



NORGE

(19) [NO]

STYRET FOR DET
INDUSTRIELLE RETTSVERN

[B] (12) UTLEGNINGSSKRIFT (11) NR. 155203

(51) Int. Cl.⁴ C 22 F 1/10

(21) Patentsøknad nr. 821175

(22) Inngivelsesdag 07.04.82

(24) Løpedag 10.08.81

(62) Avdelt/utskilt fra søknad nr.

(71)(73) Søker/Patenthaver UNITED TECHNOLOGIES CORPORATION,
1 Financial Plaza,
Hartford, CT 06101,
USA.

(86) Internasjonal søknad nr. PCT/US81/01064

(86) Internasjonal inngivelsesdag 10.08.81

(85) Videreføringsdag 07.04.82

(41) Alment tilgjengelig fra 07.04.82

(44) Utlegningsdag 17.11.86

(72) Oppfinner DAVID D. PEARSON,
West Hartford, CT,
FRANKLIN D. LEMKEY,
Windsor, CT,
BERNARD H. KEAR,
Whitehouse Station, NJ,
USA.

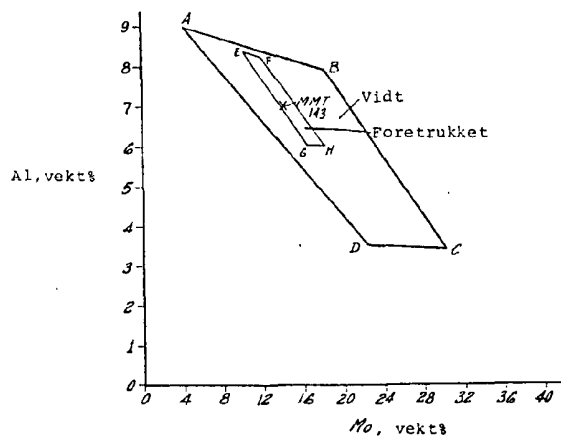
(74) Fullmektig A/S Bergen Patentkontor, Bergen.

(30) Prioritet begjært 11.08.80, USA, nr 177047.

(54) Oppfinnelsens benevnelse STØPT NIKKELSUPERLEGERINGSBJENSTAND OG
FREMGANGSMÅTE TIL FREMSTILLING AV SAMME.

(57) Sammendrag

Det beskrives en legerings sammensetning og en spesifikk varmebehandling til fremstilling av retningsstørknede enkeltkrystallgjenstander som har meget gode egenskaper. Legeringen er basert på Ni-Al-Mo-systemet, fortrinnsvis med tilsetning av Ta. Fremgangsmåten til fremstilling av gjenstanden omfatter retningsbestemt størkning ved en høy hastighet, hvorved det dannes en findelt, dendrittisk mikrostruktur. En kombinert homogeniserings- og oppløsningsbehandling utføres for å danne en enestående, kjemisk homogen enkeltfasestruktur. Denne homogene gjenstand bråkjøles og eldes deretter ved en mellomtemperatur for å utvikle en kontrollert, jevn fordeling av findelte γ' -fasepartikler.



(56) Anførte publikasjoner Ingen.

Oppfinnelsen vedrører en støpt nikkelsuperlegeringsgjenstand og fremgangsmåter til fremstilling av samme.

US-patentskrift 3.260.505 vedrører retningsbestemt størknede gjenstander og fremgangsmåter til fremstilling av disse. Fra US-patentskrift 3.494,709 er det kjent gjenstander av enkeltkrystall-superlegeringer og fremgangsmåter til fremstilling av dem. US-patentskrift 3.915.761 vedrører retningsbestemt størknede gjenstander som har en raffinert mikrostruktur som er resultat av hurtig størkning. Fra US-patentskrift 4.116.723 er det kjent en klasse enkeltkrystallmaterialer som kan være homogenisert.

US-patentskrift 2.542.962 vedrører en stor klasse materialer som inkluderer noen fra Ni-Mo-Al-systemet. US-patentskrift 3.617.397 vedrører et spesielt Ni-Mo-Al-materiale som har særlig gode egenskaper. I US-patentskrift 3.904.403 beskrives det legeringer i Ni-Mo-Al-systemet og retningsbestemt størkning av disse. Fra US-patentskrifter 4.012.241 og 4.111.723 er det kjent Ni-Mo-Al-eutektika for retningsbestemt størkning.

Det kjennetegnende ved oppfinnelsen fremgår av karakteristikken i kravene 1,2 og 3.

En legering med spesiell sammensetning størknes i en bestemt retning til dannelsen av støpte enkeltkrystall-gjenstander. De størknede gjenstander varmebehandles deretter under betingelser som danner en fast oppløsning av homogen-enkeltfase. Kjemisk homogenitet og fasehomogenitet oppnås. Den homogene gjenstand avkjøles hurtig fra varmebehandlings-temperaturen slik at enkeltfasestrukturen bibeholdes effektivt ved lavere temperaturer. Til slutt eldes enkeltkrystallet ved en moderat høy temperatur for å oppnå en raffinert fordeling

av γ' -forsterkningsfasen. Som et alternativ kan størkning med plan front benyttes for å undertykke dendrittdannelsen, og dette vil eliminere behovet for oppløsningsvarmebehandlingen.

De ovennevnte og andre formål, trekk og fordeler ved oppfinnelsen vil fremgå klarere i lys av den etterfølgende detaljerte beskrivelse av foretrukne utførelsesformer, under henvisning til tegning, hvor:

Fig. 1 viser en inntegning som viser det vide og det foretrukne Al- og Mo-innhold.

Fig. 2 viser sigeegenskapene for gjenstanden ifølge oppfinnelsen som en funksjon av krystallografisk orientering.

Fig. 3 viser en Larsen-Miller-parametersammenligning (1% siging) for gjenstanden ifølge oppfinnelsen og for kjente enkeltkrystaller.

