

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 0 529 194 B1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des
Hinweises auf die Patenterteilung:
06.11.1996 Patentblatt 1996/45

(51) Int. Cl.⁶: **B22D 27/04**, C30B 11/00

(21) Anmeldenummer: **92105423.5**

(22) Anmeldetag: **30.03.1992**

(54) Verfahren zur Herstellung eines Körpers aus einem warmrissempfindlichen Werkstoff und Giessform

Process for the production of article of hot cracking susceptible material and mould therefor

Procédé pour la fabrication d'un objet d'un matériel fissible à chaud et moule

(84) Benannte Vertragsstaaten:
CH DE FR GB IT LI NL

(30) Priorität: **22.08.1991 DE 4127792**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
03.03.1993 Patentblatt 1993/09

(73) Patentinhaber: **W.C. Heraeus GmbH**
D-63450 Hanau (DE)

(72) Erfinder:
• **Goy, Karl-Heinz**
W-6460 Gelnhausen (DE)
• **Lupton, David Francis, Dr.**
W-6460 Gelnhausen (DE)
• **Hörmann, Michael, Dr.**
W-8750 Mömbris (DE)

- **Kowarschik, Willibald**
W-6456 Langenselbold (DE)
- **Rzesnitzek, Klaus**
W-6457 Maintal 1 (DE)
- **Zurowski, Berthold**
W-6454 Bruchköbel (DE)

(56) Entgegenhaltungen:
DD-A- 207 076 **DD-A- 257 350**
DE-A- 3 627 764 **FR-A- 2 201 937**
FR-A- 2 500 768 **US-A- 4 840 699**

- **PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 13, no. 178**
(M-819)26. April 1989 & JP-A-10 11 060 (SEIKO
EPSON CORP) 13 Januar 1989
- **PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 15, no. 27**
(C-797)22. Januar 1991 & JP-A-22 67 260 (SEIKO
EPSON CORP) 1. November 1990

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).

EP 0 529 194 B1

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines Körpers aus einem warmrißempfindlichen Werkstoff, insbesondere aus einer Legierung, durch Gießen einer Schmelze des Werkstoffes in eine Gießform mit thermisch isolierten Seitenwänden und mit einem Boden aus gut wärmeleitendem Material und Abkühlen der Schmelze in der Gießform, wobei die als Grenzfläche zwischen Schmelze und bereits erstarrtem Werkstoff sich bildende Erstarrungsfront im wesentlichen parallel zum Boden verläuft und sich während des Erstarrens der Schmelze vom Boden aus in Richtung der freien Schmelzoberfläche bewegt. Weiterhin betrifft die Erfindung eine Gießform zur Durchführung des Verfahrens mit vier sich paarweise gegenüberstehenden thermisch isolierten, glatten Seitenwänden und mit einem gut wärmeleitenden Boden aus Metall.

Ein derartiges Verfahren ist aus der DD-PS 257 350 in Verbindung mit der darin als Stand der Technik genannten DD-PS 207 076 bekannt. In der DD-PS 207 076 ist ein Verfahren zur Herstellung von runden Scheiben aus Metallsiliziden mit einem Durchmesser von 156 mm und einer Scheibendicke von 8 mm beschrieben. Dabei wird eine Schmelze einer Cr-Si-W-Legierung in eine auf $\geq 700^\circ$ Celsius vorgeheizte und außen wärmeisolierte Graphitform gegossen und unter Vakuum gleichmäßig mit einer Abkühlgeschwindigkeit von weniger als 20° C/min. auf Raumtemperatur abgekühlt.

Dieses Verfahren ist zur Herstellung dünner Scheiben gut geeignet, bei Gußkörpern mit größeren Wandstärken treten jedoch trotz Vorwärmung der Form und langsamem Abkühlen, Risse und Lunker auf, die beispielsweise durch eine ungünstige Gußtextur des Gußkörpers, aus einer Ansammlung von schädlichen Ausscheidungen, Seigerungen oder Poren im Zentrum des Gußkörpers oder auch durch eine Behinderung der Schwindung des Gußkörpers während des Abkühlens aufgrund von Inhomogenitäten an den Innenwandungen der Gießform verursacht sein können.

Zur Beseitigung dieser Nachteile wird in der DD-PS 257 350 eine zylindrische Gießform vorgeschlagen, auf deren Innenseite eine weiche Isolierschicht aufgeklebt ist, die der Schwindung des Gußkörpers keinen größeren Widerstand entgegensetzt und in die eine gute wärmeleitende, metallische Bodenplatte der gleichen chemischen Zusammensetzung wie die des zu vergießenden Werkstoffes eingesetzt ist. Durch die gezielte Wärmeableitung aus der Schmelze über die Bodenplatte wird eine gerichtete Erstarrung der Schmelze erreicht, derart, daß sich zwischen bereits erstarrtem Werkstoff und Schmelze des Werkstoffes nur eine einzige Erstarrungsfront ausbildet, die sich ausgehend vom Boden der Gießform mit fortschreitender Erstarrung der Schmelze im wesentlichen parallel zum Boden in Richtung der freien Schmelzoberfläche bewegt. Aus der Veröffentlichung "Gerichtete Erstarrung, W. Kurz und B. Lux, Z. Metallkunde 63 (1972) 9, Seite 509 bis 515", ist bekannt, daß eine derartige gerichtete Erstarrung

