

(19)



(11)

EP 1 644 546 B1

(12)

FASCICULE DE BREVET EUROPEEN

(45) Date de publication et mention de la délivrance du brevet:
20.04.2016 Bulletin 2016/16

(51) Int Cl.:
C22C 21/10 (2006.01) C22F 1/053 (2006.01)

(21) Numéro de dépôt: **04767427.0**

(86) Numéro de dépôt international:
PCT/FR2004/001571

(22) Date de dépôt: **23.06.2004**

(87) Numéro de publication internationale:
WO 2005/001149 (06.01.2005 Gazette 2005/01)

(54) **UTILISATION DE TUBES EN ALLIAGES AL-ZN-MG-CU AYANT UN COMPROMIS AMELIORE ENTRE DES CARACTERISTIQUES MECANIKES STATIQUES ET LA TOLERANCE AUX DOMMAGES**

VERWENDUNG VON ROHREN AUS AL/ZN/MG/CU-LEGIERUNGEN MIT VERBESSERTEM KOMPROMISS ZWISCHEN STATISCHEN MECHANISCHEN EIGENSCHAFTEN UND SCHADENSTOLERANZ

USE OF PIPES MADE FROM AL/ZN/MG/CU ALLOYS WITH IMPROVED COMPROMISE BETWEEN STATIC MECHANICAL PROPERTIES AND TOLERANCE TO DAMAGE

(84) Etats contractants désignés:
CH DE FR GB IT LI

(30) Priorité: **24.06.2003 US 480743 P**

(43) Date de publication de la demande:
12.04.2006 Bulletin 2006/15

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

(72) Inventeurs:
• **BOSELLI, Julien F-38000 Grenoble (FR)**
• **HEYMES, Fabrice F-63960 Veyre-Monton (FR)**
• **EBERL, Frank F-38000 Grenoble (FR)**
• **WARNER, Timothy F-38340 Voreppe (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:
EP-A- 0 589 807 WO-A-02/052053
FR-A- 2 744 136 US-A- 4 305 763
US-A- 4 747 890 US-A- 5 865 911
US-A- 6 027 582

• **PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 1999, no. 10, 31 août 1999 (1999-08-31) -& JP 11 140610 A (FURUKAWA ELECTRIC CO LTD:THE), 25 mai 1999 (1999-05-25)**

EP 1 644 546 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 technique de l'invention

5 **[0001]** La présente invention concerne les alliages de type Al-Zn-Mg-Cu à compromis caractéristiques mécaniques statiques - tolérance aux dommages améliorée, ainsi que des éléments structuraux pour construction aéronautique incorporant des demi-produits corroyés élaborés à partir de ces alliages.

Etat de la technique

10 **[0002]** On sait que lors de la fabrication de demi-produits et éléments structuraux pour construction aéronautique, les diverses propriétés recherchées ne peuvent pas être optimisées toutes en même temps et les unes indépendamment des autres. Lorsque l'on modifie la composition chimique de l'alliage ou les paramètres des procédés d'élaboration des produits, plusieurs propriétés critiques peuvent même montrer des tendances antagonistes. Tel est parfois le cas des propriétés rassemblées sous le terme « résistance mécanique statique » (notamment la résistance à la rupture R_m et la limite d'élasticité $R_{p0,2}$) d'une part, et des propriétés rassemblées sous le terme « tolérance aux dommages » (notamment la ténacité et la résistance à la propagation des fissures) d'autre part. Certaines propriétés d'usage comme la résistance à la fatigue, la résistance à la corrosion, l'aptitude à la mise en forme et l'allongement à rupture sont liées d'une façon compliquée et souvent imprévisible aux propriétés (ou « caractéristiques ») mécaniques. L'optimisation de l'ensemble des propriétés d'un matériau pour construction aéronautique fait donc très souvent intervenir un compromis entre plusieurs paramètres-clé.

15 **[0003]** Les alliages de type Al-Zn-Mg-Cu (appartenant à la famille des alliages 7xxx) sont utilisés couramment en construction aéronautique, et notamment dans la construction des ailes d'avions civils. Pour les extradors des ailes on utilise par exemple une peau en tôles fortes en alliages 7150, 7055, 7449, et éventuellement des raidisseurs en profilés en alliages 7150, 7055 ou 7449. Les alliages 7150, 7050 et 7349 sont aussi utilisés pour la fabrication de raidisseurs de fuselage. L'alliage 7475 est utilisé parfois pour la fabrication de panneaux intrados de voilure, notamment par usinage de tôles fortes, alors que les raidisseurs intrados de voilure filés sont habituellement en alliages de type 2xxx (p.ex. 2024, 2224, 2027).

20 **[0004]** Certains de ces alliages sont connus depuis des décennies, comme par exemple les alliages 7075 et 7175 (teneur en zinc entre 5,1 et 6,1 % en poids), 7475 (teneur en zinc entre 5,2 et 6,2 %), 7050 (teneur en zinc entre 5,7 et 6,7 %), 7150 (teneur en zinc entre 5,9 et 6,9 %) et 7049 (teneur en zinc entre 7,2 et 8,2 %). Ces alliages présentent différents compromis entre ténacité et limite élastique.

25 **[0005]** La demande de brevet EP 0 257 167 A1 décrit un alliage développé spécifiquement pour la fabrication par filage inverse des corps creux résistant à la pression. Cet alliage a la composition (en pourcent massiques) :

30

Zn 6,25 - 8,0	Mg 1,2 - 2,2	Cu 1,7 - 2,8	Zr ≤ 0,05	Fe ≤ 0,20
(Fe + Si) ≤ 0,40	Cr 0,15 - 0,28	Mn ≤ 0,20	Ti ≤ 0,05.	

35 Ces produits ne dépassent pas, à l'état mis en solution et revenu, des valeurs de $R_m = 530$ MPa, des valeur de $R_{p0,2} = 480$ MPa, et de $A = 15,4$ %. L'augmentation de la teneur en zinc (à 8,0 %), en Cu (à 2,2 %) et en Mg (à 2,4%) conduit à une augmentation de R_m (jusqu'à 570 MPa) et $R_{p0,2}$ (jusqu'à 525 MPa), mais ces produits ont un mauvais comportement à l'éclatement.

40 **[0006]** La demande de brevet EP 0 589 807 A1 divulgue une bouteille à gaz sous pression avec la composition Zn 6,9, Cu 2,3, Mg 1,9, Zr 0,11 qui montre à l'état T73 les caractéristiques mécaniques statiques suivantes au sens L :

$$R_{p0,2} = 392 \text{ MPa}, R_m = 459 \text{ MPa}, A = 15,2 \text{ \%}.$$

45 **[0007]** Le brevet US 5 865 911 (Aluminum Company of America) divulgue un alliage de type Al-Zn-Cu-Mg de composition

Zn 5,9 - 6,7, Mg 1,6 - 1,86, Cu 1,8 - 2,4, Zr 0,08 - 0,15

50 pour la fabrication d'élément de structure pour avions. Ces éléments de structure sont optimisés pour montrer une forte résistance mécanique, ténacité et résistance à la fatigue.

55 **[0008]** La demande de brevet WO 02/052053 décrit trois alliages de type Al-Zn-Cu-Mg de composition Zn 7,3 Cu 1,6, Zn 6,7 Cu 1,9, Zn 7,4 Cu 1,9

EP 1 644 546 B1

et comportant chacun Mg 1,5 Zr 0,11 ,

ainsi que des procédés de traitement thermomécanique appropriés pour la fabrication d'éléments de structure pour avions.

5 [0009] On connaît par ailleurs l'alliage 7040 dont la composition chimique normalisée est :

Zn 5,7 - 6,7 Mg 1,7 - 2,4 Cu 1,5 - 2,3 Zr 0,05 - 0,12
Si ≤ 0,10 Fe ≤ 0,13 Ti ≤ 0,06 Mn ≤ 0,04

10 autres éléments ≤ 0,05 chaque et ≤ 0,15 au total.

[0010] On connaît également l'alliage 7085 dont la composition chimique normalisée est :

15 Zn 7,0 - 8,0 Mg 1,2 - 1,8 Cu 1,3 - 2,0 Zr 0,08 - 0,15
Si ≤ 0,06 Fe ≤ 0,08 Ti ≤ 0,06 Mn ≤ 0,04 Cr ≤ 0,04

autres éléments ≤ 0,05 chaque et ≤ 0,15 au total.

20 [0011] Plus récemment, la demanderesse a constaté l'intérêt de réduire la concentration en Cu et Mg par rapport à un alliage type 7050 (voir EP 0 876 514 B1). Pour une tôle forte, le compromis entre ténacité et résistance mécanique est ainsi amélioré.

Problème posé

25 [0012] Le problème auquel essaye de répondre la présente invention est de proposer un produit corroyé en alliage de type Al-Zn-Mg-Cu permettant d'atteindre des niveaux très élevés de résistance mécanique statique tout en présentant un niveau suffisant dans d'autres propriétés d'usage, notamment la ténacité, la résistance à la corrosion et la résistance à la propagation de fissures de fatigue (fissuration) pour être utilisé pour la fabrication de pièces ou éléments de structure qui répondent à des hautes exigences de sécurité comme des cadres, fourches et guidons de cycles ou de battes de baseball.

