



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) **EP 1 006 205 A2**

(12) **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(43) Veröffentlichungstag:
07.06.2000 Patentblatt 2000/23

(51) Int. Cl.⁷: **C22C 1/02**, H05B 6/34,
C22B 34/10, F27B 14/06

(21) Anmeldenummer: **99122461.9**

(22) Anmeldetag: **11.11.1999**

(84) Benannte Vertragsstaaten:
**AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU
MC NL PT SE**
Benannte Erstreckungsstaaten:
AL LT LV MK RO SI

(30) Priorität: **16.11.1998 DE 19852747**

(71) Anmelder:
**ALD Vacuum Technologies AG
63450 Hanau (DE)**

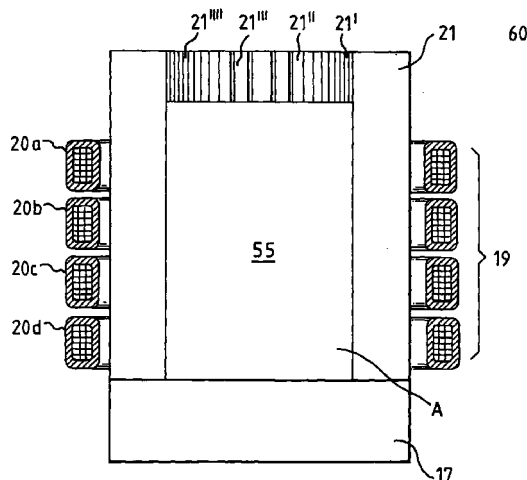
(72) Erfinder:
• **Choudhury, Alok, Dr.
66346 Püttlingen (DE)**
• **Blum, Matthias, Dr.
63654 Büdingen (DE)**
• **Pleier, Stefan
63500 Seligenstadt (DE)**
• **Jarczyk, Georg
63538 Grosskrotzenburg (DE)**

(54) **Verfahren zur Herstellung von homogenen Legierungen durch Einschmelzen und Umschmelzen**

(57) Bei einem Verfahren zum Herstellen von homogenen Legierungsmischungen, insbesondere von intermetallischen Phasen, aus mindestens zwei Legierungskomponenten durch Schmelzen von Ausgangsmaterialien in einem induktiv beheizten Kaltwandtiegel, werden die folgenden Verfahrensschritte angewandt:

- a) in einem ersten Verfahrensschritt werden die Legierungskomponenten zu Blöcken mit vorgeählter mengenmäßiger Legierungszusammensetzung erschmolzen, und
b) in einem nachfolgenden Verfahrensschritt wird mindestens einer der Blöcke aus dem ersten Verfahrensschritt in einer induktiv beheizten Kaltwandtiegelanordnung (60) aufgeschmolzen, wobei durch die in die Schmelze eingespeiste elektromagnetische Feldenergie die Schmelze derart umgerührt wird, daß deren Legierungskomponenten derart durchmischt werden, daß die Schmelze (55) eine über ihr gesamtes Volumen homogene Materialzusammensetzung erhält.

FIG.2



EP 1 006 205 A2

Wahlweise kann der erste Verfahrensschritt in einer induktiv beheizten Kaltwandtiegelanordnung durchgeführt werden, die mit chargierfähigen Ausgangsmaterialien beschickt wird, oder der erste Verfahrensschritt kann durch ein VAR-Verfahren in einer Kaltwandtiegelanordnung durchgeführt werden, die mit vorgeformten Abschmelzelektroden beschickt wird.

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Herstellen von Legierungen nach dem Oberbegriff des Patentanspruchs 1.

[0002] Die Erfindung befaßt sich insbesondere mit dem Schmelzen und Umschmelzen von reaktiven, refraktären Metallen und Legierungen in einem Kaltwandtiegel-Ofen unter Vakuumatmosphäre und/oder Schutzgasatmosphäre, vorzugsweise bei Vakuumdrücken $< 10^{-1}$ mbar. Diese Schmelzverfahren dienen dazu, aus chargierbarem Ausgangsmaterial homogene Metallblöcke oder Metallbarren herzustellen.

