

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4954369号

(P4954369)

(45) 発行日 平成24年6月13日(2012.6.13)

(24) 登録日 平成24年3月23日(2012.3.23)

(51) Int.Cl.

F I

C 2 2 F 1/047 (2006.01)

C 2 2 F 1/047

C 2 2 C 21/06 (2006.01)

C 2 2 C 21/06

C 2 2 F 1/00 (2006.01)

C 2 2 F 1/00 6 O 2

C 2 2 F 1/00 6 3 O A

C 2 2 F 1/00 6 3 O B

請求項の数 1 (全 15 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2000-589749 (P2000-589749)  
 (86) (22) 出願日 平成11年12月17日 (1999.12.17)  
 (65) 公表番号 特表2002-533570 (P2002-533570A)  
 (43) 公表日 平成14年10月8日 (2002.10.8)  
 (86) 国際出願番号 PCT/EP1999/010188  
 (87) 国際公開番号 W02000/037696  
 (87) 国際公開日 平成12年6月29日 (2000.6.29)  
 審査請求日 平成18年9月21日 (2006.9.21)  
 審判番号 不服2010-21138 (P2010-21138/J1)  
 審判請求日 平成22年9月21日 (2010.9.21)  
 (31) 優先権主張番号 98204310.1  
 (32) 優先日 平成10年12月18日 (1998.12.18)  
 (33) 優先権主張国 欧州特許庁 (EP)  
 (31) 優先権主張番号 99200159.4  
 (32) 優先日 平成11年1月21日 (1999.1.21)  
 (33) 優先権主張国 欧州特許庁 (EP)

(73) 特許権者 507108003  
 アレリス、アルミナム、コブレンツ、ゲゼ  
 ルシャフト、ミット、ベシュレンクテル、  
 ハフツング  
 A L E R I S A L U M I N U M K O B  
 L E N Z G M B H  
 ドイツ連邦共和国コブレンツ、カール-シ  
 ュペター-シュトラッセ、10  
 (74) 代理人 100117787  
 弁理士 勝沼 宏仁  
 (74) 代理人 100091487  
 弁理士 中村 行孝  
 (74) 代理人 100107342  
 弁理士 横田 修孝

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 アルミニウム-マグネシウム-リチウム合金製品の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

(a) 重量 % で

4 . 3 - 5 . 5 の M g、1 . 0 - 2 . 2 の L i、0 . 2 - 1 . 0 の Z n、0 . 0 2 - 0 . 5 の M n、0 . 1 5 迄の F e、0 . 1 2 迄の S i、および0 . 0 1 - 0 . 0 8 の S c、 0 . 0 2 - 0 . 1 5 の Z r、 0 . 0 0 2 - 0 . 1 0 の 10B e からなる群から選ばれる、合計で 0 . 0 2 - 0 . 5 の元素、および残部であるアルミニウムと不可避不純物からなり、該不純物元素が最大 0 . 0 5 % で存在し、該不純物の合計が最大 0 . 1 5 % であるもの

からなるアルミニウム合金を準備し、

(b) このアルミニウム合金をインゴットに鑄造し、

(c) このインゴットを予熱し、

(d) この予熱したインゴットを 長さ方向と幅方向の双方で熱加工した中間製品に熱圧延し、

(e) この熱加工中間製品を、長さ方向と幅方向の双方で、少なくとも 1 5 % の厚さ縮小率からなる最終の所望の製品ゲージ迄冷圧延し、

(f) この冷圧延製品を 465 から 565 の温度範囲で 0.15 から 8 時間の範囲の均熱時間の間溶体化処理し、

(g) この溶体化処理した製品を溶体化処理温度から 150 以下に少なくとも 0.2 / 秒の冷却速度で冷却し、

(h) 冷却した製品をエージングして、少なくとも L - 及び L T - 方向に 260 MPa あるいはそれ以上の最小降伏強度及び 400 MPa あるいはそれ以上の最小の引っ張り強さと、L - 方向と 45° で 230 MPa あるいはそれ以上の最小降伏強度および 380 MPa あるいはそれ以上の最小引っ張り強さとを持つ

### ち、そして更に、400 mm 幅の CCT-パネルについて 80 MPa $\sqrt{m}$

10

あるいはそれ以上の最小の T - L 破壊靱性 K<sub>IC</sub> を持つシートまたは薄板製品を提供するステップからなる、アルミニウム - マグネシウム - リチウム製品の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

(発明の分野)

本発明は、機械的性質の異方性の少ないアルミニウム - マグネシウム - リチウム製品を製造する方法に関し、更に本発明は、得られる製品の航空機の構造部品への使用に関する。

【0002】

本発明の目的には、シート材料は、1.3 mm (0.05 インチ) 以上で 6.3 mm (0.25 インチ) 以下の厚さを持つ圧延品として理解されるものとする。また、「アルミニウムの標準とデータ」、Aluminium Association、5 章、用語、1997 も参照されたい。薄板材料は、6.3 mm 以上で、12 mm 以下の厚さを持つ圧延品として理解されるものとする。

20

【0003】

鋳造インゴットまたはスラブは、定義により長さ (通常、(半)連続鋳造の場合鋳造方向)、幅及び厚さを持ち、そこで幅が厚さに等しいか、あるいは大きい 3 次元の物体である。