Vorteile hinsichtlich des Seigerungs-, Ausscheidungs und Lunkerverhaltens bei gegossenen Körpern mit sich bringen kann. Außerdem ist es bekannt, daß die gerichtete Erstarrung eine Reinigung des Gußkörpers bewirken kann, der darin besteht, daß die vom Boden der Gießform in Richtung der freien Schmelzoberfläche sich bewegende Erstarrungsfront, im erstarrten Werkstoff schwerer lösliche Fremdstoffe bis zur Schmelzoberfläche vor sich her schiebt. Die Fremdstoffe werden somit an einem Ende des Gußkörpers angereichert, wo sie hinsichtlich der Festigkeitseigenschaften des Gußkörpers weniger schädlich sind und gegebenenfalls auch leicht entfernt werden können. Um die durch das Gießen und den nachfolgenden Abkühlvorgang im Gußkörper erzeugten Spannungen gering zu halten oder abzubauen und um die Kontrolle einer gezielten, gerichteten Erstarrung der Schmelze zu erleichtern, erfolgt das Erstarren der Werkstoffschmelzen bei den bekannten Verfahren zur gerichteten Erstarrung sehr langsam. Dies wird beispielsweise dadurch erreicht, daß die Gießform vor dem Abgießen der Schmelze vorgeheizt und danach gleichmäßig und langsam abgekühlt wird. So wird beispielsweise in der DD-PS 207 076 eine Abkühlgeschwindigkeit von weniger als 20° C/min bis auf Raumtemperatur genannt.

Aus der DE-OS 35 32 131 ist es bekannt, über die Höhe der Seitenwände der Gießform einen Temperaturgradienten aufrechtzuerhalten, wobei die Temperatur am oberen Rand der Gießform im Bereich der Schmelztemperatur des zu gießenden Werkstoffes liegt. Dadurch wird eine exakte Kontrolle der gerichteten Erstarrung der Schmelze, vom gut wärmeableitenden Boden ausgehend, bis zum oberen Rand der Gießform, gewährleistet. Die Schmelze erstarrt dabei äußerst langsam. Als Geschwindigkeit, mit der die Erstarrungsfront fortschreitet, werden in der DE-OS 35 32 131 4 cm/h genannt.

Durch langsames Erstarren und Abkühlen entsteht jedoch in Abhängigkeit vom zu vergießenden Werkstoff ein relativ grobkörniges Gefüge, das wiederum Ursache für eine Rißbildung im Gußkörper sein kann. Die zur Rißausbreitung erforderliche Kraft hängt im wesentlichen von den atomaren Bindungen und dem Mikrogefüge des Werkstoffes ab. Bei polykristallinen Werkstoffen können Korngrenzen als intrinsisch vorhandene Anrisse aufgefaßt werden, von denen aus eine Rißausbreitung erleichtert ist. Diese rißeinleitende Eigenschaft von Korngrenzen ist um so ausgeprägter, je ausgedehnter die einzelnen Korngrenzen sind, das heißt, um so gröber das Korngefüge des Werkstoffes ist. Demgegenüber wird die Rißeinleitung beziehungsweise die Rißausbreitung bei feinkörnigem Gefüge behindert.

Ein langsames Abkühlen kann bei vielen hierfür anfälligen Werkstoffen außerdem die Entstehung oder das Wachstum unerwünschter Inhomogenitäten, wie Ausscheidungen oder Entmischungen fördern, die bei Verwendung des Werkstoffes beispielsweise als Target für Beschichtungszwecke zu Schwankungen im

Beschichtungsergebnis führen. Derartige Inhomogenitäten im Werkstoffgefüge können ebenfalls rißfördernd wirken.

Durch ein langsames Erstarren der Schmelze diffundieren auch gasförmige Verunreinigungen, wie beispielsweise Wasser oder Sauerstoff, in verstärktem Maße sowohl über die freie Schmelzoberfläche, als auch von den Innenwandungen der Gießform her in die Schmelze, wo sie als Fremdstoffe nicht nur eine Verunreinigung des Werkstoffes darstellen, sondern auch als Keimbildner für im Werkstoff sich bildende Inhomogenitäten wirken können.

Zur Vermeidung oder Reduzierung der Rißbildung im Gußkörper wird in der DD-PS 257 350 die Verwendung einer Bodenplatte vorgeschlagen, die die gleiche chemische Zusammensetzung wie die des zu gießenden metallischen Werkstoffes hat. Ein ähnlicher Lösungsvorschlag liegt auch dem Verfahren gemäß der EP-B1 237 325 zu Grunde, bei dem eine Bodenplatte aus einem Material verwendet wird, das sich mit dem zu vergießenden Werkstoff zu einer einheitlichen Struktur verbindet und das einen geringeren Ausdehnungskoeffizienten als denjenigen des zu gießenden Werkstoffes aufweist. Dadurch wird die Oberfläche des Gußkörpers unter Druckspannungen gesetzt, die zwar eine Ausbreitung von Warmrissen über die gesamte Dicke des Gußkörpers hinweg, jedoch nicht die Entstehung von Rissen verhindern können.