[0003] Hierfür ist ein Herstellverfahren bekannt, bei welchem das Ausgangsmaterial, das sowohl stückig als auch in Pulverform vorliegen kann, in definierter Massenzusammensetzung zunächst zu einzelnen Harren gepreßt wird. Entsprechend der gewünschten Massenzusammensetzung der einzelnen Barren wird hierzu die jeweilige Menge der einzelnen Legierungsanteile gewählt. Diese gepreßten und verdichteten Harren werden miteinander zu einer Elektrode zusammengefügt, welche als Schmelzelektrode in einem VAR(Vacuum-Arc-Melting)-Prozeß eingesetzt wird. Die selbstverzehrende Elektrode wird hierbei umgeschmolzen. Hierbei werden die Legierungsanteile in der flüssigen Schmelze weiter durchmischt. Die Schmelze wird anschließend zur Weiterverarbeitung als Block abgezogen. Je nach geforderter Homogenität hat es sich als notwendig herausgestellt, diesen Block als Abschmelzelektrode in einem weiteren Prozeß umzuschmelzen. Da während eines einzelnen Umschmelzvorganges keine vollständige Legierungshomogenität über die Blocklänge erzielbar ist, ist der Umschmelzprozeß je nach geforderter Homogenität der gewünschten Legierung mehrfach zu wiederholen. Die gesamte Prozeßzeit des einzelnen VAR-Schmelzprozesses besteht aus den Beschickungs- und Schmelzzeiten und beträgt ca. 12-18 Stunden.

[0004] Ein Nachteil dieses Verfahrens ist, daß die Materialvorbereitung, insbesondere die Bearbeitung der Abschmelzelektrode, jeweils einen zeit- und kostenintensiven Arbeitsaufwand erfordert. Insbesondere unter der Forderung einer vorgegebenen Homogenität der erschmolzenen Legierung ist der herzustellende Block mehrfach umzuschmelzen, was unter Berücksichtigung der oben genannten erforderlichen Prozeßzeiten einen deutlichen Produktivitätsverlust bedeutet, schon deswegen, weil jede Elektrode unvermeidbar zu einem Block größeren Durchmessers umgeschmolzen werden muß.

[0005] Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren der eingangs beschriebenen Gattung anzugeben, durch das Legierungen mit außerordentlich homogener Verteilung der Legierungskomponenten über das Gesamtvolumen hergestellt werden können.

[0006] Die Lösung der gestellten Aufgabe erfolgt

bei dem eingangs beschriebenen Verfahren erfindungsgemäß durch die Merkmale im Kennzeichen des Patentanspruchs 1.

[0007] Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren handelt es sich um eine Schmelztechnik, durch die sichergestellt wird, daß ausgehend von den einzelnen Legierungskomponenten mit unterschiedlichen Dichten, Konditionen (Historie der Herkunft, Stückigkeit) und Schmelzpunkten eine gewünschte Legierung mit exakter chemischer Zusammensetzung hergestellt wird. Entgegen den bisherigen Erfahrungen mit reinen VAR-Verfahren hat sich gezeigt, daß durch die Einhaltung der erfindungsgemäßen Schmelzfolge eine exakte chemische Zusammensetzung einer Legierung reproduzierbar in hoher Qualität, d. h. mit einer über das gesamte Volumen der Endschmelze vorliegenden Homogenität herstellbar ist. Das Problem der chemischen Inhomogenität bei der Umschmelzung in einem reinen VAR-Verfahren der oben beschriebenen Art wird dadurch auf einfache Weise gelöst. Der Kern der Erfindung besteht darin, daß im Gegensatz zur bisherigen Umschmelzpraxis die Rührbewegung und damit der Mischvorgang in dem Schmelzpool des Kaltwandinduktionstiegels zur Durchmischung der Schmelze und gleichmäßigen Verteilung der Legierungselemente in der Schmelze vorteilhaft eingesetzt wird.

