



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

PATENTSCHRIFT

(19) DD (11) 226 302 A1

4(51) C 22 F 1/10
C 21 D 9/46

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21)	WP C 22 F / 265 603 0	(22)	25.07.84	(44)	21.08.85
(71)	Akademie der Wissenschaften der DDR, Zentralinstitut für Festkörperphysik und Werkstofforschung, 8027 Dresden, Helmholtzstraße 20, DD				
(72)	Müller, Peter, Dr.-Ing.; Vetter, Diethard, Dipl.-Ing., DD				
(54)	Herstellungsverfahren für Bleche, Bänder und Folien aus austenitischen Fe- und Ni-Legierungen				

(57) Die Erfindung betrifft das Gebiet der Metallurgie und ist anwendbar bei der Herstellung von Blechen, Bändern und Folien aus austenitischen Eisen- und Nickellegierungen mit besonderen physikalischen Eigenschaften. Das Ziel der Erfindung besteht in der Schaffung von Voraussetzungen für die Herstellung von qualitativ hochwertigen derartigen Erzeugnissen. Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren, bei dem diese Erzeugnisse aus Ingots unter Anwendung von Warmverformung, Kaltverformung, rekristallisierender Wärmebehandlung und Homogenisierungsglühung hergestellt werden, so zu gestalten, daß die Forderungen nach Homogenität und Ultrafeinkorn gleichzeitig erfüllt werden. Diese Aufgabe wird dadurch gelöst, daß das Homogenisierungsglühen erst während der Warmverformung der Ingots bei relativ dünner Werkstückdicke oder nach dem Warmverformen durchgeführt wird. Das dabei entstandene Grobkorn wird beseitigt durch eine weitere Warmverformung und/oder mindestens zweimalige Kaltverformung mit einer Querschnittsabnahme von mindestens 50% und eine sich jeweils anschließende rekristallisierende Wärmebehandlung bei Temperaturen, welche die Temperaturgrenze für eine vollständige Rekristallisation um höchstens 50°C überschreitet.



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

PATENTSCHRIFT

(19) DD (11) 226 302 A1

4(51) C 22 F 1/10
C 21 D 9/46

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21)	WP C 22 F / 265 603 0	(22)	25.07.84	(44)	21.08.85
(71)	Akademie der Wissenschaften der DDR, Zentralinstitut für Festkörperphysik und Werkstofforschung, 8027 Dresden, Helmholtzstraße 20, DD				
(72)	Müller, Peter, Dr.-Ing.; Vetter, Diethard, Dipl.-Ing., DD				
(54)	Herstellungsverfahren für Bleche, Bänder und Folien aus austenitischen Fe- und Ni-Legierungen				

(57) Die Erfindung betrifft das Gebiet der Metallurgie und ist anwendbar bei der Herstellung von Blechen, Bändern und Folien aus austenitischen Eisen- und Nickellegierungen mit besonderen physikalischen Eigenschaften. Das Ziel der Erfindung besteht in der Schaffung von Voraussetzungen für die Herstellung von qualitativ hochwertigen derartigen Erzeugnissen. Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren, bei dem diese Erzeugnisse aus Ingots unter Anwendung von Warmverformung, Kaltverformung, rekristallisierender Wärmebehandlung und Homogenisierungsglühung hergestellt werden, so zu gestalten, daß die Forderungen nach Homogenität und Ultrafeinstkorn gleichzeitig erfüllt werden. Diese Aufgabe wird dadurch gelöst, daß das Homogenisierungsglühen erst während der Warmverformung der Ingots bei relativ dünner Werkstückdicke oder nach dem Warmverformen durchgeführt wird. Das dabei entstandene Grobkorn wird beseitigt durch eine weitere Warmverformung und/oder mindestens zweimalige Kaltverformung mit einer Querschnittsabnahme von mindestens 50% und eine sich jeweils anschließende rekristallisierende Wärmebehandlung bei Temperaturen, welche die Temperaturgrenze für eine vollständige Rekristallisation um höchstens 50°C überschreitet.

ISSN 0433-6461

3 Seiten

Zur PS Nr. 226 302.....

ist eine Zweitschrift erschienen.

