



REPUBLIK
ÖSTERREICH
Patentamt

(10) Nummer: **AT 411 580 B**

(12)

PATENTSCHRIFT

(21) Anmeldenummer: A 585/2001
(22) Anmeldetag: 11.04.2001
(42) Beginn der Patentdauer: 15.08.2003
(45) Ausgabetag: 25.03.2004

(51) Int. Cl.⁷: **B22F 3/15**
B22F 9/08

(56) Entgegenhaltungen:

EP 648851A1 EP 875588A1 EP 433264A2
EP 545884A2 WO 99/61673A1
EP 814172A1 DE 4334062A1 SE 462837B
EP 467857A1

(73) Patentinhaber:

BÖHLER EDELSTAHL GMBH
A-8605 KAPFENBERG, STEIERMARK (AT).

(72) Erfinder:

TORNBERG CLAES DIPL.ING.
KAPFENBERG, STEIERMARK (AT).

(54) VERFAHREN ZUR PULVERMETALLURGISCHEN HERSTELLUNG VON GEGENSTÄNDEN

AT 411 580 B

(57) Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur pulvermetallurgischen Herstellung von Gegenständen aus Werkzeugstahl sowie auf einen derartigen Gegenstand. Die Güte des Werkstoffes, insbesondere die Homogenität, der Reinheitsgrad und die Eigenschaften desselben wird bzw. werden bei Anwendung des erfindungsgemäßen Verfahrens erhöht, wobei eine Schmelze in ein metallurgisches Gefäß eingebracht und in diesem konditioniert wird, wonach bei im wesentlichen konstanter Temperatur aus dieser Schmelze durch Verdüsung mit Stickstoff ein Pulver mit einem mittleren Korndurchmesser von 50 bis 70 µm hergestellt, im Stickstoffstrom desintegriert und unter Aufrechterhaltung der Stickstoffatmosphäre das Pulver mit einem maximalen Korndurchmesser von 500 µm klassiert, gesammelt, gemischt, in einen Behälter mit einem Durchmesser oder einer Dicke von größer als 300 mm und einer Länge von größer als 1000 mm eingebracht, in diesem verdichtet und der Behälter gasdicht verschlossen wird, worauf in einem heißisostatischen Preßzyklus für diesen die Parameter derart eingestellt werden, daß im Aufwärmvorgang die Temperatur und der Druck erhöht werden und danach ein isostatischer Preßvorgang erfolgt und anschließend der HIP-Preßkörper gekühlt und gegebenenfalls dieser Preßkörper nachfolgend warm umgeformt und derart ein hochreiner Werkstoff mit einem gemäß DIN 50 602-K0-Wert von im wesentlichen höchstens 3 hergestellt wird.

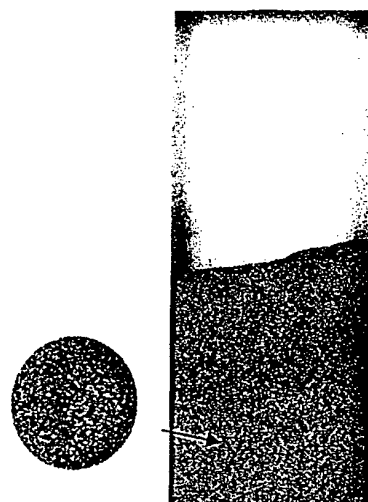


Fig. 1

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur pulvermetallurgischen Herstellung von dichten, verformten oder unverformten Gegenständen aus Werkzeugstahl mit verbesserter Homogenität, höherer Reinheit und verbesserten Eigenschaften des Werkstoffes, wobei aus flüssigem Metall durch Verdüsen mit Stickstoff ein Metallpulver gewonnen, dieses in einen Behälter gefüllt, darin verdichtet und der Behälter gasdicht verschlossen wird, wonach durch heißisostatisches Pressen ein dichter Presskörper erstellt wird.

Weiters bezieht sich die Erfindung auf einen Werkzeugstahl-Gegenstand mit verbessertem Eigenschaftsprofil.

Werkzeugstähle mit hohen Kohlenstoffkonzentrationen und hohen Gehalten an karbidbildenden Elementen werden für Schneidteile und Komponenten mit hoher Verschleißfestigkeit eingesetzt. Weil nun bei einer Erstarrung derartiger Legierungen in Gießformen Inhomogenitäten sowie grobe primäre und eutektische Karbide gebildet werden, die Fertigungsprobleme und schlechte mechanische Eigenschaften der daraus erstellten Werkzeuge oder Komponenten bewirken, ist eine pulvermetallurgische Herstellung derartiger Teile vorteilhaft.

Eine pulvermetallurgische Herstellung beinhaltet im wesentlichen ein Verdüsen einer Werkzeugstahlschmelze zu Metallpulver, ein Einbringen und Verdichten des Metallpulvers in einen Behälter bzw. eine Kapsel, ein Verschließen der Kapsel und ein Erwärmen und heißisostatisches Pressen des Pulvers in der Kapsel zu einem dichten homogenen Material.

Pulvermetallurgische Verfahren zur Herstellung von Gegenständen sind aus verschiedenen Schriften bekannt geworden.

In der EP 0 875 588 A2 eine pulvermetallurgische Herstellung eines Kaltarbeitsstahl-Gegenstandes offenbart, wobei diese Schrift lehrt, den maximalen Kohlenstoffgehalt einer Legierung in Abhängigkeit vom Vanadiningehalt einzustellen. Dadurch soll in einem Kaltarbeitsstahl-Gegenstand ein hoher Anteil von Monokarbid gemessen am Gesamtkarbidgehalt erreichbar sein. Dies wiederum soll eine hohe Verschleißfestigkeit derartig erstellter Gegenstände bewirken.

Auch die EP 0 467 857 A1 befasst sich mit einer pulvermetallurgischen Herstellung von Gegenständen aus Stahl mit einem Anteil an Karbiden. Durch spezielle Wahl einer Legierungszusammensetzung, Abkühlungsgeschwindigkeit beim Verdüsen sowie der Temperaturen und Zeiten beim Härten und Anlassen soll erreicht werden, dass in einem pulvermetallurgisch hergestellten Gegenstand Karbide vom Typ MC2-MC mit einer Größe von weniger als 3,5 µm und in einem Ausmaß von 13 Vol.-% bis 18 Vol.-% vorliegen.