[0008] In der Praxis hat sich erwiesen, daß die Schmelzendurchmischung innerhalb des Schmelzenpools des Kaltwandinduktionstiegels ausreichend effektiv ist.

[0009] Bei einer vorteilhaften Verfahrensführung werden die Legierungskomponenten in erster Verfahrensstufe als chargierbares Materialgut, welches zu einer vorgewählten Legierungszusammensetzung führt, über eine Schleusenkammer direkt in einen Beschickungsbereich eines Kaltwandinduktionstiegels eingebracht. Nach Aufschmelzen des Materialgutes wird dieses in dem Schmelzenpool durch die durch das Induktionsfeld induzierte Rührfeld durchmischt. Hierdurch entsteht eine homogenisierte Schmelze, welche aus dem Kaltwandinduktionstiegel über eine Blockabzugsvorrichtung kontinuierlich als erstarrter Block abziehbar ist.

[0010] Das erfindungsgemäße Verfahren eignet sich insbesondere zur Herstellung von Legierungen, welche aus refraktären und/oder reaktiven Metallen bestehen, wie insbesondere Titan oder Titanverbindungen aufweisende Legierungen. Zum Chargieren des Kaltwandtiegels liegt das Ausgangsmaterial entweder als Stückgut und/oder als Pulver und/oder als Granulat vor. Dieses Ausgangsmaterial wird zum ersten Umschmelzen entweder zu festen Blöcken gepreßt, welche sowohl als Einsatzmaterial für ein wahlweise für die Blockherstellung eingesetztes VAR-Verfahren verwendet werden können, oder es wird über eine Materialschleuse direkt in einen Kaltwandinduktionstiegel eingebracht, wie vorstehend beschrieben.

[0011] Insgesamt ergibt sich sowohl durch die erfin-

dungsgemäße Verfahrensführung, wie aber auch durch den Einsatz des Kaltwandinduktionstiegels zur Herstellung homogener Legierungen eine deutliche Reduzierung hinsichtlich des Aufwandes für die Vor- und Nachbehandlung des Schmelzmaterials.

[0012] Weitere vorteilhafte Ausgestaltungen des erfindungsgemäßen Verfahrens ergeben sich aus den Unteransprüchen.

[0013] Der Erfindungsgegenstand wird nachfolgend anhand eines besonders bevorzugten und in den Figuren dargestellten Ausführungsbeispiels näher erläutert. Es zeigen:

Figur 1 den Axialschnitt durch eine Kaltwandtiegelanordnung mit einer geschichteten Charge im Betriebszustand für die Erstschnmelze zur Herstellung des Einsatzmaterials für die Zweitschnmelze

Figur 2 eine Kaltwandtiegelanordnung für die Erzeugung der Zweitschnmelze,

Figur 3a eine zusammengesetzte Schmelzelektrode und

Figur 3b einen umgeschmolzenen, teilweise homogenisierten Materialblock.

[0014] In der Figur 1 ist eine Kaltwandtiegelanordnung 2 dargestellt, die aus einer geschlitzten Tiegelfwand 3 in Form eines wassergekühlten Hohlkörpers besteht. Die Kühlwasserführung ist der Einfachheit halber nicht dargestellt. Es ist jedoch auch möglich, das Kühlwasser durch ein anderes Kühlmedium zu ersetzen. Die Tiegelfwand 3 ist von einer Induktionsspulenordnung 7 umgeben, die die notwendige Heiz- und Schmelz- sowie Rührenergie liefert. Die Stromversorgungseinheit für die Induktionsspulenordnung 7 ist gleichfalls nicht dargestellt. Da das Konstruktionsprinzip eines Kaltwandtiegels mit Induktionsspule - für sich genommen - Stand der Technik ist, ist ein weiteres Eingehen hierauf überflüssig.

