



MINISTERO DELLO SVILUPPO ECONOMICO  
DIREZIONE GENERALE PER LA TUTELA DELLA PROPRIETA' INDUSTRIALE  
UFFICIO ITALIANO BREVETTI E MARCHI

# UTBM

<b>DOMANDA NUMERO</b>	<b>101982900000644</b>
<b>Data Deposito</b>	<b>24/11/1982</b>
<b>Data Pubblicazione</b>	<b>24/05/1984</b>

<b>Priorità</b>	325.248
<b>Nazione Priorità</b>	US
<b>Data Deposito Priorità</b>	27-NOV-81

Titolo

**METODO PER LA PRODUZIONE DI MATERIALE IN SUPERLEGA A CRISTALLI COLONNARI  
CON ORIENTAMENTO CONTROLLATO E ARTICOLI IN SUPERLEGA COSI' OTTENUTI**

**DOCUMENTAZIONE  
RILEGATA**

DESCRIZIONE dell'invenzione industriale dal titolo:

"METODO PER LA PRODUZIONE DI MATERIALE IN SUPERLEGA A CRISTALLI COLONNARI CON  
ORIENTAMENTO CONTROLLATO E ARTICOLI IN SUPERLEGA COSI' OTTENUTI"

della UNITED TECHNOLOGIES CORPORATION

Società dello Stato del Delaware

a HARTFORD, Connecticut (U.S.A.)

Inventore: Herbert A. CHIN

**24 NOV. 1982**

.....

**24402A/82**

## R I A S S U N T O

Viene descritta una sequenza di lavorazione per produrre strutture a cristallo orientato allungato controllato specificamente in superleghe a base di nichel. Il metodo viene effettuato allo stato solido. Il materiale di superlega viene fornito in una forma densa lavorabile. Il materiale viene laminato direttamente a freddo e laminato trasversalmente a freddo con ricotture intermedie. Questa sequenza produce una particolare struttura od orientamento preferito nell'articolo laminato. Questo articolo così strutturato viene quindi ricristallizzato direzionalmente per produrre la microstruttura finale desiderata composta da cristalli allungati allineati di un orientamento particolare controllabile.

## TESTO DELLA DESCRIZIONE

La presente invenzione riguarda il campo degli articoli in superlega a base di nichel aventi grani allungati allineati di orientamento controllato ed i metodi per produrre tali articoli.

E' noto che i materiali metallici in generale hanno una forma cristallina, vale a dire atomi individuali del materiale hanno una relazione prevedibile con i loro atomi vicini e questa relazione si estende in modo ripetitivo attraverso tutto

un particolare cristallo o grano. Le superleghe a base di nichel hanno una struttura cubica centrata sulla faccia. E' anche noto che le proprietà di tali cristalli variano considerevolmente con l'orientamento.

La maggior parte degli articoli metallici contengono molte migliaia di cristalli o grani individuali e le proprietà di un tale articolo in una particolare direzione riflettono l'orientamento medio dei cristalli individuali che compongono l'articolo. Se i grani o cristalli hanno un orientamento a casaccio allora le proprietà dell'articolo saranno isotropiche, vale a dire uguali in tutte le direzioni. Benché ampiamente presunto, ciò é raramente il caso poiché la maggior parte dei processi di formatura e di colata producono un orientamento o struttura preferita del cristallo. In una situazione di deformazione tale orientamento preferito risulta da diversi fattori. I cristalli in certi orientamenti sono più resistenti alla deformazione di quanto lo siano altri cristalli. Questi cristalli orientati resistenti alla deformazione tendono a ruotare durante la deformazione in modo da produrre un orientamento preferito. Durante la ricristallizzazione, gli orientamenti preferiti risultano dalla nucleazione preferenziale e/o dalla crescita di cristalli di certi orientamenti.

Le strutture sono state studiate estesamente e alcuni usi pratici sono stati fatti dei materiali così strutturati. Particolarmente nell'area dei materiali magnetici come acciai per trasformatori, la strutturazione ha prodotto miglioramenti sostanziali nelle prestazioni. Ciò viene descritto per esempio nel brevetto U.S.A. N° 3.219.496 ed in un Articolo sul Progresso del Metalli, Dicembre 1953 pagine 71-75.

In un'altra area, sono stati sviluppati metodi per la produzione di articoli a base di nichel aventi grani allungati usando le tecniche di ricristallizzazione direzione. Ciò viene descritto nel brevetto U.S.A. N° 3.975. 219. In tale brevetto,

L'estrusione a caldo viene usata per densificare una polvere di superlega che viene quindi fucinata isotermicamente e ricristallizzata direzionalmente mediante il passaggio attraverso un gradiente termico. Il brevetto non indica qual'è l'orientamento preferito risultante, se esistente.

In un'altra area correlata, i benefici dei grani allineati di orientamento controllato nei componenti per turbine a gas di aeromobili sono ben noti e sono descritti nel brevetto U.S.A. 3.260.505 che descrive tali componenti ed i metodi della loro produzione mediante tecniche di colata.

La presente invenzione ha particolare applicazione alle superleghe a base di nichel con la seguente ampia gamma di composizione: 2-9% Al, 0-6% Ti, 0-16% Mo, 0-12% Ta, 6-12% W, 0-4% Nb, 0-20% Cr, 0-29% Co, 0-0,3% C, 0-1% Y, 0-0,3% B, 0-0,3% Zr, 0-2% V, 0-5% Re, il resto essendo essenzialmente nichel.

Si ritiene che la presente invenzione è generalmente applicabile a tutte le superleghe a base di nichel. Il materiale di partenza viene fornito in una forma lavorabile. Un sistema è quello di consolidare la polvere, un altro sistema è quello di partire con una colata, preferibilmente una colata di cristalli fini. Questo materiale viene quindi lavorato a caldo ad una temperatura vicino ma al di sotto della curva di solubilità gamma primo. Preferibilmente questa lavorazione a caldo iniziale è in una quantità superiore a circa il 50%. Questo materiale lavorato a caldo è quindi laminato a freddo in un modo particolare per una quantità ulteriore circa del 65%. La fase di laminazione a freddo viene effettuata come segue: il materiale viene dapprima laminato a freddo. Una seconda fase di laminatura a freddo viene effettuata nella direzione trasversale di laminazione, vale a dire una direzione ruotata di 90° dalla direzione della laminazione a freddo iniziale. Il rapporto delle riduzioni nella fase di laminazione a freddo ini-

ziale nella fase di laminazione trasversale al freddo finale é di circa 75:25. Fasi intermedie di ricottura vengono impiegate durante entrambe le operazioni di laminazione a freddo e a caldo come necessario per impedire le fessurazioni. Il risultato é un articolo avente una forte struttura a foglio (110)  $\langle$ 112 $\rangle$ .

Questo materiale strutturato viene ricristallizzato direzionalmente per produrre grani allungati multipli o singoli grani di un orientamento controllato. La struttura (110)  $\langle$ 112 $\rangle$  controlla l'orientamento dei grani ricristallizzati. Variando i parametri direzionali di ricristallizzazione, si può produrre una farietà di orientamenti finali.

Di conseguenza lo scopo della presente invenzione é quello di fornire un metodo per produrre fogli o lastre di superlega a base di nichel aventi una forte struttura di lamina (110)  $\langle$ 112 $\rangle$ .

E' un ulteriore scopo della presente invenzione quello di fornire lamine ricristallizzate direzionalmente composte da grani la cui direzione  $\langle$ 111 $\rangle$  é parallela alla direzione di laminazione trasversale.

E' un altro scopo della presente invenzione quello di fornire lamine la cui direzione  $\langle$ 110 $\rangle$  é parallela alla direzione di laminazione diritta.

E' ancora un altro scopo della presente invenzione quello di fornire tali lamine la cui direzione  $\langle$ 100 $\rangle$  biseca l'angolo tra le direzioni di laminazione diritta e laminazione trasversale.

I precedenti ed altri scopi, caratteristiche e vantaggi della presente invenzione diverranno più chiari dalla seguente descrizione di forme di realizzazione preferite e dai disegni annessi in cui:

la Fig. 1 mostra la relazione tra la direzione normale (N.D.), la direzione di laminazione diritta (S.R.) e la direzione di laminazione trasversale (X.R.).

