



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



⑪ Veröffentlichungsnummer: **0 464 366 B1**

⑫

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

⑯ Veröffentlichungstag der Patentschrift: **30.11.94**

⑮ Int. Cl.⁵: **C22F 1/18, C22C 14/00**

⑯ Anmeldenummer: **91108605.6**

⑯ Anmeldetag: **27.05.91**

⑯ **Verfahren zur Herstellung eines Werkstücks aus einer dotierstoffhaltigen Legierung auf der Basis Titanaluminid.**

⑯ Priorität: **04.07.90 EP 90112734**

⑯ Patentinhaber: **ASEA BROWN BOVERI AG
Haselstrasse 16
CH-5401 Baden (CH)**

⑯ Veröffentlichungstag der Anmeldung:
08.01.92 Patentblatt 92/02

⑯ Erfinder: **Nazmy, Mohamed, Dr.
Zelglistrasse 30
CH-5442 Fislisbach (CH)**
Erfinder: **Staubli, Markus
Haushalte 9
CH-5605 Dottikon (CH)**

⑯ Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:
30.11.94 Patentblatt 94/48

⑯ Benannte Vertragsstaaten:
CH DE FR GB IT LI SE

⑯ Entgegenhaltungen:
**EP-A- 0 275 391
EP-A- 0 349 734
US-A- 4 842 819**

EP 0 464 366 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 eingereicht, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

Beschreibung

Technisches Gebiet

Bei der Erfindung wird ausgegangen von einem Verfahren zur Herstellung eines Werkstücks aus einer dotierstoffhaltigen Legierung auf der Basis Titanaluminid.

Hochtemperaturlegierungen für thermische Maschinen auf der Basis der intermetallischen Verbindung TiAl, welche sich für die Herstellung von gegossenen und geschmiedeten Bauteilen eignen und die konventionellen Nickelbasis-Superlegierungen ergänzen und zum Teil ersetzen können.

Die Erfindung bezieht sich auf das Erschmelzen und Abgiessen von Legierungen auf Basis der intermetallischen Verbindung TiAl und dotiert mit weiteren Zusätzen und auf das thermische und thermomechanische Weiterverarbeiten dieser Legierung zu brauchbaren Werkstücken mit guten mechanischen Eigenschaften.

Stand der Technik

Intermetallische Verbindungen des Titans mit dem Aluminium haben einige interessante Eigenschaften, welche sie als Konstruktionswerkstoffe im mittleren und höheren Temperaturbereich als attraktiv erscheinen lassen. Dazu gehört unter anderem ihre gegenüber Superlegierungen niedrige Dichte, die nur ca. 1/2 des Wertes für Ni-Superlegierungen erreicht. Ihrer technischen Verwendbarkeit in der vorliegenden Form steht allerdings ihre Sprödigkeit entgegen. Erstere kann durch Zusätze verbessert werden, wobei auch höhere Festigkeitswerte erreicht werden. Als mögliche und zum Teil bereits als Konstruktionsstoffe eingeführte intermetallische Verbindungen sind unter anderem Nickelauminide, Nickelsilizide und Titanaluminide bekannt.

Es wurde schon versucht, die Eigenschaften des reinen TiAl durch leichte Veränderungen des Ti/Al-Atomverhältnisses sowie durch Zulegieren von anderen Elementen zu verbessern. Als weitere Elemente wurden beispielsweise alternativ Cr, B, V, Si, Ta sowie (Ni + Si) und (Ni + Si + B) vorgeschlagen, ferner Mn, W, Mo, Nb, Hf. Die Absicht bestand darin, einerseits die Sprödigkeit herabzusetzen, d.h. die Dehnbarkeit und Zähigkeit des Werkstoffs zu erhöhen, andererseits eine möglichst hohe Festigkeit im interessierenden Temperaturbereich zwischen Raumtemperatur und Betriebstemperatur zu erreichen. Außerdem wurde eine genügend hohe Oxydationsbeständigkeit angestrebt. Diese Ziele wurden jedoch nur teilweise erreicht.

Die Warmfestigkeit der bekannten Aluminide lässt indessen noch zu wünschen übrig. Entsprechend dem vergleichsweise niedrigen Schmelzpunkt dieser Werkstoffe ist die Festigkeit, insbe-

sondere die Kriechfestigkeit im oberen Temperaturbereich reich ungenügend, wie auch aus diesbezüglichen Veröffentlichungen hervorgeht.

Des weiteren stellt die Formgebung der auf Titanaluminiden basierenden intermetallischen Phasen eine gewisse Problematik dar. Wegen der hohen Affinität der beteiligten Elemente zum Sauerstoff, insbesondere derjenigen des Titans ist die Herstellung von Formteilen durch Giessen erschwert. Schlechtes Formfüllungsvermögen, Porosität und Lunker sind die Folgen. Außerdem können die Eigenschaften des Gussgefüges durch nachfolgende Wärmebehandlungen nicht im gewünschten Masse verbessert werden. Der klassischen Warmumformung steht andererseits die vergleichsweise mangelhafte Duktilität im unteren Temperaturbereich entgegen.