[0015] Es sei lediglich festgehalten, daß die Induktionsspulenordnung 7 mit einer größeren Windungszahl ausgestattet und in einzelne Teilspulen 20a, 20b, 20c, 20d, 20e unterteilt werden kann, die an voneinander unabhängigen Stromversorgungseinheiten angeschlossen werden können. Diese können dann getrennt voneinander geregelt oder gesteuert werden, um die Heizleistung und die Rührleistung über die Höhe der Tiegelfwand 3 gezielt einstellen zu können.

[0016] Die gesamte Kaltwandtiegelanordnung 2 lagert mit dem unteren Tiegelflansch 16 auf ortsfesten unteren Stützen 24a, 24b. Auf dem unteren Tiegelflansch 16 ist die von der Induktionsspulenordnung 7 umgebene Tiegelfwand 3 mit umlaufenden unteren Dichtelementen 23 vakuumdichtend abgestützt. Auf der Tiegelfwand 3 lagert oben der obere Tiegelflansch 14.

Zwischen dem oberen Tiegelflansch 14 und der Tiegelfwand 3 ist ein in einer umlaufenden Nut gelagertes oberes Dichtelement 15 vorgesehen, welches eine vakuumdichte Verbindung zwischen der Tiegelfwand 3 und dem oberen Tiegelflansch 14 bildet. Die Tiegelfwand 3 und der obere und untere Tiegelflansch 14 und 16 sind koaxial zueinander angeordnet und umschließen eine vertikal ausgerichtete Durchgangszone für das zu schmelzende Material. Zum Beschicken der Kaltwandtiegelanordnung 2 weist diese oberhalb des oberen Tiegelflansches 14 eine Materialschleuse 4 auf, welche mit einer Schleusenöffnung 10 gegenüber dem Außenraum vakuumdicht verschlossen werden kann. Das zu legierende Material 9 wird über die Schleusenöffnung 10 in die Schleusenkommer 11 eingebracht, wobei entsprechend der gewünschten Legierung die Legierungsanteile mengenmäßig im entsprechenden Verhältnis in der Schleusenkommer 11 zusammengeführt werden. Das zu schmelzende Legierungsmaterial 9 wird in dem Charginmaterialraum 34 der Durchgangszone der Tiegelfwand 3 angesammelt und wandert entsprechend dem Verflüssigungsgrad des gesamten Legierungsmaterials 9 in die eigentliche Schmelzzone, welche den Schmelzenpool 32 bildet. Die axiale Lage des Schmelzenpools 32 wird durch die Anordnung der Induktionsspulen 20a-20e festgelegt, über welche die notwendige Schmelz- und Rührenergie in die Schmelze induktiv eingespeist werden. Die sich innerhalb der Schmelzzone 32 ausbildende Rührbewegung der Schmelze ist durch die in sich zurückkehrenden Richtungspfeile U der Schmelzenwirbelströmung dargestellt. Prinzipiell ist die Erfindung nicht auf die in Figur 1 dargestellte Wirbelströmungsanordnung U beschränkt, sondern diese kann durch geeignete Wahl der einzelnen Spulenwindungen 20a-20e in Größe und Richtung innerhalb der Schmelzzone 32 unterschiedlich ausgeprägt sein.

[0017] Durch die Rührbewegung wird die Schmelze innerhalb des Schmelzenpools 32 kontinuierlich umgerührt, wodurch die einzelnen Legierungsbestandteile in der gesamten im Schmelzenpool 32 angesammelten Schmelze homogenisiert werden. An den Schmelzenpool 32 schließt sich im unteren Bereich die Erstarrungszone an, in der der erstarrte Materialblock 30 auf einer Stützunterlage 25 lagert, welche über einer Blockabzugseinrichtung 6 nach unten kontinuierlich abgesenkt wird. Die Bewegungsrichtungen sind durch den Doppelpfeil Z angegeben.

[0018] Der bisher beschriebene Umschmelzprozeß findet bei Unterdruckatmosphäre von $< 10^{-1}$ mbar statt. Hierzu wird die in der Kaltwandtiegelanordnung 2 befindliche Restatmosphäre über Saugstutzen 12 in bekannter Weise mit in den Zeichnungen nicht dargestellten Vakuumpumpen evakuiert.