Fig. 4 viser den spenning som er nødvendig for å frembringe 1% siging i løpet av 100 timer ifølge oppfinnelsen og for to kjente gjenstander.

Oppfinnelsen vedrører en legeringsammensetning og en fremstillingsekvens som kan kombineres for å oppnå enkeltkrystallgjenstander som har særlig gode mekaniske egenskaper ved høy temperatur.

1. Legeringsammensetning.

Basislegeringen er en forholdsvis enkel legering som er basert på Ni-Mo-Al-systemet. De vide og de foretrukne sammensetningsområder er vist i tabell 1.

Tabell 1

		<u>Vekt%</u>		<u>Atom%</u>	
		<u>Al</u>	<u>Mo</u>	<u>Al</u>	<u>Mo</u>
Vidt	A	9,0	4,0	18	2,3
	B	8	18,0	17	10,8
	C	3,4	30,2	8	20,0
	D	3,5	23,3	8	15,0
Foretrukket	E	8,3	10,4	17	6,0
	F	8,2	12	17	7,0
	G	6	16,5	13	10,0
	H	6	18	13	11,0

Informasjonen i tabell 1 er også vist i fig. 1. Som angitt nedenfor kan Ta erstatte Al på atombasis. Spaltene merket Al kan således også benyttes for å angi Al + Ta-mengdene ved hensiktsmessige omregninger, slik som fagfolk er vant med. Sammensetninger over linjestykket A-B kan ikke homogeniseres, mens sammensetninger til høyre for linjestykket B-C inneholder fritt Mo og har dårlige mekaniske egenskaper. Solvuslinjen mellom legeringene som ikke inneholder fritt Mo og de som gjør det ligger nær linjen B-C. De beste egenskaper oppnås med legeringer meget nær denne solvus, men til venstre for den. Det foretrukne sammensetningsområde viser at disse legeringer tilfredstiller disse kriterier.

Disse områder overlapper visse andre legeringer, særlig legeringer som er kjent fra US-patentskrifter 3.655.462, 4.012.241 og 4.111.723. Men ifølge den foreliggende oppfinnelse oppnås det uventede mekaniske egenskaper ved kombinasjon mellom legeringen og den benyttede fremstillingssekvens. Den ternære basislegering har gode korttids mekaniske egenskaper ved høyere temperatur, men lider av mikrostrukturelle ustabiliteter som kan forårsake forringelse i mekaniske egenskaper. Disse ustabiliteter omfatter dannelsen av massive γ' -fasepartikler ved korngrenser etter lang eksponering for høyere temperaturer som fører til mekanisk svekkelse ved korngrensene. Men for visse anvendelser kan denne basislegering være fyllestgjørende. Tilsetning av Ta til legeringen i mengder på opp til 12 vekt% stabiliserer γ' -fasen mot å bli grovere og bedrer de mekaniske langtidsegenskaper sterkt. Ta er et forholdsvis tungt grunnstoff, og inkorporeringen av det i legeringen øker dennes densitet, følgelig er et foretrukket Ta-område fra 4 til 10%. Ta erstatter Al, og når Ta tilsettes til legeringen bør Al-innholdet senkes i forhold til atomprosentinnholdet tilsatt Ta, slik at de atomære innhold av Ta og Al faller innenfor de grenser som er vist i tabell 1 og fig. 1.

Hovedfasene som foreligger i legeringene med denne sammensetning er γ - og γ' -fasene. γ -fasen (fast oppløsning av nikkel) er grunnfasen hvori det finnes atskilte partikler av γ' -fasen (Ni_3Al), 40-70 vol%.

Legeringene er kjennetegnet av at de har en γ' -solvustemperatur hvorover γ' -fasen løses i γ -fasen. γ' -solvustemperaturen vil være i området 1271-1328°C. Solidus- og liquidustemperaturen for disse legeringer ligger like ved hverandre og ligger i området 1288-1354°C. Solidustemperaturen overskrider γ' -solvustemperaturen slik at legeringen kan oppløsningsbehandles uten begynnende smelting og derved forringelse i egenskaper.

Karbon er skadelig som følge av at karbider er kjerner for hulromsdannelse ved sigings- og sprekkbegynnelse ved tretthet. Dessuten er det et smeltepunktnedsettende middel som vil gjøre varmebehandling vanskeligere og vil indirekte ha en ugunstig virkning på de endelige mekaniske egenskaper. Karboninnholdet begrenses fortrinnsvis til under 100 ppm, helst under 50 ppm.

Opp til 6% Nb, 6% Ti og 6% V og blandinger kan også anvendes istedenfor Al på samme atombasis, og kan anvendes sammen med Ta. Summen av Ta, Nb, Ti og V bør ikke overskride halvparten av nominell Al på atombasis. Likeledes kan opp til halvparten av Mo erstattes med samme atommengde W og/eller Re. For visse anvendelser kan det tilsettes opp til 10% Cr og opp til 5% Co, men store mengder av disse grunnstoffer kan fremme dannelse av skadelige faser.

2. Størkning

To retningsbestemte størkningsmetoder kan benyttes, dendrittisk og plan front. Dendrittisk størkning er den normale retningsbestemte størkningsmetode for superlegeringer, og er beskrevet for enkeltkrystaller i US-patentskrift 3.494.709. Dendrittisk vekst opptrer under betingelser med moderate veksthastigheter (hastigheten for bevegelse av grenseflaten mellom fast stoff og væske) og moderat temperaturgradient (temperaturgradienten på grenseflaten mellom fast stoff og væske). Vellykket dendrittisk størkning er oppnådd ved verdier av forholdet mellom gradient og hastighet så lave som 2°C cm⁻²h for legeringene som diskuteres her.