【0004】

(関連技術の説明)

合金化元素としてのリチウムをアルミニウム合金に添加する結果として、有益な機械的性質が得られることはよく知られている。アルミニウム - リチウム合金は、密度を著しい程度低減させる一方で、剛性と強度の改良を示す。結果として、これらのタイプの合金は、航空機と航空機・ロケット用途で構造材料として有用性を有する。公知のアルミニウム - リチウム合金の例は、英国 (British) 合金の AA8090、米国 (American) 合金の AA2090 及び AA2091、及びロシア (Russian) 合金の 01420 を含む。

30

【0005】

アルミニウム - リチウム合金とアルミニウム - マグネシウム - リチウム合金の双方について、特に機械的性質と破壊靱性の異方性の点で問題が存在する。T - L 方向での破壊靱性値が主方向、すなわち L - T 方向での破壊靱性値よりも著しく低い傾向がある。

40

【0006】

従来技術の文献に見られる Al - Li 合金のいくつかの他の開示が下記に挙げられる。

【0007】

WO - 92 / 03583 は、低密度を持ち、航空機と航空機・ロケットの機体構造体において有用である合金を提案している。この組成物は、重量 % で

0.5 - 10.0、好ましくは 7.0 - 10.0 の Mg、

0.5 - 3.0、好ましくは 1.0 - 1.5 の Li、

0.1 - 5.0、好ましくは 0.3 - 1.0 の Zn、

0.1 - 2.0、好ましくは 0.3 - 1.0 の Ag、

残余のアルミニウム

50

であり、但し、合金化元素の合計量は12.0を超えず、更にMgが7.0から10.0の範囲である場合には、Liは2.5%を超えることができず、そしてZnは2.0%を超えることができない。

#### 【0008】

上記合金は必須の量の銀を含む。このアルミニウム合金の圧延製品を製造するためには、標準加工パラメーターが適用された。

#### 【0009】

GB-A-2146353は、高磁場の作用で困っている構造物、核融合炉などで有用な、高電気抵抗と有用な成形性を持つ合金を提案している。この組成物は、重量%で

1.0-8.0、好ましくは2.0-7.0のMg、

10

0.05-1.0のLi、

0.05-0.20のTi、0.05-0.40のCr、0.05-0.30のZr、0

.05-0.35のV、0.05-0.30のW、0.05-2.0のMnからなる群か

ら選ばれる少なくとも一つの元素、

残余のアルミニウムと偶然に存在する不純物である。

#### 【0010】

更に、0.05から0.50重量%の範囲のBiがこの合金中に含まれてもよい。このアルミニウム合金の圧延製品を製造するためには、標準加工パラメーターが適用された。

#### 【0011】

DE-A-1558491は、上記に引用した1420合金のためのロシア合金開発品を開示し、この合金は、重量%で

20

4-7のMg、

1.5-2.6のLi、

0.05-0.3のZrあるいは0.05-0.15のTi、

0.2-1.0のMn、

残余のアルミニウムと不純物を含有する。

#### 【0012】

JP-A-61227157は、Al-Liとその製造方法を開示し、開示された合金は、重量%で

1.0-5.0のLi、

30

0.05-0.3のZr、0.05-0.3のCr、0.05-1.5のMn、0.05

-0.3のV、0.005-0.1のTiからなる群から選ばれる一つあるいはそれ以上

、

残余のアルミニウム

からなる。

#### 【0013】

このアルミニウム合金の圧延製品を製造するためには、標準加工パラメーターが適用された。

#### 【0014】

(発明の要約)

40

アルミニウム-リチウム合金及びアルミニウム-マグネシウム-リチウム合金の破壊靱性に関する欠点に鑑みて、これらのタイプの合金に対してT-L破壊靱性を改良する方法を提供するニーズが高まっている。このニーズに応えて、本発明は、アルミニウム-マグネシウム-リチウムの合金破壊靱性をT-L方向で顕著に増大させ、それによって更に民間用途、特に、航空機の構造部品としての使用への適性を改善する方法を提供する。

#### 【0015】

本発明によれば、(a)重量%で3.0-6.0のMg、0.4-3.0のLi、2.0迄のZn、1.0迄のMn、0.5迄のAg、0.3迄のFe、0.3迄のSi、0.3迄のCuからなり、0.02-0.5が0.010-0.40のSc、0.010-0.25のHf、0.010-0.25のTi、0.010-0.30のV、0.0

50

10 - 0.20 の Nd、0.020 - 0.25 の Zr、0.020 - 0.25 の Cr、0.005 - 0.20 の Y、及び 0.0002 - 0.10 の Be からなる群から選ばれ、そして残りが本質的にアルミニウムと偶然に存在する元素と不純物からなるアルミニウム合金を準備し、

