

(19)



(11)

EP 3 740 598 B1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:
28.06.2023 Patentblatt 2023/26

(51) Internationale Patentklassifikation (IPC):
C22C 21/06 ^(2006.01) **C22C 21/08** ^(2006.01)
C22F 1/047 ^(2006.01)

(21) Anmeldenummer: **19701587.8**

(52) Gemeinsame Patentklassifikation (CPC):
C22C 21/08; C22C 21/06; C22F 1/047

(22) Anmeldetag: **15.01.2019**

(86) Internationale Anmeldenummer:
PCT/EP2019/050899

(87) Internationale Veröffentlichungsnummer:
WO 2019/141666 (25.07.2019 Gazette 2019/30)

(54) **ALUMINIUMLEGIERUNG, VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG EINES ALUMINIUMFLACHPRODUKTS, ALUMINIUMFLACHPRODUKT UND VERWENDUNG DESSELBEN**

ALUMINIUM ALLOY, METHOD OF PRODUCTION OF AN ALUMINIUM-FLATPRODUCT, THE ALUMINIUM-FLATPRODUCT AND ITS USE

ALLIAGE D'ALUMINIUM, MÉTHODE DE FABRICATION D'UN PRODUIT PLAT D'ALUMINIUM, LE PRODUIT PLAT D'ALUMINIUM ET UTILISATION

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

• **GODDARD, David**
Market Harborough Leicestershire LE167NT (GB)

(30) Priorität: **16.01.2018 EP 18151840**

(74) Vertreter: **Cohausz & Florack**
Patent- & Rechtsanwälte
Partnerschaftsgesellschaft mbB
Bleichstraße 14
40211 Düsseldorf (DE)

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
25.11.2020 Patentblatt 2020/48

(56) Entgegenhaltungen:
DE-A1-102005 036 510 **JP-A- H09 136 185**
JP-A- 2000 317 675 **US-A- 4 645 543**
US-A- 5 181 969

(73) Patentinhaber: **Speira GmbH**
41515 Grevenbroich (DE)

(72) Erfinder:

- **DROSTE, Werner**
53113 Bonn (DE)
- **ENGLER, Olaf**
53229 Bonn (DE)
- **KUHNKE, Katrin**
42719 Solingen (DE)
- **MILLER-JUPP, Simon**
78121 Crespières (FR)
- **RÖSNER-KUHN, Michael**
21335 Lüneburg (DE)
- **PRITZLAFF, Reinhard**
50181 Bedburg (DE)
- **LENTZ, Martin Christoph**
53123 Bonn (DE)

• **Hector S Campbell: "SUPERIOR STRESS CORROSION RESISTANCE OF WROUGHT ALUMINIUM-MAGNESIUM ALLOY CONTAINING 1% ZINC", The Metallurgy of Light Alloys, 31 March 1983 (1983-03-31), pages 82-100, XP055648040, Conference Loughborough, GB**

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).

EP 3 740 598 B1

- **YANG H S ET AL:** "On the fabrication aspect of commercial superplastic 5083 aluminum alloy sheets", **SUPERPLASTICITY AND SUPERPLASTIC FORMING 1995 : PROCEEDINGS OF A CONFERENCE ON SUPERPLASTICITY AND SUPERPLASTIC FORMING, HELD AT THE TMS ANNUAL MEETING IN LAS VEGAS, NEVADA, FEBRUARY 13 - 15, 1995**, TM , no. CONF-950201 31 December 1995 (1995-12-31), pages 17-24, XP009517482, ISBN: 978-0-87339-300-3 Retrieved from the Internet: URL:<https://www.osti.gov/biblio/194181-fabrication-aspect-commercial-superplastic-aluminum-alloy-sheets>
- **LAVENDER C A ET AL:** "Development of superplasticity in 5083 aluminum with additions of Mn and Zr", **INTERNATIONAL CONFERENCE ON SUPERPLASTICITY IN ADVANCED MATERIALS (ICSAM), MOSCOW (RUSSIAN FEDERATION), 24-26 MAY 1994**, TRANS TECH PUBL, CH , vol. 170/172, no. PNL-SA-23032; CONF-9405193-3 1 May 1994 (1994-05-01), pages 279-286, XP009517481, DOI: 10.4028/WWW.SCIENTIFIC.NET/MSF.170-172.279 ISBN: 978-0-87849-685-3 Retrieved from the Internet: URL:<https://www.osti.gov/biblio/10177422-development-superplasticity-aluminum-additions-mn-zr>

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft eine Aluminiumlegierung für superplastische Aluminiumflachprodukte, ein Verfahren zur Herstellung eines superplastischen Aluminiumflachprodukts, ein superplastisches Aluminiumflachprodukt und dessen Verwendung.

[0002] In den vergangenen Jahren hat die Herstellung von Bauteilen durch superplastisches Umformen stark an Bedeutung gewonnen. Beim superplastischen Umformen wird ein für diesen Prozess geeignetes, sogenanntes superplastisches Ausgangsprodukt auf eine Umformtemperatur von bei Aluminiumlegierungen typischerweise 450-520 °C erhitzt und mit großen Umformgraden von teilweise mehreren 100 % umgeformt. Durch das superplastische Umformen ist es möglich, auch komplexe Werkstücke in nur einem Umformschritt und mit hoher Maßhaltigkeit herzustellen.

[0003] Ein typisches Verfahren zur superplastischen Umformung stellt beispielsweise das sogenannte Blasformen dar, bei dem ein blechförmiges Ausgangsmaterial durch Druckbeaufschlagung mit einem Fluid, insbesondere einem Gas, in eine Matrize gedrückt wird, die eine zu der herzustellenden Form negative Form aufweist. Während die superplastische Umformung klassischer Weise bei niedrigen Dehnraten in der Größenordnung von 10^{-4} s^{-1} durchgeführt wird, gehen neuere Entwicklungen in Richtung der Hochgeschwindigkeits-superplastischen-Umformung mit sehr hohen Dehnraten.

[0004] Als superplastisches Material ist beispielsweise die Legierung AA 5083 bekannt, die zur Herstellung von Produkten mittels superplastischen Umformens verwendet werden kann.

[0005] Weiterhin wird in dem Artikel "Chronicle of the development of a high strength 5xxx-based superplastic aluminium alloy" von S. P. Miller-Jupp, Mat. Sci. For. 838-839 (2016) S. 208-213 die Entwicklung einer auf AA 5456 basierenden superplastischen Legierung beschrieben.

[0006] Der vorliegenden Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, eine Aluminiumlegierung, ein Verfahren zur Herstellung eines Aluminiumflachprodukts sowie ein Aluminiumflachprodukt zur Verfügung zu stellen, das verbesserte Eigenschaften bei der superplastischen Umformung aufweist.

[0007] Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß gelöst durch eine Aluminiumlegierung, insbesondere für superplastische Aluminiumflachprodukte, wobei die Aluminiumlegierung die in Anspruch 1 aufgeführte Zusammensetzung aufweist.

[0008] Die Aluminiumlegierung kann insbesondere zur Herstellung eines Aluminiumprodukts durch superplastisches Umformen eines Aluminiumflachprodukts aus der Aluminiumlegierung verwendet werden.

[0009] Der Na-Gehalt der Aluminiumlegierung beträgt max. 2 ppm (d.h. max. 0,0002 Gew.-%), bevorzugt max. 1,4 ppm, insbesondere max. 1,0 ppm. Es wurde festgestellt, dass der Natriumgehalt in der Aluminiumlegierung extrem gering gehalten werden muss, da es ansonsten beim Warmwalzen des Barrens zu kantenseitigen Rissen kommen kann. Dies gilt insbesondere, da die Aluminiumlegierung einen hohen Mg-Gehalt von 5,2 Gew.-% oder mehr aufweist. Um die geringen zuvor genannten Na-Gehalte zu erreichen, kann zum Beispiel eine Chlorbehandlung der Schmelze durchgeführt werden.

[0010] Die oben genannte Aufgabe wird erfindungsgemäß weiterhin gelöst durch ein Verfahren zur Herstellung eines Aluminiumflachprodukts, insbesondere eines superplastischen Aluminiumflachprodukts, bei dem eine Aluminiumschmelze aus der in Anspruch 1 genannten Aluminiumlegierung bereitgestellt wird, bei dem die Aluminiumschmelze zu einem Barren gegossen wird, bei dem der Barren zu einem Warmband warmgewalzt wird, bei dem das Warmband zu einem Kaltband kaltgewalzt wird und bei dem das Kaltband gerichtet wird.

[0011] Weiterhin wird die oben genannte Aufgabe erfindungsgemäß gelöst durch ein Aluminiumflachprodukt, insbesondere ein superplastisches Aluminiumflachprodukt, das mit dem zuvor beschriebenen Verfahren herstellbar oder hergestellt ist.

[0012] Die oben genannte Aufgabe wird erfindungsgemäß weiterhin gelöst durch die Verwendung des zuvor beschriebenen Aluminiumflachprodukts zur Herstellung eines Aluminiumprodukts durch superplastisches Umformen des Aluminiumflachprodukts, insbesondere mittels Blasformen.

[0013] Es wurde festgestellt, dass sich mit dem zuvor beschriebenen Verfahren und der zuvor beschriebenen Aluminiumlegierung ein superplastisches Aluminiumflachprodukt herstellen lässt, das besonders gut für die superplastische Umformung geeignet ist. Insbesondere führt eine Wärmebehandlung des Aluminiumflachprodukts beim Aufwärmen auf die Umformtemperatur zur superplastischen Umformung zur Bildung eines feinen Gefüges, so dass hohe Umformgrade ohne Defekte erreicht werden können. Die Umformtemperatur liegt beim superplastischen Umformen vorzugsweise im Bereich von 450 °C bis 520 °C. Die Gesamtdehnung liegt beim superplastischen Umformen vorzugsweise bei mindestens 100%.

[0014] Unter einem superplastischen Aluminiumflachprodukt wird insbesondere ein Aluminiumflachprodukt verstan-

den, das eine Dehnratenempfindlichkeit m von mindestens 0,3 aufweist, wobei

$$m = \frac{d \ln(\sigma)}{d \ln(\dot{\epsilon})}$$

, σ die Fließspannung und $\dot{\epsilon}$ die Dehnratenempfindlichkeit $m \geq 0,3$ wird typischerweise nur in einem bestimmten Dehnratenbereich erreicht, z.B. im Bereich von 10^{-4} s^{-1} bis 10^{-3} s^{-1} , in dem das Aluminiumflachprodukt superplastisch ist.

[0015] Das Verfahren dient zur Herstellung eines Aluminiumflachprodukts. Bei dem Aluminiumflachprodukt kann es sich insbesondere um ein Band oder um ein Blech handeln.

[0016] Bei dem Verfahren wird eine Aluminiumschmelze aus der zuvor beschriebenen Aluminiumlegierung bereitgestellt. Die Bereitstellung der Aluminiumschmelze erfolgt insbesondere dadurch, dass in einem Aluminiumofen durch Einschmelzen von Primäraluminium, gegebenenfalls Schrott und weiteren Zusätzen die Zusammensetzung der zuvor beschriebenen Aluminiumlegierung eingestellt wird.

[0017] Die bereitgestellte Aluminiumschmelze wird bei dem Verfahren zu einem Barren gegossen, insbesondere im DC(Direct Chill)-Strangguss. Der Barren wird für das Warmwalzen vorgewärmt. Alternativ kann eine separate Barrenhomogenisierung vor dem Vorwärmen erfolgen, um ein gleichmäßigeres Gefüge zu erhalten.

[0018] Anschließend wird der Barren zu einem Warmband warmgewalzt, vorzugsweise bei einer Temperatur im Bereich von 280 °C bis 550 °C, insbesondere wird eine Warmbandtemperatur (d.h. an Warmbandenddicke) im Bereich von 280°C bis 350°C eingestellt. Das Warmband wird anschließend zu einem Kaltband kaltgewalzt.

[0019] Nach dem Kaltwalzen wird das Kaltband gerichtet. Beim Richten des Kaltbands wird das Kaltband durch eine Mehrzahl versetzt zueinander angeordneter Richtwalzen geführt, um eine für die superplastische Umformung geeignete Planheit zu erzielen. Im Folgenden werden verschiedene Ausführungsformen der Aluminiumlegierung, des Verfahrens, des Aluminiumflachprodukts und dessen Verwendung beschrieben, wobei die einzelnen Ausführungsformen jeweils einzeln für die Aluminiumlegierung, das Verfahren, das Aluminiumflachprodukt und die Verwendung gelten. Weiterhin können die einzelnen Ausführungsformen auch untereinander kombiniert werden.

[0020] Bei einer Ausführungsform weist die Aluminiumschmelze einen Si-Gehalt von 0,03 - 0,10 Gew.-% und einen Fe-Gehalt von 0,05 - 0,15 Gew.-%. Silizium und Eisen sind Dispersoidbildner und daher zum Erreichen einer feinen Kornstruktur für das superplastische Umformen grundsätzlich vorteilhaft. Es wurde jedoch festgestellt, dass sich durch Silizium und Eisen grobe intermetallische Phasen, insbesondere AlSiFeMn-Phasen, mit einer Größe von mehr als 20 µm oder sogar mehr als 30 µm bilden können, die bei der superplastischen Umformung zur Porenbildung führen und dadurch insbesondere die mechanischen Eigenschaften des aus dem Aluminiumflachprodukt hergestellten Aluminiumprodukts beeinträchtigen. Daher wird der Si-Gehalt der Aluminiumlegierung auf 0,10 Gew.-% und der Fe-Gehalt der Aluminiumlegierung vorzugsweise auf 0,15 Gew.-% beschränkt.

