



(19)  
Bundesrepublik Deutschland  
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 60 2005 001 754 T2 2008.04.30**

(12) **Übersetzung der europäischen Patentschrift**

(97) **EP 1 657 011 B1**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **60 2005 001 754.2**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **05 256 876.3**

(96) Europäischer Anmeldetag: **07.11.2005**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **17.05.2006**

(97) Veröffentlichungstag

der Patenterteilung beim EPA: **25.07.2007**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **30.04.2008**

(51) Int Cl.<sup>8</sup>: **B22F 9/00 (2006.01)**

**B22F 9/16 (2006.01)**

**B22F 9/28 (2006.01)**

(30) Unionspriorität:

**987887 12.11.2004 US**

(73) Patentinhaber:

**General Electric Co., Schenectady, N.Y., US**

(74) Vertreter:

**Rüger und Kollegen, 73728 Esslingen**

(84) Benannte Vertragsstaaten:

**DE, FR, GB**

(72) Erfinder:

**Woodfield, Andrew Philip, Cincinnati Ohio 45243, US; Ott, Eric Allen, Cincinnati Ohio 45241, US; Shambles, Clifford Earl, Cincinnati Ohio 45242, US; Gigliotti, Michael Francis Xavier, Scotia, New York 12302, US; Utah, David Alan, Cincinnati Ohio 45247, US; Turner, Alan Glen, Cincinnati Ohio 45215, US**

(54) Bezeichnung: **Artikel mit verteilten ultrafeinen Titian-borid Partikeln in einer titanbasierten Matrix.**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

## Beschreibung

**[0001]** Diese Erfindung betrifft die Erzeugung von Artikeln, welche metallische Titanbasiszusammensetzungen enthalten, und insbesondere die Erzeugung von Artikeln aus metallischen Titanbasiszusammensetzungen mit Titanboridpartikeln darin.

**[0002]** Eine der anspruchsvollsten Anwendungen von Materialien in Flugzeuggasturbinentriebwerken sind die (manchmal als "Rotoren" bezeichneten) Kompressor- und Bläuserscheiben, auf welchen die entsprechenden Kompressorlaufschaufeln und Bläserlaufschaufeln gelagert sind. Die Scheiben rotieren mit vielen Tausenden Umdrehungen pro Minute in einer mäßig erhöhten Temperaturumgebung, wenn die Gasturbine arbeitet. Sie müssen die erforderlichen mechanischen Eigenschaften unter diesen Betriebsbedingungen zeigen.

**[0003]** Einige von den Gasturbinentriebwerkskomponenten, wie z.B. einige von den Kompressor- und Bläuserscheiben sind aus metallischen Titanbasiszusammensetzungen hergestellt. Die Scheiben werden typischerweise hergestellt, indem die metallischen Bestandteile der ausgewählten metallischen Titanzusammensetzung bereitgestellt werden, die Bestandteile geschmolzen und ein Block der metallischen Titanzusammensetzung gegossen wird. Der gegossene Block wird dann in einen Barren umgewandelt. Der Barren wird typischerweise mittels Schmieden weiterbearbeitet. Der bearbeitete Barren wird anschließend stauchgeschmiedet und dann maschinell bearbeitet, um die metallische Titanbasiszusammensetzungskomponente zu erzeugen.

**[0004]** Die Erzielung der erforderlichen mechanischen Eigenschaften bei Raumtemperatur und bis zu mäßig erhöhten Temperaturen, die Beibehaltung einer ausreichenden Umgebungsbeständigkeit, und die Verhinderung eines vorzeitigen Ausfalls stellen größere Herausforderungen in der Auswahl der Konstruktionsmaterialien und der Erzeugung der Artikel. Die chemische Zusammensetzung und Mikrostruktur der metallischen Zusammensetzung muss sicherstellen, dass die mechanischen Eigenschaften des Artikels über den Betriebstemperaturbereich von wenigstens bis zu 649°C (1200°F) für derzeitige metallische Titanbasiszusammensetzungskomponenten erfüllt werden. Die obere Grenze von etwa 649°C (1200°F) für den Betrieb derartiger Komponenten beruht prinzipiell auf der Verringerung der statischen Festigkeit und Kriechfestigkeit bei höheren Temperaturen und der Tendenz von Titan mit Sauerstoff bei erhöhten Temperaturen zu reagieren, wobei eine als Alpha-Fall bezeichnete spröde mit Sauerstoff angereicherte Schicht erzeugt wird. Kleine mechanische oder chemische Unregelmäßigkeiten in der Endkomponente können deren vorzeitigen Ausfall im Betrieb bewirken, und diese Unregelmäßigkeiten müssen mi-

nimiert werden, oder falls vorhanden, mittels zur Verfügung stehender Inspektionstechniken detektierbar sein und berücksichtigt werden. Derartige Unregelmäßigkeiten können beispielsweise mechanische Unregelmäßigkeiten, wie z.B. Risse und Hohlräume und chemische Unregelmäßigkeiten, wie z.B. harte Alpha-Unregelmäßigkeiten (manchmal als Einschlüsse mit geringer Dichte bezeichnet) und Einschlüsse mit hoher Dichte beinhalten.

**[0005]** Ein neuer Ansatz zur Verbesserung der Eigenschaften von metallischen Titanbasiszusammensetzungen, einschließlich der Hochtemperaturfestigkeit ist die Einbringung von Bor in die metallische Zusammensetzung, um darin verstreute Titanboridpartikel zu erzeugen. Die Einbringung von Bor wurde mittels mehrerer unterschiedlicher Verfahren, wie z.B. herkömmlicher Gieß- und Schmiede-Verarbeitung, Pulvermetallurgietechniken, wie z.B. Gaszerstäubung, und einen Mischelementeansatz erreicht. Die ersten zwei Verfahren leiden unter der eingeschränkten Löslichkeit von Bor in Titan. Das Bor neigt dazu, sich stark zu entmischen, wobei es relativ große Titanboridpartikel erzeugt, welche für Duktilität und Ermüdung schädlich sind. Um das Entmischungsproblem zu vermeiden, sind die Mengen des mittels dieser zwei Verfahren der metallischen Zusammensetzung zugegebenen Bors stark eingeschränkt, was die möglichen Vorteile der Borzugabe einschränkt, oder die Abkühlrate während der Verfestigung muss sehr hoch sein. Der Mischelementeansatz erlaubt wesentlich größere Zugaben von Bor. Da jedoch das Bor typischerweise als Titandiborid zugegeben wird, und die Phase im thermodynamischen Gleichgewicht mit der Alpha-Phase von Titan ein sehr stabiles Titanmonoborid ist, sind längere Zeiten bei erhöhten Temperaturen erforderlich, um das Titandiborid vollständig in Titanmonoborid umzuwandeln. Die erforderlichen hohen Temperaturen und langen Zeiten verhindern die Erzeugung einer gleichmäßig feinen Verteilung von Titanboridpartikeln in der metallischen Zusammensetzung. Ein Beispiel eines derartigen Verfahrens ist in dem offengelegten Patent US 5 498 446 offenbart.

**[0006]** Es war bisher möglich, unter Anwendung einer existierenden Schmelz-, Gieß- und Umwandlungs-Praxis kein Bor enthaltende metallische Titanbasiszusammensetzungskomponenten, wie z.B. Kompressor- und Bläser-Scheiben, zu erzeugen, die voll einsetzbar sind. Es besteht jedoch ein Wunsch und Bedarf nach einem Erzeugungsprozess, um die Scheiben und andere Komponenten mit sogar noch weiter verbesserten Eigenschaften zu erzeugen, die sich aus dem Vorhandensein von Titanboridpartikeln und einen besseren Freiheitsgrad an Unregelmäßigkeiten ergeben, um dadurch die Betriebssicherheitsgrenzen zu verbessern. Die vorliegende Erfindung erfüllt diesen Bedarf nach einem verbesserten Prozess und liefert ferner entsprechende Vorteile.

**[0007]** Die vorliegende Erfindung stellt ein Verfahren zum Herstellen eines metallischen Artikels aus einer metallischen Titanbasiszusammensetzung bereit, die auch Bor in einer Menge enthält, die größer als die Löslichkeitsgrenze des Bors in der metallischen Zusammensetzung ist. Der Artikel besitzt eine gute Kombination mechanischer Eigenschaften in dem Temperaturbereich bis zu 704°C (1300°F), eine mögliche gute Beständigkeit gegenüber Beschädigung durch die Umgebung aufgrund von Oxidation und ein geringes Auftreten von Unregelmäßigkeiten. Der Elastizitätsmodul des Materials ist verbessert, und die Verschleißbeständigkeit ist durch das Vorhandensein von Titanboridpartikeln verbessert. Die Boriddispersion ist gleichmäßiger und feiner als die, welche sich aus anderen Erzeugungstechniken ergibt. Das durch den vorliegenden Ansatz erzeugte Material besitzt bessere Eigenschaften bei denselben Betriebstemperaturen im Vergleich zu den herkömmlichen metallischen Titanzusammensetzungen und erlaubt auch einen Betrieb des Materials bei höheren Betriebstemperaturen als sie mit herkömmlichen metallischen Titanzusammensetzungen möglich sind. Der vorliegende Ansatz nutzt eine Erzeugungstechnik, welche die Einbeziehung von metallischen Legierungselementen erlaubt, die nicht ohne Weiteres in die metallischen Titanbasiszusammensetzungen in einer brauchbaren Form und Verteilung unter Verwendung herkömmlicher Schmelzprozeduren eingebracht werden können.

**[0008]** Gemäß der Erfindung weist ein Verfahren zur Erzeugung eines Artikels, der aus einzelnen, diesen bildenden Elementen in einem Elementverhältnis hergestellt ist, die Schritte auf: Bereitstellen wenigstens einer nichtmetallischen Vorläufer- bzw. sog. Precursor-Verbindung, wobei alle von den nichtmetallischen Precursor-Verbindungen zusammengenommen die bildenden Elemente in deren entsprechenden Elementverhältnissen enthalten. Die bildenden Elemente weisen eine metallische Titanbasiszusammensetzung und Bor auf, das in einer größeren Menge als sein Festkörperlöslichkeitsgrenzwert bei Raumtemperatur in der metallischen Titanbasiszusammensetzung vorliegt. Die Precursor-Verbindungen werden chemisch reduziert, um ein Material zu erzeugen, das eine metallische Titanbasiszusammensetzung mit Titanboridpartikeln darin enthält, ohne die metallische Titanbasiszusammensetzung zu schmelzen. So wie hierin bei der Beschreibung des vorliegenden Verfahrens verwendet, bezieht sich "Titanborid" auf TiB, TiB<sub>2</sub>, Ti<sub>3</sub>B<sub>4</sub> oder andere Titanbor enthaltende Verbindungen, welche möglicherweise aufgrund des Vorhandenseins von Legierungselementen modifiziert sind. Die metallische Titanbasiszusammensetzung mit den Titanboridpartikeln darin wird verfestigt, um einen verfestigten Artikel zu erzeugen, ohne dass die metallische Titanbasiszusammensetzung geschmolzen wird, und ohne dass die verfestigte metallische Titanbasiszusammensetzung

geschmolzen wird. Der vorliegende Ansatz ist mit den hierin diskutierten Ausführungsformen kompatibel und somit durch Bezugnahme beinhaltet.

