(19) Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11) Veröffentlichungsnummer: **0 263 070**
B1

(12) # EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag der Patentschrift: **17.10.90**

(51) Int. Cl.[5]: **C22F 1/04**, C22F 1/053, C22F 1/057

(21) Anmeldenummer: **87810554.3**

(22) Anmeldetag: **24.09.87**

(54) **Verfahren zur Herstellung eines feinkörnig rekristallisierten Bleches.**

(30) Priorität: **30.09.86 CH 3908/86**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
06.04.88 Patentblatt 88/14

(45) Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:
17.10.90 Patentblatt 90/42

(84) Benannte Vertragsstaaten:
BE CH DE FR GB IT LI NL SE

(56) Entgegenhaltungen:
US-A- 3 706 606
US-A- 4 092 181
US-A- 4 222 797
US-A- 4 528 042

JOURNAL OF METALS, Band 33, Nr. 8, August 1981, Seiten 24-32, Warrendale, Pennsylvania, US; E.A. STARKE Jr. et al.: "New approaches to alloy development in the Al-Li system"

(73) Patentinhaber: **ALUSUISSE-LONZA SERVICES AG, Feldeggstrasse 4, CH-8034 Zürich(CH)**

(72) Erfinder: **Höllrigl, Günter, Bühlstrasse 39, CH-8200 Schaffhausen(CH)**
Erfinder: **Rodrigues, Pedro, Villenstrasse 35, CH-8200 Schaffhausen(CH)**

EP 0 263 070 B1

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents im Europäischen Patentblatt kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines feinkörnig rekristallisierten, zur superplastischen Umformung geeigneten Bleches aus einer aushärtbaren Aluminiumlegierung.

Als aushärtbare Aluminiumlegierungen gelten diejenigen, bei welche eine Festigkeitserhöhung ausser durch Kaltumformen auch durch Wärmebehandlung herbeigeführt werden kann. Hierzu gehören insbesondere Legierungen vom Typus AlMgSi, AlCuMg, AlCuMgSi, AlZnMg, AlZnMgCu und Li-haltige Varianten hiervon. Bei diesen Legierungen ist eine Neigung zur Grobkornbildung vorhanden, falls die zur Ausscheidungshärtung nötige Lösungsglühung mit einer Rekristallisation verbunden ist. Für zahlreiche Anwendungen, vor allem für die superplastische Umformung, ist jedoch Feinkörnigkeit erwünscht oder Voraussetzung. So benötigt man bei Blechen, welche superplastisch umgeformt werden sollen, eine Korngrösse von weniger als 25 µm, bevorzugt von weniger als 10 µm. Die Körner sollen zudem nahezu globulitisch vorliegen. Ueberdies darf sich während der superplastischen Umformung, welche bei etwa 500°C durchgeführt wird, auch keine wesentliche Vergröberung der Körner einstellen.

Zur Bereitstellung superplastisch umformbarer Bleche aus aushärtbaren Aluminiumlegierungen sind einige Verfahrensvorschläge bekannt. So ist dem US-Patent 4 528 042 folgendes Verfahren zu entnehmen:

Lösungsglühen eines Gussstrangs oberhalb 460°C, Abkühlen mit 11°C/h bis 56°C/h auf 315 bis 370°C, Warmwalzen mit einer Starttemperatur zwischen 315 und 370°C und einer Endtemperatur unterhalb 315°C, Abkühlen auf 93 bis 232°C, Warmwalzen bei niedrigen Temperaturen auf Enddicke und abschliessendes rasches Rekristallisieren.

Dieses und ähnliche Verfahren haben sich jedoch bei Versuchen als recht empfindlich bezüglich der resultierenden Korngrösse -- insbesondere während einer superplastischen Umformung -- auf geringe Variation in der Legierungszusammensetzung und in weiteren Verfahrensparametern erwiesen.

Die Erfinder haben sich deshalb die Aufgabe gestellt, ein Verfahren zu schaffen, welches anwendbar auf alle aushärtbaren Aluminiumlegierungstypen mit hoher Sicherheit und weiter Toleranz bezüglich nicht spezifizierter Verfahrensparameter zu einem feinkörnig rekristallisierten, zur superplastischen Umformung geeigneten Bleches führt.