Des Weiteren ist es bekannt, hoch Schwefel-legierte Werkzeugstähle pulvermetallurgisch herzustellen, wodurch eine vorteilhafte Ausbildung von Sulfideinschlüssen erreicht werden soll. Derartiges ist in der EP 0 648 851 A1 beschrieben. Es ist auch möglich, Stähle für Kunststoffformen und hoch-stickstoffhaltige Stähle auf pulvermetallurgischem Weg herzustellen, wie in der EP 0 545 884 A2 bzw. der WO 99/61673 A1 und der SE 462 837 B dargelegt. Ferner ist es aus der EP 0 814 172 A1 bekannt, Warmarbeitsstähle mit 0,25 Gew.-% bis 0,45 Gew.-% Kohlenstoff pulvermetallurgisch herzustellen.

In einem entfernten Zusammenhang mit pulvermetallurgischen Verfahren seien hier noch Sprühkompaktierverfahren genannt, wie sie der EP 0 433 264 A2 oder der EP 0 545 884 A2 entnehmbar sind.

Wird eine Werkzeugstahlschmelze verdüst, so erfolgt dies gemäß dem Stand der Technik vorteilhaft mit Stickstoff. Dabei werden kleine Metalltröpfchen mit einem hohen Verhältnis von Oberfläche zu Volumen im Gasstrom gebildet, was eine große Abkühl- und Erstarrungsgeschwindigkeit des Flüssigmetalles und dadurch kleine Karbidteilchen in den Pulverkörnern bewirkt. Wie vorher erwähnt, wird in der Folge das zumeist durch Klopfen in der Kapsel verdichtete Pulver in dieser durch heißisostatisches Pressen bei Temperaturen von zumeist über 1080°C mit einem Druck von größer als 85 MPa zu einem vollkommen dichten Metallkörper ausgeformt. Dieser as-HIPed Metallkörper, der noch einer Warmumformung unterworfen werden kann, weist bei hohem Karbidgehalt eine vorteilhaft geringe Karbidgröße von durchschnittlich 1-3 µm und gute mechanische Materialeigenschaften im Vergleich mit einer schmelzmetallurgischen Herstellung auf.

Pulvermetallurgisch hergestellte Gegenstände aus Werkzeugstahl besitzen zwar eine durchaus vorteilhafte Struktur mit feinverteilten Karbidphasen; einer unvollständigen Materialisotropie und eines schlechten Reinheitsgrades wegen kann jedoch das erreichbare hohe Gütepotential von PM-Werkstoffen nicht realisiert werden.

Hier will die Erfindung Abhilfe schaffen und setzt sich zum Ziel, den Gütemangel der nach dem Stand der Technik hergestellten Gegenständen aus PM-Werkzeugstahl zu beseitigen und ein Verfahren der eingangs genannten Art anzugeben, mit welchem ein isostatisch gepreßter Metallkörper mit höchster Werkstoffisotropie und geringstem Gehalt an oxidischen Einschlüssen herstellbar ist.

Weiters zielt die Erfindung auf einen Werkzeugstahl-Gegenstand mit verbesserten Bearbeitungs- und Gebrauchseigenschaften bei erhöhter Einsatzzeit ab.

Dieses Ziel wird bei einem gattungsgemäßen Verfahren dadurch erreicht, daß eine Schmelze in ein metallurgisches Gefäß eingebracht und in diesem konditioniert wird, das ist ein Verbessern des oxidischen Reinheitsgrades derselben und ein Einstellen der Temperatur auf einen Wert über der Bildungstemperatur von Primärausscheidungen in der Legierung, wonach bei im wesentlichen konstant gehaltener Temperatur aus dieser Schmelze durch Verdüsung mit Stickstoff ein Pulver mit einem mittleren Korndurchmesser von 50 bis 70 µm hergestellt, im Stickstoffstrom desintegriert und unter Aufrechterhaltung der Stickstoffatmosphäre das Pulver mit einem maximalen Korndurchmesser von 500 µm klassiert, gesammelt, gemischt, in einen Behälter mit einem Durchmesser oder einer Dicke von größer als 300 mm und einer Länge von größer als 1000 mm eingebracht, durch mechanische Stöße in diesem verdichtet und der Behälter gasdicht verschlossen wird, worauf in einem heißisostatischen Preßzyklus für diesen die Parameter derart eingestellt werden, daß im Aufwärmvorgang die Temperatur und der Druck erhöht werden, wobei im Pulverkörper des Behältnisses bzw. der Kapsel ein allseitiger Druck von mindestens 1 bis 40 MPa wirksam ist, und danach ein isostatischer Preßvorgang bei einer Temperatur von mindestens 1100°C, höchstens jedoch 1180°C, bei einem isostatischen Druck von mindestens 90 MPa während einer Zeitdauer von mindestens drei Stunden erfolgt und anschließend der HIP-Preßkörper gekühlt und gegebenenfalls dieser Preßkörper nachfolgend warm umgeformt und derart ein hochreiner Werkstoff mit einem gemäß DIN 50 602-K0-Wert von im wesentlichen höchstens 3 hergestellt wird.

Die mit dem erfindungsgemäßen Verfahren erreichten Vorteile sind im wesentlichen darin begründet, daß synergetisch vorerst durch metallurgische Arbeit an einer in ein metallurgisches Gefäß eingebrachten Schmelze deren oxidischer Reinheitsgrad entscheidend verbessert und deren Temperatur homogen auf einen vorteilhaften Überhitzungswert eingestellt werden, wonach eine Verdüsung des Flüssigmetalles derart erfolgt, daß der mittlere Korndurchmesser 50 bis 70 µm beträgt. Dadurch wird erreicht, daß einerseits im Pulver der Sauerstoffgehalt überraschend niedrig anfällt und andererseits auch der Feinkornanteil wesentlich im Hinblick auf ein Erreichen einer hohen Klopff- und Rütteldichte in der Kapsel erhöht ist. Wenn nun, wie erfindungsgemäß vorgesehen, das Metallpulver unter Aufrechterhaltung der Stickstoffatmosphäre klassiert, gesammelt, in einen Behälter eingebracht, in diesem verdichtet und der Behälter verschlossen wird, kann keine Oxidation oder Physisorption von Sauerstoff an der Pulverkornoberfläche entstehen.

Eine erfindungsgemäße Verteilung der Korndurchmesser mit einem Mittelwert im Bereich von 50 bis 70 µm ermöglicht ein Erreichen einer unerwartet hohen Pulverdichte in der Kapsel, so daß einerseits deren Schwindmaß beim heißisostatischen Pressen gering ist und andererseits eine weitgehend vollständige Isotropie des gepreßten dichten Metallkörpers vorliegt. Diese Vorteile werden auch bei Behältergrößen mit einem Durchmesser oder einer Dicke von mehr als 300 mm und einer Länge von größer als 1000 mm erreicht.