Abgesehen davon, daß bei Verwendung von Bodenplatten der gleichen chemischen Zusammensetzung wie die des zu gießenden Werkstoffes die Wärmeleitfähigkeit der Bodenplatte nicht optimierbar ist, besteht bei warmrißempfindlichen Werkstoffen aufgrund der thermischen Belastung beim Übergießen der heißen Schmelze auch die Gefahr des Reißens der Bodenplatte. Bei Verwendung von Bodenplatten mit einer von der des zu vergießenden Werkstoffes unterschiedlichen Zusammensetzung, die sich aber mit diesem fest verbinden soll, treten neben möglichen unerwünschten Grenzflächenreaktionen und Haftungsproblemen auch Verformungen der Gußkörper aufgrund der unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten der miteinander verbundenen Materialien auf, die ebenfalls zu Problemen beim bestimmungsgemäßen Einsatz der Gußkörper führen können.

Für die Herstellung von Scheiben aus dem warmrißempfindlichen Werkstoff, bei spielsweise zur Verwendung als Targets für Beschichtungszwecke, muß ein zylinderförmiger Gußkörper, wie er mittels der Gießform gemäß der DD-PS 257 350 hergestellt wird, in entsprechende Scheiben zersägt oder auf andere Art zerteilt werden. Der dabei anfallende Materialabtrag sowie der infolge der Beanspruchung des Gußkörpers während der Bearbeitung zusätzlich verursachte Ausschuß führen unvermeidlich zu Materialverlusten.

Ein weiteres Verfahren sowie eine Gießform gemäß der angegebenen Gattung sind aus der japanischen Patentanmeldung JP-A 10 11 060 bekannt. Die darin

beschriebene Gießform ermöglicht eine vom Boden der Gießform ausgehende gerichtete Erstarrung der darin eingegossenen Schmelze. Hierzu ist die Gießform mit vier sich paarweise gegenüberstehenden, glatten und thermisch isolierenden Seitenwänden aus Aluminiumoxid und einem gut wärmeleitenden Boden aus Gußeisen versehen. Aufgrund der gerichteten Erstarrung wird die Ausbildung eines Gießrichters beim Erstarren der Schmelze vermieden. Ein aus dem erstarrten Gußblock hergestelltes Target ist rißfrei und gewährleistet ein Zerstäuben unter stabilen Entladungsbedingungen. Es hat sich jedoch gezeigt, daß für besondere Beanspruchungen die mechanische Stabilität des Targets und für besonders hohe Anforderungen hinsichtlich der Sputtereigenschaften, die Homogenität der chemischen Zusammensetzung über das gesamte Targetvolumen nicht ausreichend ist.

Der vorliegenden Erfindung liegt die Aufgabe zu Grunde, ein einfaches und kostengünstiges Verfahren zur Herstellung plattenförmiger Körper aus warmrißempfindlichen Werkstoffen anzugeben, mit dem ein Gießen rißfreier und homogener Körper ermöglicht wird, und eine einfache, abnutzungsarme Gießform zur Durchführung des Verfahrens bereitzustellen, aus der der Gußkörper leicht zu entnehmen ist und die ein rasches Abkühlen der Schmelze, bei gleichzeitiger gerichteter Erstarrung erlaubt.

Diese Aufgabe wird hinsichtlich des Verfahrens erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß die Schmelze in eine Gießform gegossen wird, deren Temperatur in Grad Celsius maximal einem Drittel der Liquidus-Temperatur des Werkstoffes entspricht, und in Form einer Rechteck-Platte mit einer Plattenstärke im Bereich zwischen 5 mm und 20 mm gegossen wird, wobei sich die Erstarrungsfront beim Erstarren der Schmelze im wesentlichen in Richtung einer der langen Seiten der Platte bewegt. Dabei können sowohl die Seitenwände der Gießform als auch der Boden auf einheitlicher Temperatur sein. Es ist auch möglich, den Boden kühler als die Seitenwände zu halten oder ihn während des Abkühlens der Schmelze zusätzlich zu kühlen. Durch Gießen der Schmelze in eine Gießform, deren Temperatur in Grad Celsius höchstens einem Drittel der Liquidus-Temperatur des Werkstoffes entspricht, wird die über den Boden abzuführende Wärmemenge möglichst gering gehalten und ein rasches Erstarren der Schmelze unterstützt. Dabei erfolgt die Wärmeableitung jedoch bevorzugt in Richtung des Bodens der Gießform, so daß sich als Grenzfläche zwischen der Schmelze und bereits erstarrtem Werkstoff eine Erstarrungsfront ausbildet, die im wesentlichen parallel zum Boden verläuft und die sich in Richtung zur freien Schmelzoberfläche hin bewegt. Überraschenderweise hat es sich gezeigt, daß durch ein verhältnismäßig schnelles Erstarren der Schmelze im Gußkörper keine Spannungen induziert werden, die ein Reißen des Gußkörpers verursachen. Bisher wurde davon ausgegangen, daß das Abkühlen von Schmelzen warmrißempfindlicher Werkstoffe möglichst langsam