30

Objets de l'invention

35 [0013] L'objet de la présente invention est constitué par l'utilisation d'un produit filé, sous forme de tube en alliage d'aluminium, caractérisé en ce qu'il comprend (en % massiques) :

Zn 6,7 - 7,5 % Cu 2,0 - 2,8 % Mg 1,6 - 2,2 %

Zr 0,08 - 0,20 %

40 Fe + Si < 0,20 %

autres éléments ≤ 0,05 % chacun et ≤ 0,15 % au total,
le reste aluminium

45 pour la fabrication de cadres, fourches et guidons de cycles ou de battes de baseball.

Description des figures

[0014]

50 La figure 1 montre la section de profilés en « I » dont la fabrication est décrite dans l'exemple 1.

1 = branche épaisse, 2 = Epaisseur de la branche épaisse 1, 3 = semelle,
4 = épaisseur de la semelle 3, 5 = branche longue, 6 = hauteur, 7 = largeur.

55 La figure 2 montre la section de profilés dont la fabrication est décrite dans les exemples 3 et 5.

La figure 3 montre la section de profilés en « T inversé » dont la fabrication est décrite dans l'exemple 4 (mêmes

symboles que figure 1, δ = largeur renfort).

Description de l'invention

5 a) Terminologie

[0015] Sauf mention contraire, toutes les indications relatives à la composition chimique des alliages sont exprimées en pourcent massique. Par conséquent, dans une expression mathématique, « 0,4 Zn » signifie : 0,4 fois la teneur en zinc, exprimée en pourcent massique ; cela s'applique mutatis mutandis aux autres éléments chimiques. Sauf indication contraire, toutes les compositions chimiques indiquées dans la présente description et les exemples ont été déterminées sur des échantillons obtenus par prélèvement d'un échantillon représentatif de métal liquide au cours de la coulée, suivi de la solidification du métal liquide prélevé dans une forme qui assure une bonne homogénéité de la concentration des éléments dans le solide. La détermination de la concentration des éléments chimiques a été faite par spectroscopie aux rayons X sur solide ou par analyse en solution. La désignation des alliages suit les règles de The Aluminum Association, connues de l'homme du métier. Les états métallurgiques sont définis dans la norme européenne EN 515. La composition chimique d'alliages d'aluminium normalisés est définie par exemple dans la norme EN 573-3. Sauf mention contraire, les caractéristiques mécaniques statiques, c'est-à-dire la résistance à la rupture R_m , la limite élastique $R_{p0,2}$, et l'allongement à la rupture A, sont déterminées par un essai de traction selon la norme EN 10002-1, l'endroit et le sens du prélèvement des éprouvettes étant définis dans la norme EN 485-1. La limite élastique en compression a été mesurée par un essai selon ASTM E9. La ténacité K_{IC} a été mesurée selon la norme ASTM E 399. La courbe R est déterminée selon la norme ASTM 561-98. A partir de la courbe R, on calcule le facteur d'intensité de contrainte critique K_C , c'est à dire le facteur d'intensité qui provoque l'instabilité de la fissure. On calcule également le facteur d'intensité de contrainte K_{CO} , en affectant à la charge critique la longueur initiale de la fissure, au début du chargement monotone. Ces deux valeurs sont calculées pour une éprouvette de forme voulue. K_{app} désigne le K_{CO} correspondant à l'éprouvette ayant servi à faire le test de courbe R. La résistance à la corrosion exfoliante a été déterminée selon l'essai EXCO décrit dans la norme ASTM G34.

[0016] Sauf mention contraire, les définitions de la norme européenne EN 12258-1 s'appliquent. Le terme « tôle » est utilisé ici pour des produits laminés de toute épaisseur.

[0017] Le terme « usinage » comprend tout procédé d'enlèvement de matière tel que le tournage, le fraisage, le perçage, l'alésage, le taraudage, l'électroérosion, la rectification, le polissage.

[0018] Le terme « produit filé » comprend également les produits qui ont été étirés après filage, par exemple par étirage à froid à travers une filière. Il comprend également les produits tréfilés.

[0019] Le terme « élément de structure » se réfère à un élément utilisé en construction mécanique pour lequel les caractéristiques mécaniques statiques et / ou dynamiques ont une importance particulière pour la performance et l'intégrité de la structure, et pour lequel un calcul de la structure est généralement prescrit ou effectué. Il s'agit typiquement d'une pièce mécanique dont la défaillance est susceptible de mettre en danger la sécurité de ladite construction, de ses utilisateurs, des 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 (wing skin), les raidisseurs (stringers ou stiffeners), les nervures (ribs) et longerons (spars)) et l'empennage composé notamment de stabilisateurs horizontaux et verticaux (horizontal or vertical stabilisers), ainsi que les profilés de plancher (floor beams), les rails de sièges (seat tracks) et les portes.

[0020] Le terme « élément de structure monolithique » se réfère à un élément de structure qui a été obtenu à partir d'une seule pièce de demi-produit laminé, filé, forgé ou moulé, sans assemblage, tel que rivetage, soudage, collage, avec une autre pièce.

[0021] Dans la détermination des temps de revenu à température donnée, on utilise la notion de temps équivalent à une température de référence (par exemple à 160°C). Le calcul ci-dessous donne la formule utilisée :

$$50 \quad TEQ(160^\circ C) = \exp \left[\frac{Q}{R} \left(\frac{1}{(160+273)} - \frac{1}{(T_{réel}+273)} \right) \right] \times t_{réel}$$

où $TEQ(160^\circ C)$ est le temps équivalent à 160°C correspondant à un revenu d'une durée de $t_{réel}$ à $T_{réel}$ (en °K), où Q est une énergie d'activation de 132000 kJ/mol et $R=8.31$ kJ/mol/(°K).

b) Description détaillée de l'invention

[0022] Selon l'invention, le problème est résolu par l'utilisation de produits filés sous forme de tube présentant la combinaison entre un ajustement fin de la teneur en éléments d'alliage et des conditions du traitement thermique, notamment de l'homogénéisation des formes brutes, ainsi que de la mise en solution et du revenu des produits obtenus par transformation à chaud.

[0023] Dans l'utilisation selon l'invention, on prépare d'abord un alliage de composition

Zn 6,7 - 7,5 (de préférence : 6,9 - 7,3) ;
 Cu 2,0 - 2,8 (de préférence : 2,2 - 2,6) ;
 Mg 1,6 - 2,2 (de préférence 1,8 - 2,0) ;
 Zr 0,08-0,20,
 Fe + Si < 0,20 et préférentiellement < 0,15 ;

autres éléments $\leq 0,05$ chacun et $\leq 0,15$ au total ;
 le reste aluminium.

[0024] Dans le cadre de la présente invention, la teneur en éléments d'alliage ne doit pas dépasser de façon significative leur limite de solubilité, car dans le cas contraire, on observe la persistance de phases intermétalliques lors de la mise en solution qui peuvent nuire à la tolérance aux dommages. Pour une teneur en magnésium donnée, la teneur en cuivre peut être portée à un niveau assez proche de la limite de solubilité, qui dépend de la teneur en magnésium. Ainsi, on préfère une composition dans laquelle $3,8 < \text{Cu} + \text{Mg} < 4,8$, et de manière préférentielle $3,9 < \text{Cu} + \text{Mg} < 4,7$. Dans une réalisation avantageuse de l'invention, on choisit $4,0 < \text{Cu} + \text{Mg} < 4,8$. Dans un autre réalisation avantageuse, on choisit $4,1 < \text{Cu} + \text{Mg} < 4,7$

Au-dessous d'une teneur en magnésium d'environ 1,6 %, on constate un risque de formation de fentes lors de la coulée, et on préfère une teneur minimale d'environ 1,7 % ou même 1,8 %. Le rapport Cu / Mg doit être d'au moins 1,0 afin d'obtenir un bon compromis de propriétés, et notamment une bonne tolérance aux dommages, mais ne doit pas dépasser 1,5 pour assurer une coulabilité acceptable. On préfère qu'il soit compris entre 1,1 et 1,5, et encore plus préférentiellement entre 1,1 et 1,4.

La demanderesse a constaté qu'au-dessus d'une teneur en magnésium d'environ 2,2 %, on n'obtient plus de propriétés de ténacité acceptables.

[0025] Dans une réalisation avantageuse de l'invention, on choisit la teneur en magnésium et cuivre telle que $4,2 < \text{Cu} + \text{Mg} < 4,7$ et Cu / Mg compris entre 1,15 et 1,45.

L'ajout de zirconium à hauteur de 0,08 - 0,20 % limite la recristallisation. Une teneur en Zr ne dépassant pas 0,15 % est préférée pour éviter la formation de phases primaires. Lorsque plusieurs de ces éléments antirecristallisants sont ajoutés, leur somme est limitée par l'apparition du même phénomène. Dans une réalisation avantageuse, on n'ajoute que du zirconium.