[0019] Um die auf den oberen Tiegelflansch 14 und unteren Tiegelflansch ausgeübten, axial gerichteten Kräfte aufzunehmen, sind der obere Tiegelflansch 14 und der untere Tiegelflansch 16 mit Verbindungsstre-

ben 22 miteinander fest verbunden.

[0020] Anschließend an das in Figur 1 dargestellte Blockabzugsverfahren wird eine homogene Schmelze mittels eines als solchen bekannten Kaltwandtiegels 60 hergestellt. Der in Figur 2 dargestellte Kaltwandtiegel 60 besteht im wesentlichen aus dem Tiegelboden 17, auf welchem die Tiegelwand 21 aufgesetzt ist. Die Tiegelwand besteht in bekannter Weise aus einer Palisadenanordnung 21,21',..., wobei zwischen den einzelnen Palisaden 21,21',... Abstände zum Durchgriff des Schmelz- und Rührmagnetfeldes vorgesehen sind. In diesen Abständen befinden sich üblicherweise Dichtelemente aus einem Isolierstoff. Das Rühr- bzw. Schmelzmagnetfeld wird über eine Induktionsspule 19, welche einzelne Spulenwindungen 20a-20d aufweist, in bekannter Weise mit in Figur 2 nicht dargestellten Stromversorgungseinrichtungen erzeugt. Für die Erzeugung einer Erstschmelze durch ein VAR-Verfahren liegen die Legierungsbestandteile z. B. als Pulver, als Granalien oder auch als stückiges Material vor, welches zu einem festen gepreßten Block mit definierter Massenzusammensetzung preßbar ist. Diese einzelnen Blöcke 40,41 (siehe Figur 3a) werden zur Bildung einer Abschmelzelektrode 42 aneinandergefügt und an den Verbindungsnähten 50,52 miteinander verschweißt. Zum Verschweißen der Blöcke 40,41 ist insbesondere ein Elektronenstrahlschweißverfahren vorgesehen. Die zu einer Abschmelzelektrode 42 zusammengefügt Blöcke 40,41 werden anschließend in einem ersten, in den Figuren nicht dargestellten Vacuum-Arc-Remelting-Prozeß zunächst aufgeschmolzen, wodurch das Ausgangsmaterial in der Schmelze bis zu einem gewissen Grad homogen verteilt wird. Die derartig erzeugte Schmelze wird anschließend in geeignete Gießformen überführt, in welchen das Schmelzmaterial zu einem Block 44 (siehe Figur 3b) erstarrt. Hierbei ist das Volumen des Blockes so gewählt, daß dieser das Tiegelvolumen des in Figur 2 dargestellten Kaltwandtiegels 60 ausfüllt.

[0021] Zur weiteren Homogenisierung des Blocks 30 aus Figur 1 oder des Blocks 44 nach Figur 3b wird dieser in den Kaltwandtiegel 60 nach Figur 2 überführt und anschließend die den Kaltwandtiegel 60 umgebende und nicht dargestellte Ofenkammer geschlossen und auf einen typischen Betriebsdruck von 10^{-1} mbar evakuiert und die elektrische Leistung der Induktionsspulenordnung 19 eingeschaltet. Nach Verflüssigen des Blocks 30 wird die Schmelze 55 durch das induktive Rührfeld durchhomogenisiert. Sie kann in eine gewünschte Halbzeugform zum Erkalten abgegossen werden.