Den dendrittiske størkning foregår over et temperaturområde, og det materiale som størkner først danner fremspring som benevnes dendritter. Væsken mellom dendrittene størkner deretter. Dendrittene og væsken mellom dendrittene har forskjellig sammensetning, og mulighetene for å oppnå homogenisering ved diffusjon

i løpet av et fornuftig tidsrom bestemmes av mellomrommet mellom dendrittene og legeringens solidustemperatur. Det har vist seg eksperimentelt at kvadratet av dendrittmellomrommet er inverst proporsjonalt med bevegelseshastigheten for grenseflaten mellom fast stoff og væske i en konstant termisk gradient. Ved en spesiell oppløsningstemperatur er den tid som går med for å oppnå en gitt grad av homogenitet proporsjonal med kvadratet av avstanden mellom dendrittene. Ut fra disse forhold fremgår at den tid som kreves for homogenisering etter dendrittisk størkning er inverst proporsjonal med størkningshastigheten. For de aktuelle legeringer, som kan homogeniseres ved høyere temperaturer på grunn av deres høye solidustemperatur, kan materiale som er dendrittisk størknet med en hastighet på 25,4 cm. pr. time homogeniseres effektivt på ca. 10 timer, mens materiale som er størknet med 12,7 cm. pr. time vil kreve ca. 20 timer for å oppnå samme grad av homogenisering. Tjue timer er omtrent den øvre tidsgrense for økonomisk homogenisering, følgelig foretrekkes det at størkningshastigheten (dvs. bevegelseshastigheten for grenseflaten mellom fast stoff og væske er over 12,7 cm pr. time.

Ved planfrontstørkning undertrykkes dendrittdannelse ved anvendelse av en meget høy gradient og en meget lav veksthastighet. For de legeringer som beskrives her fremgår det at gradienter av størrelsesorden 109°C/cm i kombinasjon med hastigheter av størrelsesorden 0,38 cm/h vil være nødvendig. Fordelen med planfrontstørkning er at mikroseigring, særlig av tungtsmeltelige metaller, elimineres effektivt, hvorved den etterfølgende behandling som benyttes kan forkortes sterkt, idet det bare er nødvendig å oppnå oppløsning av γ -fasen. Denne fordel kan balanseres mot den meget lengre størkningstid som er nødvendig.

3. Homogenisering/oppløsningsbehandling.

Materialet ifølge oppfinnelsen oppnår sine meget gode egenskaper særlig som et resultat av at det er nesten mettet med tungtsmeltelige metaller. Jo nærmere legeringen er metning, desto bedre vil dens egenskaper være. Men innhold av tungtsmeltelige metaller utover metning fører til dannelse av uvedkommende, uønskete faser som inneholder mye tungtsmeltelige metaller, noe som er meget ufordelaktig for mekaniske egenskaper, særlig duktilitet.

Nikkellegeringer, såsom legeringene ifølge oppfinnelsen, størkner dendrittisk som beskrevet i avsnittet ovenfor. Resultatet er at de størknede legeringer er kjemisk inhomogene, og områdene med kjemisk inhomogenitet er forbundet med mellomrommet mellom de tidligere støpte dendritter. Interdendrittområdene er rike på tungtsmeltelige metaller. Det er kjent å homogenisere superlegeringer med det formål å utvikle en raffinert γ' -struktur. γ' -fasen har en sammensetning med den generelle formel: $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$. For homogenisering av de fleste legeringer med det formål å styre γ' er det nødvendig å utvikle forholdsvis jevn aluminium- og titanfordeling. Dette er ikke altfor vanskelig å oppnå idet aluminium og titan er atomer som diffunderer nokså hurtig i nikkel ved høyere temperatur. Molybden og andre tungtsmeltelige metaller diffunderer nokså langsomt i forhold til aluminium og titan, og den varmebehandling som velges for å oppnå kjemisk homogenitet av aluminium og titan vil ikke bevirke homogenitet for de tungtsmeltelige metaller.

For de legeringer ifølge oppfinnelsen hvori det må oppnås homogenitet for tungtsmeltelige metaller er tidsrommet for senking av seigringsnivået for de tungtsmeltelige grunnstoffer til 1% av dets opprinnelige nivå gitt ved følgende formel:

$$t_{0,001} = \frac{0,12 \lambda^2}{D}$$

I denne formel er λ bølgelengden for seigringen eller mellomrommet for de støpte dendritter, som typisk er 0,025 cm, og D er de tungtsmeltelige metallerers diffusjonsevne ved varmebehandlingstemperature. D for molybden i nikkel er gitt ved følgende formel:

$$D = 0,86 \frac{-64.400}{2T} \quad T = \text{temperatur, K}$$

For materialet ifølge oppfinnelsen kan det innenfor denne λ (som er typisk) oppnås en 99% minskning i seigring ved en 16-timers varmebehandling ved 1316°C. Anvendelse av den mer typiske varmebehandlingstid på 4 timer ville bare gitt en 70% minskning av seigring. Varmebehandlingsområdet for disse legeringer er 1314-1321°C, som er henholdsvis γ' -solvus og begynnelse smeltepunkt.

For superlegeringer generelt er det iaktatt følgende forhold: $\lambda^2 G^4 V = \text{konstant}$,

hvor λ er dendrittmellomrommet, G er den termiske gradient og V er størkningshastigheten. En variasjon i størkningshastighet vil således ha mindre virkning på dendrittmellomrommet. Kombinasjon av disse ligninger med eksperimentell iakttagelse fører til den praktiske veiledning at det tidsrom som er nødvendig for effektiv homogenisering av tungtsmeltelige metaller er omtrent 127 delt på størkningshastigheten i cm pr. time.

Fig. 6 viser oppløsnings/homogeniseringstrinnet i skjematisk form. Legeringen har et totalt eller gjennomsnittlig innhold av tungtsmeltelig metall som er nær, men under det nivå hvor utskilling av tungtsmelteligrike faser vil opptre. I materialet etter støping er de interdendrittiske områder rike på tungtsmeltelig metall og inneholder tungtsmeltelig metall i en mengde som er mye større enn det nivå som vil forårsake utskilling av ønskete tungtsmelteligrike faser i bruk. Etter en tids bruk vil således denne uønskete utskilling opptre i interdendritt-områdene, dersom det ikke tas preventive forholdsregler.