[0026] Cet alliage est ensuite coulé selon l'une des techniques connues de l'homme du métier pour obtenir une forme brute, tel qu'une billette de filage ou une plaque de laminage. Cette forme brute est ensuite homogénéisée. Le but de ce traitement thermique est triple: (i) dissoudre les phases solubles grossières formées à la solidification (ii) réduire les gradients de concentration afin de faciliter l'étape de mise en solution et (iii) précipiter les dispersoïdes afin de limiter/supprimer les phénomènes de recristallisation pendant l'étape de mise en solution. La demanderesse a constaté que l'alliage selon était caractérisé par une température de fin de solidification particulièrement basse par rapport aux alliages de type 7040, 7050 ou 7475. Il en est de même de la température au-dessus de laquelle on observe la fusion partielle de l'alliage à l'équilibre thermodynamique (température dite de solidus). Pour ces raisons, une homogénéisation avec une montée rapide à une seule température engendre un risque de brûlure, et ne donne pas une dissolution satisfaisante des particules. Une homogénéisation en au moins deux étapes permet de diminuer ce risque et améliore le résultat. Dans un mode de réalisation préféré, on effectue l'homogénéisation en deux étapes, avec une première étape entre 452 et 473°C, typiquement pendant une durée comprise entre 4 et 30 heures (préférentiellement entre 4 et 15 heures), suivie d'une deuxième étape entre 465 et 484°C, et préférentiellement entre 467 et 481°C, typiquement pendant une durée comprise entre 4 et 30 heures (préférentiellement entre 4 et 16 heures). Dans un mode de réalisation particulier, la première étape est effectuée entre 457 et 463°C, et la seconde entre 467 et 474°C. Dans un autre mode de réalisation, on effectue l'homogénéisation en un seul palier avec une montée linéaire à 40°C par heure jusqu'à une température comprise entre 467 et 481°C, préférentiellement entre 471 et 481°C, et typiquement pendant une durée comprise entre 4 et 30 heures.

Il est également possible de faire l'homogénéisation en trois paliers. L'homogénéisation peut également être effectuée en une seule étape, avec une montée en température inférieure à 200°C/h, et préférentiellement entre 20 et 50°C/h jusqu'à un palier entre 465 et 484°C, et préférentiellement entre 471 et 481°C.

[0027] La forme brute est ensuite transformée à chaud pour former des produits filés sous forme de tubes. Le filage

est fait de préférence à une température de filière comprise entre 380 et 430 °C, et préférentiellement entre 390 et 420 °C, par un des procédés connus de l'homme du métier, tels que le filage direct ou le filage inverse. On préfère que la transformation à chaud par filage se fasse avec une température de lopin comprise entre 400 et 460°C, et préférentiellement comprise entre 420°C et 440 °C.

5 On peut ainsi obtenir des produit filés qui ne montrent nulle part une couche corticale à gros grain d'une épaisseur supérieure à 3 mm, et préférentiellement limitée à 1 mm, notamment dans le cas des produits filés moins épais.

[0028] La transformation à chaud peut éventuellement être suivie d'une transformation à froid. A titre d'exemple, on peut fabriquer des tubes filés et étirés.

10 **[0029]** Les produits obtenus sont ensuite mis en solution. Dans une réalisation préférée de l'invention, on augmente la température de façon continue pendant une durée comprise entre 2 et 6 heures, et préférentiellement environ 4 heures, jusqu'à une température comprise entre 470 et 500 °C (préférentiellement ne dépassant pas 485°C), préférentiellement entre 474 et 484 °C, et encore plus préférentiellement entre 477 et 483 °C, et maintient le produit à cette température pendant une durée comprise entre 1 et 10 heures, et préférentiellement environ 2 à 4 heures. Ensuite, les produits sont trempés, de préférence dans un milieu de trempe de préférence liquide tel que l'eau, ledit liquide ayant préférentiellement une température ne dépassant pas 40 °C.

15 **[0030]** Ensuite, les produits peuvent être soumis à une traction contrôlée avec un allongement permanent de l'ordre de 1 à 5 %, et préférentiellement 1,5 à 3 %.

[0031] Ensuite, les produits sont soumis à un traitement de revenu, qui influe de façon importante sur les propriétés finales du produit. La demanderesse a constaté qu'un revenu à double palier donnait de bons résultats. Toutefois, le revenu peut être réalisé en trois étapes, ou comme revenu « en rampe » (ramp annealing). On peut même envisager un revenu en une seule étape.

Pour un procédé en deux étapes, un premier palier compris entre 110 °C et 130 °C convient. Dans une réalisation avantageuse de la présente invention, le premier palier se situe entre 115 °C et 125 °C. Pour cette plage de température préférée, on peut utiliser un temps de traitement équivalent TEQ(160°C) compris entre 0.1 et 2 heures, et préférentiellement entre 0,1 et 0,5 heures. Le deuxième palier se situe avantageusement entre 150 et 170 °C. Selon les constatations de la demanderesse, si l'on vise à optimiser le compromis entre $R_{0.2}$ et K_{app} , le temps de traitement équivalent TEQ(160°C) pour ce second palier est avantageusement compris entre 4 et 16 heures, et préférentiellement comprise entre 6 et 12 heures. Si l'on vise à optimiser le compromis entre $R_{0.2}$ et K_{IC} , un deuxième palier plus long à une température comprise entre 150 °C et 170 °C est préférable, par exemple un temps de traitement équivalent TEQ(160°C) compris entre 16 et 30 heures. Dans une réalisation avantageuse, on a effectué le deuxième palier à une température de 160 °C pendant 24 heures.

25 Dans un premier mode de réalisation particulier, la température du deuxième palier est comprise entre 155 et 165 °C. Le contrôle de la durée de ce deuxième palier est particulièrement important pour les propriétés finales du produit. Dans une réalisation particulièrement avantageuse de ce premier mode de réalisation particulier, le deuxième palier se situe entre 157 et 163 °C, et sa durée est comprise entre 6 et 10 heures. Dans un autre mode de réalisation particulier de l'invention, le deuxième palier est effectué à une température un peu plus basse, comprise entre 150 et 160 °C.

30 **[0032]** Si on envisage un revenu monopalier, on utilisera avantageusement une température de l'ordre de 115 à 145 °C pour une durée de l'ordre de 4 à 50 heures, par exemple 48 heures à 120 °C. A titre d'exemple, on peut utiliser un temps de traitement équivalent TEQ(160°C) de l'ordre de 0,6 heures à 1,20 heures. Ces traitements mono-palier permettent d'obtenir des produits à l'état T6.

35 **[0033]** L'utilisation selon l'invention, grâce au compromis de propriétés, est très intéressant pour les applications qui exigent à la fois une haute résistance mécanique, et une haute tolérance vis à vis des surcharges occasionnelles sans conduire à la rupture brutale de la pièce. L'utilisation de produits filés sous forme de tube selon l'invention convient pour la fabrication de pièces ou éléments de structure qui répondent à des hautes exigences de sécurité. demanderesse a fabriqué par filage, suivi éventuellement d'un étirage à froid, des tubes pour la fabrication de cadres, fourches et guidon de cycles (vélos, tricycles, motos etc), ou de battes de baseball. On choisit de préférence un procédé de fabrication qui conduit à une structure fibrée des tubes.

[0034] L'invention sera mieux comprise à l'aide des exemples, qui n'ont toutefois pas de caractère limitatif.

50 Exemples

[0035] Les exemples 1 à 5 et les alliages N et O de l'exemple 6 ne font pas partie de l'invention mais sont utiles à la compréhension de l'invention.

55 Exemple 1 :

[0036] On a coulé par coulée semi-continue des billettes de filage de diamètre 291 mm (alliage A) dont la composition est indiquée dans le Tableau 1. Ces billettes ont été homogénéisées en deux étapes :

EP 1 644 546 B1

- 1) 13 heures à 460 °C
- 2) 14 heures à 470 °C.

5

Tableau 1

Alliage	Zn	Mg	Cu	Fe	Si	Zr	Ti	Mn
A	6,75	1,9	2,6	0,08	0,05	0,12	0,03	0,01

10 **[0037]** La teneur en Cu, Mg et Zn a été déterminée par analyse chimique après dissolution d'une partie de l'échantillon, tandis que les autres éléments ont été déterminés par spectroscopie aux rayons X sur solide.

