



(11) **EP 2 027 946 B1**

(12) **EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT**

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des
Hinweises auf die Patenterteilung:
08.06.2011 Patentblatt 2011/23

(51) Int Cl.:
B21B 3/00 (2006.01) C22F 1/18 (2006.01)

(21) Anmeldenummer: **08014681.4**

(22) Anmeldetag: **19.08.2008**

(54) **Verfahren zur Herstellung von Bändern bzw. Folien aus TiAl6V4**

Method for manufacturing bands and films from TiAl6V4

Procédé de fabrication de bandes ou de feuilles en TiAl6V4

(84) Benannte Vertragsstaaten:
**AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR
HR HU IE IS IT LI LT LU LV MC MT NL NO PL PT
RO SE SI SK TR**

(30) Priorität: **24.08.2007 DE 102007040132**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
25.02.2009 Patentblatt 2009/09

(73) Patentinhaber: **GfE Fremat GmbH
09599 Freiberg (DE)**

(72) Erfinder:
• **Klose, Joachim
09569 Oederan (DE)**
• **Rehtanz, Ella
09599 Freiberg (DE)**

- **Rothe, Christiane
09603 Obergruna (DE)**
- **Eulitz, Ines
09599 Freiberg (DE)**
- **Beck, Werner
28844 Weyhe (DE)**

(74) Vertreter: **Hübner, Gerd et al
Rau, Schneck & Hübner
Patentanwälte
Königstrasse 2
90402 Nürnberg (DE)**

(56) Entgegenhaltungen:
**DE-A1- 19 532 278 GB-A- 852 405
US-A- 3 169 085 US-A- 5 222 282**

EP 2 027 946 B1

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents im Europäischen Patentblatt kann jedermann nach Maßgabe der Ausführungsordnung beim Europäischen Patentamt gegen dieses Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist. (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines superplastisch umformbaren Bandes oder einer superplastisch umformbaren Folie aus TiA16V4 mit einer Dicke von nicht mehr als 0,9 mm, wie diese beispielsweise aus der US 5 222 282 A bekannt sind.

[0002] Aufgrund ihrer guten anwendungstechnischen Eigenschaften, wie sehr geringe Dichte, hohe Festigkeit und ausgezeichnete Korrosionsbeständigkeit, werden Titanlegierungen, wie TiA16V4, in vielen Industriezweigen, beispielsweise in der Luft- und Raumfahrt, in der chemischen Industrie, in der Medizintechnik und im Maschinenbau, eingesetzt. Dabei werden von den Titanlegierungen je nach Verwendung unterschiedliche spezifische Eigenschaften gefordert. Allerdings sind der Verarbeitbarkeit von Materialien aus TiA16V4 Grenzen gesetzt, weil TiA16V4, das aus einer Mischung aus der α - und der β -Phase besteht, eine außerordentlich schlechte Kalterformbarkeit aufweist.

[0003] Materialien aus TiA16V4 werden häufig durch superplastische Umformung in die gewünschte Endform gebracht. Je nach gewünschter Enddicke des Materials werden hierfür mehr oder weniger dicke Ausgangsmaterialien benötigt. Allerdings sind TiA16V4-Bänder bzw. TiA16V4-Folien mit einer Dicke von weniger als 1 mm kommerziell nicht erhältlich. Zudem sind die bekannten Verfahren zur Herstellung solcher TiA16V4-Bänder bzw. TiA16V4-Folien sehr aufwendig und mit mehr oder weniger großen Nachteilen verbunden.

[0004] Aus der US 4,838,337 ist ein Verfahren zur Herstellung von Folien aus einer Titanlegierung bekannt, bei dem zunächst ein Pulver mit der gewünschten Zusammensetzung durch Plasmaspritzen auf eine Metallfolie aufgebracht wird, bevor die ausgebildete Ablagerung aus der Titanlegierung von der Metallfolie, beispielsweise durch Auflösen der Metallfolie in einer Salpetersäurelösung, abgetrennt wird.

[0005] In der US 4,805,294 wird ein Verfahren zur Herstellung von dünnen Folien aus einer Titanlegierung offenbart, bei dem zunächst ein Pulver mit der gewünschten Zusammensetzung durch Plasmaspritzen auf eine Metallfolie aufgebracht wird, bevor die ausgebildete Ablagerung aus der Titanlegierung von der Metallfolie abgetrennt wird und die abgetrennte Ablagerung aus der Titanlegierung gewalzt wird, um deren Dicke zu verringern und die Glätte der Oberfläche zu verbessern. Dieses Verfahren ist jedoch sehr aufwendig. Zudem können mit diesem Verfahren nur sehr kleine Formate mit zum Teil fehlerhaftem Gefüge hergestellt werden.

[0006] Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist daher die Bereitstellung eines Verfahrens zur Herstellung von Bändern oder Folien aus TiA16V4 mit einer Dicke von nicht mehr als 0,9 mm, welches schnell und einfach durchzuführen ist und zudem superplastisch gut umformbare Bänder bzw. Folien mit einer einheitlichen Dicke sowie mit einer porenfreien und glatten Oberfläche ergibt.

