



(19)  
Bundesrepublik Deutschland  
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) DE 600 02 745 T2 2004.03.11

(12)

## Übersetzung der europäischen Patentschrift

(97) EP 1 222 317 B1

(21) Deutsches Aktenzeichen: 600 02 745.7

(86) PCT-Aktenzeichen: PCT/US00/28342

(96) Europäisches Aktenzeichen: 00 972 131.7

(87) PCT-Veröffentlichungs-Nr.: WO 01/031076

(86) PCT-Anmeldetag: 13.10.2000

(87) Veröffentlichungstag

der PCT-Anmeldung: 03.05.2001

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: 17.07.2002

(97) Veröffentlichungstag

der Patenterteilung beim EPA: 14.05.2003

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: 11.03.2004

(51) Int Cl.<sup>7</sup>: C22C 33/02

C22C 38/60, C22C 38/50, C21D 6/02,  
C21D 6/04

(30) Unionspriorität:

425664 22.10.1999 US

(84) Benannte Vertragsstaaten:

AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT,  
LI, LU, MC, NL, PT, SE

(73) Patentinhaber:

CRS Holdings, Inc., Wilmington, Del., US

(72) Erfinder:

BROWN, S., Robert, Leesport, US; DEL CORSO, J.,  
Gregory, Sinking Spring, US; KOSA, Theodore,  
Reading, US; MARTIN, W., James, Sinking Spring,  
US

(54) Bezeichnung: HOCHFESTER ROSTFREIER AUTOMATENSTAHL

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 eingelebt, 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

### Gebiet der Erfindung

[0001] Diese Erfindung betrifft ausscheidungshärtbaren Edelstahl, und insbesondere ein Pulvermetallurgie-Stahlprodukt aus einem schwefelhaltigen ausscheidungshärtbaren Edelstahl, der eine einzigartige Kombination aus Festigkeit, Verarbeitbarkeit, Duktilität und Zerspanbarkeit bereitstellt. Die Erfindung betrifft außerdem ein Verfahren zur Herstellung dieses Pulvermetallurgie-Edelstahlprodukts.

### Hintergrund der Erfindung

[0002] Schwefel wird in vielen Edelstahlarten verwendet, um bessere Zerspanbarkeit bereitzustellen. Wesentliche Mengen Schwefel sind jedoch bisher typischerweise nicht verwendet worden, um die Zerspanbarkeit von hochfesten, ausscheidungshärtbaren Edelstählen zu verbessern, weil solche Schwefelgehalte sich negativ auf die Verarbeitbarkeit der Stähle und ihre Duktilität im alterungsgehärteten Zustand auswirken. Hier und in dieser Anwendung bezieht sich der Begriff "Verarbeitbarkeit" durchwegs auf die Fähigkeit eines Stahls, zu einer gewünschten Querschnittsabmessung warmbearbeitet und/oder kaltbearbeitet zu werden, ohne wesentlichen Schaden (z. B. Sprünge, Risse usw.) davonzutragen. Es besteht Bedarf an einem hochfesten, ausscheidungshärtbaren Edelstahl, der bessere Zerspanbarkeit aufweist als die bekannten Stahlarten, der jedoch auch ausreichende Verarbeitbarkeit bereitstellt, so dass er zu einem Draht mit geringem Durchmesser verarbeitet werden kann. Außerdem ist es wünschenswert, dass der Stahl eine Kombination aus Festigkeit und Duktilität aufweist, die mit den bekannten hochfesten, ausscheidungshärtbaren Edelstahlarten zumindest vergleichbar ist.

[0003] Das Dokument EP-A-0.747.497 offenbart ein verfestigtes Pulvermetallurgie-Produkt, umfassend eine Edelstahllegierung, die – in Gewichtsprozent – aus max. 0,1 C, max. 1,0 S, max. 2,0 Mn, 9–30 Ni, 14–20 Cr und zumindest einem von max. 3,0 Mo, max. 1,0 Ti, max. 2,0 Zr, max. 1,0 Nb, max. 0,045 P und max. 0,03 S besteht, wobei der Rest Eisen und übliche Verunreinigungen mit einer mittleren Kristallkorngröße von weniger als 1 µm sind.

### Zusammenfassung der Erfindung

[0004] Die Nachteile der bekannten Guß- und Schmiedestahlarten der hochfesten, ausscheidungshärtbaren Edelstähle sind zum Großteil durch Pulvermetallurgie-Produkte gemäß einem Aspekt der vorliegenden Erfindung überwunden worden. In diesem Aspekt der Erfindung wird ein Pulvermetallurgie-Produkt bereitgestellt, das aus einem ausscheidungshärtbaren Edelstahl-Legierungspulver der in der folgenden Tabelle 1 aufgeführten breiten, intermediären und bevorzugten Zusammensetzungen in Gewichtsprozent gebildet wird.

