,2 à 1,8 % de magnésium,
 - 1,3 à 2,0 % de cuivre,
 - moins de 0,10 %, de préférence moins de 0,08 %, de fer,
 - de plus de 0,12 à 0,35 %, de préférence de plus de 0,12 à 0,25 %,
 - 10 de silicium,
 - 0,08 à 0,15 % de zirconium,
 - moins de 0,04 %, de préférence moins de 0,02 %, de manganèse,
 - moins de 0,04 %, de préférence moins de 0,02 %, de chrome,
 - et moins de 0,06 % de titane,
 - 15 ainsi que, en option,
 - d'au plus environ 0,05 % de calcium,
 - d'au plus environ 0,05 % de strontium
 - et d'au plus environ 0,004 % de béryllium,
- le reste étant constitué par de l'aluminium, avec des éléments et impuretés accidentellement présents, chacun à raison de moins de 0,05 %,

20 et pour moins de 0,15 % au total.

Les produits en alliage de la série AA7000 fabriqués suivant le procédé de la présente invention peuvent servir en tant que pièces de structure d'un aéronef, entre autres comme tôles de fuselage, éléments

25 de cadres de fuselage, plaques d'extrados ou d'intrados, plaques épaisses pour pièces à usiner, plaques minces pour lisses, éléments de longeron, éléments de nervure, éléments de poutre de plancher, ou éléments de cloison.

30 Dans ce qui suit, on explique l'invention à l'aide d'exemples qui n'ont aucun caractère limitatif.

Exemples

Exemple 1

On fabrique par coulée des lingots, en deux alliages d'aluminium dont les compositions sont données dans le tableau 1. L'alliage à 0,02 % de silicium est conforme à la technique antérieure, et l'alliage à 0,23 % de silicium est conforme à la présente invention. On emploie un agent ordinaire d'affinage des grains, à base de titane et carbone. On lamine ces lingots pour en faire de blocs de 80 mm sur 80 mm sur 100 mm. On soumet le bloc en alliage 1 à un simple traitement d'homogénéisation, conformément à la technique antérieure, lequel traitement consiste à chauffer ce bloc, à une vitesse réglée à 30 °C/h, depuis la température ambiante jusqu'à la température de 470 °C, à laquelle on le maintient durant 14 heures. D'autre part, on soumet le bloc en alliage 2 à un traitement d'homogénéisation en deux étapes, conformément à l'invention, lequel traitement consiste à chauffer ce bloc, à une vitesse réglée à 30 °C/h, depuis la température ambiante jusqu'à la température de 470 °C, à laquelle on le maintient durant 14 heures, et à le chauffer ensuite, à une vitesse réglée à 30 °C/h, jusqu'à 525 °C, température à laquelle on le maintient durant 7 heures. Après avoir fait refroidir ces échantillons dans de l'air, on les chauffe à 430 °C et on les lamine à chaud jusqu'à leur donner une épaisseur finale de 30 mm. On soumet ensuite ces échantillons à un traitement thermique de mise en solution à 475 °C, en les maintenant 1 heure à cette température, puis on leur fait subir une trempe à l'eau froide et l'on fait ensuite mûrir ces plaques jusqu'à un état T76. On soumet ces échantillons à des tests de mesure de leurs caractéristiques mécaniques, dans les trois orientations L, LT et ST, selon la norme ASTM E8. Les résultats de ces tests sont présentés dans le tableau 2, où le symbole LET désigne la limite élastique en traction, exprimée en MPa, le symbole RRT désigne la résistance à la rupture en traction, exprimée en MPa, et le symbole AR désigne l'allongement à la rupture, exprimé en pourcentage. On a effectué tous les essais à mi-épaisseur.

