

①⑨ RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
—
**INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE**
—
COURBEVOIE
—

①① N° de publication : **2 975 403**

(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

②① N° d'enregistrement national : **11 01555**

⑤① Int Cl⁸ : **C 22 C 21/06** (2017.01), C 22 F 1/047

①②

BREVET D'INVENTION

B1

⑤④ ALLIAGE ALUMINIUM MAGNESIUM LITHIUM A TENACITE AMELIOREE.

②② Date de dépôt : 20.05.11.

③③ Priorité :

④③ Date de mise à la disposition du public
de la demande : 23.11.12 Bulletin 12/47.

④⑤ Date de la mise à disposition du public du
brevet d'invention : 02.11.18 Bulletin 18/44.

⑤⑥ Liste des documents cités dans le rapport de
recherche :

Se reporter à la fin du présent fascicule

⑥⑥ Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

○ Demande(s) d'extension :

⑦① Demandeur(s) : *CONSTELLIUM FRANCE Société
par actions simplifiée — FR.*

⑦② Inventeur(s) : BES BERNARD et EBERL FRANK.

⑦③ Titulaire(s) : *CONSTELLIUM ISSOIRE Société par
actions simplifiée.*

⑦④ Mandataire(s) : *CONSTELLIUM CRV.*

FR 2 975 403 - B1



Alliage aluminium magnésium lithium à ténacité améliorée

5 **Domaine de l'invention**

L'invention concerne les produits en alliages aluminium-magnésium-lithium, plus particulièrement, de tels produits, leurs procédés de fabrication et d'utilisation, destinés en particulier à la construction aéronautique et aérospatiale.

10

Etat de la technique

Des produits laminés en alliage d'aluminium sont développés pour produire des pièces de haute résistance destinées notamment à l'industrie aéronautique et à l'industrie aérospatiale.

15

Les alliages d'aluminium contenant du lithium sont très intéressants à cet égard, car le lithium peut réduire la densité de l'aluminium de 3 % et augmenter le module d'élasticité de 6 % pour chaque pourcent en poids de lithium ajouté. Pour que ces alliages soient sélectionnés dans les avions, leur performance par rapport aux autres propriétés d'usage doit atteindre celle des alliages couramment utilisés, en particulier en terme de compromis entre les propriétés de résistance mécanique statique (limite d'élasticité en traction et en compression, résistance à la rupture) et les propriétés de tolérance aux dommages (ténacité, résistance à la propagation des fissures en fatigue), ces propriétés étant en général antinomiques.

20

Ces alliages doivent également présenter une résistance à la corrosion suffisante, pouvoir être mis en forme selon les procédés habituels et présenter de faibles contraintes résiduelles de façon à pouvoir être usinés de façon intégrale.

25

Les alliages d'aluminium contenant simultanément du magnésium et du lithium permettent d'atteindre des densités particulièrement faibles et ont donc été extensivement étudiés.

30

Le brevet GB 1,172,736 enseigne un alliage contenant 4 à 7% en poids Mg, 1,5 – 2,6 % Li, 0,2 – 1% Mn et/ou 0,05 – 0,3 % Zr, reste aluminium utiles pour des utilisations nécessitant une résistance mécanique élevée, une bonne résistance à la corrosion, une faible densité et un module d'élasticité élevé.

- 5 La demande internationale WO 92/03583 décrit un alliage utile pour les structures aéronautiques ayant une faible densité de formule générale $Mg_aLi_bZn_cAg_dAl_{bal}$, dans lequel a est compris entre 0,5 et 10%, b est compris entre 0,5 et 3%, c est compris entre 0,1 et 5%, d est compris entre 0,1 et 2% et bal indique que le reste est de l'aluminium.

10 Le brevet US 5,431,876 enseigne un groupe d'alliages ternaire d'aluminium lithium et magnésium ou cuivre, incluant au moins un additif tel que le zirconium, le chrome et/ou le manganèse.

Le brevet US 6,551,424 décrit un procédé de fabrication de produits en alliage aluminium-magnésium-lithium de composition (en % en poids) Mg : 3.0 – 6.0, Li : 0.4 – 3.0, Zn jusque 2.0, Mn jusque 1.0, Ag jusque 0.5, Fe jusque 0.3, Si jusque 0.3, Cu jusque 0.3, 0.02
15 – 0.5 d'un élément sélectionné dans le groupe consistant en Sc, Hf, Ti, V, Nd, Zr, Cr, Y, Be, incluant un laminage à froid dans le sens de la longueur et dans le sens de la largeur.

Le brevet US 6,461,566 décrit un alliage de composition (en % en poids) Li : 1.5 – 1.9, Mg : 4.1 – 6.0, Zn 0.1 – 1.5, Zr 0.05 – 0.3, Mn 0.01 – 0.8 H, $0.9 \cdot 10^{-5}$ – $4.5 \cdot 10^{-5}$ et au moins un élément sélectionné dans le groupe Be 0.001 – 0.2, Y 0.001 – 0.5 et Sc 0.01 – 0.3.

- 20 Le brevet RU 2171308 décrit un alliage comprenant (en % en poids) Li : 1.5 – 3.0, Mg : 4.5 – 7.0, Fe 0.01 – 0.15, Na : 0.001 – 0.0015, H, $1.7 \cdot 10^{-5}$ – $4.5 \cdot 10^{-5}$ et au moins un élément sélectionné dans le groupe Zr 0.05- 0.15, Be 0.005 – 0.1, et Sc 0.05 – 0.4 et au moins un élément sélectionné dans le groupe Mn 0.005- 0.3, Cr 0.005 – 0.2, et Ti 0.005 – 0.2, reste aluminium.

- 25 Le brevet RU2163938 décrit un alliage contenant (en % en poids) Mg : 2.0 – 5.8, Li : 1.3- 2.3, Cu : 0.01 – 0.3, Mn : 0.03- 0.5, Be : 0.0001 – 0.3, au moins un élément parmi Zr et Sc : 0.02 – 0.25 et au moins un élément parmi Ca et Ba : 0.002 – 0.1, reste aluminium.