**[0009]** Das Borbestandteilelement wird bevorzugt in einer Menge nicht größer als der bereitgestellt, die erforderlich ist, um neunzig Volumenprozent Titanborid in dem verfestigten Material zu erzeugen. Insbesondere werden die nichtmetallischen Precursor-Verbindungen so bereitgestellt, dass Bor in dem verfestigten Material in einer Menge von nicht mehr als 17 Gewichtsprozent des verfestigten Materials vorhanden ist. Insbesondere werden die nichtmetallischen Precursor-Verbindungen so bereitgestellt, dass Bor in dem verfestigten Material in einer Menge von etwa 0,05 bis 17 Gewichtsprozent des verfestigten Materials enthalten ist. Die Menge des in dem Material vorhandenen Bors kann in zwei Bereichen betrachtet werden, einem hypoeutektischen Bereich, welcher für das Titan/Bor-Binärsystem bei 0,05 bis 1,5 Gewichtsprozent Bor liegt, und einem hypereutektischen Bereich, welcher für das Titan/Bor-Binärsystem bei 1,5 bis 17 Gewichtsprozent Bor liegt. Legierungen mit anderen Elementen zusätzlich zu Titan und Bor können weitere Phasen und Bereiche aufweisen, welche aber innerhalb des Schutzzumfangs des vorliegenden Ansatzes liegen. Der vorliegende Ansatz ermöglicht die Erzeugung von Materialien mit demselben Boranteil, wie sie mittels anderer Techniken erzielt werden können, typischerweise bis zu 5 Gewichtsprozent Bor und auch die Erzeugung von Materialien mit größerem Boranteil, als sie mit anderen Techniken erzielt werden können, typischerweise in dem Bereich von 5 bis 17 Gewichtsprozent Bor. In jedem Falle haben die Materialien eine feine gleichmäßige Titanboriddispersion.

**[0010]** Bor ist in einem seine Festkörperlöslichkeit bei Raumtemperatur in der metallischen Titanbasiszusammensetzungsmatrix überschreitenden Menge bis zu einer Menge vorhanden, die zum Erzeugen von mehr als 90 Volumenprozent Titanborid erforderlich ist. Für kleinere Zugaben über dem Grenzwert der Festkörperlöslichkeit wird eine feine Dispersion von Titanboridpartikeln erzeugt, welche deutliche Vorteile der statischen Festigkeit bei hoher Temperatur und der Kriechfestigkeit bei hoher Temperatur ergibt. Für höhere die Festkörperlöslichkeit überschreitende Zugaben liegen ein größerer Volumenanteil von Titanboridpartikeln und erhebliche Mischungsregel-Verstärkungsvorteile vor. Bei beiden Werten von den Festkörper-, löslichkeitsgrenzwert überschreitenden Borzugaben werden der Elastizitätsmodul und die Verschleißbeständigkeit des Materials deutlich gegenüber herkömmlichen metallischen Titanbasiszusammensetzungen verbessert.

**[0011]** Optional kann der Schritt der Bereitstellung den Schritt der Bereitstellung einer nichtmetallischen Precursor-Verbindung eines ein stabiles Oxid ausbil-

denden additiven Elementes beinhalten, das ein stabiles Oxid in der metallischen Titanbasiszusammensetzung ausbildet. In einem derartigen Material ist wenigstens ein additives Element in einer größeren Menge als sein Festkörperlöslichkeitsgrenzwert bei Raumtemperatur in der metallischen Titanbasiszusammensetzung vorhanden. Das Verfahren beinhaltet nach dem Schritt der chemischen Reduktion einen zusätzlichen Schritt einer Oxidation der metallischen Zusammensetzung, einschließlich des Sauerstoff bildenden additiven Elementes bei einer höheren Temperatur als der Raumtemperatur. Ein weiterer additiver Bestandteil kann während des Schrittes der Bereitstellung oder des Schrittes der chemischen Reduktion hinzugefügt werden.

**[0012]** Das ein stabiles Oxid bildende additive Element ist ein starker Oxiderzeuger in einer metallischen Titanbasiszusammensetzung. Einige ein stabiles Oxid erzeugende additive Elemente können kein stabiles Oxid erzeugen, wenn die metallische Titanbasiszusammensetzung im Wesentlichen keinen Sauerstoff in Festkörperlösung besitzt, und stattdessen erfordern, dass bis zu 0,5 Gewichtsprozent Sauerstoff in Lösung vorliegen, damit sich das stabile Oxid ausbildet. Das Vorhandensein von derartigen ein stabiles Oxid erzeugenden additiven Elementen liegt innerhalb des Schutzzumfangs des vorliegenden Ansatzes, da derartige Mengen von Sauerstoff in der metallischen Titanbasiszusammensetzung bei dem vorliegenden Ansatz vorhanden sein können. Daher weist die metallische Titanbasiszusammensetzung bevorzugt 0 bis 0,5 Gewichtsprozent Sauerstoff in Festkörperlösung auf. Sie kann größere Mengen an Sauerstoff in Festkörperlösung aufweisen, obwohl die Duktilität verringert sein kann, wenn mehr als 0,5 Gewichtsprozent Sauerstoff vorhanden sind. Bevorzugt umfassen ein stabiles Oxid ausbildende additive Elemente Magnesium, Kalzium, Scandium, Yttrium, Lanthan, Zr, Praseodym, Neodym, Promethium, Samarium, Europium, Gadolinium, Terbium, Dysprosium, Holmium, Erbium, Thulium, Ytterbium und Lutetium und Gemische davon. Diese Elemente können in metallische Titanbasiszusammensetzungen nicht in Mengen über ihren Löslichkeitsgrenzwerten unter Verwendung herkömmlicher Schmelztechniken aufgrund ihrer eingeschränkten Flüssigphasenmischbarkeit, ihrer Reaktion mit dem Schmelztiegel und/oder der Ausbildung von groben Klumpen während der Verfestigung, die zu verschlechternden Auswirkungen auf die Eigenschaften führen, eingebracht werden.

**[0013]** Der Sauerstoffanteil kann vor dem und/oder während des Reduktionsschrittes gemäß nachstehender Beschreibung kontrolliert werden. Der Sauerstoff reagiert mit den optionalen ein stabiles Oxid bildenden additiven Elementen, indem er eine im Wesentlichen gleichmäßig verteilte Oxiddispersion in der metallischen Zusammensetzungsmatrix während

oder nach dem Reduktionsschritt erzeugt. Die Oxiddispersion verbessert die Eigenschaften des metallischen Endartikels, insbesondere hinsichtlich der bei erhöhten Temperaturen benötigten Kriechfestigkeit in einer ähnlichen Weise zu der feinen Titanboriddispersion. Die feine Oxiddispersion kann die Art des während der Aussetzung erzeugten Zunders ändern; wenn nicht der gesamte Erzeuger von stabilem Oxid während oder nach der Reduktion oxidiert wird, kann er aktiv Sauerstoff während der Betriebsaussetzung gettern.

**[0014]** Die Precursor-Verbindung oder -Verbindungen werden in einer Form bereitgestellt, die für die ausgewählte chemische Reduktionstechnik geeignet ist. Sie können beispielsweise als metallische Oxide oder metallisches Halogenide bereitgestellt werden. Sie können für die chemische Reduktion als eine vorkomprimierte Masse, bevorzugt mit größerer Abmessung als der gewünschte Endartikel in einer fein unterteilten Form oder in einer gasförmigen oder flüssigen Form bereitgestellt werden.

**[0015]** Die chemische Reduktion kann mittels jedes ausführbaren Ansatzes durchgeführt werden, solange das metallische Zusammensetzungsmaterial nicht geschmolzen wird. Wenn es geschmolzen wird, führt die anschließende Wiederverfestigung zu einem Verlust von vielen der Vorteile des vorliegenden Ansatzes aufgrund des Verfestigungsverhaltens der metallischen Phasen, des Bors und der optionalen ein stabiles Oxid erzeugenden additiven Elemente. Der bevorzugte Ansatz ist eine Dampfphasenreduktionstechnik, wobei die Precursor-Verbindungen und das reduzierte metallische Zusammensetzungsmaterial nicht geschmolzen werden, und auch eine Festphasenreduktion angewendet werden kann. Die Reduktionstechnik erzeugt das metallische Zusammensetzungsmaterial in einer physikalischen Form, die für die gewählte Reduktionstechnik charakteristisch ist. Beispielsweise kann das Material aus einem Schwamm oder einer Vielzahl von Partikeln bestehen.

**[0016]** Die Erzeugung der metallischen Titanbasiszusammensetzung und des Artikels ohne Schmelzen hat wichtige Vorteile. Erheblich in Bezug auf den vorliegenden Ansatz ist, dass Bor, und die meisten optionalen ein stabiles Oxid bildenden additiven Elemente nicht ausreichend mit geschmolzenen Titan und metallischen Titanzusammensetzungen mischbar sind, um große Mengen in die Schmelze und anschließend in die geschmolzenen und gegossenen metallischen Titanzusammensetzungen einzubringen, und/oder dass diese Elemente eine minimale Löslichkeit in einer metallischen Titanbasiszusammensetzung mit der Folge haben, dass nach dem Schmelzen und Gießen keine eine nützliche Boriddispersion und Oxiddispersion enthaltende Struktur erzielt werden kann. Wenn Anstrengungen unter-

nommen werden, eine erhebliche Menge an Bor durch Schmelzen und Gießen oder mittels Pulvermetallurgietechniken einzubringen, ist das Bor in Form großer Borverbindungspartikel in dem Endartikel vorhanden, was zu einer Verringerung der Eigenschaften gemäß vorstehender Beschreibung führt. Zusätzlich ist, wenn die optionalen ein stabiles Oxid erzeugenden additiven Elemente durch Schmelzen und Gießen zugegeben werden, das Ergebnis eine chemische Reaktion mit der Umgebung oder dem geschmolzenen Metall und das Vorliegen der ein stabiles Oxid ausbildenden additiven Elemente in Form großer Klumpen in dem Endartikel. Diese Materialklumpen stellen nicht die Sauerstoffreaktions- und Sauerstoffgetterungseigenschaften bereit, welche mit dem vorliegenden Ansatz erzielt werden.

**[0017]** Zusätzlich vermeidet die Erzeugung des Materials und des Artikels ohne Schmelzung die Kontamination und Elemententmischung die in Verbindung mit den herkömmlichen Titanschwamm-Erzeugungs-, Schmelz- und Legierungs- und Gießprozessen auftreten. Das metallische Zusammensetzungsmaterial kann ohne die Einführung der Verunreinigungen hergestellt werden, die in dem herkömmlichen metallischen Schwamm-Erzeugungsprozess entstehen, und denen in Verbindung mit den Schmelz- und Gießoperationen. Die Einführung von Eisen, Chrom und Nickel aus den Schwamm-Erzeugungsgefäßen in die metallischen Titanzusammensetzungen ist von besonderer Bedeutung, da diese Elemente nachteilig die Kriechfestigkeit der metallischen Titanzusammensetzungen beeinträchtigen.

**[0018]** Nach der chemischen Reduktion wird das metallische Zusammensetzungsmaterial bevorzugt verfestigt, um einen verfestigten metallischen Artikel zu erzeugen, ohne dass das metallische Zusammensetzungsmaterial geschmolzen wird, und ohne dass der verfestigte metallische Artikel geschmolzen wird. Jede ausführbare Verfestigungstechnik, wie z.B. heißisostatisches Pressen, Schmieden, Extrusion, Pressen und Sintern oder direkte Pulververfestigungsextrusion oder Walzen oder eine Kombination dieser Verfahren kann verwendet werden. Die Verfestigung wird bevorzugt bei so niedrigen Temperaturen wie möglich durchgeführt, um eine Vergrößerung der Titanboridpartikel und der optionalen Oxiddispersions- und/oder der ein starkes Oxid erzeugenden Partikel zu vermeiden. Wie in den früheren Stufen der Verarbeitung gehen, wenn das metallische Material geschmolzen wird, nach der Wiederverfestigung die Vorteile größtenteils aufgrund des Verfestigungsverhaltens des Materials und der Einführung Schmelzungs-bezogener und Verfestigungs-bezogener Unregelmäßigkeiten verloren.

**[0019]** Der verfestigte Artikel kann mechanisch nach Wunsch mittels jeder mechanischen Formungstechnik geformt werden.

**[0020]** Das Material kann entweder nach dem chemischen Reduktionsschritt, nach dem Verfestigungsschritt (falls angewendet), nach der mechanischen Formung oder anschließend Wärmebehandelt werden.

