



(11) **EP 3 526 358 B1**

(12) **FASCICULE DE BREVET EUROPEEN**

(45) Date de publication et mention de la délivrance du brevet:  
**22.07.2020 Bulletin 2020/30**

(21) Numéro de dépôt: **17794387.5**

(22) Date de dépôt: **17.10.2017**

(51) Int Cl.:  
**C22C 21/06<sup>(2006.01)</sup> C22F 1/047<sup>(2006.01)</sup>**

(86) Numéro de dépôt international:  
**PCT/FR2017/052856**

(87) Numéro de publication internationale:  
**WO 2018/073533 (26.04.2018 Gazette 2018/17)**

(54) **TOLES MINCES EN ALLIAGE ALUMINIUM-MAGNESIUM-SCANDIUM POUR APPLICATIONS AEROSPATIALES**

**DÜNNE BLECHE AUS ALUMINIUM-MAGNESIUM-SCANDIUM-LEGIERUNG FÜR ANWENDUNGEN IN DER LUFT- UND RAUMFAHRT**

**THIN SHEETS MADE OF AN ALUMINIUM-MAGNESIUM-SCANDIUM ALLOY FOR AEROSPACE APPLICATIONS**

(84) Etats contractants désignés:  
**AL AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR HR HU IE IS IT LI LT LU LV MC MK MT NL NO PL PT RO RS SE SI SK SM TR**

(30) Priorité: **17.10.2016 FR 1660049**

(43) Date de publication de la demande:  
**21.08.2019 Bulletin 2019/34**

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

(72) Inventeurs:  
• **BES, Bernard 38180 Seyssins (FR)**  
• **EHRSTROM, Jean-Christophe 38000 Grenoble (FR)**  
• **POUGET, Gaëlle 38100 Grenoble (FR)**

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

(56) Documents cités:  
**FR-A1- 2 889 852**

- **DOMACK M S ET AL: "EVALUATION OF SC-BEARING ALUMINUM ALLOY C557 FOR AEROSPACE APPLICATIONS", NASA TECHNICAL MEMORANDUM, SCIENTIFIC AND TECHNICAL INFORMATION, HANOVER, MD, US, vol. 2002-211633, 1 avril 2002 (2002-04-01), pages 1-14, XP001205131, ISSN: 0499-9320**

**EP 3 526 358 B1**

Il est rappelé que: Dans un délai de neuf mois à compter de la publication de la mention de la délivrance du brevet européen au Bulletin européen des brevets, toute personne peut faire opposition à ce brevet auprès de l'Office européen des brevets, conformément au règlement d'exécution. L'opposition n'est réputée formée qu'après le paiement de la taxe d'opposition. (Art. 99(1) Convention sur le brevet européen).

**Description****Domaine de l'invention**

5 **[0001]** L'invention a pour objet un procédé de fabrication de produits corroyés en alliage d'aluminium et de magnésium, connus également sous le nom d'alliage d'aluminium de la série 5XXX selon l'Aluminium Association, plus particulièrement des produits en alliage Al-Mg contenant du Sc présentant une résistance mécanique élevée, une ténacité élevée et une bonne aptitude à la mise en forme. L'invention a également pour objet des produits susceptibles d'être obtenus par ledit procédé ainsi que l'utilisation de ces produits destinés aux transports et en particulier à la construction aéronautique et spatiale.

**Etat de la technique**

15 **[0002]** Des produits corroyés en alliage d'aluminium sont développés notamment pour produire des éléments de structure destinés à l'industrie du transport, en particulier à l'industrie aéronautique et à l'industrie spatiale. Pour ces industries, les performances des produits doivent sans cesse être améliorées et de nouveaux alliages sont développés pour présenter notamment une résistance mécanique élevée, une faible densité, une ténacité élevée, une excellente résistance à la corrosion et une très bonne aptitude à la mise en forme. En particulier, la mise en forme peut être réalisée à chaud, par exemple par fluage (creep forming), et les propriétés mécaniques ne doivent pas diminuer à l'issue de cette mise en forme.

20 **[0003]** Les alliages Al-Mg ont été intensivement étudiés dans l'industrie du transport, notamment du transport routier et maritime, en raison de leurs excellentes propriétés d'emploi telles que la soudabilité, la résistance à la corrosion et la formabilité, notamment dans les états peu écrouis tels que l'état O et l'état H111.

25 **[0004]** Ces alliages présentent cependant une résistance mécanique relativement faible pour l'industrie aéronautique et l'industrie spatiale.

Le brevet US 5,624,632 décrit un alliage de composition 3 - 7 % en poids de magnésium, 0.03 - 0.2 % en poids de zirconium, 0.2 - 1.2 % en poids de manganèse, jusque 0.15 % en poids de silicium et 0,05 - 0,5 % en poids d'un élément formant des dispersoïdes dans le groupe scandium, erbium, yttrium, gadolinium, holmium et hafnium.

30 Le brevet US 6,695,935 décrit un alliage de composition, en % en poids, Mg 3.5-6.0, Mn 0.4-1.2, Zn 0.4-1.5, Zr 0.25 max., Cr 0.3 max., Ti 0.2 max., Fe 0.5 max., Si 0.5 max., Cu 0.4 max, un ou plusieurs éléments dans le groupe: Bi 0.005-0.1, Pb 0.005-0.1, Sn 0.01-0.1, Ag 0.01-0.5, Sc 0.01-0.5, Li 0.01-0.5, V 0.01-0.3, Ce 0.01-0.3, Y 0.01-0.3, and Ni 0.01-0.3.

La demande de brevet WO 01/12869 décrit un alliage de composition en % en poids 1.0-8.0 % Mg, 0.05-0,6 % Sc, 0.05-0.20 % Hf et/ou 0.05-0.20 % Zr, 0.5-2.0 % Cu et/ou 0.5-2.0 % Zn et en addition 0.1-0.8 % en poids de Mn.