(b) このアルミニウム合金をインゴットに鋳造し、

(c) このインゴットを予熱し、

(d) この予熱したインゴットを熱加工した中間製品に熱圧延し、

(e) この熱加工中間製品を長さ方向の双方に少なくとも 15% の合計の冷圧延縮率で圧延製品に冷圧延し、

(f) この冷圧延製品を 465 から 565 の温度範囲で 0.15 から 8 時間の範囲の均熱時間の間溶体化処理し、

(g) この溶体化処理された製品を溶体化処理温度から 150 以下に少なくとも 0.2 / 秒の冷却速度で冷却し、

(h) 冷却した製品をエージングして、260 MPa あるいはそれ以上の最小降伏強度及び少なくとも L - 及び LT - 方向に 400 MPa あるいはそれ以上の最小引っ張り強さと、L - 方向と 45° で 230 MPa あるいはそれ以上の最小降伏強度または 380 MPa あるいはそれ以上の最小引っ張り強さを持ち、そして更に、400 mm 幅の中心にクラックを付けた (Centre Crack)

【0016】

【外2】

d) 破壊靱性試験パネル (CCT-パネル) について 80 MPa $\sqrt{m}$  あるいはそ

【0017】

れ以上の最小の T - L 破壊靱性  $K_{IC}$  を持つシートまたは薄板製品を提供するステップからなる、機械的性質の異方性の少ないアルミニウム - マグネシウム - リチウム製品の製造方法が提供される。

【0018】

本発明の方法により、性質がコイル製造ルートにおいて製造されるよりも更に等方性である、示したような機械的性質の指示したタイプのシート製品または薄板製品を提供することが可能である。特に、この方法により得られる製品の T - L 方向での関連の性質の改良が可能となる。また、この方法の更なる利点は、それにより慣用のコイル製造経路と比較して更に幅広のシート製品、例えば 2.5 メートル幅迄の製造が可能になることである。本発明による方法の実施形態においては、得られる製品は、クラッドを付与されてもよい。このようなクラッド製品は、下記に更に詳細に説明するようにアルミニウム - マグネシウム - リチウム基合金のコアを使用し、通常、高純度 (コア中よりもアルミニウムのパーセンテージが高い) であり、特に外観と腐食を改善する、コアの少なくとも一つの側のクラッドがコアを保護する。このクラッドは、限定するものでないが、本質的に非合金化アルミニウムまたは 0.1 あるいは 1% 以下のすべての他の元素を含有するアルミニウムを含む。ここで 1xxx - タイプシリーズと名付けられたアルミニウム合金は、1000 - タイプ、1100 - タイプ、1200 - タイプ及び 1300 - タイプのサブクラスを含めて、すべてのアルミニウム協会 (Aluminium Association) (AA) の合金を含む。加えて、亜鉛 (0.8 から 1.3%) を含有する AA 合金 7072 は、クラッドとして機能することができ、通常、1% 以上の合金化添加物を含有する 6003 または 6253 等の AA 6000 シリーズ合金の合金は、クラッドとして機能することができる。コア合金に特に十分な総合的な腐食保護を提供する限り、他の合金もクラッドとして有用であることができる。クラッド層は、通常、コアよりも薄く、各々は合計の複合体の厚さの 0.5 から 15 または 20 また可能性としては 25% を構成する。クラッド層は、通常、合計の複合体厚さのほぼ 0.5 から 12% を更に構成する。

【0019】

熱圧延に先立つ鑄造インゴットの予熱は、通常、360から500の範囲の温度で一段あるいは多段で行われる。いずれの場合においても、予熱は、鑄造したままの材料中の合金化元素の偏析を減少させ、Li等の可溶性の元素を溶解する。処理を360以下で行う場合には、得られる均質化効果は不適當である。更には、インゴットの変形抵抗の実質的な増加により、360以下の温度に対しては工業的な熱圧延は困難である。上記の処理の好ましい時間は、1と24時間の間、好ましくは5と20時間の間、そして更に好ましくは8と15時間の間である。予熱は、好ましくは400から470の、更に好ましくは410から450の、そして最も好ましくは420から440の範囲の温度で行われる。

#### 【0020】

通常、熱圧延に先立ち、インゴットの鑄造表面近くの偏析ゾーンを除去するために、クラッド製品と非クラッド製品の双方の圧延面をはぎとる。本発明による方法の熱圧延法は、好ましくは予熱したインゴットの長さ方向と幅方向の双方での熱圧延を含む。熱圧延工程時、圧延方向を1回以上交互に変更することができる。この熱圧延は、好ましくは270から470の温度範囲で行われる。最終熱圧延ステップの後、製品が270以上の、好ましくは300以上の、そして更に好ましくは330以上の温度を持つならば、最終製品の性質に対して有益であることが判明した。初期の第1の熱圧延ステップの後、中間熱圧延製品は、好ましくは360から470の範囲、更に好ましくは410から450の、そして最も好ましくは420から440の範囲の温度迄1から24時間再加熱される。更に好ましい均熱時間は、5から20時間の範囲、そして更に好ましくは7から15時間の範囲である。所望の中間ゲージが得られる迄、熱圧延の以降の各ステップに対してこの再熱処理は繰り返される。この熱圧延法を用いて、最終製品の更に等方性構造体であるような、機械的性質の更なる改良が得られる。

#### 【0021】

本発明による熱圧延工程時に必要な場合には、長さ方向と幅方向の双方に熱圧延が可能なように、中間製品をサブ製品に切断することができる。

#### 【0022】

好ましくは、熱圧延中間製品は、冷圧延に先立ち、焼きなましされて、作業性を向上する。この焼きなまし処理は、好ましくは360から470の、そして更に好ましくは380から420の範囲の温度で行われる。焼きなましの均熱時間は、0.5から8時間までの、好ましくは0.5から3時間までの範囲である。この焼きなましされた中間製品は、好ましくは空気冷却を用いて150以下迄冷却される。