[0021] Ein Siliziumgehalt unterhalb von 0,03 Gew.-% oder ein Eisengehalt unterhalb von 0,05 Gew.-% lässt sich in technischen Aluminiumlegierungen nur sehr aufwändig erreichen, wobei sich die Herstellungskosten des Aluminiumflachprodukts und des daraus hergestellten Aluminiumprodukts erheblich erhöhen würden. Gleichzeitig wurde festgestellt, dass mit den Silizium- und Eisengehalten in den genannten Bereichen eine feine Kornstruktur für das superplastische Umformen bei noch akzeptabel geringer Porenbildung während der superplastischen Umformung erreicht werden kann.

[0022] Bei einer weiteren Ausführungsform beträgt der Cu-Gehalt der Aluminiumlegierung maximal 0,05 Gew.-%. Auf diese Weise wird die Korrosionsbeständigkeit der Legierung nicht nachteilig beeinflusst. Darüber hinaus wird durch den geringen Cu-Gehalt die Fließspannung bei erhöhten Temperaturen gering gehalten, was sich positiv auf die superplastische Umformung auswirkt.

[0023] Bei einer weiteren Ausführungsform weist die Aluminiumlegierung einen Mn-Gehalt von 0,7 Gew.-% bis 1,0 Gew.-% auf. Es wurde festgestellt, dass Mangan in der Aluminiumlegierung als starker Dispersoidbildner wirkt, sodass durch einen höheren Gehalt von Mangan von mindestens 0,7 Gew.-% eine hohe Anzahl bzw. Dichte feiner Dispersoide im Aluminiumflachprodukt erzeugt wird. Es wurde festgestellt, dass diese Mangandispersoide das Kornwachstum behindern, sodass nach dem superplastischen Umformen eines aus der Aluminiumlegierung hergestellten Aluminiumflachprodukts trotz der hohen Umformtemperaturen ein feinkörniges Gefüge vorliegt.

[0024] Erfindungsgemäß weist die Aluminiumlegierung einen Magnesiumgehalt von 5,2 Gew.-% bis 5,5 Gew.-% auf. Es wurde festgestellt, dass durch einen erhöhten Magnesiumgehalt von mindestens 5,2 Gew.-% eine Stabilisierung der Korngrößen erreicht werden kann, wodurch die superplastischen Eigenschaften des Aluminiumflachprodukts weiter verbessert werden. Weiterhin wird durch den erhöhten Magnesiumgehalt in dem genannten Bereich eine verbesserte Festigkeit bei noch guter Walzbarkeit erreicht. Insbesondere verbessert der Magnesiumgehalt in diesem Bereich die Festigkeit eines aus dem Aluminiumflachprodukt hergestellten Aluminiumprodukts nach dem superplastischen Umformen.

[0025] Bei einer weiteren Ausführungsform weist die Aluminiumlegierung einen Zinkgehalt von maximal 0,06 Gew.-% und/oder einen Titangehalt im Bereich von 0,015 - 0,03 Gew.-% auf. Es wurde festgestellt, dass sich ein Zinkgehalt bis zu 0,06 Gew.-% und ein Titangehalt bis zu 0,03 Gew.-% nicht nachteilig auf die Eigenschaften für die superplastische Umformung des Aluminiumflachprodukts auswirkt. Ein Titangehalt ist als Kornfeiner sogar in begrenztem Maße insbesondere mit einem Gehalt von mindestens 0,015 Gew.-% erwünscht.

[0026] Bei einer weiteren Ausführungsform weist die Aluminiumlegierung einen Borgehalt von maximal 50 ppm (d.h. von maximal 0,005 Gew.-%) und/oder einen Calciumgehalt von maximal 15 ppm (d.h. von maximal 0,0015 Gew.-%) und/oder einen Lithiumgehalt von maximal 15 ppm (d.h. von maximal 0,0015 Gew.-%) auf. Titanboride wirken während des Gusses kornfeinend und wirken sich somit günstig auf den Walzprozess sowie die Homogenität des Produktes aus,

wobei sich ein Borgehalt von maximal 50 ppm nicht nachteilig auf die Eigenschaften für die superplastische Umformung des Aluminiumflachprodukts auswirkt. Calcium und Lithium begünstigen wie Natrium die Bildung von Kantenrissen und beeinträchtigen dadurch die Walzbarkeit insbesondere während des Warmwalzens.

[0027] Bei einer weiteren Ausführungsform des Verfahrens wird die Aluminiumschmelze dadurch bereitgestellt, dass eine vorläufige Aluminiumschmelze mit Zusätzen zusammenschmolzen wird, um die Zusammensetzung der bereitgestellten Aluminiumschmelze, insbesondere die zuvor beschriebene Zusammensetzung, zu erreichen, wobei mindestens zwei der Legierungselemente Cr, Mn und Ti, vorzugsweise alle drei Legierungselemente Cr, Mn und Ti, getrennt voneinander chargiert werden.

[0028] Um aus Ausgangsmaterial, beispielsweise Primäraluminium und/oder Aluminiumschrott, eine Aluminiumschmelze mit einer bestimmten Legierungszusammensetzung herzustellen, wird das Ausgangsmaterial in einem Schmelzofen zunächst zu einer vorläufigen Aluminiumschmelze eingeschmolzen und dann - typischerweise nach vorberechneter Gattierung - mit geeigneten Zusätzen, insbesondere aus Legierungsmetall, Vorlegierungen, Schrotten und/oder geeigneten Zusatzstoffen, verschmolzen, um die gewünschte Legierungszusammensetzung zu erreichen.

[0029] Es wurde festgestellt, dass sich bei gleichzeitigem Hinzulegieren mehrerer der Dispersoidbildner Cr, Mn und Ti grobe Partikel, insbesondere Al(Mn,Fe,Cr)Si-Partikel, die darüber hinaus Mg, Ti und V enthalten können, bilden können, die entsprechend zu groben Partikeln mit einer Größe von mehr als 20 μm oder sogar mehr als 30 μm in dem Aluminiumflachprodukt führen, so dass es beim superplastischen Umformen des Aluminiumflachprodukts zu Defekten und/oder zur verstärkten Porenbildung kommen kann, die die mechanischen Eigenschaften des aus dem Aluminiumflachprodukt hergestellten Aluminiumprodukts beeinträchtigen.

[0030] Indem mindestens zwei der Legierungselemente Cr, Mn und Ti, vorzugsweise alle drei Legierungselemente Cr, Mn und Ti, getrennt voneinander chargiert werden, kann die Bildung dieser groben Partikel verhindert werden. Unter dem getrennten Chargieren von zwei Legierungselementen wird verstanden, dass die zum Einstellen des gewünschten Gehalts eines der zwei Legierungselemente zuzugebenden Zusätze und die zum Einstellen des gewünschten Gehalts des anderen der zwei Legierungselemente zuzugebenden Zusätze zu verschiedenen Zeitpunkten der vorläufigen Aluminiumschmelze zugegeben werden. Sollen der vorläufigen Aluminiumschmelze zum Beispiel zur Einstellung des Ti-Gehalts Titanboridstäbe und zur Einstellung des Mn-Gehalts Stücke aus einer Mn-haltigen Vorlegierung zugegeben werden, so werden die Titanboridstäbe und die Stücke der Vorlegierung vorzugsweise zeitlich getrennt voneinander mit der vorläufigen Aluminiumschmelze zusammenschmolzen.

[0031] Vorzugsweise erfolgt zwischen der Zugabe der Zusätze für ein erstes der Legierungselemente Cr, Mn und Ti und der Zugabe der Zusätze für ein zweites der Legierungselemente Cr, Mn und Ti ein Mischen der Aluminiumschmelze im Schmelzofen, insbesondere durch Rühren. Vorzugsweise wird die vorläufige Aluminiumschmelze nach Zugabe der Zusätze für das erste der Legierungselemente Cr, Mn und Ti im Schmelzofen so lange gemischt, bis eine Aluminiumschmelze mit homogener Zusammensetzung erreicht wurde. Die Homogenität der vorläufigen Aluminiumschmelze im Schmelzofen ist hinreichend, wenn die chemische Analyse der Schmelze mit der Gattierung für das erste der Legierungselemente Cr, Mn und Ti übereinstimmt. Die Beprobung zur Ermittlung der Homogenität erfolgt vorzugsweise in drei verschiedenen Bereichen des Schmelzofens. Im obigen Beispiel erfolgt entsprechend nach der Zugabe von Titanborid und vor der Zugabe der Stücke aus der Vorlegierung vorzugsweise eine Homogenisierung der vorläufigen Aluminiumschmelze durch Rühren, bis in drei verschiedenen Bereichen des Schmelzofens ein übereinstimmender Ti-Gehalt erreicht wurde.

[0032] Werden ein erstes der Legierungselemente Cr und Mn und ein zweites der Legierungselemente Cr und Mn (also das jeweils andere Legierungselement) getrennt chargiert, so beträgt der Gehalt des zweiten der Legierungselemente Cr und Mn während des Chargierens des ersten der Legierungselemente Cr und Mn in der vorläufigen Aluminiumschmelze vorzugsweise max. 0,05 Gew.-%. Wird zum Beispiel zunächst Mn und dann Cr chargiert, so beträgt der Cr-Gehalt in der Aluminiumschmelze während der Chargierung von Mn vorzugsweise max. 0,05 Gew.-%. Dies hat sich als vorteilhaft herausgestellt, um der Bildung grober Partikel entgegenzuwirken.

[0033] Die Temperatur der vorläufigen Aluminiumschmelze beträgt beim Chargieren von Cr vorzugsweise mehr als 740 °C, insbesondere mindestens 750 °C. Auf diese Weise kann Cr sehr gleichmäßig in der Aluminiumschmelze verteilt werden.

[0034] Mg wird vorzugsweise erst nach Cr, Mn und/oder Ti chargiert, vorzugsweise als letztes Element. Weiterhin beträgt die Temperatur der vorläufigen Aluminiumschmelze beim Chargieren von Mg vorzugsweise weniger als 740°C, insbesondere max. 730 °C. Auf diese Weise kann der gewünschte Mg-Gehalt besser eingestellt werden, da der Mg-Gehalt bei höheren Temperaturen oder vorzeitigem Hinzulegieren durch Abbrand reduziert werden kann.

[0035] Bei einer weiteren Ausführungsform wird zur Bereitstellung der Aluminiumschmelze ein Schrottanteil von weniger als 5 Gew.-%, vorzugsweise weniger als 1 Gew.-%, insbesondere weniger als 0,1 Gew.-% verwendet. Es wurde festgestellt, dass bereits geringe Mengen bestimmter Begleitelemente und Verunreinigungen aus dem Schrottanteil dazu führen können, dass sich in der Aluminiumschmelze und im daraus hergestellten Aluminiumflachprodukt große Partikel bilden, die als Keimbildner zur Porenbildung und damit zur Schädigung während der superplastischen Umformung beitragen. Daher wird der Schrottanteil bei der Herstellung der Aluminiumschmelze vorzugsweise so gering wie

möglich gehalten oder vorzugsweise sogar ganz auf die Zugabe von Schrott verzichtet. Entsprechend wird die Aluminiumschmelze vorzugsweise insbesondere dadurch bereitgestellt, dass im Wesentlichen Primäraluminium eingeschmolzen wird, gegebenenfalls mit Zusätzen, um die gewünschte Zusammensetzung zu erhalten.

[0036] Bei einer weiteren Ausführungsform liegt der Abwalzgrad beim Kaltwalzen insgesamt im Bereich von 70 % bis 80 %. Bei einer entsprechenden Ausführungsform ist das Aluminiumflachprodukt im Zustand H18, vorzugsweise im Zustand H19 nach DIN EN 515. Durch den hohen Umformgrad beim Kaltwalzen wird eine hohe Versetzungsdichte in das Material eingebracht. Dies führt dazu, dass das Material des Aluminiumflachprodukts bei der Erwärmung für die superplastische Umformung spontan mit einer sehr feinen Gefügestruktur rekristallisiert, die für die superplastische Umformung vorteilhaft ist.

[0037] Das Kaltwalzen wird insbesondere ohne Zwischenglühung durchgeführt. Falls eine Zwischenglühung dennoch durchgeführt wird, bezieht sich der oben genannte Abwalzgrad beim Kaltwalzen auf den Gesamt-Abwalzgrad nach dem letzten Zwischenglühen.

[0038] Die Enddicke des Kaltbands liegt vorzugsweise im Bereich von 1 - 3 mm. Um die vorteilhaften hohen Abwalzgrade beim Kaltwalzen zu erreichen, liegt die Warmbanddicke vorzugsweise im Bereich von 3 bis 15 mm, insbesondere im Bereich von 4 bis 12 mm.

[0039] Der Abwalzgrad beträgt im letzten Kaltwalzstich vorzugsweise weniger als 33 %. Dadurch können die Zustände H18 sowie H19 hergestellt werden, ohne nachteilige Effekte auf die superplastische Umformung hervorzurufen. Darüber hinaus werden durch die Begrenzung des Abwalzgrades im letzten Stich Oberflächenfehler, insbesondere Rattermarken vermieden.

[0040] Bei einer weiteren Ausführungsform erfolgt das Richten des Kaltbands mittels Richtwalzen mit einem Durchmesser von mehr als 60 mm. Es wurde festgestellt, dass sich durch die Verwendung größerer Richtwalzen unerwünschte Oberflächendefekte nach dem superplastischen Umformen vermeiden lassen.