35 La demande de brevet WO2007/020041 décrit un alliage de composition, en % en poids, Mg 3.5 à 6.0, Mn 0.4 à 1.2, Fe < 0.5, Si < 0.5, Cu < 0.15, Zr < 0.5, Cr < 0.3, Ti 0.03 à 0.2, Sc < 0.5, Zn < 1.7, Li < 0.5, Ag < 0.4, optionnellement un ou plusieurs éléments formant des dispersoïdes dans le groupe erbium, yttrium, hafnium, vanadium, chacun < 0.5 % en poids.

40 Les produits décrits dans ces brevets ne sont pas suffisants en termes de compromis entre résistance mécanique, ténacité et aptitude à la mise en forme à chaud. En particulier, il est important que les propriétés mécaniques ne diminuent pas après un traitement thermique à 300 - 350 °C, température typique de la température de mise en forme.

45 **[0005]** Il existe donc un besoin pour des produits corroyés en alliage Al-Mg présentant une faible densité ainsi que des propriétés améliorées par rapport à celles des produits connus, en particulier en termes de résistance mécanique, ténacité et aptitude à la mise en forme à chaud. De tels produits doivent de plus pouvoir être obtenus selon un procédé de fabrication fiable, économique et facilement adaptable à une ligne de fabrication conventionnelle.

**Objet de l'invention**

50 **[0006]** Un premier objet de l'invention est un procédé de fabrication d'un produit corroyé en alliage d'aluminium dans lequel :

a) on élabore un bain de métal liquide à base d'aluminium de composition, en % en poids,

55 Mg : 3,8-4,2 ;  
Mn : 0,3-0,8 ; de préférence 0,5 - 0,7  
Sc : 0,1-0,3 ;  
Zn : 0,1-0,4 ;  
Ti : 0,01 - 0,05 de préférence 0,015-0,030 ;

## EP 3 526 358 B1

Zr : 0,07 - 0,15 de préférence 0,08-0,12 ;

Cr : < 0,01 ;

Fe : < 0,15 ;

Si < 0,1 ;

5 autres éléments  $\leq 0,05$  chacun et  $\leq 0,15$  en association, reste aluminium ;

b) on coule une forme brute à partir dudit bain de métal ;

c) on homogénéise la dite forme brute à une température comprise entre 370°C et 450 °C, pendant une durée comprise entre 2 et 50 heures telle que le temps équivalent à 400 °C soit compris entre 5 et 100 heures, le temps équivalent  $t(eq)$  à 400 °C étant défini par la formule :

$$15 \quad t(eq) = \frac{\int \exp(-29122 / T) dt}{\exp(-29122 / T_{ref})}$$

dans laquelle T est la température instantanée exprimée en Kelvin qui évolue avec le temps t (en heures) et Tref est une température de référence de 400 °C (673 K),  $t(eq)$  étant exprimé en heures, la constante Q/R = 29122 K étant dérivée de l'énergie d'activation pour la diffusion du Zr, Q = 242000 J/mol,

20 d) on déforme à chaud avec une température initiale comprise entre 350°C et 450 °C et on déforme optionnellement à froid la forme brute ainsi homogénéisée ;

e) optionnellement on effectue un planage et/ou un redressage

f) optionnellement on réalise un recuit à une température comprise entre 300 °C et 350 °C.

25 **[0007]** Un second objet de l'invention est un produit corroyé en alliage d'aluminium de composition, en % en poids,

Mg : 3,8-4,2 ;

Mn : 0,3 - 0,8 de préférence 0,5-0,7 ;

30 Sc : 0,1-0,3 ;

Zn : 0,1-0,4 ;

Ti : 0,01 - 0,05 de préférence 0,015-0,030 ;

Zr : 0,07 - 0,15 de préférence 0,08-0,12 ;

Cr : < 0,01 ;

Fe : < 0,15 ;

35 Si < 0,1 ;

autres éléments  $\leq 0,05$  chacun et  $\leq 0,15$  en association ; reste aluminium.

susceptible d'être obtenu par le procédé selon l'invention.

### 40 Description de l'invention

**[0008]** Sauf mention contraire, toutes les indications concernant la composition chimique des alliages sont exprimées comme un pourcentage en poids basé sur le poids total de l'alliage. A titre d'exemple, l'expression 1,4 Cu signifie que la teneur en cuivre exprimée en % en poids est multipliée par 1,4. La désignation des alliages se fait en conformité avec les règlements de « The Aluminium Association », connus de l'homme du métier.

**[0009]** Les définitions des états métallurgiques sont indiquées dans la norme européenne EN 515 (1993). Les caractéristiques mécaniques statiques en traction, en d'autres termes la résistance à la rupture  $R_m$ , la limite d'élasticité conventionnelle à 0,2% d'allongement  $R_{p0,2}$ , et l'allongement à la rupture A%, sont déterminés par un essai de traction selon la norme NF EN ISO 6892-1 (2009), le prélèvement et le sens de l'essai étant définis par la norme EN 485-1 (2016).

50 La ténacité sous contrainte plane est déterminée grâce à une courbe du facteur d'intensité de contrainte  $K_R$  en fonction de l'extension de fissure effective  $\Delta a_{eff}$  connue comme la courbe R, selon la norme ASTM E 561 (2010). Le facteur d'intensité de contrainte critique  $K_c$ , en d'autres termes le facteur d'intensité qui rend la fissure instable, est calculé à partir de la courbe R. Le facteur d'intensité de contrainte  $K_{CO}$  est également calculé en attribuant la longueur de fissure initiale à la charge critique, au commencement de la charge monotone. Ces deux valeurs sont calculées pour une éprouvette de la forme requise.  $K_{app}$  représente le facteur  $K_{CO}$  correspondant à l'éprouvette qui a été utilisée pour effectuer l'essai de courbe R.  $K_{eff}$  représente le facteur  $K_c$  correspondant à l'éprouvette qui a été utilisée pour effectuer l'essai de courbe R.  $K_{R60}$  correspond à la valeur de  $K_R$  pour une extension de fissure effective  $\Delta a_{eff} = 60$  mm.