[0007] Erfindungsgemäß wird diese Aufgabe gelöst durch ein Verfahren zur Herstellung eines superplastisch umformbaren Bandes oder einer superplastisch umformbaren Folie aus TiA16V4 mit einer Dicke von nicht mehr als 0,9 mm, welches die nachfolgenden Schritte umfasst:

- a) Warmwalzen eines Blechs aus TiA16V4,
- b) thermische Vorbehandlung des warmgewalzten Blechs bei einer Temperatur zwischen 650 und 850 °C und
- c) Kaltwalzen des warmgewalzten und thermisch vorbehandelten Blechs mit einem Umformgrad von wenigstens 30 %, wobei der Umformgrad pro Einzelstich zwischen 1 und 15 % beträgt, zu einem Band oder einer Folie mit einer Dicke von nicht mehr als 0,9 mm,

wobei das kaltgewalzte Band oder die kaltgewalzte Folie nicht endgeglüht wird.

[0008] Diese Lösung basiert auf der überraschenden Erkenntnis, dass durch ein Verfahren, bei dem zunächst ein Blech aus TiA16V4 warmgewalzt wird, bevor dieses thermisch vorbehandelt und anschließend mit einem spezifischen Umformgrad auf eine Dicke von nicht mehr als 0,9 mm kaltgewalzt wird, ein Band bzw. eine Folie aus TiA16V4 erhalten wird, welche(s) eine ausgezeichnete superplastische Umformbarkeit, eine einheitliche Dicke sowie eine porenfreie und glatte Oberfläche aufweist. Dies war insbesondere deshalb unerwartet, weil Materialien aus TiA16V4 bekanntermaßen eine außerordentlich schlechte Kaltverformbarkeit aufweisen. Ferner weisen die erfindungsgemäß herstellbaren Bänder bzw. Folien aus TiA16V4 ein homogenes Gefüge auf. Zudem konnte unerwarteterweise herausgefunden werden, dass die erfindungsgemäß herstellbaren Bänder bzw. Folien aus TiA16V4 an ihrer Oberfläche nicht so sehr mit der α -Phasen angereichert sind, wie die aus dem Stand der Technik bekannten TiA16V4-Materialien. So ist auf der Oberfläche der erfindungsgemäß hergestellten Bänder bzw. Folien aus TiA16V4 lichtmikroskopisch keine reine α -Phase bzw. nur eine dünne, ca. 1 bis 2 μm dicke mit α -Phase angereicherte Zone (so genannter " α -case") sichtbar. Ein weiterer Vorteil des erfindungsgemäßen Verfahrens liegt darin, dass auf eine Endglühung des hergestellten Bandes bzw. der hergestellten Folie aus TiA16V4 verzichtet wird, so dass eine zusätzliche Aufnahme von Sauerstoff in das Material, wie diese bei einer Endglühung zwangsläufig stattfindet, was zu einer Ausbildung eines α -case und zu einer Verringerung oder gar einem Verlust der Duktilität führt, zuverlässig verhindert wird.

[0009] Grundsätzlich ist das erfindungsgemäße Verfahren bezüglich der genauen Verfahrensparameter des Warmwalzens nicht beschränkt. Warmwalzen im Sinne der vorliegenden Erfindung kann einen oder mehrere Warmwalzschritte

umfassen. Gute Ergebnisse werden insbesondere erhalten, wenn das Warmwalzen in dem Verfahrensschritt a) bei einer Temperatur zwischen 800 und 1.050 °C und besonders bevorzugt zwischen 800 und 1.000 °C durchgeführt wird. Sofern zwei oder mehr Warmwalzschritte durchgeführt werden, kann der letzte Warmwalzschritt auch bei einer Temperatur durchgeführt werden, welche niedriger als die untere Grenze der vorgenannten Temperaturbereiche ist.

[0010] Ferner hat es sich als vorteilhaft erwiesen, das Warmwalzen mit einem Umformgrad zwischen 20 und 90 % und besonders bevorzugt zwischen 30 und 80 % durchzuführen.

[0011] Grundsätzlich kann das erfindungsgemäße Verfahren mit einer bekannten TiA16V4-Legierung durchgeführt werden, wobei diese wie in der DIN ISO 5832-3 aufgeführt zwischen 5,5 und 6,75 Gew.-% Aluminium, zwischen 3,5 und 4,5 Gew.-% Vanadium, weniger gleich 0,3 Gew.-% Eisen, weniger gleich 0,2 Gew.-% Sauerstoff, weniger gleich 0,08 Gew.-% Kohlenstoff, weniger gleich 0,05 Gew.-% Stickstoff, weniger gleich 0,015 Gew.-% Wasserstoff und Rest Titan aufweisen kann.

[0012] Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung weist die TiA16V4-Legierung des eingesetzten Blechs nach dem Warmwalzen, also nach der Durchführung des Schritts a), die nachfolgende Zusammensetzung auf:

- 5,5 bis 6,5 Gew.-% Aluminium,
- 3,5 bis 4,3 Gew.-% Vanadium,
- weniger als 0,02 Gew.-% Stickstoff,
- weniger als 0,05 Gew.-% Kohlenstoff,
- weniger als 0,15 Gew.-% Sauerstoff,
- weniger als 0,01 Gew.-% Wasserstoff,
- weniger als 0,2 Gew.-% Eisen und
- Rest unvermeidbare Verunreinigungen und Titan.

[0013] Im Rahmen der vorliegenden Erfindung hat es sich herausgestellt, dass mit einem warmgewalzten Blech mit der vorgenannten Zusammensetzung nach der anschließenden thermischen Vorbehandlung und dem abschließenden Kaltwalzen ein hervorragend superplastisch umformbares Band bzw. Folie aus TiA16V4 erhalten wird.