**[0021]** Nach Abkühlung auf Raumtemperatur ist das metallische Zusammensetzungsmaterial eine metallische Titanbasiszusammensetzung, die Titanboridpartikel entweder als eine feine Dispersion oder als einen höheren Volumenanteil einer Titanboridphase, und optional mit dem bzw. den ein stabiles Oxid bildenden additiven Element(en) dadurch hindurch verstreut enthält. Das optionale ein stabiles Oxid bildende additive Element oder die Elemente sind in einer Festkörperlösung (entweder unter dem Löslichkeitsgrenzwert oder einem übersättigten Zustand) und/oder als eine oder mehrere diskrete Dispersionsphasen vorhanden. Die Dispersionsphasen können nicht oxidierte ein stabiles Oxid bildende additive Elemente oder eine bereits oxidierte Dispersion oder ein Gemisch von beiden sein. Die ein stabiles Oxid bildenden additiven Elemente, die sich in einer Festkörperlösung oder einer nicht-oxidierten diskreten Dispersion befinden, stehen für eine anschließende Reaktion mit Sauerstoff zur Verfügung, der sich in der Matrix befinden kann, oder in das Metallmaterial in einer anschließenden Verarbeitung oder im Betrieb eindiffundiert.

**[0022]** Das verfestigte Material kann den gesamten Artikel ausbilden, oder kann als ein Einfügungsteil zu einem anderen Artikel hinzugefügt werden, welcher mittels eines anderen Weges einschließlich herkömmlichen Gießens und Bearbeitens, Gießen oder einem ähnlichen Ansatz wie hierin beschrieben hergestellt wird. Das Einfügungsteil kann nur eine, im Wesentlichen gleichmäßige Volumenzusammensetzung aufweisen, oder es kann ein Gemisch aus wenigstens zwei Materialien mit unterschiedlichen Volumenzusammensetzungen aufweisen. In jeder von diesen Ausführungsformen, in welchen das verfestigte Material als ein Einfügungsteil hinzugefügt ist, kann der umgebende Artikel dieselbe oder eine andere Zusammensetzung haben. Das Einfügungsteil kann an jedem beliebigen Ausführungspunkt der Verarbeitung vorgesehen sein.

**[0023]** In einer typischen Anwendung, in welcher das optionale ein stabiles Oxid bildende Element zugegeben wird, wird der hergestellte Artikel entweder in einer sauerstoffhaltigen Umgebung oder durch die Reaktion von Sauerstoff in dem Titan bei einer Temperatur höher als Raumtemperatur und typischerweise höher als 538°C (1000°F) oxidiert, worauf die chemische Reduktion dieses in eine metallische Form versetzt. Die Oxidation bewirkt, dass wenigstens ein Teil des restlichen nicht reagierten Anteils des ein stabiles Oxid bildenden additiven Elementes chemisch mit dem Sauerstoff reagiert, um weitere Oxid-

dispersoide in dem Material auszubilden. Die Aussetzung an Sauerstoff kann entweder während des Betriebs oder als ein Teil einer Wärmebehandlung vor dem Eintritt in den Betrieb oder während beidem stattfinden. Wenn die Aussetzung während des Betriebs erfolgt, verbinden (d.h., "gettern") sich das bzw. die Sauerstoff erzeugende(n) Element(e) chemisch mit dem Sauerstoff, der aus der Umgebung in den Artikel diffundiert. Diese Reaktion erfolgt am stärksten in der Nähe der Oberfläche des Gegenstandes, so dass die sich ergebende Dispersion der Oxiddispersoide hauptsächlich in der Nähe der Oberfläche stattfindet. Wenn die Aussetzung ein Teil einer Wärmebehandlung ist, kann die Tiefe der Oxiddispersionschicht auf einen spezifischen Wert gesteuert werden. Für den Fall, dass der metallische Artikel sehr dünn ist (z.B. 0,1 mm (0,005 inches) oder weniger), kann eine gleichmäßige Dispersion erzeugt werden.

**[0024]** Die Ausbildung der Boriddispersion hat verschiedene wichtige Vorteile. Erstens trägt eine im Wesentlichen gleichmäßig verteilte Dispersion zur Erzielung der gewünschten mechanischen Eigenschaften bei, welche statische Festigkeit, Ermüdungsfestigkeit und Kriechfestigkeit umfassen, welche über längere Aussetzungsperioden bei erhöhten Temperaturen durch die Dispersionsverfestigung der Matrix der metallischen Titanbasiszusammensetzung stabil sind. Die im Wesentlichen gleichmäßig verteilte Dispersion trägt auch zur Begrenzung des Kornwachstums der Matrix der metallischen Titanbasiszusammensetzung bei. Zweitens wird der Elastizitätsmodul der metallischen Titanbasiszusammensetzung signifikant erhöht, was es dem Artikel ermöglicht, wesentlich höheren Belastungen unter elastischer Verformung zu widerstehen. Drittens werden die Verschleißbeständigkeit und Erosionsbeständigkeit des Artikels erheblich verbessert, was eine verlängerte Betriebszeit in einer vorgegebenen Anwendung erlaubt. Ferner führt das Vorhandensein der feinen Dispersion zu einer verbesserten Duktilität im Vergleich zu einem mittels eines herkömmlichen Gieß- und Schmiede, Gieß- oder Gaszerstäubungs- oder Mischelement-Pulvermetallurgie-Ansatzes erzeugten Artikels. Die Boriddispersion kann in jeder metallischen Titanbasiszusammensetzungsmatrix, einschließlich Alpha-, Nahezu-Alpha-, Alpha-plus-Beta-, Nahezu-Beta und Beta-Titanmetalllegierungen und allen Titanbasiszwischenmetallen einschließlich denen auf der Basis von Alpha-2-, orthorhombischen und Gamma-Titanaluminiden erzeugt werden.

**[0025]** Die optionale Ausbildung der Oxiddispersion hat verschiedene wichtige Vorteile. Erstens trägt eine im Wesentlichen gleichmäßig verteilte Dispersion zur Erzielung gewünschten mechanischen Eigenschaften, welche über längere Aussetzungsdauern bei erhöhter Temperatur stabil sind, über die Dispersionsverstärkung der Basismetallmatrix bei und trägt auch

zur Einschränkung des Kornwachstums der Basismetallmatrix bei. Zweitens wird, wenn die Aussetzung an Umgebungssauerstoff während einer Oxidation vor einem Betrieb oder während des Betriebs erfolgt, der in den Artikel eindiffundierende Sauerstoff normalerweise die Ausbildung eines "Alpha-Falles" in der Nähe der Oberfläche herkömmlicher Alpha-Phasen-enthaltender metallischer Titanlegierungen bewirken. In dem vorliegenden Ansatz gettern die das stabile Oxid bildenden additiven Elemente entweder in Lösung oder als ein getrennter Phasengetter den eindiffundierenden Sauerstoff aus der Festkörperlösung und fügen ihn der Oxiddispersion hinzu, um dadurch das Auftreten einer Alpha-Fall-Ausbildung und des zugeordneten möglichen vorzeitigen Ausfalls zu reduzieren. Drittens besitzen in einigen Fällen die Oxiddispersoide ein größeres Volumen als die diskreten metallischen Phasen, aus welchen sie erzeugt werden. Die Ausbildung der Oxiddispersoide erzeugt einen Druckspannungszustand, der in der Nähe der Oberfläche des Artikels größer als tiefer in dem Artikel ist. Der Druckspannungszustand trägt zur Verhinderung einer(s) vorzeitigen Rissausbildung und Wachstums während des Betriebs bei. Viertens wirkt die Ausbildung einer stabilen Oxiddispersion an der Oberfläche des Artikels als eine Barriere gegen die Eindiffusion von zusätzlichem Sauerstoff. Fünftens ermöglicht die Entfernung von Überschusssauerstoff in Lösung aus der Matrix die Einführung höherer metallischer Legierungsmengen von Alpha-Stabilisatorelementen, wie z.B. Aluminium und Zinn, was wiederum einen verbesserten Elastizitätsmodul, Kriechfestigkeit und Oxidationsbeständigkeit der Matrix verbessert. Sechstens reduziert das Vorhandensein von Überschusssauerstoff in Lösung in einigen Arten von metallischen Titanzusammensetzungen wie z.B. Alpha-2-, orthorhombischen und Gamma-basierenden Aluminiden die Duktilität der metallischen Titanzusammensetzung. Der vorliegende Ansatz getert diesen Sauerstoff, so dass die Duktilität nicht nachteilig beeinflusst wird.

**[0026]** Der vorliegende Ansatz erstreckt sich somit auf einen Artikel, welcher eine metallische Titanzusammensetzungsmatrix, eine Verteilung von stabilen Titanboriddispersoiden und optional eine Verteilung von stabilen Oxiddispersoiden in der metallischen Titanzusammensetzungsmatrix aufweist. Das Bor ist in einer Menge über seiner Festkörperlöslichkeitsgrenze bei Raumtemperatur in der metallischen Titanzusammensetzungsmatrix vorhanden. Die optionalen stabilen Oxiddispersoide sind ein Oxid eines ein stabiles Oxid bildenden additiven Elementes, das in einer Menge über seiner Festkörperlöslichkeitsgrenze bei Raumtemperatur in der metallischen Titanzusammensetzungsmatrix vorhanden ist. Die metallische Titanzusammensetzungsmatrix enthält keine Schmelz- und Gieß-Mikrostruktur. Weitere hierin diskutierte kompatible Merkmale können in Verbindung mit diesem Artikel verwendet werden.

**[0027]** Ein Artikel weist eine metallische Titanzusammensetzungsmatrix und eine Verteilung von Titanboridpartikeln in der metallischen Titanzusammensetzungsmatrix auf, wobei der Artikel 0,05 bis 17 Gewichtsprozent Bor enthält. Der Artikel kann wenigstens 0,1 Volumenprozent eines Oxids eines additiven Elementes enthalten. Weitere kompatible Merkmale, wie hierin diskutiert, können mit dieser Ausführungsform verwendet werden.

**[0028]** Bevorzugt wird der Artikel ohne das Vorhandensein irgendeiner frei stehenden Titanboridphase hergestellt. D.h., ein möglicher Ansatz zur Erzeugung eines Titanbasisartikels mit einer darin verstreuten Titanboridphase besteht in der Erzeugung der Titanboridphase als freistehenden Partikeln, wie z.B. Pulver oder Fasern, und dann in der Verstreuung der freistehenden Partikel in der Titanbasiszusammensetzung. Dieser Ansatz hat den Nachteil, dass die Partikel typischerweise in der Abmessung größer als die durch den vorliegenden Ansatz erzeugten sind, Fehlstellen darin aufweisen können, die deren mechanischen Eigenschaften reduzieren und schwieriger gleichmäßig in der Titanbasismatrix zu verteilen sind.

**[0029]** Der vorliegende Ansatz stellt somit einen metallischen Titanbasisartikel mit verbesserten Eigenschaften und verbesserter Stabilität bereit. Weitere Merkmale und Vorteile der vorliegenden Erfindung werden aus der nachstehenden detaillierteren Beschreibung der bevorzugten Ausführungsform in Verbindung mit den beigefügten Zeichnungen ersichtlich, welche im Rahmen eines Beispiels die Prinzipien der Erfindung darstellen. Der Schutzzumfang der Erfindung ist jedoch nicht auf diese bevorzugte Ausführungsform beschränkt.

