

12 **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

21 Anmeldenummer: **81200670.8**

51 Int. Cl.³: **C 22 F 1/10**
B 22 F 3/24, C 22 C 19/05

22 Anmeldetag: **16.06.81**

30 Priorität: **08.08.80 CH 6027/80**

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung:
17.02.82 Patentblatt 82/7

84 Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH DE FR GB LI SE

71 Anmelder: **BBC Aktiengesellschaft Brown, Boveri & Cie.**

CH-5401 Baden(CH)

72 Erfinder: **Gessinger, Gernot, Dr. Dipl.-Ing.**
Oberzelgli 525
CH-5413 Birmenstorf(CH)

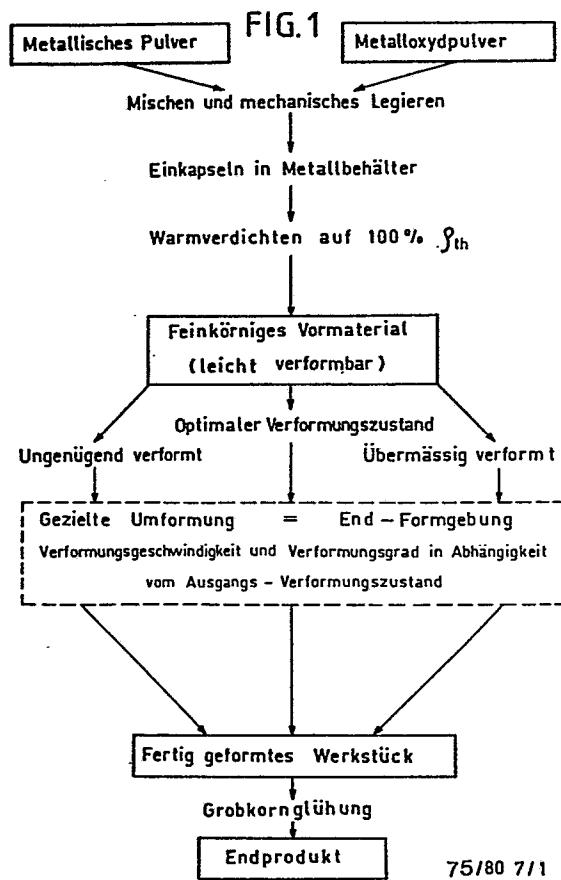
72 Erfinder: **Singer, Robert, Dr. Dipl.-Ing.**
Weite Gasse 14
CH-5400 Baden(CH)

54 **Verfahren zur Herstellung eines Werkstückes aus einer warmfesten Legierung.**

57 Ein aus einer pulvermetallurgisch hergestellten oxyddispersionsgehärteten warmfesten, ausscheidungshärtbaren Nickelsuperlegierung bestehender Rohling wird durch gezielte Umformung und nachfolgende Glühung in ein fertiges Werkstück mit grobkörnigem Gefüge übergeführt, indem bei jedem Umformschritt, mindestens aber beim letzten Teilschritt des aus Schmieden, Walzen oder Warmziehen bestehenden Prozesses ein Wertepaar Verformungsgeschwindigkeit/Verformungsgrad in verhältnismässig engen Grenzen eingehalten wird. Grobkorn lässt sich in allen Fällen unabhängig vom Zustand des Vormaterials des Rohlings erzielen, sofern eine optimale Verformungsgeschwindigkeit und ein minimaler Verformungsgrad eingehalten werden.

EP 0 045 984 A1

./...



75/80
Br/dh

- 1 -

Verfahren zur Herstellung eines Werkstückes aus einer warm-
festen Legierung

Die Erfindung geht aus von einem Verfahren zur Herstellung
eines Werkstückes nach der Gattung des Anspruchs 1.

Oxyddispersionsgehärtete Legierungen, insbesondere solche
des Nickelbasis-Typs werden allgemein nach pulvermetallur-
5 gischen Methoden hergestellt, wobei die Technologie des
mechanischen Legierens der Pulverpartikel weitgehend zur
Anwendung kommt. Um eine möglichst hohe Kriechfestigkeit
bei hohen Temperaturen zu erzielen, müssen derartige Le-
gierungen im gebrauchsfertigen Werkstück ein grobkörniges
10 Gefüge aufweisen. Die Verfahren des mechanischen Legierens
sowie die Frage der damit zusammenhängenden Weiterverar-
beitung der oxyddispersionsgehärteten Werkstoffe sind be-
kannt (z.B. J.P.Morse und J.S.Benjamin, "Mechanical
Alloying", New Trends in Materials Processing, S. 165-199,
15 insbesondere S. 177-185, American Society for Metals, Se-
minar 19./20. Oktober 1974). Um ein fertiges Werkstück zu
erhalten, muss das in einem ersten Verdichtungsschritt
(Pulver-Kompaktierung) erhaltene Vormaterial weiteren
Formgebungsoperationen unterworfen werden. Da sowohl die
20 Material- als auch die Zerspanungskosten derartiger Legie-

rungen sehr hoch sind, ist diese Formgebung nur durch

Umformen wirtschaftlich durchführbar.

Am Ende aller Verfahren steht immer eine Wärmebehandlung,
welche dazu dient, das fertig geformte Werkstück in den
5 für den Hochtemperaturbetrieb best geeigneten grobkörnigen
Gefügezustand überzuführen.

Nun hängt der Erfolg einer derartigen Grobkornglühung aber
von der gesamten Vorgeschichte des Materials ab. Beim ersten
Warmverdichtungsschritt des durch das mechanische Legieren
10 kaltverformten Pulvers wird ein 100 % dichtes, ultrafein-
körniges Vormaterial erhalten, welches sich im mittleren
bis hohen Temperaturbereich leicht verformen lässt, d.h.
sozusagen quasi-superplastische Eigenschaften besitzt. Durch
thermomechanische Umformung lässt sich daher das Vormate-
15 rial verhältnismässig leicht in die End-Form des fertigen
Werkstückes überführen. Die Frage ist nur die, ob sich am
fertigen Endprodukt ohne weiteres das notwendige Grobkorn
durch eine zusätzliche Glühung einstellen lässt. Die her-
kömmliche Praxis zeigt nun, dass dies keineswegs in allen
20 Fällen gewährleistet ist. Es müssen im Gegenteil in der
Regel sehr enge, für die Fertigung lästige Bedingungen
eingehalten werden. Die Einstellungsmöglichkeit für das
Grobkorn hängt bekanntlich von den zur Verfügung stehenden
Triebkräften, von der Keimzahl und anderen physikalischen
25 Parametern ab. Es ist durchaus nicht gleichgültig, auf
welche Art und Weise das Vormaterial erzeugt wurde. Letzte-
res kann beispielsweise durch Strangpressen bei hoher oder
tiefer Temperatur oder durch heiss-isostatisches Pressen
des mechanisch legierten, eingekapselten Pulvers erfolgen.
30 Durch das mechanische Legieren wird in der Regel ein Zu-
stand höchstmöglicher Verformung, also bis zur Sättigungs-
grenze getriebener Kaltverfestigung, hervorgerufen, welcher
in den nachfolgenden thermomechanischen Verformungsschritten

mehr oder weniger abgebaut wird. Die Praxis zeigt, dass es einen für die nachträgliche Grobkornbildung optimalen Verformungszustand des Vormaterials ("normal") gibt. Ist das Vormaterial dagegen ungenügend verformt ("underworked"),
5 weist es also zu wenig Kaltverfestigung und somit zu wenig Energie für die nachfolgende Rekristallisation auf, so ist letztere unvollständig (Mischung von nicht rekristallisiertem Feinkorn mit wenig Grobkorn) oder bleibt völlig aus. Ist jedoch das Vormaterial übermässig verformt ("over-
10 worked"), besitzt es also einen Ueberschuss an Energie für die spätere Rekristallisation, so erfolgt diese vollständig, führt jedoch zufolge zu hoher Anzahl an Kristallisationskeimen nur zu einem relativ feinkörnigen Gefüge. Letzteres lässt sich durch keine zusätzliche Wärmebehandlung
15 lung in Grobkorn überführen.