TABELLE 1

	breit	intermediär A	intermediär B	bevorzugt A	bevorzugt B
<b>C</b>	max. 0,03	max. 0,03	max. 0,03	max. 0,015	max. 0,015
<b>Mn</b>	max. 1,0	max. 1,0	max. 1,0	max. 0,30	max. 0,15
<b>Si</b>	max. 0,75	max. 0,75	max. 0,75	max. 0,30	max. 0,15
<b>P</b>	max. 0,040	max. 0,040	max. 0,040	max. 0,010	max. 0,010
<b>S</b>	0,010 - 0,050	0,020 - 0,040	0,020 - 0,040	0,020 - 0,030	0,020 - 0,030
<b>Cr</b>	10 - 14	10 - 13	10 - 13	11,0 - 12,0	11,0 - 12,0
<b>Ni</b>	6 - 12	8 - 10	10,5 - 11,6	8,0 - 8,8	10,8 - 11,3
<b>Ti</b>	0,4 - 2,5	1,0 - 1,5	1,5 - 2,0	1,0 - 1,4	1,5 - 1,8
<b>Mo</b>	max. 6	max. 0,50	0,25 - 1,5	max. 0,30	0,8 - 1,1
<b>B</b>	max. 0,010	max. 0,010	max. 0,010	max. 0,0035	0,0015 - 0,0035
<b>Cu</b>	max. 4	1,5 - 2,6	max. 0,75	1,8 - 2,5	max. 0,10
<b>Co</b>	max. 9	max. 0,75	max. 0,75	max. 0,10	max. 0,10
<b>Nb</b>	max. 1	0,10 - 0,50	max. 0,3	0,20 - 0,30	max. 0,10
<b>Al</b>	max. 1	max. 0,25	max. 0,25	max. 0,05	max. 0,05
<b>Ta</b>	max. 2,5	max. 0,3	max. 0,3	max. 0,10	max. 0,10
<b>N</b>	max. 0,03	max. 0,03	max. 0,03	max. 0,010	max. 0,010

[0005] Der Rest der Legierungspulverzusammensetzung besteht im Wesentlichen aus Eisen und den üblichen Verunreinigungen, die in denselben oder ähnlichen Stahlarten, die für denselben oder einen ähnlichen Zweck bestimmt sind, vorkommen. Das Pulvermetallurgie-Produkt gemäß vorliegender Erfindung wird durch Verfestigen des Metallpulvers zu im Wesentlichen vollkommener Dichte gebildet und ist durch eine feine Dispersion von Sulfidteilchen, deren Hauptabmessung nicht größer als 5 µm ist, gekennzeichnet.

[0006] Gemäß eines weiteren Aspekts der vorliegenden Erfindung wird ein Verfahren zur Herstellung eines ausscheidungshärtbaren Edelstahldrahts aus Metallpulver bereitgestellt.

[0007] Das Verfahren umfasst den Schritt des Schmelzens einer ausscheidungshärtbaren Edelstahllegierung einer oben aufgeführten gewichtsprozentuellen Zusammensetzung. Die geschmolzene Legierung wird dann zerstäubt, um ein feines Legierungspulver zu bilden. Das Legierungspulver wird warmverfestigt, um ein Intermediat zu bilden, und das Intermediat wird mechanisch zu Draht verarbeitet.

[0008] Die oben aufgeführte Tabelle dient als praktische Zusammenfassung und keinesfalls als Einschränkung der Unter- und Obergrenzen der Werte für die einzelnen Elemente, die in Kombination miteinander eingesetzt werden, oder als Einschränkung der Elemente, die zusammen verwendet werden können. Somit können ein oder mehrere Bereiche mit einem oder mehreren Bereichen der restlichen Elemente kombiniert werden. Außerdem kann ein Minimum oder Maximum eines Elements einer breiten, intermediären oder bevorzugten Zusammensetzung mit dem Minimum oder Maximum desselben Elements in einer anderen bevorzugten oder intermediären Zusammensetzung verwendet werden. Hier und in dieser Anwendung steht der Begriff "Prozent" oder das Symbol "%", sofern nicht anders angegeben, für Gewichtsprozent.

#### Detaillierte Beschreibung

[0009] Die ausscheidungshärtbare Edelstahllegierung, die für das Pulvermetallurgie-Produkt gemäß vorlie-

gender Erfindung verwendet wird, umfasst zumindest 10% Chrom, und vorzugsweise zumindest 11,0% Chrom, um die Korrosionsbeständigkeit zu verbessern. Zu viel Chrom wirkt sich negativ auf die Ausgeglichenheit der Phasen der Legierung aus und kann zur Bildung einer unerwünschten Menge an Ferrit und zu einer übermäßigen Menge an Rest-Austenit führen, wenn die Legierung lösungsbehandelt wird. Daher ist Chrom auf nicht mehr als 14%, noch besser auf nicht mehr als 13% und vorzugsweise auf nicht mehr als 12,0% beschränkt.

[0010] In der Legierung, die für das Pulvermetallurgie-Produkt dieser Erfindung verwendet wird, sind zumindest 6%, vorzugsweise zumindest 8%, Nickel vorhanden. Bis zu 4%, vorzugsweise zumindest etwa 1,5%, noch besser zumindest 1,8% Kupfer können zusammen mit Nickel vorhanden sein. Sowohl Nickel als auch Kupfer tragen zu Bildung einer stabilen Austenitstruktur während der Lösungsbehandlung vor dem Abschrecken der Legierung zur Bildung von Martensit bei. Nickel und Kupfer tragen außerdem zur Härte und Korrosionsbeständigkeit der Legierung bei, und Kupfer wirkt sich positiv auf das Alterungshärtungsverhalten der Legierung aus. Nickel ist auf nicht mehr als 12% und Kupfer auf nicht mehr als etwa 2,6% beschränkt, weil zu viel Nickel und Kupfer sich negativ auf die gewünschte Ausgeglichenheit der Phasen der Legierung auswirken und zur Bildung von übermäßigem Rest-Austenit führt, wenn die Legierung lösungsbehandelt wird. Vorzugsweise ist Nickel im Legierungspulver, das in der vorliegenden Erfindung verwendet wird, auf nicht mehr als etwa 10%, noch besser auf nicht mehr als 8,8%, und Kupfer auf nicht mehr als etwa 2,5% beschränkt.