[0014] In Weiterbildung des Erfindungsgedankens wird vorgeschlagen, dass die TiA16V4-Legierung nach dem Warmwalzen gemäß Schritt a) die nachfolgende Zusammensetzung aufweist:

- 5,5 bis weniger als 6,0 Gew.-% Aluminium,
- 3,5 bis 4,2 Gew.-% Vanadium,
- weniger als 0,02 Gew.-% Stickstoff,
- weniger als 0,05 Gew.-% Kohlenstoff,
- weniger als 0,15 Gew.-% Sauerstoff,
- weniger als 0,01 Gew.-% Wasserstoff,
- weniger als 0,15 Gew.-% Eisen und
- Rest unvermeidbare Verunreinigungen und Titan.

[0015] Die thermische Vorbehandlung in dem Schritt b) kann bei jeder beliebigen Temperatur zwischen 650 und 850 °C durchgeführt werden, wobei besonders gute Ergebnisse erzielt werden, wenn die Temperatur bei der thermischen Vorbehandlung zwischen 700 und 800 °C liegt.

[0016] Vorzugsweise wird die thermische Vorbehandlung im Hochvakuum durchgeführt, um eine Sauerstoffaufnahme in die Oberfläche von TiA16V4 vollständig oder zumindest nahezu vollständig zu vermeiden, so dass eine Anreicherung der α -Phase an der Oberfläche vermieden wird. Beispielsweise kann die thermische Vorbehandlung für 0,5 bis 2 Stunden bei einer Temperatur zwischen 700 und 800 °C in einem Hochvakuum, bevorzugt für 1 Stunde bei 760 °C in einem Hochvakuum, durchgeführt werden, wobei das Blech nach der thermischen Vorbehandlung vorzugsweise langsam, beispielsweise mit einer Abkühldauer zwischen 10 und 24 Stunden und bevorzugt zwischen 12 und 20 Stunden, abgekühlt wird. Unter Hochvakuum wird im Sinne der vorliegenden Erfindung ein Druck bezeichnet, der maximal 13,3 mPa bzw. 10^{-4} Torr beträgt.

[0017] Zusätzlich zu der thermischen Vorbehandlung kann zwischen den Verfahrensschritten a) und c) auch eine mechanische Vorbehandlung des warmgewalzten Blechs durchgeführt werden, wobei die mechanische Vorbehandlung vor, gleichzeitig oder nach der thermischen Vorbehandlung gemäß dem Verfahrensschritt b) durchgeführt werden kann.

[0018] Beispielsweise kann der Verfahrensschritt der mechanischen Vorbehandlung das Schleifen der Oberfläche des warmgewalzten Blechs umfassen oder daraus bestehen.

[0019] Alternativ zu einem Schleifen der Oberfläche des warmgewalzten Blechs oder zusätzlich dazu kann die optionale mechanische Vorbehandlung eine chemische Reinigung, vorzugsweise eine Entfettung mit einem Entfettungsmittel, umfassen.

[0020] Vorzugsweise weist das in dem Schritt c) eingesetzte warmgewalzte Blech eine Dicke von wenigstens 1 mm auf.

[0021] Erfindungsgemäß wird das Kaltwalzen des warmgewalzten und thermisch vorbehandelten Blechs zu dem Band oder der Folie mit einer Dicke von nicht mehr als 0,9 mm mit einem Umformgrad von wenigstens 30 % durchgeführt, wobei der Umformgrad pro Einzelstich zwischen 1 und 15 % beträgt. Der Umformgrad wird gemäß der vorliegenden Erfindung durch die nachfolgende Gleichung berechnet:

$$\frac{(\text{Ausgangsdicke des Blechs vor dem Kaltwalzen} - \text{Enddicke des Bandes nach dem Kaltwalzen})}{\text{Ausgangsdicke des Blechs vor dem Kaltwalzen}}.$$

[0022] Vorzugsweise erfolgt das Kaltwalzen in dem Verfahrensschritt c) mit einem Umformgrad zwischen 30 % und 80 % und besonders bevorzugt mit einem Umformgrad zwischen 45 und 60 %.

[0023] Ferner ist es bevorzugt, dass das Kaltwalzen in dem Verfahrensschritt c) mit einem Umformgrad pro Einzelstich zwischen 2 und 10 % und vorzugsweise mit einem Umformgrad pro Einzelstich zwischen 3 und 7 % durchgeführt wird.

[0024] Der Verfahrensschritt c) kann erfindungsgemäß aus einem, mehrere Einzelstiche umfassenden Kaltwalzschritt bestehen oder zwei oder mehrere, jeweils durch einen Zwischenglühschritt unterbrochene Kaltwalzschritte umfassen. Während für herzustellende Bänder mit einer Enddicke zwischen 0,4 und 0,9 mm üblicherweise ein Kaltwalzschritt ausreichend ist, hat sich für herzustellende Bänder bzw. Folien mit einer Enddicke von weniger als 0,4 mm die Durchführung von zwei oder mehreren, jeweils durch einen Zwischenglühschritt unterbrochenen Kaltwalzschritten als vorteilhaft erwiesen.