Tableau 1

Composition des alliages, en pourcentages pondéraux
Complément à 100 % : aluminium et impuretés normales

Alliage	Zn	Mg	Cu	Si	Fe	Zr
1	7,5	1,4	1,7	0,02	0,03	0,11
2 (inv.)	7,6	1,5	1,7	0,23	0,03	0,11

5

Tableau 2

Propriétés mécaniques des alliages, dans les trois orientations

Alliage	L			LT			ST		
	LET	RRT	AR	LET	RRT	AR	LET	RRT	AR
1	492	525	15	485	520	15	485	522	4
2	512	537	12	505	535	11	491	535	4

Exemple 2

10 A l'échelle d'une installation pilote, on prépare par coulée semi-continue une billette de 250 mm de diamètre et de plus de 850 mm de long, en un alliage nommé "alliage 3" dont la composition est indiquée dans le tableau 3, dont on peut noter qu'il contient un peu plus de fer que ce qui est actuellement la règle pour des produits laminés conçus pour l'aéronautique, et que l'on peut considérer comme un représentant

15 typique des alliages AA7085. On tire de cette billette, par laminage, deux blocs usinés dont les dimensions valent 150 mm sur 150 mm sur 300 mm. En suivant ce protocole, on obtient des blocs de composition chimique identique, grâce à quoi il est plus facile d'évaluer assez précisément l'influence des traitements thermiques effectués ultérieurement sur les caractéristiques de ces blocs. On soumet tous les blocs à

20 un traitement d'homogénéisation, suivant des cycles identiques de 19 heures à 470 °C, en les chauffant et en les refroidissant aux vitesses habituelles dans l'industrie. Selon le bloc, on lui fait subir ou non, conformément à l'invention, un traitement supplémentaire d'homogénéisation, en élevant encore la température du four et en opérant ensuite ce

25 second traitement thermique d'homogénéisation, de 10 heures à 525 °C. Après homogénéisation, on refroidit les blocs jusqu'à la température

ambiante. On préchauffe ensuite tous les blocs, en un seul lot, pendant 5 heures à 450 °C, et on les lamine à chaud de manière à réduire leur épaisseur de 150 mm à 60 mm. Les températures à l'entrée du laminoir, mesurées à la surface des blocs, se situent dans l'intervalle allant de 430 à 440 °C, et les températures à la sortie du laminoir se situent dans l'intervalle allant de 380 à 390 °C. Après ce laminage à chaud, les plaques obtenues subissent un traitement thermique de mise en solution, réalisé en une ou deux étapes, et suivi d'une trempe à l'eau froide. On laisse ces plaques au repos pendant 72 heures, puis on les fait mûrir jusqu'à l'état T6 selon un processus de maturation en trois étapes, à savoir 6 heures à 120 °C, puis 12 heures à 154 °C et enfin 24 heures à 120 °C. Avant leur maturation, les plaques ne subissent aucun étirage. Tous ces traitements thermiques sont indiqués ensemble dans le tableau 4.

Dans le tableau 5 sont indiquées, pour des caractéristiques mécaniques déterminées selon la norme ASTM B-557, les valeurs moyennes obtenues sur deux échantillons de plaques de calibre 60 mm ayant subi les divers traitements thermiques indiqués. Le symbole LET désigne la limite élastique en traction, exprimée en MPa, le symbole RRT désigne la résistance à la rupture en traction, exprimée en MPa, et le symbole AR désigne l'allongement à la rupture, exprimé en pourcentage. Le symbole TR désigne la ténacité à la rupture, exprimée en MPa.m^{1/2} et mesurée selon la norme ASTM B-645. On a effectué les essais de traction L et LT et de ténacité à la rupture L-T et T-L au niveau du quart d'épaisseur, et les essais de traction ST et de ténacité à la rupture S-L à mi-épaisseur.