[0041] Bei einer weiteren Ausführungsform wird das Kaltband nach dem Richten ohne zwischenzeitliches Aufrollen zu Blechen geschnitten. Auf diese Weise wird die durch das Richten erreichte Ebenheit des Bands nicht wieder verschlechtert, so dass ein zweiter Richtvorgang entbehrlich ist. Dies ist insbesondere vorteilhaft, wenn das Kaltband mit Richtwalzen mit einem Durchmesser von mehr als 60 mm und damit unter Reduzierung oder sogar Vermeidung von Oberflächenfehlern gerichtet wurde. Das mögliche Einbringen von Oberflächenfehlern in einem zweiten, ggf. kundenseitigen Richtvorgang kann auf diese Weise vermieden werden.

[0042] Die Bandtemperatur wird zwischen dem Kaltwalzen und dem Schneiden zu Blechen wird im Bereich unter 200 °C, vorzugsweise unter 50°C, insbesondere bei Raumtemperatur von z.B. ca. 20°C gehalten. Auf diese Weise wird eine vorzeitige Erholung durch Abbau der durch das Kaltwalzen in das Aluminiumflachprodukt eingebrachten Versetzungen vermieden, sodass erst beim Aufheizen des Blechs zum superplastischen Umformen ein starker Rekristallisierungseffekt mit feiner Gefügebildung eintreten kann.

[0043] Bei einer weiteren Ausführungsform weist das Aluminiumflachprodukt nach einer Wärmebehandlung für 30 Minuten bei 500 °C eine Dehngrenze $R_{p0,2}$ von mindestens 160 MPa, insbesondere mindestens 170 MPa, und eine Zugfestigkeit R_m von mindestens 310 MPa, insbesondere mindestens 320 MPa, auf. $R_{p0,2}$ und R_m sind jeweils im Zugversuch nach DIN EN ISO 6892-1:2017 zu bestimmen. Zusätzlich oder alternativ weist das Aluminiumflachprodukt vorzugsweise nach einer superplastischen Umformung bei einer Umformtemperatur von 515°C, einer Dehnrates von $2,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ und einer Gesamtdehnung von 100 % eine Porosität von kleiner als 1,5%, insbesondere kleiner als 1% auf.

[0044] Es wurde festgestellt, dass sich durch das zuvor beschriebene Verfahren, insbesondere durch einen Fe-Gehalt von maximal 0,15 Gew.-% und einen Si-Gehalt von maximal 0,10 Gew.-% sowie durch das vorzugsweise getrennte Chargieren von Mn, Cr und vorzugsweise auch Ti die Bildung grober Partikel im Aluminiumflachprodukt vermeiden lässt, die beim superplastischen Umformen zur Porenbildung führen. Dadurch können mit dem Verfahren Aluminiumflachprodukte hergestellt werden, die nach der superplastischen Umformung eine sehr geringe Porosität aufweisen. Die geringe Porosität nach der superplastischen Umformung, insbesondere kombiniert mit einem Mn-Gehalt von mindestens 0,7 Gew.-% und einem Mg-Gehalt von mindestens 5,2 Gew.-%, führt darüber hinaus zu sehr guten mechanischen Eigenschaften des Aluminiumflachprodukts nach einer durch die typischen Umformtemperaturen einer superplastischen Umformung bedingten Wärmebehandlung. Damit lassen sich aus den Aluminiumflachprodukten durch superplastisches Umformen Aluminiumprodukte mit sehr geringer Porosität und sehr guten mechanischen Eigenschaften herstellen.

[0045] Bei einer weiteren Ausführungsform weist das Aluminiumflachprodukt nach einer Wärmebehandlung von 5 Minuten bei 500°C einen mittleren Korndurchmesser von höchstens 15 µm auf. Die mittleren Korndurchmesser sind nach ASTM E112 zu bestimmen. Es wurde festgestellt, dass sich mit dem zuvor beschriebenen Verfahren ein Aluminiumflachprodukt herstellen lässt, das nach kurzer Wärmebehandlung durch die Einstellung einer typischen Umformtemperatur für das superplastische Umformen ein entsprechend feines Gefüge aufweist. Diese wird insbesondere bei dem Mg-Gehalt von mindestens 5,2 Gew.-%, dem bevorzugten Cr-Gehalt zwischen 0,12 und 0,18 Gew.-%, dem Si-Gehalt von maximal 0,10 Gew.-%, dem bevorzugten Fe-Gehalt von maximal 0,05 Gew.-%, durch das getrennte Chargieren von Mn, Cr und/oder Ti und durch den bevorzugten H19-Zustand des Aluminiumflachprodukts erreicht.

[0046] Bei einer weiteren Ausführungsform wird das superplastische Umformen mit einer Dehnrates von mehr als 10^{-3}

s⁻¹, insbesondere von mindestens 10⁻² s⁻¹, durchgeführt. Typischerweise erfolgt das superplastische Umformen bei Dehnraten im Bereich 10⁻⁴ bis 10⁻³ s⁻¹. Es wurde festgestellt, dass die mit dem beschriebenen Verfahren hergestellten Aluminiumflachprodukte mit deutlich höheren Dehnraten superplastisch umformbar sind, ohne dass das Material bei der Umformung einschnürt. Erreicht wird dies insbesondere durch eine Dehnratenempfindlichkeit $m \geq 0,3$ auch bei höheren Dehnraten von über 10⁻³ s⁻¹. Bei einer entsprechenden Ausführungsform weist das Aluminiumflachprodukt bei einer Dehnratenempfindlichkeit m , bestimmt mittels des inkrementellen Dehnungsratentests (incremental strain rate test) nach Lederich (Lederich et al. "Superplastic Formability Testing" Journal of Metals Vol. 34 Issue 8, pp. 16-20, 1982) unter Verwendung der Dehnraten 5 × 10⁻⁴ s⁻¹, 1 × 10⁻⁴ s⁻¹, 5 × 10⁻⁴ s⁻¹, 1 × 10⁻³ s⁻¹, 5 × 10⁻³ s⁻¹, 1 × 10⁻² s⁻¹, 5 × 10⁻⁴ s⁻¹ und 1 × 10⁴ s⁻¹ sowie einer ISO 20032:2007 konformen Prüfmaschine und Probengeometrie, von mindestens 0,3 auf. Die höheren Dehnraten beim superplastischen Umformen ermöglichen kürzere Umformzeiten und damit höhere Umformtakte, wodurch Produktionskosten gesenkt werden können. Weitere Merkmale und Vorteile des Verfahrens, des Aluminiumflachprodukts und dessen Verwendung ergeben sich aus der nachfolgenden Beschreibung von Ausführungsbeispielen, wobei auf die jeweilige Zeichnung Bezug genommen wird.

[0047] In der Zeichnung zeigen

Fig. 1 ein Ausführungsbeispiel des Verfahrens,

Fig. 2 ein Ausführungsbeispiel für die Verwendung des mit dem Verfahren hergestellten Aluminiumflachprodukts,

Fig. 3 ein zweites Ausführungsbeispiel für die Verwendung des mit dem Verfahren aus Fig. 1 hergestellten Aluminiumflachprodukts,

Fig. 4 ein Schlibfbild eines Aluminiumflachprodukts mit groben Cr-haltigen Partikeln,

Fig. 5-7 Schlibfbilder von Aluminiumflachprodukten vor einer Wärmebehandlung (Fig. 4), nach 1 Minute (Fig. 5) und nach 60 Minuten Wärmebehandlung bei 500 °C (Fig. 6),

Fig. 8 ein Diagramm mit Versuchsergebnissen zur Umformtemperaturabhängigen Dehnratenempfindlichkeit m und

Fig. 9-10 Diagramme mit Versuchsergebnissen zur Dehngrenze $R_{p0,2}$ (Fig. 9) und Zugfestigkeit R_m (Fig. 10) bei Raumtemperatur nach 30-minütigen Wärmebehandlungen bei verschiedenen Temperaturen.

[0048] Figur 1 zeigt ein Ausführungsbeispiel des Verfahrens zur Herstellung eines Aluminiumflachprodukts in schematischer Darstellung.

[0049] In einem ersten Schritt 2 des Verfahrens wird zunächst eine vorläufige Aluminiumschmelze hergestellt, indem Primärmetall 4 und Legierungszusätze 6 in einen Aluminiumschmelzofen 8 geben und dort eingeschmolzen werden. Auf die Verwendung von Aluminiumschrott wird zur Herstellung der vorläufigen Aluminiumschmelze 10 vorzugsweise weitgehend verzichtet.

[0050] Im zweiten Schritt 12 wird die vorläufige Aluminiumschmelze 10 im Schmelzofen 8 homogenisiert, was in Figur 1 durch das schematisch dargestellte Rührwerk 14 illustriert wird.

[0051] Die homogenisierte vorläufige Aluminiumschmelze 10 im Aluminiumschmelzofen 8 weist folgende Zusammensetzung auf:

0,03 Gew.-%	≤	Si	≤	0,10 Gew.-%,
0,05 Gew.-%	≤	Fe	≤	0,15 Gew.-%,
		Cu	≤	0,05 Gew.-%,
0,7 Gew.-%	≤	Mn	≤	1,0 Gew.-%,
		Mg	≤	1 Gew.-%,
		Cr	≤	0,05 Gew.-%,
		Zn	≤	0,06 Gew.-%,
0,015 Gew.-%	≤	Ti	≤	0,030 %,
		Na	≤	1,0 ppm,

unvermeidbare Verunreinigungen einzeln bis maximal 0,05 Gew.-%, in Summe maximal 0,15 Gew.-%, Rest Aluminium.

EP 3 740 598 B1

Der geringe Na-Gehalt kann zum Beispiel durch eine Chlorbehandlung der Schmelze erreicht werden.

[0052] Im dritten Schritt 16 wird der vorläufigen Aluminiumschmelze 10 chromhaltiges Material 18 zugegeben und die sich daraus ergebende (weiterhin vorläufige) Aluminiumschmelze 22 wird im vierten Schritt 20 wiederum homogenisiert (wie durch das Rührwerk 14 illustriert). Die homogenisierte Aluminiumschmelze 22 weist folgende Zusammensetzung auf:

5

10

15

0,03 Gew.-%	≤	Si	≤	0,10 Gew.-%,
0,05 Gew.-%	≤	Fe	≤	0,15 Gew.-%,
		Cu	≤	0,05 Gew.-%,
0,7 Gew.-%	≤	Mn	≤	1,0 Gew.-%,
		Mg	≤	1 Gew.-%,
0,12 Gew.-%	≤	Cr	≤	0,18 Gew.-%,
		Zn	≤	0,06 Gew.-%,
0,015 Gew.-%	≤	Ti	≤	0,030 %,
		Na	≤	1,0 ppm,

unvermeidbare Verunreinigungen einzeln bis maximal 0,05 Gew.-%, in Summe maximal 0,15 Gew.-%, Rest Aluminium.

20

[0053] Mit den beschriebenen Schritten 2, 12 und 16 wird eine getrennte Chargierung von Mn bzw. Ti und Cr erreicht. Im ersten Schritt 2 wird zunächst der Mn-Gehalt und der Ti-Gehalt eingestellt, während das für die Einstellung des gewünschten Cr-Gehalts hinzuzufügende Material 18 separat davon erst im dritten Schritt 16 nach einer Homogenisierung der vorläufigen Schmelze 10 in Schritt 12 hinzugefügt wird. Auf ähnliche Weise kann auch Ti getrennt von Mn chargiert werden. Neben dem Gehalt von Mn und Ti werden im vorliegenden Beispiel auch die Gehalte weiterer Legierungselemente (insbesondere Si und Fe) im ersten Schritt 2 eingestellt. Die Chargierung dieser Legierungselemente (im vorliegenden Beispiel insbesondere Mn, Ti, Si und Fe) kann gleichzeitig oder auch getrennt voneinander erfolgen.

25

[0054] Im fünften Schritt 23 wird der vorläufigen Aluminiumschmelze 22 magnesiumhaltiges Material 24 zugegeben und die sich daraus ergebende Aluminiumschmelze 25 wird im sechsten Schritt 26 wiederum homogenisiert (wie durch das Rührwerk 14 illustriert). Die homogenisierte Aluminiumschmelze 25 weist folgende Zusammensetzung auf:

30

35

40

0,03 Gew.-%	≤	Si	≤	0,10 Gew.-%,
0,05 Gew.-%	≤	Fe	≤	0,15 Gew.-%,
		Cu	≤	0,05 Gew.-%,
0,7 Gew.-%	≤	Mn	≤	1,0 Gew.-%,
5,2 Gew.-%	≤	Mg	≤	5,5 Gew.-%,
0,12 Gew.-%	≤	Cr	≤	0,18 Gew.-%,
		Zn	≤	0,06 Gew.-%,
0,015 Gew.-%	≤	Ti	≤	0,030 %,
		Na	≤	1,0 ppm,

unvermeidbare Verunreinigungen einzeln bis maximal 0,05 Gew.-%, in Summe maximal 0,15 Gew.-%, Rest Aluminium.

45

[0055] Auf diese Weise wird Mg erst nach Mn/Ti und Cr chargiert, vorzugsweise als letztes Legierungselement der Aluminiumschmelze, um den Abbrand von Mg zu verhindern. Zu diesem Zweck beträgt die Temperatur der Aluminiumschmelze beim Chargieren von Mg zudem vorzugsweise weniger als 740 °C, insbesondere max. 730 °C. Demgegenüber beträgt die Temperatur der Aluminiumschmelze beim Chargieren von Cr vorzugsweise mehr als 740 °C, insbesondere mindestens 750 °C, beträgt, um Cr gleichmäßig in der Aluminiumschmelze zu verteilen.

50

[0056] Die Aluminiumschmelze 25 wird im nachfolgenden Schritt 27 mittels DC-Strangguss zu einem Barren 28 gegossen. Zu diesem Zweck wird die Aluminiumschmelze 25, zum Beispiel mittels eines Tiegels 29, in eine gekühlte und nach unten geöffnete Rahmenkokille 30 gegossen und durch Besprühen mit Wasser 31 erstarrt, so dass sich der Barren 28 ergibt.