La Fig. 2 mostra l'orientamento del materiale durante la laminazione diritta.

La Fig. 3 mostra l'orientamento del materiale durante la laminazione trasversale.

La Fig. 4 mostra la tecnica per produrre un materiale con orientamento  $\langle 111 \rangle$ .

La Fig. 5 mostra la tecnica per produrre un materiale con orientamento  $\langle 110 \rangle$ .

La Fig. 6 mostra la tecnica per produrre un materiale con orientamento  $\langle 100 \rangle$ .

Le Figg. da 7 a 10 sono figure polari illustranti la struttura prodotta mediante i processi descritti negli esempi da 1 a 4.

Secondo la presente invenzione il materiale di partenza è una polvere di superlega a base di nichel. In generale qualsiasi superlega a base di nichel può essere impiegata. La ampia gamma di composizione di tali leghe è: 2-9% Al, 0-6% Ta, 0-16% Mo, 0-12% Ta, 0-12% W, 0-4% Nb, 0-20% Cr, 0-20% Co, 0-2% V, 0-5% Re, il resto essendo essenzialmente nichel. Altri ingredienti minori possono essere presenti includenti 0-0,3% C, 0-0,5% Hf, 0-0,3% Zr, 0-0,3% B e 0-1% Y. Queste leghe vengono lavorate mediante un metodo che produrrà un materiale omogeneo lavorabile a caldo. Il materiale di partenza deve essere omogeneo, denso e lavorabile a caldo. Un sistema è quello di consolidare la polvere di superlega per esempio mediante pressione isostatica a caldo (HIP) o mediante estrusione a caldo. Un altro sistema è quello di cominciare con un corpo colato, preferibilmente un pezzo colato a grana fine. Se si impiega il sistema della polvere, si deve fare attenzione ad impedire la contaminazione della polvere e preferibilmente la polvere viene mantenuta e maneggiata in condizioni inerti che elimineranno l'ossidazione delle particelle di polvere. La polvere viene quindi resa compatta per formare un articolo di completa densità teorica. Il metodo di compattamento non appare essere critico per il successo della presente invenzione. Tipicamente è stata impiegata

la pressatura isostatica. La polvere viene chiusa a tenuta in una scatola di acciaio inossidabile evacuata. Tipiche condizioni di compattamento sono pressioni di gas di circa 103,42 MPa e temperature di circa 1149-1232°C per un tempo di circa 2 ore seguito da un raffreddamento in forno. I metodi di estrusione a caldo sono anche stati utilizzati con successo. Tipiche condizioni di estrusione sono temperature di 1204-1260°C e rapporti di estrusione maggiori di circa 4:1. La polvere viene posta in un contenitore di acciaio inossidabile prima dell'estrusione.

L'articolo lavorabile viene quindi deformato a caldo per raggiungere una riduzione in area di circa il 40% e preferibilmente almeno il 55%. Questa deformazione a caldo migliora la successiva lavorabilità a freddo del materiale. La laminazione a caldo è stata impiegata ma altri processi come la fucinatura appaiono egualmente applicabili. Si può impiegare in processo descritto nel brevetto U.S.A. 3.519.503. La deformazione a caldo viene effettuata ad una temperatura che è vicina ma inferiore alla temperatura della curva di solubilità gamma primo della lega, tipicamente 1177-1246°C. Se si impiega la laminazione a caldo, i passaggi iniziali di laminazione a caldo vengono preferibilmente effettuati alla estremità alta della gamma di temperatura e con una riduzione relativamente bassa per passaggio (vale a dire 5%). I passaggi successivi possono essere effettuati a riduzioni maggiori (vale a dire 15%) e la temperatura può essere fatta diminuire verso l'estremità bassa della gamma. L'articolo viene nuovamente riscaldato tra i passaggi come appropriato per mantenere la lega entro la gamma di temperatura desiderata. Alla fine della fase di lavorazione a caldo, il materiale può essere lasciato nella condizione lavorata e lasciato raffreddare ad aria.

La Fase successiva è quella che è la più importante nello sviluppare la struttura desiderata. Questa è un'operazione di laminazione a due stadi che viene chiamata la-

minazione a freddo ma che può essere effettuata a temperature fino a circa 650°C. Questa fase può essere compresa facendo riferimento alla Fig. 1 che mostra la striscia prima dell'operazione di laminazione a freddo e mostra tre assi ortogonali SR, XR e ND. L'operazione di laminazione a freddo comprende due fasi, nella prima fase la laminazione viene effettuata nella direzione SR (laminazione diritta) e nella seconda fase la laminazione procede nella direzione XR (laminazione trasversale), vale a dire ad un angolo di 90° rispetto alla direzione SR.

Le due fasi dell'operazione di laminazione a freddo devono produrre una riduzione totale di più del 55% e più preferibilmente di più del 65%. La quantità di deformazione è proporzionata tra le due fasi di laminazione a freddo in modo che nominalmente il 75% della deformazione si verifica nella fase iniziale di laminazione diritta ed il 25% si verifica nella fase di laminazione trasversale. E' la sequenza delle fasi che produce la struttura finale desiderata. La tipica riduzione per passaggio è 1-2% e la riduzione totale tra ricotture intermedie (per esempio 1200°C per 3 minuti) è 8-15%. Il rapporto tra le fasi di laminazione diritta a freddo e di laminazione trasversale a freddo può variare da 80:20 a 70:30.

Il risultato di questa procedura è lo sviluppo di una forte struttura di lamina  $(100)\langle 112 \rangle$ . Ciò significa che un numero notevole di cristalli nella lamina sono orientati in modo tale che essi hanno i piani (110) paralleli alla superficie della lamina e le direzioni  $\langle 112 \rangle$  che sono parallele alla direzione SR. Naturalmente in una lamina a casaccio un certo numero di cristalli soddisferà questi criteri. Tuttavia nelle lamine trattate secondo il metodo precedente, il numero dei cristalli che soddisfano a questi criteri è di almeno quattro volte tanto e generalmente almeno sei volte di più di quanto si prevede in un tipo casuale.

E' stato scoperto che la lamina di questa struttura è altamente ricettiva alla

ricristallizzazione direzionale per produrre lamine ricristallizzate il cui orientamento è diverso dalla struttura originale che sono utili per la fabbricazione di articoli in superlega come descritto nel brevetto U.S.A. 3.872.563. La struttura di lamina  $\langle 110 \rangle$   $\langle 112 \rangle$  precedentemente descritta può essere usata per produrre materiali ricristallizzati direzionalmente aventi la direzione  $\langle 100 \rangle$   $\langle 110 \rangle$  o  $\langle 111 \rangle$  come direzione predominante nella lamina. Il termine ricristallizzazione direzionale viene usato in modo alquanto liberale e si ritiene effettivamente che ciò che si verifica può essere più accuratamente descritto come una crescita di cristallo anormale direzionale. Vale a dire sembra probabile che certi cristalli esistenti crescano a spese di altri cristalli esistenti piuttosto che il caso di una vera ricristallizzazione direzionale in cui nuovi cristalli verrebbero nucleati e crescono a spese dei cristalli esistenti. Senza tener conto della loro origine appare che le differenze nel regime di crescita del cristallo tra cristalli concorrenti produce la struttura osservata.

Vi sono tre direzioni principali di cristallo nel sistema cubico: le direzioni  $\langle 100 \rangle$ ,  $\langle 110 \rangle$  e  $\langle 111 \rangle$  rappresentando rispettivamente un bordo della cella unitaria, la diagonale di faccia della cella unitaria ed una diagonale che corre tra gli angoli opposti e che passa attraverso il centro della cella. L'orientamento  $\langle 100 \rangle$  ha basso modulo di elasticità e così componenti di turbina il cui asse principale coincide con un asse  $\langle 100 \rangle$  saranno resistenti alla fatica termica. In modo simile la direzione  $\langle 111 \rangle$  ha un elevato modulo di elasticità e articoli aventi questa direzione parallela alla direzione principale di sollecitazione sono resistenti ad elevata fatica ciclica. Attraverso la presente invenzione e la sua capacità di produrre materiali con questi orientamenti differenti, si fornisce un elevato grado di flessibilità al progettatore di componenti di turbina.