**[0030]** Die Erfindung wird nun detaillierter im Rahmen eines Beispiels unter Bezugnahme auf die Zeichnungen beschrieben, in welchen:

**[0031]** [Fig. 1](#) ein Blockflussdiagramm eines Ansatzes zur Praxisausführung der Erfindung ist;

**[0032]** [Fig. 2](#) eine idealisierte Mikrostruktur des metallischen Artikels nach einer bestimmten Oxidation ist, die eine gleichmäßige Oxiddispersion erzeugt;

**[0033]** [Fig. 3](#) eine idealisierte Mikrostruktur des metallischen Artikels nach einer Eindiffusion von Sauerstoff während einer Wärmebehandlung oder eines Betriebs ist;

**[0034]** [Fig. 4](#) eine idealisierte Mikrostruktur eines Einfügungsteils auf mikroskopischer Ebene in einem Titanbasisbereich ist

**[0035]** [Fig. 5](#) eine idealisierte Mikrostruktur zwei unterschiedlicher Arten von metallischen Titanbasiszusammensetzungen mit Bor, die auf mikroskopischer

Ebene in eine einzelne Struktur kombiniert ist;

**[0036]** [Fig. 6](#) eine idealisierte Mikrostruktur eines Materials mit Körnern mit hohem Boranteil und Körnern mit niedrigem Boranteil ist;

**[0037]** [Fig. 7](#) eine idealisierte Mikrostruktur eines Materials mit Körnern mit hohem Boranteil und Körnern im Wesentlichen ohne Bor ist

**[0038]** [Fig. 8](#) eine perspektivische Ansicht einer mittels des vorliegenden Ansatzes hergestellten und ein Titan-Bor-Einfügungsteil enthaltenden Gasturbinenkomponente ist; und

**[0039]** [Fig. 9](#) eine Schnittansicht der Gasturbinenkomponente von [Fig. 6](#) entlang einer Linie 9-9 ist.

**[0040]** [Fig. 1](#) stellt ein bevorzugtes Verfahren zum Erzeugen eines Artikels dar, der aus einzelnen, diesen bildenden Elementen in Elementverhältnissen hergestellt. Wenigstens eine nichtmetallische Precursor-Verbindung wird bereitgestellt, Schritt **20**. Alle von den nichtmetallischen Precursor-Verbindungen enthalten zusammengenommen die bildenden Elemente in deren entsprechenden Elementverhältnissen. Die metallischen Elemente können mittels der Precursor-Verbindungen in jeder durchführbaren Weise zugeführt werden. In dem bevorzugten Ansatz gibt es genau eine Precursor-Verbindung für jedes metallische Legierungselement, und diese eine Precursor-Verbindung liefert das gesamte Material für diesen entsprechenden metallischen Bestandteil in der metallischen Zusammensetzung. Beispielsweise liefert für ein metallisches Material mit vier Elementen, das das Endergebnis des Prozesses ist, eine erste Precursor-Verbindung das gesamte erste Element, eine zweite Precursor-Verbindung das gesamte zweite Element, eine dritte Precursor-Verbindung das gesamte dritte Element und eine vierte Precursor-Verbindung liefert das gesamte vierte Element. Alternativen liegen jedoch innerhalb des Schutzzumfangs des Ansatzes. Beispielsweise können mehrere von den Precursor-Verbindungen zusammen Alles von einem speziellen metallischen Element liefern. In einer weiteren Alternative kann eine Precursor-Verbindung Alles oder einen Teil von zwei oder mehr von den metallischen Elementen liefern. Die letzteren Ansätze werden weniger bevorzugt, da sie die genaue Ermittlung der elementaren Anteile in dem endgültigen metallischen Material schwieriger machen. Das metallische Endmaterial ist typischerweise keine stöchiometrische Verbindung mit relativen Anteilen der metallischen Bestandteile, welche als kleine ganzzahlige Werte ausgedrückt werden können.

**[0041]** Nach der Verarbeitung weisen die Bestandteile eine metallische Titanbasiszusammensetzung, Bor und optional ein stabiles Oxid bildendes additives Element auf. Eine metallische Titanbasiszu-

sammensetzung weist mehr Titan in Gewichtsanteilen als jedes andere Element auf (obwohl hier nicht mehr Titan in Atomanteilen als irgendein anderes Element wie z.B. in einigen Gamma-Phasen-Titan-Aluminiden vorhanden sein kann). Die metallische Titanbasiszusammensetzung kann reines Titan (z.B. kommerziell reines oder CP-Titan) oder eine metallische Legierung aus Titan und anderen Elementen wie z.B. Ti-6Al-4V, Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-0,1Si, Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo-0,1Si, Ti-5,8Al-4Sn-3,5Zr-0,7Nb-0,5Mo-0,35 Si, Ti-10V-2Fe-3Al, Ti-15Mo-3Al-2,7Nb-0,25Si (auch als Beta 21S bekannt) und Ti-32,7Al-2,5Cr-4,8Nb (auch als Ti-48-2-2 bekannt) sein. Sofern nicht anderweitig hierin spezifiziert, sind alle Zusammensetzungen in Gewichtsprozent angegeben. Die metallischen Titanlegierungszusammensetzungen von speziellem Interesse umfassen metallische Zusammensetzungen von Alpha-Beta-Phasen-Titan, metallische Zusammensetzungen von Beta-Phasen-Titan, metallische Zusammensetzungen von Alpha-2, orthorhombischen und Gamma-Phasen-Titanaluminid, obwohl die Erfindung nicht auf diese metallischen Zusammensetzungen beschränkt ist. Die Bormenge reicht von einem Wert größer als die Löslichkeitsgrenze bei Raumtemperatur von Bor in der metallischen Titanbasiszusammensetzung bis zu dem Wert, der erforderlich ist, um nicht mehr als 90 Volumenprozent Titanborid zu erzeugen. Typischerweise ist das Bor in einer Menge von 0,05 bis 17 Gewichtsprozent des Gesamtgewichtes des verfestigten Endmaterials vorhanden. Das Ergebnis ist ein verfestigtes Material mit wenigstens zwei Phasen, welche eine oder mehrere Phasen umfassen, die die metallische Titanbasiszusammensetzung, Titanborid und optional eine oder mehrere stabile Oxidphasen bilden. So wie hierin bei der Beschreibung des vorliegenden Verfahrens verwendet bezieht sich "Titanborid" auf TiB, welches in den meisten durch den vorliegenden Ansatz erzeugten Materialien vorhanden ist, TiB<sub>2</sub>, welches vorhanden ist, wo die Matrix ein Gamma-Phasen-Titanaluminid ist, Ti<sub>3</sub>B<sub>4</sub> und weitere Titanboride oder andere Titanbor enthaltende Verbindungen, welche möglicherweise aufgrund des Vorhandenseins von legierenden Elementen modifiziert sind. "Titanmonoborid" bezieht sich insbesondere auf TiB und "Titandiborid" bezieht sich insbesondere auf TiB<sub>2</sub>.

**[0042]** Das optionale ein stabiles Oxid ausbildende additive Element ist durch die Ausbildung eines stabilen Oxids in der metallischen Titanbasiszusammensetzung gekennzeichnet. Ein Element wird als ein ein stabiles Oxid ausbildendes additives Element betrachtet, wenn es ein stabiles Oxid in einer metallischen Titanbasiszusammensetzung ausbildet, in welcher die metallische Titanbasiszusammensetzung entweder keinen Sauerstoff in Festkörperlösung hat, oder in welcher die metallische Titanbasiszusammensetzung einen kleinen Anteil von Sauer-

stoff in Festkörperlösung hat. Bis zu 0,5 Gewichtsprozent Sauerstoff in Festkörperlösung können für das ein stabiles Oxid ausbildende additive Element erforderlich sein, um als ein effektiver ein stabiles Oxid ausbildender Erzeuger zu funktionieren. Somit weist die metallische Titanbasiszusammensetzung bevorzugt 0 bis etwa 0,5 Gewichtsprozent Sauerstoff in Festkörperlösung auf. Größere Mengen an Sauerstoff können vorhanden sein, aber derartige größere Mengen können einen nachteiligen Einfluss auf die Duktilität haben. Im Allgemeinen kann Sauerstoff in einem Material entweder in Festkörperlösung oder als diskrete Oxidphase so vorhanden sein, wie die durch die ein stabiles Oxid ausbildenden additiven Elemente erzeugten Oxide, wenn sie mit Sauerstoff reagieren.

**[0043]** Titan hat eine starke Affinität zu und ist hoch reaktiv mit Sauerstoff, so dass es viele Oxide einschließlich seines eigenen löst. Die ein stabiles Oxid ausbildenden additiven Elemente innerhalb des Schutzzumfangs des vorliegenden Ansatzes bilden ein stabiles Oxid, das nicht durch die metallische Titanbasiszusammensetzungsmatrix während typischer thermischer Zustände in Verbindung mit Reduktion, Verfestigung, Wärmebehandlung und Betrieb gelöst wird. Beispiele von ein stabiles Oxid bildenden additiven Elementen sind starke Oxid-Erzeuger wie z.B. Magnesium, Kalzium, Scandium, und Yttrium, und Seltene Erden wie z.B. Lanthan, Zr, Praseodym, Neodym, Promethium, Samarium, Europium, Gadolinium, Terbium, Dysprosium, Holmium, Erbium, Thulium, Ytterbium und Lutetium und Gemische davon.

**[0044]** Wenigstens ein zusätzliches additives Element kann optional mit einer Menge größer als seiner Festkörperlöslichkeitsgrenze bei Raumtemperatur in der metallischen Titanbasiszusammensetzung vorhanden sein. Nach der anschließenden Verarbeitung kann jedes derartige additive Element in einer von mehreren Formen vorhanden sein. Das additive Element kann als eine Nicht-Oxiddispersion des Elementes vorhanden sein. Es kann auch in Festkörperlösung vorhanden sein. Es kann auch in einer Form vorhanden sein, die mit Sauerstoff reagiert hat, um eine grobe Oxiddispersion oder eine feine Oxiddispersion zu erzeugen. Die Groboxiddispersion bildet sich durch die Reaktion der Nicht-Oxiddispersion des Elementes mit Sauerstoff, der typischerweise in der metallischen Matrix vorhanden ist, und dadurch den Sauerstoff gettert. Die Feinoxiddispersion bildet sich durch die Reaktion des das stabile Oxid ausbildenden additiven Elementes, das sich in Festkörperlösung befindet, mit Sauerstoff, der sich in der Matrix befindet oder in das metallische Material von der Oberfläche während der Aussetzung an eine sauerstoffhaltige Umgebung eindiffundiert.

**[0045]** Die Precursor-Verbindungen sind nichtmetallisch und sind so gewählt, dass sie in dem Reduk-



tionsprozess verarbeitbar sind, in welchem sie zu einer metallischen Form reduziert werden. In einem interessanten Reduktionsprozess, einer Dampfphasenreduktion, sind die Precursor-Verbindungen bevorzugt Metallhalogenide. In einem weiteren interessanten Reduktionsprozess, Festphasenreduktion, sind die Precursor-Verbindungen bevorzugt Metalloide.

**[0046]** Einige als "weitere additive Bestandteile" bezeichnete Bestandteile können schwierig in die metallische Zusammensetzung einzubringen sein. Beispielsweise können geeignete nichtmetallische Precursor-Verbindungen der Bestandteile nicht verfügbar sein, oder die verfügbaren nichtmetallischen Precursor-Verbindungen der anderen additiven Bestandteile können nicht einfach chemisch in einer Weise oder bei einer mit der chemischen Reduktion konsistenten Temperatur der anderen nichtmetallischen Precursor-Verbindungen reduzierbar sein. Es kann erforderlich sein, dass derartige weitere additive Bestandteile letztlich als Elemente in Festkörperlösung in der metallischen Zusammensetzung vorhanden sind, als Verbindungen, welche durch eine Reaktion mit anderen Bestandteilen der metallischen Zusammensetzung gebildet werden, oder als bereits reagierte, im Wesentlichen inerte Verbindungen, die durch die metallische Zusammensetzung hindurch verstreut sind. Diese anderen additiven Bestandteile oder Precursor davon können entsprechend aus der Gas-, Flüssig- oder Fest-Phase unter Verwendung von einem der vier anschließend beschriebenen vier Ansätze oder anderer ausführbarer Ansätze eingebracht werden.

**[0047]** In einem ersten Ansatz werden der weitere additive Bestandteil oder die Bestandteile als Elemente oder Verbindungen bereitgestellt, und mit den Precursor-Verbindungen vor oder gleichzeitig mit dem Schritt der chemischen Reduktion vermischt. Das Gemisch der Precursor-Verbindungen und der weiteren additiven Bestandteile wird der chemischen Reduktionsbehandlung bei dem Schritt **22** unterworfen, aber nur die Precursor-Verbindungen werden tatsächlich reduziert und die anderen additiven Bestandteile nicht reduziert.