Ces alliages n'ont pas résolu certains problèmes et en particulier leur performance en termes de tolérance aux dommages n'a pas permis leur utilisation significative dans
30 l'aviation commerciale. Il est à noter également que la fabrication de produits corroyés à partir de ces alliages est restée difficile et que le taux de rebut est trop élevé.

Il existe un besoin pour des produits corroyés en alliage aluminium-magnésium-lithium présentant des propriétés améliorées par rapport à celles des produits connus, en particulier en termes de compromis entre les propriétés de résistance mécanique statique et les propriétés de tolérance aux dommages, en particulier la ténacité, de résistance à la corrosion tout en ayant une faible densité.

De plus il existe un besoin pour un procédé de fabrication de ces produits fiable et économique.

10 **Objet de l'invention**

Un premier objet de l'invention est un produit corroyé en alliage d'aluminium de composition, en % en poids,

Mg : 4,0 – 5,0

Li : 1,0 – 1,6

15 Zr : 0,05 – 0,15

Ti : 0,01 – 0,15

Fe : 0,02 - 0,2

Si : 0,02 - 0,2

Mn : $\leq 0,5$

20 Cr $\leq 0,5$

Ag : $\leq 0,5$

Cu $\leq 0,5$

Zn $\leq 0,5$

Sc $< 0,01$

25 autres éléments $< 0,05$

reste aluminium.

Un autre objet de l'invention est un procédé de fabrication d'un produit corroyé selon l'invention comprenant successivement

30 - l'élaboration d'un bain de métal liquide de façon à obtenir un alliage d'aluminium de composition selon l'invention,

- la coulée dudit alliage sous forme brute,
 - optionnellement l'homogénéisation du produit ainsi coulé,
 - la déformation à chaud et optionnellement à froid,
 - optionnellement un traitement thermique à une température comprise entre 300 et 420 °C en un ou plusieurs paliers,
 - la mise en solution du produit ainsi déformé, et la trempe,
 - optionnellement la déformation à froid du produit ainsi mis en solution et trempé,
 - le revenu à une température inférieure à 150 °C.
- 5
- 10 Encore un autre objet de l'invention est l'utilisation d'un produit l'invention pour réaliser des éléments de structure d'aéronef.

Description des figures

- 15 Figure 1 : Courbe R dans le sens L-T (éprouvette CCT760).
 Figure 2 : Courbe R dans le sens T-L (éprouvette CCT760).
 Figure 3 : Ténacité K_{app} (L-T) en fonction de la limite d'élasticité $R_{p0,2}(L)$ pour les alliages A, C et D.

20 Description de l'invention

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. 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. La densité dépend de la composition et est déterminée par calcul plutôt que par une méthode de mesure de poids. Les valeurs sont calculées en conformité avec la procédure de The Aluminium Association, qui est décrite pages 2-12 et 2-13 de « Aluminum Standards and Data ». Les définitions des états métallurgiques sont indiquées dans la norme européenne EN 515.

25

30

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, le prélèvement et le sens de l'essai étant définis par la norme EN 485-1.

- 5 Une courbe donnant le facteur d'intensité de contrainte effectif en fonction de l'extension de fissure effective, connue comme la courbe R, est déterminée selon la norme ASTM E 561. 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
- 10 initiale au commencement de la charge monotone, à la charge critique. 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_{Ceff} représente le facteur K_C correspondant à l'éprouvette qui a été utilisée pour effectuer l'essai de courbe R. $\Delta a_{eff(max)}$ représente l'extension de fissure du dernier point valide de la courbe
- 15 R. La longueur de la courbe R – à savoir l'extension de fissure maximale de la courbe – est un paramètre en lui-même important, notamment pour la conception de fuselage.

Sauf mention contraire, les définitions de la norme EN 12258 s'appliquent.

- 20 On appelle ici « 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
- 25 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 extrados ou intrados (upper or lower wing skin), les raidisseurs
- 30 (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.

5 Selon la présente invention, une classe sélectionnée d'alliages d'aluminium qui contiennent des quantités spécifiques et critiques de magnésium, de lithium, de zirconium, de titane, de fer et de silicium permet de fabriquer des produits corroyés ayant un compromis de propriétés amélioré, en particulier entre la résistance mécanique et la tolérance aux dommages, tout en présentant une bonne performance en corrosion.

10 La teneur en magnésium des produits selon l'invention est comprise entre 4,0 et 5,0 % en poids. Dans une réalisation avantageuse de l'invention, la teneur en magnésium est au moins de 4,4 % en poids. Une teneur maximale de 4,7% en poids de magnésium est préférée.

15 La teneur en lithium des produits selon l'invention est comprise entre 1,0 et 1,6 % en poids. Les présents inventeurs ont constaté qu'une teneur en lithium limitée, en présence de certains éléments d'addition, permet d'améliorer très significativement la ténacité et la vitesse de propagation des fissures en fatigue, ce qui compense largement la légère augmentation de densité et la diminution des propriétés mécaniques statiques.

20 Dans un mode de réalisation avantageux, la teneur maximale en lithium est 1,5% en poids et de préférence 1,45 % en poids ou préférentiellement 1,4 % en poids. Une teneur minimale en lithium de 1,1 % en poids et de préférence de 1,2 % en poids est avantageuse.