[0025] Gemäß der letztgenannten Ausführungsform umfasst das Kaltwalzen in dem Verfahrensschritt c) vorzugsweise die nachfolgenden Schritte:

c₁) Kaltwalzen des warmgewalzten und thermisch vorbehandelten Blechs aus dem Schritt b) mit einem Umformgrad von wenigstens 30 %, wobei der Umformgrad pro Einzelstich zwischen 1 und 15 % beträgt, zu einem Band oder einer Folie mit einer Dicke von nicht mehr als 0,9 mm,

c₂) Zwischenglühen des in dem Schritt c₁) erhaltenen Bandes bzw. der Folie bei einer Temperatur zwischen 650 und 850 °C und

c₃) Kaltwalzen des in dem Schritt c₂) erhaltenen Bandes bzw. Folie mit einem Umformgrad zwischen 10 und 40 %, wobei der Umformgrad pro Einzelstich zwischen 0,1 und 10 % beträgt, auf das Endmaß.

[0026] Auch bei dieser Ausführungsform beträgt der Umformgrad in dem Verfahrensschritt c₁) vorzugsweise zwischen 30 % und 80 % und besonders bevorzugt zwischen 45 und 60 %, wobei der Umformgrad pro Einzelstich bevorzugt zwischen 2 und 10 % und besonders bevorzugt zwischen 3 und 7 % beträgt.

[0027] Das Zwischenglühen in dem Verfahrensschritt c₂) kann bei jeder beliebigen Temperatur zwischen 650 und 850 °C durchgeführt werden, wobei besonders gute Ergebnisse erzielt werden, wenn die Temperatur bei dem Zwischenglühen zwischen 700 und 800 °C liegt.

[0028] Vorzugsweise wird das Zwischenglühen im Hochvakuum durchgeführt, um eine Sauerstoffaufnahme in die Oberfläche von TiA16V4 vollständig oder zumindest nahezu vollständig zu vermeiden, so dass eine Anreicherung der α-Phase an der Oberfläche vermieden wird. Beispielsweise kann das Zwischenglühen für 0,5 bis 2 Stunden bei einer Temperatur zwischen 700 und 800 °C in einem Hochvakuum, bevorzugt für 1 Stunde bei 760 °C in einem Hochvakuum, durchgeführt werden, wobei das Material nach dem Zwischenglühen vorzugsweise langsam, beispielsweise mit einer Abkühldauer zwischen 10 und 24 Stunden und bevorzugt zwischen 12 und 20 Stunden, abgekühlt wird.

[0029] In Weiterbildung des Erfindungsgedankens wird vorgeschlagen, das Kaltwalzen in dem Verfahrensschritt c₃) mit einem Umformgrad zwischen 15 und 30 % durchzuführen, wobei der Umformgrad pro Einzelstich vorzugsweise zwischen 0,5 und 5 % beträgt.

[0030] Unabhängig davon, ob ein, zwei oder mehr als zwei Kaltwalzschritte durchgeführt werden, wird das Kaltwalzen vorzugsweise mit Walzen auf einem Vielrollengerüst und besonders bevorzugt mit einem Quartowalzwerk durchgeführt.

[0031] Grundsätzlich können mit dem erfindungsgemäßen Verfahren superplastisch umformbare Bänder oder superplastisch umformbare Folien aus TiA16V4 mit einer beliebigen Dicke von nicht mehr als 0,9 mm hergestellt werden. Insbesondere eignet sich das erfindungsgemäße Verfahren zur Herstellung von superplastisch umformbaren Bändern oder superplastisch umformbaren Folien aus TiA16V4 mit einer (End)dicke von weniger als 0,7 mm, vorzugsweise von weniger gleich 0,5 mm, besonders bevorzugt von weniger gleich 0,4 mm, ganz besonders bevorzugt von zwischen 0,1 und 0,3 mm und höchst bevorzugt von etwa 0,2 mm.

[0032] Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ein superplastisch umformbares Bandes bzw. eine superplastisch umformbare Folie aus TiA16V4 mit einer Dicke von nicht mehr als 0,9 mm, welches bzw. welche mit dem zuvor beschriebenen, erfindungsgemäßen Verfahren erhältlich ist.

[0033] Das erfindungsgemäße Band bzw. Folie zeichnet sich durch eine ausgezeichnete superplastische Umformbarkeit aus. Zudem weist das erfindungsgemäße Band bzw. Folie ein homogenes Gefüge, eine einheitliche Dicke sowie

eine porenfreie und glatte Oberfläche auf. Ferner sind die erfindungsgemäßen Bänder bzw. Folien aus TiA16V4 an ihrer Oberfläche nicht so sehr mit der α -Phasen angereichert wie die aus dem Stand der Technik bekannten TiA16V4-Materialien. So ist auf der Oberfläche der erfindungsgemäßen Bänder bzw. Folien aus TiA16V4 lichtmikroskopisch kein α -case bzw. nur ein 1 bis 2 μ m dicker α -case sichtbar.

[0034] Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung weist das erfindungsgemäße Band bzw. die erfindungsgemäße Folie die nachfolgende Zusammensetzung auf:

- 5,5 bis 6,5 Gew.-% Aluminium,
- 3,5 bis 4,3 Gew.-% Vanadium,
- weniger als 0,02 Gew.-% Stickstoff,
- weniger als 0,05 Gew.-% Kohlenstoff,
- weniger als 0,15 Gew.-% Sauerstoff,
- weniger als 0,01 Gew.-% Wasserstoff,
- weniger als 0,2 Gew.-% Eisen und
- Rest unvermeidbare Verunreinigungen und Titan.