erfolgen muß, um ein Reißen des gegossenen Körpers beim Abkühlen zu verhindern. Eine Erklärung dafür, daß beim erfindungsgemäßen Verfahren das schnelle Abkühlen nicht zum Reißen des Gußkörpers führt, sondern im Gegenteil besonders rißarme oder rißfreie Gußkörper erzeugt werden können, besteht darin, daß gleichzeitig mit dem schnellen Erstarren des Gußkörpers ein Erstarren in gerichteter Art und Weise angestrebt wird. Dieses rasche, gerichtete Erstarren des Körpers führt nämlich einerseits zu einer homogenen Verteilung der einzelnen Werkstoff-Bestandteile im Gußkörper, vermindert die Gefahr der Entstehung von Entmischungen oder anderen Inhomogenitäten, die zu einer ungleichen Verteilung der Materialeigenschaften innerhalb des Gußkörpers und damit zur Entstehung von Spannungen führen können und verhindert andererseits die Entstehung und die Ausbreitung mehrerer Erstarrungsfronten, an deren Kreuzungspunkten sehr hohe Spannungen auftreten können. Es hat sich jedoch gezeigt, daß homogene rißfreie Gußkörper nur dann erhalten werden, wenn die Schmelze in Form einer Rechteck-Platte mit einer Plattenstärke im Bereich zwischen 5 mm und 20 mm erstarrt, wobei sich die Erstarrungsfront im wesentlichen in Richtung einer der langen Seiten der Platte bewegt. Das bedeutet, daß der Boden der Gießform beim Erstarren der Schmelze mit einer der schmalen Seiten des plattenförmigen Gußkörpers in Berührung ist, der Gußkörper also sozusagen hochkant erstarrt. Zum einen erlaubt ein Gießen der Schmelze in einen Spalt mit einer Spaltbreite bis ca. 20 mm ein gleichmäßiges Auffüllen der Gießform, zum anderen wird durch das Erstarren der Schmelze in Form einer hochkant stehenden Platte, im Gußkörper ein spiegelsymmetrisches Spannungsprofil erzeugt, wobei die Spiegelfläche parallel zur breiten Seite des plattenförmigen Gußkörpers und genau in der Plattenmitte verläuft. Eine derartige Verteilung der durch das Abkühlen erzeugten Spannungen im Gußkörper ist hinsichtlich der Rißerzeugung am wenigsten schädlich. Zwar treten an den schmalen Kanten des Gußkörpers Störungen dieses Spannungsprofils auf, jedoch fallen diese bei ausreichend großen Abmessungen der langen Seiten des plattenförmigen Gußkörpers kaum ins Gewicht.

Ein schnelles Abkühlen der Schmelze verhindert überdies die mögliche Ausbildung von Inhomogenitäten, wie beispielsweise Ausscheidungen oder Entmischungen, oder vermindert zumindest deren Wachstumsgeschwindigkeit. Zudem wird bei einem schnellen Abkühlen die Aufnahme von Verunreinigungen in die Schmelze über die Gasphase, über die Seitenwände oder über den Boden der Gießform vermindert. Solche Verunreinigungen, wie beispielsweise Wasser oder Sauerstoff, können die homogene Gitterstruktur des Werkstoffes verändern und damit sowohl hinsichtlich des Festigkeitsverhaltens des Gußkörpers als auch hinsichtlich dessen Reinheit schädlich auswirken.

Es hat sich überraschenderweise als günstig erwiesen, die Schmelze in eine Gießform abzugießen, deren Temperatur höchstens 250° C beträgt. Besonders gute Ergebnisse hinsichtlich der Homogenität und der Rißfreiheit der Gußkörper wurden beim Abgießen der Schmelzen in Gießformen erzielt, die vor dem Gießen auf Raumtemperatur gehalten worden sind.

Es hat sich auch als vorteilhaft erwiesen, die Schmelze in Form einer rechteckigen Platte erstarren zu lassen, deren Breite mindestens dem Fünffachen der Plattenstärke entspricht, wobei unter der Breite der Platte diejenige seitliche Abmessung verstanden wird, die mit der Plattenstärke die Ebene aufspannt, die parallel zum Boden verläuft. Das im erstarrenden Gußkörper sich ausbildende, spiegelsymmetrische Spannungsprofil wird dadurch wenig gestört. Auch die Länge des plattenförmigen Gußkörpers, worunter die senkrecht oder nahezu senkrecht zum Boden sich erstreckende seitliche Abmessung des Gußkörpers verstanden wird, sollte vorteilhafterweise mindestens dem fünffachen der Plattenstärke entsprechen. Jedoch läßt sich diese Länge nicht ohne weiteres für jeden Werkstoff einhalten, da die Länge innerhalb der ein gerichtetes Erstarren des Gußkörpers erfolgt, unter anderem von der Wärmeleitfähigkeit des Werkstoffes abhängt. Bei Werkstoffen mit schlechter Wärmeleitfähigkeit wird die Wärme der Schmelze über dem Boden mit zunehmender Dicke der bereits erstarrten Schicht deutlich langsamer abgeführt, so daß die in Richtung der freien Schmelzoberfläche sich bewegende Erstarrungsfront immer langsamer fortschreitet und weitere Erstarrungsfronten, die sich von den Seitenwänden der Gießform oder der Schmelzoberfläche her bilden, ein weiteres gerichtetes Erstarren verhindern. Mit Werkstoffen mit einer Wärmeleitfähigkeit von mehr als 25 W/mk wurden gute Ergebnisse erzielt. Bevorzugs werden Werkstoffe mit einer Wärmeleitfähigkeit im Bereich zwischen 40 W/mk und 60 W/mk eingesetzt. Die Länge innerhalb der eine gerichtete Erstarrung stattfindet, läßt sich mit wenigen Gießversuchen anhand von Schliffproben für jeden Werkstoff leicht individuell ermitteln.