Il metodo per produrre lamine aventi questi assi che giacciono entro il piano della lamina viene mostrato nelle Figg. 4,5 e 6. La Fig. 4 mostra che il passaggio della lamina attraverso un gradiente termico tale che la direzione del gradiente è parallela all'asse XR risulta nella lamina che consiste in grani allungati il cui asse di allungamento è la direzione  $\langle 111 \rangle$ . Come mostrato nella figura, la direzione SR della lamina contiene la direzione  $\langle 110 \rangle$  di cristalli allungati mentre la direzione normale originale della lamina contiene l'asse  $\langle 112 \rangle$  dei cristalli allungati. In maniera analoga la Fig. 5 mostra che se la lamina viene passata attraverso il gradiente termico in modo che l'asse SR è parallelo alla direzione di movimento attraverso il gradiente termico, i grani hanno un asse di direzione  $\langle 110 \rangle$  ed un asse  $\langle 110 \rangle$  giace nella direzione XR e l'asse  $\langle 100 \rangle$  giace nella direzione ND. La procedura mostrata in Fig. 6 differisce leggermente per il fatto che la lamina passa attraverso il gradiente termico lungo un asse che biseca la direzione SR ed XR risultante nella direzione  $\langle 100 \rangle$  mediante l'allungamento dei cristalli ed i due assi ortogonali essendo del tipo  $\langle 100 \rangle$ .

Tipicamente il gradiente termico richiesto avrà una ripidità di almeno  $55^{\circ}\text{C}$  misurata alla temperatura della curva di solubilità gamma primo della lega. L'estremità calda del gradiente supererà la temperatura della curva di solubilità gamma primo ma ovviamente non supererà la temperatura di fusione incipiente della lega. Regimi tipici di movimento trasversale attraverso il gradiente varieranno da 3,2 a 101 mm all'ora.

La presente invenzione può essere meglio compresa facendo riferimento ai seguenti esempi che vengono intesi essere soltanto illustrativi piuttosto che limitativi.

#### ESEMPIO 1

1. Composizione: - 14,4% Mo, 6,25% W, 6,8% Al, 0,04% C, il resto Ni.

2. Dimensione della polvere: - 0,177 mm
3. Metodo di consolidamento - Pressatura isostatica a caldo (H.I.P.) a 1232°C e 103,42MPa di pressione per due ore.
4. Lavorazione a caldo - mediante laminazione a 1204°C con riduzione del 60%.
5. Laminazione a freddo - riduzione totale 65%.
  - a. laminazione diritta a freddo
  - b. laminazione trasversale a freddorapporto tra laminazione diritta a freddo e laminazione trasversale a freddo = 75 : 25, ricotture intermedie a 1024°C.
6. Struttura risultante - singolare (110) <112>, 7 volte di quella casuale come mostrato in Fig. 7.
7. Ricristallizzazione direzionale (gradiente 39°C/cm misurato alla temperatura della curva di solubilità gamma primo)
  - a. ricristallizzazione direzionale parallela alla direzione di laminazione trasversale a freddo a 6,35 mm/ora - risultato - (112) nel piano della lamina, orientamento assiale <111>.
  - b. Ricristallizzazione direzionale parallela alla laminazione diritta a freddo a 16-51 mm/ora - risultato - (100) nel piano della lamina, <110> in direzione assiale.
  - c. Ricristallizzazione direzionale in direzione che biseca le direzioni di laminazione diritta a freddo e laminazione trasversale a freddo (sfalsamento di 45° dell'asse) a 16-51 mm/ora - risultato - (100) nel piano della lamina, <100> nella direzione assiale.

#### ESEMPIO 2

1. Composizione - 9,0% Cr, 5,0% Al, 10,0% Co, 2,0% Ti, 12% W, 1,0% Nb, 0,15% C,

- 0,015% B, 0,05% Zr (lega MAR-M200) il resto Ni.
2. Dimensione della polvere: - 0,177 mm
  3. Metodo di consolidamento - estrusione a 1066°C ad un rapporto di estrusione 6,8 : 1.
  4. Lavorazione a caldo: - mediante fucinatura isoterma a 1121°C, regime di sollecitazione di  $0,1 \text{ min}^{-1}$ , sollecitazione totale 60%.
  5. Laminazione a freddo - riduzione totale 60%
    - a. laminazione diritta a freddo
    - b. laminazione trasversale a freddo  
rapporto tra laminazione diritta a freddo e laminazione trasversale a freddo 75 : 25, ricotture intermedie a 1149°C.
  6. Struttura risultante - singolare (110) <112> , 4,7 volte della casuale come mostrato in Fig. 8.
  7. Ricristallizzazione direzionale non ancora valutata.

### ESEMPIO 3

1. Composizione - 9,0% Cr, 7,0% Al, 9,5% W, 3,0% Ta, 1,0% Mo, il resto Ni.
2. Dimensione della polvere: -0,177 mm
3. Metodo di consolidamento - pressatura isostatica a caldo (H.I.P.) a 1232°C e 103,42 MPa di pressione per due ore.
4. Lavorazione a caldo - mediante laminazione a 1204°C con riduzione del 60%.
5. Laminazione a freddo - riduzione totale 65%
  - a. laminazione diritta a freddo
  - b. laminazione trasversale a freddo  
rapporto tra laminazione diritta a freddo e laminazione trasversale a freddo = 75 : 25, ricotture intermedie a 1204°C.

6. Struttura risultante - singolare (110)  $\langle 112 \rangle$ , 12 volte di quella casuale come mostrato in Fig. 9.
7. Ricristallizzazione direzionale (gradiente 39°C/cm misurato alla temperatura della curva di solubilità gamma primo)
  - a. ricristallizzazione direzionale parallela alla direzione di laminazione trasversale a freddo a 6,35 mm/ora - risultato - (112) nel piano della lamina,  $\langle 111 \rangle$  orientamento assiale.
  - b. Ricristallizzazione direzionale parallela alla direzione di laminazione diritta a freddo a 16-51 mm/ora - risultato - (100) nel piano della lamina,  $\langle 110 \rangle$  nella direzione assiale.
  - c. Ricristallizzazione direzionale nella direzione che biseca le direzioni di laminazione diritta a freddo e laminazione trasversale a freddo (45° di sfalsamento dell'assé) a 16-51 mm/ora - risultato - (100) nel piano della lamina,  $\langle 100 \rangle$  nella direzione assiale.

#### ESEMPIO 4

1. Composizione - 9,0% Cr, 6,5% Al, 9,5% W, 1,6% Ta, 1,0% Mo, 0,8% Nb, 0,05% C, 0,01% B, 0,1% Zr, il resto Ni.
2. Dimensione della polvere: - 0,177 mm
3. Metodo di consolidamento - pressatura isostatica a caldo (H.I.P.) a 1232°C e 103,4MPa di pressione per due ore.
4. Lavorazione a caldo - mediante laminazione a 1204°C con riduzione del 60%.
5. Laminazione a freddo - riduzione totale 65%
  - a. laminazione diritta a freddo
  - b. laminazione trasversale a freddorapporto tra laminazione diritta a freddo e laminazione trasversale a

freddo = 75 : 25 con ricotture intermedie a 1204°C.

6. Struttura risultante - singolare (110) 112 , 8 volte di quella casuale come mostrato in Fig. 10.
7. Ricristallizzazione direzionale (gradiente 39°C/cm misurato alla temperatura della curva di solubilità gamma primo)
  - a. ricristallizzazione direzionale parallela alla direzione di laminazione trasversale a freddo a 6,35 mm/ora - risultato - (112) nel piano della lamina,  $\langle 111 \rangle$  orientamento assiale.
  - b. Ricristallizzazione direzionale parallela alla direzione di laminazione diritta a freddo a 16-51 mm/ora - risultato - (100) nel piano della lamina,  $\langle 110 \rangle$  nella direzione assiale.
  - c. Ricristallizzazione direzionale nella direzione che biseca le direzioni di laminazione diritta a freddo e di laminazione trasversale a freddo (45° di sfalsamento dell'asse) a 16-51 mm/ora - risultato - (100) nel piano della lamina,  $\langle 100 \rangle$  in direzione assiale.