#### 【0023】

本発明により圧延シート製品を製造するためには、製品は、長さ方向と幅方向の双方で、少なくとも15%の厚さ縮小率からなる最終の所望の製品ゲージ迄この製品を冷圧延することにより冷時加工される。冷圧延時の実際的な最大厚さは、シートまたは薄板のクラック発生のために中間焼きなまし無しで約90%である。好ましくは、冷圧延度は、各ステップで20から50%であり、好ましくは各ステップで20から40%である。上記に示したような冷圧延法を用いて、特に異方性の低減の改良が機械的性質において得られ、また更に特に降伏強度、引っ張り強さ及び伸びについて良好なバランスがL-方向に45°で得られた。

#### 【0024】

冷圧延時、圧延製品は、処理または中間焼きなましにかけて、冷圧延製品の作業性を改良してもよい。中間焼きなましは、好ましくは300から500までの、更に好ましくは350から450までの、そして最も好ましくは380から410までの範囲の温度で行われる。中間焼きなましの均熱時間は、0.5から8時間までの、そして好ましくは0.5から3時間までの範囲であり、その後は、製品は空気冷却により冷却される。

#### 【0025】

次に、本発明の冷圧延シート製品は、通常、465から565までの、好ましくは490から540までの範囲の温度で0.15から8時間までの範囲の均熱時間、好まし

10

20

30

40

50

くは 0.5 から 3 時間までの、そして更に好ましくは 0.8 から 2 時間までの均熱時間の間溶体化処理され、その間に、過剰な相はその温度で最大限溶解する。

【0026】

最終製品及びその製品を形成する場合の操作に必要な望まれる強度と破壊靱性を更に付与するためには、この製品は、通常急速な空気冷却により、少なくとも 0.2 / 秒の冷却速度、また好ましくは少なくとも 1 / 秒の冷却速度を用いて、150 以下迄冷却されなければならない。比較的高い均熱温度と比較的長い均熱時間と指示された冷却速度の組み合わせによって、望ましい機械的性質の点で改良が得られ、特に、この処理は破壊靱性  $K_{IC}$  と最終製品の伸びに対して有益である。得られる製品は、本質的にタイプ - A のルーダーライン (Luder-line) がないことも判明した。また、更には、得られる製品の熱安定性が改善される。

10

【0027】

焼きなましされた製品を冷却した後、また人工なエージングに先立って、製品を好ましくは室温で、元の長さの 3 % 以下の量で延伸してもよく、あるいは元の長さの 3 % 以下の延伸と同等の有効な効果をその製品に付与するように加工あるいは変形してもよい。好ましくは、延伸は、元の長さの 0.3 から 2.5 % までの、更に好ましくは、0.5 から 1.5 % までの範囲である。言及される加工効果は、圧延及び鍛造並びに他の加工操作を含むことを意味する。本発明の製品の延伸により、その中の残存応力が除去され、製品の平坦性が改良され、そして、またエージング応答も改良されることが判明した。

【0028】

20

本発明の方法における好適な人工的なエージング工程は、ここに引用により入れられている国際特許出願番号 WO - 99 / 15708 に述べられている。

【0029】

マグネシウムを 2 から 8 % の範囲で含む Al - Mg 合金シートであって、このシートが延伸後タイプ - A のルーダーラインがないものを提供する方法が US - A - 4,151,013 から公知であることをここで述べなければならず、これは、

(a) このシートを 455 - 565 、(850 から 1050 °F) の範囲、好ましくは 480 - 510 (900 から 950 °F) の範囲の温度迄 0.5 から 10 分間の均熱時間の間加熱し、

(b) このシートを 175 (350 °F) 以下迄予め決めた冷却速度 Q で冷却し、

30

(c) このシートを元の長さの 0.25 から 1 % 延伸することからなる。

【0030】

しかしながら、この特許は、Al - Mg - Li 合金についてのこの方法の使用を述べていず、更には本発明の方法で説明するような 0.15 から 8 時間の範囲の更に長い均熱時間により、タイプ - A のルーダーラインを回避することもでき、更に最終製品の破壊靱性  $K_{IC}$  と伸びの値の改良を得るかもしれないことを述べていない。また、クラック伝播抵抗の改良を得ることができることを述べなかった。

【0031】

製品は、加工し、焼きなましした後、エージングして、航空機部材に極めて望まれる、強度と破壊靱性とクラック伝播抵抗の組み合わせを得てもよい。製品は、通常、外気温度で自然エージングか、あるいは人工エージングして、この組み合わせを得てもよい。シートまたは成形製品を 65 から 205 の範囲の温度に降伏強度を更に増大させるのに十分な時間だけ置くことにより、これを行うことができる。

40

【0032】

更に、本発明により形成された製品を、当業界でよく知られている通常のアンダーエージング処理のいずれかにかけてもよいことが判るであろう。また、ここでは 1 段のエージングに言及したが、2 あるいは 3 段のエージング等の多段エージングも考慮に入れられていて、このような多段エージングの一部の前あるいは後でそれと同等の加工の延伸を使用してもよい。