Dans le cadre de l'invention, la structure granulaire des échantillons est caractérisée dans le plan LxTC à mi-épaisseur,

t/2, et est évaluée quantitativement après une attaque métallographique de type oxydation anodique et sous lumière polarisée :

\_ le terme « essentiellement non-recristallisé » est utilisé lorsque la structure granulaire ne présente pas ou peu de grains recristallisés, typiquement moins de 20%, préférentiellement moins de 15% et plus préférentiellement encore moins de 10% des grains sont recristallisés;

\_ le terme « recristallisé » est utilisé lorsque la structure granulaire présente une proportion importante de grains recristallisés, typiquement plus de 50%, préférentiellement plus de 60% et plus préférentiellement encore plus de 80% des grains sont recristallisés.

Sauf mention contraire, les définitions de la norme EN 12258-1 (1998) s'appliquent.

**[0010]** Dans le cadre de la présente invention, on appelle « élément de structure » ou « élément structural » d'une construction mécanique une pièce mécanique pour laquelle les propriétés mécaniques statiques et/ou dynamiques sont particulièrement importantes pour la performance de la structure et pour laquelle un calcul de structure est habituellement prescrit ou réalisé. Il s'agit typiquement d'éléments dont la défaillance est susceptible de mettre en danger la sécurité de ladite construction, de ses utilisateurs, de ses usagers ou d'autrui. Pour un avion, ces éléments de structure comprennent notamment les éléments qui composent le fuselage (tels que la peau de fuselage, (fuselage skin en anglais), les raidisseurs ou lisses de fuselage (stringers), les cloisons étanches (bulkheads), les cadres de fuselage (circumferential frames), les ailes (tels que la peau de voilure extradors ou intradors (upper or lower wing skin), les raidisseurs (stringers ou stiffeners), les nervures (ribs), les longerons (spars), les profilés de plancher (floor beams) et les rails de sièges (seat tracks)) et l'empennage composé notamment de stabilisateurs horizontaux et verticaux (horizontal or vertical stabilisers), ainsi que les portes.

**[0011]** Les présents inventeurs ont constaté que pour une composition selon l'invention, il est possible d'obtenir en contrôlant les conditions d'homogénéisation un produit corroyé avantageux, dont les propriétés mécaniques présentent un compromis entre résistance mécanique et ténacité utile pour la construction aéronautique et dont les propriétés sont stables après un traitement thermique correspondant à des conditions de mises en forme à chaud.

Selon l'invention, on élabore un bain de métal liquide à base d'aluminium de composition, en % en poids, Mg : 3,8-4,2 ; Mn : 0,3 - 0,8 de préférence 0,5-0,7 ; Sc : 0,1-0,3 ; Zn : 0,1-0,4 ; Ti : 0,01 - 0,05 de préférence 0,015-0,030 ; Zr : 0,07 - 0,15 de préférence 0,08-0,12 ; Cr : < 0,01 ; Fe : < 0,15 ; Si < 0,1 autres éléments ≤0,05 chacun et ≤0,15 en association, reste aluminium.

**[0012]** La composition selon l'invention est remarquable du fait d'une faible addition de titane de 0,01 - 0,05 et de préférence de 0,015 à 0,030 % en poids et de manière préférée de 0,018 à 0,024 % en poids et par l'absence d'addition de chrome, dont la teneur est inférieure à 0,01 % en poids. Des propriétés mécaniques statiques élevées (Rp0.2, Rm) sont obtenues malgré ces faibles additions car les conditions d'homogénéisation sont soigneusement contrôlées. Ainsi, de façon surprenante, il est possible d'éviter la recristallisation lors de la mise en forme à chaud avec de faibles additions de titane et en l'absence d'addition de chrome, et d'atteindre simultanément des propriétés mécaniques statiques élevées, ce qui pourrait être obtenu notamment par de fortes additions de Cr et Ti, et une ténacité élevée.

L'addition de Mn, Sc, Zn et Zr est nécessaire pour obtenir le compromis souhaité entre résistance mécanique, ténacité et aptitude à la mise en forme à chaud. La teneur en fer est maintenue inférieure à 0,15 % en poids et de préférence inférieure à 0,1 % en poids. La teneur en silicium est maintenue inférieure à 0,1 % en poids et de préférence inférieure à 0,05 % en poids. La présence de fer et de silicium au-delà des maxima indiqués a un impact défavorable notamment sur la ténacité. Les autres éléments sont des impuretés c'est-à-dire des éléments dont la présence n'est pas intentionnelle, leur présence doit être limitée à 0,05 % chacun et 0,15 % en association et de préférence à 0,03 % chacun et 0,10 % en association.

Selon l'invention, on homogénéise la dite forme brute à une température comprise entre 370°C et 450 °C, pendant une durée comprise entre 2 et 50 heures telle que le temps équivalent à 400 °C soit compris entre 5 et 100 heures, le temps équivalent t(eq) à 400 °C étant défini par la formule :

$$t(eq) = \frac{\int \exp(-29122/T) dt}{\exp(-29122/T_{ref})}$$

dans laquelle T est la température instantanée exprimée en Kelvin qui évolue avec le temps t (en heures) et Tref est une température de référence de 400 °C (673 K), t(eq) étant exprimé en heures, la constante Q/R = 29122 K étant dérivée de l'énergie d'activation pour la diffusion du Zr, Q = 242000 J/mol.