[0035] Besonders bevorzugt weist das erfindungsgemäße Band bzw. die erfindungsgemäße Folie die nachfolgende Zusammensetzung auf:

- 5,5 bis weniger als 6,0 Gew.-% Aluminium,
- 3,5 bis 4,2 Gew.-% Vanadium,
- weniger als 0,02 Gew.-% Stickstoff,
- weniger als 0,05 Gew.-% Kohlenstoff,
- weniger als 0,15 Gew.-% Sauerstoff,
- weniger als 0,01 Gew.-% Wasserstoff,
- weniger als 0,15 Gew.-% Eisen und
- Rest unvermeidbare Verunreinigungen und Titan.

[0036] In Weiterbildung des Erfindungsgedankens wird vorgeschlagen, dass die Dicke des Bandes bzw. der Folie weniger als 0,7 mm, vorzugsweise weniger gleich 0,5 mm, besonders bevorzugt weniger als 0,4 mm, ganz besonders bevorzugt zwischen 0,1 und 0,3 mm und höchst bevorzugt etwa 0,2 mm beträgt.

[0037] Nachfolgend wird die vorliegende Erfindung anhand von zwei beispielhaften, nicht beschränkenden Beispielen näher erläutert.

Beispiel 1

[0038] Als Vormaterial wurde ein warmgewalztes TiA16V4-Blech mit einer Dicke von 1 mm eingesetzt, welches (nach dem Warmwalzen) folgende Zusammensetzung aufwies:

Al:5,6%; V:4,2%; N:<0,02%; C:<0,05%; O:<0,15%; H:<0,01%; Fe:0,1%.

[0039] Das Blech wurde zu Streifen mit einer Breite von 120 mm geschnitten. Diese Streifen wurden an der Oberfläche schwach geschliffen und gereinigt. Danach wurden die Streifen einer Hochvakuumglühung für 1 Stunde bei 760°C unterzogen. Die Abkühlung auf Raumtemperatur erfolgte im Hochvakuum mit einer 18-stündigen Abkühldauer. Diese Streifen wurden auf einem Quartowalzwerk in Einzelstichen von ca. 10 % beginnend bis ca. 2 % endend bis zu einem Zwischenmaß von 0,4 mm kaltgewalzt. Bei diesem Zwischenmaß erfolgte ein Besäumen auf 100 mm auf einer Kreismesserschere. Anschließend wurde das vorgewalzte Material in Einzelstichen von ca. 5 % beginnend bis ca. 1,5 % endend auf ein Zwischenmaß von 0,25 mm kaltgewalzt. Das gewalzte Band wurde entfettet und auf einer Kreismesserschere auf 90 mm besäumt. Danach erfolgte eine Zwischenglühung für 1 Stunde bei 760 °C im Hochvakuum. Die Abkühlung auf Raumtemperatur erfolgte im Hochvakuum mit einer 18-stündigen Abkühldauer. Das zwischengeglühte Band wurde dann mit Einzelstichen von ca. 3 % beginnend bis ca. 0,5 % endend mit entsprechenden Glättungsstichen auf das Endmaß von 0,2 mm fertig gewalzt.

[0040] Um Bandrisse zu vermeiden, kann bei Bedarf ein weiteres Zwischenbesäumen beim Zwischenwalzen von 1 auf 0,4 mm vorgenommen werden.

[0041] Das so hergestellte Band wurde entfettet und konnte in diesem Walzzustand in einem relativ breiten Umformfenster superplastisch umgeformt werden.

Beispiel 2

[0042] Als Vormaterial wurde ein warmgewalztes TiA16V4-Blech mit einer Dicke von 1 mm eingesetzt, welches (nach

dem Warmwalzen) folgende Zusammensetzung aufwies:

Al:5,6%; V:4,2%; N:<0,02%; C:<0,05%; O:<0,15%; H:<0,01%; Fe 0,1%.

[0043] Das Blech wurde zu Streifen mit einer Breite von 120 mm geschnitten. Diese Streifen wurden an der Oberfläche schwach geschliffen und gereinigt. Danach wurden die Streifen für 1 Stunde bei 760 °C einer Hochvakuumglühung unterzogen, wonach im Hochvakuum eine 12-stündige Abkühlung auf Raumtemperatur erfolgte. Auf einem Quartowalzwerk wurden diese Streifen in Einzelstichen von ca. 10 % beginnend bis ca. 2,5 % endend mit entsprechenden Glättungsstichen auf das Endmaß von 0,5 mm fertig gewalzt. Das Band wurde entfettet. In diesem Walzzustand konnte das Bandmaterial in einem angepassten Umformfenster superplastisch umgeformt werden.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines superplastisch umformbaren Bandes oder einer superplastisch umformbaren Folie aus TiA16V4 mit einer Dicke von nicht mehr als 0,9 mm, **gekennzeichnet durch** folgende Schritte:

- a) Warmwalzen eines Blechs aus TiA16V4,
- b) thermische Vorbehandlung des warmgewalzten Blechs bei einer Temperatur zwischen 650 und 850 °C und
- c) Kaltwalzen des warmgewalzten und thermisch vorbehandelten Blechs mit einem Umformgrad von wenigstens 30 %, wobei der Umformgrad pro Einzelstich zwischen 1 und 15 % beträgt, zu einem Band oder einer Folie mit einer Dicke von nicht mehr als 0,9 mm,

wobei das kaltgewalzte Band oder die kaltgewalzte Folie nicht endgeglüht wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass**

das Warmwalzen in dem Schritt a) bei einer Temperatur zwischen 800 und 1.050 °C, vorzugsweise zwischen 800 und 1.000°C, durchgeführt wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet, dass**

das Warmwalzen mit einem Umformungsgrad zwischen 20 und 90 %, vorzugsweise zwischen 30 und 80 %, durchgeführt wird.