25 La teneur en zirconium des produits selon l'invention est comprise entre 0,05 et 0,15 % en poids et la teneur en titane est comprise entre 0,01 et 0,15 % en poids. La présence de ces éléments associée aux conditions de transformation utilisées permet avantageusement de maintenir une structure granulaire substantiellement non recristallisée. Contrairement à certains enseignements de l'art antérieur, les présents inventeurs ont constaté qu'il n'est pas nécessaire d'ajouter du scandium dans ces alliages pour obtenir la structure granulaire substantiellement non-recristallisée désirée et que l'addition de scandium pouvait même s'avérer néfaste en rendant l'alliage particulièrement fragile et difficile à laminier à froid jusqu'à des épaisseurs inférieures à 3 mm. La teneur en scandium est donc inférieure à 0,01
30 % en poids. Dans un mode de réalisation de l'invention la teneur en titane est comprise entre 0,01 et 0,05 % en poids. Le manganèse et/ou le chrome peuvent également être

ajoutés pour contribuer notamment au contrôle de la structure granulaire, leur teneur restant au maximum de 0,5 % en poids. Dans un mode de réalisation avantageux de l'invention, l'alliage contient au moins un élément parmi Mn et Cr avec pour teneur, en % en poids Mn : 0,05 – 0,3 et Cr : 0,05 – 0,3 , un élément non choisi parmi Mn et Cr ayant une teneur
5 inférieure à 0,05 % en poids.

Le cuivre et/ou l'argent peuvent également être ajoutés pour améliorer les performances des produits corroyés selon l'invention leur teneur restant au maximum de 0,5 % en poids. Dans un mode de réalisation avantageux de l'invention, l'alliage contient au moins un élément parmi Ag et Cu avec pour teneur s'il est choisi, en % en poids Cu : 0,05 – 0,3 et
10 Ag : 0,05 – 0,3 , un élément non choisi parmi Ag et Cu ayant une teneur inférieure à 0,05 % en poids. Ces éléments contribuent notamment aux propriétés mécaniques statiques et/ou à la résistance à la corrosion.

Les produits corroyés selon l'invention contiennent une faible quantité de fer et de silicium, la teneur de ces éléments étant comprise entre 0,02 et 0,2 % en poids. Les présents
15 inventeurs pensent que la présence de ces éléments peut contribuer à améliorer les propriétés de tolérance aux dommages en évitant la localisation de la déformation. Dans un mode de réalisation avantageux de l'invention la teneur en Fe et/ou la teneur en Si sont en % en poids Fe : 0,04 – 0,15 ; Si : 0,04 – 0,15. Dans un mode de réalisation de l'invention la teneur en Fe et/ou la teneur en Si sont en % en poids Fe : 0,06 – 0,15 ; Si : 0,06 – 0,15.

20 La teneur en Zn est au maximum de 0,5 % en poids. Dans un mode de réalisation avantageux de l'invention la teneur en Zn est inférieure à 0,2 % en poids et de préférence inférieure à 0,05 % en poids.

Certains éléments peuvent être néfaste pour les alliages selon l'invention, en particulier pour des raisons de transformation de l'alliage telles que la toxicité et/ou les casses lors de
25 la déformation et il est préférables de les limiter à un niveau très faible. Dans un mode de réalisation avantageux les produits selon l'invention contiennent au plus 5 ppm de Be et de préférence au plus 2 ppm de Be et/ou au plus 10 ppm de Na et/ou au plus 20 ppm de Ca.

Les produits corroyés selon l'invention sont préférentiellement des produits filés tels que des profilés, des produits laminés tels que des tôles ou des tôles épaisses et/ou des produits
30 forgés.

Le procédé de fabrication des produits selon l'invention comprend les étapes successives d'élaboration d'un bain de métal liquide de façon à obtenir un alliage d'aluminium de composition selon l'invention, la coulée dudit alliage sous forme brute, optionnellement l'homogénéisation du produit ainsi coulé, la déformation à chaud et optionnellement à 5 froid, la mise en solution du produit ainsi déformé, et la trempe, optionnellement la déformation à froid du produit ainsi mis en solution et trempé et le revenu à une température inférieure à 150 °C.

Dans une première étape, on élabore un bain de métal liquide de façon à obtenir un alliage d'aluminium de composition selon l'invention.

10 Le bain de métal liquide est ensuite coulé sous forme brute, typiquement une plaque de laminage, une billette de filage ou une ébauche de forge.

La forme brute est ensuite optionnellement homogénéisée de façon à atteindre une température comprise entre 450°C et 550° et de préférence entre 480 °C et 520 °C pendant une durée comprise entre 5 et 60 heures. Le traitement d'homogénéisation peut être réalisé 15 en un ou plusieurs paliers. Cependant les présents inventeurs n'ont pas constaté d'avantage significatif apporté par l'homogénéisation et dans une réalisation préférée de l'invention, on procède directement à la déformation à chaud à la suite d'un simple réchauffage sans effectuer d'homogénéisation.

La déformation à chaud, typiquement par filage, laminage et/ou forgeage, est effectuée de 20 préférence avec une température d'entrée supérieure à 400 °C et de manière avantageuse supérieure à 450 °C.

Dans le cas de la fabrication de tôles par laminage, il est nécessaire de réaliser une étape de laminage à froid pour les produits dont l'épaisseur est inférieure à 3 mm. Il peut s'avérer utile de réaliser un ou plusieurs traitement thermiques intermédiaires avant ou au cours du 25 laminage à froid. Ces traitements thermiques intermédiaires sont typiquement réalisés à une température comprise entre 300 et 420 °C en un ou plusieurs paliers.

Les présents inventeurs ont constaté que même en réalisant ces traitement thermiques intermédiaires, il ne leur avait pas été possible de laminier à froid de façon industrielle des tôles en alliages de référence jusqu'à une épaisseur de 2 mm alors que cette étape s'est 30 avérée réalisable avec des tôles en alliage selon l'invention. Les tôles selon l'invention ont une épaisseur préférée d'au moins 0,5 mm et de préférence d'au moins 0,8 mm ou 1 mm.

Après déformation à chaud et optionnellement à froid le produit est mis en solution et trempé. Avant mise en solution, il est avantageux de réaliser un traitement thermique à une température comprise entre 300 et 420 °C en un ou plusieurs paliers, de façon à améliorer le contrôle de la structure granulaire substantiellement non recristallisée. La mise en

5 solution est effectuée, selon la composition du produit, à une température comprise entre 370 et 500 °C. La trempe est effectuée à l'eau et/ou à l'air. Il est avantageux de réaliser la trempe à l'air car les propriétés de corrosion intergranulaire sont améliorées.