De préférence la durée d'homogénéisation est comprise entre 5 et 30 heures. De manière avantageuse le temps équivalent à 400 °C est compris entre 6 et 30 heures.

## EP 3 526 358 B1

**[0013]** Une trop faible température et/ou durée d'homogénéisation ne permettent pas de former des dispersoïdes pour contrôler la recristallisation. De façon surprenante, lorsque température et/ou durée d'homogénéisation sont trop élevées, les propriétés obtenues ne sont pas stables à la température typique de mise en forme à chaud de 300 - 350 °C, notamment car les produits recristallisent.

La déformation à chaud peut être réalisée directement après l'homogénéisation sans refroidissement jusqu'à température ambiante, la température initiale de déformation à chaud devant être comprise entre 350 et 450 °C. Alternativement, on peut refroidir la forme brute jusqu'à température ambiante après homogénéisation et réchauffer la forme brute jusqu'à une température initiale de déformation à chaud comprise entre 350 et 450 °C. Dans le cas d'un réchauffage, il convient de veiller à ce que le temps équivalent à 400 °C lors du réchauffage soit faible, typiquement inférieur à 10%, en comparaison avec le temps équivalent à 400 °C lors de l'homogénéisation.

Lors de la déformation à chaud, la température du métal peut dans certains cas augmenter, cependant il convient de veiller à ce que le temps équivalent à 400 °C lors de la déformation à chaud soit faible, typiquement inférieur à 10%, en comparaison avec le temps équivalent à 400 °C lors de l'homogénéisation. Il est en tous cas préférable que la température lors de la déformation à chaud ne dépasse pas 460 °C et de préférence ne dépasse pas 440 °C. Après déformation à chaud on peut réaliser une déformation à froid.

**[0014]** Dans un premier mode de réalisation, le corroyage est réalisé par laminage pour obtenir une tôle. Selon ce premier mode l'épaisseur finale de la tôle obtenue est inférieure à 12 mm.

Dans un second mode de réalisation, le corroyage est réalisé par extrusion pour obtenir un profilé.

**[0015]** Dans le premier mode de réalisation, on réalise typiquement la déformation à chaud jusqu'à une épaisseur d'environ 4 mm puis la déformation à froid pour une épaisseur comprise entre 0,5 et 4 mm.

Après déformation à chaud et optionnellement à froid, il peut être avantageux d'effectuer un planage et/ou un redressage. Lors des opérations de planage et/ou de redressage, la déformation permanente est typiquement inférieure à 2%, de préférence d'environ 1%.

Optionnellement on réalise un recuit à une température comprise entre 300 °C et 350 °C. La durée du recuit est typiquement comprise entre 1 et 4 heures. Ce recuit a principalement une fonction de stabilisation des propriétés mécaniques de façon à ce qu'elles n'évoluent pas lors d'une mise en forme ultérieure à une température voisine. Les produits selon l'invention présentent l'avantage d'avoir des propriétés mécaniques très stables à cette température. Ainsi pour les produits dont l'épaisseur finale de 4 à 6 mm est obtenue par laminage à chaud, la variation de propriété mécanique statique est au plus de 10% et de préférence au plus de 6% après un recuit entre 300 et 350 °C et pour les produits dont l'épaisseur finale d'environ 2 mm est obtenue par laminage à froid, la variation de propriété mécanique statique est au plus de 40% et de préférence au plus de 30% après un recuit entre 300 et 350 °C. Il est donc possible dans le cadre du procédé selon l'invention de ne pas réaliser de recuit de stabilisation et de procéder directement à la mise en forme, en particulier pour les produits dont l'épaisseur finale est obtenue par laminage à chaud. Grâce au procédé selon l'invention, les produits selon l'invention conservent une structure granulaire essentiellement non-recristallisée après un recuit entre 300 et 350 °C.

Les tôles d'épaisseur inférieure à 12 mm obtenues par le procédé selon l'invention sont avantageuses, ayant de préférence les caractéristiques suivantes :

(a) une limite d'élasticité conventionnelle mesurée à 0,2% d'allongement dans le sens TL d'au moins 250 MPa, et de préférence d'au moins 260 MPa et/ou

(b) une limite d'élasticité conventionnelle mesurée à 0,2% d'allongement dans le sens L d'au moins 260 MPa, et de préférence d'au moins 270 MPa, ces propriétés étant atteintes même dans le cas où l'étape optionnelle de recuit à une température comprise entre 300 °C et 350 °C est effectuée.

Avantageusement les tôles d'épaisseur inférieure à 4 mm obtenues par le procédé selon l'invention ont une limite d'élasticité conventionnelle mesurée à 0,2% d'allongement dans le sens TL d'au moins 300 MPa, et de préférence d'au moins 320 MPa, ces propriétés étant atteintes même dans le cas où l'étape optionnelle de recuit à une température comprise entre 300 °C et 350 °C est effectuée.

**[0016]** Les tôles selon l'invention présentent de manière préférée des propriétés de ténacité avantageuses, notamment :

(c) une ténacité  $K_{R60}$ , mesurée sur des éprouvettes de type CCT760 dans le sens L-T (avec  $2a_0 = 253$  mm), pour une extension de fissure effective  $\Delta a_{\text{eff}}$  de 60 mm d'au moins  $155 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$ , et de préférence d'au moins

$165 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$  et/ou

(d) une ténacité  $K_{R60}$ , mesurée sur des éprouvettes de type CCT760 dans le sens T-L (avec  $2a_0 = 253$  mm), pour

## EP 3 526 358 B1

une extension de fissure effective  $\Delta a_{\text{eff}}$  de 60 mm d'au moins  $160 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , et de préférence d'au moins  $170 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ .

De préférence, pour les produits selon l'invention, la ténacité  $K_{\text{R}}$  dans le sens T-L est supérieure à celle dans le sens L-T. De préférence la ténacité Kapp, mesurée sur des éprouvettes de type CCT760 dans le sens T-L (avec  $2a_0 = 253 \text{ mm}$ ), est d'au moins 125 MPa, et de préférence d'au moins 130 MPa

Les produits selon l'invention peuvent être mis en forme à une température comprise entre 300 °C et 350 °C pour obtenir des éléments de structure pour avion, de préférence des éléments de fuselage.

Les éléments de fuselage d'aéronef selon l'invention sont avantageux car ils présentent

(a) une limite d'élasticité conventionnelle mesurée à 0,2% d'allongement dans le sens TL est d'au moins 250 MPa, et de préférence d'au moins 260 MPa et/ou

(b) une limite d'élasticité conventionnelle mesurée à 0,2% d'allongement dans le sens L est d'au moins 260 MPa, et de préférence d'au moins 270 MPa.

### Exemples

#### Exemple 1

**[0017]** Plusieurs plaques d'épaisseur 400 mm dont la composition est donnée dans le tableau 1 ont été coulées.

Tableau 1 : Composition en % en poids (analyse par spectromètre d'émissions optiques à étincelles, S-OES).

	Si	Fe	Cr	Mn	Mg	Zn	Ti	Zr	Sc
A	0,02	0,05	<0,01	0,62	4,05	0,28	0,023	0,10	0,19
B	0,02	0,04	<0,01	0,59	3,99	0,29	0,038	0,10	0,19

**[0018]** La plaque en alliage A a été homogénéisée 5h à 445°C tandis que la plaque en alliage B a été homogénéisée 15h à 515 °C. Les plaques ainsi homogénéisées ont été laminées à chaud directement après homogénéisation avec une température de début de laminage à chaud de 415 °C pour la plaque A et de 480 °C pour la plaque B, pour obtenir des tôles ayant une épaisseur de 4 mm.

**[0019]** Les caractéristiques mécaniques statiques en traction de la tôle en alliage A sont restées élevées tant à l'état tel que laminé à chaud (LAC) qu'à l'état recuit (traitement de recuit de 4h à 325°C) tandis que celles de la tôle en alliage B ont chuté après recuit.

Tableau 2 : Caractéristiques mécaniques statiques obtenues pour les différentes tôles à l'état tel que laminé à chaud (LAC) et à l'état recuit (4h à 325°C).

	Tôle en alliage A Epaisseur 4 mm		Tôle en alliage B Epaisseur 4 mm	
	LAC	Recuit	LAC	Recuit
Rp0.2 L, MPa	303	289	287	233
Rm L, MPa	400	393	364	352
A L, %	14,5	16,2	14,8	17,6
Rp0.2 TL, MPa	311	292	276	238
Rm TL, MPa	396	387	361	349
A TL, %	17,7	19,5	18,2	23,0
$K_{\text{app}}$ MPa $\sqrt{\text{m}}$ L-T	129,9	129,1	128,5	
$K_{\text{app}}$ MPa $\sqrt{\text{m}}$ T-L	134,9	134,0	125,8	
Kr60 MPa $\sqrt{\text{m}}$ L-T	172,9	171,5	171,2	
Kr60MPa $\sqrt{\text{m}}$ T-L	178,9	177,1	164	

## EP 3 526 358 B1

**[0020]** Les tôles de 4 mm ont été laminées à froid jusqu'à une épaisseur de 2 mm en trois passes sans traitement thermique intermédiaire, puis ont subi un planage. Différents traitements thermiques ont été réalisés après laminage à froid. Les résultats des essais mécaniques en traction sont présentés dans le tableau 3.

5      Tableau 3 : Caractéristiques mécaniques statiques obtenues pour les différentes tôles laminées à froid et ayant subi un recuit dans différentes conditions.

	Tôle en alliage A Epaisseur 2 mm			Tôle en alliage B Epaisseur 2 mm			
	Recuit après laminage à froid	Rp02 (TL)	Rm (TL)	A% TL	Rp02 (TL)	Rm (TL)	A% TL
10	-	417	466	9,95	358	422	10,5
	2h 275°C	349,5	415	19	256	355	18,2
	2h 325°C	333	405	21,7	168	311	23,0
15	2h 375°C	297,5	393	21,4	156	301	23,1

**[0021]** La structure granulaire des tôles a été observée après une attaque métallographique de type oxydation anodique et sous lumière polarisée après laminage à froid (LAF) ou après laminage à froid et recuit de 2h à 325 °C.

20 **[0022]** Une évaluation qualitative de la microstructure a été réalisée :

Le tableau 4 présente les résultats des observations microstructurales des tôles de composition A et B aux états brut de laminage à froid et après traitement de recuit (2h 325°C).

Tableau 4 : Microstructure (plan LxTC, à mi-épaisseur) des tôles

Alliage	Référence	Microstructure
A	LAF	Essentiellement non-recristallisée
	2h325°C	Essentiellement non-recristallisée
B	LAF	Essentiellement non-recristallisée
	2h325°C	Recristallisée

**[0023]** L'alliage A selon l'invention présente une excellente résistance à la recristallisation.

### Exemple 2

**[0024]** Dans cet exemple, on a étudié l'effet des conditions d'homogénéisation avant déformation à chaud sur les propriétés mécaniques. Des blocs en alliage A de dimension 250 x 180 x 120 mm ont été laminés à chaud dans différentes conditions, jusqu'à une épaisseur de 8 ou 12 mm. Les conditions sont décrites dans le Tableau 5

Tableau 5 : Conditions de transformation de différents blocs en alliage A

	Température d'homogénéisation (°C)	Durée d'homogénéisation (h)	T(eq) à 400 °C	Température initiale de laminage (°C)	Epaisseur finale (mm)	Température finale de laminage(°C)	
45	CD2	450	15	298	440	12	329
	CD3	400	15	15	390	12	319
	CD4	450	15	298	440	8	325
50	CF1	450	5	99	440	8	330
	CF2	450	5	99		12	327
	CF3	400	5	5	405	12	320
55	CF4	515	17	9341		8	325

**[0025]** Les propriétés mécaniques ont été mesurées sur les tôles telles que laminées ou ayant subi un traitement. Les

## EP 3 526 358 B1

résultats sont présentés dans le tableau 6

Tableau 6 Caractéristiques mécaniques statiques obtenues pour les différentes tôles à l'état tel que laminé à chaud (LAC) et à l'état recuit (4h à 325°C).