Besonders bewährt hat sich ein Verfahren, bei dem als zu vergießender Werkstoff eine Zusammensetzung von mindestens einem Übergangsmetall und mindestens einem Seltenerdmetall und insbesondere ein Werkstoff mit einer Zusammensetzung gewählt wird, bei der zwischen 25 Gew.-% und 65 Gew.-% Eisen, zwischen 35 Gew.-% und 60 Gew.-% Terbium und höchstens 15 Gew.-% Kobalt enthalten sind. Bei Verwendung eines derartigen Werkstoffes konnten sehr homogene Gußkörper, mit einer ungewöhnlich guten Homogenität und Abweichungen der Zusammensetzung innerhalb des Gußkörpers von weniger als einem halben Prozent der Soll-Gehalte der jeweiligen Metalle erzielt werden.

Hinsichtlich der Gießform zur Durchführung des Verfahrens wird die obenstehende Aufgabe ausgehend von der eingangs genannten Gießform erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß der Boden aus einem Metall

besteht, das mit der Schmelze des Werkstoffes keine mechanische Verbindung eingeht, daß die Innenwandungen der Seitenwände eine mittlere Rauhtiefe von höchstens 100 µm aufweisen und daß sie einen Raum mit rechteckiger Grundfläche umfassen, deren kurzer Schenke zwischen 5 mm und 20 mm lang ist, wobei die Länge des langen Schenkels und die Höhe des von den Seitenwänden umfaßten Raumes mindestens das Fünffache der Länge des kurzen Schenkels betragen.

Die Ausbildung der Gießform mit Seitenwänden, deren Innenwandungen eine mittlere Rauhtiefe von höchstens 100 µm aufweisen, erlaubt eine raschere Abkühlung der Werkstoff-Schmelze bzw. des erstarrten Gußkörpers, da bei glatten Oberflächen des Gußkörpers die Gefahr einer von seiner Oberfläche ausgehenden Rißeinleitung vermindert ist. Außerdem werden Hinterschneidungen und Hinterzahnungen und damit eine Behinderung der Schwindung des Gußkörpers beim Abkühlen vermieden. Dadurch, daß der Boden aus einem Metall besteht, das mit der Schmelze des Werkstoffes keine mechanische Verbindung eingeht, wird eine leichte Entnahme des Gußkörpers aus der Gießform gewährleistet. Die Bodenplatte kann bezüglich ihrer Wärmeleitfähigkeit und hinsichtlich ihrer Temperaturschockbeständigkeit beim Übergießen mit heißer Schmelze optimiert werden und ist mehrmals verwendbar. Außerdem besteht nicht die Gefahr der Verformungen der Gußkörper aufgrund unterschiedlicher thermischer Ausdehnungskoeffizienten miteinander verbundener Materialien und auch nicht die Gefahr von Grenzflächenreaktionen zwischen Gußkörper und Boden. Dadurch, daß die Seitenwände sich paarweise gegenüberstehen und einen Raum mit rechteckiger Grundfläche umfassen, deren kurzer Schenkel zwischen 5 mm und 20 mm lang ist, wobei die Länge des langen Schenkels und die Höhe des von den Seitenwänden umfaßten Raumes mindestens das Fünffache der Länge des kurzen Schenkels betragen, wird ein leichtes Eingießen der Schmelze des Werkstoffes und ein gleichmäßiges Auffüllen der Gießform vom Boden her ermöglicht.

Besonders glatte Innenwandungen weisen Gießformen auf, deren Seitenwände aus Glas, insbesondere aus Quarzglas oder aus feinpoliertem Graphit oder Bornitrid bestehen. Gießformen mit derartigen Seitenwänden sind auch bei hohen Temperaturen, insbesondere auch bei Gußkörpern mit langen seitlichen Abmessungen, formstabil. Hinterschneidungen oder Hinterzahnungen sind bei derartigen Gießformen nahezu ausgeschlossen, die Gußkörper lassen sich besonders einfach entnehmen und sie weisen eine sehr glatte Oberfläche auf. Dadurch wird die Entstehung von der Oberfläche ausgehender Risse des Gußkörpers vermindert und ein rascheres Abkühlen der Gußkörper ermöglicht. Graphit und Bornitrid sind überdies besonders weiche Materialien, die der Schwindung des Gußkörpers beim Abkühlen wenig Widerstand entgegensetzen.

Es hat sich auch als vorteilhaft erwiesen, die Innenwandungen der Seitenwände mit einer Trennschicht, insbesondere mit einer Trennschicht, die Bornitridpulver enthält, zu versehen. Eine derartige Trennschicht kann den Widerstand, den die Seitenwände der Schwindung des abkühlenden Gußkörpers entgegensetzen, weiter vermindern.

Hinsichtlich einer gerichteten Erstarrung des Gußkörpers ist es erforderlich, die Wärmeabfuhr über die Seitenwände möglichst gering zu halten. Es wird daher eine Ausführungsform der Gießform bevorzugt, bei der die Seitenwände eine Dicke im Bereich zwischen 2 mm und 6 mm aufweisen. Dadurch wird erreicht, daß die Seitenwände sich beim Eingießen der Schmelze sehr rasch aufwärmen und eine weitere Abführung von Wärme über die Seitenwände vermindert wird.

Bezüglich einer einfachen Handhabung der Gießform und einer leichten Entnahme des Gußkörpers hat es sich bewährt, den Boden, und die Seitenwände voneinander lösbar auszubilden. Weiterhin hat es sich eine Ausführungsform als günstig erwiesen, bei der der Boden mit mindestens zwei sich gegenüberliegender Seitenwände jeweils einen Winkel von weniger als 90° einschließt, so daß der zwischen den Seitenwänden erstarrte Gußkörper in Richtung des Bodens gesehen, konisch leicht verbreitert ist und dadurch die Seitenwände leicht nach oben von ihm abgehoben werden können.