**[0048]** In einem zweiten Ansatz werden der weitere additive Bestandteil oder die Bestandteile in der Form fester Partikel bereitgestellt, aber nicht der chemischen Reduktionsbehandlung unterworfen, die für das Basismetall angewendet wird. Stattdessen werden sie mit dem anfänglichen metallischen Material vermischt, das sich aus dem chemischen Reduktionsschritt ergibt, jedoch nachdem der Schritt der chemischen Reduktion **22** abgeschlossen ist. Dieser Ansatz ist insbesondere effektiv, wenn der Schritt der chemischen Reduktion an einem strömenden Pulver der Precursor-Verbindungen ausgeführt wird, kann aber auch unter Verwendung einer vorverdichteten

Masse der Precursor-Verbindungen durchgeführt werden, was zu einer schwammartigen Masse des anfänglichen metallischen Materials führt. Die weiteren additiven Bestandteile werden an der Oberfläche des Pulvers oder an der Oberfläche von oder in den Poren der schwammartigen Masse angeheftet. Feste Partikel können optional in einem oder in mehreren Schritten zur Reaktion gebracht werden, wenn sie Precursor für den weiteren additiven Bestandteil sind.

**[0049]** In einem dritten Ansatz wird der Precursor zuerst in Form von Pulverpartikeln erzeugt, oder als ein Schwamm, indem die Precursor-Verbindungen der metallischen Elemente verdichtet werden. Die Partikel oder der Schwamm werden dann chemisch reduziert. Der weitere additive Bestandteil wird danach an den Partikeloberflächen (externen oder internen, wenn die Partikel schwammartig sind) oder an den externen und internen Oberflächen des Schwamms aus der Gasphase erzeugt. Bei einer Technik lässt man einen gasförmigen Precursor oder eine Elementform (z.B. Methan, Stickstoff oder Borwasserstoffgas) über die Oberfläche der Partikel oder den Schwamm zum Abscheiden der Verbindung oder des Elementes auf der Oberfläche aus dem Gas strömen. Das an den Oberflächen erzeugte Material kann optional in einem oder mehreren Schritten zur Reaktion gebracht werden, wenn sie Precursor für den weiteren additiven Bestandteil sind. In einem Beispiel wird Bor auf eine Titanoberfläche eingebracht, indem man Borwasserstoffgas über die Oberfläche strömen lässt, und in einer anschließenden Verarbeitung das abgeschiedene Bor zur Reaktion gebracht wird, um Titanborid zu erzeugen. Das den interessierenden Bestandteil transportierende Gas kann in jeder durchführbaren Weise wie z.B. aus einem kommerziell verfügbaren Gas oder durch Erzeugen des Gases in der Weise, wie z.B. durch Elektronenstrahlverdampfung einer Keramik oder eines Metalls oder unter Verwendung eines Plasmas zugeführt werden.

**[0050]** Ein vierter Ansatz ähnelt dem dritten Ansatz mit der Ausnahme, dass der weitere additive Bestandteil aus einer Flüssigkeit statt aus einem Gas abgeschieden wird. Der Precursor wird zuerst in Form von Pulverpartikeln oder als ein Schwamm durch Verdichtung der Precursor-Verbindungen der metallischen Elemente erzeugt. Die Partikel oder der Schwamm werden dann chemisch reduziert. Der weitere additive Bestandteil wird danach auf den Partikeloberflächen (extern und intern, wenn die Partikel schwammartig sind) oder an den externen und internen Oberflächen des Schwammes durch Abscheidung aus der Flüssigkeit erzeugt. In einer ersten Technik werden die Partikel oder der Schwamm in eine Flüssiglösung einer Precursor-Verbindung des weiteren additiven Bestandteils eingetaucht, um die Oberflächen der Partikel oder des Schwammes zu

beschichten. Die Precursor-Verbindung des weiteren additiven Bestandteils wird anschließend chemisch zur Reaktion gebracht, um den weiteren additiven Bestandteil auf den Oberflächen der Partikel oder auf den Oberflächen des Schwammes zu belassen. In einem Beispiel kann Lanthan in eine metallische Titanbasiszusammensetzung eingebracht werden, indem die Oberflächen der (aus den Precursor-Verbindungen hergestellten) reduzierten Partikel oder des Schwammes mit Lanthanchlorid beschichtet werden. Die beschichteten Partikel oder der Schwamm werden anschließend erwärmt und/oder Vakuum ausgesetzt, um das Chlor auszutreiben, und das Lanthan auf den Oberflächen der Partikel oder des Schwammes zu hinterlassen. Optional können die Lanthan-beschichteten Partikel oder der Schwamm oxidiert werden, um eine feine Lanthan-Sauerstoff-Dispersion zu erzeugen, indem Sauerstoff aus der Umgebung oder aus einer Lösung in dem Metall verwendet wird, oder die Lanthan-beschichteten Partikel oder der Schwamm können mit einem weiteren Element, wie z.B. Schwefel zur Reaktion gebracht werden. In einem weiteren Ansatz wird der Bestandteil elektrochemisch auf den Partikeln oder dem Schwamm beschichtet. In noch einem weiteren Ansatz können die Partikel oder der Schwamm in ein den weiteren additiven Bestandteil enthaltendes Bad eingetaucht werden, aus dem Bad entfernt werden, und jedes Lösungsmittel oder Träger verdampft werden, um eine Beschichtung auf der Oberfläche des Partikels oder Schwammes zu hinterlassen.

**[0051]** Unabhängig davon welche Reduktionstechnik im Schritt **22** verwendet wird, und wie auch immer der weitere additive Bestandteil eingebracht wird, ist das Ergebnis ein Gemisch, das die metallische Zusammensetzung aufweist. Verfahren zum Einbringen weiterer additiver Bestandteile können an Precursor-Substanzen vor der Reduktion des Basismetallbestandteils oder an einem bereits reduzierten Material durchgeführt werden. Die metallische Zusammensetzung kann unter bestimmten Umständen aus frei strömenden Partikeln bestehen oder in anderen Fällen eine schwammartige Struktur haben. Die schwammartige Struktur wird in dem Festkörper-Phasen-Reduktionsansatz erzeugt, wenn die Precursor-Verbindungen zuerst vor dem Beginn der tatsächlichen chemischen Reduktion verdichtet wurden. Die Precursor-Verbindungen können komprimiert werden, um eine komprimierte Masse zu erzeugen, die in den Abmessungen größer als ein gewünschter Endmetallischer Artikel ist.

**[0052]** Die chemische Zusammensetzung der anfänglichen metallischen Zusammensetzung wird durch die Typen und Mengen der Metalle in dem Gemisch der nichtmetallischen Precursor-Verbindungen, die im Schritt **20** bereitgestellt werden, und mittels der weiteren additiven Bestandteile ermittelt, die in der Verarbeitung eingebracht werden. Die relativen

Anteile der metallischen Elemente werden mittels ihrer entsprechenden Verhältnisse in dem Gemisch des Schrittes **20** (nicht durch die entsprechenden Verhältnisse der Verbindungen, sondern der entsprechenden Verhältnisse der metallischen Elemente ermittelt). Die anfängliche metallische Zusammensetzung hat mehr Titan in Gewichtsanteilen als jedes andere metallische Element in den Precursor-Verbindungen, wodurch eine anfängliche metallische Titanbasiszusammensetzung erzeugt wird.

**[0053]** Die nichtmetallischen Precursor-Verbindungen werden so gewählt, dass sie die erforderlichen metallischen Zusammensetzungselemente in dem metallischen Endartikel ergeben, und werden so in den korrekten Anteilen zusammengemischt, dass sie die erforderlichen Anteile dieser metallischen Zusammensetzungselemente in dem metallischen Artikel ergeben. Beispielsweise sind, wenn der endgültige Artikel spezielle Anteile von Titan, Aluminium, Vanadium, Bor, Erbium und Sauerstoff in dem Gewichtsverhältnis von 86,5:6:4:2:3:0,5 haben soll, die Precursor-Verbindungen bevorzugt Titanchlorid, Aluminiumchlorid, Vanadiumchlorid, Borchlorid und Erbiumchlorid für eine Dampfphasenreduktion. Der Endsauerstoffgehalt wird durch den Reduktionsvorgang wie nachstehend diskutiert gesteuert. Nichtmetallische Precursor-Verbindungen, welche als eine Quelle von mehr als einem der Metalle in dem endgültigen Metallartikel dienen, können ebenfalls verwendet werden. Diese Precursor-Verbindungen werden bereitgestellt und in den korrekten Anteilen so vermischt, dass das Verhältnis von Titan zu Aluminium zu Vanadium zu Bor zu Erbium in dem Gemisch der Vorläuferverbindungen das ist, das zur Erzeugung der metallischen Zusammensetzung in dem Endartikel erforderlich ist.

**[0054]** Optional können die nichtmetallischen Precursor-Verbindungen vor der chemischen Reduktion mittels Techniken wie z.B. Festphasenreduktion vorverfestigt werden, Schritt **21**. Die Vorverfestigung führt zu der Erzeugung eines Schwammes in der anschließenden Verarbeitung anstelle von Partikeln. Der Vorverfestigungsschritt **21**, wenn er angewendet wird, wird mittels jedes ausführbaren Ansatzes durchgeführt, wie z.B. durch Pressen der nichtmetallischen Precursor-Verbindungen in eine vorverfestigte Masse.

**[0055]** Die einzige nichtmetallische Precursor-Verbindung oder das Gemisch nichtmetallischer Precursor-Verbindungen wird chemisch reduziert, um metallische Partikel oder einen Schwamm zu erzeugen, ohne die Precursor-Verbindungen oder das Metall zu schmelzen, Schritt **22**. So wie hierin verwendet, bedeuten "ohne Schmelzen", "kein Schmelzen" und verwandte Konzepte, dass das Material nicht makroskopisch oder in größerem Umfang für eine längere Zeitdauer geschmolzen wird, so dass es sich verflüss-

sig und seine Form verliert. Es können beispielsweise ein bestimmter kleinerer Anteil von lokalen Schmelzstellen, da Elemente mit niedrigem Schmelzpunkt schmelzen und diffundierend mit den Elementen mit höherem Schmelzpunkt legiert werden, die nicht schmelzen, oder ein sehr kurzer Schmelzvorgang von weniger als etwa 10 Sekunden vorliegen. Selbst in derartigen Fällen bleibt die Gesamtform des Materials unverändert.

**[0056]** In einem bevorzugten Reduktionsansatz, der als Dampfphasenreduktion bezeichnet wird, da die nichtmetallischen Precursor-Verbindungen als Dämpfe oder gasförmige Phase zugeführt werden, kann die chemische Reduktion durch Reduktion von Gemischen von Halogeniden des Basismetalls und der metal-Tischen Zusammensetzungselemente unter Verwendung eines flüssigen Alkalimetalls oder eines flüssigen Erdalkalimetalls ausgeführt werden. Beispielsweise werden Titan-tetrachlorid und die Salze der metallischen Zusammensetzungselemente als Gase bereitgestellt. Ein Gemisch dieser Gase in geeigneten Mengen wird mit geschmolzenem Natrium in Kontakt gebracht, so dass die metallischen Halogenide in die metallische Form reduziert werden. Die metallische Zusammensetzung wird von dem Natrium getrennt. Diese Reduktion wird bei Temperaturen unter dem Schmelzpunkt der metallischen Zusammensetzung durchgeführt. Der Ansatz ist vollständig in den U.S. Patenten 5 779 761 und 5 958 106 und der U.S. Patentoffenlegung 2004/0123700 beschrieben, deren Offenbarungen alle hierin durch Bezugnahme beinhaltet sind.

**[0057]** Eine Reduktion bei niedrigeren Temperaturen statt bei höheren Temperaturen wird bevorzugt. Vorzugsweise wird die Reduktion bei Temperaturen von 600°C oder niedriger und bevorzugt 500°C oder niedriger durchgeführt. Vergleichsweise erreichen frühere Ansätze zum Herstellen von Titan- oder anderen metallischen Zusammensetzungen oft Temperaturen von 900°C oder höher. Die Niedertemperatur-Reduktion ist besser steuerbar und unterliegt auch weniger der Einführung einer Kontamination in die metallische Zusammensetzung, welche wiederum zu chemischen Unregelmäßigkeiten führen kann. Zusätzlich reduzieren die niedrigeren Temperaturen das Auftreten von Zusammensintern der Partikel während des Reduktionsschrittes und begrenzen die Möglichkeit einer Vergrößerung stabiler Bond- und optionaler Oxiddispersionen.

