(19) Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11) Veröffentlichungsnummer: **0 217 807**
B1

(12) # EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag der Patentschrift: **04.04.90**

(51) Int. Cl.[5]: **B 22 F 1/00,** C 22 C 1/04

(21) Anmeldenummer: **86901044.7**

(22) Anmeldetag: **07.02.86**

(86) Internationale Anmeldenummer:
PCT/DE86/00044

(87) Internationale Veröffentlichungsnummer:
WO 86/04840 28.08.86 Gazette 86/19

(54) **SINTERVERFAHREN.**

(30) Priorität: **16.02.85 DE 3505481**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
15.04.87 Patentblatt 87/16

(45) Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:
04.04.90 Patentblatt 90/14

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

(56) Entgegenhaltungen:
DE-A-2 227 700
DE-C- 897 921
DE-C-1 257 436
FR-A-1 290 458
GB-A-2 131 457

(73) Patentinhaber: **MTU MOTOREN- UND TURBINEN-UNION MÜNCHEN GMBH**
Dachauer Strasse 665 Postfach 50 06 40
D-8000 München 50 (DE)

(72) Erfinder: **HÜTHER, Werner**
Nikolaus-Lenau-Str. 8
D-8047 Karlsfeld (DE)

EP 0 217 807 B1

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents im Europäischen Patentblatt 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).

Courier Press, Leamington Spa, England.

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von kompliziert geformten Bauteilen aus sinterfähigem Pulver der intermetallischen Phasen TiAl, $TiAl_3$ bzw. NiAl, Ni_3Al.

Aus den Druckschriften DE—C—897 921 und GB—A—2 131 457 sind Sinterverfahren bekannt, bei denen zunächst intermetallische Phasen erschmolzen und als Vorlegierung zerkleinert werden und anschließend mit einem Zusatz von einem Weichmetallpulver wie Aluminiumpulver zu Bauteilen gepreßt und gesintert werden, die besonders Druck- und Gleitbeanspruchungen standhalten. Diese Sinterverfahren haben den Nachteil, daß durch den hohen Anteil an Weichmetallpulver im Sintergemisch keine Körper für hohe Zugbeanspruchung gesintert werden können.

Die intermetallischen Phasen, TiAl, $TiAl_3$ bzw. NiAl, Ni_3Al weisen ein geringes spezifisches Gewicht und einen hohen Schmelzpunkt auf. Werkstoffe auf dieser Basis sind daher für den Einsatz in thermisch und mechanisch hoch belasteten Bauteilen, insbesondere in Flugtriebwerken, interessant.

Die Problematik dieser Werkstoffe liegt in ihrer Sprödigkeit. Seit einiger Zeit sind Verfahren bekannt, um die Duktilität der intermetallischen Phasen zu steigern. Dies geschieht durch Zulegieren eines weiteren Elements, z.B. von Nb in $TiAl_3$ oder von B in NiAl.

Die Werkstoffe werden bisher schmelzmetallurgisch oder durch Reaktion aus den Elementen hergestellt, d.h. es wird z.B. Al-Pulver mit Ti-Pulver und Nb-Pulver gemischt und in einer Stempelpresse erhitzt. Bei der einsetzenden chemischen Reaktion entsteht Wärme und es bildet sich die gewünschte Legierung. Mit diesem Verfahren ist es bisher nicht möglich, auf einfache Weise kompliziert geformte Bauteile herzustellen.

Aufgabe der Erfindung ist es, ein Verfahren anzugeben, das es gestattet, auf einfache Weise Bauteile aus intermetallischen Phasen herzustellen, die kompliziert geformt sind und die im Betrieb hohen Zugbelastungen sowie hohen Temperaturen und/oder chemischen Beanspruchungen ausgesetzt sind und das es gestattet diese auf einfache Weise herzustellen.