Zum Stand der Technik werden die nachfolgenden Dokumente angegeben:

- N.S. Stoloff, "Ordered alloys-physical metallurgy and structural applications", International metals review, Vol. 29, No. 3, 1984, pp. 123-135.
- G. Sauthoff, "Intermetallische Phasen", Werkstoffe zwischen Metall und Keramik, Magazin neue Werkstoffe 1/89, S. 15-19.
- Young-Won Kim, "Intermetallic Alloys based on Gamma Titanium Aluminide", JOM, July 1989.
- US-A-4 842 817
- US-A-4 842 819
- US-A-4 842 820
- US-A-4 857 268
- US-A-4 836 983
- EP-A-0 275 391

Die genannte US-A-4 842 819 beschreibt das Warmverformen eines Rohlings, der durch heiß-isostatisches Pressen eines durch Schmelzspinnen hergestellten Bandes erhalten wurde. Aus dem warmverformten Rohling wurden, nach Wärmebehandlung, durch materialabhebendes Bearbeiten Werkstücke erhalten. Die Warmverformung wurde bei 975 °C, das vorhengehende heiß-isostatische Pressen bei 950 °C und über 200 MPa durchgeführt.

Die Eigenschaften der bekannten modifizierten intermetallischen Verbindungen sowie ihre herkömmlichen Verarbeitungsmethoden genügen den technischen Anforderungen im allgemeinen noch nicht, um daraus brauchbare Werkstücke herzustellen. Dies gilt insbesondere bezüglich Warmfestigkeit und Zähigkeit (Duktilität). Es besteht daher ein Bedürfnis nach Weiterentwicklung und Verbesserung derartiger Werkstoffe und deren Formgebung sowie der günstigen Beeinflussung der mechanischen Eigenschaften der daraus hergestellten Werkstücke.

Darstellung der Erfindung

Die Erfindung, wie sie in Patentanspruch 1 angegeben ist, liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Herstellung eines Werkstücks aus einer dotierstoffhaltigen Legierung auf der Basis von Titanaluminid anzugeben, welches zu einem Werkstoff hoher Oxydations- und Korrosionsbeständigkeit, hoher Warmfestigkeit und genügender Duktilität führt.

Weg zur Ausführung der Erfindung

Ausführungsbeispiel 1:

Unter Argonatmosphäre wurde in einem Induktionsofen eine Legierung mit einer Zusammensetzung nach Anspruch 8 (je etwa zur Hälfte aus Al und Ti bestehend und dotiert) erschmolzen: Die Schmelze wurde zu Gussblöcken abgegossen. Die Gussblöcke wurden hierauf bei einer Temperatur von 1100 °C während 10 h in einer Argonatmosphäre geglättet. Danach wurden die Gusshaut und die Zunderschicht mechanisch entfernt. Dann wurden die zylindrischen Blöcke in passende Kapseln aus weichem Kohlenstoffstahl eingeschoben und letztere dicht verschweisst. Die eingekapselten Werkstücke wurden nun bei einer Temperatur von 1260 °C während 3 h unter einem Druck von 120 MPa heiss-isostatisch gepresst, abgekühlt, mit 10 bis 50 °C/min auf 1100 °C erwärmt, gehalten und bei 1100 °C isotherm geschmiedet. Das verwendete Werkzeug bestand aus einer Molybdänlegierung mit folgender Zusammensetzung:

Ti = 0,5 Gew.-%

Zr = 0,1 Gew.-%

C = 0,2 Gew.-%

Mo = Rest

Es wurde eine Fliessgrenze des zu schmiedenden Werkstoffs von ca. 260 MPa bei 1100 °C festgestellt. Die Umformung bestand in einem Stauchen bis zu einer Verformung $\epsilon = 1,3$, wobei

$$\epsilon = \ln \frac{h_0}{h} \quad \text{mit}$$

h_0 = ursprüngliche Höhe des Werkstücks
 h = Höhe des Werkstücks nach Umformung bedeuten. Die lineare Verformungsgeschwindigkeit (Stempelgeschwindigkeit der Schmiedepresse) v betrug bei Beginn des Schmiedeprozesses 0,1 mm/s. Die für das Stauchen benötigten Presskräfte waren von mittlerer Grösse. Im vorliegenden Fall betrugen sie ca. 750 kN, was einem Anfangsdruck von ca. 300 MPa entsprach.

Durch dieses Beispiel wurde die ausgezeichnete Umformbarkeit des vorbehandelten Werkstoffs demonstriert, betrug doch die bei Rissfreiheit erreichte Höhenabnahme beim Stauchen über 70 %.