Benché la presente invenzione sia stata mostrata e descritta rispetto ad una forma di realizzazione preferita, si comprenderà da parte delle persone esperte nella tecnica che varie modifiche nella forma e nei dettagli di essa possono essere apportate senza discostarsi dall'ambito dell'invenzione rivendicata.

#### RIVENDICAZIONI

1. Lamina di superlega a base di nichel caratterizzata dal fatto di avere una struttura singolare (110)  $\langle 112 \rangle$  di un'intensità almeno quattro volte di quella casuale.
2. Lamina secondo la rivendicazione 1, caratterizzata dal fatto di avere una intensità di struttura di almeno sei volte quella casuale.

3. Lamina in superlega a base di nichel ricristallizzata direzionalmente caratterizzata dal fatto di essere composta da grani allungati allineati con la direzione  $\langle 111 \rangle$  che é parallela all'asse d'allungamento.

4. Lamina in superlega a base di nichel ricristallizzata direzionalmente caratterizzata dal fatto di essere composta di grani allungati allineati con la direzione  $\langle 110 \rangle$  che é parallela all'asse di allungamento.

5. Lamina di superlega a base di nichel ricristallizzata direzionalmente e caratterizzata dal fatto di essere composta di grani allungati allineati con la direzione  $\langle 100 \rangle$  che é parallela all'asse di allungamento.

6. Metodo per produrre la lamina in superlega a base di nichel della rivendicazione 3 composta di grani allungati allineati il cui asse di allungamento corrisponde essenzialmente alla direzione  $\langle 111 \rangle$  caratterizzato dal fatto di includere le operazioni di (a) fornire una lamina in superlega a base di nichel strutturata avente una struttura di lamina  $\langle 110 \rangle \langle 112 \rangle$  con l'asse  $\langle 112 \rangle$  corrispondente essenzialmente alla direzione di laminazione di ritta e (b) far passare la lamina attraverso un gradiente termico la cui estremità calda supera la temperatura di ricristallizzazione della lega in modo da effettuare la ricristallizzazione direzionale, per cui la lamina risultante conterrà grani allungati il cui asse di allungamento ha una prima direzione  $\langle 110 \rangle$  con una seconda direzione  $110$  che giace nella lamina ed un orientamento  $\langle 100 \rangle$  che é perpendicolare alla lamina, detta seconda direzione  $\langle 110 \rangle$  e detta direzione  $\langle 100 \rangle$  essendo ortogonali a detta prima direzione  $\langle 110 \rangle$ .

7. Metodo per produrre un articolo in superlega a struttura caratterizzato dal fatto di includere le operazioni di: (a) fornire un articolo in superlega lavorabile a caldo di completa densità, (b) lavorare a caldo l'articolo ad una

temperatura vicina alla curva di solubilità gamma primo, (c) laminare a freddo il materiale lungo una particolare direzione con ricotture intermedie, e (d) laminare a freddo il materiale in una direzione a 90° di rotazione dalla direzione usata nella fase (c) con ricotture intermedie con la riduzione totale nelle fasi (c) e (d) che supera il 50% e con il rapporto delle riduzioni tra le fasi (c) e (d) che varia da 70:30 a 80:20.


pp. UNITED TECHNOLOGIES CORPORATION

Società dello Stato del Delaware

UFFICIO BREVETTI  
RICCARDI & CO. S.P.A.



l'Ufficiale Rogante  
(Ippilio Rusto)



Timbro rotondo:  
Ufficio Brevetti e Marchi degli Stati Uniti  
Stanza ricevimento posta  
27/11/1981

N° 325.248

METODO PER LA PRODUZIONE DI MATERIALE IN SUPERLEGA A CRISTALLI  
COLONNARI CON ORIENTAMENTO CONTROLLATO E ARTICOLI IN SUPERLEGA  
COSI' OTTENUTI

Il Governo ha diritti in questa invenzione in seguito al contratto N°  
F33615-80-C-5018 assegnato dal Dipartimento delle Forze Aeree.

DESCRIZIONE

Campo della tecnica

La presente invenzione riguarda il campo degli articoli in superlega a base di nichel aventi grani allungati allineati di orientamento controllato ed i metodi per produrre tali articoli.

Fondamento della tecnica

E' noto che i materiali metallici in generale hanno una forma cristallina, vale a dire atomi individuali del materiale hanno una relazione prevedibile con i loro atomi vicini e questa relazione si estende in modo ripetitivo attraverso tutto

un particolare cristallo o grano. Le superleghe a base di nichel hanno una struttura cubica centrata sulla faccia. E' anche noto che le proprietà di tali cristalli variano considerevolmente con l'orientamento.

La maggior parte degli articoli metallici contengono molte migliaia di cristalli o grani individuali e le proprietà di un tale articolo in una particolare direzione riflettono l'orientamento medio dei cristalli individuali che compongono l'articolo. Se i grani o cristalli hanno un orientamento a casaccio allora le proprietà dell'articolo saranno isotropiche, vale a dire uguali in tutte le direzioni. Benché ampiamente presunto, ciò é raramente il caso poiché la maggior parte dei processi di formatura e di colata producono un orientamento o struttura preferita del cristallo. In una situazione di deformazione tale orientamento preferito risulta da diversi fattori. I cristalli in certi orientamenti sono più resistenti alla deformazione di quanto lo siano altri cristalli. Questi cristalli orientati resistenti alla deformazione tendono a ruotare durante la deformazione in modo da produrre un orientamento preferito. Durante la ricristallizzazione, gli orientamenti preferiti risultano dalla nucleazione preferenziale e/o dalla crescita di cristalli di certi orientamenti.

Le strutture sono state studiate estesamente e alcuni usi pratici sono stati fatti dei materiali così strutturati. Particolarmente nell'area dei materiali magnetici come acciai per trasformatori, la strutturazione ha prodotto miglioramenti sostanziali nelle prestazioni. Ciò viene descritto per esempio nel brevetto U.S.A. N° 3.219.496 ed in un Articolo sul Progresso del Metalli, Dicembre 1953 pagine 71-75.

In un'altra area, sono stati sviluppati metodi per la produzione di articoli a base di nichel aventi grani allungati usando le tecniche di ricristallizzazione direzione. Ciò viene descritto nel brevetto U.S.A. N° 3.975. 219. In tale brevetto,

l'estrusione a caldo viene usata per densificare una polvere di superlega che viene quindi fucinata isotermicamente e ricristallizzata direzionalmente mediante il passaggio attraverso un gradiente termico. Il brevetto non indica qual'è l'orientamento preferito risultante, se esistente.

In un'altra area correlata, i benefici dei grani allineati di orientamento controllato nei componenti per turbine a gas di aeromobili sono ben noti e sono descritti nel brevetto U.S.A. 3.260.505 che descrive tali componenti ed i metodi della loro produzione mediante tecniche di colata.

#### Descrizione dell'invenzione

La presente invenzione ha particolare applicazione alle superleghe a base di nichel con la seguente ampia gamma di composizione: 2-9% Al, 0-6% Ti, 0-16% Mo, 0-12% Ta, 6-12% W, 0-4% Nb, 0-20% Cr, 0-29% Co, 0-0,3% C, 0-1% Y, 0-0,3% B, 0-0,3% Zr, 0-2% V, 0-5% Re, il resto essendo essenzialmente nichel.

Si ritiene che la presente invenzione è generalmente applicabile a tutte le superleghe a base di nichel. Il materiale di partenza viene fornito in una forma lavorabile. Un sistema è quello di consolidare la polvere, un altro sistema è quello di partire con una colata, preferibilmente una colata di cristalli fini. Questo materiale viene quindi lavorato a caldo ad una temperatura vicino ma al di sotto della curva di solubilità gamma primo. Preferibilmente questa lavorazione a caldo iniziale è in una quantità superiore a circa il 50%. Questo materiale lavorato a caldo è quindi laminato a freddo in un modo particolare per una quantità ulteriore circa del 65%. La fase di laminazione a freddo viene effettuata come segue: il materiale viene dapprima laminato a freddo. Una seconda fase di laminatura a freddo viene effettuata nella direzione trasversale di laminazione, vale a dire una direzione ruotata di 90° dalla direzione della laminazione a freddo iniziale. Il rapporto delle riduzioni nella fase di laminazione a freddo ini-

ziale nella fase di laminazione trasversale al freddo finale é di circa 75:25. Fasi intermedie di ricottura vengono impiegate durante entrambe le operazioni di laminazione a freddo e a caldo come necessario per impedire le fessurazioni. Il risultato é un articolo avente una forte struttura a foglio (110)  $\langle$ 112 $\rangle$ .