**[0058]** In diesem Dampfphasen-Reduktionsansatz kann ein nichtmetallisches modifizierendes Element oder eine Verbindung, die in gasförmiger Form bereitgestellt wird, in die gasförmige nichtmetallische Precursor-Verbindung vor ihrer Reaktion mit dem Flüssigalkalimetall oder dem Flüssigalkalierdmetall gemischt werden. In einem Beispiel kann gasförmiger Sauerstoff mit der bzw. den gasförmigen nichtmetallischen Precursor-Verbindung(en) gemischt werden,

um jeweils die Sauerstoffmenge in dem anfänglichen metallischen Partikel zu erhöhen. Beispielsweise ist es manchmal erwünscht, dass der Sauerstoffanteil des metallischen Materials zu Beginn ausreichend hoch ist, um Oxiddispersionen durch Reaktion mit dem ein stabiles Oxid ausbildenden additiven Elementen zum Verfestigen des metallischen Endartikels auszuführen. Statt den Sauerstoff in der Form von festem Titandioxidpulver zuzuführen, wie es manchmal für metallische Titanbasiszusammensetzungen praktiziert wird, welche mittels herkömmlicher Schmelztechniken erzeugt werden, praktiziert wird, wird der Sauerstoff in einer gasförmigen Form zugeführt, welche die Vermischung erleichtert und die Wahrscheinlichkeit der Ausbildung einer harten Alpha-Phase in dem Endartikel minimiert. Wenn der Sauerstoff in der Form von Titandioxidpulver in herkömmlicher Schmelzpraxis zugeführt wird, können sich Ansammlungen des Pulvers nicht vollständig auflösen, welche feine Partikel in dem metallischen Endartikel hinterlassen, welche chemische Unregelmäßigkeiten darstellen. Der vorliegende Ansatz vermeidet diese Möglichkeit. In dem Reduktionsschritt kann Bor als Borwasserstoffgas zugefügt werden, oder Stickstoff in gasförmiger Form zugeführt werden.

**[0059]** In einem weiteren als Festphasenreduktion bezeichneten Reduktionsansatz kann, da die nichtmetallischen Precursor-Verbindungen als Feststoffe bereitgestellt werden, die chemische Reduktion durch eine Schmelzsalzelektrolyse durchgeführt werden. Schmelzsalzelektrolyse ist eine bekannte Technik, die beispielsweise in der offengelegten Patentanmeldung WO 99/64638 veröffentlicht ist, deren Offenbarung durch Bezugnahme in ihrer Gesamtheit beinhaltet ist. Kurz gesagt wird in dieser Variante einer Schmelzsalzelektrolyse das Gemisch der nichtmetallischen Precursor-Verbindungen, die in fein unterteilter fester Form bereitgestellt werden, in einer Elektrolysezelle in einen Schmelzsalzelektrolyten wie z.B. Chlorsalz bei einer Temperatur unter der Schmelztemperatur der metallischen Zusammensetzung, die die nichtmetallischen Precursor-Verbindungen bildet, eingetaucht. Das Gemisch der nichtmetallischen Precursor-Verbindungen wird zur Kathode der eine inerte Anode aufweisenden Elektrolysezelle gemacht. Die mit den Metallen in den nichtmetallischen Precursor-Verbindungen kombinierten Elemente, wie z.B. Sauerstoff in dem bevorzugten Falle von nichtmetallischen Oxid-Precursor-Verbindungen werden teilweise oder vollständig aus dem Gemisch durch chemische Reduktion (d.h., die Umkehrung der chemischen Oxidation) entfernt. Die Reaktion wird bei einer erhöhten Temperatur durchgeführt, um die Diffusion des Sauerstoffes oder anderen Gases von der Kathode weg zu beschleunigen. Das Kathodenpotential wird geregelt, um sicherzustellen, dass die Reduktion der nichtmetallischen Precursor-Verbindungen an-

stelle anderer möglicher chemischer Reaktionen, wie z.B. die Zerlegung des geschmolzenen Salzes stattfindet. Der Elektrolyt ist ein Salz, bevorzugt ein Salz, das stabiler als das äquivalente Salz der raffinierten Metalle ist, und idealerweise sehr stabil ist, um den Sauerstoff oder anderes Gas auf einen gewünschten niedrigen Wert zu verringern. Die Chloride und Gemische von Chloriden von Barium, Kalzium, Caesium, Lithium, Strontium und Yttrium werden bevorzugt. Die chemische Reduktion wird bevorzugt, jedoch nicht notwendigerweise bis zum Abschluss durchgeführt, so dass die nichtmetallischen Precursor-Verbindungen vollständig reduziert werden. Die nicht vollständige Ausführung des Prozesses bis zum Abschluss ist ein Verfahren, um den Sauerstoffanteil des erzeugten Metalls zu steuern, und um eine anschließende Ausbildung der Oxiddispersion zu ermöglichen. Wenn der Vorverfestigungsschritt **21** durchgeführt wird, kann das Ergebnis dieses Schrittes **22** ein metallischer Schwamm sein. Die Bor- und Stickstoffanteile können durch Starten mit einem Bond oder einem Nitrid und durch Reduktion der Verbindung mittels eines elektrolytischen Prozesses gesteuert werden.

**[0060]** In einem weiteren als "rasche Plasmaabschreckungs"-Reduktion bezeichneten Reduktionsansatz, wird die Precursor-Verbindung, wie z.B. Titanchlorid, in einem Plasmalichtbogen bei einer Temperatur über 4500°C dissoziiert. Die Precursor-Verbindung wird rasch erhitzt, dissoziiert und in Wasserstoffgas abgeschreckt. Das Ergebnis sind feine Metallhydridpartikel. Jedes Schmelzen der Metallpartikel ist sehr kurz in der Größenordnung von 10 Sekunden oder weniger und liegt innerhalb des Umfangs von "ohne Schmelzen" und dergleichen, wie er hierin verwendet wird. Der Wasserstoff wird anschließend aus den Metallhydridpartikeln durch eine Vakuumwärmebehandlung entfernt. Sauerstoff kann ebenfalls zugeführt werden, um mit den ein stabiles Oxid bildenden additiven Elementen zu reagieren, um eine stabile Oxiddispersion zu erzeugen. Bor wird zugegeben, um mit Titan zum Erzeugen von Titanborid zu reagieren.

**[0061]** Unabhängig von der im Schritt **22** verwendeten Reduktionstechnik ist das Ergebnis Material einer metallischen Titanbasiszusammensetzung, Titanborid und optional stabile Oxidpartikel. Das Material kann unter bestimmten Umständen aus frei strömenden Partikeln bestehen oder kann in anderen Fällen eine schwammartige Struktur haben. Die schwammartige Struktur wird in dem Festphasen-Reduktionsansatz erzeugt, wenn die Precursor-Verbindungen zuerst vor dem Beginn der tatsächlichen chemischen Reduktion miteinander vorverdichtet wurden (d.h., optionaler Schritt **21**). Die Precursor-Verbindungen können komprimiert werden, um eine komprimierte Masse zu erzeugen, die in den Abmessungen größer als ein gewünschter Endmetallartikel ist.

**[0062]** Optional, aber bevorzugt, wird das Material verfestigt, um einen verfestigten metallischen Artikel, Schritt **24**, ohne Schmelzen der metallischen Titanbasiszusammensetzung und ohne Schmelzen der verfestigten metallischen Titanbasiszusammensetzung zu erzeugen. Der Verfestigungsschritt **24** kann mittels einer beliebigen ausführbaren Technik durchgeführt werden, wovon Beispiele heißisostatisches Pressen, Schmieden, Extrusion, Pressen und Sintern oder direkte Pulververfestigungsextrusion oder Walzen oder eine Kombination dieser Verfahren sind.

**[0063]** [Fig. 2](#) und [Fig. 3](#) stellen die Mikrostruktur des Materials **40** mit einer der Umgebung **44** ausgesetzten Oberfläche **42** dar. Der metallische Artikel **40** besitzt eine Mikrostruktur einer metallischen Titanbasiszusammensetzungsmatrix **46** mit den Titanboridpartikeln und optional dem bzw. den dadurch hindurch verstreuten ein stabiles Oxid ausbildenden additiven Element(en). Die Titanboridpartikel können in unterschiedlichen Formen abhängig von dem Prozentsatz des vorhandenen Bors und anderen Faktoren vorhanden sein. Das Bor ist bevorzugt in einer Menge von 0,05 bis 17 Gewichtsprozent der gesamten Masse vorhanden. Wenn das Bor mit weniger als 0,05 Gewichtsprozent vorhanden ist, ist kein Titanborid als ein effektiver Verstärker vorhanden, da sich das Bor in einer Festkörperlösung befindet. Wenn das Bor in einer Menge von 0,05 bis 1,5 Gewichtsprozent vorhanden ist, sind die Titanboridpartikel als eine feine Titanborid-Dispersoidphase **62** vorhanden, die in der metallischen Titanbasiszusammensetzungsmatrix **46** gemäß Darstellung in [Fig. 2](#) verstreut ist, was einen Dispersoid-Verstärkungseffekt erzeugt. Diese feinen Dispersoidpartikel sind in der Abmessung kleiner als die durch frühere Prozesse zur Erzeugung von Titan/Titan-Boridmaterialien erzeugten. Wenn das Bor in einer Menge von 1,5 bis 17 Gewichtsprozent vorhanden ist, sind die Titanboridpartikel als eine grobe Titanboridphase **64** mit einem relativ höheren Volumenanteil gemäß Darstellung in [Fig. 3](#) im Vergleich zu der in [Fig. 2](#) dargestellten Struktur vorhanden. (So wie hierin verwendet, werden "grob" und "fein" nur in einem relativen Sinne zueinander verwendet, wobei eine "grobe" Phase in der Abmessung größer als "feine" Dispersoide ist). Die grobe Titanboridphase **64** erzeugt einen zusammengesetzten Verstärkungseffekt. Es kann jedoch möglich sein, die Mikrostruktur einer Borzusammensetzung mit hohen Gewichtsanteilprozenten (1,5 bis 17 Gewichtsprozent) durch eine Niedertemperaturverarbeitung während der Verfestigung so zu manipulieren, dass die Mikrostruktur etwas der in [Fig. 2](#) dargestellten ähnlicher ist, jedoch mit einem höheren Volumenanteil der feinen Dispersoidphase **62**. Wenn mehr als 17 Gewichtsprozent Bor vorhanden sind, hat die Struktur mehr als 90 Volumenprozent vorhandenes Titanborid, und die Vorteile des Vorhandenseins der metallischen Titanbasiszusammensetzungsmatrix **46** werden reduziert und schließlich verloren.

[0064] In **Fig. 3** erzeugen sowohl die feine Titanborid-Dispersoidphase **62** als auch die grobe Titanborid-Dispersoidphase **84** Verstärkungseffekte, wenn auch mittels unterschiedlicher Mechanismen. Die feine Titanborid-Dispersoidphase **62** erzeugt eine Dispersoid-(d.h., Orowan-)Verstärkung, durch Wechselwirkung mit Versetzungen in der metallischen Titanbasiszusammensetzungsmatrix **46**. Die grobe Titanborid-Dispersoidphase **64** kann eine gewisse Dispersoidverstärkung erzeugen, erzeugt aber auch eine Mischregel-Zusammensetzungsverstärkung, falls sie vorhanden ist, gemäß Darstellung in **Fig. 3**. In dem Bereich von 1,5 bis 17 Gewichtsprozent Bor können sowohl die feinen Titanboriddispersoide **62** als auch die groben Titanboriddispersoide **64** vorhanden sein, so dass etwas von jedem Verstärkungstyp beobachtet wird. Mit einer Zunahme der Menge des vorhandenen Bors nimmt der Volumenanteil des Titanborids so zu, so dass er nahezu zusammenhängend wird.