Es besteht daher das Bedürfnis, diese in der Praxis beobachteten Beengungen im Fabrikationsablauf zu durchbrechen und nach Methoden zu suchen, welche die Fertigung brauchbarer Werkstücke in einem weiten Bereich ermöglichen.

20 Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Herstellungsverfahren für oxyddispersionsgehärtete warmfeste Werkstücke anzugeben, welches unabhängig vom gewählten Verdichtungsschritt und dem dadurch bedingten Verformungszustand des Gefüges des auf diese Weise erzeugten Vormaterials in jedem
25 Fall ein für den Betrieb brauchbares grobkörniges Endprodukt gewährleistet.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäss durch die Merkmale des Anspruchs 1 gelöst.

Die Erfindung wird anhand der nachfolgenden, durch Figuren
30 erläuterten Ausführungsbeispiele beschrieben.

Dabei zeigt:

- Fig. 1 das Fliessbild (Blockdarstellung) der grundsätzlichen Verfahrensschritte,
- 5 Fig. 2 das Fliessbild der Verfahrensschritte für ungenügend verformtes Vormaterial,
- Fig. 3 das Fliessbild der Verfahrensschritte für optimal verformtes Vormaterial,
- Fig. 4 das Fliessbild der Verfahrensschritte für übermässig verformtes Vormaterial,
- 10 Fig. 5 ein Diagramm der Verformungsbedingungen zur Erzielung von Grobkörnigkeit für das fertige Werkstück, ausgehend von ungenügend verformtem Vormaterial,
- Fig. 6 ein Diagramm der Verformungsbedingungen zur Erzielung von Grobkörnigkeit für das fertige Werkstück, ausgehend von optimal verformtem Vormaterial,
- 15 Fig. 7 ein Diagramm der Verformungsbedingungen zur Erzielung von Grobkörnigkeit für das fertige Werkstück, ausgehend von übermässig verformtem Vormaterial.
- 20

In Fig. 1 ist das Fliessbild des grundsätzlichen Verfahrens in Blockdarstellung wiedergegeben. Es wird in der Regel von metallischen Pulvern, welche in Form von Elementen und/oder Vorlegierungen vorliegen können, sowie von Metalloxydpulvern als Dispersoiden ausgegangen. Die Pulver sind sehr feinkörnig, die Partikelgrösse schwankt zwischen wenigen μ

25

und etwa 60μ , die Metalloxydpulver meist noch feiner (unterhalb 1μ). Das Mischen und mechanische Legieren der Pulver wird im allgemeinen unter Schutzgasatmosphäre im Attritor durchgeführt. Dabei werden die Pulverpartikel bis zur Homogenität legiert und mit dem Dispersoid vermengt. Gleichzeitig wird die Kaltverformung bis zur Sättigungsgrenze getrieben, was sich unter anderem an der hohen Härte, welche grössenordnungsmässig bis gegen 700 Vickers-einheiten erreichen kann, bemerkbar macht. Dieser hohe, durch kein anderes Mittel erzielbare Kaltverformungsgrad ist die Voraussetzung für das Vorhandensein genügender Triebkraft für die schlussendlich am fertigen Werkstück gewünschte Grobkörnigkeit des Gefüges. Das mechanisch legierte Pulver wird in einen duktilen Metallbehälter, meist weicher Stahl, unter Vakuum eingefüllt und eingekapselt (allseitig dichte, verschweisste Dose oder Kapsel). In einem darauffolgenden Verfahrensschritt wird das eingekapselte Pulver auf 100 % der theoretischen Dichte warmverdichtet. Das Erzeugnis ist ein leicht verformbares, ultra-feinkörniges Vormaterial, welches das Ausgangsmaterial für die weitere Formgebung des Werkstückes bildet. Je nach der Art und Weise des durchgeführten Warmverformungsschrittes entsteht ein Vormaterial, welches in Bezug auf die spätere Rekristallisation ungenügend optimal oder übermässig verformt ist ("underworked", "normal", "overworked"). Die Weiterverarbeitung zum fertigen Werkstück (gezielte Umformung = End-Formgebung) erfolgt unter Bedingungen, welche auf den Verformungszustand des Vormaterials Rücksicht nehmen. Massgebende Parameter sind dabei Temperatur, Verformungsgeschwindigkeit und die im letzten Umformungsschritt zu erzielende bzw. noch notwendige Verformung, welche beispielsweise als Querschnittsveränderung ausgedrückt werden kann. Es entsteht in jedem Fall ein fertig geformtes Werkstück, welches sich durch eine Grobkornglühung

in das betriebsgerechte Endprodukt überführen lässt.

Für jeden Verformungszustand des Vormaterials lassen sich Wertepaare der für die nachträgliche Umformung in das fertige Werkstück notwendigen beiden Parameter angeben, welche die Voraussetzung zur nachfolgenden Grobkornbildung erfüllen. Dabei wählt man zweckmässig als den einen Parameter den Logarithmus der temperaturkompensierten Verformungsgeschwindigkeit:

$\log (\dot{\epsilon} D_{Ni}^{-1} / m^2)$, wobei

$$\dot{\epsilon} = \frac{d \left[\left| \ln \left(\frac{A_0}{A_f} \right) \right| \right]}{dt},$$

die Ableitung des Absolutwertes des natürlichen Logarithmus des Querschnittsverhältnisses (A_0 = Querschnittsfläche des Werkstückes vor, A_f = Querschnittsfläche nach der Umformung) des Werkstückes nach der Zeit, sowie

$$D_{Ni}$$

der temperaturabhängige Diffusionskoeffizient von Nickel bedeutet. Der andere Parameter, der Verformungsgrad wird zweckmässigerweise durch

$$\epsilon = \left| \ln \left(\frac{A_0}{A_f} \right) \right|,$$

den Absolutwert des natürlichen Logarithmus des Querschnittsverhältnisses des Werkstückes, ausgedrückt. Selbstverständlich kann man auch von der Längenänderung ausgehen und diese dann auf das Querschnittsverhältnis umrechnen.

Fig. 2 zeigt das Fließbild der Verfahrensschritte für ungenügend verformtes Vormaterial. Eine Pulvermischung wurde mechanisch legiert und in eine Dose aus weichem Stahl eingekapselt. Die Endlegierung hatte folgende Zusammen-

5 setzung:

	C:	0,05 Gew.-%
	Cr:	15 Gew.-%
	Mo:	2 Gew.-%
	W:	4 Gew.-%
10	Al:	4,5 Gew.-%
	Ti:	2,5 Gew.-%
	Ta:	2 Gew.-%
	Zr:	0,15 Gew.-%
	B:	0,01 Gew.-%
15	Y ₂ O ₃ :	1,1 Gew.-%
	Ni:	Rest

Der anschliessende Warmverdichtungsschritt bestand in einem Strangpressen bei einer Temperatur von 1075°C. Entsprechend dem Zylinderdurchmesser der Strangpresse von 229 mm und dem

20 Strangdurchmesser von 51 mm ergab sich ein Querschnittsreduktionsverhältnis von 20,25:1, was einem $\epsilon = 3$ entspricht. Das auf diese Weise erzeugte feinkörnige Vormaterial hatte eine Subkorngrösse von durchschnittlich 0,3 μ .