55

[0057] Der Barren 28 wird im nachfolgenden Schritt 32 in einem Homogenisierungs- und/oder Barrenvorwärmung unterzogen und im nachfolgenden Schritt 36 in einem beispielsweise reversierenden Warmwalzgerüst 38 zum Warmband 40 warmgewalzt, vorzugsweise bei einer Temperatur im Bereich von 280°C bis 550°C, wobei insbesondere eine Warmbandtemperatur von 280°C bis 350°C eingestellt wird. Durch den geringen Na-Gehalt der Aluminiumlegierung des Barrens 28 kommt es trotz des hohen Mg-Gehalts nicht zu Kantenrissen beim Warmwalzen.

[0058] Im nachfolgenden Schritt 42 wird das Warmband 40 in mehreren Stichen ohne Zwischenglühen auf einem

oder mehreren Kaltwalzgerüsten 44 kaltgewalzt, so dass sich schließlich ein Kaltband 46 mit einer Enddicke im Bereich von 1 bis 3 mm ergibt.

[0059] Der Gesamtabwalzgrad beträgt beim Kaltwalzen mindestens 70%, wobei der Abwalzgrad im letzten Walzstich geringer ist als 33%.

[0060] Im nachfolgenden Schritt 48 wird das Kaltband 46 durch eine Richtanlage 50 mit mehreren versetzt zueinander angeordneten Richtwalzen 52 geführt und dadurch gerichtet. Die Richtwalzen 52 weisen jeweils einen Durchmesser von ≥ 60 mm auf, so dass die Bildung von Oberflächenfehlern beim Richten vermieden wird. Nach dem Richten wird das Kaltband 46 mittels einer Schneidvorrichtung 54 unmittelbar in Bleche 56 geschnitten, ohne dass ein zwischenzeitliches Aufrollen zu einem Coil erfolgt. Dadurch wird wiederum eine einseitige Stauchung oder Dehnung des Kaltbands 46 vermieden.

[0061] Die mit dem in Figur 1 beschriebenen Verfahren hergestellten Aluminiumbleche 56 sind besonders gut für die weitere Verwendung in einem Prozess mit superplastischem Umformen geeignet.

[0062] Figur 2 zeigt ein Ausführungsbeispiel für eine Verwendung eines mit dem Verfahren aus Fig. 1 hergestellten Aluminiumblechs 56 zur Herstellung eines Bauteils 66 mittels superplastischer Umformung.

[0063] In einem ersten Schritt 68 wird das Aluminiumblech 56 auf eine Temperatur im Bereich von 450 °C bis 520 °C erwärmt. Das Erwärmen kann z.B. wie in Fig. 2 exemplarisch dargestellt in einem Kammer- oder einem Durchlaufofen 70 erfolgen. Zusätzlich oder alternativ kann das Erwärmen des Aluminiumblechs 56 auch direkt in einem Umformwerkzeug 78 zur Umformung des Aluminiumblechs 56 erfolgen. In diesem Fall kann insbesondere auf einen separaten Ofen 70 verzichtet werden.

[0064] Durch die während des Kaltwalzens in Schritt 42 aus Fig. 1 in das Material eingebrachte hohe Versetzungsdichte kommt es beim Erwärmen des Aluminiumblechs 56 z.B. im Ofen 70 oder im Werkzeug 78 zu einer spontanen Rekristallisation des Aluminiumblechs 56 unter Bildung eines sehr feinen Gefüges, das sich vorteilhaft auf das nachfolgende superplastische Umformen auswirkt. Gegenüber einem Kammerofen begünstigen insbesondere die Erwärmung im Werkzeug oder im Durchlaufofen die superplastische Umformung, da die Transfer- und Verweilzeiten, bei denen das Material hohen (Umform-)Temperaturen ausgesetzt ist, minimiert werden und dadurch das Kornwachstum vor der eigentlichen Umformung weiter minimiert wird.

[0065] In einem zweiten Schritt 72 wird das Aluminiumblech 56 zwischen einer ersten Matrizenhälfte 74 und einer zweiten Matrizenhälfte 76 des Umformwerkzeugs 78 zur superplastischen Umformung angeordnet, sofern dies nicht bereits zuvor für eine Erwärmung des Aluminiumblechs 56 im Umformwerkzeug 78 geschehen ist. Die erste Matrizenhälfte 74 weist in Fig. 2 exemplarisch eine Einwölbung 80 und die zweite Matrizenhälfte 76 eine dazu korrespondierende Auswölbung 82 auf. Stattdessen können die beiden Matrizenhälften 74, 76 auch komplexere Konturen zur Herstellung eines komplexer geformten Bauteils aufweisen.

[0066] Im nächsten Schritt 84 werden die beiden Matrizenhälften 74, 76 zusammengefahren, wobei das Aluminiumblech 56 superplastisch umgeformt wird. Insbesondere beträgt der Umformgrad des Aluminiumblechs 56 lokal teilweise 100 % oder mehr. Wegen der für die superplastische Umformung guten Eigenschaften des Aluminiumblechs 56, insbesondere der feinen und gleichmäßigen Gefügestruktur, kommt es trotz der hohen Umformgrade nicht zum Einschnüren oder Reißen des Aluminiumblechs 56. Nach dem Auseinanderfahren der beiden Matrizenhälften 74, 76 kann dem Umformwerkzeug 78 daher im letzten Schritt 86 ein beschädigungsfreies fertiges Bauteil 66 entnommen werden. Darüber hinaus weist das auf diese Weise hergestellte Bauteil 66 auch eine hohe Oberflächengüte ohne auffällige Oberflächen-defekte auf.

[0067] Die Eigenschaften des Aluminiumblechs 56 ermöglichen es, die superplastische Umformung sehr schnell durchzuführen. Insbesondere kann das Zusammenfahren der beiden Matrizenhälften 74, 76 innerhalb weniger Minuten, vorzugsweise in max. 5 Minuten erfolgen. Damit kann die Herstellungszeit des Bauteils 66 verkürzt und die Taktrate der Umformvorgänge erhöht werden.

[0068] Figur 3 zeigt ein weiteres Ausführungsbeispiel für die Verwendung eines gemäß dem Verfahren aus Fig. 1 hergestellten Aluminiumblechs 56' mittels superplastischer Umformung.

[0069] Im ersten Schritt 90 des Verfahrens wird ein Aluminiumblech 56' z.B. wie in Fig. 3 exemplarisch dargestellt in einem Kammer-, einem Durchlauf- oder einem Ofen anderer Bauart auf eine Temperatur im Bereich von 450 °C und 520 °C erhitzt, so dass sich eine feine Kornverteilung bildet. Zusätzlich oder alternativ kann die Erwärmung auch direkt in einem Umformwerkzeug 98 erfolgen.

[0070] Gegenüber einer Erwärmung im Kammerofen begünstigt die Erwärmung im Werkzeug oder im Durchlaufofen die superplastische Umformung, da die Transfer- und Verweilzeiten, bei denen das Material hohen (Umform-)Temperaturen ausgesetzt ist, minimiert wird und dadurch das Kornwachstum vor der eigentlichen Umformung weiter minimiert wird.

[0071] Anschließend wird das Aluminiumblech 56' im Schritt 92 zwischen einer ersten Werkzeughälfte 94 und einer zweiten Werkzeughälfte 96 des Umformwerkzeugs 98 zur Blasumformung positioniert, sofern das Aluminiumblech 56' für eine Erwärmung im Umformwerkzeug 98 nicht schon vorher dort angeordnet worden ist. Die erste Werkzeughälfte 94 weist exemplarisch eine Einwölbung 100 entsprechend der Zielform des herzustellenden Bauteils auf. Die dargestellte

Form der ersten Werkzeughälfte 94 ist lediglich exemplarisch und kann in der Praxis erheblich komplexer sein. In der zweiten Werkzeughälfte 96 ist ein Kanal 102 zum Einblasen eines Gases vorgesehen.

[0072] Im nächsten Schritt 104 werden die erste und zweite Werkzeughälfte 94, 96 zusammengefahren und ein Gas 106 wird mit einem Druck von beispielsweise 2 bar durch den Kanal 102 im Bereich der Einwölbung 100 gegen das Aluminiumblech 56' eingeblasen, so dass das Aluminiumblech 56' superplastisch umgeformt wird bis es an der Kontur der Einwölbung 100 anliegt. Der Umformgrad des Aluminiumblechs 56' beträgt lokal teilweise 100 % oder mehr.

[0073] Wegen der für die superplastische Umformung guten Eigenschaften des Aluminiumblechs 56', insbesondere der feinen und gleichmäßigen Gefügestruktur, kommt es trotz der hohen Umformgrade nicht zum Einschnüren oder Reißen des Aluminiumblechs 56'. Nach dem Auseinanderfahren der beiden Werkzeughälften 94, 96 kann dem Umformwerkzeug 98 daher im letzten Schritt 108 ein beschädigungsfreies fertiges Bauteil 110 entnommen werden. Darüber hinaus weist das auf diese Weise hergestellte Bauteil 110 auch eine hohe Oberflächengüte ohne auffällige Oberflächendefekte auf.

[0074] Die Eigenschaften des Aluminiumblechs 56' ermöglichen es, die superplastische Umformung sehr schnell durchzuführen. Insbesondere kann das Gas 106 mit einem solchen Druck durch den Kanal 102 eingeleitet werden, dass sich das Aluminiumblech 56' innerhalb weniger Minuten, vorzugsweise in max. 5 Minuten, an die Kontur der Einwölbung 100 anformt. Damit kann die Herstellungszeit des Bauteils 110 verkürzt und die Taktrate der Umformvorgänge erhöht werden.

[0075] In Versuchen wurde die Bildung grober Partikel in der Aluminiumschmelze abhängig von der Chargierung der Dispersoidbildner Cr, Mn bzw. Ti untersucht.

Tabelle 1 (alle Angaben in Gew.-%)

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Na	B	Ca	Li	Al
0,060	0,126	0,001	0,576	4,282	0,185	0,004	0,017	<0,0001	0,001	0,0001	<0,0001	Rest

[0076] Hierzu wurde zunächst eine Aluminiumschmelze A mit der in Tabelle 1 genannten Zusammensetzung hergestellt, indem Primäraluminium in einem Aluminiumschmelzofen eingeschmolzen und gleichzeitig mit Zusätzen zur Erzielung der gewünschten Mn-, Mg- und er-Gehalte versehen wurde. Weiterhin wurde eine Aluminiumschmelze B mit dergleichen Zusammensetzung hergestellt, wobei Mn und Cr getrennt chargiert wurden, d.h. die Cr-haltigen Zusätze zur Erzielung des gewünschten Cr-Gehalts erst nach Einstellung des gewünschten Mn-Gehalts und anschließender Homogenisierung der Aluminiumschmelze durch Rühren zugegeben wurden. Dadurch betrug der Cr-Gehalt in der vorläufigen Aluminiumschmelze während der Einstellung des gewünschten Mn-Gehalts und während der anschließenden Homogenisierung der Schmelze weniger als 0,05 Gew.-% und wurde erst anschließend auf den Zielwert eingestellt.

[0077] Aus den beiden auf verschiedene Weise hergestellten Aluminiumschmelzen A und B wurden jeweils Barren gegossen und durch Warm- und Kaltwalzen Bänder hergestellt. Die Bänder zeigten sowohl an der Oberfläche als auch in ihrem Innern grobe Partikel, deren Zusammensetzung mittels WDX-Analyse (wellenlängendispersiver Röntgenspektroskopie) analysiert wurde. Die nachfolgende Tabelle 2 zeigt die Ergebnisse der WDX-Analyse an sechs verschiedenen groben Partikeln (Nr. 1-6) eines Bands aus der Aluminiumschmelze A, von denen die Partikel Nr. 1-4 an der Oberfläche und die Partikel 5 und 6 im Innern des Bands angeordnet waren:

Tabelle 2

Partikel Nr.	Mg	Al	Ti	Cr	Mn	Fe
1	607	58061	354	5232	2909	223
2	5890	57001	3339	4806	3086	280
3	7729	51707	185	4339	1356	--
4	7194	54343	403	4607	1167	--
5	445	58683	313	5020	3342	300
6	499	57399	332	5084	3089	240

[0078] Bei den in der Tabelle 2 angegebenen Zahlen handelt es sich jeweils um Impulszahlen der WDX-Analyse für die jeweiligen Elemente. Die Zahlen sind in etwa proportional zum Gehalt der Elemente im jeweiligen Partikel.

[0079] Aus einem Stück des aus der Aluminiumschmelze A hergestellten Bands wurde zudem ein Schliff präpariert. Fig. 4 zeigt ein Bild dieses polierten und gebarkerten Schliffs. In dem Schliffbild ist deutlich eine grobe Cr-haltige Phase zu erkennen. Die Phase hat im Schliff eine Größe von 46 µm × 210 µm.

[0080] Die zuvor beschriebenen WDX-Analysen zeigen, dass die Bänder aus der Aluminiumschmelze A signifikante Anteile hochschmelzender und schwerlöslicher Cr-haltiger-Phasen, teilweise auch mit gewissen Anteilen von Ti und Mg, aufwiesen. Derartige Phasen (vgl. Fig. 4) lösen sich - einmal gebildet - nur schwer wieder auf und bilden im Band grobe, spröde Partikel, die sich nachteilig auf die superplastischen Eigenschaften des Bands bzw. eines daraus hergestellten Blechs auswirken.