5

Ausführungsbeispiel 2:

Nach der unter Beispiel 1 angegebenen Weise wurde eine Legierung der nachfolgenden Zusammensetzung erschmolzen:

Al = 48 At.-%

V = 3 At.-%

Si = 0,5 At.-%

Ti = Rest

15

Die Schmelze wurde zu prismatischen Walzbarren von 100 mm x 80 mm x 20 mm abgegossen. Diese wurden zunächst durch Glühen bei ca. 1100 °C homogenisiert und deren Gusshaut mechanisch entfernt. Nach Einkapselung und heiss-isostatischem Pressen gemäss Beispiel 1 wurden die Barren bei 1150 °C warmgewalzt. Die Höhenabnahme (= Querschnittsabnahme) betrug ca. 40 %. Am gewalzten Halbzeug konnten keinerlei Risse wahrgenommen werden, was für die ausgezeichnete Duktilität des Materials bei dieser Temperatur spricht. Vom gewalzten Stab wurden Abschnitte mit einer Stempelgeschwindigkeit von ca. 0,1 mm/s um einen Betrag, der einem ϵ von 1,2 entsprach, bei 1150 °C gestaucht (Höhenabnahme ca. 70 %). Das Schmiedegesenk bestand aus der geringe Ti- und Zr-Mengen enthaltenden Mo-Legierung. Die Fliessgrenze des Werkstücks betrug bei 1150 °C ca. 200 MPa. Nach dem Schmieden wies das Werkstück eine Vickershärte HV von durchschnittlich 336 kg/mm² auf.

35

Ausführungsbeispiel 3:

Gemäss Beispiel 1 wurde eine Legierung der nachfolgenden Zusammensetzung erschmolzen:

Al = 48 At.-%

Ge = 3 At.-%

Ti = Rest

45

Die Schmelze wurde zu Gussblöcken von ca. 55 mm Durchmesser und 65 mm Höhe abgegossen. Hierauf wurden die Gussblöcke unter Argonatmosphäre während 10 h bei einer Temperatur von 1100 °C geglättet, abgekühlt und mechanisch bearbeitet zwecks Entfernung der Gusshaut. Durch das Glühen wurde die Legierung homogenisiert. Je nach Legierungszusammensetzung wurde eine geeignete Homogenisierung bei Temperaturen zwischen 1000 und 1150 °C und Glühzeiten zwischen einer und dreissig Stunden erreicht. Dann wurden die zylindrischen Werkstücke eingekapselt, heiss-isostatisch gepresst und bei einer Temperatur von 1150 °C geschmiedet. Die Verformung ϵ betrug 0,69 (Höhenabnahme 50%), die beobachtete

Fliessgrenze ca. 380 MPa. Die Verformungsgeschwindigkeit (Stempelgeschwindigkeit) betrug 0,1 mm/s.

Ausführungsbeispiel 4:

Es wurde eine Turbinenschaufel aus der nachfolgenden Legierung hergestellt:

Al = 48 At.-%
Zr = 3 At.-%
B = 0,5 At.-%
Ti = 48,5 At.-%

Zu diesem Zweck wurde zunächst die obige Legierung aus den Elementen erschmolzen und zu einem Block von ca. 90 mm Durchmesser und ca. 250 mm Höhe vergossen. Nach einer Glühoperation bei 1050 °C, Entfernung der Guss Haut, Einkapseln, heiss-isostatisch Pressen etc. wurde der Block zunächst bei 1150 °C in der Längsrichtung derart gestaucht, dass er eine Höhenabnahme von ca. 50 % erlitt ($\epsilon = 0,69$). Dabei vergrösserte sich der Durchmesser auf ca. 120 mm. In einem nächsten Schritt wurde der zylindrische Körper in einer ersten Querrichtung derart gestaucht, dass ein ovaler Querschnitt entstand (ca. 30 % Querschnittsabnahme). Dann wurde der ovale Körper in der zweiten, darauf senkrechten Querrichtung um den gleichen Betrag gestaucht. Diese beiden Operationen wurden nach einer Zwischenglühung bei 1200 °C während 1h nochmals wiederholt. Nun wurde der derart warmgeknetete Schmiederoehling in das Ge senk einer Schmiedepresse eingesetzt, dergestalt, dass die den Fuss bildende Hälfte nur geringen Verformungen ausgesetzt wurde, während die andere, das Schaufelblatt bildende Hälfte in mehreren Operationen mit Zwischenglühen sukzessive über einen ovalen Querschnitt zu einem Tragflügelprofil verformt wurde. Das Schaufelblatt hatte folgende Abmessungen:

Breite = 80 mm
Dicke = 25 mm
Profilhöhe = 30 mm
Länge = 200 mm

Der Schmiedevorgang wurde im wesentlichen isotherm bei einer Temperatur von 1120 °C durchgeführt, wobei eine Fliessgrenze von durchschnittlich 250 MPa beobachtet wurde. Die Verformungsgeschwindigkeit (Stempelgeschwindigkeit) zu Beginn jeder Schmiedeoperation betrug ca. 0,1 bis 0,2 mm/s. Nach dem Fertigschmieden des Schaufelblattes wurde der Fussteil noch um ca. 20 % Höhenabnahme in der Längsachse der Schaufel gestaucht. Dann wurde das Werkstück mit einer Geschwindigkeit von 300 °C/h auf unter 500 °C abgekühlt und nach dem Erkalten während 1h bei einer Temperatur von 800 °C angelassen. Damit war die bis auf das Fräsen der Nuten am Tannenbaumfuss Nahezu-Endform der Turbinenschaufel

erreicht.

Ausführungsbeispiel 5:

Unter Argonatmosphäre wurde in einem Induktionsofen die nachfolgende Legierung erschmolzen:
Al = 48 At.-%
Cr = 3 At.-%
Ti = 45 At.-%
10 Zunächst wurde ein prismatischer Barren von rechteckigem Querschnitt mit ca. 40 mm Dicke, 90 mm Breite und 250 mm Länge abgegossen. Nach der Wärmebehandlung unter Argonatmosphäre bei einer Temperatur von 1100 °C während 10 h wurde die Guss Haut durch Hobeln entfernt und der Barren in weichen Stahl eingekapselt und während 3 h bei 1260 °C unter einem Druck von 120 MPa heiss-isostatisch gepresst. Die erste Umformung bestand in einem Stauchen (isotherm Schmieden) in der längeren Querrichtung (hochkant) von ca. 33 %, so dass der Barren einen annähernd quadratischen Querschnitt von ca. 60 mm Seitenlänge annahm. Diese Operation wurde bei einer Temperatur von 1150 °C unter Argonatmosphäre durchgeführt.
15 Dann wurde der Barren in der anderen Querrichtung bei der gleichen Temperatur warmgewalzt, wobei er annähernd die ursprüngliche rechteckige Querschnittsform, jedoch mit vermindernten Dimensionen annahm. Nach einem Zwischenglühen bei 1200 °C während 1h unter Argonatmosphäre wurde der Barren durch Warmwalzen (40 % Querschnittsabnahme) bei 1050 °C zu einem Stab mit Rechteckprofil verformt. Während der Operationen konnte bei 1150 °C eine Warmstreckgrenze von ca. 240 MPa beobachtet werden. Das Gefüge des fertigen Stabes war feinkörnig und homogen. Die Vickershärte HV war gegenüber dem Gusszustand um ca. 25 % erhöht.
20
25
30
35

Ausführungsbeispiel 6:

Es wurde unter Argonatmosphäre im Induktionsofen die nachfolgende Legierung erschmolzen:

Al = 48 At.-%
W = 3 At.-%
Ge = 0,5 At.-%
Ti = 48,5 At.-%

Aus der Legierung wurde durch Giessen und Warmumformen eine Turbinenschaufel folgender Abmessungen (Schaufelblatt) hergestellt:

Breite = 70 mm
Dicke = 21 mm
Profilhöhe = 26 mm
Länge = 160 mm

55 Zunächst wurde ein Körper als abgesetzter Zylinder gegossen. Die totale Höhe betrug 220 mm, die Höhe des kleineren Durchmessers 120 mm, diejenige des grösseren 100 mm, die Durchmesser 60

mm bzw. 100 mm. Der Gussrohling wurde bei 1050 °C gegläut, überdreht (Entfernung der Guss-
haut) und in eine allseitig abschliessende Hülle aus
weichem Stahl eingekapselt und gemäss vorange-
gangenen Beispielen heissisostatisch gepresst.
Dann wurde der Block zunächst mit 30 % Höhen-
abnahme bei 1150 °C in Längsrichtung gestaucht
und mehrmals in den Querrichtungen gepresst,
derart, dass in der Blattpartie ein ovaler Querschnitt
erzeugt wurde. Es wurden Zwischenglühlungen bei
1200 °C durchgeführt. Der auf diese Weise vorge-
schmiedete Rohling mit ovalem Querschnitt in der
Blattpartie wurde in das Gesenk einer Schmiede-
presse eingelegt und in mehreren Stufen bis zum
Erreichen des obigen Blattprofils verformt. Der
Schmiedeprozess wurde im wesentlichen isotherm
bei einer Temperatur von 1150 °C durchgeführt. Es
wurde eine Fließgrenze von durchschnittlich 200
MPa bei dieser Temperatur beobachtet. Die Verfor-
mungsgeschwindigkeit (Stempelgeschwindigkeit)
zu Beginn der Gesenkschmiedeoperationen betrug
ca. 0,2 mm/s. Die übrigen Verfahrensschritte waren
analog zu Beispiel 4. Das Anlassen wurde bei einer
Temperatur von 750 °C während 2h durchgeführt.
Das Gefüge der fertigen Turbinenschaufel war fein-
körnig und homogen. Die Vickershärte HV war
gegenüber dem Gusszustand um 15 % höher.