50

## 【0033】

本発明の方法の好ましい実施形態では、得られる製品は、400mm幅のCC

## 【0034】

## 【外3】

T-パネルについて、90MPa・√m あるいはそれ以上の、そして更に好ましくは95MPa・√m あるいはそれ以上の最小T-L破壊靱性K<sub>co</sub>を有する。

## 【0035】

米国をベースとする文献においては、材料のK<sub>co</sub>は、しばしばK<sub>app</sub>または見掛けの破壊靱性と呼ばれる。

10

## 【0036】

本発明の方法の好ましい実施形態においては、得られる製品は、少なくともL-及びLT-方向で430MPaあるいはそれ以上の最小引っ張り強さを有し、更に好ましくはこれらの指示された方向で450MPaあるいはそれ以上の最小引っ張り強さを有する。L方向に対して45°で好ましい最小引っ張り強さは、390MPaあるいはそれ以上、そして更に好ましくは400MPaあるいはそれ以上である。

## 【0037】

本発明の方法の好ましい実施形態においては、得られる製品は、少なくともL-及びLT-方向で300MPaあるいはそれ以上の最小降伏強度、そして更に好ましくはこれらの指示した方向で315MPaあるいはそれ以上の、そして最も好ましくは330MPaあるいはそれ以上の最小降伏強度を有する。L方向に対して45°で好ましい最小降伏強度は、250MPaあるいはそれ以上、そして更に好ましくは260MPaあるいはそれ以上、そして更に好ましくは270MPaあるいはそれ以上である。

20

## 【0038】

本発明の方法の更なる実施形態においては、得られる製品は、L方向で400MPaあるいはそれ以上最小降伏強度、そしてLT-方向で370MPaあるいはそれ以上の、そしてL-方向に対して45°で330MPaあるいはそれ以上の最小降伏強度を有する。

## 【0039】

本発明の方法により得られるアルミニウム-マグネシウム-リチウムベースの製品の合金化元素を限定する理由は下記に記述される。すべての組成のパーセントは重量による。

30

## 【0040】

Mgは、製品中の主要な強化用元素であり、密度を増加させない。3.0%以下のMgレベルは、必要とされる強度を付与せず、添加が6.0%を超えると、製品の鋳造及び熱圧延時にひどいクラック発生が起こることがある。Mgの好ましいレベルは、加工性と強度の妥協として、4.3と5.5%の、そして更に好ましくは4.7と5.3%の間である。

## 【0041】

また、Liも必須の合金化元素であり、製品に低密度、高強度、良好な溶接性、及び極めて良好な自然エージング応答を付与する。好ましいLiレベルは、加工性と強度の妥協として、1.0から2.2%までの、更に好ましくは1.3から2.0%までの、そして最も好ましくは1.5から1.8%までの範囲である。

40

## 【0042】

合金化元素としての亜鉛は、本発明の製品中に存在してもよく、改良された沈殿硬化応答と腐食性能を提供する。1.5%以上の亜鉛レベルは、良好な溶接性能をもたらさず、更に密度を増加させる。亜鉛の好ましいレベルは、0.05-1.5%であり、そして更に好ましくはこのレベルは0.2-1.0%の間である。

## 【0043】

Mnは1.0%迄の範囲で存在してもよい。Mnの好ましいレベルは、0.02から0.5%の範囲、そして更に好ましくは0.02から0.25%の範囲である。この範囲で、

50

添加されたマンガンは、グレイン構造を制御する助けをする。

【0044】

Cuは、機械的性質を著しく増大させることができるが、耐食性を劣化させるので、好ましくは製品に添加されない。Cuレベルは、0.3%を超えてはならず、好ましい最大レベルは0.20%であり、更に好ましくは最大レベルは0.05%である。

【0045】

Scは、0.4%迄の範囲で存在してもよく、製品の強度を改良し、溶接時の熱時クラック感度を低減することにより、製品の溶接性を改良し、結晶化温度を増大させ、グレイン構造の制御能を改良する。好ましい範囲は、強度と加工性の妥協として、0.01%から0.08%まで、更に好ましくは0.02から0.08%までである。スカンジウム、あるいはスカンジウムに加えて、ネオジム、セリウム及びイットリウム、またはこれらの混合物等の類似の効果を持つ元素を、本発明の製品の本質を変えずに使用することができる。

10

【0046】

Zrは、好ましくは再結晶化抑制剤として添加され、好ましくは0.02から0.25%の範囲で、更に好ましくは0.02から0.15%までの、そして最も好ましくは0.05から0.12%までの範囲で存在する。他のグレイン改良剤をアルミニウム-マグネシウム-リチウム合金に使用することができるが、ジルコニウムはこのタイプの合金に最も効果的なものであることが明らかになった。ジルコニウムの代り、あるいはジルコニウムに加えて、クロム、マンガン、ハフニウム、チタン、ホウ素、バナジウム、チタンニホウ化物、またはこれらの混合物等の類似の効果を持つ元素を本発明の製品の本質を変えずに使用することができる。

20

【0047】

このタイプの合金にしばしば使用される高価な合金化元素の銀を添加してもよい。銀は、約0.5%迄の通常範囲で、好ましくは0.3%迄の範囲で添加することができるが、結果として性質の顕著な増大を生じないこともある。しかし、溶接に極めて有用である時効応答を向上することがある。