Die Parameter für den heißisostatischen Preßzyklus beinhalten ein Aufwärmen des Pulvers im Behälter bei im wesentlichen gleichen Anstieg von Temperatur und Druck, wodurch schon in dieser Phase, wie sich gezeigt hat, eine Erhöhung der Materialdichte und Homogenität erreicht werden. Der anschließende Preßvorgang erfolgt im Temperaturbereich von 1100°C bis 1180°C bei einem Druck von 90 MPa und größer mit einer Zeitdauer von mindestens drei Stunden, gefolgt von einer langsamen Abkühlung des Preßkörpers. Niedrigere Preßtemperaturen als 1100°C und Drücke unter 90 MPa sowie geringere Preßzeiten als drei Stunden können Ungängen im Werkstoff bewirken.

Der Preßkörper weist nach dem HIPen eine vollständig dichte Materialstruktur auf, kann also in diesem Zustand oder nach einer Warmumformung zu einem Werkzeug verarbeitet werden.

Für die hohe Güte des nach dem Verfahren gemäß der Erfindung pulvermetallurgisch hergestellten Werkzeugstahl- Gegenstandes ist dessen niedriger Gehalt an Einschlüssen sowie die geringe Einschußgröße kennzeichnend. Der hohe oxidische Reinheitsgrad, der mit einem K0-Wert

nach DIN 50 602 von im wesentlichen höchstens 3 dokumentiert ist, führt nicht nur zu stark verbesserten mechanischen Eigenschaften, insbesondere bei erhöhten Einsatztemperaturen, des Werkstoffes in allen Beanspruchungsrichtungen, sondern verbessert auch dessen Gebrauchseigenschaften, vorzugsweise die Schneidhaltigkeit von Feinschnitt-Werkzeugen, in hohem Maße.

- 5 Eine besonders markante Gütesteigerung des Gegenstandes wird bei dessen Herstellung nach dem erfindungsgemäßen Verfahren erreicht, wenn die Schmelze aus einer Eisenbasislegierung enthaltend in Gew.-%

	Kohlenstoff (C)	0,52	bis	3,74
	Mangan (Mn)		bis	2,9
10	Chrom (Cr)		bis	21,0
	Molybdän (Mo)		bis	10,0
	Nickel (Ni) gegebenenfalls		bis	1,0
	Kobalt (Co)		bis	20,8
	Vanadin (V)		bis	14,9
15	Niob (Nb) Tantal (Ta) einzeln oder in Summe		bis	2,0
	Wolfram (W)		bis	20,0
	Schwefel (S)		bis	0,5

sowie Begleitelemente bis zu einer Summenkonzentration von 4,8 und Verunreinigungen und Eisen als Rest, gebildet ist.

- 20 Obige chemische Zusammensetzung des Werkzeugstahles beinhaltet besonders karbidreiche Werkzeugstähle mit hoher Abriebfestigkeit und hoher Schneidhaltigkeit der daraus gefertigten Werkzeuge. Da hohe Karbidanteile in der Regel die mechanischen Eigenschaften des Werkstoffes verschlechtern, ist deren grundsätzliche Verbesserung durch das erfindungsgemäße Verfahren von besonderer Bedeutung. Es hat sich gezeigt, daß diese hohen mechanischen Kennwerte, insbesondere die der Schlagbiege Zähigkeit des Materials, synergetisch durch den kleinen mittleren Korndurchmesser des Pulvers, eine homogene dichte Schüttung desselben in der Kapsel und durch den hohen oxidischen Reinheitsgrad bei isotroper Struktur des heißisostatisch gepreßten Gegenstandes begründet sind.

- Der oxidische Reinheitsgrad des Flüssigmetalles kann durch eine metallurgische Arbeit wirkungsvoll verbessert werden, wenn eine Konditionierung der Schmelze im metallurgischen Gefäß bei einer induzierten turbulenten Strömung derselben und bei einer vollständigen Abdeckung des Metallbades durch flüssige Schlacke, welche insbesondere mittels direkten Stromdurchganges beheizt wird, während einer Zeit von mindestens 15 Minuten erfolgt. Dabei wird eine Abgabe von Sauerstoffverbindungen bzw. Oxiden aus der Schmelze und eine Aufnahme derselben in die heiße Schlacke gefördert, wobei die induzierte Strömung des Metallbades die Effizienz steigert. Per se ist bekannt, eine Strömung von Flüssigmetall in einem metallurgischen Gefäß mittels Einleitens von Argon-Spülgas durch mindestens einen bodenseitig angeordneten gasdurchlässigen Spülstein zu erreichen. Es ist jedoch wichtig, um eine Reoxidation der Schmelze zu verhindern, daß deren Abdeckung durch flüssige Schlacke auch bei Schmelzenbewegungen vollständig erhalten bleibt.
- 40 Um Probleme beim Einsatz eines Spülsteines im Hinblick auf die Zuverlässigkeit einer Ausbildung einer kontrollierten und effizienten Metallströmung sowie um Schwierigkeiten bei der Spül- bzw. Rührgaszufuhr, wobei kleine Gasmengen wenig metallurgische Wirkung zeigen, jedoch hohe Gasmengen Oberflächenteile der Schmelze schlackenfrei erstellen und oxidieren sowie Schlackenpartikel in den Stahl einmischen können, zu vermeiden, ist es bevorzugt, elektromagnetische Mittel, zum Beispiel elektromagnetische Rührspulen, für eine Induzieren einer turbulenten Strömung im Flüssigmetall einzusetzen. Höchst vorteilhaft kann dabei auch eine Einstellung und gleichmäßige Verteilung der Temperatur des Metallbades mittels einer Einbringung von Wärmeenergie in die Schlacke durch elektrischen Stromdurchgang erfolgen.

- In einer weiteren Ausgestaltung der Erfindung ist vorgesehen, daß die konditionierte Schmelze durch einen Düsenkörper im metallurgischen Gefäß mit einem Schmelzenstromdurchmesser von 4,0 bis 10,0 mm Ø in eine Verdüsungskammer eingebracht und in dieser mit mindestens drei aufeinander folgenden aus Stickstoff, mit einem Reinheitsgrad von mind. 99,999% Stickstoff, gebildeten Gasstrahlen mit der Maßgabe beaufschlagt wird, daß die letzte Beaufschlagung des Schmelzenstromes durch einen Gasstrahl erfolgt, der zumindest stellenweise eine Geschwindigkeit aufweist, die größer als die Schallgeschwindigkeit ist. Eine Einhaltung des Schmelzenstrom-

durchmessers und die hohe kinetische Energie der Gasbeaufschlagung des Metallstromes bewirken eine günstige Kornverteilung und eine gewünschte Feinheit des erstellten Metallpulvers. Die Konditionierung und die Einstellung der Temperatur des Flüssigmetalles im metallurgischen Gefäß sowie der hohe Reinheitsgrad des Zerstäubungsgases Stickstoff sind weiters die Ursachen für einen überraschend hohen Reinheitsgrad bzw. einen geringen Sauerstoffanteil des Pulvers und in der Folge des heißisostatisch gepreßten Blockes.