[0065] Das bzw. die optionalen ein stabiles Oxid ausbildende(n) additive(n) Element(e) können in einer Festkörperlösung, Bezugszeichen **48**, oder in einer oder mehreren nicht zur Reaktion gebrachten diskreten Phasen **50** vorhanden sein. Einige von den ein stabiles Oxid ausbildenden additiven Element(en) die zu Beginn in einer Festkörperlösung vorhanden sind, können mit zu Beginn in der Matrix **46** vorhandenen Sauerstoff zur Reaktion gebracht worden sein, um eine Dispersion von feinen Oxiddispersoiden **52** zu erzeugen. Einige von den ein stabiles Oxid ausbildenden additiven Element(en) die zu Beginn in einer Festkörperlösung als nicht zur Reaktion gebrachte diskrete Phase **50** vorhanden sind, können mit zu Beginn in der Matrix **46** vorhandenen Sauerstoff zur Reaktion gebracht worden sein, um eine Dispersion von groben Oxiddispersoiden **54** zu erzeugen. Diese stabilen Oxiddispersoide **52** und **54** sind im Wesentlichen gleichmäßig über die gesamte Matrix **46** verteilt.

[0066] Zusammengenommen stellen die Titanborid-Dispersoidphasen **62** oder **64** und die Oxiddispersoide **52** oder **54** einen großen Teil der Flexibilität bei der Steuerung der mechanischen Eigenschaften des endgültigen Materials **40** bereit. Die relativen Mengen, Abmessungen und Verteilungen der Titanborid-Dispersoidphasen **62** oder **64** und der Oxiddispersoide **52** oder **54** werden größtenteils unabhängig voneinander über die Steuerung der Menge(n) der Bor enthaltenden Precursor-Verbindung(en) und Precursor-Verbindung(en) des ein stabiles Oxid erzeugenden additiven Elemente und durch die nachstehend beschriebene weitere Verarbeitung festgelegt.

[0067] Optional, jedoch bevorzugt gibt es eine weitere Verarbeitung, Schritt **26**, des verfestigten metallischen Artikels. In dieser Verarbeitung wird der Artikel nicht geschmolzen. Eine derartige weitere Verarbeitung kann beispielsweise eine mechanische For-

mung des verfestigten metallischen Artikels, Schritt **28**, durch einen ausführbaren Ansatz, oder eine Wärmebehandlung des verfestigten metallischen Artikels, Schritt **30**, durch einen beliebigen ausführbaren Ansatz beinhalten. Der Formungsschritt **28** und/oder der Wärmebehandlungsschritt **30**, werden, wenn sie angewendet werden, anhand der Art der metallischen Titanbasiszusammensetzung ausgewählt. Eine derartige Formung und Wärmebehandlung sind in dem Fachgebiet für jede metallische Titanbasiszusammensetzung bekannt.

[0068] Das verfestigte Material **40** kann bei einer Temperatur größer als Raumtemperatur, Schritt **32**, insbesondere dort oxidiert werden, wo starke Oxid ausbildende Elemente in der Lösung der Titanlegierungsmatrix und/oder in der Form von Partikeln vorhanden sind. Der Sauerstoffaussetzungsschritt **32**, der zu den Arten der Oxid-Verwandten in **Fig. 3** dargestellten Mikrostruktur führt, kann entweder während der anfänglichen Erzeugung des metallischen Artikels in einer gesteuerten Erzeugungsumgebung oder während der späteren Betriebsaussetzung bei erhöhter Temperatur erfolgen. Der nach innen diffundierte Sauerstoff reagiert chemisch mit dem(n) ein Oxid ausbildenden additiven Element(en), das (die) in der Nähe der Oberfläche **42** entweder in einer Festkörperlösung **48** oder in diskreten Phasen **50** vorhanden ist (sind). Die Folge ist, dass wenige, wenn überhaupt welche, unreaktierte ein stabiles Oxid ausbildende additive Elemente in Festkörperlösung **48** oder in diskreten Phasen **50** in der Nähe der Oberfläche **42** verbleiben, und stattdessen alle reagiert werden, um entsprechend zusätzliche feine Oxiddispersoide **52** und grobe Oxiddispersoide **54** zu erzeugen. Demzufolge ist eine höhere Konzentration von feinen Oxiddispersoiden **52** in einer Diffusionsoxidationszone **56** einer Tiefe D1 an und unmittelbar unter der Oberfläche **42** im Vergleich zu der Konzentration der feinen Oxiddispersoide **52** bei größeren Tiefen vorhanden. D1 liegt typischerweise in dem Bereich von etwa 0,025 mm bis etwa 0,076 mm (0,01 bis 0,003 inches) kann jedoch kleiner oder größer sein. Zusätzlich kann abhängig von den spezifischen Oxiden, welche durch ein stabiles Oxid ausbildenden Elemente erzeugt werden, eine Oxidoberflächenschicht **58** erzeugt werden, die als eine Diffusionsbarriere gegen die Diffusion von zusätzlichem Sauerstoff aus der Umgebung **44** in den Artikel **40** dient.

[0069] Das Vorhandensein und die Art der Verteilung der Oxiddispersoide **52** und **54** hat verschiedene zusätzliche wichtige Konsequenzen. Die Oxiddispersoide **52** und **54** dienen zur Verstärken der Matrix **46** durch den Dispersionsverstärkungseffekt und auch zum Verbessern der Kriechbeständigkeit der Matrix bei erhöhter Temperatur. Die Oxiddispersoide **52** und **54** können auch Stiftkorngrenzen der Matrix **46** sein, um eine Vergrößerung der Kornstruktur während der Verarbeitung und/oder der Aussetzung an erhöhte

Temperatur zu verhindern. Zusätzlich haben in einigen Fällen die Oxiddispersoide **52** und **54** ein höheres spezifisches Volumen als die ein stabiles Oxid erzeugenden additiven Elemente, aus welchen sie erzeugt werden. Dieses höhere spezifische Volumen erzeugt eine durch den Pfeil **60** dargestellte Druckkraft in der Matrix **46** in der Nähe der Oberfläche **42**. Die Druckkraft **60** verhindert Rissausbildung und -Wachstum, wenn der Artikel mit Zug oder Torsion während des Betriebs belastet wird, was ein sehr nützliches Ergebnis darstellt.

**[0070]** Eine wichtige Anwendung des vorliegenden Ansatzes besteht darin, dass der verfestigte Artikel ein Einfügungsteil bezüglich einer Masse aus unterschiedlichem Material bilden kann. Die [Fig. 4–Fig. 7](#) stellen verschiedene Ausführungsformen dieses Ansatzes dar. Das Einfügungsteil kann nur eine einfache Volumenzusammensetzung gemäß Darstellung in den [Fig. 4](#) und [Fig. 5](#) aufweisen, oder es kann ein Gemisch aus wenigstens zwei Materialien mit unterschiedlichen Volumenzusammensetzungen gemäß Darstellung in den [Fig. 6](#) und [Fig. 7](#) aufweisen. In der Ausführungsform von [Fig. 4](#) bilden Partikel einer verfestigten metallischen Titanbasiszusammensetzung mit Titanboridpartikeln darin, Bezugszeichen **70**, ein Einfügungsteil in einer metallischen Masse **72**, die keine verfestigte metallische Titanbasiszusammensetzung mit Titanboridpartikeln darin ist. In der Ausführungsform von [Fig. 5](#) bilden Partikel einer ersten verfestigten metallischen Titanbasiszusammensetzung mit einem ersten Volumenanteil von Titanboridpartikeln darin, Bezugszeichen **74**, ein Einfügungsteil in einer Masse **76**, die eine zweite verfestigte metallische Titanbasiszusammensetzung mit einem zweiten Volumenanteil von Titanboridpartikeln darin ist. In der Ausführungsform von [Fig. 6](#) sind Körner **90** mit einem hohen Volumenanteil von Titanboridpartikeln mit Körnern **92** mit einem geringen Volumenanteil von Titanborid gemischt, um ein Einfügungsteil auszubilden. In der Ausführungsform von [Fig. 7](#) sind Körner **94** mit einem hohen Volumenanteil (und/oder einem niedrigen Volumenanteil **96**) von Titanborid mit Körnern **98** mit im Wesentlichen keinen Titanborid gemischt, um ein Einfügungsteil auszubilden.

**[0071]** Weitere kompatible Anordnungen können ebenfalls eingesetzt werden. In der Ausführungsform der [Fig. 8–Fig. 9](#) ist ein Einfügungsteil **78** aus einer verfestigten metallischen Titanbasiszusammensetzung mit den Titanboridpartikeln in die kein Bond enthaltende metallische Legierung platziert, die den Rest eines Schaufelblattes **80** eines Gasturbinentriebwerks **82** bildet. Der Laufschaufel-Querschnitt kann eine Mikrostruktur ähnlich der in [Fig. 4](#) dargestellten haben. Das Einfügungsteil erhöht die Festigkeit und den Modul des Schaufelblattes **80**, ohne den Verbrennungsgasen ausgesetzt zu sein und ohne die Form des Schaufelblattes **80** zu verändern. Alternativ kann das Einfügungsteil ein Gemisch aus wenigstens

zwei Materialien mit unterschiedlichen Volumenzusammensetzungen aufweisen, wie sie in den [Fig. 6](#) und [Fig. 7](#) dargestellt sind. Einfügungsteile können mittels jedes ausführbaren Ansatzes eingebaut werden, wie z.B. indem man den Nichtborid-Anteil angießt, gießt und bearbeitet, oder durch einen Nicht-Schmelzansatz, wie z.B. durch Diffusionsverbindung.

**[0072]** Weitere Beispiele von Artikeln, welche durch den vorliegenden Ansatz hergestellt werden können umfassen Komponenten von Gasturbinentriebwerken, die Leitschaufeln, Scheiben, Laufschaufelscheiben, "Blings", Wellen, Gehäuse, Motorbefestigungen, Statorleitschaufeln, Dichtungen und Gehäuse umfassen. Weitere Artikel umfassen Automobilteile und biomedizinische Artikel. Die Anwendung der vorliegenden Erfindung ist jedoch nicht auf diese speziellen Partikel beschränkt.

### Patentansprüche

1. Verfahren zur Erzeugung eines Artikels, der aus einzelnen, diesen bildenden Elementen in einem Elementverhältnis hergestellt ist, wobei das Verfahren die Schritte aufweist:

Bereitstellen von mindestens einer nichtmetallischen Precursor-Komponente, wobei alle der nichtmetallischen Precursor-Komponenten gemeinsam die bildenden Elemente in ihrem jeweiligen Elementverhältnis enthalten, und worin die bildenden Elemente aufweisen:

eine metallische Titanbasislegierung, und Bor, das in einer Menge vorliegt, die über der bei Raumtemperatur im Festkörper vorliegenden Löslichkeitsgrenze in der metallischen Titanbasislegierung liegt;

Chemisches Reduzieren der Precursor-Komponenten, um ein Material zu erzeugen, das eine metallische Titanbasislegierung mit in dieser vorliegenden Titanborid-Partikeln aufweist, ohne die metallische Titanbasislegierung zu schmelzen; und

Verdichten oder Verfestigen der metallischen Titanbasislegierung mit den darin vorhandenen Titanborid-Partikeln, um einen verdichteten und verfestigten Artikel zu erzeugen ohne die metallische Titanbasislegierung zu schmelzen und ohne die verfestigte metallische Titanbasislegierung zu schmelzen.

2. Verfahren nach Anspruch 1, worin der Schritt des Bereitstellens den Schritt beinhaltet, dass die das Bor enthaltenden Elemente in einer Menge bereitgestellt werden, die nicht größer als diejenige ist, die zur Bildung von neunzig Volumenprozent des Titanborids in dem verfestigten Material notwendig ist.

3. Verfahren nach Anspruch 1, worin der Schritt der Bereitstellung den Schritt enthält, dass die nichtmetallischen Precursor-Komponenten, wie beispielsweise Bor, so bereitgestellt werden, dass sie in dem

verfestigten Material in einer Menge vorliegen, die nicht größer als 17 Gewichtsprozent des verfestigten Materials ist.

per enthält.

Es folgen 4 Blatt Zeichnungen

4. Verfahren nach Anspruch 1, worin der Schritt des Bereitstellens, den Schritt enthält, dass die nicht-metallischen Precursor-Komponenten, wie beispielsweise Bor, so bereitgestellt werden, dass sie in dem verfestigten Material in einer Menge vorliegen, die von 0.05 bis 17 Gewichtsprozent des verfestigten Materials reicht.