【0048】

鉄とケイ素は、各々合計0.3%迄の最大レベルで存在させることができる。これらの不純物は、痕跡量でのみ存在することが好ましく、鉄は最大0.15%に、ケイ素は最大0.12%、そして更に好ましくはそれぞれ最大0.10%及び0.10%に制限される。

30

【0049】

痕跡の元素のナトリウムと水素は、アルミニウム-マグネシウム-リチウム合金の性質(特に、破壊靱性)に有害であると考えられ、例えば、ナトリウムについては15から30 ppm(0.0015-0.0030%)の、そして水素については15 ppm(0.0015%)未満、好ましくは1.0 ppm(0.0001%)未満のオーダーの、実際に到達可能な最低レベルに維持されなければならない。合金の残余は、勿論、アルミニウムと偶然に存在する不純物を含んでなる。通常、各不純物元素は、最大0.05%で存在し、不純物の合計は、最大0.15%である。

【0050】

本発明は、更に、本発明により得られるアルミニウム-マグネシウム-リチウム製品の航空機のスキン等の航空機の構造部品とまた航空機の下部翼スキンの製造への使用から更になり、航空機の機体のスキンに使用され得る。

40

【0051】

(実施例)

本発明は、いくつかの非限定的な実施例により例示される。

【0052】

実施例 1

3つのインゴットを工業的規模で製造し、そのうちの2つを本発明により製造し、1つを比較のために製造した。350×1450×2500 mmの寸法を持つ3つのインゴッ

50

ト A、B 及び C (組成を表 1 に掲げた) を 395 ℃ 迄約 8 時間予熱し、次に幅方向に 15.3 mm の中間厚さ迄熱圧延し、続いて、再度 395 ℃ 迄約 8 時間予熱し、次に長さ方向に 9 mm の中間厚さ迄熱圧延した。熱圧延に続いて、製品を 395 ℃ で 100 分間保持し、続いて空気冷却することにより、熱圧延された中間製品を熱処理する。次のステップにおいて、インゴット A からの材料を本発明によって幅方向に 7.6 mm の中間厚さ迄冷圧延し、一方、インゴット B からの材料を長さ方向に同じ中間厚さ迄冷圧延する。引き続き、インゴット A を長さ方向に 6.1 mm の中間厚さ迄、次に 4.6 mm の最終厚さ迄冷圧延した。冷圧延ステップの間に、中間製品を 395 ℃ で 100 分間中間焼きなましし、続いて空気冷却する。インゴット B 及び C からの材料を最初に、それぞれ長さ及び幅方向に、9 mm から 6.1 mm 迄冷圧延し、熱処理し、次に長さ方向に 6.1 から 4.6 mm 迄冷圧延した。引き続き、インゴット A 及び B 双方の冷圧延材料を 530 ℃ で 1 時間溶体化処理し、次に空気冷却を用いて、約 0.3 ℃/秒の平均冷却速度を可能にすることにより、150 ℃ 以下迄冷却した。一方、インゴット C からの材料を同じ処理にかけたが、480 ℃ で 1 時間溶体化処理した。冷圧延され、溶体化処理されたシートを室温で元の長さの 0.8 % 延伸した。延伸に続いて、最初に 85 ℃ で 6 時間、次に 120 ℃ で 12 時間、次に 100 ℃ で 10 時間からなる 3 ステップのエージング熱処理でシート製品をエージングした。この加工ステップも表 2 に要約する。

#### 【0053】

エージングに続いて、方向の関数としての機械的性質についてシートを試験し、その結果を表 3 と 4 に要約する。すべての結果は試験した 3 つの試料の平均である。引っ張り試験については、試料は、 $I_0 = 5.0 \text{ mm}$ 、 $b_0 = 12.5 \text{ mm}$ 、及び  $d_0 = 4.6 \text{ mm}$  の寸法を有していた。また、更なるシート材料をクラック伝播性能について試験し、T - L 方向についての結果を図 1 に示し、2024 材料についてのマスターカーブの結果と比較する。図 2 は、L - T 方向についてのクラック伝播性能を示し、2024 材料についてのマスターカーブの結果と比較する。また、95 ℃ で 300 時間保持することによりこの材料を熱安定性について試験した。その後、 $K_{IC}$  を T - L 方向のみで試験し、その結果を表 5 に一覧にしてある。

#### 【0054】

#### 【表 1】

表1

インゴット	組成(重量%)								
	Mg	Li	Mn	Fe	Si	Zn	Zr	Sc	Be
A+C	4.90	1.65	0.18	0.08	0.05	0.59	0.08	0.08	0.001
B	4.70	1.50	0.22	0.08	0.04	0.70	0.05	0.05	0.002

#### 【0055】

#### 【表 2】

表2

工程ステップ	インゴットA	インゴットB	インゴットC
予熱	395°C, 8時間		
1回目熱圧延	幅方向で153mm迄		
予熱	395°C, 8時間		
2回目熱圧延	長さ方向で9mm迄		
焼きなまし	395°C, 100分間		
1回目冷圧延	幅7.6mm迄	長さ6.1mm迄	幅6.1mm迄
中間焼きなまし	395°C, 100分間		
2回目冷圧延	長さ6.1mm迄	長さ4.6mm迄	長さ4.6mm迄
中間焼きなまし	395°C, 100分間	--	--
3回目冷圧延	長さ4.6mm迄	--	--
溶体化処理	530°C, 1時間		480°C, 1時間
延伸	元の長さの0.8%		
エージング	85°C, 6時間/120°C, 12時間/100°C, 10時間		