[0011] Bis zu 6% Molybdän können in der Legierung vorhanden sein, weil dieses zur Duktilität und Härte der Legierung beiträgt. Molybdän wirkt sich auch positiv auf die Korrosionsbeständigkeit in reduzierenden Medien und in Umgebungen aus, welche Lochkorrosion und Spannungskorrosionssprünge fördern. Molybdän ist im Legierungspulver auf nicht mehr als etwa 0,50%, vorzugsweise auf nicht mehr als etwa 0,30%, beschränkt, weil zu viel davon sich negativ auf die Ausgeglichenheit der Phasen der Legierung auswirkt, d. h. es führt zur unerwünschten Bildung von Ferrit und zu einer übermäßigen Menge an Rest-Austenit.

[0012] In der Legierung sind zumindest 0,4% und vorzugsweise zumindest 1,0% Titan vorhanden, um durch Verbindung mit vorhandenem Nickel Härte und Festigkeit bereitzustellen, indem während dem Alterungshärteten der Legierung an Nickel und Titan reiche Ausscheidung zu bilden. Titan verbindet sich auch mit Schwefel, um feine Titansulfidteilchen zu bilden, die sich positiv auf die Zerspanbarkeit des Pulvermetallurgie-Produkts gemäß vorliegender Erfindung auswirkt. Zu viel Titan wirkt sich negativ auf die Härte und Duktilität der Legierung aus. Daher ist Titan in einem Pulvermetallurgie-Produkt gemäß vorliegender Erfindung auf nicht mehr als 2,5%, noch besser auf nicht mehr als etwa 1,5%, und vorzugsweise auf nicht mehr als etwa 1,4% beschränkt.

[0013] In der Legierung, die in dieser Erfindung verwendet wird, kann bis zu 1% Niob vorhanden sein, um die Härte und das Alterungshärtungsverhalten zu verbessern. Zu diesem Zweck enthält die Legierung zumindest etwa 0,10%, vorzugsweise zumindest etwa 0,20% Niob. Zu viel Niob wirkt sich negativ auf die Ausgeglichenheit der Phasen der Legierung aus, was zur Bildung von Rest-Austenit führt. Daher ist Niob auf nicht mehr als etwa 0,50% und vorzugsweise auf nicht mehr als etwa 0,30% beschränkt.

[0014] Neben der gewünschten Kombination von Zerspanbarkeit und Verarbeitbarkeit, die durch das Pulvermetallurgie-Produkt gemäß vorliegender Erfindung bereitgestellt wird, wird durch eine andere Abstimmung der Elemente Nickel, Kupfer, Molybdän, Titan und Niob, als in den oben aufgeführten Bereichen für diese Elemente gegeben ist, eine einzigartige Kombination von Festigkeit, Kerbzähigkeit und Spannungskorrosions-Sprungbildungswiderstandsfähigkeit erzielt. Zu diesem Zweck sind zumindest etwa 10,5%, vorzugsweise zumindest etwa 10,8% Nickel, zumindest etwa 0,25%, vorzugsweise zumindest etwa 0,8% Molybdän, und zumindest etwa 1,5% Titan im Legierungspulver vorhanden. Wenn Nickel, Kupfer, Molybdän, Titan und Niob nicht gut abgestimmt sind, wird die Fähigkeit der Legierung, sich mithilfe herkömmlicher Wärmebehandlungsverfahren vollkommen in eine Martensitstruktur zu verwandeln, gehemmt. Außerdem wird die Fähigkeit der Legierung, während einer Lösungsbehandlung und Alterungshärtung im Wesentlichen vollkommen martensitisch zu bleiben, beeinträchtigt. Unter solchen Bedingungen wird die Festigkeit des Pulver-Produkts gemäß vorliegender Erfindung bedeutend verringert. Daher ist Nickel auf nicht mehr als etwa 11,6% und vorzugsweise auf nicht mehr als etwa 11,3% beschränkt. Kupfer ist auf nicht mehr als etwa 0,75% und vorzugsweise auf nicht mehr als etwa 0,10% beschränkt. Molybdän ist auf nicht mehr als etwa 1,5% und vorzugsweise auf nicht mehr als etwa 1,1% beschränkt, während Titan auf nicht mehr als etwa 2,0% und vorzugsweise auf nicht mehr als etwa 1,8% beschränkt ist und Niob auf nicht mehr als etwa 0,3% und vorzugsweise auf nicht mehr als etwa 0,10% beschränkt ist.