4. Verfahren nach zumindest einem der vorstehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** die TiA16V4-Legierung nach dem Warmwalzen gemäß Schritt a) die nachfolgende Zusammensetzung aufweist:

- 5,5 bis 6,5 Gew.-% Aluminium,
- 3,5 bis 4,3 Gew.-% Vanadium,
- weniger als 0,02 Gew.-% Stickstoff,
- weniger als 0,05 Gew.-% Kohlenstoff,
- weniger als 0,15 Gew.-% Sauerstoff,
- weniger als 0,01 Gew.-% Wasserstoff,
- weniger als 0,2 Gew.-% Eisen und
- Rest unvermeidbare Verunreinigungen und Titan.

5. Verfahren nach Anspruch 4, **dadurch gekennzeichnet, dass**

die TiA16V4-Legierung nach dem Warmwalzen gemäß Schritt a) die nachfolgende Zusammensetzung aufweist:

- 5,5 bis weniger als 6,0 Gew.-% Aluminium,
- 3,5 bis 4,2 Gew.-% Vanadium,
- weniger als 0,02 Gew.-% Stickstoff,
- weniger als 0,05 Gew.-% Kohlenstoff,
- weniger als 0,15 Gew.-% Sauerstoff,

- weniger als 0,01 Gew.-% Wasserstoff,
- weniger als 0,15 Gew.-% Eisen und
- Rest unvermeidbare Verunreinigungen und Titan.

- 5 **6.** Verfahren nach zumindest einem der vorstehenden Ansprüche,
dadurch gekennzeichnet, dass
die thermische Vorbehandlung in dem Schritt b) bei einer Temperatur zwischen 700 und 800 °C und vorzugsweise unter Hochvakuum von nicht mehr als 13,3 mPa durchgeführt wird.
- 10 **7.** Verfahren nach zumindest einem der vorstehenden Ansprüche,
dadurch gekennzeichnet, dass
vor, gleichzeitig oder nach der thermischen Vorbehandlung gemäß Schritt b) und vor dem Kaltwalzen gemäß Schritt c) eine mechanische Vorbehandlung des warmgewalzten Blechs durchgeführt wird.
- 15 **8.** Verfahren nach Anspruch 7,
dadurch gekennzeichnet, dass
die mechanische Vorbehandlung das Schleifen der Oberfläche des warmgewalzten Blechs umfasst.
- 20 **9.** Verfahren nach Anspruch 7 oder 8,
dadurch gekennzeichnet, dass
die mechanische Vorbehandlung eine chemische Reinigung, vorzugsweise eine Entfettung mit einem Entfettungsmittel, umfasst.
- 25 **10.** Verfahren nach zumindest einem der vorstehenden Ansprüche,
dadurch gekennzeichnet, dass
das in dem Schritt c) eingesetzte warmgewalzte Blech eine Dicke von wenigstens 1 mm aufweist.
- 30 **11.** Verfahren nach zumindest einem der vorstehenden Ansprüche,
dadurch gekennzeichnet, dass
das Kaltwalzen in dem Schritt c) mit einem Umformgrad zwischen 30 % und 80 % und vorzugsweise mit einem Umformgrad zwischen 45 und 60 % durchgeführt wird.
- 35 **12.** Verfahren nach zumindest einem der vorstehenden Ansprüche,
dadurch gekennzeichnet, dass
das Kaltwalzen in dem Schritt c) mit einem Umformgrad pro Einzelstich zwischen 2 und 10 % und vorzugsweise mit einem Umformgrad pro Einzelstich zwischen 3 und 7 % durchgeführt wird.
- 40 **13.** Verfahren nach zumindest einem der vorstehenden Ansprüche,
dadurch gekennzeichnet, dass
das Kaltwalzen in dem Schritt c) folgende Schritte umfasst:
- c₁) Kaltwalzen des warmgewalzten und thermisch vorbehandelten Blechs aus dem Schritt b) mit einem Umformgrad von wenigstens 30 %, wobei der Umformgrad pro Einzelstich zwischen 1 und 15 % beträgt, zu einem Band oder einer Folie mit einer Dicke von nicht mehr als 0,9 mm,
- 45 c₂) Zwischenglühen des in dem Schritt c₁) erhaltenen Bandes bzw. der Folie bei einer Temperatur zwischen 650 und 850 °C und
- c₃) Kaltwalzen des in dem Schritt c₂) erhaltenen Bandes bzw. Folie mit einem Umformgrad zwischen 10 und 40 %, wobei der Umformgrad pro Einzelstich zwischen 0,1 und 10 % beträgt, auf das Endmaß.
- 50 **14.** Verfahren nach zumindest einem der vorstehenden Ansprüche,
dadurch gekennzeichnet, dass
die Enddicke des Bandes bzw. der Folie nach dem Kaltwalzschritt c)
bzw. nach dem Kaltwalzschritt c₃) weniger als 0,7 mm, vorzugsweise weniger gleich 0,5 mm, besonders bevorzugt weniger gleich 0,4 mm und ganz besonders bevorzugt zwischen 0,1 und 0,3 mm beträgt.
- 55