Tableau 3

Composition de l'alliage, en pourcentages pondéraux

Complément à 100 % : aluminium et impuretés normales

Alliage	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Zr
3	0,18	0,09	1,6	< 0,01	1,4	< 0,01	7,5	0,04	0,12

Tableau 4
Numéros de code des échantillons, et traitements thermiques subis

Code	Homogénéisation	Préchauffage	Mise en solution	Maturation à T76
3A1	19 h à 470 °C	5 h à 450 °C	2 h à 475 °C	3 étapes
3A2	19 h à 470 °C	5 h à 450 °C	2 h à 475 °C + 1 h à 525 °C	3 étapes
3B1	19 h à 470 °C + 10 h à 525 °C	5 h à 450 °C	2 h à 475 °C	3 étapes
3B2	19 h à 470 °C + 10 h à 525 °C	5 h à 450 °C	2 h à 475 °C + 1 h à 525 °C	3 étapes

Tableau 5
Propriétés mécaniques de diverses plaques de calibre 60 mm

Code	L			LT			ST			TR		
	LET	RRT	AR	LET	RRT	AR	LET	RRT	AR	L-T	T-L	S-L
3A1	414	436	15,1	426	456	10,8	414	449	4,0	37	31	24
3A2	442	465	13,2	452	480	8,5	434	468	3,7	40	38	29
3B1	415	440	16,5	425	458	11,0	400	444	4	—	—	—
3B2	443	460	13,5	453	483	11,8	439	476	7,0	45	37	35

En se fondant sur les résultats présentés dans ce tableau 5, on peut, en ce qui concerne les propriétés mécaniques de ces échantillons, faire les commentaires suivants.

Par rapport à un traitement standard, celui qu'a subi l'échantillon 3A1, les variantes comportant un traitement en deux étapes, conformément à l'invention, qu'ont subies les échantillons 3A2 et 3B2 entraînent une hausse significative de la ténacité, tout spécialement dans l'orientation S-L. Il semble que ce soit en combinant, dans le cas de l'échantillon 3B2, un traitement d'homogénéisation en deux étapes et un traitement de mise en solution en deux étapes, conformément à l'invention, que l'on obtient les meilleurs résultats de ténacité.

Dans le cas des plaques ayant subi un traitement TTMS en deux étapes, c'est-à-dire les échantillons 3A2 et 3B2, on constate une hausse des caractéristiques LET et RRT. Mais un traitement d'homogénéisation en deux étapes, associé à un traitement TTMS en une seule étape, dans

le cas de l'échantillon 3B1, n'apporte aucune amélioration. Ceci n'est pas très clair pour le moment, mais on peut supposer que le fait d'effectuer la trempe, après le traitement TTMS, à partir d'une température plus élevée exerce un effet positif sur les réponses à la maturation des alliages de la série AA7000 contenant du cuivre. On considère néanmoins que le fait de parvenir à une augmentation de 20 à 30 MPa de la résistance constitue un important avantage apporté par le traitement de mise en solution en deux étapes conforme à l'invention.

On observe que l'allongement à la rupture, en particulier dans l'orientation ST, est lui aussi nettement amélioré par la mise en œuvre du procédé de l'invention.

On pourrait encore améliorer la ténacité en abaissant la teneur en fer jusqu'au niveau des teneurs en fer des alliages standard conçus pour l'aéronautique.

On a aussi fait subir à l'échantillon 3B2 des tests de résistance à la corrosion feuilletante, selon la norme ASTM G34, et l'on a pu constater qu'il donnait de bons résultats, avec une note "EA".

Exemple 3

Selon une démarche similaire à celle adoptée dans l'exemple 2, on prépare deux alliages de la série 7000, exempts de cuivre, dont les compositions chimiques sont indiquées dans le tableau 6. Les compositions de ces alliages se situent dans la fenêtre de composition de l'alliage A7021. On traite ces alliages d'une façon semblable à celle exposée dans l'exemple 2, et l'histoire thermique de divers échantillons de ces alliages est indiquée dans le tableau 7. Le traitement de maturation, après la trempe, consiste à faire séjourner les plaques à 120 °C pendant 24 heures. Avant leur maturation, les plaques ne subissent aucun étirage. Les propriétés mécaniques moyennes mesurées sont indiquées dans le tableau 8.