15 **[0038]** On a filé des profilés de section « I » (voir Figure 1 : épaisseur de l'ordre de 17 mm à 22 mm, largeur de l'ordre de 160 mm et hauteur de l'ordre de 80 mm) à partir de billettes écrouîtées de diamètre 270 mm, à une température de lopins comprise entre 390 et 410 °C et une température de conteneur comprise entre 400 et 420°C, avec une vitesse de sortie d'environ 0,5 m/mn. Les profilés ont été mis en solution en augmentant pendant une durée de 3 heures la température de façon continue jusqu'à 481 ± 3 °C et en les maintenant à cette température pendant 6 heures, puis trempés dans de l'eau entre 22 et 25°C et tractionnés avec une déformation permanente comprise entre 1,5 et 3%. On a ensuite effectué un traitement de sur-revenu pour obtenir des produits à l'état T76. Le sur-revenu a été effectué en deux étapes : d'abord à 120 °C pendant 6 heures, puis à 160 °C pendant une durée variable. L'épaisseur de la couche recristallisée à gros grains mesurée au centre de la semelle est inférieure à 1 mm. Pour caractériser les produits obtenus, on a déterminé leur caractéristiques mécaniques statiques (R_m , $R_{p0,2}$, A) selon EN 10001-2, leur résistance à la corrosion exfoliante selon ASTM G34, (essai dit « Exco »), leur résistance à la corrosion sous contrainte selon ASTM G 47, leur vitesse de propagation de fissures selon ASTM E647 (essai dit « da/dn ») dans le sens T-L ou L-T pour une valeur ΔK de $50 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ et un rapport de charges $R=0,1$ et leur facteur d'intensité de contrainte K_{app} (paramètre dit « K apparent »). Ce dernier a été calculé en utilisant la charge maximale mesurée durant l'essai selon ASTM E561-98 sur des éprouvettes de largeur W égale à 100 mm, et la longueur de fissure initiale (en fin de pré-fissuration) dans les formules indiquées par la norme citée.

20 **[0039]** Le tableau 2 montre l'influence de la durée de la deuxième étape de revenu sur certaines propriétés mesurées en fin de profilé; les caractéristiques mécaniques ayant été mesurées à 20 °C. Les résultats de l'essai de traction ont été obtenus sur éprouvette de section circulaire, diamètre 10 mm, à mi-épaisseur et mi-largeur dans la branche longue. Les résultats de ténacité K_{Ic} ont été obtenus sur éprouvettes prélevés à mi-épaisseur et mi-largeur dans la branche longue ou la branche la plus épaisse. Les résultats de corrosion EXCO ont été obtenus sur éprouvettes prélevés à mi-épaisseur et mi-largeur dans la branche. Les résultats de Kapp ont été obtenus sur éprouvettes à mi-épaisseur et centrés dans la semelle du profilé contenant la branche longue.

35

Tableau 2 :

Durée de la 2 ^{ème} étape du revenu	8 h	12 h	24 h
TEQ(160°C)	8,71 h	12,71 h	24,71
EXCO : surface	EA	EA	EA
EXCO : T/10	EB	EB	EB
EXCO : T/2	EA	EA	EB
$K_{app(L-T)}$ [$\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$] (semelle)	89,3	83,0	80,2
$K_{Ic(L-T)}$ [$\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$] (branche longue)	38,8	40,5	43,5
$K_{Ic(L-T)}$ [$\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$] (branche épaisse)	45,7	42,6	46,6
$K_{Ic(T-L)}$ [$\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$] (branche longue)	27,0	28,6	30,7
$K_{Ic(T-L)}$ [$\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$] (branche épaisse)	24,5	26,1	29,2
$R_{m(L)}$ [MPa] (branche longue)	629	616	561
$R_{m(L)}$ [MPa] (branche épaisse)	646	621	572
$R_{p0,2(L)}$ [MPa] (branche longue)	604	582	507
$R_{p0,2(L)}$ [MPa] (branche épaisse)	621	586	519

55

EP 1 644 546 B1

(suite)

$A_{(L)}$ [%] (branche longue)	12,6	13,2	13,9
$A_{(L)}$ [%] (branche épaisse)	12,4	13,1	13,3
<p>EXCO : résistance à la corrosion exfoliante, déterminée par l'essai EXCO en surface ; à 1/10 de l'épaisseur (T/10) et à mi-épaisseur (T/2) dans la branché longue</p> <p>$K_{app(L-T)}$: mesuré avec une éprouvette CCT W=100mm et B=6 mm</p> <p>$K_{IC(L-T \text{ ou } T-L)}$ (branche longue): avec B = 12,5 mm et W = 25 mm</p> <p>$K_{IC(L-T \text{ ou } T-L)}$ (branche épaisse): avec B = 15 mm et W = 30 mm</p>			

[0040] On constate qu'une durée de 8 heures ou 12 heures donne de très bons résultats.

[0041] La ténacité $K_{app(L-T)}$ à -50 °C était de 87,6 MPa√m pour un revenu de 8 heures, et de 83,5 MPa√m pour une durée de revenu de 24 heures (sur des éprouvettes avec B=6 mm).

Pour un produit ayant subi une deuxième étape de revenu à 160 °C pendant 8 heures, les propriétés au sens LT étaient à 20 °C :

$$R_{p0,2(LT)} = 579 \text{ MPa}, R_{m(LT)} = 609 \text{ MPa}, A(LT) = 12 \text{ \%}.$$

[0042] Le tableau 3 montre la vitesse de propagation de fissures mesurée dans le sens L-T avec B = 7,61 mm, W = 96,6 mm, R = 0,10 , et $P_{min} = 600 \text{ N}$ et $P_{max} = 6000 \text{ N}$, pour un durée de revenu de 6 heures à 120 °C et 8 heures à 160 °C . Les échantillons de type « Compact-tension panel » ont été prélevés à mi-épaisseur et mi-largeur de la semelle en fin de profilé.

Tableau 3 :

ΔK [MPa√m]	da/dn [mm/cycle] à 20 °C	da/dn [mm/cycle] à -54 °C
10	$9,50 \cdot 10^{-5}$	$5,74 \cdot 10^{-6}$
15	$4,44 \cdot 10^{-4}$	$2,48 \cdot 10^{-4}$
20	$1,01 \cdot 10^{-3}$	$6,76 \cdot 10^{-4}$
25	$2,04 \cdot 10^{-3}$	$1,10 \cdot 10^{-3}$
30	$3,55 \cdot 10^{-3}$	$2,24 \cdot 10^{-3}$

[0043] Des éprouvettes de corrosion sous contrainte ont été prélevées en fin de profilé à mi-épaisseur de la semelle en deux positions dans la section : à mi-largeur de la branche longue et à mi-largeur de la branche opposée dans la semelle. Les résultats de résistance à la corrosion sous contrainte constante dans le sens TL avec $\sigma = 300, 350$ et 400 MPa de contrainte imposée sont présentés dans le tableau 4. Le suivi de ces essais s'est arrêté après 30 jours.

Tableau 4 :

Durée de la 2 ^{ème} étape du revenu	8 h	24 h
TEQ(160°C)	8,71 h	24,71
$\sigma = 300 \text{ MPa}$	>30j (6 échantillons)	>30j (6 échantillons)
$\sigma = 350 \text{ MPa}$	>30j (3 échantillons)	>30j (3 échantillons)
$\sigma = 400 \text{ MPa}$	≥24j (3 échantillons)	>30j (3 échantillons)

[0044] Des éprouvettes de corrosion sous contrainte en milieu corrosif ont été prélevées à mi-épaisseur et mi-largeur de la branche longue en fin de profilé. La propagation de fissure en milieu corrosif dans le sens de l'épaisseur (déterminé par la méthode dite DCB (double cantilever beam) selon la norme EN ISO 7539-6) était de l'ordre de $5 \cdot 10^{-9} \text{ m/s}$ pour un deuxième palier de revenu de 8 heures à 160 °C.

EP 1 644 546 B1

Exemple 2 :

[0045] On a élaboré un alliage dont la composition est indiquée au tableau 5. On a coulé des billettes de filage d'un diamètre de 410 mm. Les conditions d'homogénéisation ont été les mêmes que dans l'exemple 1. Après écrouissage, on a obtenu des billettes d'un diamètre de 390 mm. Elles ont été filées avec une température de lopins comprise entre 410 et 430 °C et une température de conteneur comprise de l'ordre de 420°C avec une vitesse de sortie de 0,65 à 0,8 m/mn, en méplats de section 279 x 22 mm.

Tableau 5

Alliage	Zn	Mg	Cu	Fe	Si	Zr	Ti	Cr	Mn
K	6,78	1,91	2,49	0,08	0,05	0,11	0,03	0,00	0,01

[0046] Les produits ont été mis en solution avec une montée en température en 35 mn jusqu'à 479 ± 2 °C, avec un palier de 4 heures à cette température. La trempe a été effectuée dans de l'eau froide. Ensuite, les méplats ont été tractionnés avec un allongement permanent compris entre 1,5 et 3%. Le revenu a été effectué en deux étapes : 6 heures à 120 °C + 8 heures à 160 °C. Un contrôle ultra-sons a permis de vérifier l'absence de défauts internes (classe AA MIL-STD-2154). L'épaisseur de la couche recristallisée à gros grains mesurée au centre de la semelle est inférieure à 1 mm.