10

20

【 0 0 5 6 】

【 表 3 】

表3

	インゴットA	インゴットB	インゴットC
PS [MPa]			
L	346	319	396
LT	325	306	355
45°	272	231	311
UTS [MPa]			
L	449	476	476
LT	475	475	488
45°	429	391	449
伸び[%]			
L	7.6	8.0	5.8
LT	13.6	13.2	10.0
45°	17.6	28.2	16.0

30

40

【 0 0 5 7 】

【 表 4 】

表4

インゴット	400mmCCTパネルについての $K_{Co}$ [MPa $\sqrt{m}$ ]	
	L-T	T-L
A	90.9	92.7
B	90.7	92.3
C	83.5	86.1

10

【 0 0 5 8 】

【表 5】

表5

インゴット	400mmCCT パネルについての $K_{Co}$ [MPa $\sqrt{m}$ ]	
	前	後
A	92.7	92.7
B	92.3	92.3
C	86.1	80.1

20

【 0 0 5 9 】

更に、このシート材料をルーダーラインの存在について評価し、インゴットA及びBからの双方のシート材料は、タイプ - A 及びタイプ - B のルーダーラインの双方がないことが判明し、一方、インゴットCからの材料は、タイプ - A のルーダーラインの存在を示した。

30

【 0 0 6 0 】

表3の結果から、本発明により製造された材料（インゴットA及びC）は、インゴットBからの材料よりも更に等方性の機械的性質を有することが判る。更に、インゴットA及びCの材料については耐力（PS）は、すべての方向に対して更に大きいことが判る。また、試験方向の関数としての伸びは、インゴットA及びCからの材料についてインゴットBからの材料よりも更にバランスがとれていて、そしてその場合、インゴットAの材料についてのバランスは、インゴットC材料についてよりも良好である。

40

【 0 0 6 1 】

表4の結果から、溶体化処理の温度が高い程破壊靱性が増大することが判る。更には、本発明の方法により製造される材料は、幾分更に改良され、そして更にバランスのとれた破壊靱性さえも有することが判り、これは、適用された圧延法によるものと思われる。

【 0 0 6 2 】

表5の結果から、530 で溶体化処理された材料（インゴットA及びBからの材料）は、良好な熱安定性を有することが判り、この結果は変化しないままである。一方、480 で溶体化処理された材料は、約9%の $K_{Co}$ 値の減少を示す。

50

## 【 0 0 6 3 】

臨界的な T - L 試験方向についての図 1 の結果から、双方の材料は、2 0 2 4 材料に匹敵するか、あるいは更に良好なクラック伝播性能を有することが判る。更には、インゴット A からの材料は、インゴット B からの材料よりも良好な結果を与えることが判る。更には、この臨界的な試験方向については、クラック伝播抵抗性は、溶体化处理の温度が高い程改良されることが判る。

## 【 0 0 6 4 】

L - T 試験方向についての図 2 の結果から、溶体化处理の温度が高い程、材料のクラック伝播抵抗性は著しく改良され得ることが判る。この試験方向においては、インゴット B の材料は、インゴット A 及び C の材料よりも良好な結果を示し、これは、圧延方向によるものであり、また予想と一致する。

## 【 0 0 6 5 】

実施例 2

実施例 1 におけるのと類似の方法で、3 つのインゴット (インゴット D、E 及び F) を工業的規模で製造した。そのうちの 1 つは本発明により製造したものであり、2 つは比較のために製造したものである。3 つのインゴットに対する化学組成は同一であり、表 6 に一覧とされ、そして 3 5 0 × 1 4 5 0 × 2 5 0 0 mm の出発時の寸法を有していた。この加工経路は、実施例 1 のそれと類似性を示し、表 7 に要約されている。冷圧延の後、溶体化处理については、2 つの異なる温度、すなわち、5 3 0 と 5 1 5 を適用した。

## 【 0 0 6 6 】

エージングに続いて、このシートを方向の関数としての機械的性質について試験し、結果を溶体化处理の温度の関数として表 8 に一覧としてある。すべての結果は、試験した 3 つの試料についての平均である。この引っ張り試験については、試料は、 $I_0 = 50 \text{ mm}$ 、 $b_0 = 12.5 \text{ mm}$ 、及び  $d_0 = 4.6 \text{ mm}$  の寸法を有していた。

## 【 0 0 6 7 】

表 8 の結果から、本発明により製造された材料 (インゴット D) は、インゴット E 及び F からの材料よりも更に等方性の機械的性質を有し、更に特に伸びは、更にバランスがとれていることが判る。更には、本発明の方法は、結果として著しく高い耐力レベルをもたらすことが判る。更に、冷圧延後の溶体化处理温度が高い程、エージング後の機械的性質が高いことが判る。

## 【 0 0 6 8 】

## 【表 6】

表6

インゴット	組成(重量%)								
	Mg	Li	Mn	Fe	Si	Zn	Zr	Sc	Be
D/E/F	4.85	1.60	0.22	0.09	0.05	0.70	0.07	0.07	0.001