Tableau 6
Composition des alliages, en pourcentages pondéraux
Complément à 100 % : aluminium et impuretés normales

Alliage	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Zr
4	0,04	0,07	< 0,01	< 0,01	1,21	< 0,01	5,1	0,04	0,12
5	0,20	0,08	< 0,01	< 0,01	1,27	< 0,01	5,2	0,04	0,12

5

Tableau 7
Numéros de code des échantillons, et traitements thermiques subis

Code	Homogénéisation	Préchauffage	Mise en solution	Maturation
4A1	8 h à 470 °C	5 h à 450 °C	2 h à 475 °C	24 h à 120 °C
5A1	8 h à 470 °C	5 h à 450 °C	2 h à 475 °C	24 h à 120 °C
5A2	8 h à 470 °C	5 h à 450 °C	2 h à 475 °C + 1 h à 525 °C	24 h à 120 °C
5B1	8 h à 470 °C + 9 h à 525 °C	5 h à 450 °C	2 h à 475 °C	24 h à 120 °C
5B2	8 h à 470 °C + 9 h à 525 °C	5 h à 450 °C	2 h à 475 °C + 1 h à 525 °C	24 h à 120 °C

Tableau 8
Propriétés mécaniques de diverses plaques de calibre 60 mm

Code	L			LT			ST			TR		
	LET	RRT	AR	LET	RRT	AR	LET	RRT	AR	L-T	T-L	S-L
4A1	319	360	22,0	322	374	16,9	310	348	2,9	55	51	28
5A1	310	354	20,5	310	362	15,4	300	347	5,3	46	30	25
5A2	308	357	19,4	309	366	16,2	303	348	6,3	49	35	30
5B1	308	354	21,1	309	363	17,0	300	350	5,7	48	35	27
5B2	304	356	21,9	309	366	18,5	304	355	7,7	49	39	33

10

En se fondant sur les résultats présentés dans ce tableau 8, on peut, en ce qui concerne les propriétés mécaniques de ces échantillons, faire les commentaires suivants.

15

Par rapport à un traitement standard, celui qu'a subi l'échantillon 5A1, les variantes comportant un traitement en deux étapes, conformément à l'invention, qu'ont subies les échantillons 5A2, 5B1 et 5B2

entraînent une hausse significative de la ténacité, tout spécialement dans l'orientation S-L. Il semble que ce soit en combinant, dans le cas de l'échantillon 5B2, un traitement d'homogénéisation en deux étapes et un traitement de mise en solution en deux étapes, conformément à l'invention, que l'on obtient les meilleurs résultats de ténacité.

Pour tous les échantillons, de 5A1 à 5B2, les valeurs de résistance mécanique sont à peu près les mêmes. Contrairement aux résultats obtenus dans l'exemple 2 pour un alliage de la série AA7000 contenant du cuivre, on n'observe aucune augmentation de la résistance à la rupture en traction ou de la limite élastique en traction. Ce résultat n'a pas d'explication immédiate.

Quand on compare l'alliage à haute teneur en silicium, soit l'échantillon 5A1, et l'alliage à basse teneur en silicium, soit l'échantillon 4A1, les valeurs initiales de ténacité sont évidemment plus élevées pour l'alliage à basse teneur en silicium. Mais après un traitement thermique en deux étapes, conforme à l'invention, les valeurs obtenues pour l'alliage à haute teneur en silicium se rapprochent de celles obtenues pour l'alliage à basse teneur en silicium. Les valeurs obtenues pour l'échantillon 5B2 sont encore quelque peu plus faibles, mais ceci est probablement dû au fait que la température de 525 °C à laquelle on a effectué le second traitement thermique de mise en solution a pu être juste un peu trop basse pour que tous les précipités de Mg_2Si puissent se dissoudre. Si l'on opérait la deuxième étape du traitement conforme à l'invention à une température plus élevée, on améliorerait encore la ténacité des variantes de l'alliage 5.