Weil auch geringe Anteile an Grobkorn im Metallpulver, insbesondere beim Befüllen der Kapsel und beim Verdichten des Pulvers in dieser, Entmischungen bewirken können, ist von Vorteil, wenn der Durchmesser der Pulverkörner verdüsungstechnisch auf einen Maximalwert von 500 µm eingestellt oder klassiert wird.

Allenfalls kann zur Sicherstellung einer homogenen Schüttung und zur Gütesteigerung des Erzeugnisses nach der Erfindung vorgesehen sein, daß das in einem Bereitstellungsraum gesammelte Pulver durch Stickstoff fluidisiert und gemischt und bei Aufrechterhaltung der Stickstoffatmosphäre in einen Behälter bzw. eine Kapsel mit einem Gesamtgewicht von größer als 0,5 t eingebracht, durch mechanische Stöße verdichtet und gasdicht eingeschlossen wird.

Derart kann sichergestellt werden, daß, wenn in wirtschaftlich günstiger Weise das homogenisierte Pulver in einen Behälter bzw. eine Kapsel mit einem Durchmesser bzw. einer Dicke von gleich oder größer 400 mm und einer Länge von mindestens 1500 mm eingebracht wird, bei Anwendung der vorhin genannten Parameter für den heißisostatischen Preßzyklus der hergestellte Block Homogenität und vollkommene Materialdichte erlangt.

Wenn die pulvergefüllte Kapsel im kalten Zustand in eine HIP-Einrichtung eingebracht wird und eine darauffolgende Erwärmung der Pulverkapsel unter allseitigem Umgebungsdruck erfolgt, kann einerseits die Durchwärmungszeit auf Grund einer angehobenen Wärmeleitung verkürzt und die Pulvermasse im Hinblick auf eine weitgehend vollständige Isotropie des Blockes vorverdichtet werden.

Es kann, wie sich gezeigt hat, in bestimmten Fällen zur Unterstützung der Konsolidierung günstig sein, wenn die Aufwärmung und/oder der Preßvorgang des Pulvers bei konstanter, gegebenenfalls sich gleichmäßig ändernder, um einen Mittelwert pendelnder Temperaturbeaufschlagung durchgeführt wird und der Preßvorgang bei einer Temperatur von mindestens 1140°C, höchstens jedoch von 1170°C, erfolgt.

Auf Grund der verbesserten Materialeigenschaften ist es möglich und es kann insbesondere zur Kostenminimierung vorteilhaft sein, wenn der erfindungsgemäß pulvermetallurgisch hergestellte Block im Zustand as-HIPed oder bei geringster, aus wirtschaftlichen Gründen durchzuführender Verformung als Vormaterial für Werkzeuge oder Werkzeugteile eingesetzt wird.

Das weitere Ziel der Erfindung, einen Werkzeugstahlgegenstand mit verbesserten Bearbeitungs- und Gebrauchseigenschaften bei erhöhter Einsatzzeit zu schaffen, wird bei einem pulvermetallurgisch hergestellten Gegenstand aus Werkzeugstahl mit verbesserten Werkstoffeigenschaften bestehend aus einer Eisenbasislegierung enthaltend in Gew.-%

Kohlenstoff (C)	0,52	bis	3,74
Mangan (Mn)		bis	2,9
Chrom (Cr)		bis	21,0
Molybdän (Mo)		bis	10,0
Nickel (Ni) gegebenenfalls		bis	1,0
Kobalt (Co)		bis	20,8
Vanadin (V)		bis	14,9
Niob (Nb) Tantal (Ta) einzeln oder in Summe		bis	2,0
Wolfram (W)		bis	20,0
Schwefel (S)		bis	0,5

sowie Begleitelemente bis zu einer Summenkonzentration von 4,8 und Verunreinigungen und Eisen als Rest, welcher Werkstoff nach DIN 50 602 einen K0-Wert von höchstens 3, oder nach ASTM E 45/85 Meth.D einen ASTM-Wert von höchstens 1,5, aufweist, erreicht.

Werkzeugstähle haben ein breites Spektrum der Konzentration der jeweiligen Legierungselemente, wobei diese immer in Wechselwirkung stehen und im Hinblick auf den Kohlenstoffgehalt zu sehen sind. Geringere Kohlenstoffgehalte als 0,52 Gew.-% führen zu einem niedrigen Karbidanteil und/oder zu einer geringen Matrixhärte im thermisch vergüteten Zustand des Stahles, wohingegen

höhere Gehalte als 3,74 Gew.-% Kohlenstoff, auch bei einer pulvermetallurgischen Herstellung, den Werkstoff für eine Verwendung als Werkzeug auf Grund des mechanischen Eigenschaftsprofils weitgehend ausschließen.

5 Von besonderer Bedeutung für eine gute Härbarkeit und die erreichbaren mechanischen und chemischen Eigenschaften der Gegenstände sind die Elemente Mn und Cr, wobei Gehalte über 2 Gew.-% Mn und über 21 Gew.-% Cr zu einem Abfall der für die Werkzeuge erforderlichen Materialwerte führen.

10 Die hohe Affinität zu Kohlenstoff der Elemente Mo, V, Nb/Ta und W bewirkt in entsprechenden Anteilen eine gewünschte Karbid- und Mischkarbidausbildung in einer legierten Matrix. In der obigen Reihenfolge der Elemente sollen jedoch die Konzentrationswerte in Gew.-% 10,0; 14,9; 2,0; 20,0 nicht überschritten werden, weil dadurch einerseits ein gewünschtes Vergütungsverhalten und andererseits die Herstellbarkeit und die vorgesehenen mechanischen Eigenschaften der Werkstoffe nicht erreicht werden können.

15 Ni kann gegebenenfalls ohne nachteilige Wirkung bis zu einem Gehalt von 1,0 Gew.-% in der Legierung vorliegen.

Co steigert die Warmhärte und Schneidhaltigkeit der Werkzeuge, wirkt jedoch ab einem Gehalt von 20,8 Gew.-% eigenschaftverschlechternd.

20 Schwefelgehalte bis 0,5 Gew.-% verbessern die Zerspanbarkeit des Werkzeugstahles, ohne jedoch den Reinheitsgrad desselben derartig nachteilig zu beeinflussen, daß die mechanischen Materialwerte erniedrigt sind.

