



(11) **EP 1 341 945 B1**

(12) **EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT**

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:
09.01.2008 Patentblatt 2008/02

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

(21) Anmeldenummer: **01270635.4**

(86) Internationale Anmeldenummer:
PCT/EP2001/013290

(22) Anmeldetag: **16.11.2001**

(87) Internationale Veröffentlichungsnummer:
WO 2002/048420 (20.06.2002 Gazette 2002/25)

(54) **VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON HOCHBELASTBAREN BAUTEILEN AUS TIAL-LEGIERUNGEN**

METHOD FOR PRODUCING COMPONENTS WITH A HIGH LOAD CAPACITY FROM TIAL ALLOYS
PROCEDE DE FABRICATION DE COMPOSANTS EN ALLIAGES TIAL A CAPACITE DE CHARGE ELEVEE

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

- **SCHREIBER, Karl**
15806 Mellensee (DE)
- **ROTH-FAGARASEANU, Dan**
10243 Berlin (DE)

(30) Priorität: **15.12.2000 DE 10062776**
19.01.2001 DE 10102497
02.02.2001 DE 10104639
17.10.2001 DE 10150674

(74) Vertreter: **Blaumeier, Jörg**
LINDNER I BLAUMEIER
Patent- und Rechtsanwälte
Dr.-Kurt-Schumacher-Strasse 23
90402 Nürnberg (DE)

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
10.09.2003 Patentblatt 2003/37

(56) Entgegenhaltungen:
DE-A- 4 318 424

(73) Patentinhaber:

- **Leistritz Aktiengesellschaft**
90459 Nürnberg (DE)
- **Rolls-Royce Deutschland Ltd & Co KG**
15827 Dahlewitz (DE)

- **KOEPPE C ET AL: "GENERAL ASPECTS OF THE THERMOMECHANICAL TREATMENT OF TWO-PHASE INTERMETALLIC TIAL COMPOUNDS" METALLURGICAL TRANSACTIONS A. PHYSICAL METALLURGY AND MATERIALS SCIENCE, METALLURGICAL SOCIETY OF AIME. NEW YORK, US, Bd. 24A, Nr. 8, 1. August 1993 (1993-08-01), Seiten 1795-1806, XP000387345**
- **PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 015, no. 456 (C-0886), 20. November 1991 (1991-11-20) -& JP 03 193852 A (NIPPON STEEL CORP), 23. August 1991 (1991-08-23)**

(72) Erfinder:

- **JANSCHKE, Peter**
40593 Düsseldorf (DE)
- **KNIPPSCHILD, Lothar**
45277 Essen (DE)

EP 1 341 945 B1

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

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung hochbelastbarer Bauteile aus $\alpha + \gamma$ -TiAl-Legierungen, insbesondere von Bauteilen für Flugtriebwerke oder stationäre Gasturbinen.

[0002] Legierungen auf TiAl-Basis gehören zur Gruppe der intermetallischen Werkstoffe, die für Anwendungen im Bereich der Einsatztemperatur der Superlegierungen entwickelt wurden. Mit einer Dichte von etwa 4g/cm^3 bietet diese neue Legierungsklasse ein erhebliches Potential zur Gewichtseinsparung und damit verbundene Reduzierung der Belastungen bewegter Bauteile bei Temperaturen bis oberhalb 700°C . Diese Gewichts- und Spannungsreduzierung wirkt sich potenziert auch auf Schaufeln und Scheiben von Gasturbinen oder z.B. Bauteilen von Kolbenmotoren aus. Die Schwierigkeit, TiAl-Legierungen durch Umformprozesse zu bearbeiten, beruht auf hohen Fließspannungen sowie niedriger Bruchzähigkeit und Duktilität bei geringen und mittleren Temperaturen. Umformprozesse müssen deshalb bei hohen Temperaturen im Bereich des $\alpha + \gamma$ - oder α -Phasengebietes in schützender Atmosphäre durchgeführt werden.

[0003] Der US-A 6,110,302 sind $\alpha + \gamma$ -Titanlegierungen zu entnehmen. Unter anderem werden Turbinenscheiben für Flugtriebwerke abgehandelt. Bevorzugt zum Einsatz kommen Legierungen mit etwa 70 % Titan, wobei die Schmiedetemperatur sich zwischen 815°C und 885°C bewegt. Das unter anderem eine Turbinenscheibe bildende Schmiedeteil soll $\beta + \alpha$ -Bereiche unterschiedlicher Mikrostrukturen aufweisen. Praktische Untersuchungen haben gezeigt, daß nach diesem Verfahren hergestellte Turbinenscheiben den tatsächlichen Anforderungen im Betriebszustand, insbesondere im Hinblick auf die gewünschte Dauerfestigkeit, nicht gerecht werden.