Erfindungsgemäss wird die Aufgabe dadurch gelöst, dass die verwendete Legierung zusätzlich wenigstens eines der Elemente Ti, Zr, Hf, V Nb, Ta, Cr, Mo, W mit einem Gewichtsanteil von insgesamt 0.08 bis 1.5 % enthält und dass die Legierung in einen Zustand A gebracht wird, in welchem sowohl die zur Aushärtung führenden Legierungselemente als auch die genannten Zusatzelemente zumindest grösstenteils in fester Lösung sind, worauf in einem Schritt B die inkohärenten Aushärtungsphasen in einem Temperaturbereich zwischen dem Entmischungszonen-Solvus T_{gps} und dem Solvus der Gleichgewichts-Aushärtungsphasen T_s ausgeschieden werden und in einem folgenden Schritt C die Aluminide der genannten Zusatzelemente durch Glühung in einem Temperaturbereich zwischen 300°C und T_s-30 °C gleichmässig mit hoher Dichte ausgeschieden werden, wobei etwaige Walzverformungen zwischen dem Zustand A und dem Schritt C bei Temperaturen von höchstens T_s-30 °C erfolgen dürfen, dass weiter die Legierung nach dem Schritt C mit mindestens 60 % Dickenabnahme derart zu einem Blech der Dicke d gewalzt wird, dass die Temperatur des Bleches ab einer Dicke von 2.5xd 220°C nicht überschreitet, sowie dass das Blech bei Dicke d zu einer rekristallisierenden Behandlung D derart aufgeheizt wird, dass bis oberhalb der Rekristallisationsschwelle die Aufheizgeschwindigkeit mindestens 20°C/s beträgt.

Bei der Bemessung des Anteils an den genannten Zusatzelementen ist darauf zu ach ten, dass beim Giessen keine groben Primärausscheidungen entstehen können. Dementsprechend kann der Bereich bis zur Obergrenze von 1.5 Gew.-% nur bei hinreichend rascher Erstarrung voll ausgeschöpft werden. Der erfindungsgemässe Anteil an Zusatzelementen kann teilweise oder vollständig bereits in den gewählten aushärtbaren Aluminiumlegierungen gemäss Norm vorhanden sein.

Der Schritt B kann sowohl als Glühung im Temperaturbereich zwischen T_{gps} und T_s durchgeführt werden, als auch in Form einer Warmwalzoperation mit Starttemperatur unterhalb T_s -30°C und Endtemperatur oberhalb Tgps, oder auch als Kombination solcher Glühungen und Walzoperationen. Ebenso kann der Schritt B als Haltestufe beim Aufheizen zum Schritt C gestaltet werden.

Die charakterischen Temperaturen T_s und T_{gps} sind bei allen üblichen Legierungen bekannt; T_{gps} liegt in jedem Fall unter 180°C and T_s beträgt beispielsweise:

Legierung AA	T_s
2024	485°C
6062	520°C
7475	460°C

Die in Schritt B ausgeschiedenen Gleichgewichtsphasen (vor allem Al_2Cu bei den 2xxx-, Mg_2Si bei den 6xxx- und $MgZn_2$ bei den 7xxx- Legierungen) sind als 0.5 bis 2 µm grosse Partikel gleichmässig dicht verteilt. Deren zur Aluminium-Matrix inkorärenten Grenzflächen bilden zu Beginn des Schrittes C Keimstellen für die Ausscheidung der Aluminide der Zusatzelemente aus den Gruppen IV B bis VI B. Hieraus entsteht ein dichtes Netzwerk dieser Aluminid-Ausscheidungen. Die ausgeschiedenen Gleichgewichtsphasen ihrerseits vergröbern sich anschliessend. Die Dauer der Glühung des Schrittes C, sowie die Temperatur im Rahmen des genannten Bereichs zwischen 300°C und T_s -30°C ist bevorzugt so zu wählen, dass die Aluminide der

Zusatzmetalle möglichst weitgehend ausgeschieden werden; die optimale Temperatur ergibt dich aus der Löslichkeit der Aluminide im Aluminiumgitter einerseits und aus der Diffusität der entsprechenden Zusatzelemente andererseits. Wird Cr als Zusatzelement gewählt, so beträgt die bevorzugte Temperatur der Glühung im Schritt C, sofern die T_s der betreffenden Legierung dies erlaubt, etwa 380 bis 420°C. Bezüglich Zr liegt die entsprechende Temperatur bei etwa 350 bis 380°C.

