

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 383 528**

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

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **04356197 .6**
96 Fecha de presentación: **15.12.2004**
97 Número de publicación de la solicitud: **1544316**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **22.06.2005**

54 Título: **Plancha gruesa de aleación Al-Zn-Cu-Mg recristalizada con bado contenido de Zr**

30 Prioridad:
16.12.2003 US 529593 P

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
21.06.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
21.06.2012

73 Titular/es:
Constellium France
40-44, rue Washington
75008 Paris, FR y
Constellium Rolled Products Ravenswood, LLC

72 Inventor/es:
Dumont, David y
Dangerfield, Vic

74 Agente/Representante:
Mir Plaja, Mireia

ES 2 383 528 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Plancha gruesa de aleación Al-Zn-Cu-Mg recristalizada con bajo contenido de Zr.

5 **Campo de la invención**

La presente invención hace referencia a las planchas de aleaciones de aluminio de tipo Al-Zn-Cu-Mg, destinadas a la fabricación de elementos estructurales utilizados en la industria aeronáutica o espacial.

10 **Estado de la técnica**

En las últimas décadas, se ha invertido un gran esfuerzo en mejorar las propiedades de las aleaciones de la serie 7xxx y, más concretamente, su relación resistencia/tenacidad. A título de ejemplo, la patente EP 0 876 514 B1 describe un producto grueso de aleación de Al-Zn-Cu-Mg con una fracción en volumen de granos recristalizados inferior al 35 % entre un cuarto del espesor y el semiespesor. A pesar de todo, están aún por determinar las relaciones que existen entre la microestructura y su resistencia a la propagación de las fisuras por fatiga (RPF).

La presente invención aborda el problema de saber cómo mejorar la resistencia a la propagación de las fisuras por fatiga en una plancha gruesa de aleación de Al-Zn-Cu-Mg.

20 **Objeto de la invención**

Un primer objeto de la presente invención es una plancha gruesa de aleación de Al-Zn-Cu-Mg, que posee entre un 0,05 y un 0,09 % en peso de Zr, y que presenta un porcentaje de recristalización superior al 35 % a un cuarto del espesor.

Un segundo objeto es un procedimiento de fabricación de una plancha gruesa de aleación de Al-Zn-Cu-Mg, que posee entre un 0,05 y un 0,09 % en peso de Zr, y que comporta el laminado en caliente de una pieza bruta de dicha plancha a una temperatura inferior a 420 °C. Este procedimiento permite obtener una plancha con un porcentaje de recristalización superior al 35 % a un cuarto del espesor.

Breve descripción de los dibujos

Los dibujos ilustran una forma de realización actualmente preferida de la invención y, junto con la descripción general que se facilita más arriba y la descripción detallada de la forma de realización preferida que se facilita más abajo, sirven para explicar los principios de la invención.

Los dibujos 1 a 7 hacen referencia a determinados aspectos de la invención tal como se describe en la presente. Son únicamente ilustrativos y no limitativos.

El dibujo 1 muestra las dimensiones de las muestras para el ensayo de RPF según una forma de realización de la presente invención.

El dibujo 2 muestra los resultados de los ensayos de propagación de las fisuras por fatiga (PFF) en una plancha de referencia (n° 856385) según una forma de realización de la presente invención.

El dibujo 3 es una vista al microscopio electrónico de barrido (MEB) de las superficies de fractura de un material de referencia.

El dibujo 4 muestra los resultados de los ensayos de PFF en una plancha laminada con una temperatura de salida más baja.

El dibujo 5 muestra los resultados de los ensayos de PFF en una plancha con un contenido de Zr más bajo.

El dibujo 6 muestra una comparación del trayecto de la fisura cerca del umbral para los materiales de referencia (a) y con bajo contenido de Zr (b) según una forma de realización.

El dibujo 7 representa esquemáticamente las diferencias de RPF entre los materiales de referencia y con bajo contenido de Zr según una forma de realización.

60 **Terminología**

A menos que se indique lo contrario, todas las indicaciones relativas a la composición química de las aleaciones se expresan en tantos por ciento en masa. La denominación de las aleaciones se basa en las reglas de The Aluminum Association, conocidas por los expertos en la materia. Los estados metalúrgicos se definen en la norma europea EN 515. La composición química de las aleaciones de aluminio normalizadas se define, por ejemplo, en la norma EN

573-3. A menos que se indique lo contrario, las características mecánicas estáticas, es decir, la resistencia a la rotura R_m , el límite de elasticidad $R_{p0,2}$, y el alargamiento de rotura A , vienen determinados por un ensayo de tracción según la norma EN 10002-1, estando definidos el lugar y el sentido de la toma de las muestras de ensayo en la norma EN 485-1. La resistencia a la fatiga se determina mediante un ensayo según la norma ASTM E 466, y la velocidad de propagación de las fisuras por fatiga (ensayo denominado da/dn) según la norma ASTM E 647.