On observe que l'allongement à la rupture, en particulier dans le cas de l'orientation ST, est lui aussi nettement amélioré quand on opère suivant le procédé de l'invention.

On estime qu'on pourrait améliorer encore davantage la ténacité en faisant baisser la teneur en fer de l'alliage d'aluminium.

REVENDEICATIONS

1. Procédé de fabrication d'un produit en un alliage d'aluminium corroyé de la série AA7000, lequel procédé comporte les étapes suivantes :

- 5 a) couler le matériau d'un lingot d'alliage d'aluminium de la série AA7000, comprenant de plus de 0,12 à 0,35 % de silicium ;
- b) préchauffer et/ou homogénéiser le matériau coulé ;
- c) travailler ce matériau à chaud, selon un ou plusieurs procédés choisis parmi les laminage, extrusion et forgeage ;
- 10 d) en option, travailler à froid le matériau travaillé à chaud ;
- e) soumettre le matériau travaillé à chaud, et à froid le cas échéant, à un traitement thermique de mise en solution ;
- f) refroidir le matériau qui a subi ce traitement thermique de mise en solution (TTMS) ;
- 15 g) en option, étirer ou comprimer ce matériau traité par TTMS et refroidi, ou le travailler à froid d'une autre manière pour y provoquer la relaxation des contraintes, par exemple faire subir à ce matériau traité par TTMS et refroidi un planage, un tréfilage ou un laminage à froid ;
- 20 h) et faire mûrir ce matériau traité par TTMS et refroidi, le cas échéant étiré, comprimé ou autrement travaillé à froid, pour le faire parvenir à l'état de traitement thermique voulu,
- 25 caractérisé en ce que l'on effectue au moins un traitement thermique à une température supérieure à 500 °C, mais inférieure à la température de solidus de l'alliage d'aluminium concerné, lequel traitement thermique est effectué soit après le traitement thermique d'homogénéisation et avant le travail à chaud, soit après le traitement thermique de mise en solution, soit à deux reprises, après le traitement thermique d'homogénéisation et avant le travail à chaud, ainsi qu'après le traitement thermique de mise en solution.
- 30

2. Procédé conforme à la revendication 1, dans lequel le produit en alliage d'aluminium corroyé de la série AA7000 présente une composition chimique où il y a, en pourcentages pondéraux :

- 3 à 10 % de zinc,
- 5 – 1 à 3 % de magnésium,
- 0 à 2,5 % de cuivre,
- moins de 0,25 % de fer,
- et de plus de 0,12 à 0,35 % de silicium,

10 le reste étant constitué par de l'aluminium, avec des éléments et impuretés accidentellement présents.

3. Procédé conforme à la revendication 1 ou 2, dans lequel le produit en alliage d'aluminium corroyé de la série AA7000 comprend en outre un ou plusieurs des éléments suivants, en les proportions indiquées (en pourcentages pondéraux) :

- 15 – du zirconium en une proportion d'au plus 0,5 % ;
- du titane en une proportion d'au plus 0,3 % ;
- du chrome en une proportion d'au plus 0,4 % ;
- du scandium en une proportion d'au plus 0,5 % ;
- 20 – du hafnium en une proportion d'au plus 0,3 % ;
- du manganèse en une proportion d'au plus 0,4 % ;
- du vanadium en une proportion d'au plus 0,4 % ;
- et de l'argent en une proportion d'au plus 0,5 %.

25 4. Procédé conforme à l'une des revendications 1 à 3, dans lequel le produit en alliage d'aluminium corroyé de la série AA7000 comprend en outre au plus 0,05 % de calcium, au plus 0,05 % de strontium et au plus 0,004 % de béryllium (en pourcentages pondéraux).