Questo materiale strutturato viene ricristallizzato direzionalmente per produrre grani allungati multipli o singoli grani di un orientamento controllato. La struttura (110)  $\langle$ 112 $\rangle$  controlla l'orientamento dei grani ricristallizzati. Variando i parametri direzionali di ricristallizzazione, si può produrre una farietà di orientamenti finali.

Di conseguenza lo scopo della presente invenzione é quello di fornire un metodo per produrre fogli o lastre di superlega a base di nichel aventi una forte struttura di lamina (110)  $\langle$ 112 $\rangle$ .

E' un ulteriore scopo della presente invenzione quello di fornire lamine ricristallizzate direzionalmente composte da grani la cui direzione  $\langle$ 111 $\rangle$  é parallela alla direzione di laminazione trasversale.

E' un altro scopo della presente invenzione quello di fornire lamine la cui direzione  $\langle$ 110 $\rangle$  é parallela alla direzione di laminazione diritta.

E' ancora un altro scopo della presente invenzione quello di fornire tali lamine la cui direzione  $\langle$ 100 $\rangle$  biseca l'angolo tra le direzioni di laminazione diritta e laminazione trasversale.

I precedenti ed altri scopi, caratteristiche e vantaggi della presente invenzione diverranno più chiari dalla seguente descrizione di forme di realizzazione preferite e dai disegni annessi in cui:

Breve descrizione dei disegni

la Fig. 1 mostra la relazione tra la direzione normale (N.D.), la direzione di laminazione diritta (S.R.) e la direzione di laminazione trasversale (X.R.).

La Fig. 2 mostra l'orientamento del materiale durante la laminazione diritta.

La Fig. 3 mostra l'orientamento del materiale durante la laminazione trasversale.

La Fig. 4 mostra la tecnica per produrre un materiale con orientamento  $\langle 111 \rangle$ .

La Fig. 5 mostra la tecnica per produrre un materiale con orientamento  $\langle 110 \rangle$ .

La Fig. 6 mostra la tecnica per produrre un materiale con orientamento  $\langle 100 \rangle$ .

Le Figg. da 7 a 10 sono figure polari illustranti la struttura prodotta mediante i processi descritti negli esempi da 1 a 4.

Secondo la presente invenzione il materiale di partenza è una polvere di superlega a base di nichel. In generale qualsiasi superlega a base di nichel può essere impiegata. La ampia gamma di composizione di tali leghe è: 2-9% Al, 0-6% Ta, 0-16% Mo, 0-12% Ta, 0-12% W, 0-4% Nb, 0-20% Cr, 0-20% Co, 0-2% V, 0-5% Re, il resto essendo essenzialmente nichel. Altri ingredienti minori possono essere presenti includenti 0-0,3% C, 0-0,5% Hf, 0-0,3% Zr, 0-0,3% B e 0-1% Y. Queste leghe vengono lavorate mediante un metodo che produrrà un materiale omogeneo lavorabile a caldo. Il materiale di partenza deve essere omogeneo, denso e lavorabile a caldo. Un sistema è quello di consolidare la polvere di superlega per esempio mediante pressione isostatica a caldo (HIP) o mediante estrusione a caldo. Un altro sistema è quello di cominciare con un corpo colato, preferibilmente un pezzo colato a grana fine. Se si impiega il sistema della polvere, si deve fare attenzione ad impedire la contaminazione della polvere e preferibilmente la polvere viene mantenuta e maneggiata in condizioni inerti che elimineranno l'ossidazione delle particelle di polvere. La polvere viene quindi resa compatta per formare un articolo di completa densità teorica. Il metodo di compattamento non appare essere critico per il successo della presente invenzione. Tipicamente è stata impiegata

la pressatura isostatica. La polvere viene chiusa a tenuta in una scatola di acciaio inossidabile evacuata. Tipiche condizioni di compattamento sono pressioni di gas di circa 103,42 MPa e temperature di circa 1149-1232°C per un tempo di circa 2 ore seguito da un raffreddamento in forno. I metodi di estrusione a caldo sono anche stati utilizzati con successo. Tipiche condizioni di estrusione sono temperature di 1204-1260°C e rapporti di estrusione maggiori di circa 4:1. La polvere viene posta in un contenitore di acciaio inossidabile prima dell'estrusione.

L'articolo lavorabile viene quindi deformato a caldo per raggiungere una riduzione in area di circa il 40% e preferibilmente almeno il 55%. Questa deformazione a caldo migliora la successiva lavorabilità a freddo del materiale. La laminazione a caldo è stata impiegata ma altri processi come la fucinatura appaiono egualmente applicabili. Si può impiegare in processo descritto nel brevetto U.S.A. 3.519.503. La deformazione a caldo viene effettuata ad una temperatura che è vicina ma inferiore alla temperatura della curva di solubilità gamma primo della lega, tipicamente 1177-1246°C. Se si impiega la laminazione a caldo, i passaggi iniziali di laminazione a caldo vengono preferibilmente effettuati alla estremità alta della gamma di temperatura e con una riduzione relativamente bassa per passaggio (vale a dire 5%). I passaggi successivi possono essere effettuati a riduzioni maggiori (vale a dire 15%) e la temperatura può essere fatta diminuire verso l'estremità bassa della gamma. L'articolo viene nuovamente riscaldato tra i passaggi come appropriato per mantenere la lega entro la gamma di temperatura desiderata. Alla fine della fase di lavorazione a caldo, il materiale può essere lasciato nella condizione lavorata e lasciato raffreddare ad aria.

La Fase successiva è quella che è la più importante nello sviluppare la struttura desiderata. Questa è un'operazione di laminazione a due stadi che viene chiamata la-

minazione a freddo ma che può essere effettuata a temperature fino a circa 650°C. Questa fase può essere compresa facendo riferimento alla Fig. 1 che mostra la striscia prima dell'operazione di laminazione a freddo e mostra tre assi ortogonali SR, XR e ND. L'operazione di laminazione a freddo comprende due fasi, nella prima fase la laminazione viene effettuata nella direzione SR (laminazione diritta) e nella seconda fase la laminazione procede nella direzione XR (laminazione trasversale), vale a dire ad un angolo di 90° rispetto alla direzione SR.

Le due fasi dell'operazione di laminazione a freddo devono produrre una riduzione totale di più del 55% e più preferibilmente di più del 65%. La quantità di deformazione è proporzionata tra le due fasi di laminazione a freddo in modo che nominalmente il 75% della deformazione si verifica nella fase iniziale di laminazione diritta ed il 25% si verifica nella fase di laminazione trasversale. È la sequenza delle fasi che produce la struttura finale desiderata. La tipica riduzione per passaggio è 1-2% e la riduzione totale tra ricotture intermedie (per esempio 1200°C per 3 minuti) è 8-15%. Il rapporto tra le fasi di laminazione diritta a freddo e di laminazione trasversale a freddo può variare da 80:20 a 70:30.

Il risultato di questa procedura è lo sviluppo di una forte struttura di lamina  $(100)\langle 112 \rangle$ . Ciò significa che un numero notevole di cristalli nella lamina sono orientati in modo tale che essi hanno i piani (110) paralleli alla superficie della lamina e le direzioni  $\langle 112 \rangle$  che sono parallele alla direzione SR. Naturalmente in una lamina a casaccio un certo numero di cristalli soddisferà questi criteri. Tuttavia nelle lamine trattate secondo il metodo precedente, il numero dei cristalli che soddisfano a questi criteri è di almeno quattro volte tanto e generalmente almeno sei volte di più di quanto si prevede in un tipo casuale.