La curva R viene determinada por la norma ASTM 561. A partir de la curva R, se calcula el factor de intensidad de tensión crítica K_C , es decir el factor de intensidad que provoca la inestabilidad de la fisura. Se calcula también el factor de intensidad de tensión K_{C0} asignando a la carga crítica la longitud inicial de la fisura, al comienzo de la carga monótona. Se calculan estos dos valores para una muestra con la forma deseada. K_{app} designa el K_{C0} correspondiente a la muestra que haya servido para realizar la prueba de la curva R.

A menos que se indique lo contrario, las definiciones de la norma europea EN 12258-1 serán de aplicación. Esta norma define, en particular, una plancha gruesa (o plancha pesada) como una plancha con un grosor superior a 6 mm. Aquí, E designa el grosor de las planchas.

En la presente, se denominará "elemento de estructura" o "elemento estructural" de una construcción mecánica a una pieza mecánica cuyo fallo puede poner en peligro la seguridad de dicha construcción, de sus usuarios o de otras personas. En el caso de un avión, estos elementos de estructura abarcan, en particular, los elementos que componen el fuselaje, como son la piel, los rigidizadores o larguerillos, los mamparos, las cuadernas circulares, elementos de las alas (como el forro, los larguerillo y otros elementos rigidizadores, las costillas y los largueros) y el empenaje, compuesto principalmente por los estabilizadores horizontales y verticales, así como los largueros del suelo, los rieles para los asientos y las escotillas.

Descripción detallada

La presente invención puede aplicarse a las aleaciones de Al-Zn-Cu-Mg, es decir, a las aleaciones de aluminio que contienen los elementos de aleación Zn, Cu y Mg, y en particular, a las aleaciones de Al-Zn-Cu-Mg de la serie 7xxx, y preferiblemente a las aleaciones que contienen (en % en peso):

del 5,8 a 6,8 % de Zn
 del 1,5 al 2,5 % de Cu
 del 1,5 al 2,5 % de Mg
 del 0,05 al 0,09 % de Zr

siendo el resto aluminio e impurezas menores, con, preferiblemente, una concentración residual en hierro inferior al 0,09 %, y una concentración residual de silicio inferior al 0,07 %. Otra aleación a la que puede aplicarse ventajosamente la presente invención es la aleación AA7040.

En una forma de realización preferida, el contenido de Zr está comprendido entre el 0,05 y el 0,07 %.

Dicha aleación puede fundirse en forma de placa de laminado, para luego transformarla, mediante procedimientos conocidos, en planchas gruesas. Estos procedimientos siempre implican al menos una etapa de laminado en caliente.

La plancha según la invención es una plancha pesada (plancha gruesa), puesto que los efectos técnicos de la invención sólo serían perceptibles en una plancha que no está completamente recristalizada, mientras que una plancha fina tiene riesgo de estarlo. Ventajosamente, su grosor es de al menos 15 mm y, preferiblemente, de al menos 20 mm; su grosor puede alcanzar o superar los 100 mm. La plancha según la invención presenta un porcentaje de recristalización a un cuarto del espesor (E/4) superior al 35 % y, preferiblemente, superior al 50 %, pero no tiene que estar totalmente recristalizada. En este sentido, se prefiere que el porcentaje de recristalización a E/4 no supere el 90 %. La velocidad de propagación de las fisuras por fatiga en una plancha según la invención es inferior a 10^{-4} mm/ciclo a $\Delta K = 10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ para un ensayo efectuado a $R = 0,1$ en el sentido L-T en el lugar E/4.

Una plancha según la invención hecha de una aleación según una de las formas de realización preferidas (es decir, de aleación AA7040 o con un contenido del 5,8 al 6,8 % de Zn, del 1,5 al 2,5 % de Cu, del 1,5 al 2,5 % de Mg y del 0,05 al 0,09 % de Zr) tiene una tenacidad $K_{IC(L-T)} > 30 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ y, preferiblemente, además, una tenacidad $K_{IC(T-L)} > 25 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, y más preferiblemente, además de estos dos valores precedentes, una tenacidad $K_{IC(S-T)} > 25 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.

La plancha según la invención puede estar fabricada mediante un procedimiento que comporta el laminado en caliente de una pieza bruta de dicha plancha a una temperatura inferior a 420 °C. Seguidamente, esta plancha puede someterse a un tratamiento de tipo T7 651. Este tratamiento comprende un revenido.