[0081] Die Bänder aus der Aluminiumschmelze B zeigten praktisch keine groben Partikel bzw. Phasen, d.h. dass sich durch die getrennte Chargierung von Mn und Cr in der Schmelze nur sehr feine, aber praktisch keine groben Al(Mn,Fe,Cr)Si-Phasen gebildet haben.

[0082] Die untersuchte Legierung mit der Zusammensetzung aus Tabelle 1 weist einen geringeren Mg-Gehalt auf, als gemäß der vorliegenden Lehre vorgesehen ist. Für Legierungen mit einem Mg-Gehalt von 5 Gew.-% und ansonsten identischer Zusammensetzung wie in Tabelle 1 ergeben sich jedoch ähnliche Ergebnisse mit Bildung grober Cr-haltiger Phasen bei gemeinsamer Chargierung der Legierungselemente Mn und Cr und nur geringer bzw. z.T. sogar ohne Bildung grober Cr-haltiger Phasen bei getrennter Chargierung von Mn und Cr. Die getrennte Chargierung von Ti hat sich ebenfalls als vorteilhaft herausgestellt, um die Bildung grober Phasen zu verhindern.

[0083] In weiteren Versuchen wurde eine Aluminiumschmelze C mit der in der nachfolgenden Tabelle 3 aufgeführten Zusammensetzung hergestellt, wobei (wie bei der zuvor beschriebenen Aluminiumschmelze B) Mn und Cr getrennt voneinander chargiert wurden mit zwischenzeitlicher Homogenisierung der Schmelze.

Tabelle 3 (alle Angaben in Gew.-%)

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Na	B	Ca	Li	Al
0,057	0,136	0,009	0,805	5,282	0,136	0,013	0,025	<0,0001	0,001	0,0004	<0,0001	Rest

[0084] Die Aluminiumschmelze C wurde im DC-Strangguss zu einem Barren gegossen. Der Barren wurde vorgewärmt und durch anschließendes Warm- und Kaltwalzen ohne Zwischenglühung wurde ein Kaltband mit einer Dicke von 1,5 mm hergestellt bei einer Gesamtdickenreduktion beim Kaltwalzen von 75%. Das Kaltband wurde anschließend mittels Richtwalzen mit einem Durchmesser von jeweils mehr als 60 mm gerichtet und zu Blechen geschnitten.

[0085] Einige dieser Bleche wurden anschließend für verschiedene Dauern einer Wärmebehandlung bei 450°C ausgesetzt, um die Bildung der für die superplastische Umformung wichtigen feinen Kornverteilung zu untersuchen. Fig. 5 zeigt ein Bild eines polierten und gebarkerten Schiffs eines der Bleche im walzharten Zustand H19, d.h. vor der Wärmebehandlung. Die durch das Walzen langgezogenen Körner sind deutlich zu erkennen.

[0086] Von den wärmebehandelten Blechen wurden Schlibfbilder aufgenommen und die jeweils durchschnittlichen Korndurchmesser nach ASTM E112 bestimmt. Fig. 6 zeigt ein Bild eines polierten und gebarkerten Schiffs eines Blechs, das für 1 Minute bei 450°C wärmebehandelt wurde. Das feinkörnige Gefüge mit Korngrößen zwischen 5 und 15 µm und einem durchschnittlichen Korndurchmesser von 7 µm ist gut zu erkennen. Dies zeigt, dass das für die superplastische Umformung wichtige feinkörnige Gefüge praktisch schlagartig beim Aufwärmen auf die Temperatur für die superplastische Umformung (typischerweise 450°C - 520°C) erreicht wird. Fig. 7 zeigt ein Bild eines polierten und gebarkerten Schiffs eines Blechs, das für 60 Minuten bei 450 °C wärmebehandelt wurde. Das Gefüge ist ebenso feinkörnig wie in Fig. 6 mit einem mittleren Korndurchmesser von ebenfalls 7 µm. Dies zeigt die Stabilität der feinen Gefügestruktur über die Zeit bei der superplastischen Umformtemperatur. Diese Stabilität wird bei den untersuchten Blechen insbesondere durch die Gehalte an Mn und Cr und deren feine Verteilung in der Aluminiummatrix, insbesondere durch das getrennte Chargieren von Mn, Ti und Cr, erreicht, die das Wachstum der Aluminiumkörner dauerhaft verhindern.

[0087] Weiterhin zeigen die metallographischen Untersuchungen, dass die Bleche keine groben Partikel aufweisen, die beim superplastischen Umformen zur Porenbildung führen würden. Dies wird insbesondere durch die geringen Gehalte von Fe und Si sowie durch die getrennte Chargierung von Cr erreicht. Die Schlibfbilder in den Fig. 6 und 7 zeigen, dass die Bleche bei Umformtemperatur ein feinkörniges Gefüge ausbilden, das auch bei den hohen Umformtemperaturen einen sehr stabilen mittleren Korndurchmesser aufweist.

[0088] An den wie zuvor beschrieben aus der Aluminiumschmelze C hergestellten Blechen wurden superplastische Umformversuche nach Lederich mittels des incremental strain rate tests (Lederich et al. "Superplastic Formability Testing" Journal of Metals Vol. 34 Issue 8, pp. 16-20, 1982) unter jeweils sukzessiver Verwendung der Dehnraten $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, $5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ und $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ sowie einer ISO 20032:2007 konformen Prüfmaschine und Probengeometrie zur Bestimmung der Dehnratenempfindlichkeit m bei vier verschiedenen Umformtemperaturen (450 °C, 475 °C, 500 °C und 525 °C) durchgeführt. Die zuvor genannte Dehnratenfolge wurde also für eine erste Blechprobe bei einer Umformtemperatur von 450°C durchlaufen, für eine zweite Blechprobe bei einer Umformtemperatur von 475 °C durchlaufen usw. Dabei wurde die Dehnratenfolge $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ in der oben genannten Dehnratenfolge insgesamt jeweils dreimal verwendet, um eine etwaige Ver- oder Entfestigung durch die Hochtemperaturumformung zu erfassen.

[0089] Zur Bestimmung der von der Dehnrates abhängigen Dehnratesempfindlichkeit m wurden jeweils die für eine Blechprobe bei den verschiedenen Dehnrates der Dehnratesfolge gemessenen Werte für die Fließspannung σ über den zugehörigen Dehnrates doppellogarithmisch aufgetragen und die von der Dehnrates abhängige Funktion

$$F(\dot{\varepsilon}) = \frac{\ln(\sigma)}{\ln(\dot{\varepsilon})}$$

durch Anfitzen eines Polynom zweiten Grades an die Messwerte bestimmt. Die Ableitung der

Funktion $F(\dot{\varepsilon})$, d.h. $\frac{dF(\dot{\varepsilon})}{d\dot{\varepsilon}} = \frac{d\ln(\sigma)}{d\ln(\dot{\varepsilon})}$, bzw. die Ableitung des dafür gefitteten Polynoms, entspricht dann der Dehnratesempfindlichkeit $m(\dot{\varepsilon})$ als Funktion der Dehnrates $\dot{\varepsilon}$.

[0090] Die Ergebnisse der Umformversuche sind in dem Diagramm in Fig. 8 dargestellt, in dem auf der Abszissenachse die Umformtemperatur T der superplastischen Umformung in °C und auf der Ordinatenachse die (dimensionslose) Dehnratesempfindlichkeit m aufgetragen sind. Dabei sind in Fig. 8 zu jedem Umformversuch die Werte der wie zuvor beschriebenen bestimmten Funktion $m(\dot{\varepsilon})$ für die Dehnrates $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ (+-Symbole), $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ (x-Symbole), $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ (o-Symbole) und $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ (Quadrat-Symbole) aufgetragen. Die in Fig. 8 eingezeichneten Linien verbinden die m -Werte der vier Umformversuche, die jeweils für dieselbe Dehnrates bestimmt wurden.

[0091] Wie Fig. 8 zeigt, wurde bei den für die superplastische Umformung typischen Umformtemperaturen im Bereich 450 °C - 520 °C nicht nur bei den typischen Umformrates 10^{-4} s^{-1} bis 10^{-3} s^{-1} , sondern auch bei höheren Umformrates, insbesondere Umformrates von 10^{-2} s^{-1} oder höher Dehnratesempfindlichkeiten $m > 0,3$ erreicht. Damit eignen sich die Bleche nicht nur zur superplastischen Umformung bei üblichen Dehnrates, sondern auch zur Hochgeschwindigkeits-superplastischen-Umformung mit sehr hohen Dehnrates, durch die Umformzeiten signifikant reduziert und damit höhere Produktionstaktrates erreicht werden können.

[0092] Zur Untersuchung der Porosität und der mechanischen Eigenschaften nach der superplastischen Umformung wurden wie zuvor beschrieben aus der Aluminiumschmelze C hergestellte Bleche bei einer Umformtemperatur von 515 °C mit einer ISO 20032:2007 konformen Prüfeinrichtung im uniaxialen Zugversuch superplastisch umgeformt, wobei die Probengeometrie an die vorgenannte Norm angelehnt wurde (ISO 20032:2007 Probenform S-Type). Die Dehnrates betrug $2,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ und die Gesamtdehnung ε am Ende der Umformung 100%.

[0093] An einigen dieser Bleche, die bei einer Umformtemperatur von 515 °C superplastisch umgeformt wurden, ist die Porosität mittels metallographischer Schliff- und Schnittprüfung in Anlehnung an das VDG - Merkblatt P201 bestimmt worden. Die untersuchten Bleche zeigten eine sehr geringe Porosität im Bereich von 0,3% bis 0,7%.

[0094] Weiterhin wurden Zugversuche an einigen der Blechen durchgeführt, um die Dehngrenze $R_{p0,2}$ und die Zugfestigkeit R_m nach DIN EN ISO 6892-1:2017 zu bestimmen, wobei die Prüfung quer zur Walzrichtung erfolgte. Die Zugversuche wurden jeweils nach einer Erwärmung der Bleche durchgeführt, um die gewünschte Gefügestruktur für die superplastische Verformung zu erreichen. Die Bleche wurden vor den Zugversuchen nicht superplastisch verformt.

[0095] Die Ergebnisse der Zugversuche sind in den Diagrammen in Fig. 9 und 10 dargestellt, in denen auf der Abszissenachse die superplastische Umformtemperatur T in °C und auf der Ordinatenachse die Dehngrenze $R_{p0,2}$ bzw. die Zugfestigkeit R_m , jeweils in MPa, aufgetragen sind. Wie die Versuchsergebnisse zeigen, wiesen die Bleche über den gesamten untersuchten Umform-Temperaturbereich eine Dehngrenze $R_{p0,2}$ von mehr als 160 MPa und bei einer Umformtemperatur von 500°C sogar noch eine Dehngrenze $R_{p0,2}$ von mehr als 170 MPa auf. Die Zugfestigkeit der Bleche lag über den gesamten untersuchten Umform-Temperaturbereich deutlich oberhalb von 310 MPa, sogar oberhalb von 320 MPa. Die guten mechanischen Eigenschaften nach dem superplastischen Umformen ergeben sich insbesondere aus den vorteilhaften Mn-Gehalt von mindestens 0,7 Gew.-%, dem vorteilhaften Mg-Gehalt von mindestens 5,2 Gew.-% sowie aus der getrennten Chargierung von Cr und Mn.

[0096] Durch den Mn-Gehalt von mindestens 0,7 Gew.-% und der getrennten Chargierung von Cr und Mn wird insbesondere auch die Bildung grober Partikel und dadurch eine die mechanische Eigenschaften beeinträchtigende Porenbildung bei der superplastischen Umformung reduziert oder sogar verhindert. Daher kommt es bei der superplastischen Umformung praktisch zu keiner weiteren Entfestigung über die durch das Erwärmen induzierte Entfestigung hinaus, so dass die in Fig. 9 und 10 gemessenen Werte für $R_{p0,2}$ und R_m von den nach der Erwärmung zudem auch noch superplastisch verformten Blechen erreicht werden.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines Aluminiumflachprodukts (46; 56, 56'), insbesondere eines superplastischen Aluminiumflachprodukts,

- bei dem eine Aluminiumschmelze (25) aus einer Aluminiumlegierung bereitgestellt wird, die folgende Zusammensetzung aufweist:

EP 3 740 598 B1

	0,03 Gew.-%	≤	Si	≤	0,10 Gew.-%,
			Fe	≤	0,4 Gew.-%,
5			Cu	≤	0,1 Gew.-%,
	0,5 Gew.-%	≤	Mn	≤	1,0 Gew.-%,
	5,2 Gew.-%	≤	Mg	≤	5,5 Gew.-%,
	0,05 Gew.-%	≤	Cr	≤	0,25 Gew.-%,
10			Zn	≤	0,25 Gew.-%,
			Ti	≤	0,20 Gew.-%,
			Na	≤	2 ppm,

unvermeidliche Verunreinigungen einzeln $\leq 0,05$ Gew.-%, in Summe $\leq 0,15$ Gew.-%, Rest Aluminium,
- bei dem die Aluminiumschmelze (25) zu einem Barren (28) gegossen wird,
- bei dem der Barren (28) zu einem Warmband (40) warmgewalzt wird,
- bei dem das Warmband (40) zu einem Kaltband (46) kaltgewalzt wird und
- bei dem das Kaltband (46) gerichtet wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1,
dadurch gekennzeichnet, dass die Aluminiumlegierung einen Fe-Gehalt von 0,05 - 0,15 Gew.-% und/oder einen Cu-Gehalt von max. 0,05 Gew.-% aufweist.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2,
dadurch gekennzeichnet, dass die Aluminiumlegierung einen Mn-Gehalt von 0,7 Gew.-% bis 1,0 Gew.-% aufweist.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3,
dadurch gekennzeichnet, dass die Aluminiumlegierung einen Zn-Gehalt von max. 0,06 Gew.-% und/oder einen Ti-Gehalt im Bereich von 0,015 - 0,03 Gew.-% aufweist.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4,
dadurch gekennzeichnet, dass die Aluminiumlegierung einen B-Gehalt von max. 50 ppm und/oder einen Ca-Gehalt von max. 15 ppm und/oder einen Li-Gehalt von max. 15 ppm aufweist.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5,
dadurch gekennzeichnet, dass die Aluminiumschmelze (25) dadurch bereitgestellt wird, dass eine vorläufige Aluminiumschmelze (10) mit Zusätzen zusammenschmolzen wird, um die Zusammensetzung der bereitzustellenden Aluminiumschmelze (25) zu erreichen, wobei mindestens zwei der Legierungselemente Cr, Mn und Ti, vorzugsweise alle drei Legierungselemente Cr, Mn und Ti, getrennt voneinander chargiert werden.
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6,
dadurch gekennzeichnet, dass der Abwalzgrad beim Kaltwalzen insgesamt im Bereich von 70% bis 80% liegt, wobei der Abwalzgrad im letzten Stich vorzugsweise geringer ist als 33%.
8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7,
dadurch gekennzeichnet, dass das Kaltband (46) nach dem Richten ohne zwischenzeitliches Aufrollen zu Blechen (56, 56') geschnitten wird.
9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8,
dadurch gekennzeichnet, dass das Richten des Kaltbands (56) mittels Richtwalzen (52) mit einem Durchmesser von mehr als 60mm erfolgt.
10. Aluminiumflachprodukt (46; 56, 56'), insbesondere superplastisches Aluminiumflachprodukt, hergestellt mit einem Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9.
11. Aluminiumflachprodukt nach Anspruch 10,
dadurch gekennzeichnet, dass das Aluminiumflachprodukt nach einer Wärmebehandlung für 30 Minuten bei 500 °C eine Dehngrenze $R_{p0,2}$ von mindestens 160 MPa, insbesondere mindestens 170 MPa, und eine Zugfestigkeit

EP 3 740 598 B1

R_m von mindestens 310 MPa, insbesondere mindestens 320 MPa, aufweist.

- 5
12. Aluminiumflachprodukt nach Anspruch 10 oder 11,
dadurch gekennzeichnet, dass das Aluminiumflachprodukt nach einer superplastischen Umformung bei einer Umformtemperatur von 515°C, einer Dehnrage von $2,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ und einer Gesamtdehnung von 100 % eine Porosität von kleiner als 1,5%, insbesondere kleiner als 1% aufweist.
- 10
13. Verwendung eines Aluminiumflachprodukts (46; 56, 56') nach einem der Ansprüche 10 bis 12 zur Herstellung eines Aluminiumprodukts (66, 110) durch superplastisches Umformen des Aluminiumflachprodukts (46; 56, 56'), insbesondere Blasformen.
- 15
14. Verwendung nach Anspruch 13,
dadurch gekennzeichnet, dass das superplastische Umformen mit einer Dehnrage von mindestens 10^{-3} s^{-1} , insbesondere von mindestens 10^{-2} s^{-1} , durchgeführt wird.

Claims

- 20
1. Method for producing an aluminium flat product (46; 56, 56'), in particular a superplastic aluminium flat product,
- in which an aluminium melt (25) of an aluminium alloy is provided, wherein the aluminium alloy has the following composition:

25	0.03 wt.% ≤ Si ≤	0.10 wt.%,
	Fe ≤	0.4 wt.%,
	Cu ≤	0.1 wt.%,
	0.5 wt.% ≤ Mn ≤	1.0 wt.%,
	5.2 wt.% ≤ Mg ≤	5.5 wt.%,
30	0.05 wt.% ≤ Cr ≤	0.25 wt.%,
	Zn ≤	0.25 wt.%,
	Ti ≤	0.20 wt.%,
	Na ≤	2 ppm,

35
unavoidable impurities individually ≤ 0.05 wt.%, in total ≤ 0.15 wt.%, remainder aluminium,
- in which the aluminium melt (25) is cast to form an ingot (28),
- in which the ingot (28) is hot rolled to form a hot strip (40),
- in which the hot strip (40) is cold rolled to form a cold strip (46), and
40
- in which the cold strip (46) is levelled.

- 45
2. Method according to claim 1,
characterised in that the aluminium alloy has an Fe content of 0.05 - 0.15 wt.% and/or a Cu content of max. 0.05 wt.%.
- 50
3. Method according to claim 1 or 2,
characterised in that the aluminium alloy has a Mn content of 0.7 wt.% to 1.0 wt. %.
- 55
4. Method according to any one of claims 1 to 3,
characterised in that the aluminium alloy has a Zn content of max. 0.06 wt.% and/or a Ti content in the range 0.015 - 0.03 wt.%.
5. Method according to any one of claims 1 to 4,
characterised in that the aluminium alloy has a B content of max. 50 ppm and/or a Ca content of max. 15 ppm and/or a Li content of max. 15 ppm.
6. Method according to any one of claims 1 to 5,
characterised in that the aluminium melt (25) is provided by melting together a preliminary aluminium melt (10) with additives to achieve the composition of the molten aluminium (25) to be provided, wherein at least two of the

alloying elements Cr, Mn and Ti, preferably all three alloying elements Cr, Mn and Ti, are charged separately from one another.

- 5 7. Method according to any one of claims 1 to 6,
characterised in that the degree of rolling during cold rolling is in total in the range of 70% to 80%, wherein the degree of rolling in the last roll pass is preferably less than 33%.
- 10 8. Method according to any one of claims 1 to 7,
characterised in that the cold strip (46) is cut into sheets (56, 56') after levelling without intermediate coiling.
9. Method according to any one of claims 1 to 8,
characterised in that the levelling of the cold strip (56) is performed by means of levelling rollers (52) with a diameter of more than 60mm.
- 15 10. Aluminium flat product (46; 56, 56'), in particular superplastic aluminium flat product, produced by a method according to any one of claims 1 to 9.
- 20 11. Aluminium flat product according to claim 10,
characterised in that the aluminium flat product after a heat treatment for 30 minutes at 500 °C has a yield strength $R_{p0.2}$ of at least 160 MPa, in particular at least 170 MPa, and a tensile strength R_m of at least 310 MPa, in particular at least 320 MPa.
- 25 12. Aluminium flat product according to claim 10 or 11,
characterised in that the aluminium flat product after a superplastic forming at a forming temperature of 515 °C, a strain rate of $2.5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ and a total elongation of 100 %, has a porosity of less than 1.5%, in particular less than 1%.
- 30 13. Use of an aluminium flat product (46; 56, 56') according to any one of claims 10 to 12 for producing an aluminium product (66, 110) by superplastic forming of the aluminium flat product (46; 56, 56'), in particular blow moulding.
14. Use according to claim 13,
characterised in that the superplastic forming is performed at a strain rate of at least 10^{-3} s^{-1} , in particular of at least 10^{-2} s^{-1} .

35 **Revendications**

1. Procédé de fabrication d'un produit plat en aluminium (46 ; 56, 56'), en particulier d'un produit plat en aluminium superplastique,
- 40 - dans lequel on prépare une masse fondue d'aluminium (25) à partir d'un alliage d'aluminium, ledit alliage d'aluminium ayant la composition suivante :

0,03 % en poids	≤	Si	≤	0,10 % en poids,
		Fe	≤	0,4 % en poids,
		Cu	≤	0,1 % en poids,
0,5 % en poids	≤	Mn	≤	1,0 % en poids,
5,2 % en poids	≤	Mg	≤	5,5 % en poids
0,05 % en poids	≤	Cr	≤	0,25 % en poids,
		Zn	≤	0,25 % en poids,
		Ti	≤	0,20 % en poids,
		Na	≤	2 ppm,

- 55 impuretés inévitables individuellement $\leq 0,05$ % en poids, au total $\leq 0,15$ % en poids, le reste étant de l'aluminium,
- dans lequel l'aluminium en fusion (25) est coulé en un lingot (28),
 - dans lequel le lingot (28) est laminé à chaud pour former une bande à chaud (40),
 - dans lequel la bande à chaud (40) est laminé à froid pour former une bande à froid (46) et

EP 3 740 598 B1

- dans lequel la bande à froid (46) est redressé.

2. Procédé selon la revendication 1,
caractérisé en ce que l'alliage d'aluminium présente une teneur en Fe de 0,05 à 0,15 % en poids et/ou une teneur en Cu de 0,05 % en poids au maximum.
3. Procédé selon la revendication 1 ou 2,
caractérisé en ce que l'alliage d'aluminium présente une teneur en Mn de 0,7 % en poids à 1,0 % en poids.
4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3,
caractérisé en ce que l'alliage d'aluminium présente une teneur en Zn de 0,06 % en poids maximum et/ou une teneur en Ti dans la plage de 0,015 à 0,03 % en poids.
5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4,
caractérisé en ce que l'alliage d'aluminium présente une teneur en B de 50 ppm maximum et/ou une teneur en Ca de 15 ppm maximum et/ou une teneur en Li de 15 ppm maximum.
6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5,
caractérisé en ce que la masse fondue d'aluminium (25) est préparée en fondant ensemble une masse fondue d'aluminium préliminaire (10) avec des additifs pour obtenir la composition de la masse fondue d'aluminium (25) à préparer, au moins deux des éléments d'alliage Cr, Mn et Ti, de préférence les trois éléments d'alliage Cr, Mn et Ti, étant chargés séparément.
7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6,
caractérisé en ce que le taux de laminage lors du laminage à froid est globalement compris entre 70% et 80%, le taux de laminage lors de la dernière passe étant de préférence inférieur à 33%.
8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7,
caractérisé en ce que la bande à froid (46) est découpé en tôles (56, 56') après le redressage, sans enroulement intermédiaire.
9. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8,
caractérisé en ce que le redressage de la bande à froid (56) est effectué au moyen de rouleaux de dressage (52) ayant un diamètre supérieur à 60mm.
10. Produit plat en aluminium (46; 56, 56'), en particulier produit plat en aluminium superplastique, fabriqué par un procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 9.
11. Produit plat en aluminium selon la revendication 10,
caractérisé en ce que le produit plat en aluminium présente, après un traitement thermique pendant 30 minutes à 500 °C, une limite d'élasticité $R_{p0,2}$ d'au moins 160 MPa, en particulier d'au moins 170 MPa, et une résistance à la traction R_m d'au moins 310 MPa, en particulier d'au moins 320 MPa.
12. Produit plat en aluminium selon la revendication 10 ou 11,
caractérisé en ce que le produit plat en aluminium présente une porosité inférieure à 1,5 %, en particulier inférieure à 1 %, après un formage superplastique à une température de formage de 515°C, un taux d'allongement de $2,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ et un allongement total de 100 %.
13. Utilisation d'un produit plat en aluminium (46; 56, 56') selon l'une des revendications 10 à 12 pour la fabrication d'un produit en aluminium (66, 110) par formage superplastique du produit plat en aluminium (46; 56, 56'), en particulier par soufflage.
14. Utilisation selon la revendication 13,
caractérisée en ce que le formage superplastique est effectué avec un taux d'allongement d'au moins 10^{-3} s^{-1} , en particulier d'au moins 10^{-2} s^{-1} .