En vanlig oppløsningsbehandling, f.eks. fire timer, vil nedsette toppseigringsnivået for tungtsmeltelig metall vesentlig, men vil ikke nedsette nivået fullstendig til under utskillingsnivået.

Bare en mer langvarig, fullstendig behandling vil homogenisere materialet til et punkt hvor innholdet av tungtsmeltelig metall er lavere enn det som vil forårsake utskilling. Generelt vil det være nødvendig med en nedsettelse på minst 90% av seigringen ved støping. Selvfølgelig vil graden av homogenisering som er nødvendig for å unngå utskilling være desto større jo nærmere det totale innhold av tungtsmeltelig metall ligger utskillingsnivået.

Som antydnet vil svikt når det gjelder å oppnå stort sett fullstendig homogenisering av innholdet av tungtsmeltelig i bruk resultere i dannelselse av tungtsmelteligrike forbindelser, såsom NiMo, med skadelige virkninger på duktilitet.

4. Avkjøling.

Som et siste trinn i varmebehandlingsprosessen er det nødvendig å avkjøle gjenstanden med høy hastighet til en lav temperatur, f.eks. 260°C. Ved hurtig avkjøling kan betydelig

vekst av γ' -fasen unngås. Ved å undertrykke dannelsen av massive γ' -fasepartikler sørges det for etterfølgende kontrollert vekst av γ' -fasen.

Det foretrekkes at kjølingen utføres med en hastighet som er lik eller større enn den kjøling som ville oppnås ved å avkjøle gjenstanden i stille luft ved romtemperatur, selv om hurtigere avkjøling kan være fordelaktig. Det har vist seg mulig å bråkjøle Ni-Al-Mo-Ta-enkeltkrystaller med vann fra 1316°C uten sprekkdannelse. Etter avkjølingstrinner vil gjenstanden være overmettet med tungtsmeltelige metaller. Det er praktisk talt umulig å undertrykke kjernedannelse fullstendig, men mengden γ' -fase vil være mindre enn likevektsmengden av γ' .

5. Eldning.

Den således fremstilte overmettete gjenstand gjenoppvarmes til en temperatur på mellom 816 og 1149°C i et tidsrom som er tilstrekkelig til å muliggjøre den kontrollerte vekst av γ' -fasen, dvs. 1-20 timer. Eldningstrinnet kan hensiktsmessig kombineres med andre prosessstrinn, såsom belegging.

Det er iaktatt eksperimentelt at γ' -fasen som dannes i eldningstrinnet er meget stabil og motstår at den blir grovere, selv etter lang tids eksponering ved høyere temperatur. Homogen sammensetning er viktig dersom γ' -partiklene skal være jevnt motstandsdyktige mot å bli grove. Dersom sammensetningen ikke er homogen, kan det i svake soner opptre lokal dannelse av grovere områder, noe som vil begrense gjenstandens egenskaper.

6. Gjenstandens egenskaper.

De resulterende gjenstander har enestående og nyttige egenskaper. Gjenstanden har en meget høy grad av kjemisk homogenitet i en grad i det minste så fin som γ' -partikkelstørrelsen. γ' -fasen er termisk stabil. Etter eldning inneholder gjenstanden dislokasjonsnett som omslutter γ' -partiklene, og det er sannsynlig at disse dislokasjonsnett er delvis ansvarlige for de lave sige-hastigheter som iakttas. Endelig er gjenstandene overmettet med tungtsmeltelige metaller, og denne overmetning med disse forsterkende grunnstoffer svarer sannsynligvis for en stor del av de meget gode mekaniske egenskaper som iakttas.

En legeringssammensetning som faller innenfor de grenser som er beskrevet ovenfor ble testet under forskjellige betingelser. Denne legering benevnes MMT 143 og inneholder 5,8% Al, 14,3% Mo, 6% Ta og resten nikkel. Til sammenligning ble også enkeltkrystallprøver av legering MAR M 200 testet. Denne legering inneholder 9 Cr, 5 Al, 2 Ti, 12,5 W, 1 Nb og resten nikkel. Prøvene av MMT 143 ble størknet dendrittisk ved 25,4 cm pr. time, oppløsningsbehandlet ved 1299°C i 10 timer og eldet ved 1079°C i 24 timer.

Disse enkeltkrystallprøver ble fremstilt med forskjellige krystallorienteringer som omfattet [100], [110] og [111]. det vil sees av resultatene at [111]-orienteringen foretrekkes. best resultater ble oppnådd for krystaller som var orientert slik at hovedspenningsaksen lå innenfor ca. 5° av en [111]-krystallakse.

Fig. 2 viser sigeegenskapene til gjenstandene ifølge oppfinnelsene (MMT 143) ved 1038°C/2109 kg/cm² som en funksjon av krystallografisk orientering. Prøvene av [100]- og [110]-orienteringen oppviste høyere duktilitet, 26%, enn [100]-orienteringen, 5%. [111]-orienteringen hadde de mest interessante egenskaper. For å fullføre [111]-testen i løpet av et fornuftig tidsrom ble testtemperaturen økt til 1066°C etter 275 timer ved 1038°C. Selv etter denne økning i temperatur var det nødvendig med ytterligere 125 timer (400 timer totalt) for å forårsake brudd. Forlengelsen ved brudd, 13%, antyder anvendbar duktilitet. Deretter ble en anne prøve av [111] MMT 143 testet vedrørende brudd ved 1038°C/2109 kg/cm². Levetiden til brudd var 1080 timer, og forlengelsen ved brudd ca. 12%.