En el marco de la presente invención, se comparó un material de referencia de aleación AA7040 con un porcentaje de recristalización del 20 % con otros dos materiales altamente recristalizados (60 %):

• Plancha laminada a una temperatura más baja, inferior a 420°C, preferiblemente entre 300 y 419 °C, más preferiblemente entre 305 y 350 °C y en algunos casos en torno a los 315 °C.

• Plancha con un contenido de Zr más bajo: 0,06 % en lugar del 0,11 % en peso.

5 El porcentaje de recristalización por sí solo influye poco en las regiones cercanas al umbral. Las curvas nominales son algo diferentes a causa de un efecto de cierre inducido por la rugosidad, y el trayecto de la fisura es más tortuoso.

10 Además, los inventores de la presente observaron una diferencia interesante al comparar el material de referencia con los materiales que tenían un contenido bajo de Zr. Estos últimos presentan unas velocidades de propagación de las fisuras significativamente menores dentro de un intervalo de ΔK bastante grande: de 8 a 20 MPa \sqrt{m} , donde no se observó ningún efecto de cierre. Esta diferencia podría deberse a un efecto intrínseco de la microestructura del material con bajo contenido de Zr. Este comportamiento se esquematiza en el dibujo 7.

15 Los granos recristalizados del material con bajo contenido de Zr son probablemente de mayor tamaño. Se propone laminar este material en frío para obtener una microestructura comparable en términos granulométricos y, a continuación, probar su resistencia a la propagación de las fisuras por fatiga.

20 Las planchas según la invención pueden utilizarse, en particular, en forma de planchas gruesas, para fabricar elementos estructurales destinados a la construcción aeronáutica.

La presente invención se ilustra mediante los ejemplos siguientes. Sin embargo, dichos ejemplos no tienen un carácter limitativo.

25 **Ejemplos**

1) Procedimiento experimental

A) Material

30 Todas las muestras se obtuvieron de planchas de aleación 7040 de 100 mm de grosor que habían sido transformadas con maquinaria industrial. Los números de cada plancha y su composición química correspondiente se indican en la tabla 1, sus propiedades mecánicas en la tabla 2 y sus porcentajes de recristalización y sus condiciones de transformación en la tabla 3:

35 Tabla 1: Composición química

Plancha nº	Si	Fe	Cu	Mg	Zn	Ti	Zr
856385*	0,035	0,072	1,72	1,89	6,37	0,039	0,111
859188	0,029	0,059	1,59	1,87	6,39	0,021	0,060
859198*	0,031	0,063	1,60	1,91	6,36	0,038	0,113

Tabla 2: Propiedades mecánicas

Plancha nº	K_{IC} [MPa \sqrt{m}]			Resistencia a la tracción [MPa]		
	L-T	T-L	S-L	L	LT	ST
856385	28,8	24,2	26,9	506	501	490
859188	31,6	26,6	26,8	508	504	475
859198	28,3	25,1	25,8	492	492	466

40 * Ejemplos comparativos

Tabla 3: Porcentaje de recristalización y características de transformación

Material	Plancha nº	% recrist.		Principales características
		E/4	E/2	
% recrist. bajo (referencia)	856385	20%	17%	Temperatura de laminado típica (salida en torno a 430 °C) y concentración de Zr típica del 0,11 %
% recrist. elevado	859198	60%	55%	Temperatura de salida de laminado más baja: 315 °C, Zr típico
	859188	60%	58%	Concentración de Zr menor: 0,06 %, temperatura de laminado típica (salida a alrededor de 455 °C)

45 Los porcentajes de recristalización (% recrist.) se midieron mediante análisis de imágenes micrográficas. La plancha nº 856385 era representativa de una producción industrial corriente y, en general, puede considerarse como una referencia: química y transformación estándar. Con el objetivo de estudiar la influencia del porcentaje de

recristalización en la RPFF, la plancha 856385 se comparó con otras dos placas cuyos porcentajes de recristalización eran significativamente más elevados:

• La plancha n° 859198 se laminó a una temperatura más baja. Este laminado modificado se traduce en una energía acumulada mayor y, por tanto, favoreció una recristalización más marcada durante el tratamiento térmico en solución ulterior;

• La plancha n° 859188 tenía una concentración mucho menor de zirconio y, por tanto, una cantidad de dispersoides menor para inhibir la cristalización por anclaje en los límites de los granos.