Gelöst wird diese Aufgabe durch ein Verfahren mit folgenden Verfahrensschritten:

a) Erschmelzen einer Vorlegierung der intermetallischen Phasen TiAl, $TiAl_3$ bzw. NiAl, Ni_3Al,

b) Zerkleinern der Vorlegierung zu einem feinen Pulver,

c) Mischen mit den Duktilisierungszusätzen Nb bzw. B die 0,5 bis 10 Gew.-% der intermetallischen Phasen Ti/Al bzw. Ni/Al ausmachen und gleichzeitig eine Sinterhilfe darstellen,

d) Formgebung des Gemisches,

e) Sintern bei einer Temperatur von 70 bis 95% des absoluten Schmelzpunktes der intermetallischen Phase zu einem nachpreßbaren Bauteil gesteigerter Duktilität und einer Dichte von größer als 95% der theoretischen Dichte.

Ausführungsbeispiel

Ausgegangen wird von einer Vorlegierung der intermetallischen Phase TiAl, $TiAl_3$ bzw. Ni_3Al, NiA die abgesehen von unvermeidlichen Verunreinigungen nur diese enthält. Diese Vorlegierung wird erschmolzen.

Wegen der Sprödigkeit der intermetallischen Phase läßt sich die Vorlegierung in an sich bekannter Weise zu einem feinen Pulver vermahlen (Prallmühle, Kugelmühle, Luftstrahlmühle) oder verdüsen (wie an sich bekannt, z.B. aus der De—AS 22 22 830).

Korngrößenbereich:

0,5 µm bis 50 µm, spez. Oberfläche $1 m^2/g$ bis $25 m^2/g$.

Bevorzugt:

3 bis $5 m^2/g$ (BET-Oberfläche).

Dieses Pulver wird nun mit einem Pulver von einem oder mehreren weiteren Elementen vermischt. Dabei ist es wünschenswert, daß diese Pulver feiner sind als das der intermetallischen Phase.

Als weitere Elemente werden solche verwendet, die eine Zunahme der Duktilität der intermetallischen Phase bewirken und zwar B für Ni/Al bzw. Nb für Ti/Al mit einem Anteil von 0,5 bis 10 Gew.-%.

Die aufbereitete Pulvermischung kann nun, abgesehen von einem Schrumpfmaß von 10 bis 20% (Vol.) mit bekannten Methoden auf die Endform gebracht werden:

a) Versehen mit einem Bindemittel, kaltisostatisches (CIP) Pressen, Bearbeiten im Grünzustand

Bindemittel: Wachse, Thermoplaste und/oder Duroplaste CIP siehe z.B. DE 33 28 954

Bearbeiten durch Schleifen und Polieren auf Endmaße,

b) Aufbereiten einer spritzgußfähigen Masse mit Hilfe von Gleit- und Bindemitteln, kunststofftechnologisches Spritzgießen.

Austreibbares Bindemittel wie in a)

Gleitmittel wie Stearine.

Spritzgießen auf den für Kunststoffe üblichen Maschinen (z.B. mit beheizbarer Förderschnecke und Mundstück bzw. Düse an deren Spitze auch Spritzpressen, Strangpressen, Extrudieren.

Dabei werden Gleit- und Bindemittel durch eine Wärmebehandlung in an sich bekannter Weise entfernt (Wärmebehandlung unter Vakuum oder Inertgas bis 600°C). Das Sintern erfolgt in der gleichen Atmosphäre wie die vorstehende Wärmebehandlung und unter an sich bekannten Bedingungen, insbesodere bei Temperaturen über 900°C, jedoch kleiner als 95% der Schmelztemperatur. Das Sintern kann auch mehrstufig erfolgen.

Die Elemente B bzw. Nb die zur Steigerung der Duktilität zugegeben wurden, wirken zugleich als Sinterhilfe, so daß sich bei einer Temperatur von 70 bis 95% (Gew.) des absoluten Schmelzpunktes der intermetallischen Phase eine Sinterung durchführen läßt. Hierbei werden Dichten von 95 bis 99% der theoretischen Dichte innerhalb von

0,1 bis 24 h erreicht.

Anschließend können die Teile noch heißisostatisch gepreßt werden, um praktisch 100% Dichte zu erzielen. Diese HIP-Bedingungen sind ebenfalls an sich bekannt, Drücke bis etwa 2500 bar (Gas) und Temperaturen bis etwa 2000°C.