Claims

1. Method of fabricating a superplastically formable strip or a superplastically formable foil from TiA16V4 with a thickness of no more than 0.9, the method, **characterized by** the following steps:

a) hot rolling a sheet metal made of TiA16V4;
 b) thermal pre-treatment of the hot-rolled sheet metal at a temperature between 650 and 850°C; and
 c) cold rolling the hot-rolled and thermally pre-treated sheet metal at a forming rate of at least 30%, wherein the forming rate per single pass amounts to between 1 and 15%, to form a strip or a foil with a thickness of no more than 0.9 mm,

wherein the cold-rolled strip or the cold-rolled foil is not annealed.

2. Method according to claim 1, **characterized in that** the hot-rolling according to claim a) is performed at a temperature between 800 and 1.050°C, preferably between 800 and 1.000°C.

3. Method according to claim 1 or 2, **characterized in that** the hot-rolling is performed at a forming rate of between 20 and 90 %, preferably between 30 and 80 %.

4. Method according to at least one of the above claims, **characterized in that** the TiA16V4 alloy has the following composition after the hot-rolling according to step a):

- 5.5 to 6.5 wt % of aluminum;
 - 3.5 to 4.3 wt % of vanadium;
 - less than 0.02 wt % of nitrogen;
 - less than 0.05 wt % of carbon;
 - less than 0.15 wt % of oxygen;
 - less than 0.01 wt % of hydrogen;
 - less than 0.2 wt % of iron and
 - remainder: unavoidable impurities and titanium.

5. Method according to claim 4, **characterized in that** the TiA16V4 alloy has the following composition after the hot-rolling according to step a):

- 5.5 to less than 6.0 wt % of aluminum;
 - 3.5 to 4.2 wt % of vanadium;
 - less than 0.02 wt % of nitrogen;
 - less than 0.05 wt % of carbon;
 - less than 0.15 wt % of oxygen;
 - less than 0.01 wt % of hydrogen;
 - less than 0.15 wt % of iron and
 - remainder: unavoidable impurities and titanium.

6. Method according to at least one of the above claims, **characterized in that** the thermal pre-treatment according to step b) is performed at a temperature between 700 and 800°C and preferably in high vacuum of no more than 13.3 mPa.

7. Method according to at least one of the above claims, **characterized in that** prior to, simultaneously with or after the thermal pre-treatment according to step b) and prior to the cold-rolling according to step c), a mechanical pre-treatment of the hot-rolled sheet metal is performed.

8. Method according to claim 7,
characterized in that
the mechanical pre-treatment comprises the grinding of the surface of the hot-rolled sheet metal.
- 5 9. Method according to claim 7 or 8,
characterized in that
the mechanical pre-treatment comprises a chemical cleaning, preferably a degreasing using a degreasing agent.
- 10 10. Method according to at least one of the above claims,
characterized in that
the hot-rolled sheet metal used in step c) has a thickness of at least 1 mm.
- 15 11. Method according to at least one of the above claims,
characterized in that
the cold-rolling according to claim c) is performed at a forming rate of between 30 % and 80 % and preferably at a forming rate of between 45 to 60 %.
- 20 12. Method according to at least one of the above claims,
characterized in that
the cold-rolling according to claim c) is performed at a forming rate per single pass of between 2 and 10 % and preferably at a forming rate per single pass of between 3 and 7 %.
- 25 13. Method according to at least one of the above claims,
characterized in that
the cold-rolling according to step c) comprises the following steps:

c₁) cold-rolling the hot-rolled and thermally pre-treated sheet metal of step b) at a forming rate of at least 30%, wherein the forming rate per single pass amounts to between 1 and 15 %, to form a strip or a foil with a thickness of no more than 0.9 mm;
30 c₂) intermediate annealing of the strip or foil, respectively, obtained in step c₁) at a temperature between 650 and 850°C; and
c₃) cold-rolling of the strip or the foil, respectively, obtained in step c₂) at a forming rate of between 10 and 40% until the final thickness is achieved, wherein the forming rate per single pass amounts to between 0.1 and 10 %.
- 35 14. Method according to at least one of the above claims,
characterized in that
the final thickness of the strip or the foil, respectively, after the cold-rolling step c) or after the cold-rolling step c₃), respectively, is less than 0.7 mm, preferably less than or equal to 0.5 mm, particularly preferably less than or equal to 0.4 mm and more preferably between 0.1 and 0.3 mm.
- 40

Revendications

- 45 1. Procédé de fabrication d'une bande ou d'une feuille pouvant être formée de manière superplastique en TiA16V4 avec une épaisseur inférieure à 0,9 mm, **caractérisé par** les étapes suivantes :

a) laminage à chaud d'une tôle en TiA16V4,
b) prétraitement thermique de la tôle laminée à chaud à une température comprise entre 650 et 850 °C et
50 c) laminage à froid de la tôle laminée à chaud et prétraitée thermiquement à un degré de formage d'au moins 30 %, le degré de formage par coulée individuelle étant compris entre 1 et 15 %, pour former une bande ou une feuille avec une épaisseur inférieure à 0,9 mm,

la bande ou la feuille laminée à froid n'étant pas recuite finalement.
- 55 2. Procédé selon la revendication 1,
caractérisé en ce
que le laminage à chaud à l'étape a) est réalisé à une température comprise entre 800 et 1 050 °C, de préférence entre 800 et 1 000 °C.