[0015] Im Pulvermetallurgie-Produkt dieser Erfindung sind zumindest 0,010% und vorzugsweise zumindest etwa 0,020% Schwefel enthalten. Schwefel verbindet sich mit vorhandenem Titan, um eine Verteilung feiner Sulfidteilchen zu bilden, welche verbesserte Zerspanbarkeit bereitstellen, sich jedoch nicht negativ auf die Verarbeitbarkeit des Materials oder auf seine Festigkeit und Duktilität im ausgehärteten Zustand auswirkt. Typischerweise enthält ein Produkt, das gemäß vorliegender Erfindung gebildet wurde, eine im Wesentlichen gleichmäßige Dispersion von Titansulfidteilchen, deren Hauptabmessung nicht größer als 5 µm ist. Die äußerst feinen Titansulfidteilchen wirken sich positiv auf die Zerspanbarkeit des Materials aus, beeinträchtigen jedoch die Warm- und Kaltbearbeitbarkeit des Materials nicht. Zu viel Schwefel beeinträchtigt am Ende die Verar-

beitbarkeit und Härte. Daher ist Schwefel im Pulvermetallurgie-Produkt gemäß vorliegender Erfindung auf nicht mehr als 0,050%, noch besser auf nicht mehr als etwa 0,040%, vorzugsweise auf nicht mehr als etwa 0,030%, beschränkt.

[0016] Bis zu 1% Aluminium und bis zu 2,5% Tantal können im Pulvermetallurgie-Produkt gemäß vorliegender Erfindung enthalten sein, weil sie sich positiv auf die Festigkeit und Härte des Produkts auswirken, wenn dieses ausgehärtet wird. Zu viel Aluminium und Tantal wirken sich negativ auf die Duktilität und Verarbeitbarkeit des Produkts aus, und ein Übermaß an Aluminium beeinträchtigt seine Zerspanbarkeit. Daher ist Aluminium vorzugsweise auf nicht mehr als etwa 0,25% und Tantal vorzugsweise auf nicht mehr als etwa 0,30% beschränkt. Für optimale Duktilität und Verarbeitbarkeit ist Aluminium auf nicht mehr als etwa 0,05% und Tantal auf nicht mehr als etwa 0,10% beschränkt.

[0017] Kohlenstoff und Stickstoff sind im Pulvermetallurgie-Produkt gemäß vorliegender Erfindung beschränkt, weil sie sich mit einem oder mehreren der Elemente Titan, Niob und Tantal verbindet, um Carbide, Nitride und/oder Carbonitride zu bilden, die sich negativ auf die Zerspanbarkeit des Pulvermetallurgie-Produkts auswirken. Aus diesem Grund ist Kohlenstoff auf nicht mehr als 0,03%, vorzugsweise auf nicht mehr als etwa 0,015% beschränkt, und Stickstoff auf nicht mehr als 0,03%, vorzugsweise auf nicht mehr als etwa 0,010% beschränkt.

[0018] Als Ersatz für einen Teil des Nickels können bis zu 9% Kobalt vorhanden sein, um die Ausgeglichenheit der Phasen und Härte des Pulvermetallurgie-Produkts gemäß vorliegender Erfindung zu verbessern. Typischerweise ist Kobalt auf nicht mehr als etwa 0,75% und vorzugsweise auf nicht mehr als etwa 0,10% beschränkt, weil es normalerweise teurer ist als Nickel. Bis zu 0,010% Bor können vorhanden sein, weil es zur Warmbearbeitbarkeit des Pulvermetallurgie-Produkts gemäß vorliegender Erfindung und zur Duktilität und Härte des Produkts in ausgehärtetem Zustand beiträgt. Vorzugsweise sind zu diesem Zweck zumindest etwa 0,0015% Bor vorhanden. Bor ist vorzugsweise auf nicht mehr als etwa 0,0035% beschränkt.

[0019] Bis zu 1,0% Mangan und bis zu 0,75% Silizium können im Pulvermetallurgie-Produkt gemäß vorliegender Erfindung als Restmengen von Desoxidationszusätzen, die während des Schmelzens der Legierung vorgenommen wurden, vorhanden sein. Mangan und Silizium sind vorzugsweise auf nicht mehr als jeweils etwa 0,30%, noch besser auf nicht mehr als jeweils etwa 0,15% beschränkt, weil sie sich nachteilig auf die Ausgeglichenheit der Phasen der Legierung und die gewünschte Eigenschaftskombination, die durch das Pulvermetallurgie-Produkt bereitgestellt wird, auswirken können.

[0020] Der Rest der Legierung ist Eisen, mit Ausnahme der üblichen Verunreinigungen, die in handelsüblichen Stahlsorten, die für ähnliche Zwecke bestimmte sind, auftreten. Zu solchen Verunreinigungen gehört Phosphor, der auf nicht mehr als 0,040%, vorzugsweise auf nicht mehr als etwa 0,010%, beschränkt ist, weil er sich negativ auf die mechanischen Eigenschaften von Produkten, die gemäß vorliegender Erfindung hergestellt werden, insbesondere auf deren Härte, auswirkt.