5	bloc	sens	LAC			Recuit 4h 325 °C		
			Rp0,2	Rm	A	Rp0,2	Rm	A
			MPa	MPa	%	MPa	MPa	%
10	CD2	L	251	377	15,4	243	370	16,0
	CD3	L	286	398	14,5	278	391	15,4
	CD4	L	260	371	13,6	252	366	16,7
15	CF1	L	275	381	16,1	267	373	17,1
	CF2	L	268	390	12,9	262	382	13,8
	CF3	L	288	399	14,8	280	392	15,4
	CF4	L	223	341	15,7	209	339	17,3

20 **[0026]** Les produits obtenus par le procédé selon l'invention (CD3, CF1, CF2, CF3) présentent des caractéristiques mécaniques avantageuses, notamment Rp0.2 dans le sens L d'au moins 260 MPa après LAC et après recuit de 4h à 325.

### 25 **Revendications**

1. Procédé de fabrication d'un produit corroyé en alliage d'aluminium dans lequel :

a) on élabore un bain de métal liquide à base d'aluminium de composition, en % en poids,

Mg : 3,8-4,2 ;

Mn : 0,3 - 0,8 et de préférence 0,5-0,7 ;

Sc : 0,1-0,3 ;

Zn : 0,1-0,4 ;

Ti : 0,01 - 0,05 et de préférence 0,015-0,030 ;

Zr : 0,07 - 0,15 et de préférence 0,08-0,12 ;

Cr : < 0,01 ;

Fe : < 0,15 ;

Si < 0,1 ;

autres éléments ≤ 0,05 chacun et ≤ 0,15 en association, reste aluminium ;

b) on coule une forme brute à partir dudit bain de métal ;

c) on homogénéise la dite forme brute à une température comprise entre 370°C et 450 °C, pendant une durée comprise entre 2 et 50 heures telle que le temps équivalent à 400 °C soit compris entre 5 et 100 heures, le temps équivalent t(eq) à 400 °C étant défini par la formule :

$$t(eq) = \frac{\int \exp(-29122 / T) dt}{\exp(-29122 / T_{ref})}$$

dans laquelle T est la température instantanée exprimée en Kelvin qui évolue avec le temps t (en heures) et Tref est une température de référence de 400 °C (673 K), t(eq) étant exprimé en heures, la constante Q/R = 29122 K étant dérivée de l'énergie d'activation pour la diffusion du Zr, Q = 242000 J/mol,

d) on déforme à chaud avec une température initiale comprise entre 350°C et 450 °C et on déforme optionnellement à froid la forme brute ainsi homogénéisée ;

e) optionnellement on effectue un planage et/ou un redressage

f) optionnellement on réalise un recuit à une température comprise entre 300 °C et 350 °C.

## EP 3 526 358 B1

2. Procédé selon la revendication 1 dans lequel la durée d'homogénéisation est comprise entre 5 et 30 heures.
3. Procédé selon une quelconque des revendications 1 à 2 dans lequel le corroyage est réalisé par laminage pour obtenir une tôle et dans lequel l'épaisseur finale de la tôle obtenue est inférieure à 12 mm.

5

4. Procédé selon une quelconque des revendications 1 à 2 dans lequel le corroyage est réalisé par extrusion pour obtenir un profilé.

10

5. Produit corroyé en alliage d'aluminium de composition, en % en poids,

Mg : 3,8-4,2 ;

Mn : 0,3 - 0,8 et de préférence 0,5-0,7 ;

Sc : 0,1-0,3 ;

Zn : 0,1-0,4 ;

15

Ti : 0,01 - 0,05 et de préférence 0,015-0,030 ;

Zr : 0,07 - 0,15 et de préférence 0,08-0,12 ;

Cr : < 0,01 ;

Fe : < 0,15 ;

20

Si < 0,1 ;

autres éléments  $\leq 0,05$  chacun et  $\leq 0,15$  en association ; reste aluminium, susceptible d'être obtenu par le procédé selon une quelconque des revendications 1 à 4.

6. Produit corroyé selon la revendication 5 sous forme de tôle d'épaisseur inférieure à 12 mm susceptible d'être obtenue par le procédé selon la revendication 3, **caractérisée en ce que**

25

(a) sa limite d'élasticité conventionnelle mesurée à 0,2% d'allongement dans le sens TL est d'au moins 250 MPa, et de préférence d'au moins 260 MPa et/ou

(b) sa limite d'élasticité conventionnelle mesurée à 0,2% d'allongement dans le sens L est d'au moins 260 MPa, et de préférence d'au moins 270 MPa.