Todas las muestras se probaron en el revenido T7651. Las tres planchas tienen propiedades mecánicas estáticas y propiedades de tenacidad comparables. Además, se compararon los porcentajes de recristalización mediante análisis de imágenes con la aplicación informática Imagetool™. Las medidas micrográficas se efectuaron en los planos L-ST después de un ataque con ácido crómico. La precisión de esta caracterización se acerca al 2 %.

B) Caracterización mecánica

Se efectuó una definición de las características mecánicas estáticas ($R_{p0.2}$, R_m , A) y de la tenacidad. Se midieron los porcentajes de propagación de las fisuras por fatiga (RPFF) al aire según la norma ASTM E647, cuyo protocolo se incorpora íntegramente en la presente a efectos de referencia, con muestras CT50 (véase el dibujo 1). Estos ensayos se realizaron en los sentidos L-T y T-L para los tres materiales. Las muestras se habían extraído de E/4. El material de referencia se probó también a E/2 en sentido L-T.

Las pruebas se realizaron con una frecuencia de carga cíclica de 35 Hz y un coeficiente de carga de 0,1. La longitud de las fisuras por fatiga se controló de forma ininterrumpida utilizando una técnica de conformidad. También se evaluó mediante observación óptica de la superficie de la muestra después de pulirla. El intervalo de intensidad de tensiones umbral de propagación de las fisuras por fatiga, ΔK_{th} , se define arbitrariamente como el intervalo de coeficiente de intensidad de tensiones, ΔK , que corresponde a una velocidad de propagación de la fisura por fatiga, da/dN , de 10^{-10} m/ciclo.

Las pruebas se interrumpieron antes de la fractura final para poder caracterizar el trayecto de la fisura. Para ello, se observó ópticamente la superficie de la muestra después de un ataque con ácido (perpendicularmente al plano de propagación de la fisura). Después de los ensayos de PFF, se examinaron al microscopio electrónico de barrido las morfologías superficiales tras la fractura. Se aplicó sistemáticamente una corrección debida al efecto de cierre, con el fin de racionalizar las diferencias observadas.

2) Resultados

- A) Material de referencia
- B)

El dibujo 2 muestra la propagación de la fisura por fatiga al aire a través del material de referencia (% recrist. bajo), (a) influencia del emplazamiento de la muestra (E/2 con respecto a E/4), (b) influencia de la orientación de la muestra (L-T con respecto a T-L), las curvas marcadas como "efectivas" tienen en cuenta la corrección del efecto de cierre. Todos los ensayos se realizaron con un coeficiente de carga R de 0,1.

En el dibujo 2 no se observó ningún efecto significativo de la orientación o del emplazamiento de la muestra. A escala macroscópica, el trayecto de la fisura parece muy regular y poco tortuoso en los tres casos. Las superficies de fractura presentan comportamientos comparables (véase el dibujo 3). La fractura sigue un trayecto principalmente transgranular, con un gran número de facetas. También se observaron algunas deslaminaciones de compuestos intermetálicos gruesos y límites de granos.

Además, los trayectos de las fisuras en las regiones cercanas al umbral resultaron más planos, con facetas más grandes.

Véase el dibujo 3, que muestra la caracterización al MEB de las superficies de fractura del material de referencia, probado en el sentido L-T a E/4 ($\Delta K = 6 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, $da/dN = 1,6 \cdot 10^{-8}$ m/ciclo).

- B) Material laminado a baja temperatura

El dibujo 4 muestra la propagación de la fisura por fatiga (medida al aire) a través de un material laminado a una temperatura de laminado (TL) baja (% recrist. elevado) en el sentido L-T. Esto se comparó con el material de referencia (% recrist. bajo). Todos los ensayos se realizaron con un coeficiente de carga R de 0,1.

Se observó una ligera diferencia al comparar las curvas nominales de los materiales de referencia y con una TL baja en la región cercana al umbral. Esta diferencia desapareció al incluir la corrección del cierre (véanse las curvas

"efectivas" en el dibujo 4). Así pues, podemos achacar esta ligera diferencia nominal a un efecto de cierre inducido por la rugosidad (trayecto más tortuoso de la fisura).