Anhand einer schematischen Darstellung wird die Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens, sowie eine dazu verwendete Gießform nachfolgend beispielhaft beschrieben.

In der Figur ist schematisch ein Schnitt durch eine Gießform 1 dargestellt, bei der auf einem Boden 2 aus Kupfer, der insgesamt eine Masse von ca. 4000 g aufweist und der als Wärmesenke dient, vier Seitenwände 4, 5, 6 sich jeweils paarweise gegenüberstehen (aufgrund der Darstellung als Schnitt ist eine Seitenwand nicht eingezeichnet). Die Seitenwände 4, 5, 6, die aus 4 mm dicken Quarzglasscheiben mit einer mittleren Oberflächen-Rauhtiefe von 10 µm bestehen, sind von einer Isolierschicht 7 umgeben. Die Seitenwände 4, 5, 6 umfassen einen Raum 8 mit rechteckiger Grundfläche, deren kurzer Schenkel 9 mm und deren langer Schenkel 90 mm lang ist. Die Innenwandungen der Seitenwände 4, 5, 6 sind mit einer dünnen Schicht 9 aus Bornitridpulver belegt. Die Innenwandungen der sich gegenüberstehenden, breiteren Seitenwände 5, 6 verlaufen nicht parallel zueinander, sondern sie schließen mit dem Boden 2 einen Winkel von jeweils 89° ein, so daß der von den Seitenwänden 4, 5, 6 umschlossene Raum 8 sich nach unten hin leicht konisch verbreitert.

Nachfolgend wird anhand der in der Figur dargestellten Gießform 1 beispielhaft die Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens beschrieben. Eine Legierung mit einer Zusammensetzung von 50 Gew.-% Eisen, 45 Gew.-% Terbium und 5 Gew.-% Kobalt, deren Schmelzpunkt ca. 1300° C beträgt, wird unter Vakuum durch induktive Erwärmung aufgeschmolzen. Die

Schmelze wird bei einer Temperatur von ca. 1400 °C in die Gießform 1 abgegossen, wobei der Boden 2, sowie die Seitenwände 4, 5, 6 der Gießform 1 sich jeweils auf Raumtemperatur befinden. Durch das Abgießen der Schmelze, deren Gewicht ca. 1500 g beträgt, erwärmt sich der Boden 1 der Gießform auf etwas mehr als 200 °C. Innerhalb der ersten Minute nach dem Eingießen der Schmelze, erstarrt diese in gerichteter Art und Weise mit einer mittleren Geschwindigkeit von ca. 5 mm pro Sekunde. Dabei bewegt sich die Erstarrungsfront vom Boden 2 aus in Richtung der freien Schmelzoberfläche. Mit zunehmender Dicke der bereits erstarrten Schicht erfolgt die Wärmeableitung über den Boden jedoch langsamer, so daß die Erstarrungsgeschwindigkeit in Richtung senkrecht zum Boden 2 abnimmt. Das Erstarren der Schmelze und das Abkühlen des Gußkörpers erfolgt dabei ohne weitere Wärmezufuhr von außen. Aufgrund der geringen Wandstärke der Seitenwände 4, 5, 6 heizen diese sich aufgrund der mit der Schmelze eingebrachten Wärme so weit auf, daß eine Erstarrung von den Seitenwänden her kaum erfolgt. Die Schmelze erstarrt daher mit möglichst großer Geschwindigkeit über ihre gesamte Höhe in nahezu gerichteter Art und Weise. Durch das rasche Erstarren der Schmelze bildet sich während des Abkühlens ein spiegelsymmetrisches Spannungsprofil im Gußkörper aus. Die Spiegelebene verläuft dabei parallel und mittig zu den breiten Seitenwänden 5, 6. Diese Spannungsverteilung ermöglicht das rasche Erstarren der Schmelze und die Herstellung eines extrem feinkörnigen Gefüges, das frei von Inhomogenitäten, wie Ausscheidungen und Entmischungen, ist. Die Stärke der so hergestellten Platte beträgt ca. 8,5 mm; ihre Breite ca. 88 mm und die Höhe, innerhalb der die Schmelze in einer gerichteten Art und Weise erstarrt, ca. 180 mm. Sie ist als Target für Beschichtungszwecke nach geringfügiger Nachbearbeitung direkt verwendbar.

Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellte Gußkörper aus dieser Legierung zeigten kaum meßbare Unterschiede in der chemischen Zusammensetzung im Bereich des erstarrten Bodens und im Bereich der zuletzt erstarrten freien Schmelzoberfläche. So wurden beispielsweise zwischen diesen beiden Bereichen Unterschiede der Terbiumpkonzentration von weniger als 0,3 % der eingewogenen Menge gemessen. Eine so gute Homogenität kann nur durch eine rasche Erstarrung erzielt werden.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines Körpers aus einem warmrißempfindlichen Werkstoff, insbesondere einer Legierung, durch Gießen einer Schmelze des Werkstoffes in eine Gießform mit thermisch isolierten Seitenwänden und einem Boden aus gut wärmeleitendem Material und Abkühlen der Schmelze in der Gießform, wobei die als Grenzfläche zwischen Schmelze und bereits erstarrtem Werkstoff sich bildende Erstarrungsfront im wesentlichen par-