Le produit ainsi mis en solution et trempé peut optionnellement être à nouveau déformé à froid. Des étapes de planage ou redressage sont typiquement effectuées à ce stade mais il

10 est également envisageable d'effectuer une déformation plus poussée de manière à améliorer encore les propriétés mécaniques.

L'état métallurgique obtenu pour les produits laminés est avantageusement un état T6 ou T6X et pour les produits filés avantageusement un état T5 ou T5X dans le cas de la trempe sur presse ou un état T6 ou T6X.

15 Le produit subit enfin un revenu à une température inférieure à 150 °C. De manière avantageuse le revenu est effectué en trois paliers, un premier palier à une température comprise entre 70 à 100 °C, un second palier à une température comprise entre 100 à 140 °C et un troisième palier à une température comprise entre 90 à 110 °C, la durée de ces paliers étant typiquement de 5 à 50 h.

20

La combinaison de la composition choisie, en particulier de la teneur en zirconium et de titane, et de la gamme de transformation, en particulier la température de déformation à chaud et le cas échéant du traitement thermique avant mise en solution, permet avantageusement d'obtenir des produits corroyés ayant une structure granulaire

25 substantiellement non-recristallisée. Par structure granulaire substantiellement non-recristallisée, on entend un taux de structure granulaire non-recristallisée à mi-épaisseur supérieur à 70 % et de préférence supérieur à 85%.

Les produits laminés selon l'invention présentent des caractéristiques particulièrement

30 avantageuses. Les produits laminés ont de préférence une épaisseur comprise entre 0,5 mm

et 15 mm, mais des produits d'épaisseur supérieure à 15 mm, jusque 50 mm ou même 100 mm ou plus peuvent avoir des propriétés avantageuses.

Les produits laminés obtenus par le procédé selon l'invention ont, pour une épaisseur comprise entre 0.5 et 15 mm, à mi-épaisseur au moins une propriété de résistance mécanique statique parmi les propriétés (i) à (iii) et au moins une propriété de tolérance aux dommages parmi les propriétés (iv) à (vi)

- (i) une limite d'élasticité en traction $R_{p0,2}(L) \geq 280$ MPa et de préférence $R_{p0,2}(L) \geq 310$ MPa,
- (ii) une limite d'élasticité en traction $R_{p0,2}(TL) \geq 260$ MPa et de préférence $R_{p0,2}(L) \geq 290$ MPa,
- (iii) une limite d'élasticité en traction $R_{p0,2}(45^\circ) \geq 200$ MPa et de préférence $R_{p0,2}(45^\circ) \geq 240$ MPa,
- (iv) une ténacité pour des éprouvettes de largeur $W = 760$ mm $K_{app}(L-T) \geq 90$ MPa \sqrt{m} pour une épaisseur inférieure à 3 mm et $K_{app}(L-T) \geq 110$ MPa \sqrt{m} pour une épaisseur d'au moins 3 mm,
- (v) une ténacité pour des éprouvettes de largeur $W = 760$ mm $K_{app}(T-L) \geq 100$ MPa \sqrt{m} pour une épaisseur inférieure à 3 mm et $K_{app}(L-T) \geq 120$ MPa \sqrt{m} pour une épaisseur d'au moins 3 mm,
- (vi) une extension de fissure du dernier point valide de la courbe R pour des éprouvettes de largeur $W = 760$ mm $\Delta a_{eff(max)}(T-L) \geq 80$ mm pour une épaisseur inférieure à 3 mm et $\Delta a_{eff(max)}(T-L) \geq 110$ mm pour une épaisseur d'au moins 3 mm.

Les produits laminés selon l'invention présentent une amélioration de l'isotropie des propriétés mécaniques, en particulier de la ténacité. Ainsi les produits laminés selon l'invention présentent de façon avantageuse pour des éprouvettes de largeur $W = 760$ mm un écart entre $K_{app}(L-T)$ et $K_{app}(T-L)$ inférieur à 20% et/ou un écart entre $\Delta a_{eff(max)}(T-L)$ et $\Delta a_{eff(max)}(L-T)$ inférieur à 20% et de préférence inférieur à 15%.

De plus les produits laminés selon l'invention ayant été trempés à l'air présentent une perte de poids inférieure à 20 mg/cm² et de préférence inférieure à 15 mg/cm² après le test de corrosion intergranulaire NAMLT (« Nitric Acid Mass Loss Test » ASTM-G67).

- 5 Les produits corroyés selon l'invention sont avantageusement utilisés pour réaliser des éléments de structure d'aéronef, notamment d'avions. Des éléments de structure d'aéronef préférés sont notamment une peau de fuselage obtenue avantageusement avec des tôles d'épaisseur 0,5 à 12 mm selon l'invention, un cadre de fuselage obtenu avantageusement avec des profilés selon l'invention ou une nervure.

10

Ces aspects, ainsi que d'autres de l'invention sont expliqués plus en détail à l'aide des exemples illustratifs et non limitatifs suivants.

Exemples

15

Dans cet exemple, plusieurs plaques en alliage Al-Mg-Li dont la composition est donnée dans le tableau 1 ont été coulées. L'alliage D a une composition selon l'invention, les alliages A à C sont des alliages de référence.