[0004] Die US-A 5,593,282 offenbart einen Rotor, einsetzbar in Triebwerken, der vorzugsweise aus einem leichtgewichtigen Konstruktionsmaterial, in diesem Beispiel aus einem temperaturbeständigen Keramikmaterial oder alternativ aus TiAl- bzw. NiAl-Materialien, gebildet sein kann.

[0005] In der DE-C 43 18 424 wird ein Verfahren zur Herstellung von Formkörpern aus Legierungen auf Titan-Aluminium-Basis beschrieben. Ein Gußrohling mit lamellar ausgebildetem Gefüge mit einer Lamellendicke von bis zu $1\text{ }\mu\text{m}$ wird erzeugt. Dieser wird im Temperaturbereich von 1050°C bis 1300°C mit einem hohen Umformgrad verformt, so daß eine dynamische Rekristallisation mit Korngrößen bis $5\text{ }\mu\text{m}$ stattfindet. Anschließend wird der Rohling abgekühlt und im Temperaturbereich von 900°C bis 1100°C bei Umformgeschwindigkeiten von $10^{-4}/\text{s}$ bis $10^{-1}/\text{s}$ zu endabmessungsnahen Formkörpern superplastisch umgeformt. Das angesprochene sehr feinkörnige Gefüge wird unter anderem durch Zugabe von Silizium bis zu 0,3 Masse-% erzeugt. Dieser Silizium-Anteil führt allerdings zu unerwünschten Nebenerscheinungen, wie erhöhter Porosität und der Bildung von Si-

lizenzen, wodurch die erforderliche mechanische Beanspruchbarkeit sehr stark beeinträchtigt wird. Das für diese superplastische Umformung erforderliche feinkörnige Gefüge soll durch Strangpressen eingestellt werden, welches jedoch nicht zu dem an anderer Stelle beschriebenen und für superplastische Umformung erforderliche feinkristalline äquiaxialen Gefüge führt. Inwieweit nach diesem Verfahren tatsächlich mechanisch hochbelastbare Bauteile hergestellt werden können, bleibt offen, da es sich in der Praxis bis dato noch nicht durchgesetzt hat.

[0006] Die im Stand der Technik angesprochenen Herstellungsverfahren, unter anderem für TiAl-Bauteile, führen aufgrund der hier gezeigten umformtechnischen Gegebenheiten in technischer Hinsicht nicht zu den notwendigen Qualitätseigenschaften, wie sie für dynamisch/thermisch hochbelastbare Bauteile erforderlich sind.

[0007] Ausgehend von den im Stand der Technik angeführten Nachteilen liegt der Erfindung die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Herstellung leichtbauender und hochbelastbarer Bauteile für die konventionelle und Luftverkehrstechnik aus TiAl-Legierungen bereitzustellen, mit welchem gegenüber dem Stand der Technik eine verbesserte Dauerfestigkeit, Zuverlässigkeit und erhöhte Betriebslebensdauer realisiert werden kann.

[0008] Diese Aufgabe wird gelöst durch ein Verfahren zur Herstellung hochbelastbarer Bauteile aus $\alpha + \gamma$ -TiAl-Legierungen, insbesondere von Bauteilen für Flugtriebwerke oder stationäre Gasturbinen, indem gekapselte TiAl-Rohlinge globularen Gefüges durch isotherme Primärumformung im $\alpha + \gamma$ - oder α -Phasengebiet vorgeformt, die Vorformlinge durch mindestens einen isothermen Sekundärumformprozess unter dynamischer Rekristallisation im $\alpha + \gamma$ - oder α -Phasengebiet zu Bauteilen vorgegebbarer Kontur ausgeformt und zur Einstellung des Mikrogefüges die Bauteile im α -Phasengebiet lösungsgeglüht und anschließend schnell abgekühlt werden.

[0009] Vorteilhafte Weiterbildungen des erfindungsgemäßen Verfahrens sind den Unteransprüchen zu entnehmen.