allel zum Boden verläuft und sich während des Erstarrens der Schmelze vom Boden aus in Richtung der freien Schmelzoberfläche bewegt, dadurch gekennzeichnet, daß die Schmelze in eine Gießform (1), deren Temperatur in Grad Celsius maximal einem Drittel der Liquidus-Temperatur des Werkstoffes entspricht, und in Form einer Rechteck-Platte mit einer Plattenstärke im Bereich zwischen 5 mm und 20 mm gegossen wird, wobei sich die Erstarrungsfront beim Erstarren der Schmelze im wesentlichen in Richtung einer der langen Seiten (5; 6) der Platte bewegt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Gießform (1) vor dem Gießen eine Temperatur von höchstens 250° Celsius aufweist.
3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Gießform (1) vor dem Gießen auf Raumtemperatur gehalten wird.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Schmelze in Form einer Rechteck-Platte gegossen wird, deren Breite mindestens dem Fünffachen der Plattenstärke entspricht, wobei die Breite diejenige Plattenabmessung ist, die mit der Plattenstärke eine Ebene aufspannt, die parallel zum Boden (2) verläuft.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß als zu vergießender Werkstoff eine Zusammensetzung von mindestens einem Übergangsmetall und mindestens einem Seltenerdmetall gewählt wird.
6. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß als zu vergießender Werkstoff eine Zusammensetzung gewählt wird, die zwischen 25 Gew.-% und 65 Gew.-% Eisen, zwischen 35 Gew.-% und 60 Gew.-% Terbiump und höchstens 15 Gew.-% Kobalt enthält.
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß als Werkstoff eine Zusammensetzung mit einer Wärmeleitfähigkeit von mindestens 25 W/mK, insbesondere mit einer Wärmeleitfähigkeit im Bereich zwischen 40 W/mK bis 60 W/mK gewählt wird.
8. Gießform zur Durchführung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 7 mit vier sich paarweise gegenüberstehenden thermisch isolierten, glatten Seitenwänden und mit einem gut wärmeleitenden Boden aus Metall, dadurch gekennzeichnet, daß der Boden (2) aus einem Metall besteht, das mit der Schmelze des Werkstoffes keine mechanische Verbindung eingeht, daß die Innenwandungen der Seitenwände (4; 5; 6) eine mittlere

Rauhtiefe von höchstens 100 µm aufweisen und daß sie einen Raum (8) mit rechteckiger Grundfläche umfassen, deren kurzer Schenkel zwischen 5 mm und 20 mm lang ist, wobei die Länge des langen Schenkels und die Höhe des von den Seitenwänden (4; 5; 6) umfaßten Raumes (8) mindestens das Fünffache der Länge des kurzen Schenkels betragen.

9. Gießform nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß die Gießform (1) Seitenwände aus Glas, Graphit oder Bornitrid aufweist.

10. Gießform nach einem der Ansprüche 8 oder 9, dadurch gekennzeichnet, daß die Innenwandungen mit einer Trennschicht (9) versehen sind.

11. Gießform nach Anspruch 10 dadurch gekennzeichnet, daß die Trennschicht (9) Bornitridpulver enthält.

12. Gießform nach einem der Ansprüche 8 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß die Seitenwände (4; 5; 6) eine Dicke im Bereich zwischen 2 mm und 6 mm aufweisen.

13. Gießform nach einem der Ansprüche 8 bis 12, dadurch gekennzeichnet, daß der Boden (2) und die Seitenwände (4; 5; 6) voneinander lösbar ausgebildet sind.

14. Gießform nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, daß der Boden (2) mit mindestens zwei sich gegenüberliegenden Seitenwänden (5; 6) jeweils einen Winkel von weniger als 90 Grad einschließt.

Claims

1. Process for the production of an article comprising a material sensitive to heat cracking, in particular an alloy, by pouring a melt of the material into a mould having thermally insulated side walls and a base of material having good thermal conductivity and cooling the melt in the mould, the solid-liquid interface forming between melt and already solidified material being essentially parallel to the base and moving from the base in the direction of the free melt surface during the solidification of the melt, characterized in that the melt is poured into a mould (1), the temperature of which in degrees Celsius corresponds to not more than one third of the liquidus temperature of the material, and is cast in the form of a rectangular plate having a plate thickness in the range between 5 mm and 20 mm, the solid-liquid front moving essentially in the direction of one of the long sides (5; 6) of the plate during solidification of the melt.

2. Process according to Claim 1, characterized in that the mould (1) has a temperature of not more than 250° Celsius prior to pouring.

3. Process according to Claim 1, characterized in that the mould (1) is kept at room temperature prior to pouring.

4. Process according to any of Claims 1 to 3, characterized in that the melt is cast in the form of a rectangular plate, the width of which corresponds at least to 5 times the plate thickness, the width being the plate dimension which, together with the plate thickness, spans a plane which is parallel to the base (2).

5. Process according to any of Claims 1 to 4, characterized in that a composition comprising at least one transition metal and at least one rare earth metal is chosen as the material to be cast.

6. Process according to Claim 5, characterized in that a composition which contains between 25% by weight and 65% by weight of iron, between 35% by weight and 60% by weight of terbium and not more than 15% by weight of cobalt is chosen as the material to be cast.

7. Process according to any of Claims 1 to 6, characterized in that a composition having a thermal conductivity of at least 25 W/mK, in particular having a thermal conductivity in the range between 40 W/mK to 60 W/mK is chosen as the material.