30

7. Tôle selon la revendication 6 **caractérisée en ce que**

(c) sa ténacité  $K_{R60}$ , mesurée sur des éprouvettes de type CCT760 dans le sens L-T (avec  $2a_0 = 253$  mm),

35

pour une extension de fissure effective  $\Delta a_{eff}$  de 60 mm d'au moins  $155 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , et de préférence d'au moins  $165 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  et/ou

(d) sa ténacité  $K_{R60}$ , mesurée sur des éprouvettes de type CCT760 dans le sens T-L (avec  $2a_0 = 253$  mm),

40

pour une extension de fissure effective  $\Delta a_{eff}$  de 60 mm d'au moins  $160 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , et de préférence d'au moins

$170 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ .

45

8. Procédé selon une quelconque des revendications 1 à 4 dans lequel à l'issue de l'étape f on réalise une mise en forme à une température comprise entre 300 °C et 350 °C.

9. Élément de fuselage d'aéronef susceptible d'être obtenu selon le procédé selon la revendication 8 **caractérisé en ce que**

50

(a) sa limite d'élasticité conventionnelle mesurée à 0,2% d'allongement dans le sens TL est d'au moins 250 MPa, et de préférence d'au moins 260 MPa et/ou

(b) sa limite d'élasticité conventionnelle mesurée à 0,2% d'allongement dans le sens L est d'au moins 260 MPa, et de préférence d'au moins 270 MPa.

55

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines Knetzerzeugnisses aus einer Aluminiumlegierung, bei dem:

5 a) ein Flüssigmetallbad auf Aluminiumbasis folgender Zusammensetzung, in Gewichtsprozent, hergestellt wird,

Mg: 3,8 - 4,2;

Mn: 0,3 - 0,8 und vorzugsweise 0,5 - 0,7;

Sc: 0,1 - 0,3;

10 Zn: 0,1 - 0,4;

Ti: 0,01 - 0,05 und vorzugsweise 0,015 - 0,030;

Zr: 0,07 - 0,15 und vorzugsweise 0,08 - 0,12;

Cr: < 0,01;

Fe: < 0,15;

15 Si < 0,1;

weitere Elemente jeweils  $\leq 0,05$  und zusammen  $\leq 0,15$ , Rest Aluminium;

b) aus diesem Metallbad eine Rohform gegossen wird;

20 c) die Rohform bei einer Temperatur zwischen 370°C und 450°C über einen Zeitraum von 2 bis 50 Stunden so homogenisiert wird, dass die Äquivalentzeit bei 400°C zwischen 5 und 100 Stunden beträgt, wobei die Äquivalentzeit  $t(eq)$  bei 400°C durch folgende Formel definiert ist:

$$25 \quad t(eq) = \frac{\int \exp(-29122/T) dt}{\exp(-29122/T_{ref})}$$

worin T die momentane Temperatur ist, in Kelvin ausgedrückt, die sich mit der Zeit t (in Stunden) ändert, und Tref eine Referenztemperatur von 400°C (673 K) ist, wobei  $t(eq)$  in Stunden ausgedrückt ist, die Konstante Q/R = 29122 K von der Aktivierungsenergie für die Diffusion von Zr abgeleitet ist, Q = 242000 J/mol,

30 d) die homogenisierte Rohform mit einer Anfangstemperatur zwischen 350°C und 450°C warm umgeformt wird und wahlweise kalt umgeformt wird;

e) wahlweise ein Richten und/oder Geradbiegen durchgeführt wird;

f) wahlweise ein Glühen bei einer Temperatur zwischen 300°C und 350°C durchgeführt wird.

35 2. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem die Homogenisierungszeit zwischen 5 und 30 Stunden beträgt.

3. Verfahren nach irgendeinem der Ansprüche 1 bis 2, bei dem die Warmumformung durch Walzen erfolgt, um ein Blech zu erhalten, und bei dem die Enddicke des erhaltenen Blechs weniger als 12 mm beträgt.

40 4. Verfahren nach irgendeinem der Ansprüche 1 bis 2, bei dem die Warmumformung durch Strangpressen erfolgt, um ein Profil zu erhalten.

5. Knetzerzeugnis aus einer Aluminiumlegierung folgender Zusammensetzung, in Gewichtsprozent,

45 Mg: 3,8 - 4,2;

Mn: 0,3 - 0,8 und vorzugsweise 0,5 - 0,7;

Sc: 0,1 - 0,3;

Zn: 0,1 - 0,4;

Ti: 0,01 - 0,05 und vorzugsweise 0,015 - 0,030;

50 Zr: 0,07 - 0,15 und vorzugsweise 0,08 - 0,12;

Cr: < 0,01;

Fe: < 0,15;

Si < 0,1;

55 weitere Elemente jeweils  $\leq 0,05$  und zusammen  $\leq 0,15$ ; Rest Aluminium, erhältlich durch das Verfahren nach irgendeinem der Ansprüche 1 bis 4.

6. Knetzerzeugnis nach Anspruch 5 in Form eines Blechs mit einer Dicke von weniger als 12 mm, erhältlich durch das Verfahren nach Anspruch 3, **dadurch gekennzeichnet, dass**

## EP 3 526 358 B1

- (a) seine 0,2%-Dehngrenze in TL-Richtung mindestens 250 MPa und vorzugsweise mindestens 260 MPa beträgt und/oder  
(b) seine 0,2%-Dehngrenze in L-Richtung mindestens 260 MPa und vorzugsweise mindestens 270 MPa, beträgt.

5 **7. Blech nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass**

(c) seine Zähigkeit  $K_{R60}$ , gemessen an Proben des Typs CCT760 in L-T-Richtung (mit  $2a_0 = 253$  mm), für eine effektive Rissausbreitung  $\Delta a_{\text{eff}}$  von 60 mm mindestens  $155 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  und vorzugsweise mindestens  $165 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  beträgt und/oder

(d) seine Zähigkeit  $K_{R60}$ , gemessen an Proben des Typs CCT760 in T-L-Richtung (mit  $2a_0 = 253$  mm), für eine effektive Rissausbreitung  $\Delta a_{\text{eff}}$  von 60 mm mindestens  $160 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  und vorzugsweise mindestens  $170 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  beträgt.