Bezugszeichenliste

[0022]

2 Kaltwandtiegelanordnung,
Kaltwandtiegel

3
4
6
5 7
8
9
10
11
10 12
13
14
15
16
15 17
18
19
20a-e
21,21',21'',21''',21''''
20 22
23
24,24a,24b
25
26
25 30
32
34
40
30 41
42
44
50
52
35 55
A
F
U
40 Z

Tiegelwand
Materialschleuse, Material-
zuführung
Blockabzug
Induktionsspulenordnung
Unterteil
Legierungsmaterial
Schleusenöffnung
Schleusenkammer
Saugstutzen
Induktionstiegel
oberer Tiegelflansch
oberes Dichtelement
unterer Tiegelflansch
Tiegelboden
Isoliermantel
Induktionsspule
Spulenwindung
Palisaden
Verbindungsstreben
unteres Dichtelement
untere Stütze
Stützunterlage
Blockabzugsvorrichtung
erstarrter Block / Block
Schmelzenpool, Block-
schmelze
Chargenmaterialraum
Materialpreßling
Materialpreßling
Abschmelzelektrode
Block
Verbindungsnaht
Verbindungsnaht
Schmelze
Einsatzblock, vorgeschmol-
zen
Füllweg
Wirbelströmung
Schubrichtung

Patentansprüche

1. Verfahren zum Herstellen von homogenen Legierungsmischungen, insbesondere von intermetallischen Phasen, aus mindestens zwei Legierungskomponenten durch Schmelzen von Ausgangsmaterialien in einem induktiv beheizten Kaltwandtiegel, **gekennzeichnet durch** die folgenden Verfahrensschritte:

- a) in einem ersten Verfahrensschritt werden die Legierungskomponenten zu Blöcken (30,40) mit vorgewählter mengenmäßiger Legierungszusammensetzung erschmolzen, und
- b) in einem nachfolgenden Verfahrensschritt wird mindestens einer der Blöcke (30,44) aus dem ersten Verfahrensschritt in einer induktiv

- beheizten Kaltwandtiegelanordnung (60) aufgeschmolzen, wobei durch die in die Schmelze eingespeiste elektromagnetische Feldenergie die Schmelze derart umgerührt wird, daß deren Legierungskomponenten derart durchmischt werden, daß die Schmelze (55) eine über ihr gesamtes Volumen homogene Materialzusammensetzung erhält.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß der erste Verfahrensschritt in einer induktiv beheizten Kaltwandtiegelanordnung (2) durchgeführt wird, die mit chargierfähigen Ausgangsmaterialien beschickt wird. 10
3. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß der erste Verfahrensschritt durch ein VAR-Verfahren in einer Kaltwandtiegelanordnung durchgeführt wird, die mit vorgeformten Abschmelzelektroden (42,44) beschickt wird. 15 20
4. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Gesamtvolumen der für den im induktiv beheizten Kaltwandtiegel (60) vorgesehenen Umschmelzprozeß einzusetzenden Blöcke (30,44) derart gewählt wird, daß deren Gesamtvolumen dem Füllvolumen des induktiv beheizten Kaltwandtiegels (60) entspricht. 25
5. Verfahren nach Anspruch 1, **gekennzeichnet durch** folgende Verfahrensschritte 30
- a) mindestens ein Teil der Legierungskomponenten wird zu chargierbarem Materialgut (9) mit vorbestimmter Legierungszusammensetzung gepreßt, 35
 - b) das Materialgut (9) wird über eine Schleusenkammer (11) in einen Schmelzenpool (32) eingebracht, welcher von Spulenwindungen (20a-20e) einer Induktionsspulenordnung (7) umgeben ist, 40
 - c) das Materialgut (9) wird durch Zufuhr von elektromagnetischer Feldenergie über ein an die Spulenwindungen (20a-20e) angelegtes Wechselfeld derart erwärmt, daß das Materialgut (9) über das in dem Schmelzenpool (32) verlaufende Magnetwechselfeld aufgeschmolzen wird, wobei die Schmelze durch das im Schmelzenpool (32) induzierte magnetische Wechselfeld außerdem durchmischt wird, und 45
 - d) das unterhalb des Schmelzenpools (32) erstarrte Schmelzgut wird über einen am unteren Ende der Induktionsspulenordnung (7) befindlichen Blockabzug (6) als Block (30) aus der Kaltwandtiegelanordnung (2) abgezogen. 50 55
6. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Legierungskomponenten aus hochreaktiven Materialien, insbesondere aus Titan oder Titanverbindungen ausgewählt werden.
7. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Ausgangsmaterial als Stückgut und/oder als Pulver und/oder als Granulat ausgewählt wird.