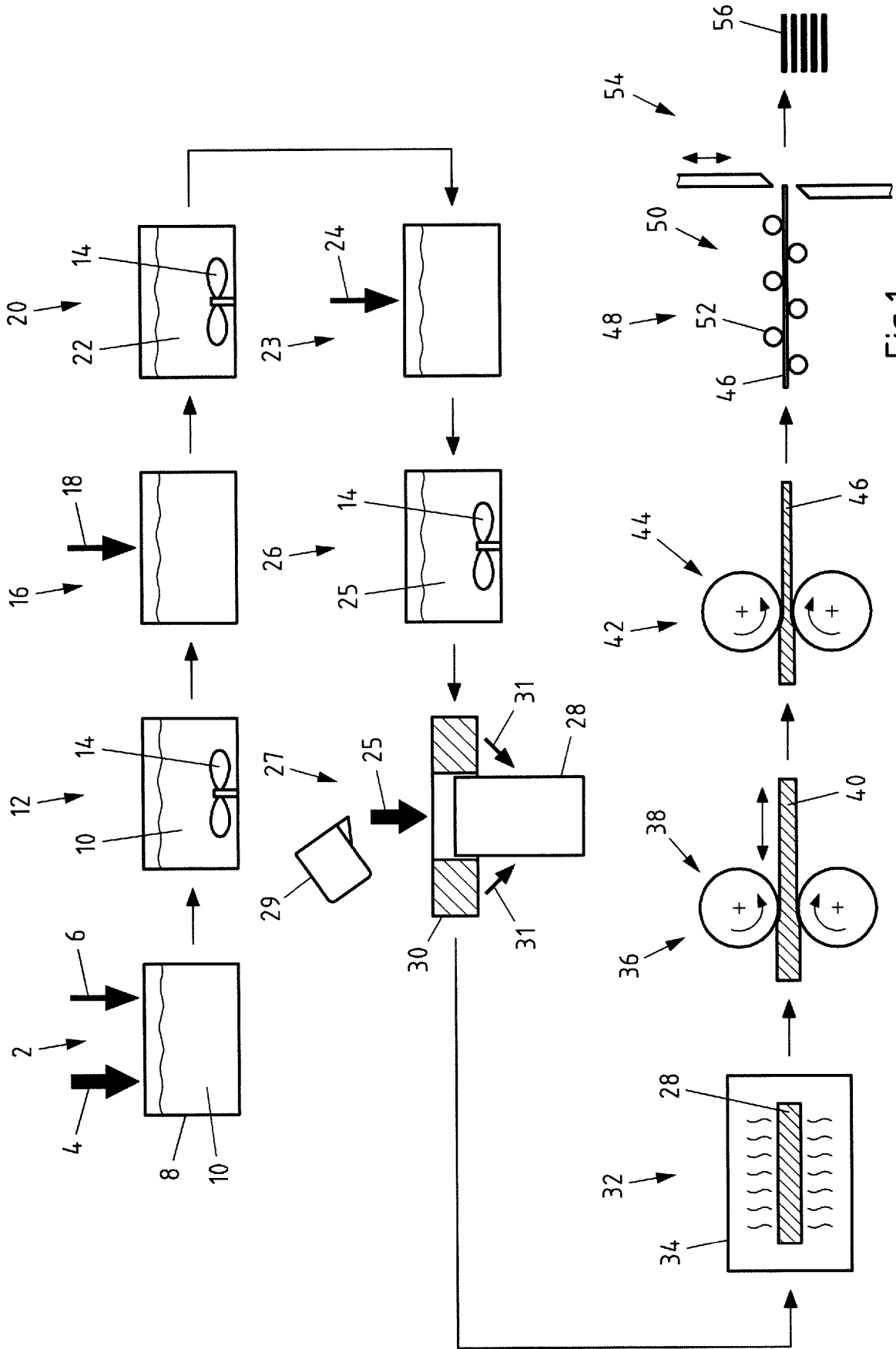


Fig.1

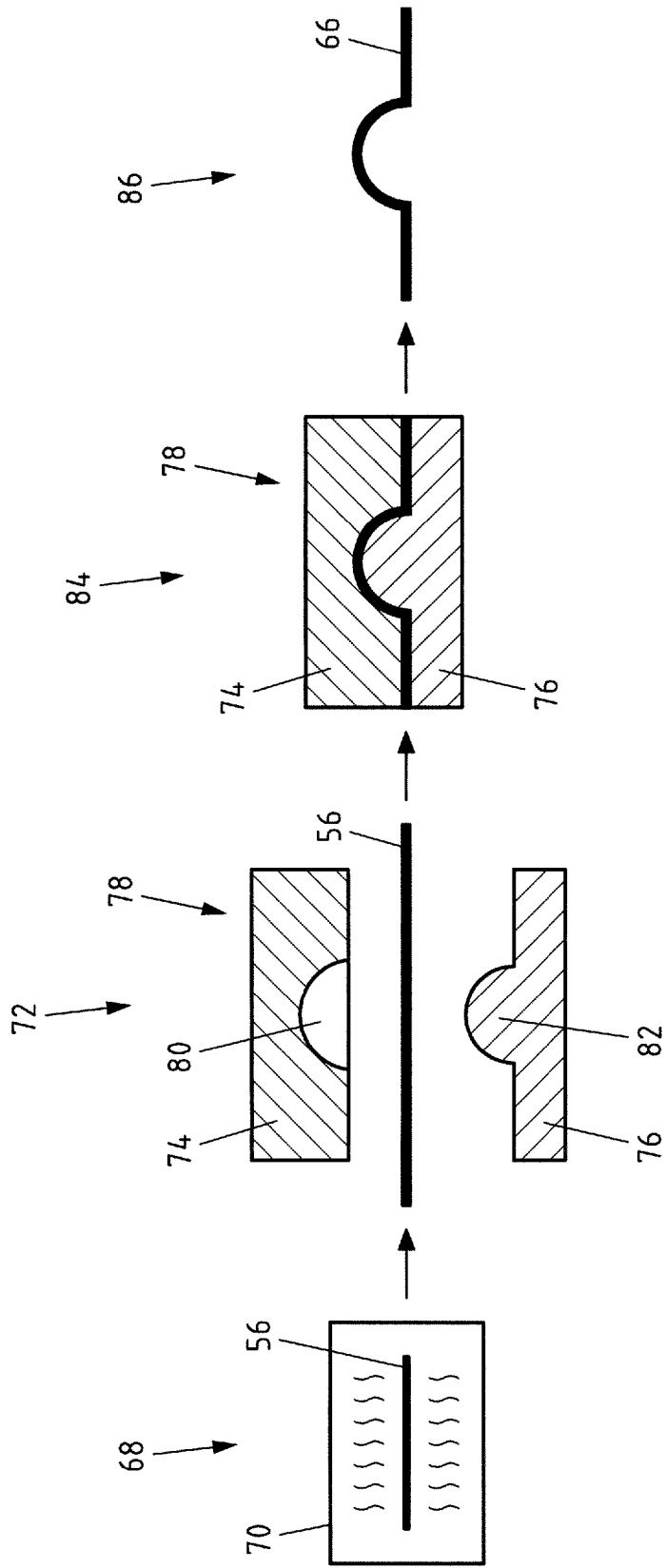


Fig.2

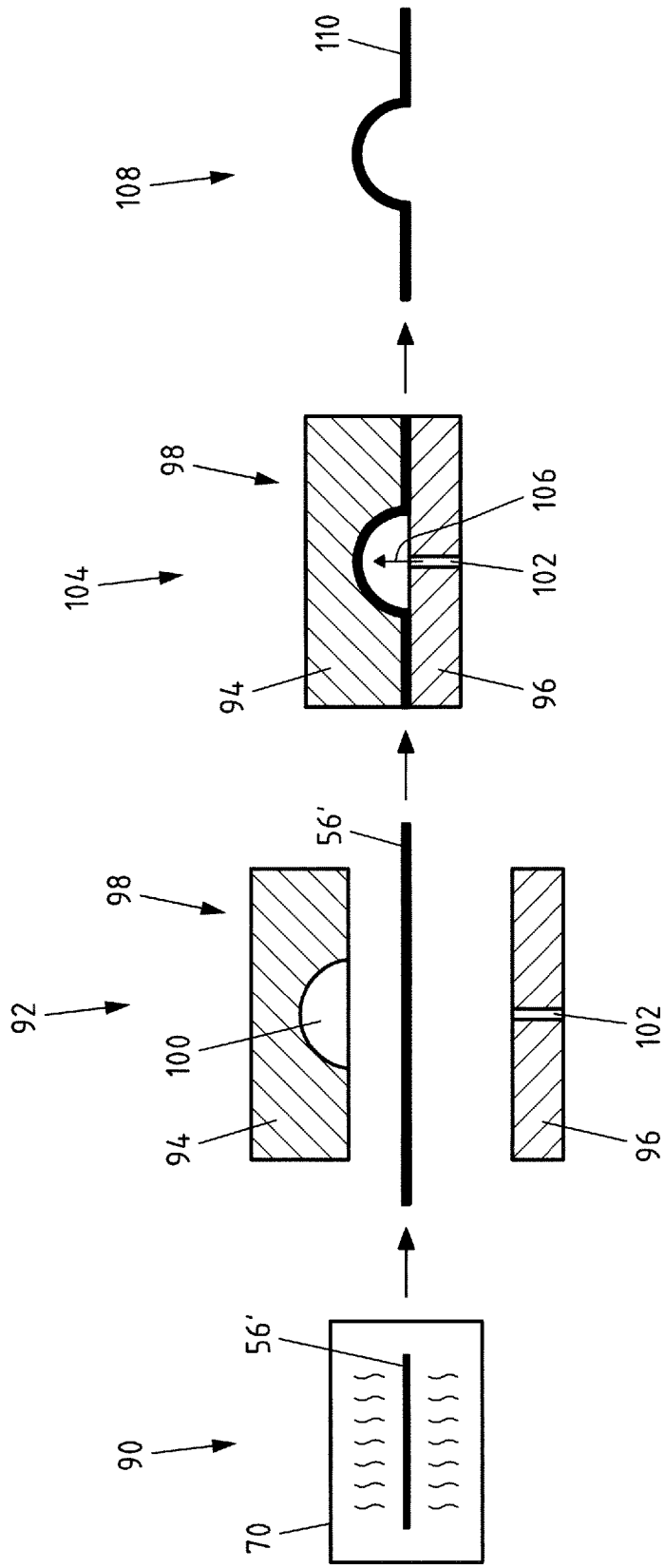


Fig.3

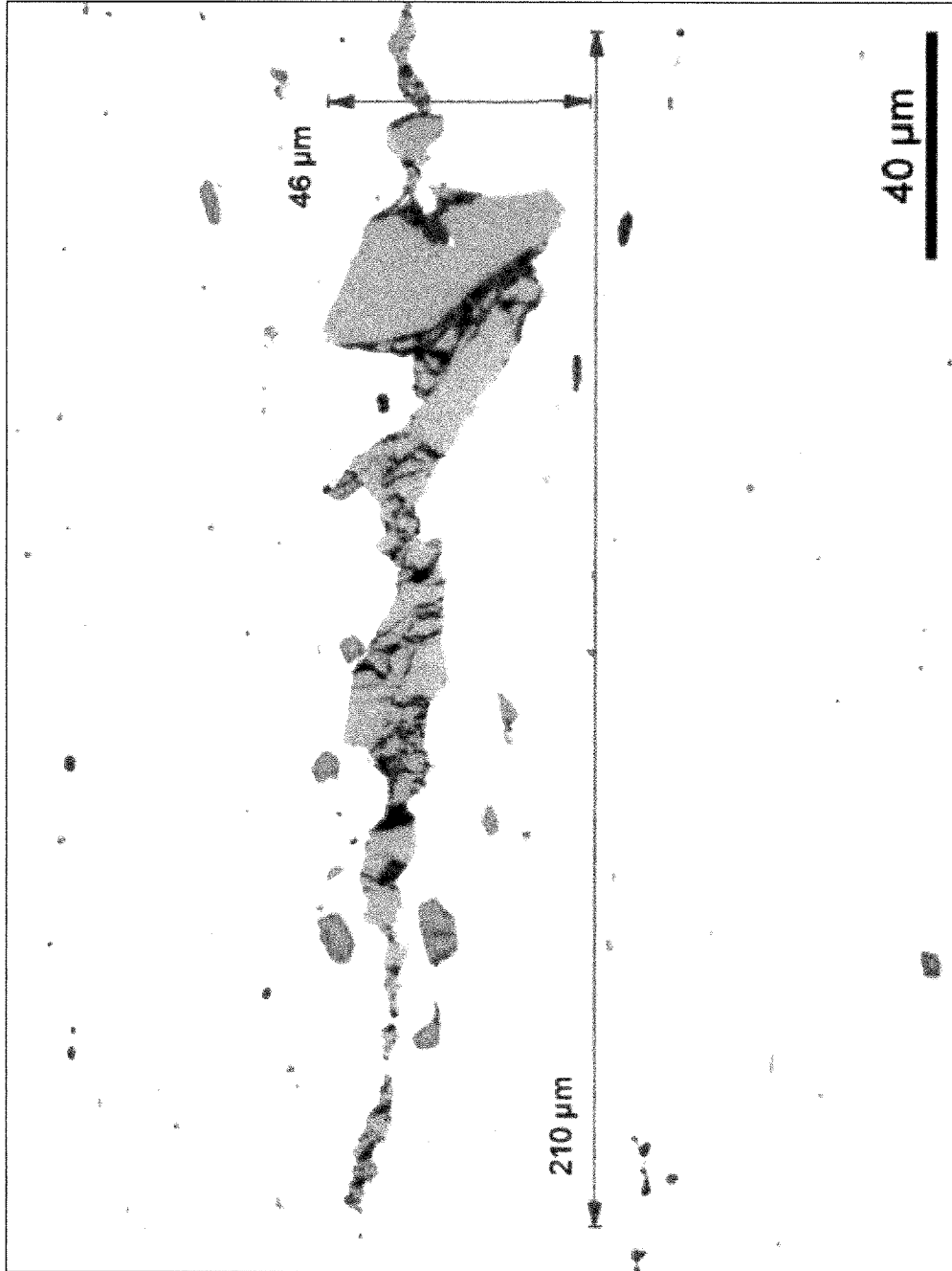


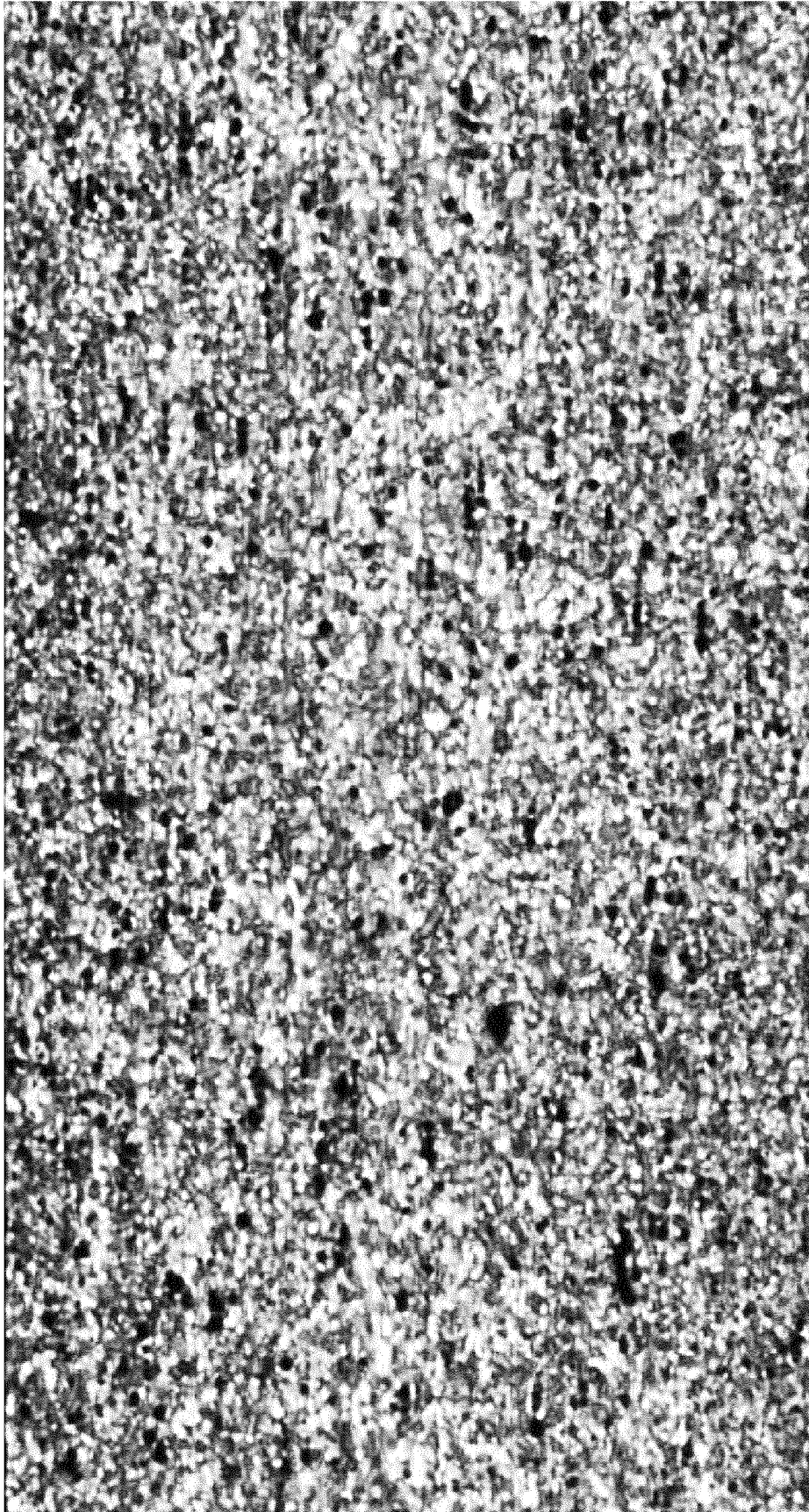
Fig.4



wie gewalzt

200 μm

Fig.5

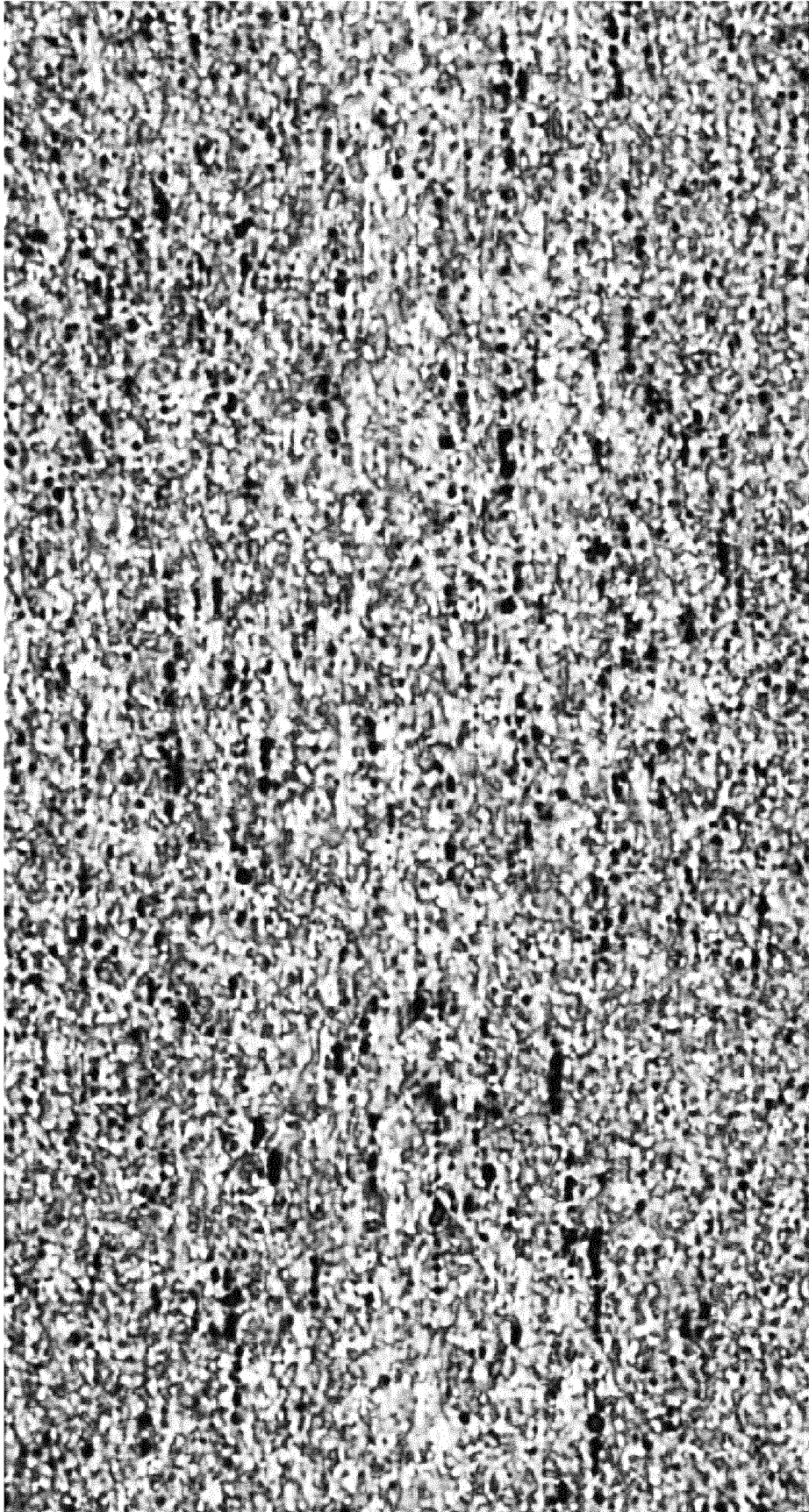


1min @ 450°C 7µm

200µm



Fig.6



60min @ 450°C 7µm

200µm

Fig.7

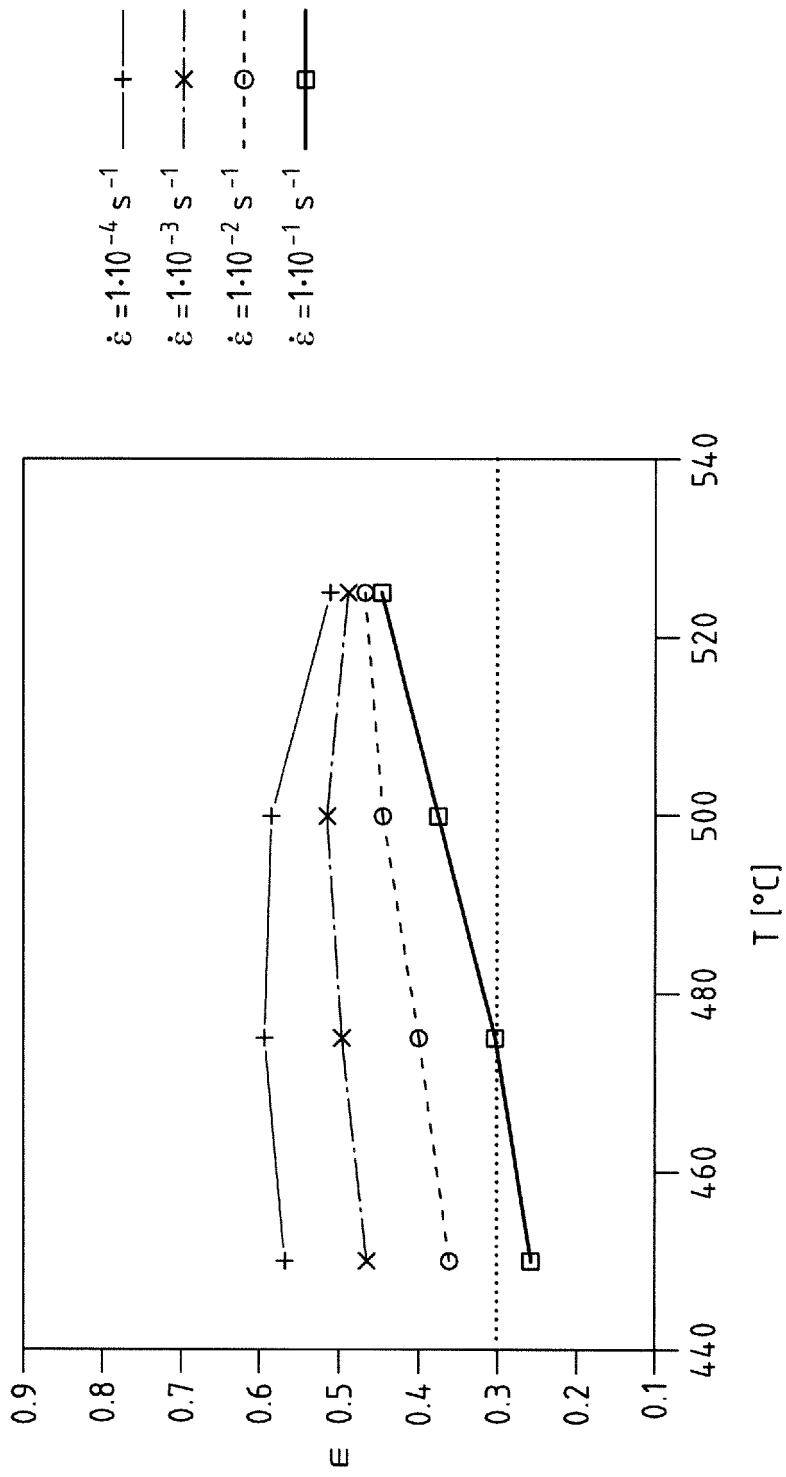


Fig.8