Das Fertigwalzen auf Enddicke d hat zumindest in einer letzten Phase, ab 2.5-facher Enddicke, als Kaltwalzen zu erfolgen, wobei Temperaturen bis 220°C tolerierbar sind.

Die rekristallisierende Behandlung D ist in der Regel eine Glühung, vorzugsweise eine kontinuierliche Durchlaufglühung. Zumindest ab 220°C bis zum Ueberschreiten der Rekristallisationsschwelle muss die Aufheizgeschwindigkeit mindestens 20°C/s betragen. Die rekristallisierende Behandlung D kann jedoch auch in eine Warmumformung integriert sein, wobei dieselbe Aufheizvorschrift zu beachten ist.

Das erfindungsgemässe Verfahren führt im ganzen Blechdickenbereich von 0.5 mm bis 5 mm zu einem nahezu globulitischen Korn mit einer mittleren Schnittfläche von etwa 25 μm^2 bis kaum über 100 μm^2.

Eine im Hinblick auf die Feinkörnigkeit des Produkts besonders geeignete Art, die Legierung in den verfahrensgemässen Zustand A zu bringen, besteht darin, dass die Legierung schroff erstarrt wird. Hierbei soll die Zeitspanne zwischen Liquidus und Solidus 5s nicht überschreiten. Dazu eignet sich beispielsweise Giesswalzen, pulvermetallurgische Verfahren oder melt spinning.

Weitere Vorteile, Merkmale und Einzelheiten der Erfindung ergeben sich aus der nachfolgenden Beschreibung bevorzugter Ausführungsbeispiele.

Beispiel 1

Aus der Legierung AA 7475 mit 5.6% Zn, 2.2% Mg, 1.5% Cu, 0.20% Cr, 0.07% Si, 0.10% Fe und 0.05 % Ti wurde mittels einer elektromagnetischen Stranggusskokille ein Walzbarren von 350 mm Dicke gegossen. Nach einer 2-stufigen Homogenisierungsglühung von 3 Stunden bei 470°C und 10 Stunden bei 485°C (Zustand A) wurde der Barren zum Warmwalzen auf eine Starttemperatur von 400 bis 450°C aufgewärmt. Das 9 mm dicke Warmwalzband wurde bei 320 bis 380°C gehaspelt und mit etwa 20°C/h unter 150°C abgekühlt (Schritt B). Der Bund wurde sodann bei 390 bis 400°C während 8 Stunden geglüht und an ruhender Luft abgekühlt (Schritt C). Das 9 mm-Band wurde auf eine Enddicke von 2 mm kaltgewalzt. Dabei entwickelte sich eine Bandtemperatur von höchstens 150°C. Das Band wurde einem Banddurchlaufofen zugeführt, in welchem das Metall innert 20s auf 475°C aufgewärmt, bei dieser Temperatur während 190s gehalten und anschliessend wieder rasch abgekühlt wurde (Behandlung D).

Das Blech weist, auf einem lichtmikroskopischen Schnittbild ermittelt, eine durchschnittene Kornfläche von 32 μm^2 auf. Eine elektronenmikroskopische Aufnahme (TEM) im selben Zustand zeigt in Figur 1a in 10000-facher und in Figur 1b in 16000-facher Vergrösserung das resultierende Gefüge. Daraus ist die feindisperse Verteilung der Aluminide, vornehmlich die ternäre Phase $Al_{18}Mg_3Cr_2$, ersichtlich. Die Partikel weisen einen Durchmesser von etwa 0.03 bis 0.5 μm und einen mittleren Abstand von etwa 0.5 μm auf. Sie stabilisieren, wie insbesondere aus Figur 1b hervorgeht, die Korngrenzen und verhindern so die Kornvergröberung bei nachfolgenden Warmumformungen.

Die 2 mm dicken Bleche wurden daraufhin bei 500°C mit einer Umformgeschwindigkeit von 10^{-3}/s erfolgreich zu umgeformten Teilen gefertigt. Eine Kornvergröberung konnte nicht festgestellt werden.