30 5. Procédé conforme à l'une des revendications 1 à 4, dans lequel le produit en alliage d'aluminium corroyé de la série AA7000 contient du silicium en une proportion de plus de 0,12 à 0,25 %, et de préférence de 0,15 à 0,25 %.

6. Procédé conforme à l'une des revendications 1 à 5, dans lequel le produit en alliage d'aluminium corroyé de la série AA7000 contient du fer en une proportion de moins de 0,15 %, et de préférence de moins de 0,10 %.

5

7. Procédé conforme à l'une des revendications 1 à 6, dans lequel le produit en alliage d'aluminium corroyé de la série AA7000 contient du zinc en une proportion d'au moins 5,5 %, et de préférence d'au moins 6,1 %.

10

8. Procédé conforme à l'une des revendications 1 à 6, dans lequel le produit en alliage d'aluminium corroyé de la série AA7000 contient du zinc en une proportion d'au plus 8,5 %, et de préférence d'au plus 8,0 %.

15

9. Procédé conforme à l'une des revendications 1 à 8, dans lequel le produit en alliage d'aluminium corroyé de la série AA7000 contient du magnésium en une proportion d'au plus 2,5 %, et de préférence d'au plus 2,0 %.

20

10. Procédé conforme à l'une des revendications 1 à 9, dans lequel le produit en alliage d'aluminium corroyé de la série AA7000 contient du cuivre en une proportion d'au moins 0,9 %, et de préférence d'au moins 1,1 %.

25

11. Procédé conforme à l'une des revendications 1 à 10, dans lequel le produit en alliage d'aluminium corroyé de la série AA7000 contient du cuivre en une proportion d'au plus 2,1 %, et de préférence d'au plus 1,9 %.

30

12. Procédé conforme à l'une des revendications 1 à 11, dans lequel le produit en alliage d'aluminium corroyé de la série AA7000 contient du zirconium en une proportion de 0,03 à 0,2 %.

13. Procédé conforme à l'une des revendications 1 à 12, dans lequel le produit en alliage d'aluminium corroyé de la série AA7000 contient du manganèse en une proportion de 0,05 à 0,4 %.
- 5 14. Procédé conforme à l'une des revendications 1 à 12, dans lequel le produit en alliage d'aluminium corroyé de la série AA7000 contient du manganèse en une proportion de moins de 0,03 %.
- 10 15. Procédé conforme à l'une des revendications 1 à 14, dans lequel le produit en alliage d'aluminium corroyé de la série AA7000 contient du chrome en une proportion de moins de 0,05 %, et de préférence de moins de 0,02 %.
- 15 16. Procédé conforme à l'une des revendications 1 à 5, dans lequel le produit en alliage d'aluminium corroyé de la série AA7000 présente une composition chimique qui est celle d'un alliage choisi dans l'ensemble des alliages AA7010, AA7040, AA7140, AA7050, AA7081 et AA7085, sauf la teneur en silicium qui vaut de plus de 0,12 à 0,35 %.
- 20 17. Procédé conforme à l'une des revendications 1 à 16, dans lequel ledit traitement thermique au nombre d'au moins un est effectué dans l'intervalle de température allant de plus de 500 °C à 550 °C, et de préférence, à une température d'au moins 510 °C.
- 25 18. Procédé conforme à l'une des revendications 1 à 17, dans lequel le travail à chaud est une opération de laminage.
19. Procédé conforme à l'une des revendications 1 à 17, dans lequel le travail à chaud est une opération d'extrusion.
- 30 20. Procédé conforme à l'une des revendications 1 à 19, dans lequel ledit traitement thermique est effectué uniquement après l'étape (b) de traitement thermique d'homogénéisation, avant l'étape de travail à chaud.

21. Procédé conforme à l'une des revendications 1 à 19, dans lequel ledit traitement thermique est effectué uniquement après l'étape (e) de traitement thermique de mise en solution.