25 Entsprechend dem Abbau der ursprünglich eingebrachten Kaltverformung galt es als ungenügend verformt ("underworked"). Im allgemeinen weisen diese Materialien eine durchschnittliche Subkorngrösse von 0,25 μ bis 0,35 μ auf. Vom erhaltenen Stangen-Vormaterial wurde ein Stück abgeschnitten und

30 in einer Presse von 8 MN Presskraft einer Umformung in ein fertiges Werkstück unterzogen. Der Verformungsgrad ϵ betrug 1,

der logarithmische Wert der Verformungsgeschwindigkeit entsprechend

$$\log \left(\dot{\epsilon} D_{Ni}^{-1} / m^2 \right) = 17.$$

Das Werkstück wurde einer Grobkornglühung bei einer Temperatur von 1220°C während 1h unterzogen. Dabei wurde eine
5 mittlere Korngrösse von über 100 μ festgestellt. Im allgemeinen kann man unter diesen gegebenen Verhältnissen als Grobkorn jene Korngrösse verstehen, die gegenüber dem feinkörnigen Vormaterial eine Vergrößerung um mindestens einen
10 Faktor 100 bedeutet.

In Fig. 3 ist das Fließbild der Verfahrensschritte für optimal verformtes Vormaterial dargestellt. Die Ausgangslage entsprach dem unter Fig. 2 erläuterten Ausführungsbeispiel. Es wurde dieselbe Legierung verwendet und die
15 gleichen ersten Verfahrensschritte angewandt. Das Strangpressen erfolgte unter ähnlichen Bedingungen, jedoch bei einer Temperatur von 960°C. Das Reduktionsverhältnis ergab ebenfalls ein ϵ von 3. Das feinkörnige Vormaterial wies eine Subkorngrösse von 0,2 μ auf. Entsprechend dem
20 Abbau der Kaltverfestigung befand sich dieses Material im optimalen Verformungszustand ("normal"). Die durchschnittliche Subkorngrösse dieser Materialien bewegt sich im allgemeinen im Bereich von 0,15 μ bis 0,25 μ . Ein Stück des Vormaterials wurde auf einer Presse um den Verformungsgrad
25 $\epsilon = 1,1$ mit einer Verformungsgeschwindigkeit umgeformt, die dem Wert

$$\log \left(\dot{\epsilon} D_{Ni}^{-1} / m^2 \right) = 16,5 \quad \text{entsprach.}$$

Nach einer Grobkornglühung bei 1220°C/1h wurde eine Korn-

grösse von durchschnittlich $350\ \mu$ festgestellt. Auch hier war die Korngrösse um mehr als 2 Grössenordnungen angestiegen.

Fig. 4 zeigt das Fließbild der Verfahrensschritte für
5 übermässig verformtes Vormaterial. Eine Pulvermischung wurde mechanisch legiert und in eine Dose aus weichem Stahl eingekapselt. Die Endlegierung hatte folgende Zusammensetzung:

	C:	0,077 Gew.-%
10	Co:	8,5 Gew.-%
	Cr:	16 Gew.-%
	Mo:	1,75 Gew.-%
	W:	2,6 Gew.-%
	Ta:	1,75 Gew.-%
15	Nb:	0,9 Gew.-%
	Al:	3,4 Gew.-%
	Ti:	3,4 Gew.-%
	Zr:	0,1 Gew.-%
	Y_2O_3 :	1,5 Gew.-%
20	Ni:	Rest

Der Warmverformungsschritt zur Verdichtung des eingekapselten Pulvers auf 100 % der theoretischen Dichte bestand in einem heiss-isostatischen Pressen bei einer Temperatur von 950°C während 4h unter einem Druck von 135 MPa. Die Höhe
25 des ursprünglichen zylindrischen Körpers von 200 mm wurde dabei auf 150 mm reduziert. Das entsprechende ϵ ergab sich zu 0,3. Das auf diese Weise erzeugte feinkörnige Vormaterial hatte eine Subkorngrösse von durchschnittlich $0,14\ \mu$. Entsprechend dem geringeren Abbau der Kaltverfestigung des Pulvers galt dieses Material als übermässig
30

verformt ("overworked"). Die Subkorngrösse derartiger Materialien ist in der Regel $\leq 0,15 \mu$. Das Vormaterial wurde auf einer Presse um den Verformungsgrad $\epsilon = 0,3$ mit einer Verformungsgeschwindigkeit umgeformt, welche dem
5 logarithmischen Wert von

$$\log (\dot{\epsilon} D_{Ni}^{-1} / m^2) = 18 \quad \text{entsprach.}$$

Das Werkstück wurde einer Grobkornglühung bei einer Temperatur von 1220°C während 1h unterzogen. Dabei wurde eine mittlere Korngrösse von über 60μ festgestellt, was eindeutig
10 in diesem Falle Grobkorn bedeutet.

Fig. 5 zeigt ein Diagramm der experimentell ermittelten Verformungsbedingungen zur Erzielung von Grobkörnigkeit für das fertige Werkstück für den Fall, dass von ungenügend verformtem Vormaterial ("underworked") ausgegangen wird.
15 Die Verformungsbedingungen sind als Wertepaare der Verformungsgeschwindigkeit und des Verformungsgrades dargestellt. Jeder Schnittpunkt eines Abszissenwertes mit einem Ordinatenwert stellt einen bestimmten, die Verformungsbedingung charakterisierenden Zustand, jedoch nicht einen funktio-
20 nalen Zusammenhang zwischen Verformungsgeschwindigkeit und Verformungsgrad dar. Fällt der Schnittpunkt innerhalb des schraffierten Gebietes, so sind die Bedingungen für den Erfolg einer nachträglichen Grobkornglühung am fertigen Werkstück erfüllt. Fällt der Schnittpunkt ausserhalb des
25 schraffierten Gebietes, so kann nicht mehr mit Grobkornbildung gerechnet werden. Entweder bleibt dann die Rekristallisation zumindest teilweise aus oder es bildet sich ein für den Betrieb unerwünschtes feinkörniges Gefüge aus.

Dem Diagramm ist zu entnehmen, dass zur Erzielung von Grob-
30 korn die Verformungsgeschwindigkeit sich in ziemlich engen

Grenzen zu halten hat, dass ein optimaler Wert unabhängig vom Verformungsgrad existiert und dass letzterer ein gewisses Minimum nicht unterschreiten darf. Der Wert für

$$\log \left(\dot{\epsilon} D_{Ni}^{-1} / m^2 \right)$$

5 soll zwischen 16,5 und 20 liegen, optimal bei etwa 18 (strichpunktierte Horizontale), während

$$\epsilon \geq 0,5$$

sein soll. Das günstige Gebiet im Diagramm ist parallel zur Abszisse offen, was bedeutet, dass dem Verformungsgrad
10 nach oben keine Grenzen gesetzt sind.

Fig. 6 ist ein Diagramm der experimentell ermittelten Verformungsbedingungen zur Erzielung von Grobkörnigkeit für das fertige Werkstück für den Fall, dass von optimal verformtem Vormaterial ("normal") ausgegangen wird. Das
15 schraffierte Gebiet stellt wieder die Gesamtheit der Schnittpunkte je eines Abszissen- und Ordinatenwertes dar, für welchen die Grobkornbildung anlässlich der nachfolgenden Glühung gewährleistet ist.

Wurde z.B. ein Vormaterial gemäss den unter Fig. 3 erläuterten
20 Kennzeichen, jedoch mit einer Verformungsgeschwindigkeit entsprechend

$$\log \left(\dot{\epsilon} D_{Ni}^{-1} / m^2 \right) = 13,4 \quad \text{bis auf} \quad \epsilon = 1,0$$

verformt, so wurde nach anschliessender Glühung bei 1220°C/1h kein Grobkorn erhalten. Das gleiche Material entsprechend

25 $\log \left(\dot{\epsilon} D_{Ni}^{-1} / m^2 \right) = 16 \quad \text{bis auf} \quad \epsilon = 1,1$

verformt ergab eindeutig Grobkorn.