FIG.1

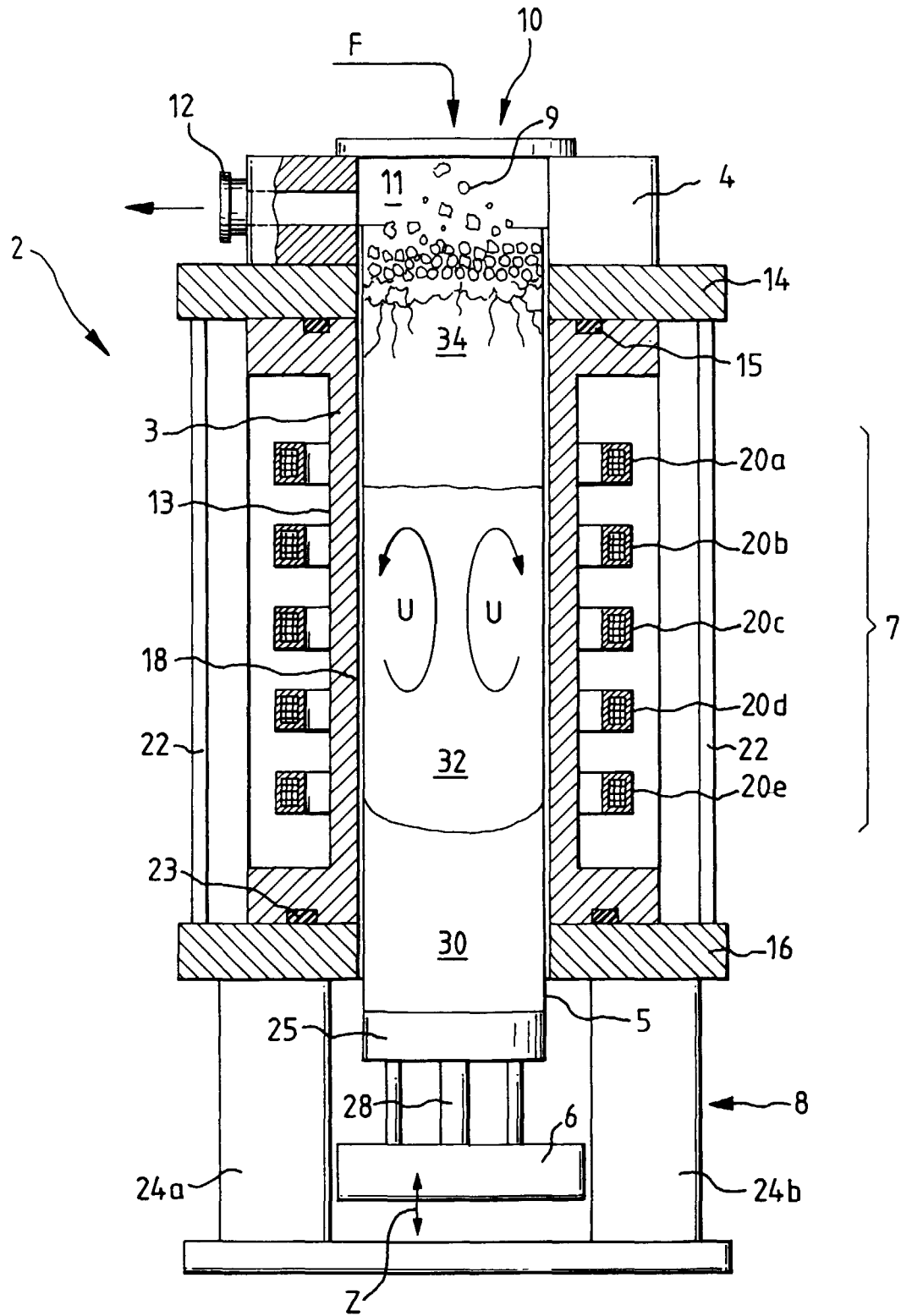


FIG. 2

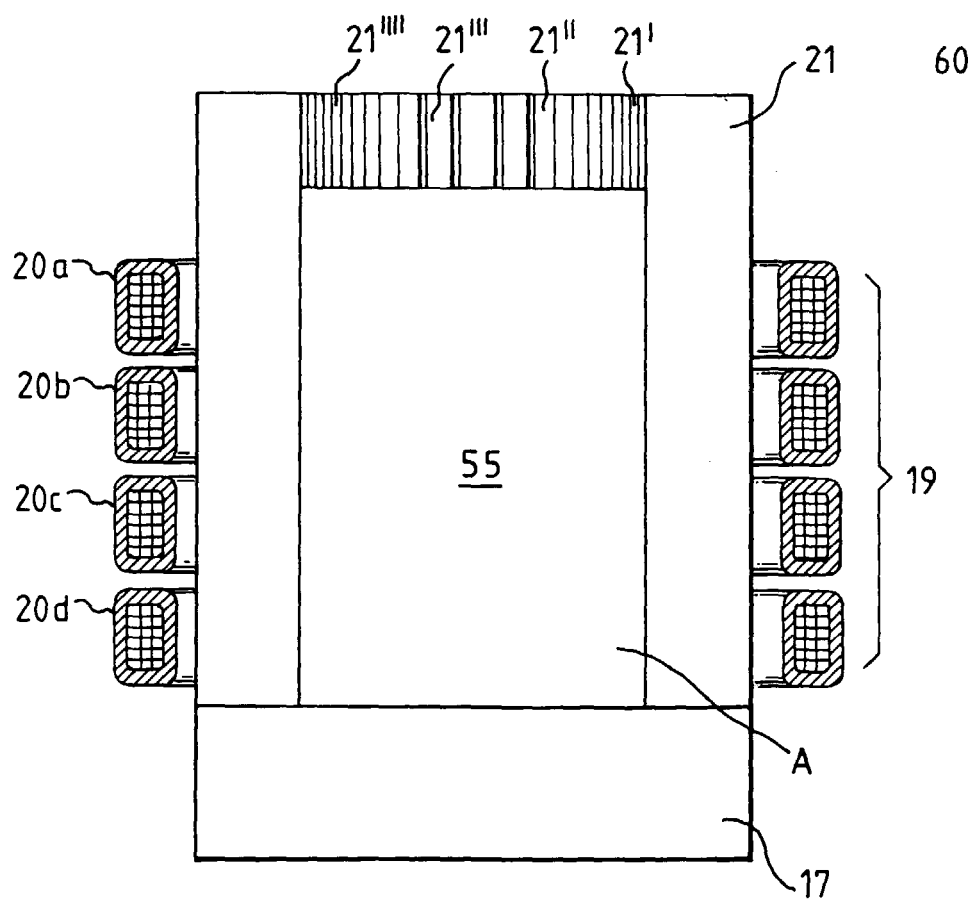


FIG.3a

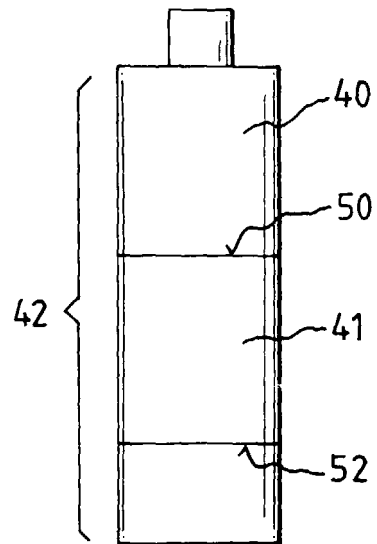


FIG.3b