Erfindungsgemäß weist der Werkzeugstahl einen nach DIN 50 602 definierten K0-Wert von im wesentlichen höchstens 3 auf. Dieser hohe Reinheitsgrad des Werkstoffes bewirkt nicht nur eine große Verbesserung der mechanischen Eigenschaften im vergüteten Zustand, beispielsweise eine wesentlich gesteigerte Zähigkeit des Materials, sondern es sind auch die Gebrauchseigenschaften, insbesondere die Schneidhaltigkeit von Feinschnitt- Werkzeugen für harte Gegenstände sprunghaft angehoben. Diese Gütesteigerung der erfindungsgemäßen pulvermetallurgisch hergestellten Gegenstände aus Werkzeugstahl ist, wie gefunden wurde, insbesondere darin begründet, daß der geringe Anteil an kleineren und das Fehlen von größeren nichtmetallischen Einschlüssen eine von diesen bewirkte Rißinitiation minimiert.

30 Im folgenden wird die Erfindung anhand von Untersuchungsergebnissen näher erläutert:

Von Kaltarbeitsstählen und Schnellarbeitsstählen mit Kohlenstoffgehalten C von größer als 2,2 Gew.-%, ca 12,5 Gew.-% Cr und über 4,0 Gew.-% V bzw. 1,1 bis 1,4 Gew.-% C, ca 4,3 Gew.-% Cr, ca 5 Gew.-% Mo, 3 bis 5 Gew.-% V, 5,8 bis 6,5 Gew.-% W, gegebenenfalls bis 9 Gew.-% Co Rest jeweils Eisen und Verunreinigungen wurden zur Erprobung 50 Stück 8 t Chargen geschmolzen, in ein mit einer Verdüsungskammer verbundenes metallurgisches Gefäß eingebracht, mit reaktiver Schlacke abgedeckt und diese mittels Elektroden bei direktem Stromdurchgang beheizt. In einem Zeitraum von 15 bis 45 Minuten erfolgte ein Konditionieren der Schmelze bei einem induktiven turbulenten Rühren derselben, wobei der Schmelzenspiegel immer mit heißer Schlacke abgedeckt war. Danach wurde eine Bohrung in einem Düsenkörper des metallurgischen Gefäßes freigesetzt und ein in die Verdüsungskammer eintretender Schmelzenstrom mit einem Durchmesser von 4,0 bis 10,0 mm mittels aufeinanderfolgenden Stickstoff-Gasstrahlen beaufschlagt, wobei der letzte Gasstrahl mit Überschallgeschwindigkeit aus der Düse austrat, auf das Flüssigmetall gerichtet war und dieses in Tröpfchen zerteilte. In der Verdüsungskammer erfolgte eine Erstarrung der Tröpfchen zu Pulverkörnern in Stickstoff mit einem Reinheitsgrad von 99,999 %. Die Stickstoffatmosphäre über dem Pulver wurde auch bei einem Klassieren und Sammeln desselben aufrechterhalten, wobei aus dem Sammelbehälter jeweils Proben zur Klassierung der Pulverpartikel gezogen wurden.

50 Vom Sammelbehälter erfolgte ein Einbringen des Pulvers in einen Behälter bzw. eine Kapsel aus unlegiertem Stahl, wobei durch ein Rütteln bzw. Beklopfen desselben bzw. derselben eine Verdichtung der Pulverfüllung und nachfolgend ein Verschließen der Kapsel vorgenommen wurden. Die mit verdichtetem Legierungspulver gefüllte Kapsel mit einem Durchmesser von 420 mm Ø und einer Länge von 2000 mm wurde im kalten Zustand in die HIP-Anlage eingebracht, wonach der Druck und die Temperatur gleichzeitig erhöht wurden. Ein heißisostatisches Pressen erfolgte bei einer Temperatur von 1155°C mit einem Druck von 105 MPa in einer Zeitspanne von 3,85 Stunden, wonach der Preßkörper langsam abgekühlt wurde. Nach einer Warmumformung mit

0,2-fachen bis 8,1-fachem Verformungsgrad erfolgte aus den Schmiedestücken eine Entnahme von Proben.

Die bei Verwendung des erfindungsgemäßen Verfahrens aus dem Sammelbehälter entnommenen 50 Pulverproben wurden einer Siebanalyse unterworfen. Die Ergebnisse und zwar der jeweilig durchschnittliche Pulveranteil in den einzelnen Partikelklassen ist in der Tabelle 1 (Kornverteilung der Metallpulver) in Gegenüberstellung mit 92 Ergebnissen bei Verwendung von Verfahren nach dem Stand der Technik wiedergegeben.

Partikelklasse Mikron	Verfahren gemäß der Erfindung Anteil in %	Vergleichsverfahren Stand der Technik Anteil in %
0-45	31,5	12,7
46-63	20,5	9,0
64-75	8,7	5,3
76-100	11,0	9,2
101-125	7,6	9,8
126-180	9,5	14,0
181-250	6,0	13,2
251-355	3,7	12,8
355-500	1,5	14,0
Mittlere Partikelgröße	61 µm	141 µm

Tab. 1: Kornverteilung der Metallpulver, Anteil der Partikelklassen im Metallpulver, mittlere Partikelgröße

Pulver, welche mit einem Verfahren nach der Erfindung erstellt waren, besaßen bis zu einem Korndurchmesser von 63 µm einen Anteil an der Gesamtmenge von 52% und einen Anteil von ca 72% bis zu einer Korngröße bis 100 µm. Pulver, hergestellt nach dem Stand der Technik, weisen hingegen für die gleichen Klassen Anteile von 21,7 % und 36,2 % auf. Vergleicht man die ermittelte mittlere Partikelgröße, so ist diese bei erfindungsgemäßer Pulverherstellung 61 µm, wohingegen bei einer Pulverfertigung nach dem Stand der Technik eine mehr als doppelt so große mittlere Partikelgröße von 141 µm ermittelt wurde.

In Fig. 1 (erfindungsgemäßes Herstellverfahren) und Fig. 2 (Herstellverfahren nach dem Stand der Technik) sind Pulver in loser Schüttung dargestellt. Bei einer derartigen Schüttung treten, wie Fig. 2 zeigt, im Vergleichspulver (Stand der Technik) Entmischungsbereiche mit einer Häufung von groben Pulverkörnern 1 und feinen Fraktionen 2 auf. Hingegen ist beim erfindungsgemäß gefertigten Pulver weitgehend Homogenität gegeben. Gleiches gilt für Fig. 3 (Pulvererstellung nach der Erfindung) und Fig. 4 (Vergleichspulver) nach dem Stand der Technik.