Es wurden noch zahlreiche andere Schmelzen
mit den Legierungselementen Co, Pd, Mo, Mn, Ta,
Nb, Hf untersucht und deren Umformbarkeit ge-
prüft. Die Umformbedingungen waren im wesentli-
chen die gleichen wie in den Ausführungsbeispie-
len angegeben. Die günstigsten Umformungstem-
peraturen lagen im Bereich von 1100 bis 1150 °C.
Die dabei beobachteten Warmfließgrenzen beweg-
ten sich zwischen den Werten 180 MPa und 260
MPa. Die optimalen Verformungsgeschwindigkeiten
(Stempelgeschwindigkeiten) der Schmiedepresse
lagen zwischen ca. 0,05 mm/s und 0,2 mm/s, ent-
sprechend Werten für $\dot{\epsilon}$ zwischen 10^{-4} s^{-1} und
 10^{-2} s^{-1} .

Wirkung der Elemente:

Durch Zulegieren der Elemente W, Cr, Mn und
Nb einzeln oder in Kombination zu einer Ti/Al-
Grundlegierung wird in allen Fällen eine Härte- und
Festigkeitssteigerung erzielt. Dabei ist die Wirkung
von Kombinationen (z.B. Mn + Nb) am stärksten.
Im allgemeinen ist die Härtesteigerung mit einer
mehr oder weniger starken Einbuße an Dehnbar-
keit verbunden, die aber durch Zulegieren von wei-
teren Elementen, die zähigkeitserhörend wirken,
wenigstens zum Teil wieder wettgemacht werden
können.

Eine Zugabe von weniger als 0,5 At.-% eines Ele-
ments ist meist kaum wirksam. Andererseits zeigt
sich bei ca. 3 - 4 At.-% eine gewisse Sättigungser-

scheinung, so dass weitere Zugaben sinnlos sind
oder die Eigenschaften des Werkstoffs insgesamt
wieder verschlechtern.

B wirkt im allgemeinen stark zähigkeitserhöhend
im Verein mit anderen, die Festigkeit erhöhenden
Elementen. Hier konnte der durch Zulegieren von
W verursachte Verlust an Dehnbarkeit durch eine
Zugabe von nur 0,5 At.-% B praktisch wettgemacht
werden. Höhere Zugaben als 1 At.-% B sind nicht
notwendig.

Zur weiteren Optimierung der Eigenschaften bieten
sich polynäre Systeme an, bei denen versucht
wird, die negativen Eigenschaften von Einzelzuga-
ben durch gleichzeitiges Zulegieren anderer Ele-
mente wieder wettzumachen.

Der Einsatzbereich der modifizierten Titanalu-
minide erstreckt sich vorteilhafterweise auf Tempe-
raturen zwischen 600 und 1000 °C.

Die Erfindung ist nicht auf die Ausführungsbei-
spiele beschränkt.

Ganz allgemein ist das Verfahren zur Herstel-
lung eines Werkstücks aus einer dotierstoffhaltigen
intermetallischen Verbindung des Typs Titanalumi-
nid TiAl durch Wärmebehandeln und Warmumfor-
men dadurch gekennzeichnet, dass folgende Ver-
fahrensschritte durchgeführt werden:

- Erschmelzen der Legierung,
- Vergießen der Schmelze zu einem Gusskörper,
- Abkühlen des Gusskörpers auf Raumtempe-
ratur und Entfernen seiner Gusshaut und sei-
ner Zunderschicht,
- Heiss-isostatisches Pressen des entzünderten
Gusskörpers bei einer Temperatur zwischen
1200 und 1300 °C und einem Druck zwischen
100 und 150 MPa,
- Abkühlen des heiss-isostatisch gepressten
Gusskörpers,
- Erwärmen des abgekühlten Gusskörpers auf
Temperaturen von 1050 bis 1200 °C,
- Ein- bis mehrmaliges Verformen bei dieser
Temperatur zwecks Formgebung und Gefü-
geverbesserung,
- Abkühlen des verformten Gusskörpers auf
Raumtemperatur und
- Materialabhebendes Bearbeiten des verform-
ten Gusskörpers zum Werkstück.

In vorteilhafter Weise wird die Warmverfor-
mung wie folgt durchgeführt:

- Isothermes Verformen des Ganzen im Tem-
peraturbereich zwischen 1050 und 1150 °C
mit einer Verformungsgeschwindigkeit $\dot{\epsilon} = 5$
• 10^{-5} s^{-1} bis 10^{-2} s^{-1} bis zu einer Verfor-
mung $\epsilon = 1,6$, wobei

$$\epsilon = \ln \frac{h_0}{h}$$

h_0 = ursprüngliche Höhe des Werkstücks,
 h = Höhe des Werkstücks nach Umformung
bedeuten.