[111]-prøven viste også lav minste sige-hastighet ved likevekt på ca. 9×10^{-6} cm/cm/h. Så vidt man vet har ikke noe annet metallmateriale oppvist en så lav sige-hastighet under så strenge testbetingelser. Sige-hastighetene i likevektstilstand for [100]- og [110]-orienteringene var henholdsvis ca. $1,1 \times 10^{-4}$ og 3×10^{-5} cm/cm/h. Selv om disse hastigheter er lave, og bedre enn sige-hastighetene for de fleste kjente superlegeringer, er de ikke så imponerende som sige-hastigheten for [111]-orienteringen.

Denne egenskap, anisotropi ved 1038°C, som en funksjon av orientering er ny og fullstendig uventet. Ifølge teknikkens stand har undersøkelse av konvensjonelle nikkel-superlegeringer, særlig MAR M 200, vist en markert egenskapsanisotropi ved lave og

moderate temperaturer f.eks. 649.760°C, men denne anisotropi ble ikke iaktatt ved høyere temperaturer, f.eks. 927°C og oppover. Gjenstandene ifølge oppfinnelsen er således nye ved at de har betydelig anisotropi ved 1038°C, dvs. at [111]-orienteringen vil vare ni ganger lenger ved 1038°C enn [100]-orienteringen vil, som vist i fig. 2.

Disse sigekurver viser også en annen enestående og gunstig egenskap hos gjenstandene ifølge oppfinnelsen. Gjenstandene synes ikke å gjennomgå vesentlig primær siging før den sekundære siging begynner. Dette er viktig og vesentlig ved at legeringene meget hurtig oppnår en meget stabil og lav deformasjonshastighet etter at de er anbrakt til test, eller tatt i bruk. At det stort sett ikke foregår primær siging er i overenstemmelse med og er blitt tolket av elektronmikroskopiske observasjoner. I konvensjonelle superlegeringer kjennetegnes andre stadiums siging av nærværet av dislokasjonsnett. Disse nett dannes (i konvensjonelle superlegeringer) under den primære siging, og tjener når de først er dannet som et hinder mot ytterligere dislokasjonsbevegelse. I gjenstandene ifølge oppfinnelsen er de iaktatt liknende nett, i γ - γ' -grenseflatene, etter avkjølingen fra oppløsnings/homogeniseringsbehandlingen og etterfølgende varmebehandling (1079°C/4 timer). De nett som derved dannes antas å funksjonere på samme måte som de som dannes under den primære siging i konvensjonelle superlegeringer. Legeringene ifølge oppfinnelsen omgår første-trinnssigingingen ved dannelse av dislokasjonsnett under varmebehandling.

Som sammenlikning svikter [100]-enkeltkrystaller av MAR M 200 testet under samme betingelser i løpet av ca. 15 timer, slik at gjenstandene ifølge oppfinnelsen med [100]-orientering har en fordel med åtte ganger så lang levetid.

Fig. 3 viser en Larsen-Miller-plotting av den spenning som er nødvendig for å oppnå 1% siging for forskjellige kombinasjoner av tid og temperatur. Det er vist en kurve for den kjente enkeltkrystallegering MAR M 200 med [100]-orientering. Dessuten er det vist to datapunkter for gjenstanden ifølge oppfinnelsen (MMT 143). Testene som ga disse datapunkter ble utført ved en belastning på 2109 kg/cm². Ved 983°C og en belastning på 2109 kg/cm² gjennomgikk MAR M 200 enkeltkrystall 1% siging på 40 timer. Under samme temperatur- spenningsbetingelser ville [100]

MMT 143 kreve 500 timer for å gjennomgå 1% siging (en forbedring på 135 ganger), eller ville gjennomgå 1% siging på 40 timer ved den mye høyere temperatur 1104°C (en temperaturforbedring på 122°C). 100 MMT ville svikte etter 600 timer ved 983°C (en forbedring på 150 ganger) eller ville på 40 timer svikte ved den høyere temperatur 1049°C (en temperaturforbedring på 67°C). Begge disse resultater er meget bedre enn ifølge teknikkens stand, og viser den markerte, potensielle fordel med gjenstandene ifølge oppfinnelsen.

Fig. 4 viser den spenning som er nødvendig for å frembringe 1% siging på 100 timer som en funksjon av temperatur for gjenstanden ifølge oppfinnelsen og noen kjente gjenstander. Denne figur er tatt fra US-patentskrift 3.617.398 (med unntakelse av data vedrørende oppfinnelsen). Legeringen MAR M 200 er beskrevet ovenfor, og Ni-Mo-Al-legeringen inneholder 18% Mo og 8% Al og ble retningsstørknet, men ikke varmebehandlet. Overlegenheten til gjenstandene ifølge oppfinnelsen fremgår klart. Gjenstandene ifølge oppfinnelsen må utsettes for 2,5 ganger så høy spenning som de ikke oppvarmete Ni-Al-Mo-legeringer for å oppnå 1% siging. Dette er en klar indikasjon på viktigheten av den prosessekvens som benyttes for fremstilling av gjenstandene ifølge oppfinnelsen.

Fig. 5 viser viktigheten av oppløsningsbehandlingen. Prøvene i fig. 5 hadde sammensetningen MMT 143 og [100]-orienteringen. Kurven som er merket "oppløsningsbehandling + eldning" viser sigeegenskapene til en prøve som er oppløsningsbehandlet ved 1299°C, bråkjølt, eldet ved 1079°C i 4 timer og deretter ved 871 i 24 timer. Kurven merket "som støpt, ingen oppløsningsbehandling" viser egenskapene til en prøve som ikke var oppløsningsbehandlet. Forskjellen i egenskaper er slående og viser klart behovet for oppløsningsbehandlingen.

Den oppløsningsbehandlede prøve i fig. 5 var oppløsningsbehandlet i 10 timer. Prøver som var behandlet ved samme temperatur i 4 timer og 20 timer oppviste meget like egenskaper.