8. Mould for carrying out the process according to any of Claims 1 to 7, having four thermally insulated, smooth side walls opposite one another in pairs and having a metal base which has good thermal conductivity, characterized in that the base (2) consists of a metal which does not form a mechanical bond with the melt of the material, that the inner surfaces of the side walls (4; 5; 6) have an average peak-to-valley height of not more than 100 µm and that they bound a space (8) which has a rectangular base area and whose short side is between 5 mm and 20 mm long, the length of the long side and the height of the space (8) bounded by the side walls (4; 5; 6) being at least five times the length of the short side.

9. Mould according to Claim 8, characterized in that the mould (1) has side walls of glass, graphite or boron nitride.

10. Mould according to either of Claims 8 and 9, characterized in that the inner surfaces are provided with a parting layer (9).

11. Mould according to Claim 10, characterized in that the parting layer (9) contains boron nitride powder.
12. Mould according to any of Claims 8 to 11, characterized in that the side walls (4; 5; 6) have a thickness in the range between 2 mm and 6 mm. 5
13. Mould according to any of Claims 8 to 12, characterized in that the base (2) and the side walls (4; 5; 6) are designed to be detachable from one another. 10
14. Mould according to Claim 13, characterized in that the base (2) makes an angle of less than 90 degrees with each of at least two side walls (5; 6) opposite one another. 15

Revendications

1. Procédé de fabrication d'un objet en un matériau, en particulier en un alliage, risquant de se fissurer à chaud, par coulée d'un bain de fusion du matériau dans un moule de coulée présentant des parois latérales thermiquement isolantes et un fond en un matériau bon conducteur de la chaleur et par refroidissement du bain de fusion dans le moule de coulée, procédé dans lequel le front de solidification qui se forme comme surface limite entre le bain de fusion et le matériau déjà solidifié s'oriente sensiblement parallèlement au fond et, pendant la solidification du bain de fusion, se déplace, à partir du fond, en direction de la surface libre du bain de fusion, caractérisé par le fait que l'on coule le bain de fusion dans un moule de coulée (1) dont la température, en degrés Celsius, correspond au maximum au tiers de la température du liquidus du matériau et sous forme d'une plaque rectangulaire d'une épaisseur de plaque valant entre 5 mm et 20 mm, le front de solidification se déplaçant, lors de la solidification du bain de fusion, sensiblement en direction de l'un des grands côtés (5; 6) de la plaque. 20 25 30 35 40
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que le moule de coulée (1) présente, avant la coulée, une température d'au maximum 250°Celsius. 45
3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait qu'avant la coulée on maintient le moule de coulée (1) à la température ambiante. 50
4. Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé par le fait que l'on coule le bain de fusion sous forme d'une plaque rectangulaire dont la largeur correspond au moins au quintuple de l'épaisseur de la plaque, la largeur étant la dimension de la plaque qui, avec l'épaisseur de la plaque, définit un plan orienté parallèlement au fond (2). 55
5. Procédé selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé par le fait que comme matériau à couler on choisit une composition d'au moins un métal de transition et d'au moins un métal de terre rare.
6. Procédé selon la revendication 5, caractérisé par le fait que comme matériau à couler on choisit une composition qui contient entre 25% en poids et 65% en poids de fer, entre 35% en poids et 65% en poids de terbium et au maximum 15% en poids de cobalt.
7. Procédé selon l'une des revendications 1 à 6, caractérisé par le fait que comme matériau on choisit une composition d'une conductivité thermique d'au moins 25 W/(m.K), en particulier d'une conductivité thermique valant entre 40 W/(m.K) et 60 W/(m.K).
8. Moule de coulée pour la mise en oeuvre du procédé selon l'une des revendications 1 à 7, présentant quatre parois latérales lisses, thermique isolées, situées, par paire, en face l'une de l'autre et présentant un fond en métal bon conducteur de la chaleur, caractérisé par le fait que le fond (2) est constitué d'un métal qui ne forme pas de liaison mécanique avec le bain de fusion du matériau, que les parois intérieures des parois latérales (4; 5; 6) présentent une profondeur de rugosité moyenne d'au maximum 100 µm et qu'elles enserrant un espace (8) de surface de base rectangulaire, dont le petit côté vaut entre 5 mm et 20 mm, la longueur du grand côté et la hauteur de l'espace (8) enserré par les parois latérales (4; 5; 6) valant au minimum le quintuple de la longueur du petit côté.
9. Moule de coulée selon la revendication 8, caractérisé par le fait que le moule de coulée (1) présente des parois latérales en verre, en graphite ou en nitrure de bore.
10. Moule de coulée selon l'une des revendications 8 ou 9, caractérisé par le fait que les parois intérieures sont munies d'une couche séparatrice (9).
11. Moule de coulée selon la revendication 10, caractérisé par le fait que la couche séparatrice (9) contient de la poudre de nitrure de bore.
12. Moule de coulée selon l'une des revendications 8 à 11, caractérisé par le fait que les parois latérales (4; 5; 6) présentent une épaisseur valant entre 2 mm et 6 mm.
13. Moule de coulée selon l'une des revendications 8 à 12, caractérisé par le fait que le fond (2) et les parois latérales (4; 6) sont conçus séparables l'un de l'autre.

14. Moule de coulée selon la revendication 13, caractérisé par le fait que le fond (2) fait avec chacune d'au moins deux parois latérales (5; 6), situées en face l'une de l'autre, un angle de moins de 90 degrés.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