[0010] Abweichend zum Stand der Technik gemäß US-A 6,110,302 und DE-C 43 18 424 werden TiAl-Rohlinge nunmehr in Temperaturbereichen oberhalb der dort angegebenen Temperaturen mehrfach umgeformt und erzielen Gefügeeigenschaften, die gegenüber dem Stand der Technik eine erhöhte Betriebslebensdauer mit sich bringen. Darüber hinaus können die Gebrauchseigenschaften, insbesondere die Dauerfestigkeit, wesentlich verbessert werden.

[0011] Zum Einsatz gelangen sehr homogene TiAl-Rohlinge mit globularer Kornstruktur, die in entsprechender Weise einer Primär- sowie mindestens einer sich daran anschließenden Sekundärumformung im $\alpha + \gamma$ - oder α -Phasengebiet unterzogen werden.

[0012] Die Primärumformung kann durch Schmieden oder Strangpressen erfolgen. Die Sekundärumformung erfolgt vorteilhafterweise durch Schmieden.

[0013] Die Schmiederohlinge sind sowohl bei der Primär- als auch bei der Sekundärumformung gekapselt,

worunter der Fachmann unter anderem ein formgebendes Werkzeug mit Ober- und Unterteil verstehen kann.

[0014] Die geeigneten Schmiedefenster sind gekennzeichnet durch ein ausgeprägtes Fließ-/Spannungsmaximum, was im Gegenteil zum Stand der Technik gemäß DE-C 43 18 424 (Prozeßfenster der Superplastizität) steht. Charakteristisch für den erfindungsgemäßen Umformprozess ist die dynamische Rekristallisation, die mit der hohen Fließspannung einhergeht. Zur Bereitstellung des Mikrogefüges werden die Bauteile im α -Phasengebiet lösungsgeglüht und anschließend schnell abgekühlt. Diese schnelle Abkühlung aus dem α -Phasengebiet führt dann zu der gewünschten feinlamellaren Mikrostruktur. Typische Abkühlraten liegen hierfür im Bereich von 10°C/s.

[0015] Vorteilhafterweise werden zur Erzeugung der leichtbauenden hochbelastbaren Bauteile für die konventionelle und Luftverkehrstechnik Rohlinge der Zusammensetzung (in Atom-%)

43 % - 47 %, insbesondere 45 % - 47 % Al
5%-10%Nb
max. 8,0 % B
max. 0,5 % C
Rest Titan und erschmelzungsbedingte Verunreinigungen

eingesetzt.

[0016] Silizium ist in diesen Legierungen nicht enthalten, da Silizium bekanntermaßen zwar zur gewünschten Kornfeinung beiträgt, andererseits aber zu den bereits angesprochenen unerwünschten Begleiteffekten, wie Porosität und Silizidbildung, führt.

[0017] Die isotherme Umformung (Primär- und/oder Sekundärumformung) findet vorteilhafterweise in beheizten Werkzeugen aus Molybdän oder Graphit statt.

[0018] Das folgende Beispiel beschreibt ein Verfahren zur Herstellung von Rotorscheiben, einsetzbar für Flugturbinen, wobei auch andere hochbelastbare Bauteile als für die konventionelle und Luftverkehrstechnik, wie beispielsweise Bauteile von Brennkraftmaschinen (z.B. Ventilen) angesprochen sein können.

[0019] Zur Anwendung kommt ein Rohling der chemischen Zusammensetzung (in Atom-%)

46 % Al
7,5 % Nb
0,3 % C
0,5 % B
Rest Ti

[0020] Der Rohling wird in einem ersten Schritt einer isothermen Primärumformung bei einer $\alpha + \gamma$ -Temperatur von 1200°C unterzogen. Zum Einsatz gelangt ein Flachbahngesenk, mit dem sogenannte Pancakes erzeugt werden. Die isotherme Primärumformung erfolgt mit einer Umformgeschwindigkeit von 10⁻⁴/s. In einem zweiten isothermen Schmiedeprozess werden die Pan-

cakes in einem formgebenden Schmiedewerkzeug mit Ober- und Unterteil zu Scheiben fertig geschmiedet. Die isotherme Sekundärumformung findet in diesem Beispiel bei einer $\alpha + \gamma$ -Temperatur von 1150°C sowie einer Umformgeschwindigkeit von 10⁻³/s statt.