[0047] Les résultats de l'essai de traction et compression sont rassemblés dans le tableau 6. Les résultats de l'essai de traction ont été obtenus sur éprouvette de section circulaire, diamètre 10 mm, à mi-épaisseur en fin du méplat et en deux positions dans la section : à mi-largeur et en bord. Les résultats de l'essai de compression ont été obtenus sur éprouvette de section circulaire, diamètre 10 mm, à mi-épaisseur en fin du méplat et en deux positions dans la section : à mi-largeur et en bord.

Tableau 6

	$R_{m(L)}$ [MPa]	$R_{p0,2(L)}$ [MPa]	$A_{(L)}$ [%]	$R_{p0,2c(L)}$ [MPa]	$R_{m(TL)}$ [MPa]	$R_{p0,2(TL)}$ [MPa]	$A_{(TL)}$ [%]	$R_{p0,2c(TL)}$ [MPa]
mi-largeur	631	602	12,2	604	609	583	11,3	614
bord	645	617	13,5	627	-	-	-	-

[0048] Les résultats de ténacité K_{IC} , K_{app} et de corrosion EXCO ont été obtenus sur éprouvettes prélevés à mi-épaisseur et mi-largeur en fin du méplat. Les résultats de ténacité et de corrosion sont rassemblés dans le tableau 7. Les conditions d'essai sont les mêmes que celles présentées dans l'exemple 1.

Tableau 7

EXCO : surface	EA
EXCO : T/2	EB
$K_{app(L-T)}$ [MPa \sqrt{m}]	75,4
$K_{IC(L-T)}$ [MPa \sqrt{m}]	31,0
$K_{IC(T-L)}$ [MPa \sqrt{m}]	29,7
$K_{app(L-T)}$: mesuré avec B=6 mm	
$K_{IC(L-T \text{ ou } T-L)}$: avec B = 10 mm et W = 20 mm	

[0049] Des éprouvettes de corrosion sous contrainte ont été prélevées en fin de profilé à mi-épaisseur et de part et d'autre de la mi-largeur. Les résultats de résistance à la corrosion sous contrainte constante dans le sens TL avec $\sigma = 300, 350$ et 400 Mpa de contrainte imposée sont présentés dans le tableau 8. Le suivi de ces essais s'est arrêté après 40 jours.

Tableau 8

Durée de la 2 ^{ème} étape du revenu	8 h
--	-----

EP 1 644 546 B1

(suite)

TEQ(160°C)	8,71 h
$\sigma = 300$ MPa	>40j (3 échantillons)
$\sigma = 350$ MPa	>40j (3 échantillons)
$\sigma = 400$ MPa	≥33j (3 échantillons)

Exemple 3 :

[0050] On a filé des profilés de différentes géométries à partir de billettes de composition A (voir exemple 1). La figure 2 montre la section de ces profilés. Le procédé de fabrication était similaire à celui de l'exemple 1. L'épaisseur du produit est de l'ordre millimétrique par rapport aux produits précédents. Néanmoins une microstructure à faible couche corticale à gros grains a pu être obtenue. Le tableau 9 montre les caractéristiques mécaniques statiques obtenues pour différentes conditions de revenu. La première étape du revenu était toujours de 6 heures à 120 °C.

Tableau 9

Durée de la 2 ^{ème} étape du revenu à 160 °C	TEQ(160°C)	R _{m(L)} [MPa]	R _{p0,2(L)} [MPa]	A _(L) [%]	EXCO surface	EXCO T/2
1 heure	1,77	635	595	11	P	ED
2 heures	2,77	634	600	11	P	ED
3 heures	3,77	632	602	9	P	ED
4 heures	4,71	628	601	11	P	ED
8 heures	8,71	621	593	10	P	EB
16 heures	16,71	597	559	10	P	EA/EB
32 heures	32,71	541	482	11	P	EA/EB

[0051] L'état T6 se trouve proche du point 6 heures à 120 °C + 1 h à 160 °C.

Le tableau 10 montre quelques compromis ténacité - caractéristiques mécaniques statiques pour quelques points correspondant à des états T7x. Les conditions d'essai sont les mêmes que celles présentées dans l'exemple 1.

Tableau 10

Durée de la 2 ^{ème} étape du revenu	8 h	12 h	24 h
TEQ(160°C)	8,71 h	12,71 h	24,71
EXCO : surface	P	P	P
EXCO : T/2	EB	EB	EA/EB
K _{app(L-T)} [MPa√m]	86,4	83,1	80,0
R _{m(L)} [MPa]	619	614	576
R _{p0,2(L)} [MPa]	588	577	522
A _(L) [%]	12,5	10,9	11,7
EXCO : résistance à la corrosion exfoliante, déterminée par l'essai EXCO en surface ; mi-épaisseur (T/2)			

[0052] Ces profilés ont été utilisés pour la fabrication de cadres de fuselage.

Exemple 4 :

[0053] On a filé des profilés de section 'T' inversé (voir Figure 3 : épaisseur de la semelle de l'ordre de 25 mm, largeur du renfort de l'ordre de 40 mm, largeur de la semelle de l'ordre de 180 mm et hauteur de l'ordre de 70 mm) à partir de billettes de composition K (voir exemple 2). Les conditions de filage étaient similaires à celles de l'exemple 2.

EP 1 644 546 B1

[0054] Trois profilés libellés X, Y et Z ont subi séparément les étapes de mise en solution, trempe et traction. Les profilés X et Y ont subi une mise en solution similaire à l'exemple 2. Le profil Z a subi une mise en solution avec une montée en température entre 1h et 2h et un maintien de 3heures à 480 ± 2 °C. Les trois profilés ont été trempés dans de l'eau froide et tractionnés entre 1.5% et 3%. Les profilés ont été rectifiés pour améliorer leur rectitude. Le revenu a été effectué en deux étapes avec un premier palier de 6 heures à 120 °C. Un contrôle ultra-sons a été réalisé pour vérifier l'absence de défauts internes (classe A, MIL-STD-2154). L'épaisseur de la couche recristallisée à gros grains mesurée au centre de la semelle est inférieure à 1 mm.

[0055] Les tableaux 11, 12 et 13 montrent l'influence de la durée de la deuxième étape de revenu sur certaines propriétés du produit pour les trois profilés respectivement X, Y et Z; les caractéristiques mécaniques ayant été mesurées à 20 °C. Les conditions d'essai sont les mêmes que celles présentées dans l'exemple 1. Les résultats de l'essai de traction ont été obtenus sur éprouvette de section circulaire, diamètre 10 mm, à mi-épaisseur et mi-largeur dans la branche longue. Les résultats de ténacité K_{IC} et de corrosion EXCO ont été obtenus sur éprouvettes prélevés à mi-épaisseur et mi-largeur dans la branche longue. Les résultats de K_{app} ont été obtenus sur éprouvettes centrés dans la semelle du profilé contenant la branche longue.

Tableau 11 - Profil X

Durée de la 2 ^{ème} étape du revenu	24 h
TEQ(160°C)	24,71
EXCO : surface	EA
EXCO : T/2	EA
K _{epp(L-T)} [MPa√m]	76,2
K _{IC(L-T)} [MPa√m] (B=15 mm W=30 mm)	43,8
K _{IC(T-L)} [MPa√m] (B=15 mm W=30 mm)	28,4
K _{IC(L-T)} [MPa√m] (B=20 mm W=76,2 mm)	45,6
K _{IC(T-L)} [MPa√m] (B=20 mm W=76,2 mm)	30,0
R _{m(L)} [MPa]	576
R _{p0,2(L)} [MPa]	526
A _(L) [%]	13,3
R _{p0,2c(L)} [MPa]	533
R _{m(TL)} [MPa]	545
R _{p0,2(TL)} [MPa]	500
A _(TL) [%]	8,2
EXCO : résistance à la corrosion exfoliante, déterminée par l'essai EXCO en surface et à mi-épaisseur (T/2) K _{app(L-T)} : mesuré avec B=6 mm	

Tableau 12 - Profil Y

Durée de la 2 ^{ème} étape du revenu	8 h
TEQ(160°C)	8,71 h
K _{app(L-T)} [Mpa√m]	87,6
R _{m(L)} [MPa]	639
R _{p0,2(L)} [MPa]	609
A _(L) [%]	12,5
K _{app(L-T)} : mesuré avec B=6 mm	

EP 1 644 546 B1

Tableau 13 - Profil Z

Durée de la 2 ^{ème} étape du revenu	8 h	24 h
TEQ(160°C)	8,71	24,71
$K_{app(L-T)}$ [MPa√m]	84,2	75,4
$K_{IC(L-T)}$ [MPa√m]	33,0	-
$K_{IC(T-L)}$ [MPa√m]	24,7	-
$R_{m(L)}$ [MPa]	650	
$R_{p0,2(L)}$ [MPa]	621	
$A_{(L)}$ [%]	12,2	
$R_{m(TL)}$ [MPa]	602	
$R_{p0,2(TL)}$ [MPa]	579	
$A(TL)$ [%]	8,5	
$K_{app(L-T)}$: mesuré avec B=5 mm $K_{IC(L-T}$ ou T-L) : avec B = 25 mm et W = 76 mm		

[0056] On constate qu'une durée de 8 heures ou 24 heures pour la 2^{ème} étape de revenu donne de très bons compromis de résultats.