Das Diagramm zeigt, dass immer dann, wenn grössere Verformungen des Werkstückes entsprechend $\epsilon > 1,0$ notwendig sind, sich die Verformungsgeschwindigkeit in engen Grenzen zu halten hat, die dem Wert für

$$\log (\dot{\epsilon} D_{Ni}^{-1} / m^2)$$

zwischen 15,5 und 20, optimal etwa 18 entsprechen. Der Wert für ϵ ist hingegen nicht begrenzt, kann also beliebig klein, im Grenzfall auch Null sein (keine weitere Umformung von der Praxis her möglich bzw. erwünscht). Im Bereich niedriger Verformungsgrade für die End-Formgebung entsprechend

$$0 \leq \epsilon < 0,3$$

ist der Bereich für die Verformungsgeschwindigkeit erweitert und erreicht für

$$\log (\dot{\epsilon} D_{Ni}^{-1} / m^2)$$

Werte, die zwischen etwa 10 und 22 liegen. Das heisst für die Praxis, dass im Falle kleiner Verformungen (z.B. Nachpressen zur Erzielung höherer Genauigkeit und Oberflächen-güte des Werkstückes) die Verformungsgeschwindigkeit für zuvor optimal verformtes Vormaterial nicht so kritisch ist wie bei höheren Verformungsgraden.

Fig. 7 zeigt ein Diagramm der experimentell ermittelten Verformungsbedingungen zur Erzielung von Grobkörnigkeit für das fertige Werkstück für den Fall, dass von übermässig verformtem Vormaterial ("overworked") ausgegangen wird.

Das oben definierte schraffierte Gebiet nähert sich zwar der Ordinate, erreicht sie aber nicht ganz. Im Bereich niedriger Verformungsgrade entsprechend

$$0,1 < |\varepsilon| < 0,2$$

5 liegt der zulässige Wert für

$$\log (\dot{\varepsilon} D_{Ni}^{-1} / m^2)$$

etwa zwischen 14 und 18, für höhere Verformungsgrade entsprechend

$$|\varepsilon| > 0,8$$

10 zwischen 16 und 20, optimal wieder bei ungefähr 18. Im übrigen besteht im niedrigen Verformungsbereich entsprechend

$$0,1 < |\varepsilon| < 0,6$$

15 etwa ein linearer Zusammenhang mit dem Mittelwert des Logarithmus der Verformungsgeschwindigkeit. Der Verformungsgrad ε muss mindestens 0,1 erreichen.

Wurde ein Vormaterial gemäss den unter Fig. 4 erläuterten Kennzeichen, jedoch mit einer Verformungsgeschwindigkeit entsprechend

20 $\log (\dot{\varepsilon} D_{Ni}^{-1} / m^2) = 12,5$ bis auf $\varepsilon = 0,3$

verformt, so wurde nachträglich kein Grobkorn erhalten, während das Wertepaar 16,6 (Ordinate) / 0,27 (Abszisse) nach einer Glühung bei 1220°C zu Grobkorn führte.

Aus den Diagrammen nach Fig. 5, 6 und 7 lässt sich entnehmen, dass es für alle Gefüge- und Verformungszustände des Vormaterials einen gemeinsamen optimalen Bereich für den Logarithmus der Verformungsgeschwindigkeit für das umzuformende Werkstück gibt, welcher unabhängig vom zu erreichenden Verformungsgrad bei einem Wert von $18 \pm 1,0$ liegt. Die Verformungsgeschwindigkeit muss also in einem verhältnismässig engen kritischen Bereich gehalten werden. Einzige zusätzliche Bedingung ist, dass der Verformungsgrad hoch genug ist, sofern man den Zustand des Vormaterials nicht genügend kennt.

Diese Verformungsbedingungen gelten sowohl für einen einzigen Verformungsschnitt wie auch für einen aus Teilschritten bestehenden komplizierten Umformprozess. Dabei müssen in jedem Fall während der Durchführung des letzten Teilschrittes die oben erwähnten Bedingungen eingehalten werden. Aus dem Vorstehenden geht eindeutig hervor, dass letztlich der Gefüge- und Kaltverfestigungszustand des Vormaterials (also die Ausgangsbedingungen) weitgehend belanglos ist. Es gelingt immer, ein Grobkorn nach der Endglühung zu erzielen. Die Umformung zum fertigen Werkstück kann durch Schmieden, Walzen, Pressen, Hämmern oder Warmziehen oder eine beliebige Kombination dieser Prozesse erfolgen.

Das Vormaterial kann durch heiss-isostatisches Pressen oder durch Strangpressen in herkömmlicher Weise hergestellt werden.

Das Verfahren ist allgemein auf den in den Beispielen angegebenen Legierungstyp und verwandte dispersionsgehärtete und zur Ausscheidungshärtung geeignete hochnickelhaltige austenitische Superlegierungen anwendbar.

Durch das erfindungsgemäße Verfahren wurden die für die weitere Formgebung eines Werkstückes aus einer dispersionsgehärteten Nickellegierung einzuhaltenden Arbeitsbedingungen als Wertepaare Verformungsgeschwindigkeit/Verformungsgrad zur nochmaligen Erzielung eines grobkörnigen, für den Betrieb bei hoher Temperaturen optimalen Gefüges festgelegt und in Diagrammen übersichtlich dargestellt. Das Verfahren gewährleistet, in jedem Fall, unabhängig vom ultra-feinkörnigen Vormaterial und dessen Kaltverfestigungsgrad, im Endprodukt Grobkorn zu erzielen.

P a t e n t a n s p r ü c h e

1. Verfahren zur Herstellung eines Werkstückes aus einer ein Metalloxyd als härtendes Dispersoid enthaltenden warmfesten ausscheidungshärtbaren austenitischen Legierung hohen Nickelgehaltes nach den Methoden der Pulvermetallurgie, wobei ein metallisches Pulver mit einem Metalloxydpulver gemischt, mechanisch legiert, in einem Metallbehälter eingekapselt und durch Warmverdichten auf 100 % der theoretischen Dichte verdichtet wird, dergestalt, dass ein leicht verformbares sehr feinkörniges Vormaterial erzeugt wird, welches zur Weiterverarbeitung geeignet ist, wobei am Schluss eine Grobkornglühung vorgesehen ist, dadurch gekennzeichnet, dass besagtes Vormaterial durch eine gezielte, die End-Formgebung beinhaltende Umformung in das fertige Werkstück übergeführt wird, wobei die Verformungsgeschwindigkeit und der Verformungsgrad in Abhängigkeit des Vormaterials, welches eine ungenügende, optimale oder übermässige Verformung aufweisen kann, derart bestimmt werden, dass der Logarithmus der temperaturkompensierten Verformungsgeschwindigkeit, ausgedrückt als

$$\log (\dot{\epsilon} D_{Ni}^{-1} / m^2), \text{ wobei}$$

$$\dot{\epsilon} = \frac{d \left[\ln \left(\frac{A_0}{A_f} \right) \right]}{dt} \quad \text{und}$$

- A_0 die Querschnittsfläche des Werkstückes vor der Umformung A_f diejenige nach der Umformung, sowie D_{Ni} der temperaturabhängige Diffusionskoeffizient von Nickel bedeutet,

bei a). ungenügender Verformung des Vormaterials zwischen den Werten 16,5 und 20 liegt,

5 bei b). optimaler Verformung des Vormaterials im Bereich niedriger Verformungsgrade für die End-Formgebung dargestellt durch $0 \leq \varepsilon < 0,3$, wobei

$$\varepsilon = \left| \ln \left(\frac{A_0}{A_f} \right) \right| \quad \text{bedeutet,}$$

10 zwischen den Werten 10 und 22 liegt und im Bereich höherer Verformungsgrade für die End-Formgebung, dargestellt durch $\varepsilon > 1,0$ zwischen den Werten 15,5 und 20 liegt,

15 bei c). übermässiger Verformung des Vormaterials im Bereich niedriger Verformungsgrade für die End-Formgebung, dargestellt durch $0,1 < |\varepsilon| < 0,2$ zwischen den Werten 14 und 18 liegt und im Bereich höherer Verformungsgrade für die End-Formgebung, dargestellt durch $|\varepsilon| > 0,8$ zwischen 16 und 20 liegt, und dass der Verformungsgrad für die End-Formgebung, dargestellt durch ε

20 bei a). ungenügender Verformung des Vormaterials mindestens den Wert 0,5 erreicht,

bei b). optimaler Verformung des Vormaterials beliebig klein, also auch Null sein kann,

25 bei c). übermässiger Verformung des Vormaterials im Bereich niedriger Verformungsgrade für die End-Formgebung, dargestellt durch $0,1 < |\varepsilon| < 0,6$ linear mit der Verformungsgeschwindigkeit ansteigt, mindestens aber den Wert 0,1 erreicht.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der Logarithmus der temperaturkompensierten Verformungsgeschwindigkeit für die End-Formgebung, ausgedrückt als

5
$$\log \left(\dot{\epsilon}_{Ni} D^{-1} / m^2 \right)$$

unabhängig vom zu erzielenden Verformungsgrad und unabhängig vom Ausgangs-Verformungszustand des Vormaterials den Wert von $18 \pm 1,0$ aufweist.