En prøve som hadde vært oppløsningsbehandlet, men ikke eldet ble også testet vedrørende siging ved 1038°C og 2109 kg/cm², og dens likevekts-sigehastighet ble bestemt til å være 8×10^{-5} cm/cm/h.

155203

PATENTKRAV

1. Støpt nikkelsuperlegeringsgjenstand, k a r a k t e r i s e r t v e d at den omfatter et enkeltkrystall som har en sammensetning som faller innenfor punktene E-F-G-H i fig. 1, og en sammensetningsmessig homogen mikrostruktur som inneholder raffinerte, gjenutskilte γ' -partikler i en γ -grunnmasse, med en grad av seigring av tungtsmeltelig metall som er lav nok til å unngå utskilling av faser med høyt innhold av tungtsmeltelige metaller i bruk.

2. Fremgangsmåte til fremstilling av en nikkelsuperlegeringsgjenstand med høy fasthet, k a r a k t e r i s e r t v e d følgende trinn:

a) at det dannes en smeltet legering med en sammensetning som faller innenfor punktene A-B-C-D i fig. 1 og som er stort sett mettet når det gjelder innhold av tungtsmeltelig metall,

b) at legeringen retningsstørknes ved en hastighet på minst 12,7 cm/h i en gradient som er bratt nok til å muliggjøre dendrittisk størkning, hvorved det dannes et enkeltkrystall med en raffinert, støpt mikrostruktur som hovedsakelig består av γ' -partikler i en γ -grunnmasse og inneholder dendritter som har lavt innhold av tungtsmeltelige metaller og interdendrittområder som har høyt innhold av tungtsmeltelige metaller,

c) at den støpte gjenstand homogeniseres og oppløsningsbehandles ved en temperatur over γ' -solvus og nær, men under solidus i et tidsrom som er tilstrekkelig til å oppløse γ' -fasen og homogenisere mikrostrukturen med hensyn til tungtsmeltelige metaller og nedsette graden av seigring av tungtsmeltelige metaller med minst 90%,

d) at mikrostrukturen avkjøles med en hastighet som er tilstrekkelig til stort sett å undertrykke gjenutskilling av γ' -fasen og danne en mikrostruktur som er overmettet med tungtsmeltelige grunnstoffer, samt

e) at gjenstanden eldes ved en temperatur på mellom 816 og 1154°C for gjenutfelling av γ' -fasen i findelt form, hvorved det i den varmebehandlede legering ikke vil utvikles sprø faser med høyt innhold av tungtsmeltelige metaller i bruk og under betingelser med høy temperatur.

3. Fremgangsmåte til fremstilling av en nikkesuperlegeringsgjenstand med høy fasthet, k a r a k t e r i s e r t v e d følgende trinn:

- a) at det dannes en smeltet legering med en sammensetning som faller innenfor punktene A-B-C-D i fig. 1 og som er stort sett mettet når det gjelder innhold av tungtsmeltelig metall,
- b) at legeringen retningsstørknes ved en hastighet på minst 0,127 cm/h i en gradient som er bratt nok til å muliggjøre størkning med plan front, hvorved det dannes et enkeltkrystall med en raffinert, støpt mikrostruktur som hovedsakelig består av γ' -partikler i en γ' -grunnmasse og er uten innhold av dendritter,
- c) at den støpte gjenstand oppløsningsbehandles ved en temperatur over γ' -solvus og nær solidus i et tidsrom som er tilstrekkelig til å oppløse γ' -fasen,
- d) at mikrostrukturen avkjøles med en hastighet som er tilstrekkelig til stort sett å undertrykke gjenutskilling av γ' -fasen og danne en mikrostruktur som er overmettet med tungtsmeltelige grunnstoffer, samt
- e) at gjenstanden eldes ved en temperatur på mellom 816 og 1154°C for gjenutfelling av γ' -fasen i findelt form, hvorved det i den varmebehandlede legering ikke vil utvikles sprø faser med høyt innhold av tungtsmeltelige metaller i bruk under betingelser med høy temperatur.

4. Fremgangsmåte i samsvar med krav 2 og 3, k a r a k t e r i s e r t v e d at det anvendes en legering som inneholder opp til 12% Ta som en delvis, ekvatomisk erstatning av Al.

5. Fremgangsmåte i samsvar med krav 2 og 3, k a r a k t e r i s e r t v e d at det anvendes en legering hvis sammensetning faller innenfor punktene E-F-G-H i fig. 1.

6. Fremgangsmåte i samsvar med krav 2 og 3, k a r a k t e r i s e r t v e d at opp til halvparten av Al-innholdet erstattes med et grunnstoff fra gruppen Ta, Nb, Ti, V og blandinger av disse.

155203

14

7. Fremgangsmåte i samsvar med krav 2 og 3, k a r a k t-
e r i s e r t v e d at opp til halvparten av Mo-innholdet
erstattes med et grunnstoff fra gruppen som består av W og Re og
blandinger av disse.