C) Material con bajo contenido de Zr

- 5 Los resultados de los ensayos de PFF en el intervalo con menor contenido de Zr se presentan en el dibujo 5. Las velocidades de propagación de las fisuras son más bajas, si se comparan con las del material de referencia, en un intervalo de ΔK más amplio: de 4 a 20 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$.
- 10 Parece plausible que esta diferencia pueda deberse a un efecto de cierre inducido por la rugosidad en el intervalo de ΔK de 1,2 a 8 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$. De hecho, el trayecto de la fisura es más tortuoso para el material con poco contenido de Zr (véase el dibujo 6). Las superficies de fractura son principalmente transgranulares, igual que para los otros dos materiales, y presentan una gran cantidad de fisuras secundarias.
- 15 A pesar de todo, no aparece ningún efecto de cierre en el intervalo de ΔK de 8 a 20 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$: las curvas nominales y "efectivas" se superponen. Esto tiende a indicar que la diferencia en comparación con el material de referencia en este intervalo de ΔK es debida a un efecto intrínseco de la microestructura del material con bajo contenido de Zr. El dibujo 7 presenta una esquematización de este comportamiento.
- 20 Se observa un comportamiento similar en la orientación T-L. Sin embargo, las diferencias son más pequeñas.
- El dibujo 5 muestra la propagación de la fisura por fatiga al aire a través del material con bajo contenido de Zr (% recrist. elevado) en el sentido L-T. Comparación con el material de referencia (% recrist. bajo). Todos los ensayos se realizaron con un coeficiente de carga R de 0,1.
- 25 El dibujo 6 muestra una comparación del trayecto de las fisuras cerca del umbral para los materiales de referencia (a) y con bajo contenido de Zr (b). Muestras probadas en la orientación L-T, a E/4.
- 30 El dibujo 7 es un esquema de las diferencias de RPFf entre los materiales de referencia y con bajo contenido de Zr. (Curva de la derecha: material con bajo contenido de Zr. Curva de la izquierda: material de referencia).
- 35 La presente invención permite, entre otras cosas, comprender los efectos del porcentaje de recristalización en la resistencia a la propagación de las fisuras por fatiga en el caso particular de la aleación 7040. Para ello, se comparó un material de referencia con un porcentaje de recristalización del 20 % con otros dos materiales altamente recristalizados (60 %). Los materiales se trataron de la manera siguiente:
- Placa laminada a una temperatura más baja, de unos 315 °C en lugar de 420 °C,
 - Placa con un contenido de Zr más bajo: 0,06 % en lugar del 0,11 % en peso.
- 40 En primer lugar, podemos concluir que el porcentaje de recristalización por sí solo tiene un efecto mínimo en las regiones cercanas al umbral: las curvas nominales son ligeramente diferentes a causa de un efecto de cierre inducido por la rugosidad. De hecho, el trayecto de la fisura es más tortuoso.
- 45 Además, se detectó una diferencia interesante al comparar un material de referencia con un material con bajo contenido de Zr. Este último presenta una velocidad de propagación de las fisuras significativamente menor en un intervalo de ΔK más amplio: de 8 a 20 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$, donde no se observa ningún efecto de cierre. Esta diferencia podría deberse a un efecto intrínseco de la microestructura del material con bajo contenido de Zr.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Plancha con un grosor superior a 6 mm de aleación de Al-Zn-Cu-Mg, que posee entre un 0,05 y un 0,09 % en peso de Zr, y que presenta un porcentaje de recristalización superior al 35 % a un cuarto del espesor, siendo dicha plancha de aleación AA7040.
2. Plancha según la reivindicación 1 donde el Zr está presente en una cantidad comprendida entre el 0,05 y el 0,07 % en peso.
- 10 3. Plancha según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 2 que presenta un porcentaje de recristalización superior al 50 % a un cuarto del espesor.
- 15 4. Plancha según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3 donde la velocidad de propagación de las fisuras por fatiga es inferior a 10^{-4} mm/ciclo a $\Delta K = 10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ para un ensayo efectuado con $R = 0,1$ en el sentido L-T y en el emplazamiento E/4.
5. Plancha según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4 que se caracteriza por ser $K_{IC(L-T)} > 30 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.
- 20 6. Plancha según la reivindicación 5 que se caracteriza por ser $K_{IC(T-L)} > 25 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ y, preferiblemente, por ser $K_{IC(S-L)} > 25 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.
7. Plancha según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6 que se caracteriza por tener un grosor de, al menos, 15 mm.
- 25 8. Procedimiento de fabricación de una plancha según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7 que comprende el laminado en caliente de una pieza bruta de dicha plancha a una temperatura inferior a 420 °C.
9. Procedimiento según la reivindicación 8 según el cual la plancha se somete a un revenido de tipo T7651.
- 30 10. Uso de una plancha según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7 o una plancha creada con el procedimiento de la reivindicación 8 o 9 para la fabricación de elementos estructurales para la construcción aeronáutica.