Vorzugsweise geschieht diese Verformung wie folgt:

- Stauchen in Längsrichtung um 50% Höhenabnahme,
- Stauchen in erster Querrichtung um 30% Querschnittsabnahme,
- Stauchen in zweiter Querrichtung um 30% Querschnittsabnahme,
- Stauchen in Längsrichtung um 20% Höhenabnahme
- Abkühlen mit $300^{\circ}\text{C}/\text{h}$ auf unter 500°C ,
- Anlassen auf 800°C während 1 h,
- Abkühlen auf Raumtemperatur.

In einer speziellen Ausführungsform wird das Werkstück im wesentlichen isotherm geschmiedet, wobei es nach dem isothermen Schmieden die Form einer Gasturbinenschaufel aufweist. Zur Herstellung von Halbzeug wird das Werkstück im wesentlichen isotherm geschmiedet und nach dem isothermen Schmieden einem weiteren Warmverformungsprozess mit bis 40% Querschnittsabnahme unterworfen, wobei letzterer vorteilhafterweise in einem Warmwalzen besteht.

Das Verfahren wird durchgeführt an Legierungen, welche die nachstehende Zusammensetzung haben:

a). Al = 48 At.-%

Zr = 3 At.-%

B = 0,5 At.-%

Ti = 48,5 At.-%

b). Al = 48 At.-%

V = 3 At.-%

Si = 0,5 At.-%

Ti = 48,5 At.-%

c). Al = 48 At.-%

Cr = 3 At.-%

Ti = 49 At.-%

d). Al = 48 At.-%

Y = 3 At.-%

B = 0,5 At.-%

Ti = 48,5 At.-%

e). Al = 48 At.-%

Ge = 3 At.-%

Ti = 49 At.-%

f). Al = 48 At.-%

W = 3 At.-%

Ge = 0,5 At.-%

Ti = 48,5 At.-%

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines Werkstücks aus einer dotierstoffhaltigen Legierung auf der Basis Titanaluminid, wobei folgende Verfahrensschritte durchgeführt werden:
 - Erschmelzen der Legierung,
 - Vergießen der Schmelze zu einem Gusskörper,
 - Abkühlen des Gusskörpers auf Raumtemperatur und Entfernen seiner Guss haut und seiner Zunderschicht,
 - Heiss-isostatisches Pressen des entzünderten Gusskörpers bei einer Temperatur zwischen 1200 und 1300°C und einem Druck zwischen 100 und 150 MPa,
 - Abkühlen des heiss-isostatisch gepressten Gusskörpers,
 - Erwärmen des abgekühlten Gusskörpers auf Temperaturen von 1050 bis 1200°C ,
 - Ein- bis mehrmaliges Verformen bei dieser Temperatur zwecks Formgebung und Gefügeverbesserung,
 - Abkühlen des verformten Gusskörpers auf Raumtemperatur und
 - Materialabhebendes Bearbeiten des verformten Gusskörpers zum Werkstück.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass eine mit mindestens einem der Elemente Zr, V, Cr, Si, Y, W, B, Ge dotierte TiAl-Legierung den folgenden zusätzlichen Verfahrensschritten unterworfen wird:
 - Schmelzen der Legierung im Vakuum- oder Schutzgas-Induktionsofen,
 - Glühen unter Schutzgas oder Vakuum bei einer Temperatur zwischen 1000 und 1150°C ,
 - Einsetzen des Gusskörpers nach dem Entfernen der Guss Haut und der Zunderschicht in eine weiche Stahlkapsel und luftdichtes Verschliessen der gefüllten Stahlkapsel,
 - Heiss-isostatisches Pressen der den Gusskörper aufnehmenden, verschlossenen Stahlkapsel,
 - Erwärmen mit $10 - 50^{\circ}\text{C}/\text{min}$ auf 1050 bis 1150°C ,
 - Halten auf dieser Temperatur während 5 bis 20 min.
3. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Warmverformung wie folgt durchgeführt wird:
 - Isothermes Verformen des Ganzen im Temperaturbereich zwischen 1050 und 1150°C mit einer Verformungsgeschwindigkeit $\dot{\epsilon} = 5 \cdot 10^{-5} \text{s}^{-1}$ bis 10^{-2}s^{-1} bis

zu einer Verformung $\epsilon = 1,6$, wobei

$$\epsilon = \ln \frac{h_0}{h}$$

h_0 = ursprüngliche Höhe des Werkstücks,
 h = Höhe des Werkstücks nach Umformung bedeuten.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Warmverformung wie folgt durchgeführt wird:

- Stauchen in Längsrichtung um 50% Höhenabnahme,
- Stauchen in erster Querrichtung um 30% Querschnittsabnahme,
- Stauchen in zweiter Querrichtung um 30% Querschnittsabnahme,
- Stauchen in Längsrichtung um 20% Höhenabnahme,
- Abkühlen mit 300 °C/h auf unter 500 °C,
- Anlassen auf 800 °C während 1h,
- Abkühlen auf Raumtemperatur.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass das Werkstück im wesentlichen isotherm geschmiedet wird und nach dem isothermen Schmieden die Form einer Gasturbinenschaufel hat.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass das Werkstück im wesentlichen isotherm geschmiedet wird und nach dem isothermen Schmieden einem weiteren Warmverformungsprozess mit bis 40% Querschnittsabnahme unterworfen wird.

7. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass der Warmverformungsprozess in einem Warmwalzen besteht.

8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass die Legierung eine der nachstehende Zusammensetzungen aufweist:

Al = 48 At.-%

Zr = 3 At.-%

B = 0,5 At.-%

Ti = 48,5 At.-%

oder

Al = 48 At.-%

V = 3 At.-%

Si = 0,5 At.-%

Ti = 48,5 At.-%

oder

5

Al = 48 At.-%
Cr = 3 At.-%
Ti = 49 At.-%

oder

Al = 48 At.-%
Y = 3 At.-%
B = 0,5 At.-%
Ti = 48,5 At.-%

oder

Al = 48 At.-%
Ge = 3 At.-%
Ti = 49 At.-%

oder

Al = 48 At.-%
W = 3 At.-%
Ge = 0,5 At.-%
Ti = 48,5 At.-%

20

Claims

1. Process for producing a workpiece from an alloy containing dopant and based on titanium aluminide, the following process steps being carried out:

- Melting the alloy,
- Casting the melt to produce a cast body,
- Cooling the cast body to room temperature and removing its casting skin and its scale layer,
- Subjecting the descaled cast body to high-temperature isostatic pressing at a temperature between 1200 and 1300 °C and a pressure between 100 and 150 MPa,
- Cooling the cast body isostatically pressed at high temperature,
- Heating the cooled cast body to temperatures of 1050 to 1200 °C,
- Deforming one or more times at this temperature for the purpose of moulding and structure improvement,
- Cooling the deformed cast body to room temperature, and
- Machining the deformed cast body to produce the workpiece by material removal.

25

2. Process according to Claim 1, characterized in that a TiAl alloy doped with at least one of the elements Zr, V, Cr, Si, Y, W, B or Ge is subjected to the following additional process steps:

- Melting the alloy in a vacuum or protective-gas induction furnace,
- Annealing under a protective gas or in vacuo at a temperature between 1000 and 1150 °C,

30

35

40

45

50

55

7

- Inserting the cast body, after removing the casting skin and the scale layer, in a soft-steel capsule and sealing the filled steel capsule in an airtight manner,
- Subjecting the sealed steel capsule accommodating the cast body to high-temperature isostatic pressing,
- Heating at 10-50 °C/min to 1050 to 1150 °C,
- Holding at this temperature for 5 to 20 min.
3. Process according to either Claim 1 or 2, characterized in that the high-temperature deformation is carried out as follows:
- Isothermal deformation of the whole in the temperature range between 1050 and 1150 °C at a deformation rate of $\epsilon = 5 \cdot 10^{-5} s^{-1}$ to $10^{-2} s^{-1}$ until a deformation of $\epsilon = 1.6$ is reached, where
- $$\epsilon = \ln \frac{h_0}{h}$$
- h_0 = original height of the workpiece,
 h = height of the workpiece after deformation.
4. Process according to any of Claims 1 to 3, characterized in that the high-temperature deformation is carried out as follows:
- Upsetting in the longitudinal direction by 50% decrease in height,
 - Upsetting in a first transverse direction by 30% decrease in cross-section,
 - Upsetting in a second transverse direction by 30% decrease in cross-section,
 - Upsetting in the longitudinal direction by 20% decrease in height,
 - Cooling at 300 °C/h to below 500 °C,
 - Tempering at 800 °C for 1 h,
 - Cooling to room temperature.
5. Process according to any of Claims 1 to 4, characterized in that the workpiece is forged essentially isothermally and has the shape of a gas turbine bucket after the isothermal forging.
6. Process according to any of Claims 1 to 5, characterized in that the workpiece is forged essentially isothermally and, after the isothermal forging, is subjected to a further high-temperature deformation process with up to 40% decrease in cross-section.
7. Process according to Claim 6, characterized in that the high-temperature deformation process
- comprises a hot rolling.
8. Process according to any of Claims 1 to 7, characterized in that the alloy has one of the compositions below.
- or
- $Al = 48$ atomic %
 $Zr = 3$ atomic %
 $B = 0.5$ atomic %
 $Ti = 48.5$ atomic %
- or
- $Al = 48$ atomic %
 $V = 3$ atomic %
 $Si = 0.5$ atomic %
 $Ti = 48.5$ atomic %
- or
- $Al = 48$ atomic %
 $Cr = 3$ atomic %
 $Ti = 49$ atomic %
- or
- $Al = 48$ atomic %
 $Y = 3$ atomic %
 $B = 0.5$ atomic %
 $Ti = 48.5$ atomic %
- or
- $Al = 48$ atomic %
 $Ge = 3$ atomic %
 $Ti = 49$ atomic %
- or
- $Al = 48$ atomic %
 $W = 3$ atomic %
 $Ge = 0.5$ atomic %
 $Ti = 48.5$ atomic %