È stato scoperto che la lamina di questa struttura è altamente ricettiva alla

ricristallizzazione direzionale per produrre lamine ricristallizzate il cui orientamento è diverso dalla struttura originale che sono utili per la fabbricazione di articoli in superlega come descritto nel brevetto U.S.A. 3.872.563. La struttura di lamina  $\langle 110 \rangle$   $\langle 112 \rangle$  precedentemente descritta può essere usata per produrre materiali ricristallizzati direzionalmente aventi la direzione  $\langle 100 \rangle$   $\langle 110 \rangle$  o  $\langle 111 \rangle$  come direzione predominante nella lamina. Il termine ricristallizzazione direzionale viene usato in modo alquanto liberale e si ritiene effettivamente che ciò che si verifica può essere più accuratamente descritto come una crescita di cristallo anormale direzionale. Vale a dire sembra probabile che certi cristalli esistenti crescano a spese di altri cristalli esistenti piuttosto che il caso di una vera ricristallizzazione direzionale in cui nuovi cristalli verrebbero nucleati e crescono a spese dei cristalli esistenti. Senza tener conto della loro origine appare che le differenze nel regime di crescita del cristallo tra cristalli concorrenti produce la struttura osservata.

Vi sono tre direzioni principali di cristallo nel sistema cubico: le direzioni  $\langle 100 \rangle$ ,  $\langle 110 \rangle$  e  $\langle 111 \rangle$  rappresentando rispettivamente un bordo della cella unitaria, la diagonale di faccia della cella unitaria ed una diagonale che corre tra gli angoli opposti e che passa attraverso il centro della cella. L'orientamento  $\langle 100 \rangle$  ha basso modulo di elasticità e così componenti di turbina il cui asse principale coincide con un asse  $\langle 100 \rangle$  saranno resistenti alla fatica termica. In modo simile la direzione  $\langle 111 \rangle$  ha un elevato modulo di elasticità e articoli aventi questa direzione parallela alla direzione principale di sollecitazione sono resistenti ad elevata fatica ciclica. Attraverso la presente invenzione e la sua capacità di produrre materiali con questi orientamenti differenti, si fornisce un elevato grado di flessibilità al progettatore di componenti di turbina.

Il metodo per produrre lamine aventi questi assi che giacciono entro il piano della lamina viene mostrato nelle Figg. 4,5 e 6. La Fig. 4 mostra che il passaggio della lamina attraverso un gradiente termico tale che la direzione del gradiente è parallela all'asse XR risulta nella lamina che consiste in grani allungati il cui asse di allungamento è la direzione  $\langle 111 \rangle$ . Come mostrato nella figura, la direzione SR della lamina contiene la direzione  $\langle 110 \rangle$  di cristalli allungati mentre la direzione normale originale della lamina contiene l'asse  $\langle 112 \rangle$  dei cristalli allungati. In maniera analoga la Fig. 5 mostra che se la lamina viene passata attraverso il gradiente termico in modo che l'asse SR è parallelo alla direzione di movimento attraverso il gradiente termico, i grani hanno un asse di direzione  $\langle 110 \rangle$  ed un asse  $\langle 110 \rangle$  giace nella direzione XR e l'asse  $\langle 100 \rangle$  giace nella direzione ND. La procedura mostrata in Fig. 6 differisce leggermente per il fatto che la lamina passa attraverso il gradiente termico lungo un asse che biseca la direzione SR ed XR risultante nella direzione  $\langle 100 \rangle$  mediante l'allungamento dei cristalli ed i due assi ortogonali essendo del tipo  $\langle 100 \rangle$ .

Tipicamente il gradiente termico richiesto avrà una ripidità di almeno  $55^\circ\text{C}$  misurata alla temperatura della curva di solubilità gamma primo della lega. L'estremità calda del gradiente supererà la temperatura della curva di solubilità gamma primo ma ovviamente non supererà la temperatura di fusione incipiente della lega. Regimi tipici di movimento trasversale attraverso il gradiente varieranno da 3,2 a 101 mm all'ora.

La presente invenzione può essere meglio compresa facendo riferimento ai seguenti esempi che vengono intesi essere soltanto illustrativi piuttosto che limitativi.

#### ESEMPIO 1

1. Composizione: - 14,4% Mo, 6,25% W, 6,8% Al, 0,04% C, il resto Ni.

2. Dimensione della polvere: - 0,177 mm
3. Metodo di consolidamento - Pressatura isostatica a caldo (H.I.P.) a 1232°C e 103,42MPa di pressione per due ore.
4. Lavorazione a caldo - mediante laminazione a 1204°C con riduzione del 60%.
5. Laminazione a freddo - riduzione totale 65%.
  - a. laminazione diritta a freddo
  - b. laminazione trasversale a freddo  
 rapporto tra laminazione diritta a freddo e laminazione trasversale a freddo = 75 : 25, ricotture intermedie a 1024°C.
6. Struttura risultante - singolare (110) <112>, 7 volte di quella casuale come mostrato in Fig. 7.
7. Ricristallizzazione direzionale (gradiente 39°C/cm misurato alla temperatura della curva di solubilità gamma primo)
  - a. ricristallizzazione direzionale parallela alla direzione di laminazione trasversale a freddo a 6,35 mm/ora - risultato - (112) nel piano della lamina, orientamento assiale <111>.
  - b. Ricristallizzazione direzionale parallela alla laminazione diritta a freddo a 16-51 mm/ora - risultato - (100) nel piano della lamina, <110> in direzione assiale.
  - c. Ricristallizzazione direzionale in direzione che biseca le direzioni di laminazione diritta a freddo e laminazione trasversale a freddo (sfalsamento di 45° dell'asse) a 16-51 mm/ora - risultato - (100) nel piano della lamina, <100> nella direzione assiale.

## ESEMPIO 2

1. Composizione - 9,0% Cr, 5,0% Al, 10,0% Co, 2,0% Ti, 12% W, 1,0% Nb, 0,15% C,

0,015% B, 0,05% Zr (lega MAR-M200) il resto Ni.

2. Dimensione della polvere: - 0,177 mm
3. Metodo di consolidamento - estrusione a 1066°C ad un rapporto di estrusione 6,8 : 1.
4. Lavorazione a caldo: - mediante fucinatura isoterma a 1121°C, regime di sollecitazione di  $0,1 \text{ min}^{-1}$ , sollecitazione totale 60%.
5. Laminazione a freddo - riduzione totale 60%
  - a. laminazione diritta a freddo
  - b. laminazione trasversale a freddorapporto tra laminazione diritta a freddo e laminazione trasversale a freddo 75 : 25, ricotture intermedie a 1149°C.
6. Struttura risultante - singolare (110) <112> , 4,7 volte della casuale come mostrato in Fig. 8.
7. Ricristallizzazione direzionale non ancora valutata.

### ESEMPIO 3

1. Composizione - 9,0% Cr, 7,0% Al, 9,5% W, 3,0% Ta, 1,0% Mo, il resto Ni.
2. Dimensione della polvere: -0,177 mm
3. Metodo di consolidamento - pressatura isostatica a caldo (H.I.P.) a 1232°C e 103,42 MPa di pressione per due ore.
4. Lavorazione a caldo - mediante laminazione a 1204°C con riduzione del 60%.
5. Laminazione a freddo - riduzione totale 65%
  - a. laminazione diritta a freddo
  - b. laminazione trasversale a freddorapporto tra laminazione diritta a freddo e laminazione trasversale a freddo = 75 : 25, ricotture intermedie a 1204°C.

6. Struttura risultante - singolare (110)  $\langle 112 \rangle$ , 12 volte di quella casuale come mostrato in Fig. 9.
7. Ricristallizzazione direzionale (gradiente 39°C/cm misurato alla temperatura della curva di solubilità gamma primo)
  - a. ricristallizzazione direzionale parallela alla direzione di laminazione trasversale a freddo a 6,35 mm/ora - risultato - (112) nel piano della lamina,  $\langle 111 \rangle$  orientamento assiale.
  - b. Ricristallizzazione direzionale parallela alla direzione di laminazione diritta a freddo a 16-51 mm/ora - risultato - (100) nel piano della lamina,  $\langle 110 \rangle$  nella direzione assiale.
  - c. Ricristallizzazione direzionale nella direzione che biseca le direzioni di laminazione diritta a freddo e laminazione trasversale a freddo (45° di sfalsamento dell'asse) a 16-51 mm/ora - risultato - (100) nel piano della lamina,  $\langle 100 \rangle$  nella direzione assiale.