Von den 50 Rohlingen mit jeweils unterschiedlicher chemischer Zusammensetzung, hergestellt nach dem erfindungsgemäßen Verfahren wurden nach einer Warmverformung Proben entnommen und deren Reinheitsgrad bzw. Gehalt an nichtmetallischen Einschlüssen nach DIN 50 602 und ASTM E 45 /85 Meth.D untersucht. Diese Ergebnisse wurden wiederum mit Ergebnissen von 92 Proben aus artgleichen Werkstoffen, jedoch hergestellt nach dem Stand der Technik, verglichen und sind in Tabelle 2 (Einschlußgehalt von PM-Werkzeugstählen K0) und Tabelle 4 (Einschlußgehalt von PM-Werkzeugstählen nach ASTM-Wert) wiedergegeben.

K0	Werkzeugstahl gem. Erfindung		Werkzeugstahl gem. Stand der Technik	
	Anzahl der Proben	Anteil %	Anzahl der Proben	Anteil %
0	28	56,0	15	16,3
5 1	18	36,0	28	30,4
2	3	6,0	19	20,7
3	1	2,0	12	13,0
4			7	7,6
10 5			2	2,2
6			3	3,3
7			1	1,1
8				
15 9				
10				
11				
12			1	1,1
20 13			1	1,1
14			1	1,1
15			1	1,1
16				
25 17				
18			1	1,1
19				
20				
30 Summe	50	100	92	100

Tab.2: Einschlußgehalt von PM-Werkzeugstählen K0 (DIN 50 602)

Bei einer Auswertung des Einschlußgehaltes im Werkstoff nach DIN 50 602 Verfahren K0 wurden bei Werkzeugstählen gemäß der Erfindung Gesamt-Summenkennwerte bis höchstens 3 mit einem Anteil bei diesem Wert von 2% ermittelt. Hingegen zeigten, wie aus Tabelle 2 ersichtlich ist, Werkzeugstähle, erstellt nach dem Stand der Technik, einen wesentlich höheren Gehalt an nicht-metallischen Einschlüssen mit vergleichsweise großem Durchmesser. Eine graphische Darstellung der Ergebnisse dieser Auswertung ist in Fig. 5 gezeigt, wobei auf der Abszisse die Summenkennwerte und auf der Ordinate deren Anteil in % aufgetragen sind. Daher zeigt die Kurve A den erfindungsgemäßen Werkstoff und die Kurve B einen Stahl hergestellt gemäß dem Stand der Technik.

Eine weitere Untersuchung des Gehaltes an nichtmetallischen Einschlüssen in pulvermetallurgisch hergestellten Werkzeugstählen erfolgte nach ASTM E 45/85 Meth.D.

Wie aus der Tabelle 3 hervorgeht, wurde an 50 Mustern von erfindungsgemäß gefertigtem Material (Kurve A) bei einer Probenanzahl 3 und einem Anteil von 6,0 % ein höchster ASTM-Wert von 1,5 ermittelt. Mit einem ASTM-Wert 0,5 lag der Anteil bei 68 %. Das Vergleichsmaterial, gefertigt nach dem Stand der Technik wies einen höheren Gehalt und gröbere Einschlüsse (Kurve B) auf, was graphisch auch in Fig. 6 dargestellt ist, wobei auf der Abszisse wiederum der ASTM-Wert und auf der Ordinate der prozentuale Anteil aufgetragen wird.

		Werkzeugstahl gem. Erfindung		Werkzeugstahl gem. Stand der Technik	
ASTM-Werte		Anzahl Proben	Anteil %	Anzahl Proben	Anteil %
5	0,5	34	68,0	24	26,1
	1,0	13	26,0	35	38,0
	1,5	3	6,0	22	23,9
	2,0			6	6,5
10	2,5			4	4,4
	3,0			1	1,1
	Summe	50	100	92	100

15 Tabelle 3: Einschlußgehalt von PM-Werkzeugstählen (ASTM E 45 /85 Meth. D)

Werkzeugstähle der bezeichneten Art können, wie aus den Ermittlungen überraschend gefunden wurde, erfindungsgemäß bis zu einem Gehalt von 0,5 Gew.-% mit Schwefel legiert sein, ohne daß der Gehalt an nichtmetallischen Einschlüssen wesentlich erhöht ist und sich ein DIN-K0-wert von größer als 3 einstellt.

PATENTANSPRÜCHE:

- 25 1. Verfahren zur pulvermetallurgischen Herstellung von dichten, verformten oder unverformten Gegenständen aus Werkzeugstahl mit verbesserter Homogenität, höherer Reinheit und verbesserten Eigenschaften des Werkstoffes, wobei aus flüssigem Metall durch Verdüsen mit Stickstoff ein Metallpulver gewonnen, dieses in einen Behälter gefüllt, darin verdichtet und der Behälter gasdicht verschlossen wird, wonach durch heißisostatisches Pressen ein dichter Presskörper erstellt wird, **dadurch gekennzeichnet, dass** eine Schmelze in ein metallurgisches Gefäß eingebracht und in diesem konditioniert wird, das ist ein Verbessern des oxidischen Reinheitsgrades derselben und ein Einstellen der Temperatur auf einen Wert über der Bildungstemperatur von Primärausscheidungen in der Legierung, wonach bei im Wesentlichen konstant gehaltener Temperatur aus dieser Schmelze durch Verdüsung mit Stickstoff ein Pulver mit einem mittleren Korndurchmesser von 50 bis 70 µm hergestellt, im Stickstoffstrom desintegriert und unter Aufrechterhaltung der Stickstoffatmosphäre das Pulver mit einem maximalen Korndurchmesser von 500 µm klassiert, gesammelt, gemischt, in einen Behälter mit einem Durchmesser oder einer Dicke von größer als 300 mm und einer Länge von größer 1000 mm eingebracht, durch mechanische Stöße in diesem verdichtet und der Behälter gasdicht verschlossen wird, worauf in einem heißisostatischen Presszyklus für diesen die Parameter derart eingestellt werden, dass im Aufwärmvorgang die Temperatur und der Druck erhöht werden, wobei im Pulverkörper des Behältnisses bzw. der Kapsel ein allseitiger Druck von mindestens 1 bis 40 MPa wirksam ist, und danach ein isostatischer Pressvorgang bei einer Temperatur von mindestens 1100°C, höchstens jedoch 1180°C, bei einem isostatischen Druck von mindestens 90 MPa während einer Zeitdauer von mindestens drei Stunden erfolgt und anschließend der HIP-Presskörper gekühlt und gegebenenfalls dieser Presskörper nachfolgend warm umgeformt und derart ein hochreiner Werkstoff mit einem gemäß DIN 50 602-K0-Wert von im Wesentlichen höchstens 3 hergestellt wird.
- 50 2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Schmelze aus einer Eisenbasislegierung enthaltend in Gew.-%:
- | | | | |
|------------------|------|-----|------|
| Kohlenstoff (C) | 0,52 | bis | 3,74 |
| Mangan (Mn) | | bis | 2,9 |
| Chrom (Cr) | | bis | 21,0 |
| 55 Molybdän (Mo) | | bis | 10,0 |