[0057] Des éprouvettes de corrosion sous contrainte ont été prélevées en fin de profilé à mi-épaisseur de la semelle en deux positions dans la section : à mi-largeur de la branche longue et à mi-largeur de la branche opposée dans la semelle. Les résultats de résistance à la corrosion sous contrainte constante dans le sens TL avec $\sigma = 300, 350$ et 400 MPa de contrainte imposée sont présentés dans le tableau 14. Le suivi de ces essais s'est arrêté après 40 jours.

Tableau 14

Durée de la 2 ^{ème} étape du revenu	8 h	24 h
TEQ(160°C)	8,71 h	24,71
$\sigma = 300$ MPa	>40j (4 échantillons)	>40j (4 échantillons)
$\sigma = 350$ MPa	≥24j (4 échantillons)	>40j (4 échantillons)
$\sigma = 400$ MPa	≥21j (4 échantillons)	≥38j (4 échantillons)

Exemple 5 :

[0058] On a élaboré un alliage dont la composition est indiquée au tableau 15. On a coulé des billettes de filage d'un diamètre de 525 mm. Les conditions d'homogénéisation ont été de 15h entre 473 et 481°C après une montée en température contrôlée à 40°C/h. Après écrouissage, on a obtenu des billettes d'un diamètre de 498 mm. Elles ont été filées dans un conteneur à une température comprise entre 410 et 430 °C et un lopin entré 420 et 440°C, avec une vitesse de sortie entre 0,6 m/min et 1,0 m/min sous la forme d'une section illustrée sur la figure 3 (épaisseur de la semelle de l'ordre de 27 mm, largeur du renfort de l'ordre de 40 mm, largeur de la semelle de l'ordre de 205 mm et hauteur de l'ordre de 80 mm).

Tableau 15

Alliage	Zn	Mg	Cu	Fe	Si	Zr	Ti	Cr	Mn
H	6,95	1,89	2,18	0,06	0,04	0,10	0,02	0,00	0,00

[0059] Les produits ont été mis en solution avec une montée en température entre 1h et 2h jusqu'à $480 \pm 2^\circ\text{C}$, avec un palier de 3 heures à cette température. La trempe a été effectuée dans de l'eau froide entre 21 et 22°C. Ensuite, les sections extrudées et trempées ont été tractionnées avec un allongement permanent compris entre 1,5 et 3%. Les profilés ont été rectifiés pour améliorer leur rectitude. Un premier revenu de 6h à 120°C a été réalisé. Un contrôle ultra-

EP 1 644 546 B1

sons a été réalisé pour vérifier l'absence de défauts internes (classe A, MIL-STD-2154). Un second revenu a été effectué de 8 heures à 160°C. L'épaisseur de la couche recristallisée à gros grains mesurée au centre de la semelle est inférieure à 1 mm.

[0060] Les résultats de l'essai de traction (sur éprouvette de section circulaire, diamètre 10 mm, prélevée en fin du profilé, à mi-épaisseur et mi-largeur dans la branche longue) sont rassemblés dans le tableau 16. Ce tableau contient aussi les résultats de ténacité et Kapp tous deux prélevés dans la semelle. Les conditions d'essai sont les mêmes que celles présentées dans l'exemple 1 exceptées pour l'épaisseur B de l'éprouvette CCT pour la caractérisation des Kapp qui est de 5 mm.

Tableau 16

Durée de la 2 ^{ème} étape du revenu	8 h	24 h
TEQ(160°C)	8,71	24,71
$K_{app(L-T)}$ [MPa√m]	84,1	79,3
$K_{IC(L-T)}$ [MPa√m] (semelle)	37,2	-
$K_{IC(T-L)}$ [MPa√m] (semelle)	28,8	-
$R_{m(L)}$ [MPa] (semelle)	637	
$R_{p0,2(L)}$ [MPa] (semelle)	609	
$A_{(L)}$ [%](semelle)	13,2	
$R_{m(TL)}$ [MPa] (semelle)	602	
$R_{p0,2(TL)}$ [MPa] (semelle)	577	
$A_{(TL)}$ [%](semelle)	9,9	
$K_{app(L-T)}$: mesuré avec B=5 mm $K_{IC(L-T}$ ou T-L) : avec B = 25 mm et W = 76 mm		

Exemple 6 :

[0061] Des billettes avec des compositions L, M, N et O ont été coulées avec des diamètres de 200 mm (voir tableau 17). Toutes les compositions ont subi une même homogénéisation entre 473°C et 481 °C pendant 15 heures. Après homogénéisation les billettes ont été écrouées et percées au centre pour permettre le filage sur aiguille. Des tubes sans soudure ont été filés. Les ébauches de filage ont été étirées à froid pour élaborer des tubes à diamètre entre 20 et 30 mm avec une épaisseur de paroi entre 2 et 5 mm. L'étirage à froid fait augmenter l'énergie stockée qui est le principal moteur de la recristallisation. La variation des éléments de transition (cf. tableau 17) a permis de générer des microstructures différentes. Après l'étirage ; les tubes ont été mis en solution à des températures au-dessus de 480°C pendant 1 h avant une trempe à eau froide (~20°C).

Les tubes n'ont pas été tractionnés après la trempe. Un premier palier de stabilisation pendant 6h à 120°C a été réalisé avant une cinétique complète illustrée dans les tableaux 18 à 20. Les propriétés mécaniques ont été mesurées sur des éprouvettes courbées en direction de filage L.

Tableau 17

Alliage	Zn	Mg	Cu	Fe	Si	Zr	Ti	Cr	Mn	Sc	Hf
L	7,01	1,84	2,37	0,06	0,03	0,14	0,04	0,00	0,00	0,00	0,00
M	6,79	1,79	2,30	0,06	0,03	0,13	0,04	0,00	0,00	0,07	0,00
N	6,78	1,75	2,29	0,10	0,04	0,00	0,04	0,00	0,00	0,00	0,46
O	6,74	1,82	2,31	0,12	0,04	0,06	0,04	0,00	0,00	0,00	0,41

EP 1 644 546 B1

Tableau 18 (composition L)

Durée de la 2 ^{ème} étape du revenu à 160 °C	TEQ	R _{m(L)} [MPa]	R _{p0,2(L)} [MPa]	A _(L) [%]
2 heures	2,77	620	571	13,7
4 heures	4,71	619	584	15,6
8 heures	8,71	606	581	9,6
12 heures	12,71	597	568	12,7
16 heures	16,71	580	541	12,0
24 heures	24,71	537	482	12,5
32 heures	32,71	521	458	12,4

Tableau 19 (composition M)

Durée de la 2 ^{ème} étape du revenu à 160 °C	TEQ	R _{m(L)} [MPa]	R _{p0,2(L)} [MPa]	A _(L) [%]
2 heures	2,77	653	622	14,2
12 heures	12,71	616	588	10,5
16 heures	16,71	596	560	15,1
24 heures	24,71	554	506	11,2

Tableau 20 (composition N)

Durée de la 2 ^{ème} étape du revenu à 160 °C	TEQ	R _{m(L)} [MPa]	R _{p0,2(L)} [MPa]	A _(L) [%]
2 heures	2,77	611	557	11,9
12 heures	12,71	593	559	11,6
24 heures	24,71	543	487	14,2

Tableau 21 (composition O)

Durée de la 2 ^{ème} étape du revenu à 160 °C	TEQ	R _{m(L)} [MPa]	R _{p0,2(L)} [MPa]	A _(L) [%]
2 heures	2,77	606	551	10,7
12 heures	12,71	586	554	11,3
16 heures	16,71	572	531	13,9
24 heures	24,71	535	478	12,5

[0062] L'état T6 se trouve proche du point 6 heures à 120 °C + 1 h à 160 °C.

[0063] Ces tubes sont utilisés pour des applications du marché sports et loisir : cadres, fourches et guidons de cycles, battes de baseball, une telle utilisation de tube en alliage L étant selon l'invention.

Revendications

1. Utilisation d'un produit filé sous forme de tube en alliage d'aluminium **caractérisée en ce qu'il** comprend (en % massiques) :

- (a) Zn 6,7 - 7,5 % Cu 2,0 - 2,8 % Mg 1,6 - 2,2 % ;
- (b) Zr 0,08 - 0,20 % Fe + Si < 0,20 % ;
- (c) autres éléments ≤ 0,05 % chacun et ≤ 0,15 % au total ;

EP 1 644 546 B1

15. Utilisation selon la revendication 14, **caractérisée en ce que** la mise en solution se termine par un palier compris entre 470 et 485 °C, préférentiellement entre 475 et 484 °C, et encore plus préférentiellement compris entre 477 et 483 °C pendant une durée comprise entre 1 et 10 heures.

5 16. Utilisation selon une quelconque des revendications 10 à 15, **caractérisée en ce que** la traction contrôlée conduit à un allongement permanent compris entre 1 et 5 %, et préférentiellement compris entre 1,5 et 3%.