(Teilweise bestätigt gem. § 18 Abs. 1 d. Änd.Ges. z. Pat.Ge)

Erfindungsansprüche:

1. Verfahren zur Herstellung von Blechen, Bändern und Folien aus Ingots von austenitischen Eisen- und Nickellegierungen, insbesondere von Blechen, Bändern und Folien mit Ultrafeinstkörnigkeit aus einphasigen NiCr-Legierungen, unter Anwendung von Warmverformung, Kaltverformung, rekristallisierender Wärmebehandlung und Homogenisierungsglühung, **gekennzeichnet dadurch**, daß das Homogenisierungsglühen der Legierung erst entweder während der Warmverformung der Ingots bei relativ dünner Werkstückdicke oder nach dem Warmverformen durchgeführt wird, und daß das dabei entstandene Grobkorn durch eine weitere Warmverformung und/oder mindestens zweimalige Kaltverformung mit einer Querschnittsabnahme von mindestens 50 % und sich jeweils anschließender rekristallisierender Wärmebehandlung bei Temperaturen, welche die Temperaturgrenze für eine vollständige Rekristallisation um höchstens 50 °C überschreitet, beseitigt wird.
2. Verfahren nach Punkt 1, **gekennzeichnet dadurch**, daß anstelle der Kaltverformung vor der ersten rekristallisierenden Wärmebehandlung eine Warmverformung mit einer Verformungsendtemperatur durchgeführt wird, die die Rekristallisationstemperatur der Legierung nicht überschreitet.
3. Verfahren nach Punkt 1, **gekennzeichnet dadurch**, daß bei der Warmverformung vor der Homogenisierungsglühung der gegossene Ingot um mindestens 50 % verformt wird.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft das Gebiet der Metallurgie und ist anwendbar bei der Herstellung von Blechen, Bändern und Folien aus austenitischen Eisen- und Nickellegierungen mit besonderen physikalischen Eigenschaften, insbesondere von einphasigen NiCr-Legierungen mit Ultrafeinstkörnigkeit zur Verwendung für die Fertigung von Ultrapräzisionswiderständen.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Bei der Herstellung von Blechen, Bändern und Folien aus austenitischen Eisen- und Nickelbasislegierungen, deren Eigenschaftsbild die Einstellung von Ultrafeinstkorn verlangt, welches einem mittleren Korndurchmesser $< 11 \mu\text{m}$ entspricht, ist es üblich, Feinstkörnigkeit bei gegebener chemischer Zusammensetzung über eine entsprechende Warmverformung zu erzielen. Eine weitere Kornfeinerung ist bei der Weiterverarbeitung des Walzgutes durch ein- oder mehrstufiges Kaltverformen mit jeweils angeschlossener rekristallisierender Wärmebehandlung erzielbar.

Vor der Warmverformung wird bei der bekannten Technologie eine gewisse Homogenisierung der Legierung durchgeführt, indem die Ingots zunächst einer Glühbehandlung unterworfen werden.

Die bekannte Verfahrenstechnik mit einer zur Grobkörnigkeit führenden Homogenisierungsglühung im Gußzustand hat den Nachteil, daß nur ein sehr unvollständiger Konzentrationsausgleich der Legierungselemente erfolgen kann, da die Diffusionswege im Gußgefüge erheblich sind. Damit ergibt sich die Schwierigkeit, die Forderungen nach Homogenität und Ultrafeinstkorn gleichzeitig zu erfüllen, was bei bestimmten Anwendungsfällen, wie z. B. dem Einsatz von einphasigen NiCr-Legierungen für Ultrapräzisionswiderstände, deren Nichteignung bedeuten kann. Ätztechnik und Strukturierung bedingen hier höchste Forderungen an die Gleichmäßigkeit von chemischer Zusammensetzung und Korngrößenverteilung sowie an die Korngröße selbst.

Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung besteht in der Schaffung von Voraussetzungen für die Herstellung von qualitativ hochwertigen Blechen, Bändern und Folien mit Ultrafeinstkörnigkeit aus austenitischen Eisen- und Nickellegierungen.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren, bei dem aus Ingots unter Anwendung von Warmverformung, Kaltverformung, rekristallisierender Wärmebehandlung und Homogenisierungsglühung Bleche, Bänder und Folien hergestellt werden, so zu gestalten, daß die Forderungen nach Homogenität und Ultrafeinstkorn gleichzeitig erfüllt werden.

Diese Aufgabe ist nach der Erfindung dadurch gelöst, daß das Homogenisierungsglühen der Legierung erst während der Warmverformung der Ingots bei relativ dünner Werkstückdicke oder nach dem Warmverformen durchgeführt wird, und daß das dabei entstandene Grobkorn durch eine weitere Warmverformung und/oder mindestens zweimalige Kaltverformung mit einer Querschnittsabnahme von mindestens 50 % und sich jeweils anschließender rekristallisierender Wärmebehandlung bei Temperaturen, welche die Temperaturgrenze für eine vollständige Rekristallisation um höchstens 50 °C überschreitet, beseitigt wird.

Nach einer zweckmäßigen Ausgestaltung des Verfahrens kann anstelle der Kaltverformung vor der ersten rekristallisierenden Wärmebehandlung eine Warmverformung mit einer Verformungsendtemperatur durchgeführt werden, welche die Rekristallisationstemperatur der Legierung nicht überschreitet. Vorteilhaft ist es, wenn bei der Warmverformung vor der Homogenisierungsglühung der gegossene Ingot um mindestens 50 % verformt wird.