[0021] Zur Einstellung der späteren Gebrauchseigenschaften der so erzeugten Rotorscheiben werden selbige bei einer α -Temperatur von 1360°C lösungsgeglüht und anschließend in Öl mit einer Abkühlrate von 10°C/s rasch abgekühlt. Die Fertigbearbeitung erfolgt konventionell und ist nicht Gegenstand dieser Erfindung.

[0022] Das folgende Beispiel zeigt ein Verfahren zur Herstellung von Turbinenschaufeln, einsetzbar in stationären Gasturbinen.

[0023] Zur Anwendung kommt ein Rohling der Zusammensetzung (in Atom-%)

45 % Al
8 % Nb
0,2 % C
Rest Ti

[0024] Der erste Schmiedevorgang eines Grundmaterials für $\alpha + \gamma$ -TiAl-Rohlinge soll in diesem Beispiel dadurch stattfinden, daß in einem Schmiedegesenk mit einer scheibenförmigen Gravur die Volumenverteilung für eine größere Anzahl von Rohlingen (hier 10 Stück) im $\alpha + \gamma$ -Phasengebiet bei etwa 1150°C durchgeführt wird. Die Vereinzelung der Rohlinge soll in diesem Beispiel im hohen Temperaturbereich durch ein Schneidwerkzeug herbeigeführt werden. Durch diese Maßnahme wird ein Abkühlen der Rohlinge mit anschließendem Widererwärmen für den Folgeumformprozess entbehrlich.

[0025] In einem zweiten isothermen Schmiedeprozess werden die Rohlinge in einem formgebenden Schmiedewerkzeug mit Ober- und Unterteil zu Schaufeln fertig geschmiedet. Diese sekundäre Umformung findet in diesem Beispiel im $\alpha + \gamma$ -Phasengebiet bei etwa 1150°C sowie einer Umformgeschwindigkeit von 10³s⁻¹ statt.

[0026] Zur Einstellung der späteren Gebrauchseigenschaften der so erzeugten Turbinenschaufeln werden selbige bei einer α -Temperatur von 1360°C lösungsgeglüht und anschließend in Öl rasch abgekühlt.

[0027] Herstellprozesse weiterer Bauteile unterscheiden sich von diesem Beispiel lediglich in ihrer geometrischen Ausbildung.

[0028] Die vorab beschriebene Legierungszusammensetzung sowie die gewählten Temperaturbereiche für die primäre und sekundäre isotherme Umformung stellen lediglich Beispiele dar.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung hochbelastbarer Bauteile aus $\alpha + \gamma$ TiAl-Legierungen, insbesondere von Bauteilen für Flugtriebwerke oder stationäre Gasturbi-

nen, indem gekapselte TiAl-Rohlinge globularen Gefüges durch isotherme Primärumformung im $\alpha + \gamma$ - oder α -Phasengebiet vorgeformt, die Vorformlinge durch mindestens einen isothermen Sekundärumformprozess unter dynamischer Rekristallisation im $\alpha + \gamma$ - oder α -Phasengebiet zu Bauteilen vorgegebbarer Kontur ausgeformt und zur Einstellung des Mikrogefüges die Bauteile im α -Phasengebiet lösungsgeglüht und anschließend schnell abgekühlt werden.

2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, daß** die isotherme Primärumformung durch Schmieden oder Strangpressen im $\alpha + \gamma$ -Phasengebiet im Temperaturbereich von 1000°C und 1340°C stattfindet.
3. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, daß** die isotherme Primärumformung durch Schmieden oder Strangpressen im α -Phasengebiet zwischen 1340°C und 1360°C stattfindet.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet, daß** die isotherme Sekundärumformung im $\alpha + \gamma$ -Phasengebiet im Temperaturbereich von 1000°C bis 1340°C stattfindet.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet, daß** der Umformprozess in einem insbesondere beheizten Werkzeug, aus Molybdän oder Graphit, durchgeführt wird.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet, daß** Rohlinge aus einer TiAl-Basislegierung der Zusammensetzung (in Atom-%) für die Primär- und Sekundärumformung eingesetzt werden:

43 % - 47 % Al
 5 % - 10 % Nb
 max. 1,0 % B
 max. 0,5 % C
 Rest Titan und erschmelzungsbedingte Verunreinigungen
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet, daß** der Umform- und Lösungsglühprozess in inerter Atmosphäre stattfindet.
8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Abkühlung zur abschließenden Gefügeeinstellung aus dem α -Phasengebiet oberhalb 1340°C sehr rasch, insbesondere mit 10°C/s - 20°C/s in Öl, erfolgt.