#### ESEMPIO 4

1. Composizione - 9,0% Cr, 6,5% Al, 9,5% W, 1,6% Ta, 1,0% Mo, 0,8% Nb, 0,05% C, 0,01% B, 0,1% Zr, il resto Ni.
2. Dimensione della polvere: - 0,177 mm
3. Metodo di consolidamento - pressatura isostatica a caldo (H.I.P.) a 1232°C e 103,4MPa di pressione per due ore.
4. Lavorazione a caldo - mediante laminazione a 1204°C con riduzione del 60%.
5. Laminazione a freddo - riduzione totale 65%
  - a. laminazione diritta a freddo
  - b. laminazione trasversale a freddo

rapporto tra laminazione diritta a freddo e laminazione trasversale a

freddo = 75 : 25 con ricotture intermedie a 1204°C.

6. Struttura risultante - singolare (110) 112 , 8 volte di quella casuale come mostrato in Fig. 10.
7. Ricristallizzazione direzionale (gradiente 39°C/cm misurato alla temperatura della curva di solubilità gamma primo)
  - a. ricristallizzazione direzionale parallela alla direzione di laminazione trasversale a freddo a 6,35 mm/ora - risultato - (112) nel piano della lamina,  $\langle 111 \rangle$  orientamento assiale.
  - b. Ricristallizzazione direzionale parallela alla direzione di laminazione diritta a freddo a 16-51 mm/ora - risultato - (100) nel piano della lamina,  $\langle 110 \rangle$  nella direzione assiale.
  - c. Ricristallizzazione direzionale nella direzione che biseca le direzioni di laminazione diritta a freddo e di laminazione trasversale a freddo (45° di sfalsamento dell'asse) a 16-51 mm/ora - risultato - (100) nel piano della lamina,  $\langle 100 \rangle$  in direzione assiale.

Benché la presente invenzione sia stata mostrata e descritta rispetto ad una forma di realizzazione preferita, si comprenderà da parte delle persone esperte nella tecnica che varie modifiche nella forma e nei dettagli di essa possono essere apportate senza discostarsi dall'ambito dell'invenzione rivendicata.

#### RIVENDICAZIONI

1. Lamina di superlega a base di nichel caratterizzata dal fatto di avere una struttura singolare (110)  $\langle 112 \rangle$  di un'intensità almeno quattro volte di quella casuale.

2. Lamina secondo la rivendicazione 1 caratterizzata dal fatto di avere una intensità di struttura di almeno sei volte quella casuale.

3. Lamina in superlega a base di nichel ricristallizzata direzionalmente caratterizzata dal fatto di essere composta da grani allungati allineati con la direzione  $\langle 111 \rangle$  che é parallela all'asse d'allungamento.

4. Lamina in superlega a base di nichel ricristallizzata direzionalmente caratterizzata dal fatto di essere composta di grani allungati allineati con la direzione  $\langle 110 \rangle$  che é parallela all'asse di allungamento.

5. Lamina di superlega a base di nichel ricristallizzata direzionalmente e caratterizzata dal fatto di essere composta di grani allungati allineati con la direzione  $\langle 100 \rangle$  che é parallela all'asse di allungamento.

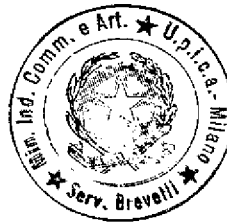
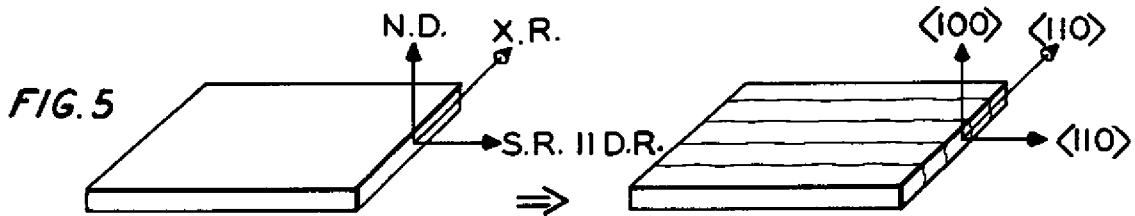
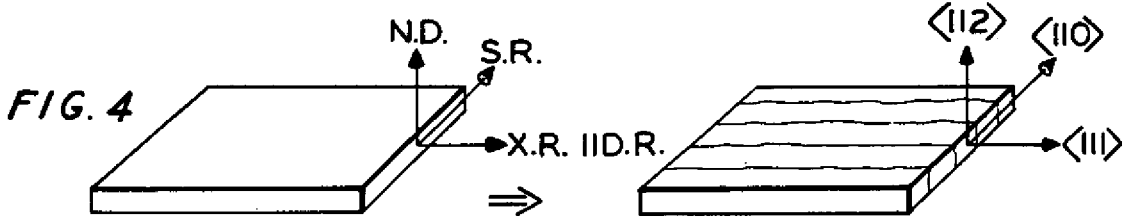
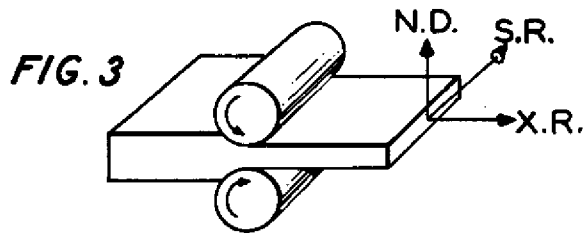
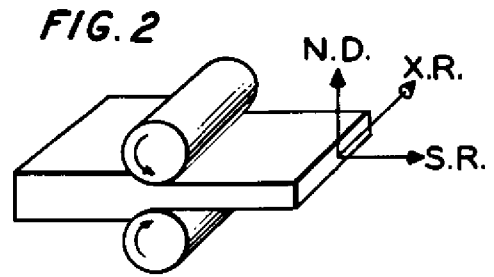
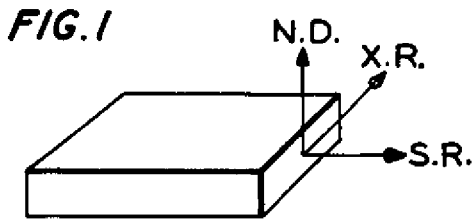
6. Metodo per produrre la lamina in superlega a base di nichel della rivendicazione 3 composta di grani allungati allineati il cui asse di allungamento corrisponde essenzialmente alla direzione  $\langle 111 \rangle$  caratterizzato dal fatto di includere le operazioni di (a) fornire una lamina in superlega a base di nichel strutturata avente una struttura di lamina  $\langle 110 \rangle \langle 112 \rangle$  con l'asse  $\langle 112 \rangle$  corrispondente essenzialmente alla direzione di laminazione di ritta e (b) far passare la lamina attraverso un gradiente termico la cui estremità calda supera la temperatura di ricristallizzazione della lega in modo da effettuare la ricristallizzazione direzionale, per cui la lamina risultante conterrà grani allungati il cui asse di allungamento ha una prima direzione  $\langle 110 \rangle$  con una seconda direzione  $110$  che giace nella lamina ed un orientamento  $\langle 100 \rangle$  che é perpendicolare alla lamina, detta seconda direzione  $\langle 110 \rangle$  e detta direzione  $\langle 100 \rangle$  essendo ortogonali a detta prima direzione  $\langle 110 \rangle$ .

7. Metodo per produrre un articolo in superlega a struttura caratterizzato dal fatto di includere le operazioni di: (a) fornire un articolo in superlega lavorabile a caldo di completa densità, (b) lavorare a caldo l'articolo ad una

temperatura vicina alla curva di solubilità gamma primo, (c) laminare a freddo il materiale lungo una particolare direzione con ricotture intermedie, e (d) laminare a freddo il materiale in una direzione a 90° di rotazione dalla direzione usata nella fase (c) con ricotture intermedie con la riduzione totale nelle fasi (c) e (d) che supera il 50% e con il rapporto delle riduzioni tra le fasi (c) e (d) che varia da 70:30 a 80:20.