- | | | | |
|---|---|-----|------|
| | Nickel (Ni) gegebenenfalls | bis | 1,0 |
| | Kobalt (Co) | bis | 20,8 |
| | Vanadin (V) | bis | 14,9 |
| | Niob (Nb) / Tantal (Ta) einzeln oder in Summe | bis | 2,0 |
| 5 | Wolfram (W) | bis | 20,0 |
| | Schwefel (S) | bis | 0,5 |
- sowie Begleitelemente bis zu einer Summenkonzentration von 4,8 und Verunreinigungen und Eisen als Rest, gebildet wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet, dass** eine Konditionierung der Schmelze im metallurgischen Gefäß bei einer induzierten turbulenten Strömung derselben, vorzugsweise durch elektromagnetische Mittel, und bei einer vollständigen Abdeckung des Metallbades durch flüssige Schlacke, welche insbesondere mittels direkten Stromdurchganges beheizt wird, während einer Zeit von mindestens 15 Minuten erfolgt.
 4. Verfahren nach Anspruch 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet, dass** die konditionierte Schmelze durch einen Düsenkörper im metallurgischen Gefäß mit einem Schmelzenstromdurchmesser von 4,0 bis 10,0 mm in eine Verdüsungskammer eingebracht und in dieser mit mindestens drei aufeinander folgenden aus Stickstoff, mit einem Reinheitsgrad von mind. 99,999 % Stickstoff, gebildeten Gasstrahlen mit der Maßgabe beaufschlagt wird, dass die letzte Beaufschlagung des Schmelzenstromes durch einen Gasstrahl erfolgt, der zumindest stellenweise eine Geschwindigkeit aufweist, die größer als die Schallgeschwindigkeit ist.
 5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Durchmesser der Pulverkörner verdüsungstechnisch auf einen Maximalwert von 500 µm eingestellt oder klassiert wird.
 6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet, dass** das in einem Bereitstellungsraum gesammelte Pulver durch Stickstoff fluidisiert und gemischt und bei Aufrechterhaltung der Stickstoffatmosphäre in einen Behälter bzw. eine Kapsel mit einem Gesamtgewicht von größer 0,51 eingebracht, durch mechanische Stöße verdichtet und gasdicht eingeschlossen wird.
 7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Pulver in einen Behälter bzw. eine Kapsel mit einem Durchmesser bzw. einer Dicke von gleich oder größer 400 µm und einer Länge von mindestens 1500 µm eingebracht wird.
 8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, **dadurch gekennzeichnet, dass** die pulvergefüllte Kapsel im kalten Zustand in eine HIP-Einrichtung eingebracht wird und eine darauffolgende Erwärmung der Pulverkapsel unter allseitigem Umgebungsdruck erfolgt.
 9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Aufwärmung und/oder der Pressvorgang des Pulvers bei konstanter, gegebenenfalls sich gleichmäßig ändernder, um einem Mittelwert pendelnder Temperaturbeaufschlagung durchgeführt wird und der Pressvorgang bei einer Temperatur von mindestens 1140°C, höchstens jedoch von 1170°C, erfolgt.
 10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, **dadurch gekennzeichnet, dass** der pulvermetallurgisch hergestellte Block im Zustand AS HIPed oder bei geringster, aus wirtschaftlichen Gründen durchzuführender Verformung als Vormaterial für Werkzeuge oder Werkzeugteile eingesetzt wird.
 11. Pulvermetallurgisch hergestellter Gegenstand aus Werkzeugstahl mit verbesserten Werkstoffeigenschaften, vorzugsweise hergestellt nach einem Verfahren gemäß den vorgeordneten Ansprüchen, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Gegenstand aus einer Eisenbasislegierung enthaltend in Gew.-%:

	Kohlenstoff (C)	0,52	bis	3,74
50	Mangan (Mn)		bis	2,9
	Chrom (Cr)		bis	21,0
	Molybdän (Mo)		bis	10,0
	Nickel (Ni) gegebenenfalls		bis	1,0
	Kobalt (Co)		bis	20,8
55	Vanadin (V)		bis	14,9

Niob (Nb) / Tantal (Ta) einzeln oder in Summe bis 2,0
 Wolfram (W) bis 20,0
 Schwefel (S) bis 0,5

5 sowie Begleitelemente bis einer Summenkonzentration von 4,8 und Verunreinigungen und Eisen als Rest, besteht und der hochreine Werkstoff nach DIN 50 602 einen K0-Wert von höchstens 3 oder nach ASTM E 45/85 Meth.D einen ASTM-Wert von höchstens 1,5 aufweist.

10 12. Pulvermetallurgischer Gegenstand nach Anspruch 11, **dadurch gekennzeichnet, dass** aus einem Werkstoff, welcher einen Einschlussgehalt - nach DIN 50 602 Verfahren K0 - für die Summe der Kennwerte 1 und 0 einen Anteil von größer 80 % aufweist.

13. Pulvermetallurgischer Gegenstand nach Anspruch 11, **dadurch gekennzeichnet, dass** aus einem Werkstoff, welcher einen Einschlussgehalt - nach DIN 50 602 Verfahren K0 - für den Kennwert 0 einen Anteil von größer 50 % aufweist.

15 14. Pulvermetallurgischer Gegenstand nach Anspruch 11, **dadurch gekennzeichnet, dass** aus einem Werkstoff, welcher einen Einschlussgehalt - nach ASTM E 45/85 Meth. D - für die Summe der ASTM-Werte 0,5 und 1 einen Anteil von größer 90% aufweist.

20 15. Pulvermetallurgischer Gegenstand nach Anspruch 11, **dadurch gekennzeichnet, dass** aus einem Werkstoff, welcher einen Einschlussgehalt - nach ASTM E 45/85 Meth. D - für den ASTM-Wert von 0,5 einen Anteil von größer 60 % aufweist.