[0021] Das Pulvermetallurgie-Produkt gemäß vorliegender Erfindung wird durch Schmelzen einer Schmelzcharge der oben beschriebenen Legierung hergestellt. Das Schmelzen wird vorzugsweise durch Vakuuminduktionsschmelzen unter Argongas-Partialdruck vorgenommen. Die geschmolzene Legierung wird, vorzugsweise mit Argongas, zerstäubt und unter einer Hülle aus Argongas in der Zerstäubungskammer abgekühlt, um eine Oberflächenoxidation der Legierungspulverteilchen zu verhindern. Nach dem Abkühlen wird das Legierungspulver auf eine gewünschte Größe gesiebt und kann mit anderen Schmelzchargen aus Pulver der gewünschten Zusammensetzung gemischt werden, um ein homogenes Gemisch bereitzustellen. Die maximale Pulverteilchengröße kann bis zu etwa -40 Mesh (420 µm) betragen, wenn das Legierungspulver sehr rein ist, d. h. wenige Einschlüsse aufweist. Vorzugsweise wird eine Teilchengröße von etwa -80 Mesh (177 µm) verwendet, um die Zahl der großen Einschlüsse zu reduzieren. Um die besten Ergebnisse zu erzielen, wird das Pulver auf etwa -100 Mesh (149 µm) gesiebt. Nach dem Sieben und Mischen wird das Legierungspulver in einen geeigneten Stahlbehälter gefüllt. Das Behältermaterial ist vorzugsweise Edelstahl T304, er kann jedoch auf aus weichem Stahl bestehen. Das Legierungspulver wird vorzugsweise bei Raumtemperatur in den Behälter gefüllt. Vor dem Abdichten wird der gefüllte Behälter bei einer erhöhten Temperatur von zumindest etwa 250°F (121°C) und vorzugsweise bei etwa 400°F (204°C) auf einen Druck von weniger als 1 mmHg evakuiert, um Sauerstoff und Feuchtigkeit aus der Büchse zu entfernen. Temperaturen von bis zu etwa 2.100°F (1.149°C) können ebenfalls eingesetzt werden, um den Entzug von Feuchtigkeit zu maximieren.

[0022] Der Behälter wird dann abgedichtet und warmverfestigt, um einen im Wesentlichen vollkommen dichten Presskörper zu erhalten. Das bevorzugte Warmverfestigungsverfahren ist isostatisches Heißpressen (HIP), das bei einer Temperatur im Bereich von etwa 2.000 bis 2.200°F (1093 bis 1.204°C) und einem Druck, der ausreicht, um ein Verbinden der Pulverteilchen zu garantieren, vorzugsweise bei etwa 15 ksi (103 MPa), etwa 4 Stunden lang durchgeführt wird. Druck und Dauer können auch andere Werte aufweisen, je nach den Fähigkeit des HIP-Gefäßes und der gewünschten Zyklusdauer. Der HIP-Zyklus wird so gewählt, dass ein Presskörper bereitgestellt wird, der zumindest etwa 94 bis 95% theoretische Dichte aufweist, d. h. im Wesentlichen keine zusammenhängende Porosität aufweist.

[0023] Der HIP-Presskörper wird dann warmbearbeitet, beispielsweise durch Warmwalzen, Schmieden oder

Pressen, um einen Vorblock zu bilden, der dann weiter warmgewalzt wird, um eine Stange zu bilden. Warmbearbeiten und/oder Warmwalzen werden bei einer Temperatur von etwa 2.000 bis 2.100°F (1.093 bis 1.149°C) durchgeführt. An einem Punkt nach dem Warmwalzen wird die durch den Behälter gebildete Edelstahlumhüllung durch ein beliebiges geeignetes Verfahren, wie z. B. Abschaben, entfernt.

[0024] Die Stange kann durch verschiedene Verfahren zu einem Intermediat-Walzdraht weiterverarbeitet werden. In einer bevorzugten Verfahren wird die heißgewalzte Stange wie im Folgenden beschrieben lösungsbehandelt, abgeschabt und poliert. Wird das Produkt aus Legierungspulver der Zusammensetzung der Legierung A in Tabelle 1 gebildet, wird es vorzugsweise bei etwa 1.400 bis 1.600°F (760 bis 871°C) eine Viertelstunde bis zu etwa 2 Stunden lang lösungs-haubengeglüht und dann in Wasser abgeschreckt. Wird das Produkt aus Legierungspulver der Zusammensetzung der Legierung B in Tabelle 1 gebildet, wird es vorzugsweise bei etwa 1.700 bis 1.900°F (927 bis 1.038°C) etwa eine Stunde lang lösungs-haubengeglüht und dann in Wasser abgeschreckt. Ein Produkt aus einem Legierungspulver der Zusammensetzung der Legierung B wird vorzugsweise nach dem Abschrecken scharf abgekühlt, um die hohe Festigkeit, die charakteristisch für das Produkt ist, weiter zu entwickeln. Durch das scharfe Abkühlen wird die Legierung auf eine Temperatur abgekühlt, die weit genug unter dem Martensitpunkt liegt, um die Vollendung des Übergangs in Martensit und die Minimierung des Rest-Austenits zu garantieren. Wenn sie eingesetzt wird, besteht das scharfe Abkühlen aus einer Abkühlung der Legierung auf etwa -100°F (-73°C) oder weniger für 1 bis 8 Stunden, je nach der Querschnittsgröße des Produkts. Der Bedarf nach scharfem Abkühlen hängt zum Teil vom Martensitpunkt der Legierung ab. Wenn der Martensitpunkt hoch genug ist, wird der Übergang vom Austenit zum Martensit vollständig vor sich gehen, ohne dass scharfes Abkühlen notwendig ist.