5. Verfahren nach Anspruch 1, worin der Schritt des Bereitstellens den Schritt enthält, dass die nicht-metallischen Precursor-Komponenten, wie beispielsweise Bor, so bereitgestellt werden, dass sie in dem verfestigten Material in einer Menge vorliegen, die von 0.05 bis 1.5 Gewichtsprozent des verfestigten Materials reicht.

6. Verfahren nach Anspruch 1, worin der Schritt des Bereitstellens den Schritt enthält, dass die nicht-metallischen Precursor-Komponenten, wie beispielsweise Bor, so bereitgestellt werden, dass sie in dem verfestigten Material in einer Menge vorliegen, die von 1.5 bis 17 Gewichtsprozent verfestigten Materials reicht.

7. Verfahren nach Anspruch 1, worin der Schritt des Bereitstellens den Schritt enthält, dass die nicht-metallischen Precursor-Komponenten, wie beispielsweise Bor, so bereitgestellt werden, dass sie in dem verfestigten Material in einer Menge vorliegen, die von 5 bis 17 Gewichtsprozent des verfestigten Materials reicht.

8. Verfahren nach Anspruch 1, worin der Schritt des Bereitstellens den Schritt enthält, dass eine nichtmetallische Precursor-Komponente eines ein stabiles Oxid bildenden additives Elements, das in der metallischen Titanbasislegierung ein stabiles Oxid bildet, bereitgestellt wird, und wobei mindestens ein zusätzliches Element in einer Menge vorliegt, die größer ist als seine bei Raumtemperatur im Festkörper vorliegende Löslichkeitsgrenze in der metallischen Titanbasislegierung, und wobei das Verfahren nach dem Schritt der chemischen Reduktion einen zusätzlichen Schritt enthält, bei dem die metallischen Legierung bei einer Temperatur oxidiert wird, die größer als Raumtemperatur ist.

9. Verfahren nach Anspruch 1, worin der Schritt des Bereitstellens oder der Schritt der chemischen Reduktion den Schritt enthält, dass ein anderer additiver Bestandteil hinzugefügt wird.

10. Verfahren nach Anspruch 1, das einen zusätzlichen Schritt der Erzeugung des verfestigten Artikels als eine Einfügung (**78**) in einem anderen Kör-

Anhängende Zeichnungen

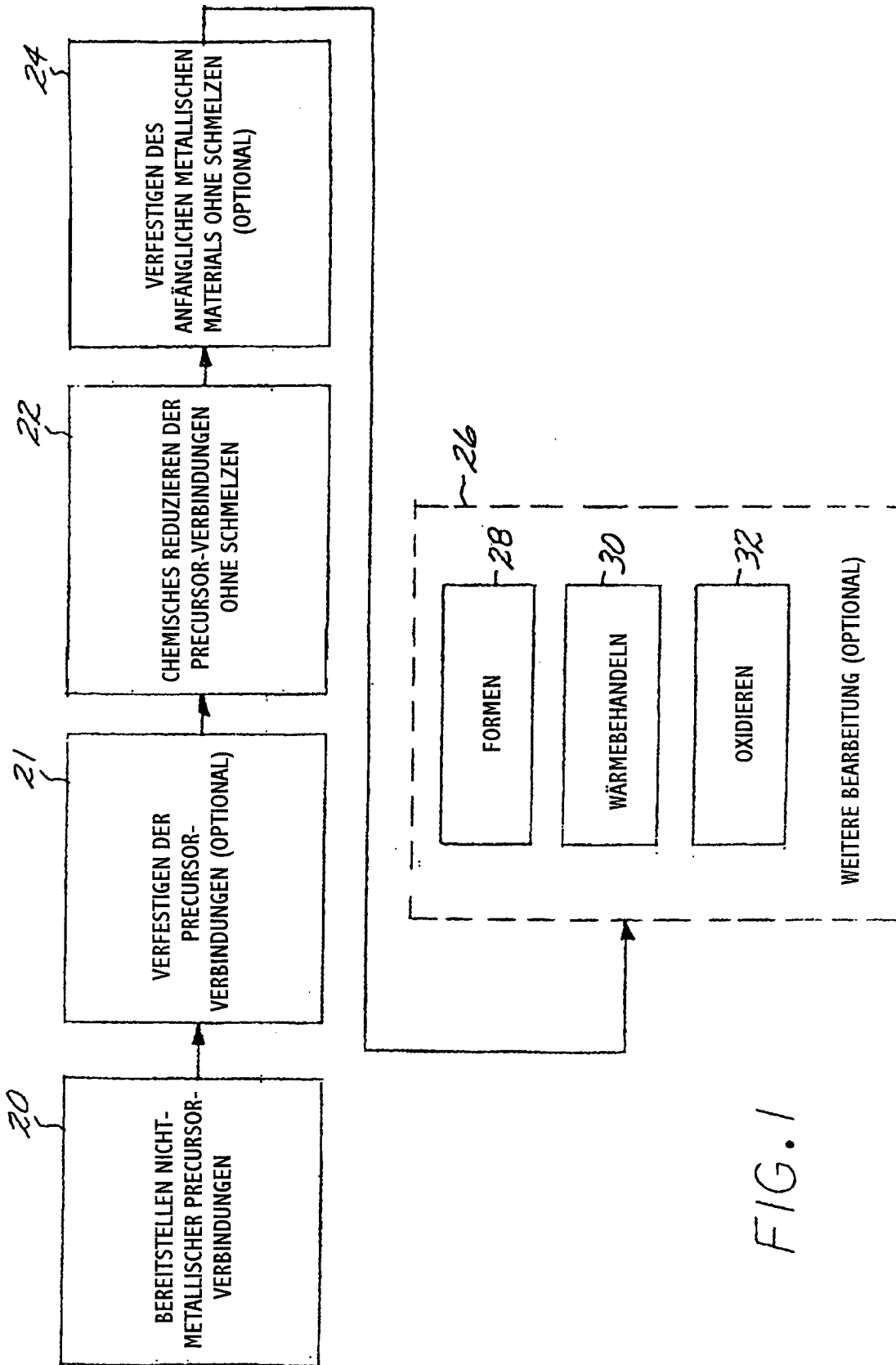


FIG. 1



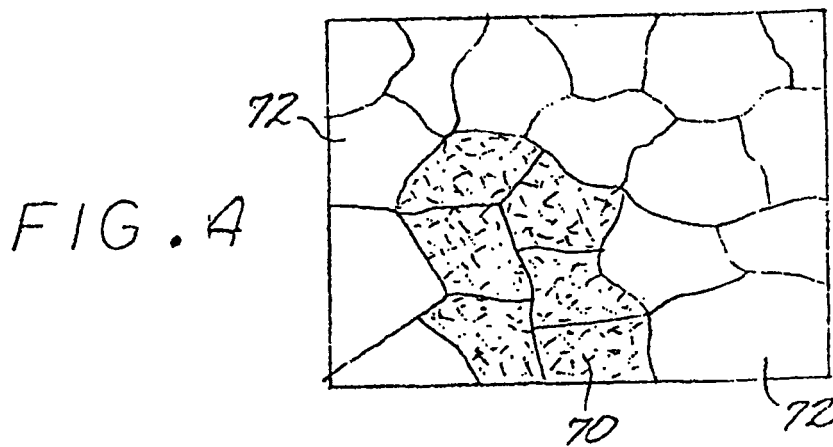
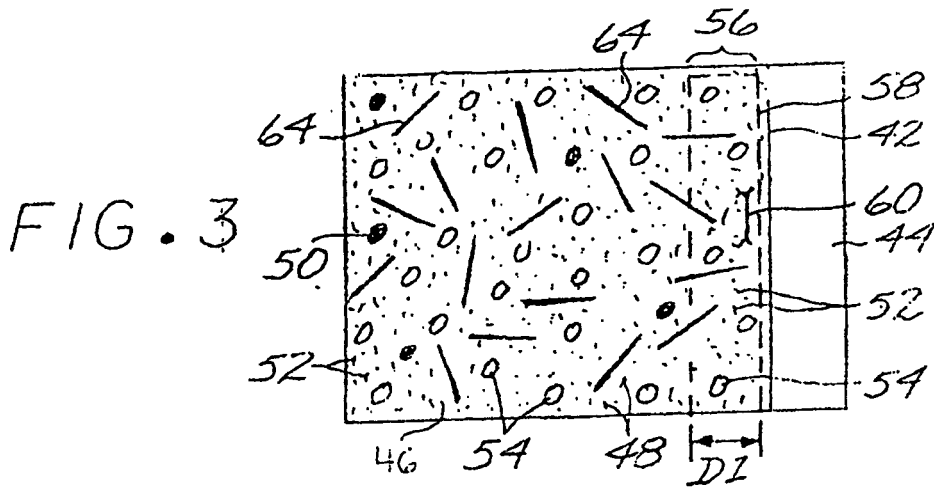
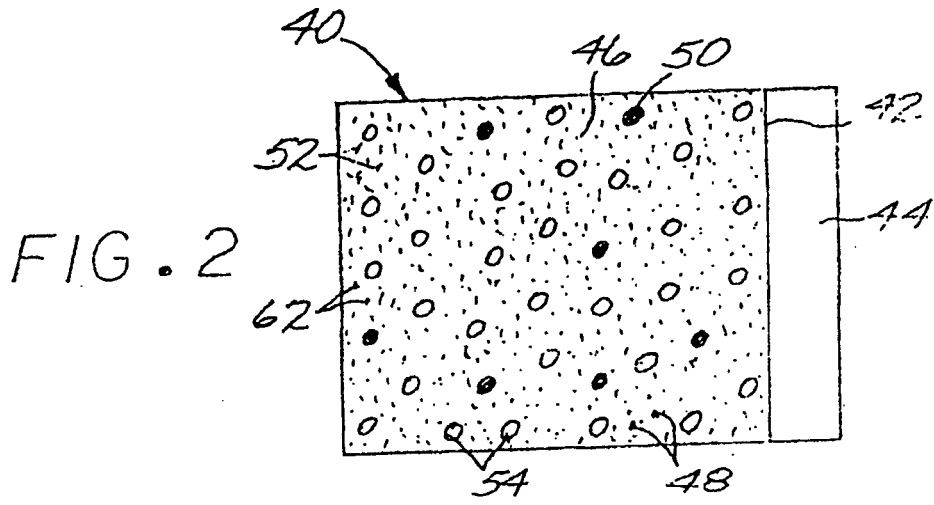


FIG. 5

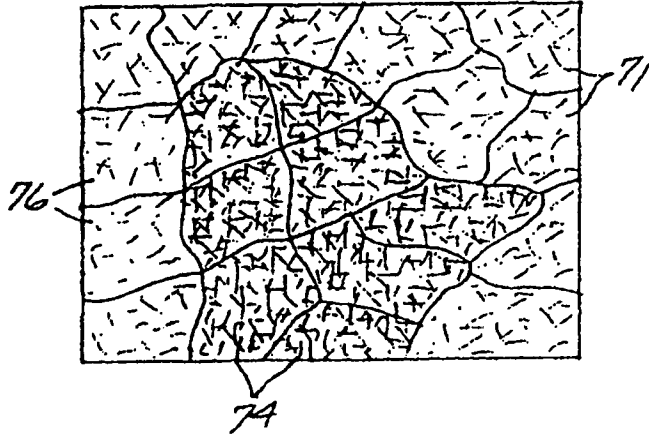


FIG. 6

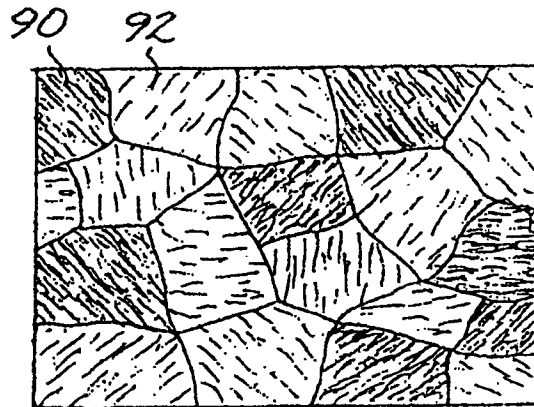


FIG. 7