5 22. Procédé conforme à l'une des revendications 1 à 19, dans lequel ledit traitement thermique est effectué à deux reprises, après l'étape (b) de traitement thermique d'homogénéisation et avant l'étape de travail à chaud, ainsi qu'après l'étape (e) de traitement thermique de mise en solution.

10 23. Procédé conforme à l'une des revendications 1 à 22, dans lequel le produit en alliage d'aluminium corroyé de la série AA7000 est un produit dont l'épaisseur vaut au moins 3 mm.

15 24. Procédé conforme à l'une des revendications 1 à 23, dans lequel le produit en alliage d'aluminium corroyé de la série AA7000 est un produit dont l'épaisseur vaut au moins 30 mm.

20 25. Procédé conforme à l'une des revendications 1 à 22, dans lequel le produit en alliage d'aluminium corroyé de la série AA7000 est un produit dont l'épaisseur vaut de 30 à 300 mm.

25 26. Procédé conforme à l'une des revendications 1 à 25, dans lequel le produit en alliage d'aluminium corroyé de la série AA7000 est un produit choisi dans l'ensemble formé par les tôles de fuselage, éléments de cadres de fuselage, plaques d'extrados ou d'intrados, plaques épaisses pour pièces à usiner, plaques minces pour lisses, éléments de longeron, éléments de nervure, éléments de poutre de plancher, et éléments de cloison.

30 27. Produit en alliage d'aluminium corroyé, obtenu par coulée, préchauffage et/ou homogénéisation, travail à chaud, travail à froid optionnel, traitement thermique de mise en solution, refroidissement, étirage ou compression optionnel, et maturation jusqu'à l'état voulu de

- traitement thermique, caractérisé en ce qu'il a subi au moins un traitement thermique à une température de plus de 500 °C et de préférence d'au moins 510 °C, mais inférieure à la température de solidus de l'alliage d'aluminium concerné, lequel traitement thermique est effectué
- 5 soit après le traitement thermique d'homogénéisation et avant le travail à chaud, soit après le traitement thermique de mise en solution, soit à deux reprises, après le traitement thermique d'homogénéisation et avant le travail à chaud, ainsi qu'après le traitement thermique de mise en solution, ledit alliage étant essentiellement constitué des éléments suivants, en les pourcentages pondéraux suivants :
- 10 – 3 à 10 % de zinc,
 – 1 à 3 % de magnésium,
 – 0 à 2,5 % de cuivre,
 – moins de 0,25 % de fer,
- 15 – et de plus de 0,12 à 0,35 % de silicium,
 ainsi que de l'un ou plusieurs des éléments suivants :
- au plus 0,5 % de zirconium,
 – au plus 0,3 % de titane,
 – au plus 0,4 % de chrome,
- 20 – au plus 0,5 % de scandium,
 – au plus 0,3 % de hafnium,
 – au plus 0,4 % de manganèse,
 – et au plus 0,5 % d'argent,
- ainsi que, en option,
- 25 – d'au plus 0,05 % de calcium,
 – d'au plus 0,05 % de strontium
 – et d'au plus 0,004 % de béryllium,
- le reste étant constitué par de l'aluminium, avec des éléments et impuretés accidentellement présents.

30

28. Produit en alliage d'aluminium corroyé, conforme à la revendication 27, lequel produit en alliage d'aluminium corroyé est une pièce de structure d'aéronef.

29. Pièce de structure d'aéronef en alliage d'aluminium, conforme à la revendication 28, laquelle pièce de structure d'aéronef est choisie dans l'ensemble formé par les tôles de fuselage, éléments de cadres de fuselage, plaques d'extrados ou d'intrados, plaques épaisses pour pièces à usiner, plaques minces pour lisses, éléments de longeron, éléments de nervure, éléments de poutre de plancher, et éléments de cloison.

30. Produit en alliage d'aluminium corroyé, conforme à la revendication 27, lequel produit en alliage d'aluminium corroyé se présente sous la forme d'une plaque de moule ou d'une plaque d'usinage.