20 Tableau 1. Composition en % en poids et densité des alliages Al-Mg-Li utilisés

Alliage	Ag	Li	Si	Fe	Cu	Ti	Mn	Mg	Zn	Zr	Na (ppm)	Sc
A	0,1	1,8	0,04	0,04	0,17	0,02	0,13	4,6	0,46	0,07	9	0,08
B	0,1	1,7	0,04	0,04	0,07	0,02	0,13	4,9	0,48	0,13	8	
C	0,1	1,7	0,04	0,04	0,17	0,02	0,15	4,8	0,44	0,12	11	
D	0,1	1,4	0,05	0,04	0,18	0,02	0,15	4,5		0,12	4	

- Les plaques ont été réchauffées et laminées à chaud jusqu'à une épaisseur d'environ 4 mm. Des essais de laminage à froid jusqu'à l'épaisseur 2 mm ont été effectués après un traitement thermique constitué de deux paliers successifs d'une heure à 340 °C suivi de 1
- 25

heure à 400 °C. Seule les tôles en alliage selon l'invention ont pu être laminées à froid avec succès jusqu'à l'épaisseur finale, les tôles en alliage de référence s'étant cassées à l'épaisseur 2,6 mm. Après laminage à chaud et éventuellement à froid, les tôles ont été mises en solution à 480 °C pendant 20 mn, ce traitement étant précédé d'un traitement

5 thermique constitué de deux paliers successifs d'une heure à 340 °C suivi de 1 heure à 400 °C. Après mise en solution, les tôles ont été trempées à l'air et planées. Le revenu a été effectué pendant 10h à 85°C suivi de 16h à 120 °C suivi de 10h à 100°C.

La structure granulaire de l'ensemble des échantillons était substantiellement non recristallisée, le taux de recristallisation à mi-épaisseur étant inférieur à 10%.

10 Des échantillons ont été testés pour déterminer leurs propriétés mécaniques statiques (limite d'élasticité $R_{p0,2}$, la résistance à la rupture R_m , et l'allongement à la rupture (A).

Les résultats obtenus sont donnés dans le tableau 2 ci-dessous.

15 Tableau 2. Propriétés mécaniques des tôles obtenues.

Alliage	Ep. (mm)	Sens L			Sens TL			Sens 45°		
		Rm (MPa)	R0.2 (MPa)	A%	Rm (MPa)	R0.2 (MPa)	A%	Rm (MPa)	R0.2 (MPa)	A%
A	4,5	507	399	4,9	502	355	12,5	436	293	21,8
B	4,5	488	370	6,0	513	354	12,4	423	274	24,7
C	4,2	487	374	5,6	506	349	11,7	444	286	21,0
D	4,2	436	328	8,5	443	304	16,1	394	256	23,1
D	2,1	439	344	5,4	455	327	15,2	379	256	25,8

La ténacité des tôles a été caractérisée par l'essai de courbes R suivant la norme ASTM E561. Les essais ont été effectués avec une éprouvette CCT (W=760 mm, 2a0=253 mm) pleine épaisseur. L'ensemble de résultats est reporté dans le tableau 3 et le tableau 14 et

20 illustré par les graphes de la figure 1 et de la figure 2.

Tableau 3 - Données de résumé de la courbe R

Alliage	Ep. (mm)	Sens	Kr (MPa√m) à Δa_{eff} (mm)							
			10	20	30	40	50	60	70	80
A	4,5	L-T	63	79	91	101	105	107	111	
C	4,2		70	91	105	115	122	129	135	142
D	4,2		86	113	131	145	157	166	175	183
D	2,1		79	101	113	120	128	132	137	141
A	4,5	T-L	62	86	95	110	123	135	143	
B	4,5		68	87	110	129	147	157	164	174

C	4,2		70	94	110	122	131	134		
D	4,2		86	110	128	141	153	164	175	183
D	2,1		84	106	122	133	142	150	157	161

Tableau 4 – Résultats des essais de ténacité

Alliage	Ep. (mm)	Sens	K_{app} MPa \sqrt{m}	K_{ceff} MPa \sqrt{m}	Δa_{effmax} mm
A	4,5	L-T	82	102	76
C	4,2		96	132	116
D	4,2		125	177	121
D	2,1		99	122	113
A	4,5	T-L	102	142	72
B	4,5		119	179	102
C	4,2		102	131	63
D	4,2		125	177	134
D	2,1		112	147	103

La figure 3 montre l'amélioration du compromis entre la limite d'élasticité et la ténacité.

- 5 En particulier, l'amélioration de K_{app} (L-T) est supérieure à 25 % alors que la diminution de limite d'élasticité est inférieure à 15% par rapport à la tôle en alliage C. La longueur de la courbe erreur est également significativement améliorée, ainsi $\Delta a_{eff(max)}$ (T-L) est amélioré de plus de 30%.
- 10 La vitesse de propagation de fissure a été déterminée selon la norme E647 sur des éprouvettes CCT de largeur 160 mm.

Tableau 5 – Vitesse de propagation des fissures ($\sigma_{max} = 80$ MPa ou $\sigma_{max} = 120$ MPa (**), R = 0,1 – pleine épaisseur)

Alliage	Ep. (mm)	Sens	da/dN (mm/cycles) à ΔK (MPa \sqrt{m})						
			10	15	20	25	30	35	40
D	4,2	L-T	$1,24 \cdot 10^{-04}$	$1,17 \cdot 10^{-04}$	$2,27 \cdot 10^{-04}$	$3,85 \cdot 10^{-04}$	$0,63 \cdot 10^{-03}$	$0,95 \cdot 10^{-03}$	$1,48 \cdot 10^{-03}$
D	2,1		$1,20 \cdot 10^{-04}$	$1,59 \cdot 10^{-04}$	$2,82 \cdot 10^{-04}$	$4,95 \cdot 10^{-04}$	$0,90 \cdot 10^{-03}$		
A	4,5	T-L	$1,30 \cdot 10^{-04}$	$2,58 \cdot 10^{-04}$	$7,81 \cdot 10^{-04}$	$35,3 \cdot 10^{-04}$	$14,4 \cdot 10^{-03}$		
B	4,5**		$1,37 \cdot 10^{-04}$	$1,89 \cdot 10^{-04}$	$2,73 \cdot 10^{-04}$	$5,63 \cdot 10^{-04}$	$0,98 \cdot 10^{-03}$	$2,20 \cdot 10^{-03}$	$5,30 \cdot 10^{-03}$
C	4,2**			$2,84 \cdot 10^{-04}$	$5,10 \cdot 10^{-04}$	$9,61 \cdot 10^{-04}$	$1,99 \cdot 10^{-03}$	$9,60 \cdot 10^{-03}$	
D	4,2		$1,35 \cdot 10^{-04}$	$2,00 \cdot 10^{-04}$	$3,52 \cdot 10^{-04}$	$5,14 \cdot 10^{-04}$	$0,92 \cdot 10^{-03}$	$1,95 \cdot 10^{-03}$	
D	2,1		$1,01 \cdot 10^{-04}$	$1,53 \cdot 10^{-04}$	$2,96 \cdot 10^{-04}$	$5,56 \cdot 10^{-04}$	$0,90 \cdot 10^{-03}$		

15

Les résultats du test de corrosion intergranulaire NAMLT (« Nitric Acid Mass Loss Test » ASTM-G67) pour les diverses tôles sont synthétisés dans le Tableau 6. Certaines tôles ont été mises en solution et trempées à l'eau en laboratoire.