8. Verfahren nach irgendeinem der Ansprüche 1 bis 4, bei dem nach dem Schritt f) ein Formen bei einer Temperatur zwischen 300°C und 350°C durchgeführt wird.

20 **9. Flugzeugrumpfelement, erhältlich nach dem Verfahren nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, dass**

- (a) seine 0,2%-Dehngrenze in TL-Richtung mindestens 250 MPa und vorzugsweise mindestens 260 MPa beträgt und/oder  
(b) seine 0,2%-Dehngrenze in L-Richtung mindestens 260 MPa und vorzugsweise mindestens 270 MPa beträgt.

### Claims

30 **1. Method for producing a wrought product made of an aluminium alloy wherein:**

a) a molten metal bath having an aluminium base is produced, composed, in wt%, of

Mg: 3.8-4.2;

Mn: 0.3 - 0.8 and preferably 0.5-0.7;

Sc: 0.1-0.3;

Zn: 0.1-0.4;

Ti: 0.01 - 0.05 and preferably 0.015-0.030;

Zr: 0.07 - 0.15 and preferably 0.08-0.12;

Cr:  $\leq 0.01$ ;

Fe:  $\leq 0.15$ ;

Si  $< 0.1$ ;

other elements  $\leq 0.05$  each and  $\leq 0.15$  combined, the remainder being aluminium;

b) an unwrought product is cast from said metal bath;

c) said unwrought product is homogenised at a temperature that lies in the range 370°C to 450°C, for a duration that lies in the range 2 to 50 hours such that the equivalent time at 400°C lies in the range 5 to 100 hours, the equivalent time  $t(\text{eq})$  at 400°C being defined by the formula:

$$t(\text{eq}) = \frac{\int \exp(-29122/T) dt}{\exp(-29122/T_{\text{ref}})}$$

where T is the current temperature expressed in Kelvin, which changes over time t (in hours) and  $T_{\text{ref}}$  is a reference temperature of 400°C (673 K),  $t(\text{eq})$  being expressed in hours, the constant  $Q/R = 29122$  K being derived from the activation energy for the diffusion of Zr,  $Q = 242000$  J/mol,

d) the unwrought product thus homogenised is hot-worked with an initial temperature in the range 350°C to

## EP 3 526 358 B1

450°C and is optionally cold-worked;

e) a flattening and/or straightening process is optionally carried out;

f) an annealing process is optionally carried out at a temperature that lies in the range 300°C to 350°C.

- 5    2. Method according to claim 1, wherein the homogenisation duration lies in the range 5 to 30 hours.
3. Method according to any of claims 1 to 2, wherein working is carried out by rolling in order to obtain a sheet metal and wherein the final thickness of the sheet obtained is less than 12 mm.
- 10    4. Method according to any of claims 1 to 2, wherein working is carried out by extrusion in order to obtain a profile.
5. Wrought product made of an aluminium alloy having the composition, in wt %,

Mg: 3.8-4.2;

15    Mn: 0.3 - 0.8 and preferably 0.5-0.7;

Sc: 0.1-0.3;

Zn: 0.1-0.4;

Ti: 0.01 - 0.05 and preferably 0.015-0.030;

Zr: 0.07 - 0.15 and preferably 0.08-0.12;

20    Cr:  $\leq 0.01$ ;

Fe:  $\leq 0.15$ ;

Si < 0.1;

other elements  $\leq 0.05$  each and  $\leq 0.15$  combined, the remainder being aluminium, obtainable by the method according to any of claims 1 to 4.

- 25    6. Wrought product according to claim 5 in the form of a sheet having a thickness of less than 12 mm, obtainable by the method according to claim 3, **characterised in that**

30    (a) the tensile yield stress thereof measured at 0.2% elongation in the LT direction is at least 250 MPa, and preferably at least 260 MPa and/or

(b) the tensile yield stress thereof measured at 0.2% elongation in the L direction is at least 260 MPa, and preferably at least 270 MPa.

- 35    7. Sheet according to claim 6, **characterised in that**

(c) the toughness  $K_{R60}$  thereof, measured on specimens of type CCT760 in the L-T direction (where  $2a_0 = 253$  mm), for an effective crack growth  $\Delta a_{\text{eff}}$  of 60 mm, is at least  $155 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$ , and preferably at least

40     $165 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$  and/or

(d) the toughness  $K_{R60}$  thereof, measured on specimens of type CCT760 in the T-L direction (where  $2a_0 = 253$  mm), for an effective crack growth  $\Delta a_{\text{eff}}$  of 60 mm, is at least  $160 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$ , and preferably at least

45     $170 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$ .

8. Method according to any of claims 1 to 4, wherein, at the end of step f, forming is carried out at a temperature that lies in the range 300°C to 350°C.

- 50    9. Aircraft fuselage element obtainable according to the method according to claim 8, **characterised in that**

(a) the tensile yield stress thereof measured at 0.2% elongation in the LT direction is at least 250 MPa, and preferably at least 260 MPa and/or

55    (b) the tensile yield stress thereof measured at 0.2% elongation in the L direction is at least 260 MPa, and preferably at least 270 MPa.

**RÉFÉRENCES CITÉES DANS LA DESCRIPTION**

*Cette liste de références citées par le demandeur vise uniquement à aider le lecteur et ne fait pas partie du document de brevet européen. Même si le plus grand soin a été accordé à sa conception, des erreurs ou des omissions ne peuvent être exclues et l'OEB décline toute responsabilité à cet égard.*

**Documents brevets cités dans la description**

- US 5624632 A [0004]
- US 6695935 B [0004]
- WO 0112869 A [0004]
- WO 2007020041 A [0004]