Mit diesen Verfahren werden Bauteile wie z.B. Turbinenschaufeln oder -räder, Turbo-Lader oder andere hochbeanspruchte Teile (heiß, rotierend und/oder chemisch beansprucht), insbesondere von Strömungsmaschinen hergestellt.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von kompliziert geformten Bauteilen aus sinterfähigem Pulver von intermetallischen Phase, mit folgenden Verfahrensschritten:

a) Erschmelzen einer Vorlegierung der intermetallischen Phasen TiAl, $TiAl_3$ bzw. NiAl, Ni_3Al,

b) Zerkleinern der Vorlegierung zu einem feinen Pulver,

c) Mischen mit den Duktilisierungszusätzen Nb bzw. B die 0,5 bis 10 Gew.-% der intermetallischen Phasen Ti/Al bzw. Ni/Al ausmachen und gleichzeitig eine Sinterhilfe darstellen,

d) Formgebung des Gemisches,

e) Sintern bei einer Temperatur von 70 bis 95% des absoluten Schmelzpunktes der intermetallischen Phase zu einem nachpreßbaren Bauteil gesteigerter Duktilität und einer Dichte von größer als 95% der theoretischen Dichte.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Zerkleinern der Vorlegierung zu einem feinen Pulver durch Vermahlen oder Verdüsen erfolgt.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Gemisch kaltisostatisch (CIP) gepreßt wird.

4. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß das Gemisch im Spritzgußverfahren verarbeitet wird.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß ein Wärmebehandeln und/oder ein heißisostatisches (HIP) Pressen angeschlossen wird.

Revendications

1. Procédé de fabrication de pièces de forme compliquée à partir de poudre frittable de phases intermétalliques comprenant les étapes de processus suivantes:

a) fusion d'un pré-alliage des phases intermétalliques TiAl, $TiAl_3$, ou NiAl, N_3Al,

b) broyage du pré-alliage en poudre fine,

c) mélangeage avec des additifs augmentant la ductilité, Nb ou B qui constituent respectivement de 0,5 à 10% en poids intermétalliques Ti/Al et Ni/Al, et représentent simultanément un adjuvant de frittage,

d) bise en forme du mélange,

e) frittage à une température représentant 70 à 95% de la température absolue du point de fusion, de la phase intermétallique pour donner une pièce pouvant être comprimée ultérieurement avec une ductilité accrue, et une densité supérieure à 95% de la densité théorique.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la réduction du pré-alliage en une poudre fine est réalisée par mouture ou pulvérisation.

3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que le mélange est comprimé par voie isostatique à froid (CIP).

4. Procédé selon l'une quelconque des revendications de 1 à 3, caractérisé en ce que le mélange est mis en oeuvre selon un processus de moulage par injection.

5. Procédé selon l'une quelconque des revendications de 1 à 4, caractérisé en ce qu'on ajoute un traitement thermique et/ou une compression isostatique à chaud.

Claims

1. A method of producing complicatedly shaped components from sinterable powder of intermetallic phases, comprising the following procedural stages:

a) fusion of a preliminary alloy of the intermetallic phases tiAl, $TiAl_3$ or NiAl, Ni_3Al,

b) comminution of the preliminary alloy to produce a fine powder,

c) mixture with ductility-enhancing additives Nb or B representing 0.5 to 10% by weight of the intermetallic phases Ti/Al or Ni/Al and which are at the same time a sintering aid,

d) shaping of the mixture,

e) sintering at a temperature of 70 to 95% of the absolute melting point of the intermetallic phase to produce a repressable component having improved ductility and a density of greater than 95% of the theoretical density.

2. A method according to Claim 1, characterised in that the comminution of the preliminary alloy to produce a fine powder is carried out by grinding or by pulverising.

3. A method according to Claim 1 or 2, characterised in that the mixture is cold isostatically pressed (CIP).

4. A method according to Claims 1 to 3, characterised in that the mixture is processed by the injection moulding method.

5. A method according to one of Claims 1 to 4, characterised by a subsequent heat treatment and/or hot isostatic pressing (HIP).