Beispiel 2

Aus derselben Legierung wie in Beispiel 1 wurde auf einer Giesswalzanlage vom Typus CASTER I mit einer Giessgeschwindigkeit von 9 mm/s ein Band von 8 mm Dicke gegossen (Zustand A). Das Band wurde bei 270°C gehaspelt und innert 4 Stunden auf 150°C abgekühlt (Schritt B). Nach einem ersten Kaltwalzschritt auf 5 mm wurde die Legierung als Bund bei 400°C während 8 Stunden geglüht (Schritt C). Anschliessend wurde auf Enddicke 1.2 mm kaltgewalzt und wie im Beispiel 1 rekristallisiert (Behandlung D).

Die resultierende mittlere Kornfläche beträgt etwa 70 μm^2.

Beispiel 3

Die Legierung aus Beispiel 1 wurde auf einem CASTER I zu einem Band von 7 mm Dicke vergossen (Zustand A). Das bei 260°C gehaspelte Band kühlte innert 4 Stunden auf 150°C ab (Schritt B). Der Bund wurde innert 6 Stunden auf 400°C aufgewärmt und bei dieser Temperatur 8 Stunden geglüht (Schritt C). Das Band wurde sodann auf die Enddicke von 1.2 mm kaltgewalzt und im Banddurchlaufofen nach einer Aufheizzeit von 16s bei 475°C während 170s geglüht (Behandlung D).

Dies führte zu einer mittleren Kornfläche von 28 μm^2.

Blechstreifen wurden bei 490°C im Zugversuch superplastisch mit 0.8 mm/Minute gedehnt. Die resultierende Bruchdehnung betrug 640 % der Ausgangslänge von 20 mm.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines feinkörnig rekristallisierten, zur superplastischen Umformung geeigneten Bleches aus einer aushärtbaren Aluminiumlegierung, welche einen Zusatz von wenigstens einem der Elemente Ti, Zr, Hf, V, Nb, Ta, Cr, Mo, W mit einem Gewichtsanteil von insgesamt 0.08 bis 1.5 % enthält, wobei die Legierung in einen Zustand A gebracht wird, in welchem sowohl die zur Aushär-

tung führenden Legierungselemente als auch die genannten Zusatzelemente zumindest grösstenteils in fester Lösung sind, worauf in einem Schritt B die inkohärenten Aushärtungsphasen in einem Temperaturbereich zwischen dem Entmischungszonen-Solvus T_{gps} und dem Solvus der Gleichgewichts-Aushärtungsphasen T_s ausgeschieden werden und in einem folgenden Schritt C die Aluminide der genannten Zusatzelemente durch Glühung in einem Temperaturbereich zwischen 300°C und T_s-30°C gleichmässig mit hoher Dichte ausgeschieden werden, wobei etwaige Walzverformungen zwischen dem Zustand A und dem Schritt C bei Temperaturen von höchstens T_s- 30°C erfolgen dürfen, wobei weiter die Legierung nach dem Schritt C mit mindestens 60 % Dickenabnahme derart zu einem Blech der Dicke d gewalzt wird, dass die Temperatur des Bleches ab einer Dicke von 2.5xd 220°C nicht überschreitet und wobei schließlich das Blech bei Dicke d zu einer rekristallisierenden Behandlung D derart aufgeheizt wird, dass bis oberhalb der Rekristallisationsschwelle die Aufheizgeschwindigkeit mindestens 20°C/s beträgt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Legierung durch Erstarrung mit einer Zeitspanne zwischen Liquidus und Solidus von höchstens 5s in den Zustand A gebracht wird.