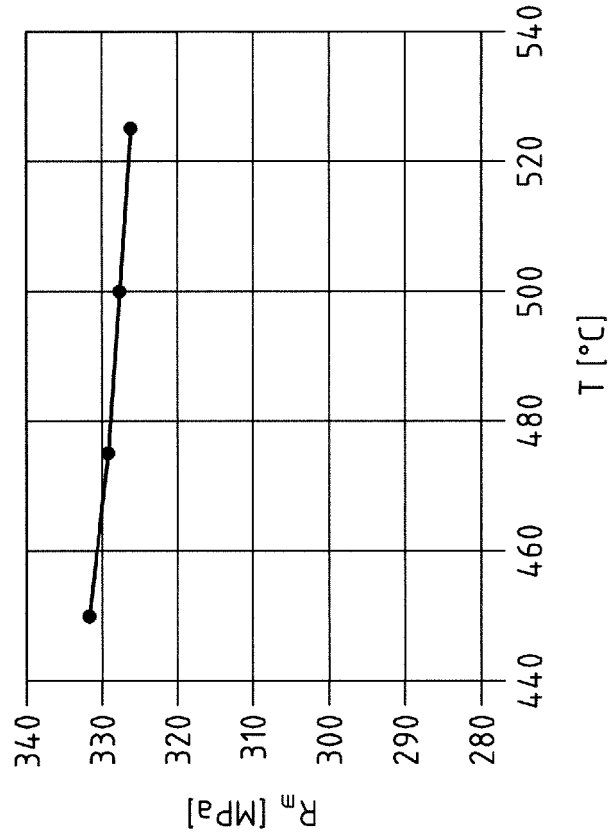


Fig.10

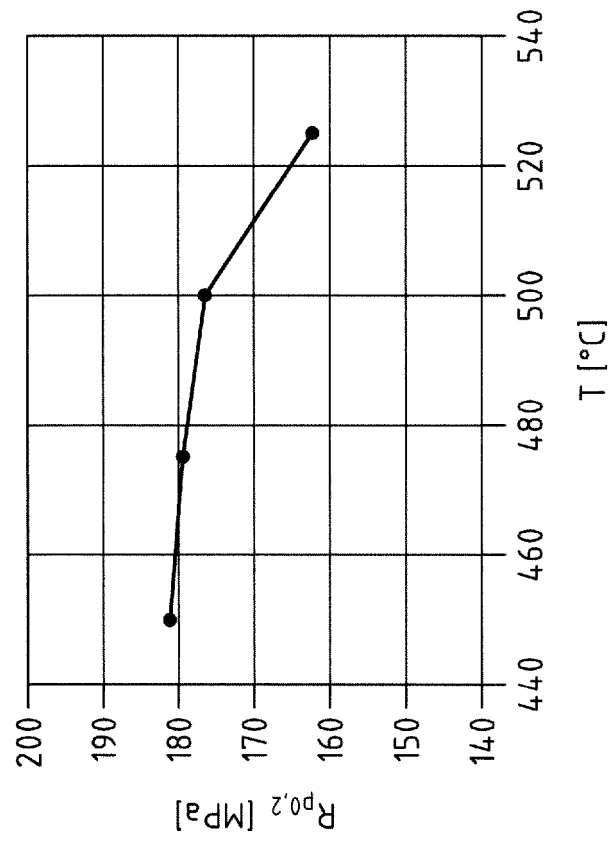


Fig.9

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 Nicht-Patentliteratur

- **S. P. MILLER-JUPP.** Chronicling the development of a high strength 5xxxbased superplastic aluminium alloy. *Mat. Sci. For.*, 2016, vol. 838-839, 208-213 **[0005]**
- **LEDERICH et al.** Superplastic Formability Testing. *Journal of Metals*, 1982, vol. 34 (8), 16-20 **[0046]**
[0088]