Mit der erfindungsgemäßen Verfahren ist es möglich, über Mikro- und Makrobereiche hinweg weitestgehende Homogenität der chemischen Zusammensetzung bei Eisen- und Nickellegierungen zu erreichen. Damit werden nicht nur Unterschiede im chemischen Potential zwischen Gefügebereichen abgebaut, sondern alle auf Konzentrationsunterschieden beruhenden Gefügeerscheinungen, wie unterschiedliche Rekristallisation zwischen Körnern bzw. Strukturbereichen werden ebenfalls beseitigt. Erst dadurch läßt sich ein besonders gleichmäßiges äquiaxiales Rekristallisationsgefüge auch bei Temperaturen, die nur wenig über der Rekristallisationstemperatur der Legierung liegen, einstellen und ein gleichmäßiges Ultrafeinstkorn erzielen. Überraschend ist an dem erfindungsgemäßen Verfahren, daß die zu Grobkorn führende Homogenisierungsglühung an austenitischen Eisen- und Nickellegierungen in dem Stadium der Warmformgebung, in dem die Gußstruktur der als Ausgangsmaterial eingesetzten Ingots bereits vollständig zerstört ist, keine Nachteile für die weitere Verarbeitung und die Einstellung der geforderten End Eigenschaften mit sich bringt.

Ausführungsbeispiel

Eine Ultrapräzisionswiderstandslegierung des Typs NiCr 20 Cu 4,2 Al 2,7 wird in einer Vakuuminduktionsschmelzanlage erschmolzen und in 4 kg – Flachkokillen abgegossen. Die Ingots werden geschöpft und beidseitig gehobelt. Danach beträgt die Ausgangsdicke vor dem Warmwalzen 28 mm. Die Anwärmmung für den Warmwalzprozeß wird bei 1150 °C/30 min vorgenommen. In 5 Stichen mit etwa 12 % Dickenabnahme werden die Ingots auf 14 mm Dicke warm ausgewalzt, wobei nach jedem Stich eine Zwischenwärmmung von 5 min erfolgt. Danach wird ohne Zwischenwärmmung in weiteren 5 Stichen mit Dickenabnahmen von etwa 15 % auf 7 mm warmgewalzt. Anschließend werden durch ein Beizen in einem Säuregemisch von HNO_3 und HCl bei 85 °C alle Oxide entfernt und

eine glänzende Oberfläche eingestellt. Danach erfolgt eine Homogenisierungsglühung bei 1300°C/24 h unter H₂ mit Abkühlung im Ofen durch Vorziehen der Glühmuffel. Bei diesem Behandlungszustand entnommene Schnittproben zeigen einen mittleren Korndurchmesser von mehr als 200 µm. Anschließend wird ein erster Zyklus Verformung-Rekristallisation als Warmwalzprozeß mit niedriger Endwalztemperatur ausgeführt. Dazu erfolgt ein Warmwalzen mit Dickenabnahmen von etwa 20 % in einer Hitze auf eine Banddicke von etwa 3 mm, wobei durch die schnellere Abkühlung des nunmehr schon relativ dünnen Warmbandes vor dem letzten Stich eine Temperatur von etwa 750°C gemessen wird. Nach dem letzten Stich wird das Band in Wasser abgeschreckt und dann die rekristallisierende Glühung bei 800°C durchgeführt. Die Messung der Korngröße ergibt einen mittleren Korndurchmesser von etwa 40 µm. Ein anschließender zweiter Verformungs-Rekristallisationszyklus besteht in einem Kaltwalzen auf einem Quartowaizwerk mit einer Walzenzustellung von 0,1 mm auf eine Banddicke von 1 mm mit einer sich anschließenden Glühbehandlung von 780°C/30 min. Vor diesem zweiten Zyklus wird das Band nochmals gebeizt und die Glühung wird zur Erhaltung der metallisch blanken Oberfläche unter Wasserstoff durchgeführt. Die Abkühlung erfolgt im Ofen beim Vorziehen der Glühmuffel. Die mittlere Korngröße beträgt nach diesem Zyklus nur noch ca. 10 µm. In einem dritten Zyklus wird von 1 mm auf 0,2 mm kaltverformt und anschließend wiederum bei 780°C/30 min unter Wasserstoff geglüht, wobei ein mittlerer Korndurchmesser von bereits 4 bis 5 µm erreicht wird, der mit einer hohen Gleichmäßigkeit der Kornausbildung einhergeht. In Analogie zum zweiten und dritten Zyklus werden noch zwei weitere Zyklen angeschlossen und das Band nach entsprechendem Besäumen auf einem 12- und 20-Rollenwalzwerk zu einer Folie von 5 µm verarbeitet, deren Korngröße 1–3 µm beträgt. Diese Folie entspricht den Anforderungen hoher Homogenität und Ultrafeinstkörnigkeit, was die Weiterverarbeitung zu Ultrapräzisionswiderständen maßgeblich bestimmt.