[0025] Bei einem alternativen Verfahren wird die heißgewalzte Stange abgeschabt und poliert und dann überaltert, um die Bildung von Sprüngen während der folgenden Säurebeizung oder Kaltbehandlung zu verhindern. Die Überalterungsbehandlung besteht aus dem Erhitzen des Materials auf eine Temperatur, die ausreicht, um das Material in den überalterten Zustand zu versetzen. Gute Ergebnisse wurden bei einer Überalterung bei etwa 1.150°F (621°C) für bis zu 4 Stunden und darauffolgendes Abkühlen in Luft erzielt. Die Stange wird dann kaltbearbeitet, vorzugsweise durch Ziehen, um einen Draht mittlerer Größe zu erhalten. Nach dem anfänglichen Kaltbearbeiten wird der mittelstarke Draht lösungsgeglüht.

[0026] Egal, welches Verfahren zur Herstellung des lösungsgeglühten mittleren Walzdrahts eingesetzt wird, der Draht wird weiter gezogen oder kaltbearbeitet, um geringe Querschnittsflächen zu erhalten. Zwischenglühbehandlungen können zwischen aufeinander folgenden Reduktionen angewandt werden. Der Draht kann dann zu nützlichen Produktformen verarbeitet werden. Beispielsweise ist Draht, der gemäß vorliegender Erfindung hergestellt wird, besonders zur Herstellung von Operationsnadeln geeignet. Die Nadeln können leicht für die Befestigung von Nähmaterial durchlöchert werden. Ungeachtet der Form des Endprodukts wird dieses ausgehärtet, um die gewünschte hohe Festigkeit zu erzielen. Die Alterungshärtung wird vorzugsweise durch Erhitzen der Produkte auf eine geeignete Alterungstemperatur für einen geeigneten Zeitraum und das darauf folgende Abkühlen in Luft durchgeführt. Die bevorzugte Vergütungstemperatur liegt im Bereich von etwa 800 bis 1.100°F (427 bis 593°C). Gute Ergebnisse wurden erzielt, wenn die Produkte etwa 4 Stunden lang auf dieser Temperatur gehalten wurden.

#### Beispiele

[0027] Um die einzigartige Kombination der Eigenschaften, die durch das gemäß vorliegender Erfindung hergestellte Pulvermetallurgie-Produkt bereitgestellt wird, wurde aus vier Legierungen der in Tabelle 2 aufgeführten Gewichtsprozentzusammensetzungen jeweils ein Draht gebildet.

TABELLE 2

Element	Beispiel 1	Beispiel 2	Schmelzcharge A	Schmelzcharge B
C	0,004	0,005	0,004	0,012
Mn	0,01	0,01	0,01	0,01
Si	0,03	0,04	0,04	0,04
P	0,002	0,006	0,002	0,006
S	0,027	0,0209	0,109	0,0751
Cr	11,42	11,60	11,48	11,60
Ni	8,26	11,07	8,33	11,04
Mo	0,02	0,95	0,02	0,95
Cu	2,16	0,01	2,17	<0,01
Ti	1,12	1,51	1,10	1,51
Nb	0,23	0,01	0,23	0,01
N	0,0018	0,0010	0,0019	0,0021
O	0,0242	0,0241	0,0243	0,0382
B	0,0019	0,0028	0,0021	0,0030
Al	0,08	0,08	0,09	0,08

[0028] 300 Pfund (nominal) Schmelzcharge der Beispiele 1 und 2 und Vergleichs-Schmelzchargen A und B wurden unter Argongas-Partialdruck induktionsgeschmolzen. Jede Schmelzcharge wurde mit Argongas zerstäubt und in einer Argonatmosphäre in der Zerstäubungskammer abgekühlt. Das Pulver jeder Schmelzcharge wurde auf -100 Mesh gesiebt, vermischt und in Luft in eine runde 8"-Edelstahlbüchse T304 gefüllt. Die befüllten Büchsen wurden auf weniger als 1 mmHg evakuiert, auf 400°F (204°C) erhitzt und abgedichtet. Jede Büchse wurde dann bei 2.050°F (1.121°C) und 15 ksi (103 (MPa) 4 Stunden lang HIP unterzogen, um einen Presskörper mit einem nominalen Durchmesser von 7,2 Zoll (18,3 cm) zu bilden.