3. Procédé selon la revendication 1 ou 2,
caractérisé en ce
que le laminage à chaud est réalisé à un degré de formage compris entre 20 et 90 %, de préférence entre 30 et 80 %.

4. Procédé selon au moins l'une quelconque des revendications précédentes,
caractérisé en ce
que l'alliage de TiA16V4 présente après le laminage à chaud selon l'étape a), la composition suivants :

- 5,5 à 6,5 % en poids d'aluminium,
- 3,5 à 4,3 % en poids de vanadium,
- moins de 0,02 % en poids d'azote,
- moins de 0,05 % en poids de carbone,
- moins de 0,15 % en poids d'oxygène,
- moins de 0,01 % en poids d'hydrogène,
- moins de 0,2 % en poids de fer et
- le reste des impuretés inévitables et du titane.

5. Procédé selon la revendication 4,
caractérisé en ce
que l'alliage de TiA16V4 présente après le laminage à chaud selon l'étape a), la composition suivants :

- 5,5 à moins de 6,0 % en poids d'aluminium,
- 3,5 à 4,2 % en poids de vanadium,
- moins de 0,02 % en poids d'azote,
- moins de 0,05 % en poids de carbone,
- moins de 0,15 % en poids d'oxygène,
- moins de 0,01 % en poids d'hydrogène,
- moins de 0,15 % en poids de fer et
- le reste des impuretés inévitables et du titane.

6. Procédé selon au moins l'une quelconque des revendications précédentes,
caractérisé en ce
que le prétraitement thermique à l'étape b) est réalisé à une température comprise entre 700 et 800 °C et de préférence sous vide très poussé inférieur à 13,3 mPa.

7. Procédé selon au moins l'une quelconque des revendications précédentes,
caractérisé en ce
qu'un prétraitement mécanique de la tôle laminée à chaud est réalisé avant, pendant ou après le prétraitement thermique selon l'étape b) et avant le laminage à froid selon l'étape c).

8. Procédé selon la revendication 7,
caractérisé en ce
que le prétraitement mécanique comporte la rectification de la surface de la tôle laminée à chaud.

9. Procédé selon la revendication 7 ou 8,
caractérisé en ce
que le prétraitement mécanique comporte un nettoyage chimique, de préférence un dégraissage avec un dégraissant.

10. Procédé selon au moins l'une quelconque des revendications précédentes,
caractérisé en ce
que la tôle laminée à chaud utilisée à l'étape c) présente une épaisseur d'au moins 1 mm.

11. Procédé selon au moins l'une quelconque des revendications précédentes,
caractérisé en ce
que le laminage à froid à l'étape c) est réalisé à un degré de formage compris entre 30 et 80 % et de préférence à un degré de formage compris entre 45 et 60 %.

12. Procédé selon au moins l'une quelconque des revendications précédentes,

caractérisé en ce

que le laminage à froid à l'étape c) est réalisé à un degré de formage par coulée individuelle compris entre 2 et 10 % et de préférence à un degré de formage par coulée individuelle compris entre 3 et 7 %.

5

13. Procédé selon au moins l'une quelconque des revendications précédentes,

caractérisé en ce

que le laminage à froid à l'étape c) comporte les étapes suivantes :

10 c₁) laminage à froid de la tôle laminée à chaud et prétraitée thermiquement de l'étape b) à un degré de formage d'au moins 30 %, le degré de formage par coulée individuelle étant compris entre 1 et 15 %, pour former une bande ou une feuille avec une épaisseur inférieure à 0,9 mm,

c₂) recuit intermédiaire de la bande ou de la feuille obtenue à l'étape c₁) à une température comprise entre 650 et 850 °C et

15 c₃) laminage à froid de la bande ou de la feuille obtenue à l'étape c₂) à un degré de formage compris entre 10 et 40 %, le degré de formage par coulée individuelle étant compris entre 0,1 et 10 % sur la cote finale.

14. Procédé selon au moins l'une quelconque des revendications précédentes,

caractérisé en ce

20 **que** l'épaisseur finale de la bande ou de la feuille après l'étape de laminage à froid c) ou après l'étape de laminage à froid c₃) est inférieure à 0,7 mm, de préférence même inférieure à 0,5 mm, de manière particulièrement préférée même inférieure à 0,4 mm et de manière tout à fait particulièrement préférée comprise entre 0,1 et 0,3 mm.

25

30

35

40

45

50

55

IN DER BESCHREIBUNG AUFGEFÜHRTE DOKUMENTE

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde ausschließlich zur Information des Lesers aufgenommen und ist nicht Bestandteil des europäischen Patentdokumentes. Sie wurde mit größter Sorgfalt zusammengestellt; das EPA übernimmt jedoch keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

In der Beschreibung aufgeführte Patentdokumente

- US 5222282 A [0001]
- US 4838337 A [0004]
- US 4805294 A [0005]