5 Tableau 6 – Corrosion intergranulaire au test NAMLT

Alliage	Ep. (mm)	Perte de poids (mg/cm ²)			
		Trempe eau		Trempe air	
		Surface	t/10e	Surface	t/10
A	4,5	24		13	
B	4,5	26		16	
C	4,2	26		18	
D	4,2	26,5	24	16	17
D	2,1			12	

Les tôles en alliage selon l'invention trempées à l'air présentent une faible sensibilité à la corrosion intergranulaire pour une épaisseur de 4 mm et ne sont pas sensibles à la corrosion intergranulaire pour une épaisseur de 2 mm.

Revendications

1. Produit corroyé en alliage d'aluminium de composition, en % en poids,
- 5 Mg : 4,0 – 5,0
Li : 1,0 – 1,4
Zr : 0,05 – 0,15
Ti : 0,01 – 0,15
Fe : 0,02 - 0,2
Si : 0,02 - 0,2
- 10 Mn : $\leq 0,5$
Cr $\leq 0,5$
Ag : $\leq 0,5$
Cu $\leq 0,5$
Zn < 0,2
- 15 Sc < 0,01
autres éléments < 0,05
reste aluminium.
- 20 2. Produit corroyé selon la revendication 1 contenant au moins un élément parmi Mn et Cr avec pour teneur, en % en poids
- Mn : 0,05 – 0,3
Cr : 0,05 – 0,3 ,
un élément non choisi parmi Mn et Cr ayant une teneur inférieure à 0,05 % en poids.
- 25 3. Produit corroyé selon la revendication 1 ou la revendication 2 contenant au moins un élément parmi Cu et Ag avec pour teneur s'il est choisi, en % en poids
- Cu : 0,05 – 0,3
Ag : 0,05 – 0,3
un élément non choisi parmi Cu et Ag ayant une teneur inférieure à 0,05 % en poids.
- 30

4. Produit corroyé selon une quelconque des revendications 1 à 3 dans lequel la teneur en Li est en % en poids
Li : 1,1 – 1,4. et de préférence Li : 1,2 – 1,4.
- 5 5. Produit corroyé selon une quelconque des revendications 1 à 4 dans lequel la teneur en Mg est en % en poids
Mg : 4,4 – 4,7.
- 10 6. Produit corroyé selon une quelconque des revendications 1 à 5 contenant au plus 5 ppm de Be et/ou au plus 10 ppm de Na et/ou au plus 20 ppm de Ca.
7. Produit corroyé selon une quelconque des revendications 1 à 6 ayant une teneur en inférieure à 0,05 % en poids.
- 15 8. Produit corroyé selon une quelconque des revendications 1 à 7 dans lequel la teneur en Fe et/ou la teneur en Si sont en % en poids :
Fe : 0,04 – 0,15
Si : 0,04 – 0,15.
- 20 9. Produit corroyé selon une quelconque des revendications 1 à 8 dans le corroyage est effectué par laminage.
- 25 10. Produit corroyé selon la revendication 9 pour une épaisseur comprise entre 0.5 et 15 mm, à mi-épaisseur au moins une propriété de résistance mécanique statique parmi les propriétés (i) à (iii) et au moins une propriété de tolérance aux dommages parmi les propriétés (iv) à (vi)
- (i) une limite d'élasticité en traction $R_{p0,2}(L) \geq 280$ MPa et de préférence $R_{p0,2}(L) \geq 310$ MPa,
- (ii) une limite d'élasticité en traction $R_{p0,2}(TL) \geq 260$ MPa et de préférence $R_{p0,2}(L) \geq 290$ MPa,
- 30

- (iii) une limite d'élasticité en traction $R_{p0,2}(45^\circ) \geq 200$ MPa et de préférence $R_{p0,2}(45^\circ) \geq 240$ MPa,
- (iv) une ténacité pour des éprouvettes de largeur $W = 760$ mm $K_{app} (L-T) \geq 90$ MPa \sqrt{m} pour une épaisseur inférieure à 3 mm et $K_{app} (L-T) \geq 110$ MPa \sqrt{m} pour une épaisseur d'au moins 3 mm,
- (v) une ténacité pour des éprouvettes de largeur $W = 760$ mm $K_{app} (T-L) \geq 100$ MPa \sqrt{m} pour une épaisseur inférieure à 3 mm et $K_{app} (L-T) \geq 120$ MPa \sqrt{m} pour une épaisseur d'au moins 3 mm,
- (vi) une extension de fissure du dernier point valide de la courbe R pour des éprouvettes de largeur $W = 760$ mm $\Delta a_{eff(max)} (T-L) \geq 80$ mm pour une épaisseur inférieure à 3 mm et $\Delta a_{eff(max)} (T-L) \geq 110$ mm pour une épaisseur d'au moins 3 mm.

11. Procédé de fabrication d'un produit corroyé selon une des revendications 1 à 10 comprenant successivement

- l'élaboration d'un bain de métal liquide de façon à obtenir un alliage d'aluminium de composition selon une quelconque des revendications 1 à 8,
- la coulée dudit alliage sous forme brute,
- optionnellement l'homogénéisation du produit ainsi coulé,
- la déformation à chaud et optionnellement à froid,
- optionnellement un traitement thermique à une température comprise entre 300 et 420 °C en un ou plusieurs paliers,
- la mise en solution du produit ainsi déformé, et la trempe,
- optionnellement la déformation à froid du produit ainsi mis en solution et trempé,
- le revenu à une température inférieure à 150 °C.