155203

FIG. 5

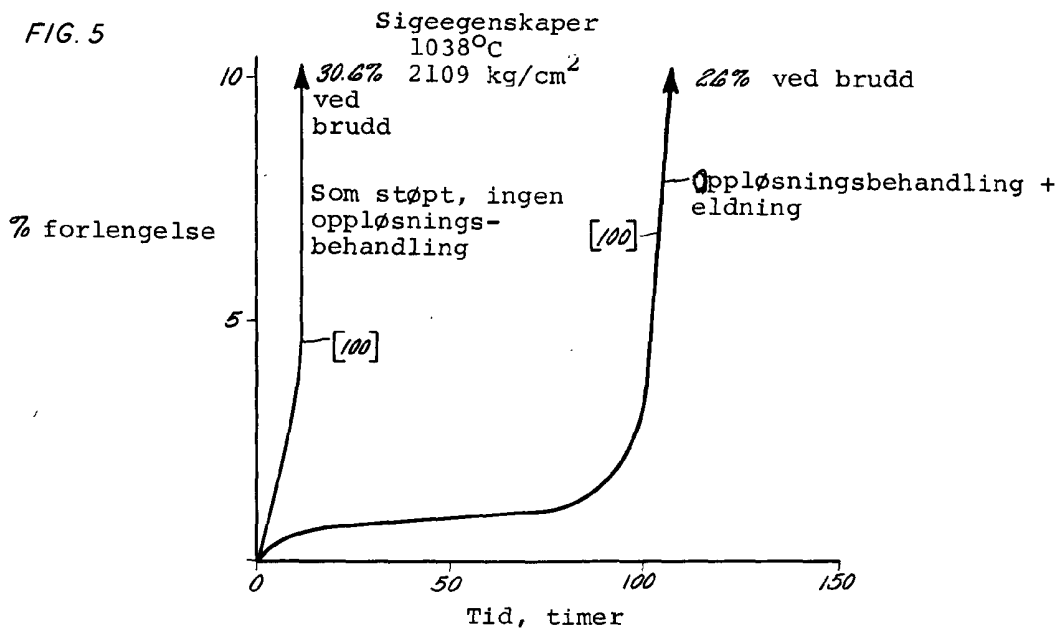


FIG. 1

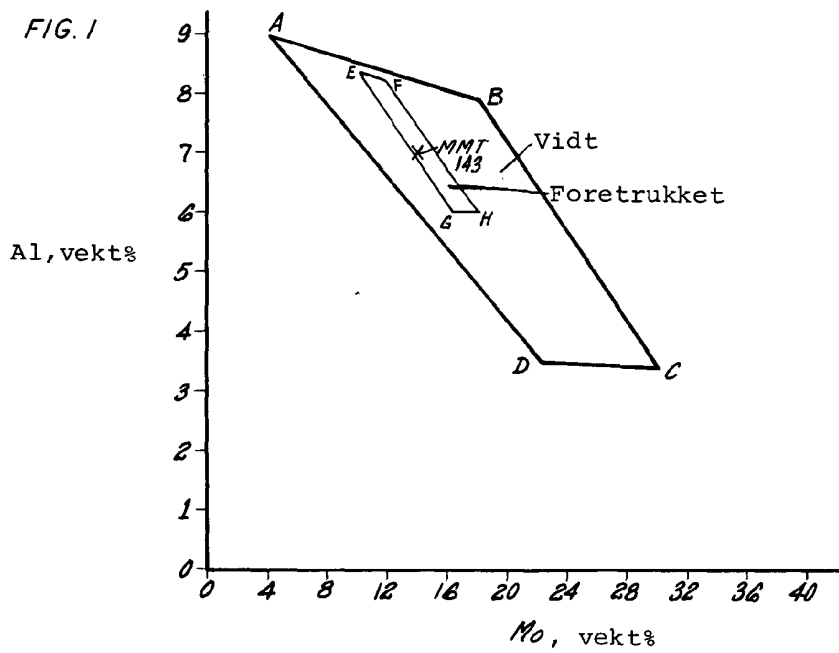
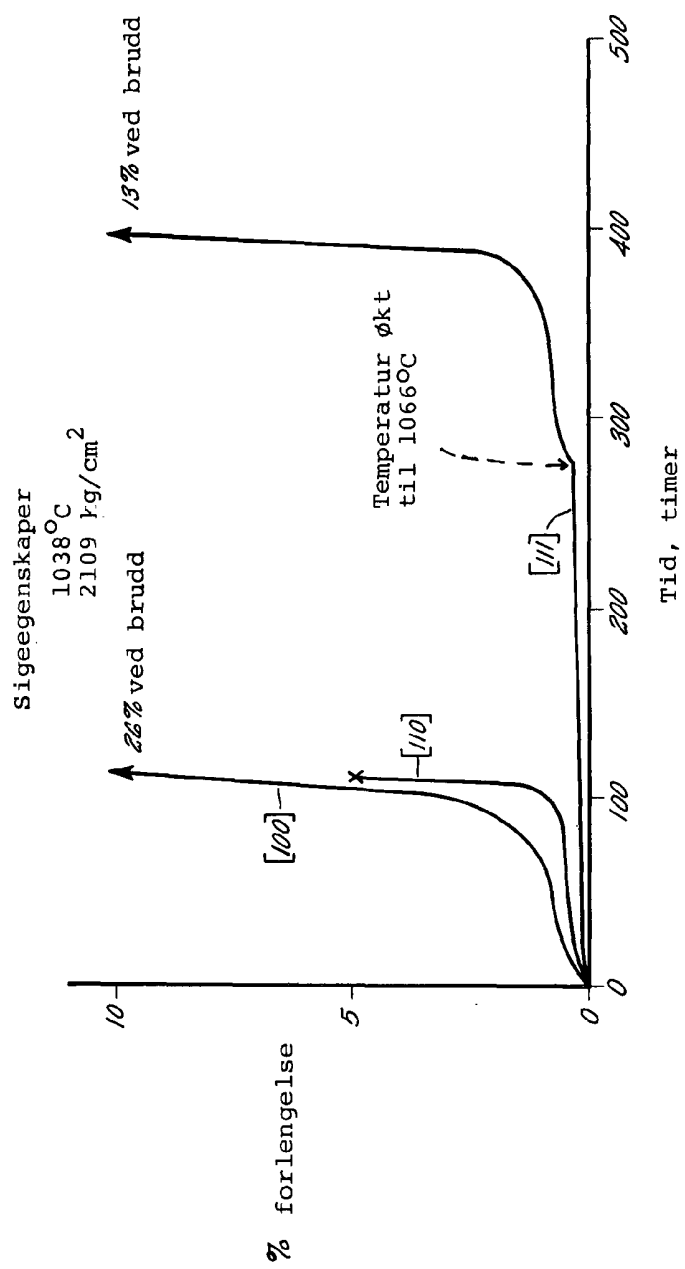