- 10 3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das leicht verformbare sehr feinkörnige Vormaterial durch heiss-isostatisches Pressen oder durch Strangpressen hergestellt wird.
- 15 4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Vormaterial eine ungenügende Verformung aufweist, durch Strangpressen eines eingekapselten Pulvers mit einem Reduktionsverhältnis von 20:1 bei einer Temperatur von 1075°C hergestellt wird und eine Subkorngrösse von 0,25 bis $0,35 \mu$ besitzt.
- 20 5. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Vormaterial eine optimale Verformung aufweist, durch Strangpressen eines eingekapselten Pulvers mit einem Reduktionsverhältnis von 20:1 bei einer Temperatur von 950°C hergestellt wird und eine Subkorngrösse von 0,15 bis $0,25 \mu$ besitzt.
- 25 6. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Vormaterial eine übermässige Verformung aufweist, durch heissisostatisches Pressen eines eingekapselten Pulvers mit einer Höhenabnahme der Kapsel von 30 % bei

einer Temperatur von 950°C während 4 h unter einem Druck von 135 MPa hergestellt wird und eine Subkorngrösse von höchstens 0,15 μ besitzt.

7. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die warmfeste austenitische Legierung die nachfolgende Zusammensetzung hat:

	C:	0,05 Gew.-%
	Cr:	15 Gew.-%
	Mo:	2 Gew.-%
10	W:	4 Gew.-%
	Al:	4,5 Gew.-%
	Ti:	2,5 Gew.-%
	Ta:	2 Gew.-%
	Zr:	0,15 Gew.-%
15	B:	0,01 Gew.-%
	Y ₂ O ₃ :	1,1 Gew.-%
	Ni:	Rest

8. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die warmfeste austenitische Legierung die nachfolgende Zusammensetzung hat:

	C:	0,077 Gew.-%
	Co:	8,5 Gew.-%
	Cr:	16 Gew.-%
	Mo:	1,75 Gew.-%
25	W:	2,6 Gew.-%
	Ta:	1,75 Gew.-%
	Nb:	0,9 Gew.-%
	Al:	3,4 Gew.-%
	Ti:	3,4 Gew.-%
30	Zr:	0,1 Gew.-%

Y_2O_3 : 1,5 Gew.-%
Ni: Rest

- 5 9. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Umformung zum fertigen Werkstück durch Schmieden, Walzen, Pressen, Hämmern oder Warmziehen durchgeführt wird.
- 10 10. Verfahren nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, dass die Umformung des Vormaterials in das fertige Werkstück in mehreren aufeinanderfolgenden Teilschritten durchgeführt wird, dergestalt, dass der letzte Teilschritt den in den Ansprüchen 1 und 2 sowie den Ansprüchen 4, 5 und 6 angeführten Verformungsbedingungen genügt.