FIGURA 1

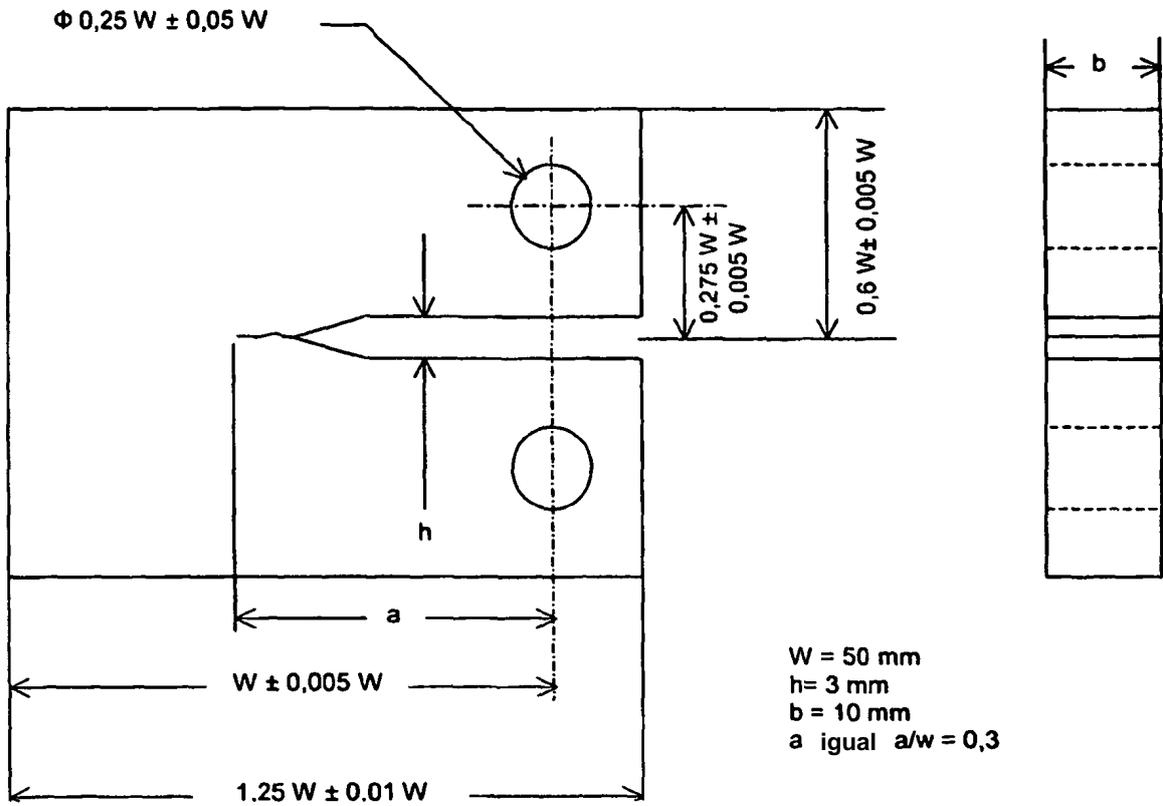
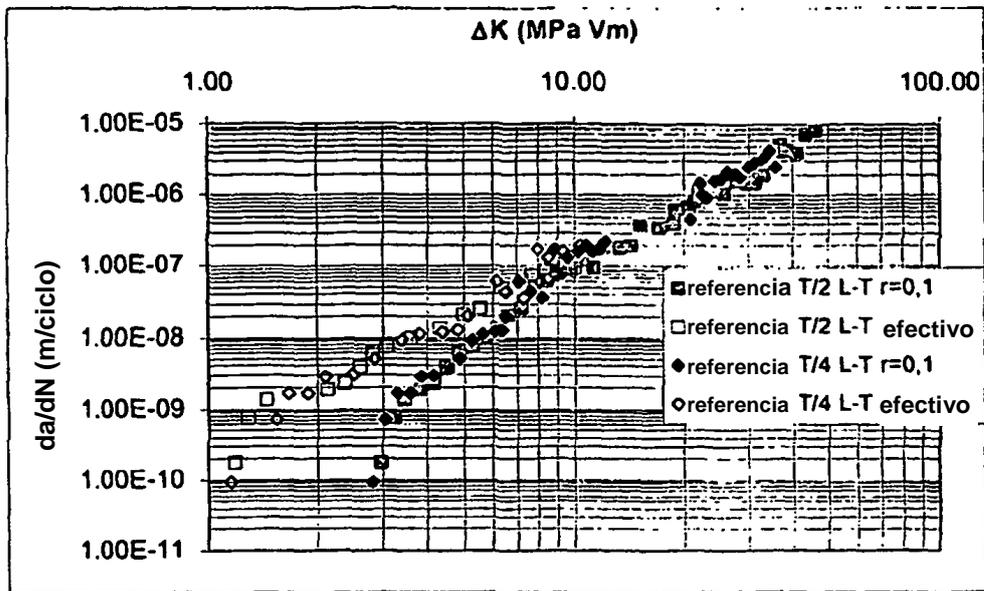
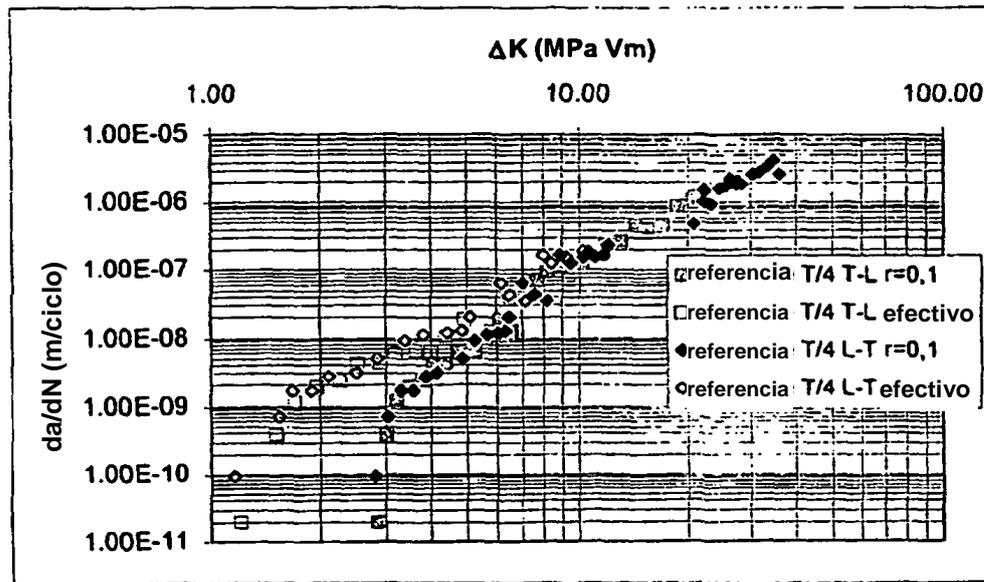