10 17. Utilisation selon une quelconque des revendications 10 à 16, **caractérisée en ce que** le traitement de revenu comporte

a) un premier palier à une température comprise entre 110 °C et 130°C, et préférentiellement comprise entre 115 -125 °C, et de façon préférée, dans ce dernier cas, pour une durée comprise entre 2 et 10 heures, et encore plus préférentiellement comprise entre 5 et 7 heures ;

15 b) un deuxième palier à une température comprise entre 150 °C et 170 °C, et préférentiellement comprise entre 155 et 165 °C, et encore plus préférentiellement comprise entre 157 et 163 °C, et de façon préférée pour une durée comprise entre 4 et 12 heures, et encore plus préférentiellement comprise entre 6 et 10 heures.

Patentansprüche

20 1. Verwendung eines Strangpresserzeugnisses in Form eines Rohres aus Aluminiumlegierung, **dadurch gekennzeichnet, dass** es aufweist (in Massen-%):

(a) Zn 6,7 - 7,5 % Cu 2,0 - 2,8 % Mg 1,6 - 2,2 %;

25 (b) Zr 0,08 - 0,20 % Fe + Si < 0,20 %;

(c) weitere Elemente jeweils $\leq 0,05$ % und insgesamt $\leq 0,15$ %;

(d) Rest Aluminium,

für die Herstellung von Fahrradrahmen, -gabeln- oder -lenkern oder Baseballschlägern.

30 2. Verwendung nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** sein Gehalt an Magnesium und Kupfer so gewählt ist,

dass $3,8 < (\text{Cu} + \text{Mg}) < 4,8$,

35 und bevorzugt $3,9 < (\text{Cu} + \text{Mg}) < 4,7$,

und besonders bevorzugt $4,1 < (\text{Cu} + \text{Mg}) < 4,7$.

40 3. Verwendung nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Cu/Mg-Verhältnis zwischen 1,0 und 1,5, bevorzugt zwischen 1,1 und 1,5 und besonders bevorzugt zwischen 1,1 und 1,4 liegt.

4. Verwendung nach irgendeinem der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet, dass** Zn zwischen 6,9 und 7,3 % liegt.

45 5. Verwendung nach irgendeinem der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet, dass** Cu zwischen 2,2 und 2,6 % liegt.

6. Verwendung nach irgendeinem der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet, dass** Mg zwischen 1,7 und 2,0 % und vorzugsweise zwischen 1,8 und 2,0 % liegt.

50 7. Verwendung nach irgendeinem der Ansprüche 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Legierung zusätzlich bis zu 0,8 % Mangan enthält.

8. Verwendung nach irgendeinem der Ansprüche 1 bis 7, **dadurch gekennzeichnet, dass** Si + Fe nicht mehr als 0,15 % beträgt.

55 9. Verwendung nach irgendeinem der Ansprüche 1 bis 8, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Rohr einer Lösungsglüh-, Abschreck- und Warmauslagerungsbehandlung unterworfen wurde, wobei die Warmauslagerungsbehand-

EP 1 644 546 B1

lung eine erste Stufe bei einer Temperatur zwischen 110 und 125 °C und vorzugsweise zwischen 115 und 125 °C und eine zweite Stufe bei einer Temperatur zwischen 150 und 170 °C und vorzugsweise zwischen 150 und 165 °C umfasst.

- 5 10. Verwendung eines Strangpresserzeugnisses in Form eines Rohres aus Aluminiumlegierung nach irgendeinem der Ansprüche 1 bis 9, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Verfahren zur Herstellung des Rohres folgende Schritte umfasst:
- 10 (a) Herstellen einer Legierung mit einer Zusammensetzung nach einem der Ansprüche 1 bis 9,
(b) Gießen einer Rohform, wie z. B. eines Walzbarrens oder eines Press- oder Schmiedebarrens,
(c) Homogenisieren der Rohform,
(d) Warmumformen zur Gewinnung eines ersten Halbzeuges,
(e) Lösungsglühen des ersten Halbzeuges,
15 (f) Abschrecken,
(g) eventuell kontrolliertes Recken,
(h) Warmauslagern.
- 20 11. Verwendung nach Anspruch 10, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Homogenisierung (Schritt (a)) in zwei Schritten durchgeführt wird, mit einer ersten Stufe zwischen 452 und 473 °C, vorzugsweise zwischen 457 und 473 °C, und einer zweiten Stufe zwischen 465 und 484 °C und vorzugsweise zwischen 467 und 481 °C.
- 25 12. Verwendung nach Anspruch 10, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Homogenisierung (Schritt (a)) in einem einzigen Schritt durchgeführt wird, mit einem Temperaturanstieg kleiner als 200 °C/h und vorzugsweise zwischen 20 und 50 °C/h bis zu einer Stufe zwischen 465 und 484 °C und vorzugsweise zwischen 471 und 481 °C.
- 30 13. Verwendung nach einem der Ansprüche 10 bis 12, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Warmumformung durch Strangpressen mit einer Halbzeugtemperatur zwischen 400 bis 460 °C und vorzugsweise zwischen 420 und 440 °C erfolgt.
- 35 14. Verwendung nach irgendeinem der Ansprüche 10 bis 13, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Lösungsglüh-temperatur nicht höher als 500 °C und in bevorzugter Weise nicht höher als 485 °C ist.
- 40 15. Verwendung nach Anspruch 14, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Lösungsglühen mit einer Stufe zwischen 470 und 485 °C, bevorzugt zwischen 475 und 484 °C und besonders bevorzugt zwischen 477 und 483 °C während einer Dauer von 1 bis 10 Stunden endet.
- 45 16. Verwendung nach irgendeinem der Ansprüche 10 bis 15, **dadurch gekennzeichnet, dass** das kontrollierte Recken zur einer bleibenden Dehnung von 1 bis 5 % und vorzugsweise 1,5 bis 3 % führt.
- 50 17. Verwendung nach irgendeinem der Ansprüche 10 bis 16, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Warmauslagerungsbehandlung beinhaltet:
- a) eine erste Stufe bei einer Temperatur zwischen 110 und 130 °C und vorzugsweise zwischen 115 und 125 °C, und im letztgenannten Fall in bevorzugter Weise für eine Dauer von 2 bis 10 Stunden und in besonders bevorzugter Weise 5 bis 7 Stunden;
- b) eine zweite Stufe bei einer Temperatur zwischen 150 und 170 °C, bevorzugt zwischen 155 und 165 °C und besonders bevorzugt zwischen 157 bis 163 °C, und in bevorzugter Weise für eine Dauer von 4 bis 12 Stunden und in besonders bevorzugter Weise 6 bis 10 Stunden.

Claims

1. Use of an extruded product in the form of an aluminium alloy tube, **characterised in that** it comprises (as a % by mass):
- 55 (a) Zn 6.7 - 7.5% Cu 2.0 - 2.8% Mg 1.6 - 2.2%;
(b) Zr 0.08 - 0.20% Fe + Si < 0.20%;
(c) other elements ≤ 0.05% each and ≤ 0.15% in total;
(d) the remainder aluminium,

EP 1 644 546 B1

for the manufacture of cycle frames, forks and handlebars or baseball bats.

2. Use according to claim 1, **characterised in that** the magnesium and copper content thereof is such that $3.8 < (\text{Cu} + \text{Mg}) < 4.8$,
and preferably $3.9 < (\text{Cu} + \text{Mg}) < 4.7$,
and more preferentially $4.1 < (\text{Cu} + \text{Mg}) < 4.7$.
3. Use according to claim 1 or 2, **characterised in that** the Cu:Mg ratio is between 1.0 and 1.5, preferentially between 1.1 and 1.5, and more preferentially between 1.1 and 1.4.
4. Use according to any one of claims 1 to 3, **characterised in that** Zn is between 6.9 and 7.3%.
5. Use according to any one of claims 1 to 4, **characterised in that** Cu is between 2.2 and 2.6%.
6. Use according to any one of claims 1 to 5, **characterised in that** Mg is between 1.7 and 2.0%, and preferentially between 1.8 and 2.0%.
7. Use according to any one of claims 1 to 6, **characterised in that** the alloy further contains up to 0.8% manganese.
8. Use according to any one of claims 1 to 7, **characterised in that** Si + Fe does not exceed 0.15%.
9. Use according to any one of claims 1 to 8, **characterised in that** the tube has undergone solution heat treatment, stretching and ageing, said ageing including a first stage at a temperature between 110°C and 125°C, and preferentially between 115 and 125°C, and a second stage at a temperature between 150 and 170°C, and preferentially between 150 and 165°C.
10. Use of an extruded product in the form of an aluminium alloy tube according to any one of claims 1 to 9, **characterised in that** the method for manufacturing the tube comprises the following steps:
 - (a) preparing an alloy having a composition according to any one of claims 1 to 9,
 - (b) casting a crude form such as a rolling ingot or an extrusion or forging billet,
 - (c) homogenising said crude form,
 - (d) hot transformation to obtain a first intermediate product,
 - (e) solution heat treating said first intermediate product,
 - (f) quenching
 - (g) optionally controlled stretching,
 - (h) ageing.
11. Use according to claim 10, **characterised in that** the homogenisation (step a) is performed in two steps, with a first stage between 452 and 473°C, preferentially between 457 and 473°C, and a second stage between 465 and 484°C, and preferentially between 467 and 481°C.
12. Use according to claim 10, **characterised in that** the homogenisation (step a) is performed in a single step, with a temperature rise less than 200°C/hour, and preferentially between 20 and 50°C/hour up to a stage between 465 and 484°C, and preferentially between 471 and 481°C.
13. Use according to any one of claims 10 to 12, **characterised in that** hot transformation is performed by extrusion with a billet temperature between 400 and 460°C, and preferentially between 420°C and 440°C.
14. Use according to any one of claims 10 to 13, **characterised in that** the solution heat treatment temperature does not exceed 500°C, and preferably does not exceed 485°C.
15. Use according to claim 14, **characterised in that** the solution heat treatment ends with a stage between 470 and 485°C, preferentially between 475 and 484°C, and more preferentially between 477 and 483°C for a period between 1 and 10 hours.
16. Use according to any one of claims 10 to 15, **characterised in that** the controlled stretching results in a permanent elongation between 1 and 5%, and preferentially between 1.5 and 3%.