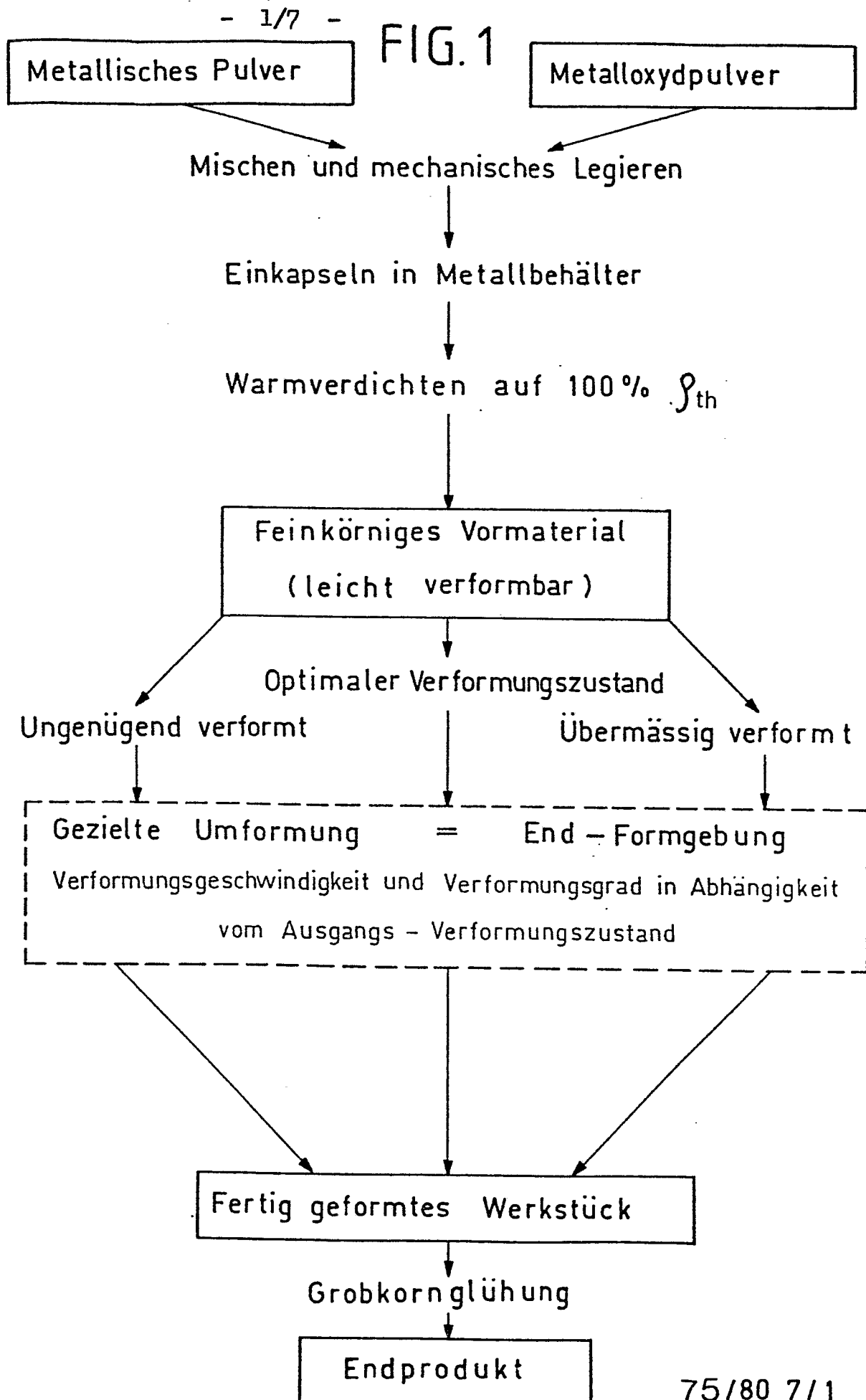


FIG. 2

- 2/7 -

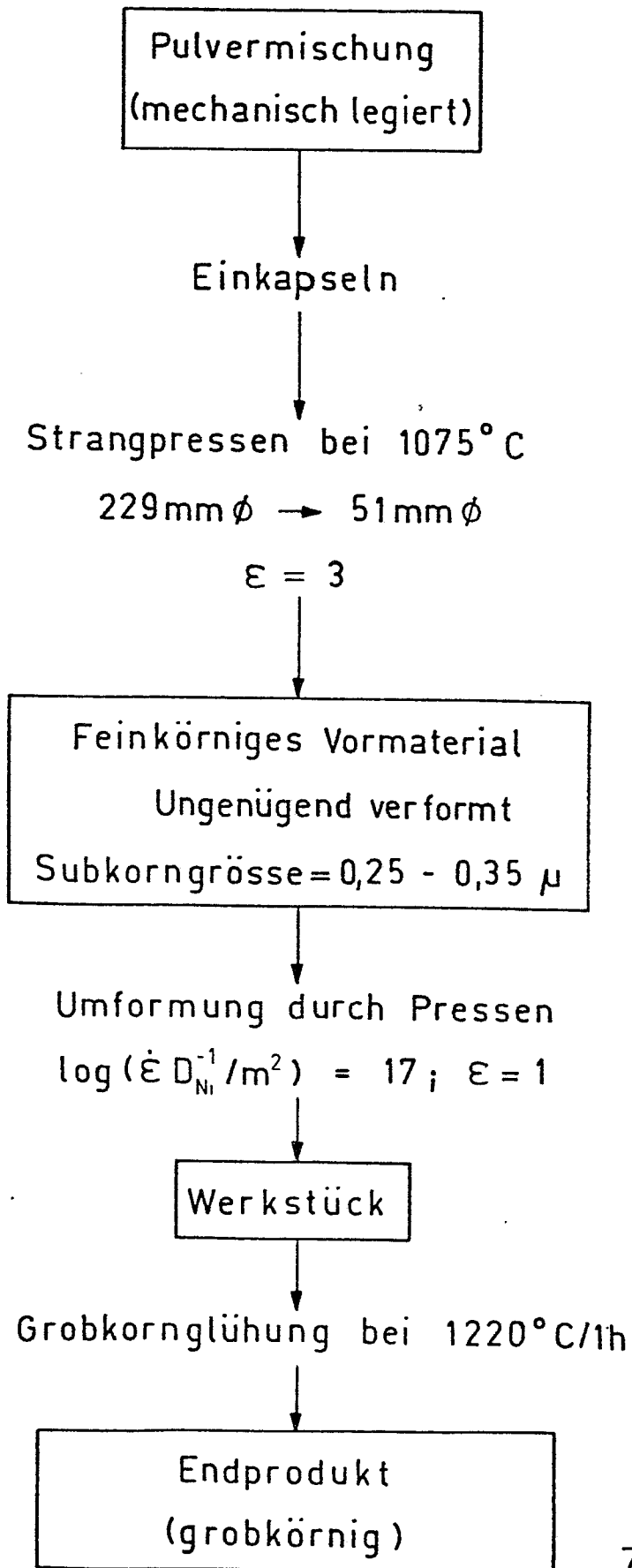


FIG. 3

- 3/7 -

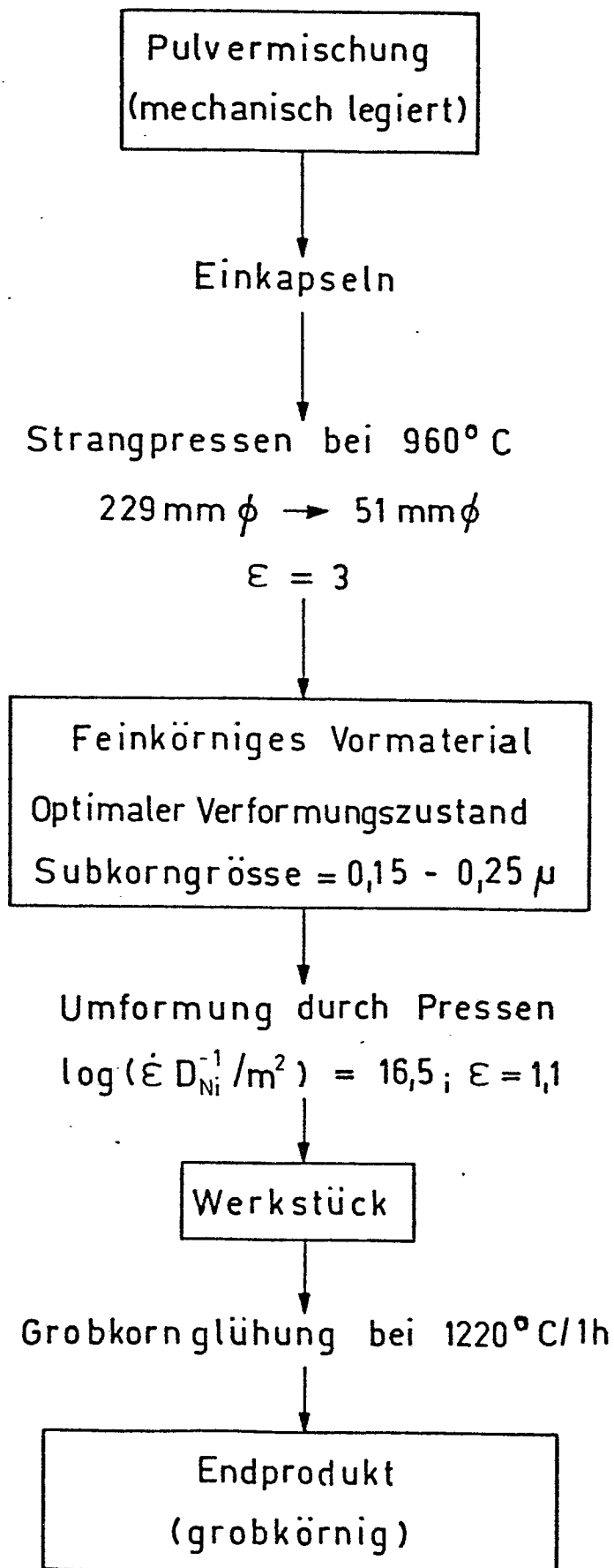


FIG. 4

- 4/7 -

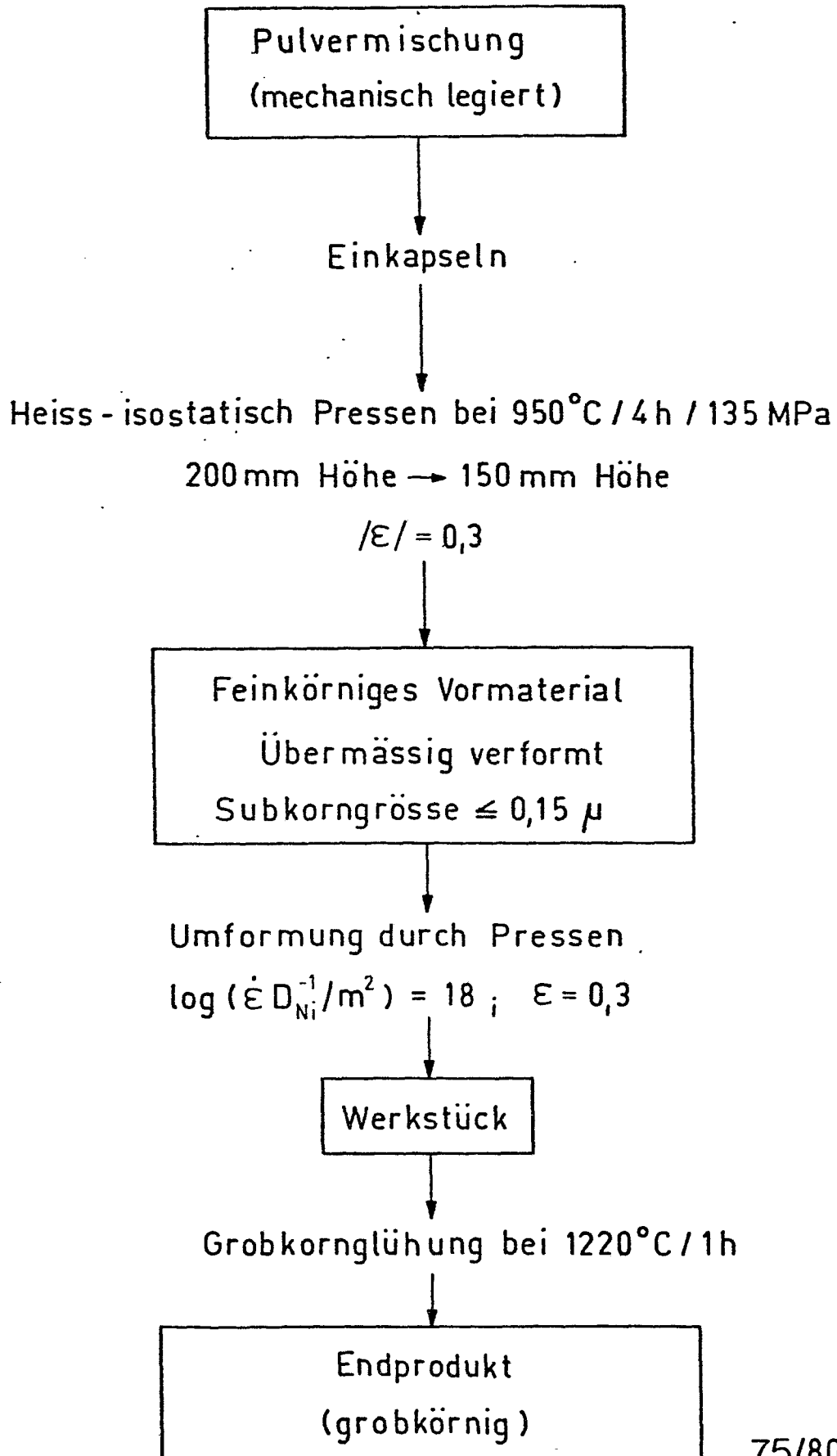


FIG. 5

- 5/7 -

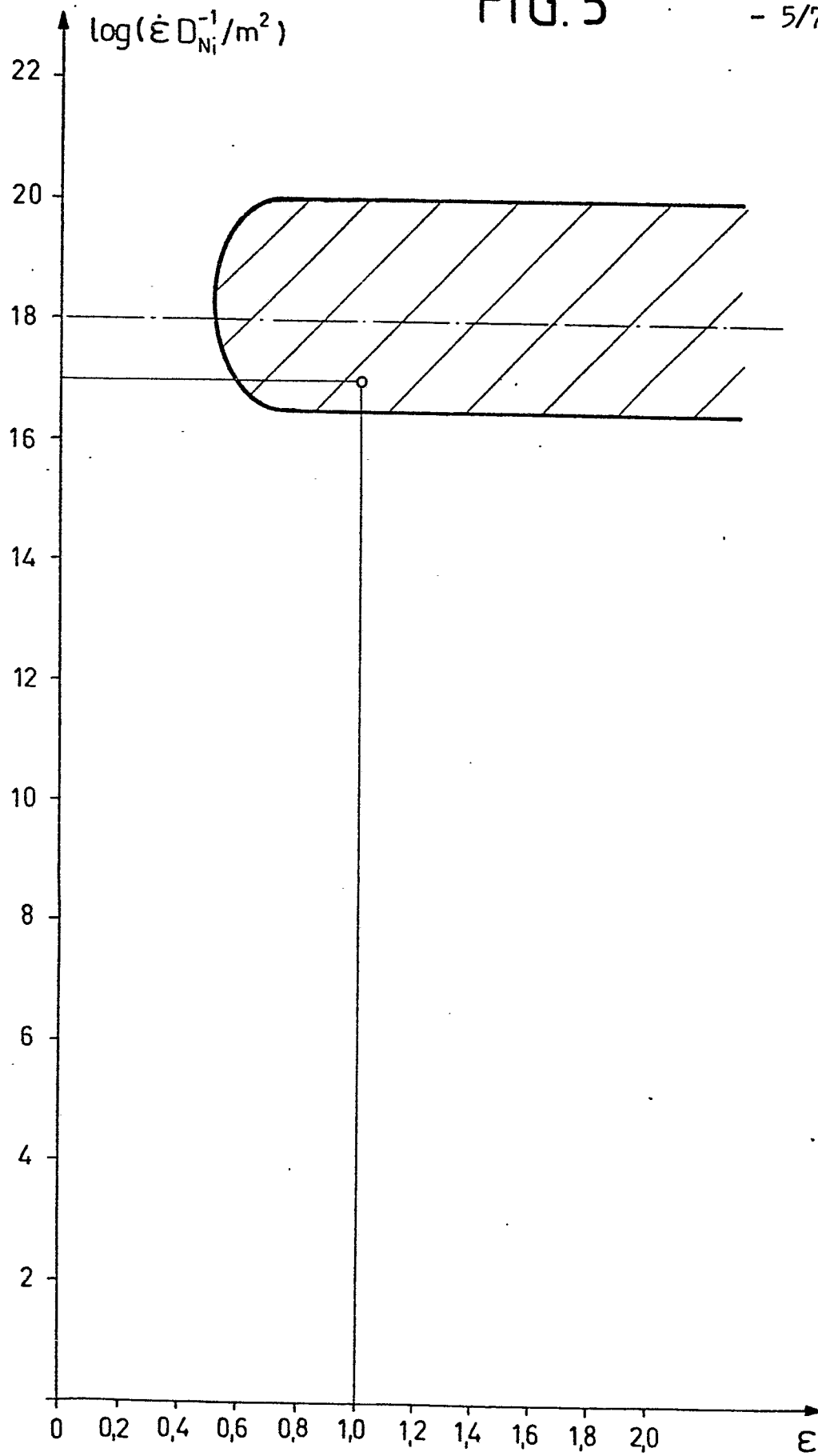


FIG. 6

- 6/7 -

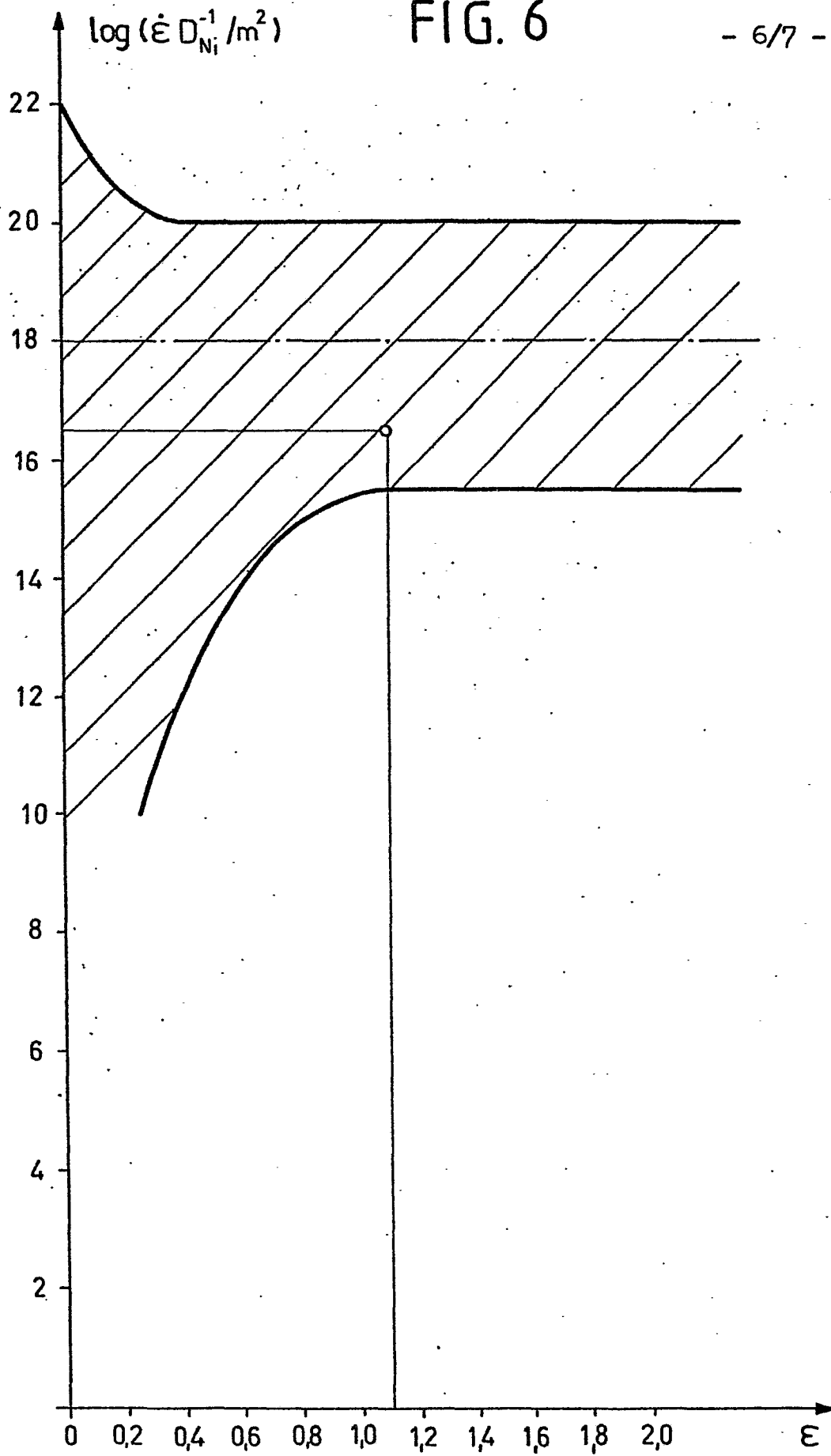
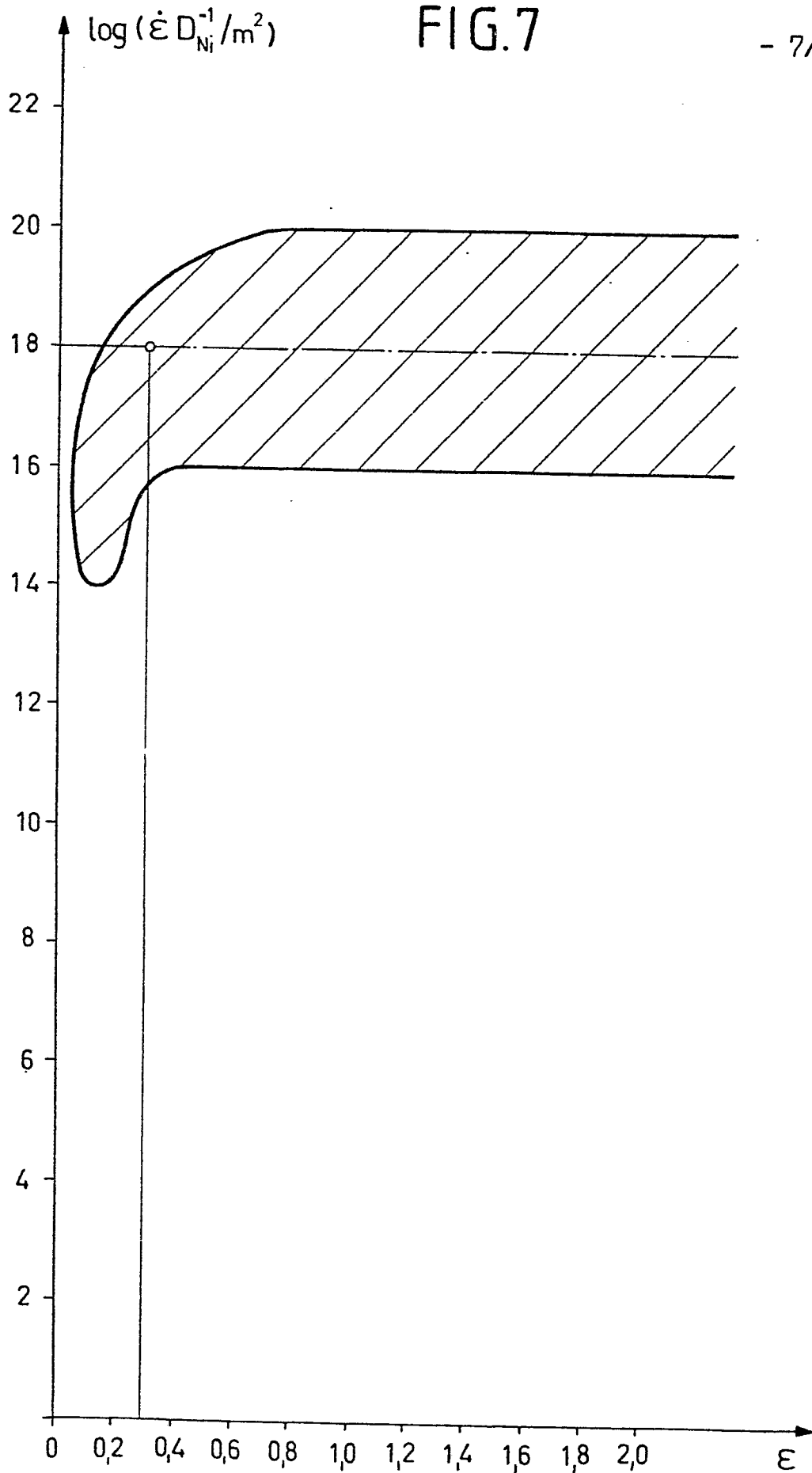


FIG.7

- 7/7 -





Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

0045984

Nummer der Anmeldung

EP 81 20 0670

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE		KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl.)	
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	betrifft Anspruch	