FIGURA 2



a)



b)

FIGURA 3

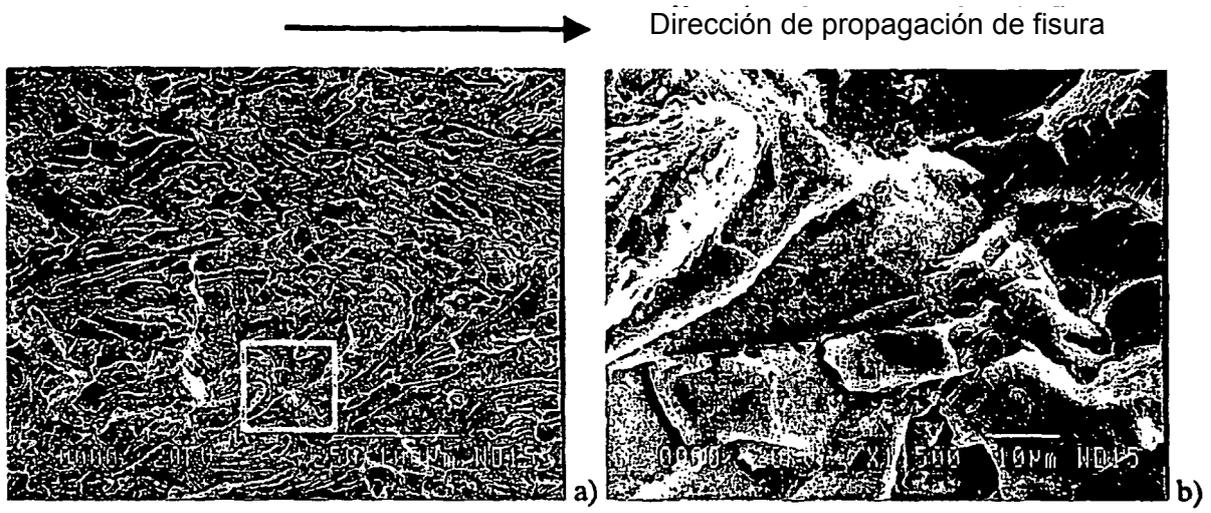


FIGURA 4