17. Use according to any one of claims 10 to 16, **characterised in that** the ageing treatment includes

- 5 a) a first stage at a temperature between 110°C and 130°C, and preferentially between 115 - 125°C, and preferably, in the latter case, for a period between 2 and 10 hours, and more preferentially between 5 and 7 hours;
- 10 b) a second stage at a temperature between 150°C and 170°C, and preferentially between 155 and 165°C, and more preferentially between 157 and 163°C, and preferably for a period between 4 and 12 hours, and more preferentially between 6 and 10 hours.
- 15
- 20
- 25
- 30
- 35
- 40
- 45
- 50
- 55

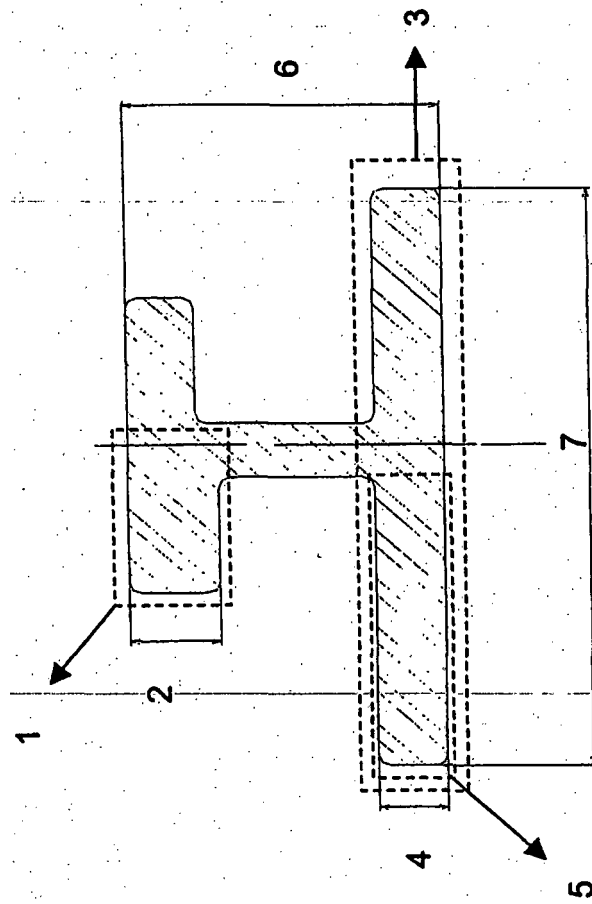


Figure 1

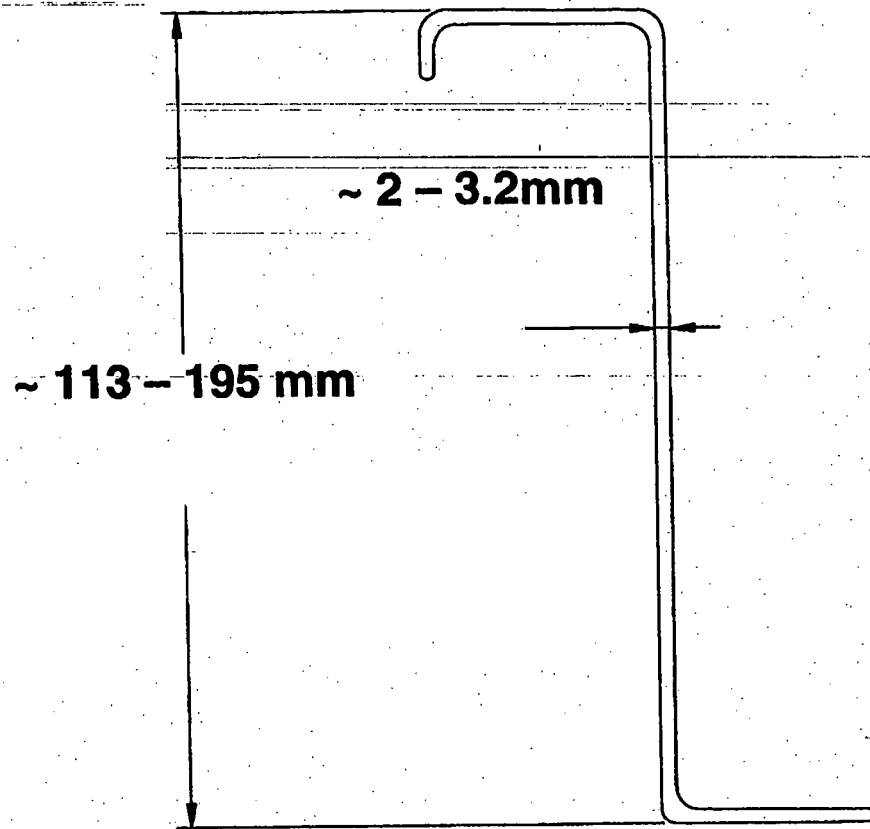


FIGURE 2

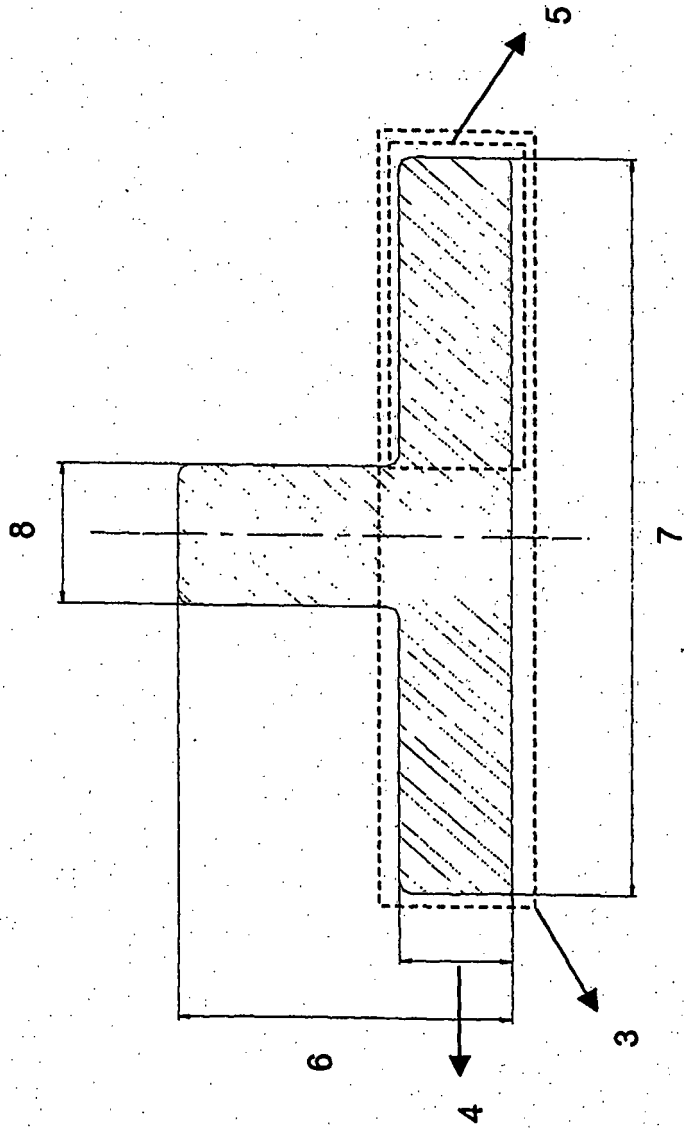


Figure 3

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

- EP 0257167 A1 **[0005]**
- EP 0589807 A **[0006]**
- US 5865911 A **[0007]**
- WO 02052053 A **[0008]**
- EP 0876514 B1 **[0011]**