12. Procédé selon la revendication 11 dans lequel la trempe est effectuée à l'air.

13. Utilisation d'un produit selon une quelconque des revendications 1 à 10 pour réaliser un élément de structure d'aéronef, préférentiellement une peau de fuselage, un cadre de fuselage ou une nervure.

Fig 1

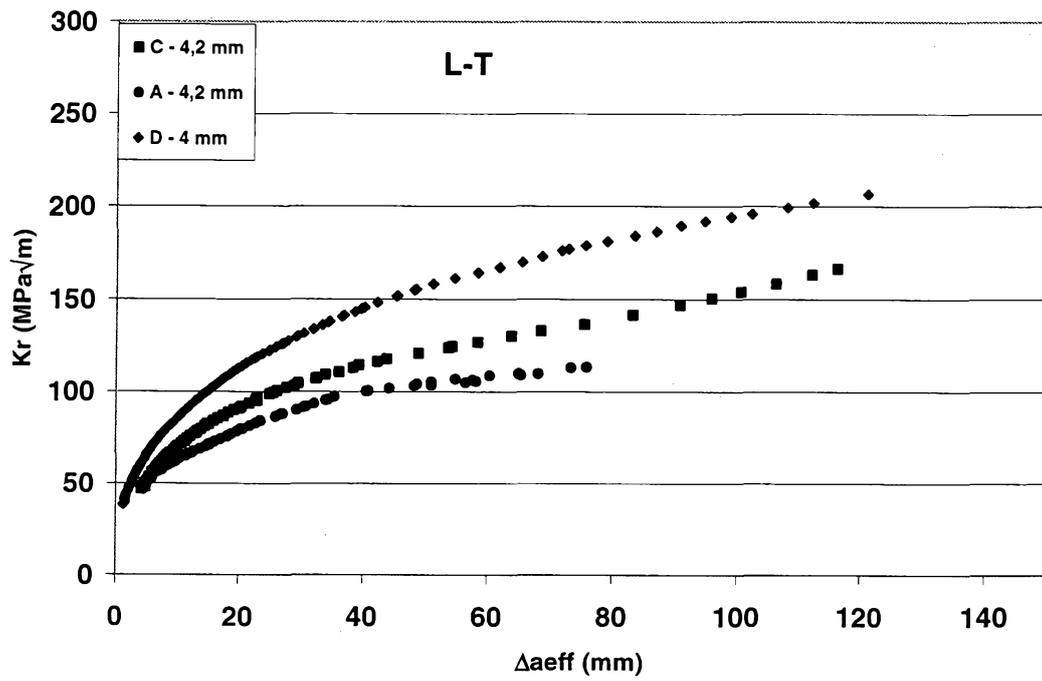
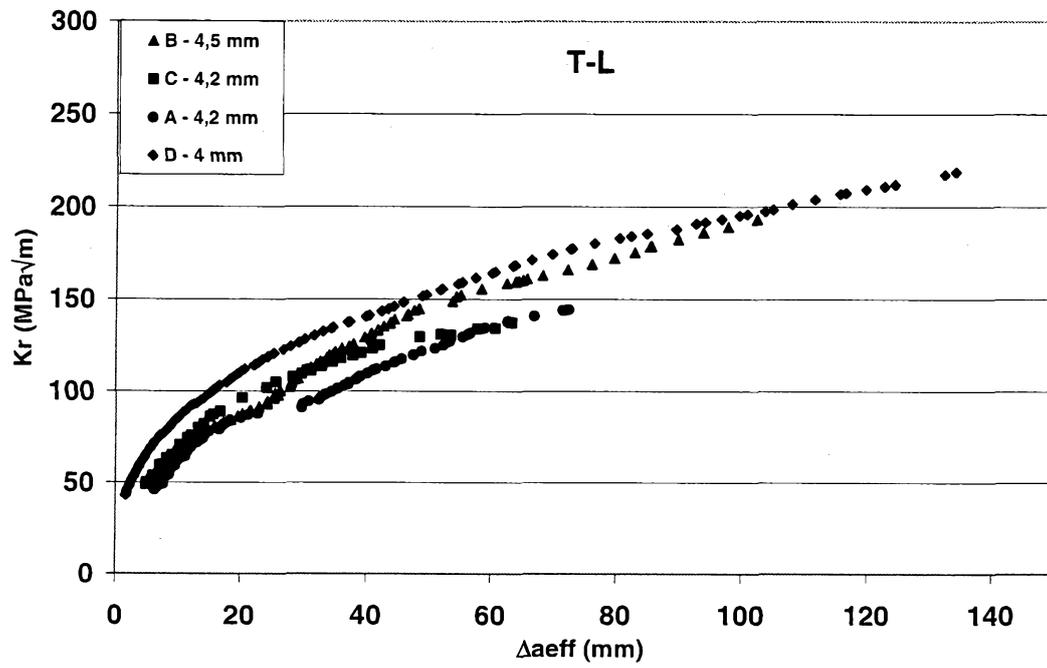
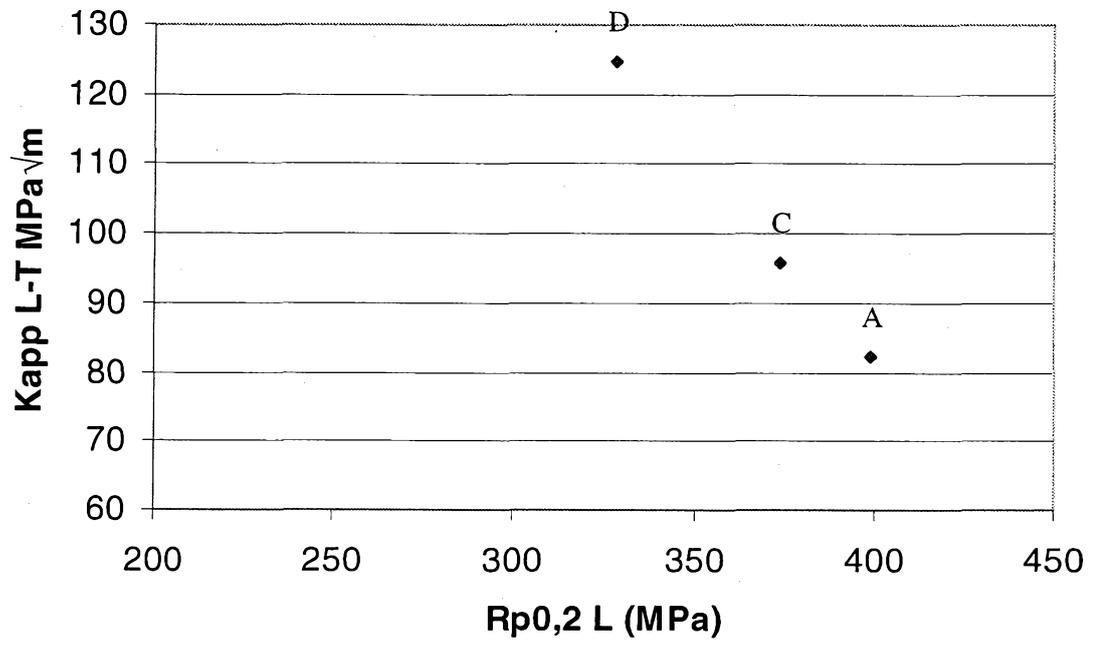