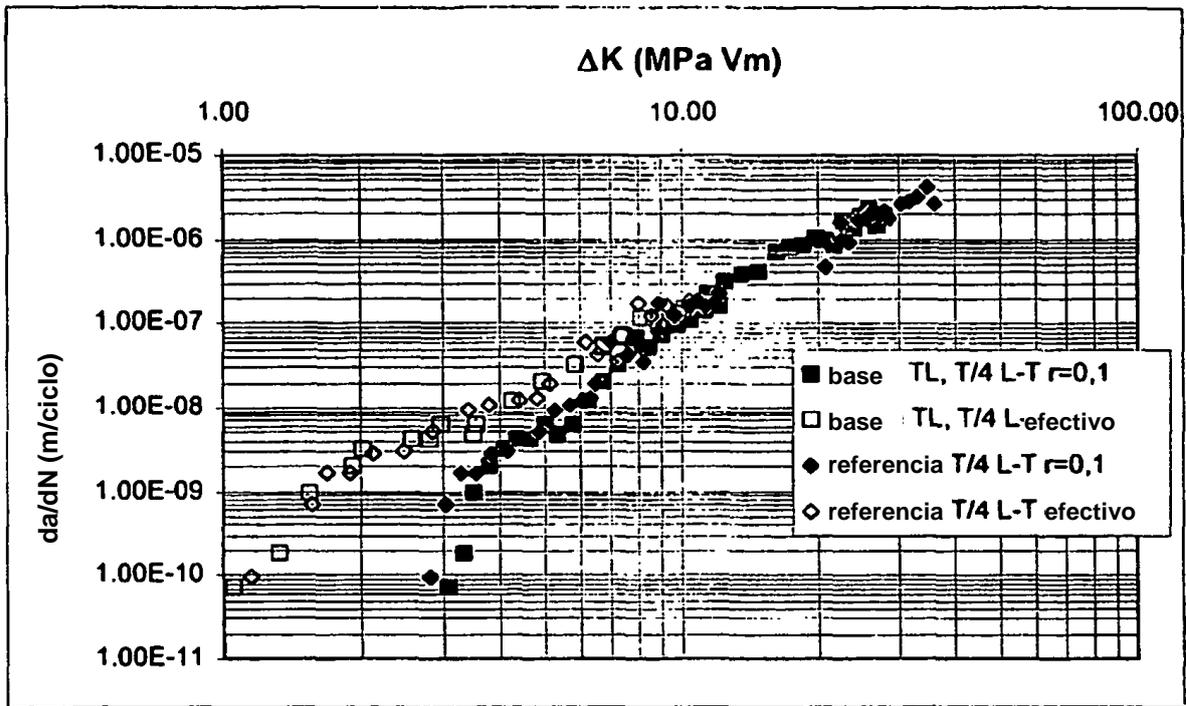


FIGURA 6

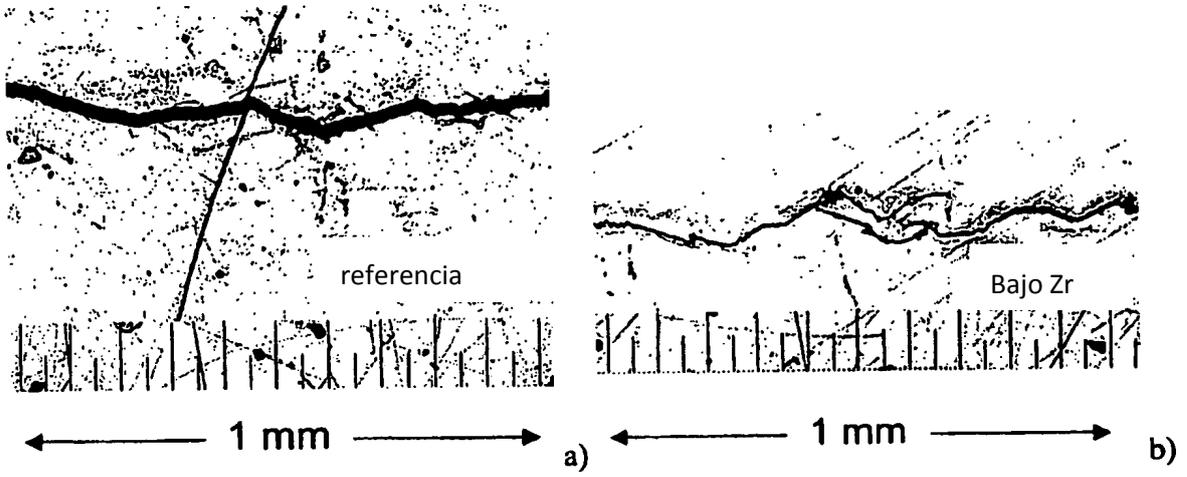


FIGURA 7