	<p><u>DE - A - 2 133 186</u> (INTERNATIONAL NICKEL LTD.)</p> <p>* Ansprüche 1,2,6; Seite 3, Zeilen 8-19; Seite 4, Zeile 26 - Seite 5, letzte Zeile *</p> <p>--</p> <p><u>FR - A - 2 170 100</u> (INTERNATIONAL NICKEL LTD.)</p> <p>* Ansprüche 1,3,7; Seite 6, Zeilen 13-32 *</p> <p>& DE - A - 2 303 802</p> <p>--</p> <p><u>DE - A - 2 353 971</u> (INTERNATIONAL NICKEL LTD.)</p> <p>* Ansprüche 1,3,5,7,18; Seite 5, Zeilen 16-21 *</p> <p>--</p> <p><u>FR - A - 2 328 538</u> (BBC)</p> <p>* Ansprüche 1-6 *</p> <p>& DE - A - 2 552 285</p> <p>-----</p>	<p>1-8</p> <p>1-8</p> <p>7</p> <p>6,8</p>	<p>C 22 F 1/10 B 22 F 3/24 C 22 C 19/05</p> <p>RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl.)</p> <p>C 22 F 1/10 B 22 F C 22 C</p> <p>KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE</p> <p>X: von besonderer Bedeutung A: technologischer Hintergrund O: nichtschriftliche Offenbarung P: Zwischenliteratur T: der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E: kollidierende Anmeldung D: in der Anmeldung angeführtes Dokument L: aus andern Gründen angeführtes Dokument & Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument</p>
<p><i>h</i> Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt</p>			
Recherchenort	Abschlußdatum der Recherche	Prüfer	
Den Haag	09-11-1981	SCHRUERS	