## 【 0 0 6 9 】

## 【表 7】

10

20

30

40

表7

工程ステップ	インゴットD		インゴットE	インゴットF
予熱	430℃, 8時間			
1回目熱圧延	長さ方向で240mm迄			
予熱	395℃, 8時間			
2回目熱圧延	幅方向で9mm迄			
焼きなまし	395℃, 100時間			
1回目冷圧延	幅7.6mm迄	長さ7.6mm迄	長さ7.6mm迄	
中間焼きなまし	395℃, 100時間			
2回目冷圧延	長さ方向に6.1mm迄		長さ4.6mm迄	
中間焼きなまし	395℃, 100時間		--	
3回目冷圧延	長さ方向に4.6mm迄		--	
溶体化処理	515℃及び530℃, 1時間			
延伸	元の長さの0.8%			
エージング	85℃, 6時間/120℃, 12時間/100℃, 10時間			

10

20

【 0 0 7 0 】

【 表 8 】

表8

	インゴットD		インゴットE		インゴットF	
	515 °C	530 °C	515 °C	530 °C	515 °C	530 °C
PS [MPa]						
L	346	362	298	283	301	289
LT	315	300	302	299	306	297
45°	264	251	235	222	259	245
UTS [MPa]						
L	412	471	466	460	461	450
LT	461	453	470	465	464	456
45°	412	403	387	375	421	413
伸び[%]						
L	3.4	6.5	6.8	7.8	8.9	9.5
LT	10.3	11.1	15.1	15.6	16.3	15.4
45°	17.3	21.9	26.6	27.8	21.0	22.2

30

40

【 0 0 7 1 】

いまは本発明を十分に説明したので、付随するクレームで述べるような本発明の精神または範囲から逸脱せずに、多数の変化と変形を加え得ることは当業者には明白であろう。

【図 1】

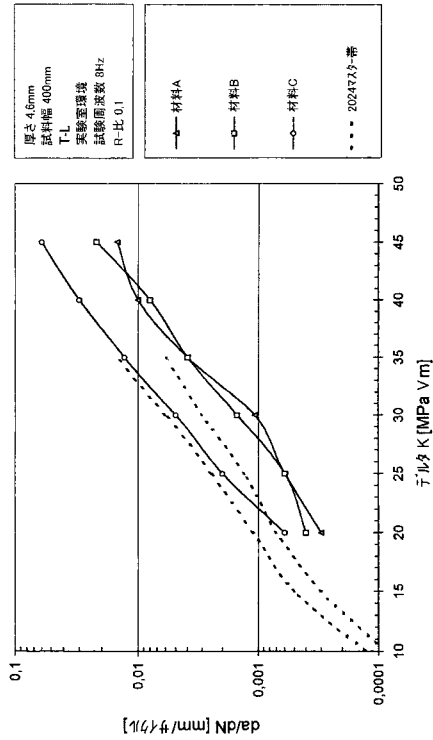
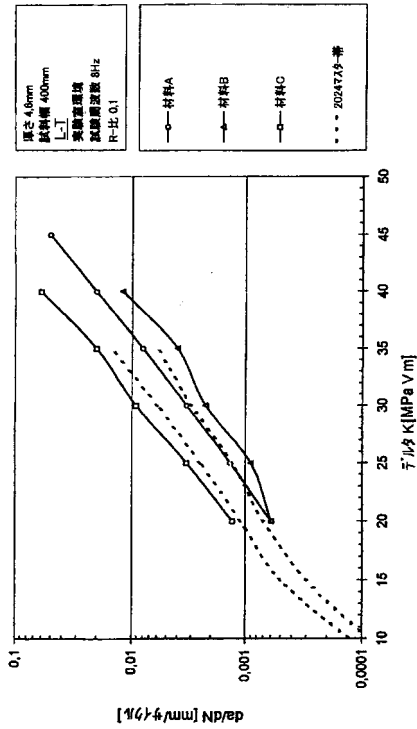


Fig. 1

【図 2】



## フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I  
C 2 2 F 1/00 6 8 6 B  
C 2 2 F 1/00 6 9 1 B  
C 2 2 F 1/00 6 9 1 C  
C 2 2 F 1/00 6 9 2 A  
C 2 2 F 1/00 6 9 2 B

(74)代理人 100111730  
弁理士 伊藤 武泰

(74)代理人 100113365  
弁理士 高村 雅晴

(72)発明者 ハスツラー, アルフレート・ヨハン・ペーター  
ドイツ・デー - 5 6 1 7 9 ファレンダー・アウフムグレフエリヒ 3 1

(72)発明者 カイデル, クリステイアン・ヨアヒム  
ドイツ・デー - 5 6 4 1 0 モンタパウル・ブルクシュトラッセ 9

## 合議体

審判長 山田 靖  
審判官 佐藤 陽一  
審判官 山本 一正

(56)参考文献 特開平 2 - 2 5 9 0 5 1 ( J P , A )  
特開平 6 - 2 5 6 8 7 9 ( J P , A )  
特表 2 0 0 1 - 5 1 7 7 3 5 ( J P , A )

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)  
C22C21/00-21/18  
C22F 1/00,1/04-1/057