[0029] Die HIP-Presskörper von Beispiel 1 und Schmelzcharge A wurden bei einer Temperatur von 2.100°F (1.149°C) zu runden Vorblöcken mit einem Durchmesser von 4,25 Zoll (10,8 cm) rotationsgeschmiedet. Die HIP-Presskörper von Beispiel 2 und Schmelzcharge B wurden bei einer Temperatur von 2.000°F (1.093°C) zu runden Vorblöcken mit einem Durchmesser von 4,25 Zoll (10,8 cm) rotationsgeschmiedet. Die Vorblöcke wurden vier Stunden lang auf 1.148°F (620°C) erhitzt, um sie zu überaltern und dann in Luft abgekühlt. Der Überalterungsvorgang wurde durchgeführt, um die Bildung von Sprüngen in den Vorblöcken während des Trennschleifens zu verhindern. Die Vorblöcke von Beispiel 1 und Schmelzcharge A wurden dann bei 2.100°F (1.149°C) zu einer Stange mit einem Durchmesser von 0,2656 Zoll (6,75 mm) heißgewalzt, und die Vorblöcke von Beispiel 2 und Schmelzcharge B wurden bei 2.000°F (1.093°C) auf dasselbe Maß heißgewalzt. Das Stangenmaterial jeder Schmelzcharge wurde auf einen Durchmesser von 0,244 Zoll (6,2 mm) abgeschabt und poliert, um die Edelstahlumhüllung zu entfernen, bei 1.148°F (620°C) 4 Stunden lang überalbert, in Luft gekühlt und dann säuregebeizt. Die Stange jeder Schmelzcharge wurde dann zu einem Draht mit einem Durchmesser von 0,218 Zoll (5,5 mm) kaltgezogen und in Vakuum lösungsgeglüht. Der Draht von Beispiel 1 und Schmelzcharge A wurde bei 1.508°F (820°C) 2 Stunden lang lösungsgeglüht und dann in Wasser abgeschreckt. Der Draht von Beispiel 2 und Schmelzcharge B wurde bei 1.796°F (980°C) 1 Stunde lang lösungsgeglüht, in Wasser abgeschreckt, bei -100°F (-73°C) 8 Stunden lang scharf abgekühlt und dann in Luft erhitzt. Alle Drähte

wurden dann säuregebeizt.

[0030] Der Draht jeder Schmelzcharge wurde auf einen runden Durchmesser von 0,154 Zoll (3,9 mm) kaltgezogen und dann litzengeglüht. Das Litzenglühen des Drahts von Beispiel 1 und Schmelzcharge A wurde bei 1.750°F (954°C) bei einer Laufgeschwindigkeit von 8 Fuß pro Minute (fpm) (2,4 m/min) durchgeführt. Der Draht von Beispiel 2 und Schmelzcharge B wurde bei 1.900°F (1.038°C) bei einer Laufgeschwindigkeit von 8 fpm (2,4 m/min) litzengeglüht. Der Draht jeder Schmelzcharge wurde dann auf einen runden Durchmesser von 0,128 Zoll (3,25 mm) kaltgezogen und säuregebeizt.

[0031] Während der Verarbeitung dieser Schmelzchargen traten keine Probleme wie Sprünge oder Risse auf. Der Draht von Beispiel 1 und 2 wurde weiter auf einen runden Durchmesser von 0,024 Zoll (0,6 mm) kaltgezogen, wobei keinerlei sichtbaren Probleme auftraten. Der Draht von Schmelzcharge A und B brach jedoch, als er in einem ähnlichen Ausmaß kaltgezogen wurde. Somit scheint es, dass ein Pulvermetallurgie-Produkt, das aus einer hochfesten, ausscheidungshärtbaren Edelstahllegierung besteht, welche 0,1 Schwefel enthält, keine angemessene Verarbeitbarkeit aufweist, wenn sie stark kaltgezogen wird.

[0032] Die Begriffe und Ausdrücke, die hierin verwendet wurden, dienen der Beschreibung und nicht der Einschränkung, und die Erfinder haben nicht die Absicht, Äquivalente der dargelegten und beschriebenen Merkmale oder Teile davon durch die Verwendung der solcher Begriffe und Ausdrücke auszuschließen, sondern es wird anerkannt, dass im Schutzmfang der vorliegenden Erfindung verschiedene Modifikationen möglich sind.

### Patentansprüche

1. Verfestigtes Pulvermetallurgie-Produkt, umfassend eine ausscheidungshärtbare Edelstahllegierung, die – in Gewichtsprozent – aus Folgendem besteht:

Kohlenstoff max. 0,03

Mangan max. 1,0

Silizium max. 0,75

Phosphor max. 0,040

Schwefel 0,010–0,050

Chrom 10–14

Nickel 6–12

Molybdän max. 6

Kupfer max. 4

Titan 0,4–2,5

Aluminium max. 1

Niob max. 1

Tantal max. 2,5

Kobalt max. 9

Bor max. 0,010

Stickstoff max. 0,03

wobei der Rest Eisen und die üblichen Verunreinigungen sind, wobei das Pulvermetallurgie-Produkt eine feine Dispersion winziger Sulfidteilchen enthält, deren Hauptabmessung nicht größer als 5 µm ist.