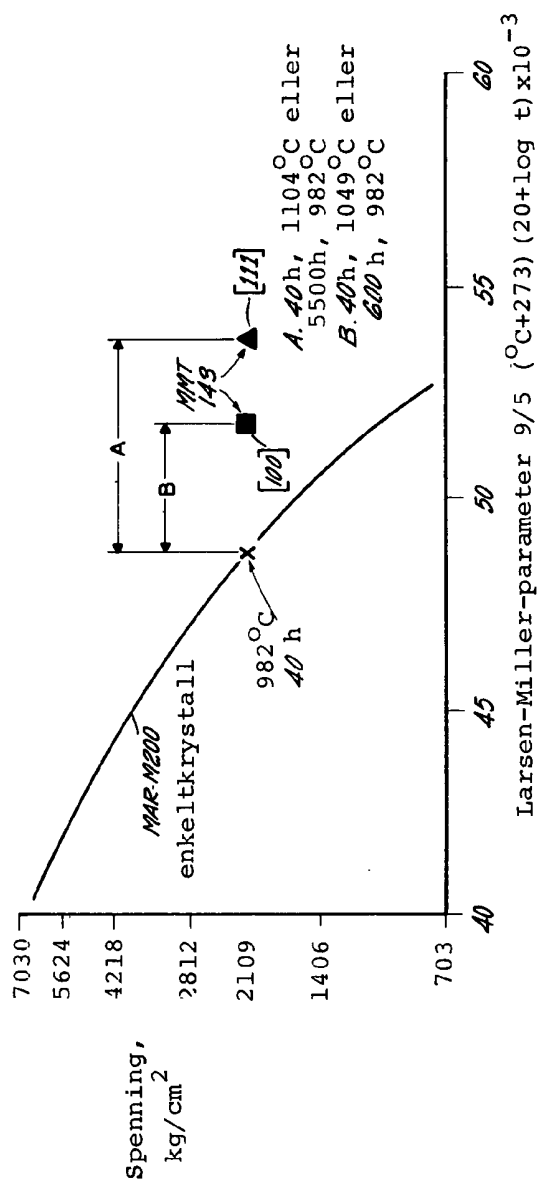
FIG. 2



155203

FIG. 3

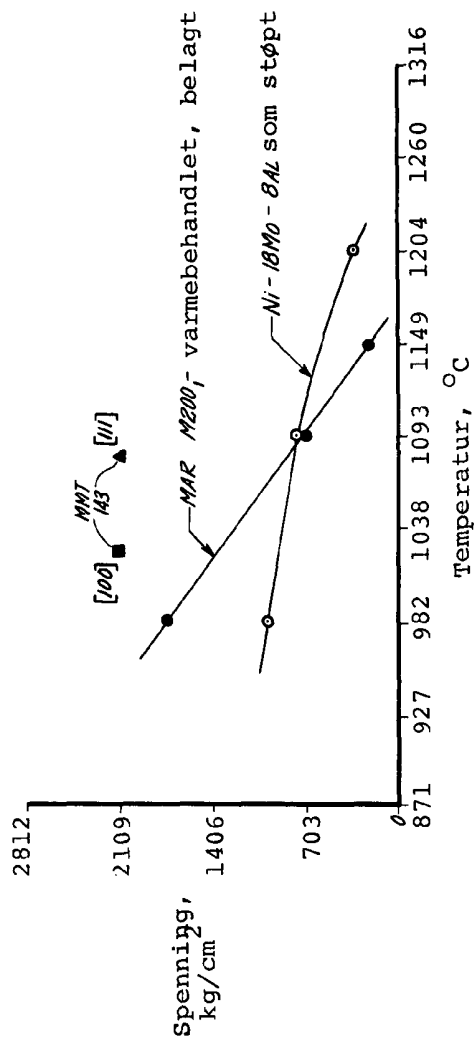
Sammenlikning av 1% siging



155203

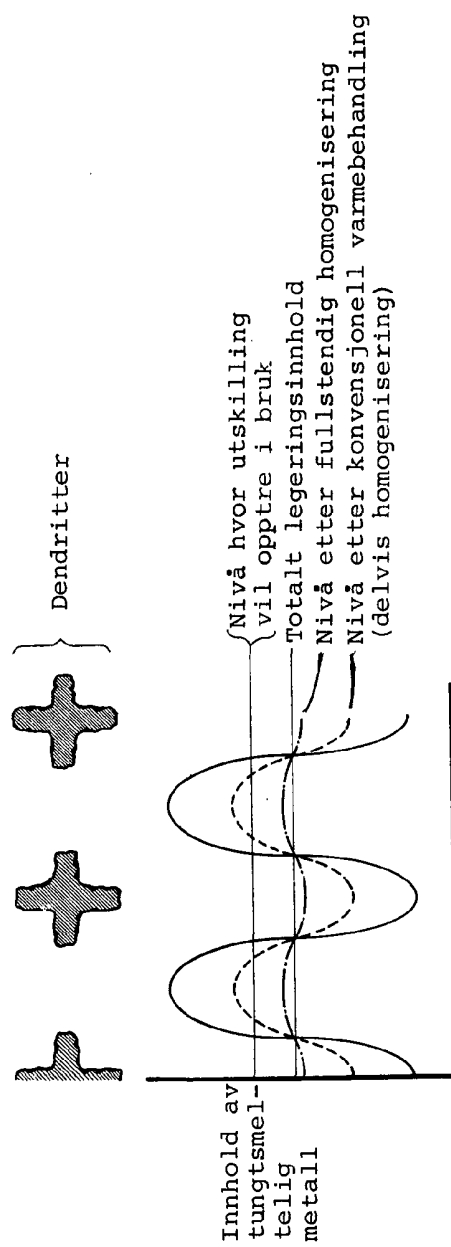
FIG. 4

Retningsstørkrnet Ni-Mo-AL & MAR M200
10% siging på 100 timer



155203

FIG. 6



155203