Claims

1. Method of manufacturing components with a high load capacity from $\alpha + \gamma$ TiAl alloys, in particular components for aircraft engines or stationary gas turbines, in that encapsulated TiAl blanks of globular structure are preformed by isothermic primary deformation in the $\alpha + \gamma$ or α phase domain, the preforms are worked by at least one isothermic secondary deformation process with dynamic recrystallisation in the $\alpha + \gamma$ or α phase domain to give components of specifiable contour and the components are solution-treated in the α phase domain and then rapidly cooled to adjust the microstructure.
2. Method according to claim 1, **characterised in that** isothermic primary deformation takes place by forging or extrusion in the $\alpha + \gamma$ phase domain in the temperature range of 1,000°C and 1,340°C.
3. Method according to claim 1, **characterised in that** isothermic primary deformation takes place by forging or extrusion in the α phase domain between 1,340°C and 1,360°C.
4. Method according to one of claims 1 to 3, **characterised in that** isothermic primary deformation takes place by forging or extrusion in the $\alpha + \gamma$ phase domain in the temperature range from 1,000°C to 1,340°C.
5. Method according to one of claims 1 to 4, **characterised in that** the deformation process is carried out in a tool which is composed of molybdenum or graphite and which is in particular heated.
6. Method according to one of claims 1 to 5, **characterised in that** blanks composed of a TiAl base alloy are used for primary and secondary deformation having the composition (in % by atoms):

43% - 47% Al
 5% - 10% Nb
 max. 1.0% B
 max. 0.5% C
 remainder titanium and impurities due to smelting.
7. Method according to one of claims 1 to 6, **characterised in that** the deformation and solution treatment process takes place in an inert atmosphere.
8. Method according to one of claims 1 to 7, **characterised in that** the cooling to the final structure setting from the α phase domain above 1340°C takes place very rapidly, in particular at a rate of 10°C/s - 20°C/s in oil.

Revendications

1. Procédé pour la fabrication de composants à capacité de charge élevée à base d'alliages TiAl $\alpha+\gamma$, en particulier de composants destinés à des groupes motopropulseurs ou des turbines à gaz fixes du fait que des ébauches en TiAl encapsulées de structure globulaire sont préformées par transformation primaire isotherme dans la zone de phase $\alpha+\gamma$ ou α , les préformes sont formées par au moins un processus de transformation secondaire isotherme avec recristallisation dynamique dans la zone de phase $\alpha+\gamma$ ou α en composants de contour prédéfinissable et les composants font l'objet d'un recuit de mise en solution dans la zone de phase α et d'un refroidissement rapide consécutif pour le réglage de la microstructure. 5 10 15
2. Procédé selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** la transformation primaire isotherme par forgeage ou extrusion a lieu dans la zone de phase $\alpha+\gamma$ dans une plage de températures allant de 1000° à 1340 °C. 20
3. Procédé selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** la transformation primaire isotherme par forgeage ou extrusion a lieu dans la zone de phase α entre 1340° et 1360 °C. 25
4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, **caractérisé en ce que** la transformation secondaire isotherme a lieu dans la zone de phase $\alpha+\gamma$ dans la plage de températures entre 1000° et 1340 °C. 30 35
5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, **caractérisé en ce que** le processus de transformation est effectué dans un outil en particulier chauffé à base de molybdène ou de graphite. 40
6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, **caractérisé en ce que** des ébauches à base d'un alliage de base Ti-Al de composition (en % d'atome) sont utilisées pour la transformation primaire et la transformation secondaire : 45

43 % - 47 % Al

5%-10%Nb

maximum 1,0 % de B

maximum 0,5 % de C 50

le reste étant composé de titane et d'impuretés dues à fusion
7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, **caractérisé en ce que** le processus de recuit de transformation et le processus de recuit de mise en solution a lieu dans une atmosphère inerte. 55
8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, **caractérisé en ce que** le refroidissement pour le réglage terminal de la structure s'effectue à partir de la zone de phase α au-dessus de 1340 °C très rapidement, en particulier avec 10 °C/s - 20 °C/s dans de l'huile.

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 6110302 A [0003] [0010]
- US 5593282 A [0004]
- DE 4318424 C [0005] [0010] [0014]