2. Pulvermetallurgie-Produkt nach Anspruch 1, das – in Gewichtsprozent – Folgendes enthält:

Nickel 8–10

Titan 1,0–1,5

Molybdän max. 0,50

Kupfer 1,5–2,6

Niob 0,10–0,50

3. Pulvermetallurgie-Produkt nach Anspruch 1, das – in Gewichtsprozent – Folgendes enthält:

Nickel 10,5–11,6

Titan 1,5–2,0

Molybdän 0,25–1,5

Kupfer max. 0,75

Niob max. 0,3

4. Draht, der aus einem verfestigten Pulvermetallurgie-Produkt gebildet ist, das eine ausscheidungshärtbare Edelstahllegierung umfasst, die – in Gewichtsprozent – aus Folgendem besteht:

Kohlenstoffmax. 0,03

Mangan max. 1,0

Silizium max. 0,75

Phosphor max. 0,040  
Schwefel 0,010–0,050  
Chrom 10–14  
Nickel 6–12  
Molybdän max. 6  
Kupfer max. 4  
Titan 0,4–2,5  
Aluminium max. 1  
Niob max. 1  
Tantal max. 2,5  
Kobalt max. 9  
Bor max. 0,010  
Stickstoff max. 0,03

wobei der Rest Eisen und die üblichen Verunreinigungen sind, wobei das Pulvermetallurgie-Produkt eine feine Dispersion winziger Sulfidteilchen enthält, deren Hauptabmessung nicht größer als 5 µm ist.

5. Draht, der aus einem Pulvermetallurgie-Produkt nach Anspruch 4 gebildet ist, das – in Gewichtsprozent – Folgendes enthält:

Nickel 8–10  
Titan 1,0–1,5  
Molybdän max. 0,50  
Kupfer 1,5–2,6  
Niob 0,10–0,50

6. Draht, der aus einem Pulvermetallurgie-Produkt nach Anspruch 4 gebildet ist, das – in Gewichtsprozent – Folgendes enthält:

Nickel 10,5–11,6  
Titan 1,5–2,0  
Molybdän 0,25–1,5  
Kupfer max. 0,75  
Niob max. 0,3

7. Verfahren zur Herstellung eines Stahldrahts, das folgende Schritte umfasst: Schmelzen einer ausscheidungshärtbaren Edelstahllegierung, die – in Gewichtsprozent – aus Folgendem besteht:

Kohlenstoff max. 0,03  
Mangan max. 1,0  
Silizium max. 0,75  
Phosphor max. 0,040  
Schwefel 0,010–0,050  
Chrom 10–14  
Nickel 6–12  
Molybdän max. 6  
Kupfer max. 4  
Titan 0,4–2,5  
Aluminium max. 1  
Niob max. 1  
Tantal max. 2,5  
Kobalt max. 9  
Bor max. 0,010  
Stickstoff max. 0,03

wobei der Rest Eisen und die üblichen Verunreinigungen sind;  
Gaszerstäubung der Legierung, um ein Legierungspulver zu bilden;  
Verfestigen des Legierungspulvers unter Temperatur-, Druck- und Zeitbedingungen, die ausreichen, um ein Zwischenprodukt zu bilden, das im Wesentlichen vollkommen dicht ist; und  
mechanisches Bearbeiten des Zwischenprodukts, um Draht daraus zu bilden.

8. Verfahren nach Anspruch 7, worin der Schritt des Verfestigens des Legierungspulvers den Schritt des isostatischen Heißpressens des Legierungspulvers umfasst.

9. Verfahren nach Anspruch 7, worin der Schritt des Schmelzens der Legierung unter einem Argongas-Par-

tialdruck durchgeführt wird.

10. Verfahren nach Anspruch 7, worin der Zerstäubungsschritt mit Argongas durchgeführt wird.

11. Verfahren nach Anspruch 7, das weiters folgende Schritte umfasst:

Einfüllen des Legierungspulvers in eine Metallbüchse; Evakuieren der Metallbüchse auf einen Druck unter Atmosphärendruck; und anschließendes Abdichten der Büchse.

12. Verfahren nach Anspruch 7, worin der Schritt des mechanischen Bearbeitens des Zwischenprodukts die folgenden Schritte umfasst:

Warmbearbeitung des Zwischenprodukts bei einer Temperatur im Bereich von 2.000–2.100°F (1.093–1.249°C); und

Entfernen der Büchse vom Zwischenprodukt.

13. Verfahren nach Anspruch 7, worin die Stahllegierung – in Gewichtsprozent – Folgendes enthält:  
Nickel 8–10

Molybdän max. 0,50

Kupfer 1,5–2,6

Titan 1,0–1,5

Niob 0,10–0,50

und das Zwischenprodukt einer Lösungsbehandlung unterzogen wird, indem es für ¼ h bis 2 h auf eine Temperatur im Bereich von 1.400 – 1.600°F (760–871°C) erhitzt und dann abgeschreckt wird.

14. Verfahren nach Anspruch 7, worin die Stahllegierung – in Gewichtsprozent – Folgendes enthält:

Nickel 10,5–11,6

Molybdän 0,25–1,5

Kupfer max. 0,75

Titan 1,5–2,0

Niob max. 0,3

und das Zwischenprodukt einer Lösungsbehandlung unterzogen wird, indem es für etwa 1 h auf eine Temperatur im Bereich von 1.700–1.900°F (927–1.038°C) erhitzt und dann abgeschreckt wird.

15. Verfahren nach Anspruch 14, das weiters den Schritt des Abkühlens des der Lösungsbehandlung unterzogenen Zwischenprodukts für 1 bis 8 h auf eine Temperatur von –100°C (–73°C) oder darunter umfasst.

16. Verfahren nach Anspruch 7, das den weiteren Schritt des Überalters des Zwischenprodukts durch Erhitzen auf eine Temperatur von etwa 1.150°F (621°C) für bis zu etwa 4 h umfasst.

Es folgt kein Blatt Zeichnungen