Revendications

1. Procédé de production d'une pièce à partir d'un alliage contenant un dopant et à base d'aluminure de titane, consistant à réaliser les étapes suivantes:
 - Fusion de l'alliage,
 - Coulage de la masse fondue pour produire un moulage,
 - Refroidissement du moulage à la température ambiante et élimination de sa croûte de moulage et de sa couche de scorie,
 - Compression isostatique à haute température du moulage débarrassé de sa scorie, à une température comprise entre 1 200 et 1 300 °C et sous une pression comprise entre 100 et 150 MPa,
 - Refroidissement du moulage compressé de façon isostatique à haute température,
 - Chauffage du moulage refroidi à des températures de 1 050 à 1 200 °C,
 - Déformation une ou plusieurs fois à cette température, dans le but d'améliorer le

- moulage et la structure,
- Refroidissement du moulage déformé à la température ambiante, et
 - Usinage du moulage déformé pour produire la pièce en éliminant de la matière.
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'un alliage de TiAl dopé avec l'un au moins des éléments Zr, V, Cr, Si, Y, W, B ou Ge, est soumis aux étapes opératoires supplémentaires suivantes;
- Faire fondre l'alliage sous vide ou sous une atmosphère de gaz protecteur, dans un four à induction,
 - Effectuer un recuit, sous une atmosphère de gaz protecteur ou sous vide, à une température comprise entre 1 000 et 1 150 °C,
 - Insérer le moulage, après avoir éliminé la croûte de moulage et la couche de scorie, dans une capsule en acier doux et sceller hermétiquement la capsule d'acier remplie,
 - Soumettre la capsule d'acier scellée renfermant la moulage à une compression isostatique à haute température,
 - Chauffer à 10-50 °C/min jusqu'à 1 050 à 1 150 °C,
 - Maintenir cette température pendant 5 à 20 min.
3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, dans lequel la déformation à haute température est réalisée de la façon suivante;
- Déformation isothermique de l'ensemble dans une gamme de températures comprises entre 1 050 et 1 150 °C, à une vitesse de déformation de $\epsilon = 5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ à 10^{-2} s^{-1} , jusqu'à l'obtention d'une déformation $\epsilon = 1,6$, où
- $$\epsilon = \ln \frac{h_0}{h}$$
- h_0 = hauteur initiale de la pièce,
 h = hauteur de la pièce après déformation.
4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que la déformation à haute température est réalisée de la manière suivante:
- Refoulement dans la direction longitudinale à raison de 50% de diminution de hauteur,
 - Refoulement dans une première direction transversale à raison de 30% de diminution de section droite,
 - Refoulement dans une seconde direction transversale à raison de 30% de diminution de section droite,
 - Refoulement dans la direction longitudinale à raison de 20% de diminution de hauteur,
 - Refroidissement à 300 °C/h jusqu'à moins de 500 °C,
 - Revenu à 800 °C pendant 1 h,
 - Refroidissement à la température ambiante.
5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que la pièce est forgée de façon essentiellement isothermique et possède la forme d'une aube de turbine à gaz après le forgeage isothermique.
6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que la pièce est forgée de façon essentiellement isothermique et est, après le forgeage isothermique, soumise à un procédé supplémentaire de déformation à haute température, avec jusqu'à 40% de réduction de la section droite.
7. Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que le procédé de déformation à haute température comprend un laminage à chaud.
8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que l'alliage possède l'une des compositions ci-dessous:
- Al = 48% en atomes
 Zr = 3% en atomes
 B = 0,5% en atomes
 Ti = 48,5% en atomes
- ou
- Al = 48% en atomes
 Y = 3% en atomes
 Si = 0,5% en atomes
 Ti = 48,5% en atomes
- ou
- Al = 48% en atomes
 Cr = 3% en atomes
 Ti = 49% en atomes
- ou
- Al = 48% en atomes
 Y = 3% en atomes
 B = 0,5% en atomes
 Ti = 48,5% en atomes
- ou
- Al = 48% en atomes
 Ge = 3% en atomes
 Ti = 49% en atomes

ou

Al = 48% en atomes
W = 3% en atomes
Ge = 0,5% en atomes
Ti = 48,5% en atomes

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

10