HIEZU 2 BLATT ZEICHNUNGEN

25

30

35

40

45

50

55

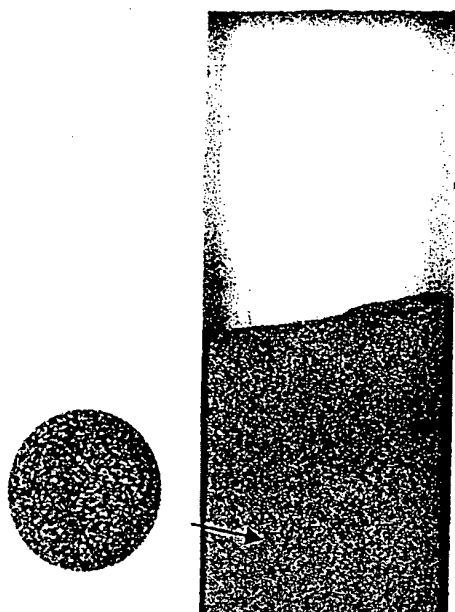


Fig. 1

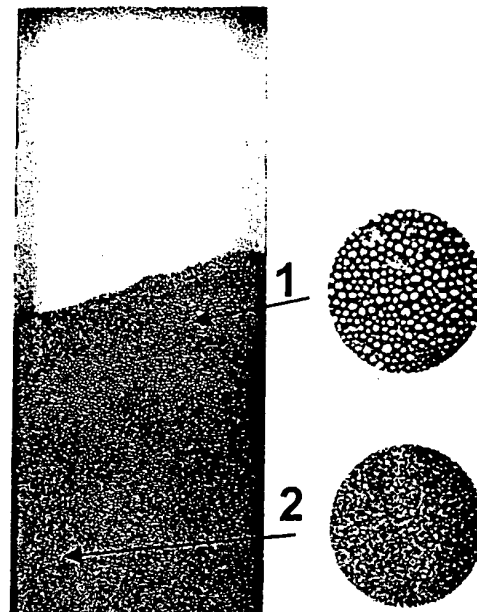


Fig. 2

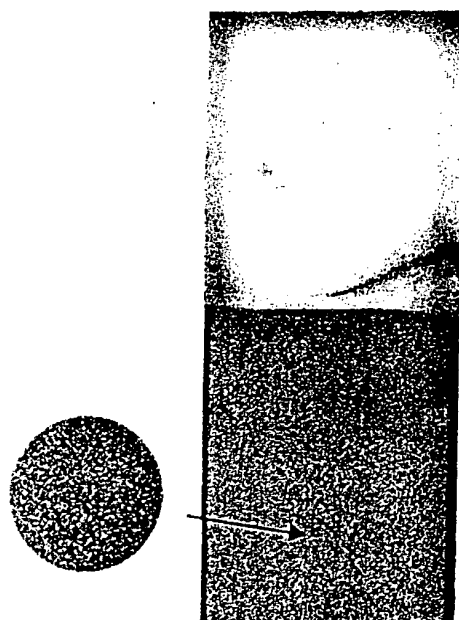


Fig. 3

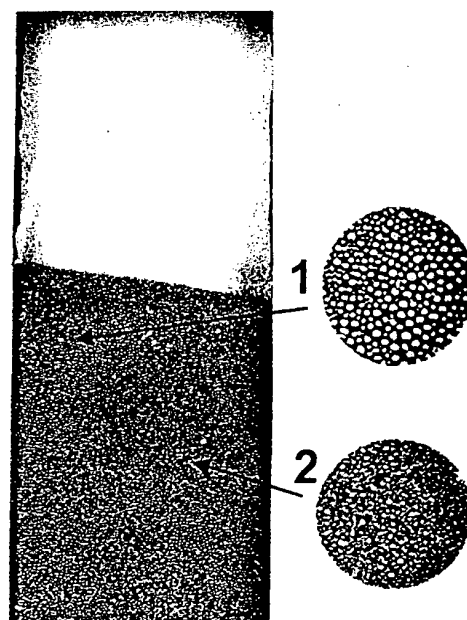


Fig. 4

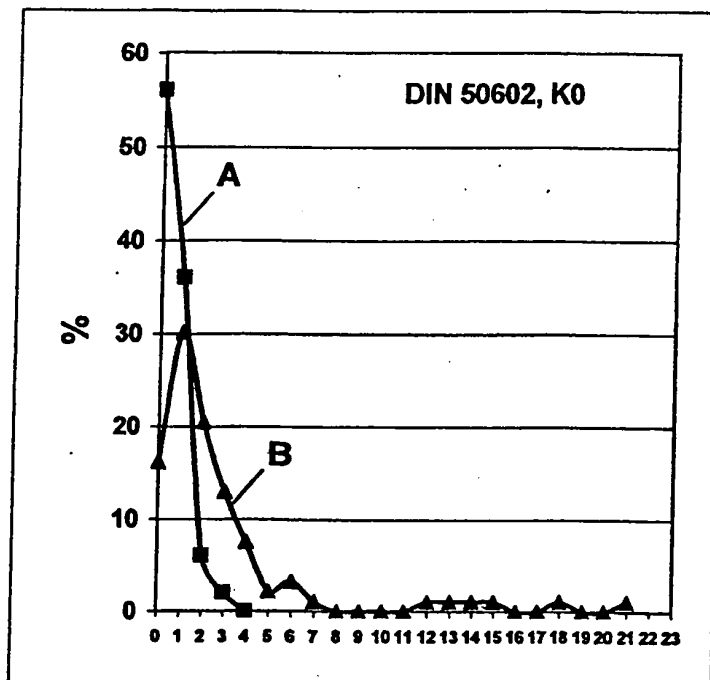


Fig. 5

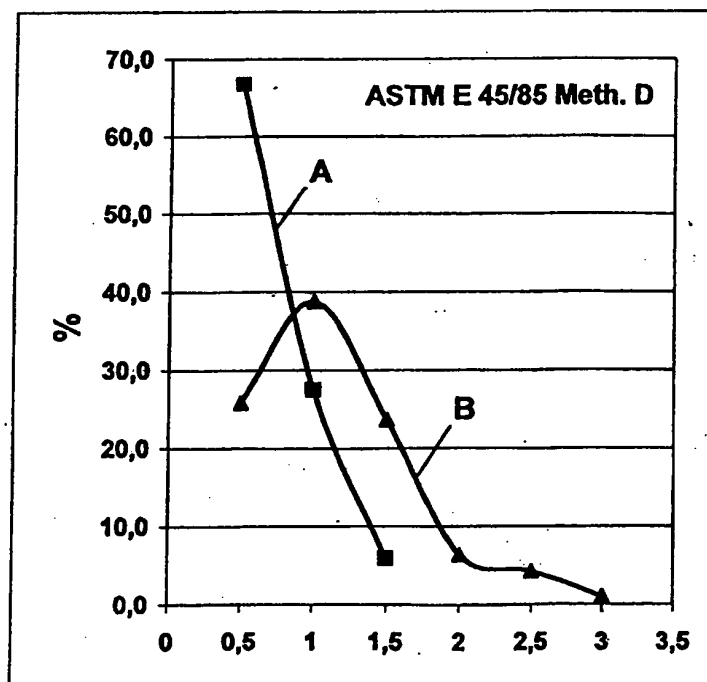


Fig. 6