Fig 2



3/3

Fig 3 :



RAPPORT DE RECHERCHE

articles L.612-14, L.612-17 et R.612-53 à 69 du code de la propriété intellectuelle

OBJET DU RAPPORT DE RECHERCHE

L'I.N.P.I. annexe à chaque brevet un "RAPPORT DE RECHERCHE" citant les éléments de l'état de la technique qui peuvent être pris en considération pour apprécier la brevetabilité de l'invention, au sens des articles L. 611-11 (nouveau) et L. 611-14 (activité inventive) du code de la propriété intellectuelle. Ce rapport porte sur les revendications du brevet qui définissent l'objet de l'invention et délimitent l'étendue de la protection.

Après délivrance, l'I.N.P.I. peut, à la requête de toute personne intéressée, formuler un "AVIS DOCUMENTAIRE" sur la base des documents cités dans ce rapport de recherche et de tout autre document que le requérant souhaite voir prendre en considération.

CONDITIONS D'ÉTABLISSEMENT DU PRÉSENT RAPPORT DE RECHERCHE

- Le demandeur a présenté des observations en réponse au rapport de recherche préliminaire.
- Le demandeur a maintenu les revendications.
- Le demandeur a modifié les revendications.
- Le demandeur a modifié la description pour en éliminer les éléments qui n'étaient plus en concordance avec les nouvelles revendications.
- Les tiers ont présenté des observations après publication du rapport de recherche préliminaire.
- Un rapport de recherche préliminaire complémentaire a été établi.

DOCUMENTS CITÉS DANS LE PRÉSENT RAPPORT DE RECHERCHE

La répartition des documents entre les rubriques 1, 2 et 3 tient compte, le cas échéant, des revendications déposées en dernier lieu et/ou des observations présentées.

- Les documents énumérés à la rubrique 1 ci-après sont susceptibles d'être pris en considération pour apprécier la brevetabilité de l'invention.
- Les documents énumérés à la rubrique 2 ci-après illustrent l'arrière-plan technologique général.
- Les documents énumérés à la rubrique 3 ci-après ont été cités en cours de procédure, mais leur pertinence dépend de la validité des priorités revendiquées.
- Aucun document n'a été cité en cours de procédure.

1. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE SUSCEPTIBLES D'ETRE PRIS EN CONSIDERATION POUR APPRECIER LA BREVETABILITE DE L'INVENTION

NEANT

2. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE ILLUSTRANT L'ARRIERE-PLAN TECHNOLOGIQUE GENERAL

WO 00/37696 A1 (CORUS ALUMINIUM WALZPROD GMBH [DE]; HASZLER ALFRED JOHANN PETER [DE];)
29 juin 2000 (2000-06-29)

DE 15 58 491 A1 (FRIDLJANDER IOSIF NAUMOVIC; AMBARCUMJAN SOFJA MAMIKONOVNA; GOROCHOVA T)
26 mars 1970 (1970-03-26)

RU 2 171 308 C1 (LOV; GP VRNII AVIAT MATERIA)
27 juillet 2001 (2001-07-27)

G. Tempus: "NEW ALUMINIUM ALLOYS AND FUSELAGE STRUCTURES IN aircraft design", , 18 mai 2001 (2001-05-18), XP002664650, Extrait de l'Internet: URL:http://www.mat.ethz.ch/news_events/archive/materialsday/matday01/pdf/TempusMD.pdf
f [extrait le 2011-11-28]

I.N.FRIDLANDER ET AL: "Le développement d'un alliage 1424 Al.Li thernostable pour les applications dans les fuselages soudés", MÉTALLURGIE PHYSIQUE ET TRAITEMENT THERMIQUE DES MÉTAUX, no. 1, 1 janvier 2002
(2002-01-01), XP002664651, ISSN: 0026-0819

S. ZHANG ET AL: "Mechanical properties and microstructures of Al-Mg-Li-Zr alloys-containing silver", TRANSACTIONS OF NFSOC, vol. 4, no. 4, 1
décembre 1994 (1994-12-01), XP002664652,

WO 92/03583 A1 (REYNOLDS METALS CO [US])
5 mars 1992 (1992-03-05)

**3. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE DONT LA PERTINENCE DEPEND
DE LA VALIDITE DES PRIORITES**

NEANT