Claims

1. Process for the production of a fine-grained recrystallized sheet made of a precipitation-hardenable aluminium alloy and suitable for superplastic forming, which alloy contains an addition of at least one of the elements Ti, Zr, Hi, V, Nb, Ta, Cr, Mo, W with an overall proportion by weight of 0.08 to 1.5%, the alloy being brought into a state A in which both the alloying elements leading to the precipitation hardening and the said additional elements are in solid solution, at least for the most part, whereupon in a step B the incoherent hardening phases are precipitated in a temperature range between the separation zone solvus T_{gps} and the solvus of the equilibrium hardening phases T_S and in a following step C the aluminides of the said additional elements are precipitated uniformly at high density by annealing in a temperature range between 300°C and T_S , – 30°C, it being permissible for possible rolling deformations to take place between the state A and the step Cat temperatures of no more than T_S, –30°C, further, after the step C, the alloy being rolled, with a reduction in thickness of at least 60%, to form a sheet of thickness D in such a way that, starting from a thickness of 2.5 x d, the temperature of the sheet does not exceed 220°C, and, finally, the sheet being heated up at thickness d for the purpose of a recrystallizing treatment Din such a way that up to above the recrystallization threshold the heating-rate is at least 20°C/s.

2. Process according to Claim 1, characterized in that the alloy is brought into the state A by solidification, the time between liquidus and solidus being no more than 5s.

Revendications

1. Procédé de fabrication d'une tôle recristallisée en grains fins en un alliage d'aluminium durcissable par précipitation, qui convient à un formage superplastique, qui contient une addition d'au moins l'un des éléments Ti, Zr, Hf, V, Nb, Ta, Cr, Mo, W en une proportion pondérale d'au total 0, 08 à 1, 5 %, l'alliage étant amené dans un état A dans lequel aussi bien les éléments d'alliage conduisant au durcissement par précipitation qu'également les éléments additionnels cités se trouvent au moins pour la plus grande partie en solution solide, après quoi dans une étape B les phases incohérentes de durcissement par précipitation sont précipitées dans un domaine de températures compris entre le solvus des zones de ségrégation T_{gps} et le solvus des phases de durcissement par précipitation d'équilibre T_S et dans une étape C suivante, les aluminates des éléments additionnels cités sont précipités régulièrement à densité élevée par recuit dans un domaine de températures compris entre 300°C et T_S–30°C, des formages par laminage éventuels entre l'état A et l'étape C pouvant avoir lieu à des températures d'au plus T_S–30°C, l'alliage après l'étape C étant laminé avec une diminution d'épaisseur d'au moins 60% en une tôle d'épaisseur d de telle façon que la température de la tôle à partir d'une 0 de 2, 5 x d ne dépasse pas 220°C, et la tôle qui présente l'épaisseur d étant finalement chauffée en vue d'un traitement de recristallisation D de telle façon que la vitesse de chauffage soit au moins égale à 20°C/s jusqu'au-delà du seuil de recristallisation.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérise en ce que l'alliage est amené à l'état A par solidification avec une durée entre le liquidus et le solidus d'au plus 5s.

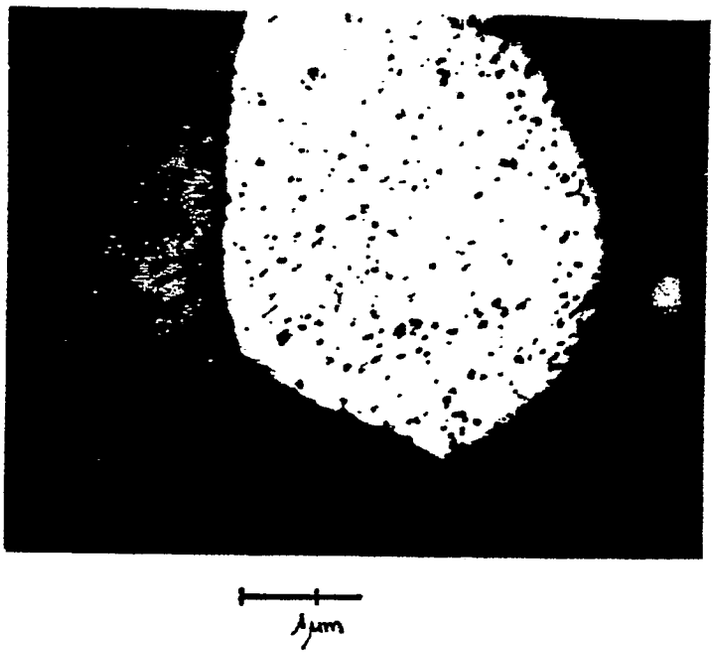


Fig. 1a



Fig. 1b