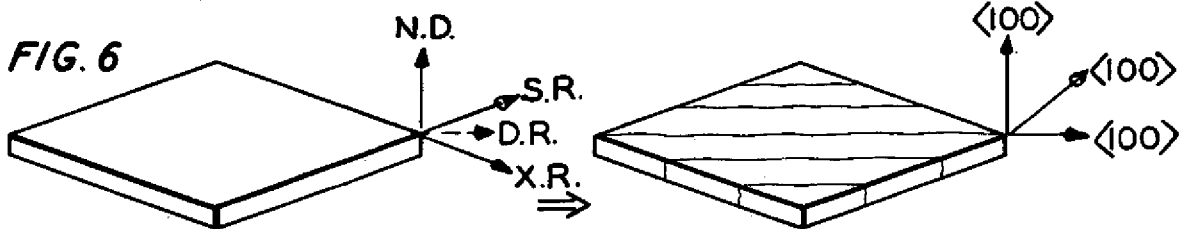
#### R I A S S U N T O

Viene descritta una sequenza di lavorazione per produrre strutture a cristallo orientato allungato controllato specificamente in superleghe a base di nichel. Il metodo viene effettuato allo stato solido. Il materiale di superlega viene fornito in una forma densa lavorabile. Il materiale viene laminato direttamente a freddo e laminato trasversalmente a freddo con ricotture intermedie. Questa sequenza produce una particolare struttura od orientamento preferito nell'articolo laminato. Questo articolo così strutturato viene quindi ricristallizzato direzionalmente per produrre la microstruttura finale desiderata composta da cristalli allungati allineati di un orientamento particolare controllabile.



l'Ufficiale Regante  
(Idillia Russo)

*[Handwritten signature]*



pp. UNITED TECHNOLOGIES CORPORATION  
Società dello Stato del Delaware

UFFICIO BREVETTI  
RICCARDI & CO. S.R.L.

*[Handwritten signature]*

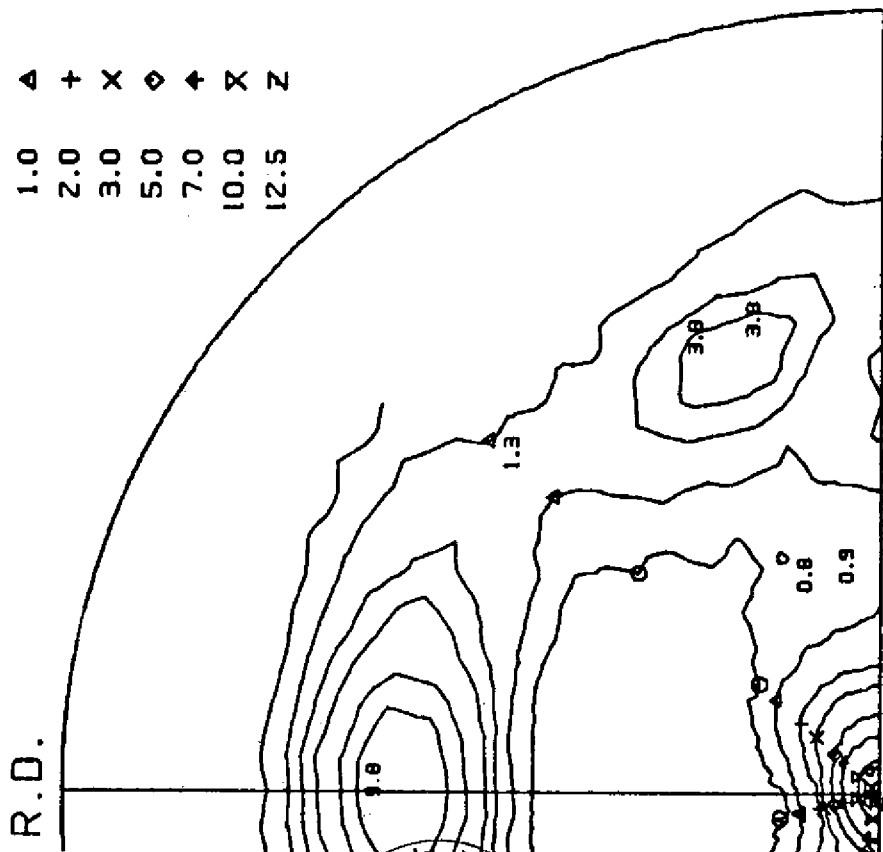


24402A/32

FIG.9

RSR609 CXR V-40-B (220)

VALORI DELLE LINEE DI LIVELLO  
 0.5    ◉  
 1.0    ▲  
 2.0    +  
 3.0    ×  
 5.0    ◆  
 7.0    †  
 10.0    ×  
 12.5    Z



l'Ufficiale Rogante  
 (Idillia Rosso)

*[Signature]*

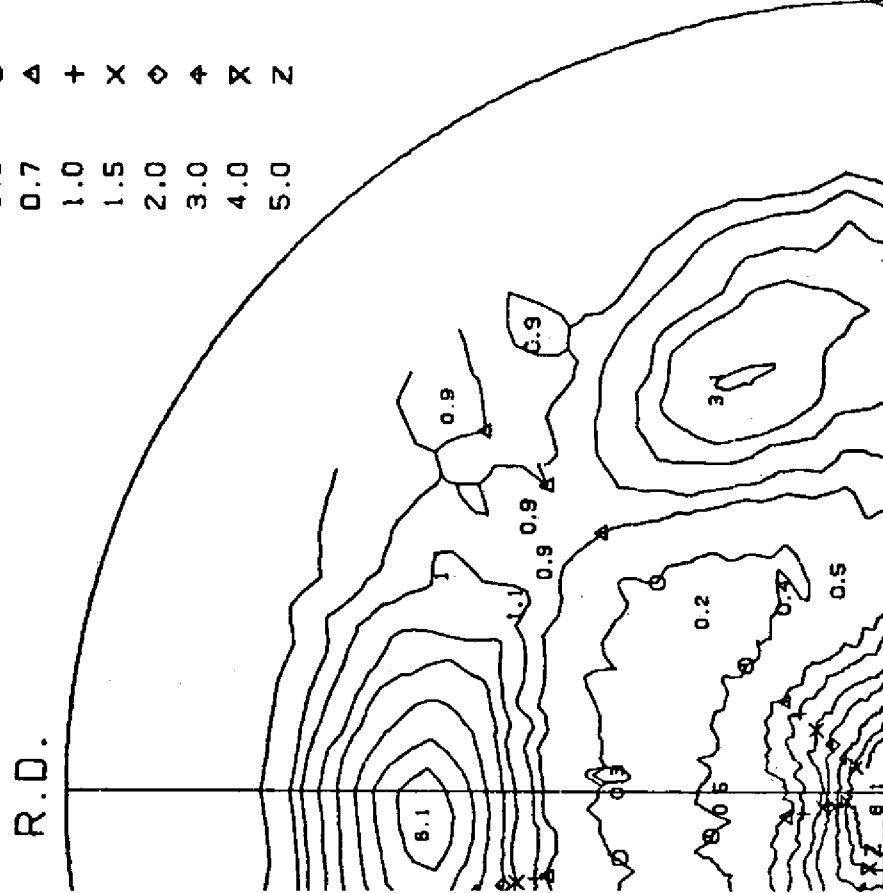
N.D.

X.R.

FIG.10

XSR2-75 CXR V42 C (220)

VALORI DELLE LINEE DI LIVELLO  
 0.3    ◉  
 0.7    ▲  
 1.0    +  
 1.5    ×  
 2.0    ◆  
 3.0    †  
 4.0    ×  
 5.0    Z



X.R.

N.D. pp. UNITED TECHNOLOGIES CORPORATION  
 Società dello Stato del Delaware

UFFICIO BREVETTI  
 RICCARDI & CO. S.R.L.

*[Signature]*