

⑫ **EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT**

④⑤ Veröffentlichungstag der Patentschrift:
13.05.87

⑤① Int. Cl.⁴: **C 22 F 1/10**

②① Anmeldenummer: **84111204.8**

②② Anmeldetag: **20.09.84**

⑤④ **Verfahren zur Herstellung eines feinkörnigen Werkstücks aus einer Nickelbasis-Superlegierung.**

③① Priorität: **28.09.83 CH 5252/83**

④③ Veröffentlichungstag der Anmeldung:
29.05.85 Patentblatt 85/22

④⑤ Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:
13.05.87 Patentblatt 87/20

⑧④ Benannte Vertragsstaaten:
CH DE FR GB LI

⑤⑥ Entgegenhaltungen:
EP - A - 0 075 416
EP - A - 0 087 183
EP - A - 0 101 097
DE - A - 2 046 409
FR - A - 2 122 974
GB - A - 1 253 861
US - A - 3 975 219

⑦③ Patentinhaber: **BBC Aktiengesellschaft Brown, Boveri & Cie., Haselstrasse, CH-5401 Baden (CH)**

⑦② Erfinder: **Nazmy, Mohamed Yousef, Dr., Geelig 2, CH-5412 Gebenstorf (CH)**
Erfinder: **Rydstad, Hans, Dr., Bollstr. 28, CH-5413 Birmenstorf (CH)**
Erfinder: **Schroeder, Günther, Dr., Heigelweg 15, CH-5413 Birmenstorf (CH)**
Erfinder: **Singer, Robert, Dr., Weite Gasse 14, CH-5400 Baden (CH)**

EP 0 142 668 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).

Beschreibung

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

Aus der Literatur sind Verfahren bekannt, nach denen ein feinkörniges Endprodukt, ausgehend von einem Rohling aus einer warmfesten Legierung (z.B. Nickelsuperlegierung) in mehreren Arbeitsgängen hergestellt werden kann. Insbesondere trifft dies auf ein Verfahren zu, bei welchem in einem ersten Schritt das Ausgangsmaterial dicht unterhalb seiner Rekristallisationstemperatur nach herkömmlicher Art verformt wird, so dass sich das gewünschte feinkörnige Gefüge in einem Zwischenprodukt einstellt. In einem zweiten Schritt wird dann dieses Zwischenprodukt durch quasi-isothermes Schmieden unter Verwendung von beheizten Gesenken in das Endprodukt übergeführt (GB-PS 1 253 861).

Es sind auch Verfahren bekannt geworden, welche empfehlen, in einem einzigen Verfahrensschritt aus einer warmfesten austenitischen Legierung ein feinkörniges Werkstück herzustellen. Dabei sollen ganz bestimmte Temperatur- (950 bis 1200°C) und Verformungsbedingungen eingehalten werden. Diese hängen in der Regel von der Legierung und der Werkstückgröße ab (vgl. EP-A-0 087 183).

Bei der Durchführung dieser Verfahren zeigt es sich ausserdem, dass es ausserordentlich schwierig ist, durch Verformen unterhalb der Rekristallisationstemperatur ein für das Endprodukt optimales Gefüge mit besten mechanischen Eigenschaften zu erhalten. Ausserdem sind diese Verfahren ausserordentlich langsam, was sich ungünstig auf die Wirtschaftlichkeit auswirkt. Es besteht daher das Bedürfnis, die bekannten Verfahren zu verbessern.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Umformverfahren anzugeben, welches die Herstellung eines Werkstücks aus einer Nickelbasis-Superlegierung, ausgehend von einem lösungsgeglühten grobkörnigen Rohling ermöglicht, wobei das Endprodukt gleichzeitig die definitive Schmiedeform, ein feinkörniges Gefüge und bestmögliche mechanische Eigenschaften aufweist.

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

Die Erfindung wird anhand des nachfolgenden, durch Figuren erläuterten Ausführungsbeispiels beschrieben.

Dabei zeigt:

Fig. 1 ein Diagramm des Temperaturverlaufs des Verfahrens in Funktion der Zeit,

Fig. 2 ein Diagramm der Korngrösse und des Grobkornanteils in Funktion der Umformtemperatur.

In Fig. 1 ist der Temperaturverlauf des Verfahrens in Funktion der Zeit (willkürlicher, unterbrochener Massstab) in den verschiedenen Verfahrensschritten dargestellt. a ist die für ein gegebenes Material vorliegende Lösungsglühtemperatur für die γ' -Phase, die für die untersuchte Superlegierung (Handelsname «Waspaloy») zwischen 1020 und 1040°C (im Mittel bei 1030°C) liegt. Der Verlauf b entsprechend Phase I bezieht sich auf einen ersten, im wesentlichen der Kornverfeinerung dienenden und in einem isothermen Schmieden (Stauhen) bestehenden Warmver-

formungsschritt. Der Verlauf c entsprechend Phase II stellt den wesentlich langsamer durchgeführten und sowohl zur Endform (Fertigteil) wie zur Steigerung der mechanischen Festigkeit führenden zweiten Verformungsschritt dar.

Im unteren Teil der Figur ist die weitere für diese Klasse von Superlegierungen übliche, aus Lösungsglühen, Abschrecken und mehrfachem Aushärten bestehende, an den Umformprozess anschliessende Wärmebehandlung in einem anderen Zeitmassstab dargestellt.

Fig. 2 zeigt grundsätzlich die Zusammenhänge zwischen Gefügeausbildung und Umformtemperatur. d stellt die mittlere Korngrösse, x den Anteil an groben Einzelkörnern in Funktion der Umformtemperatur für konstante Verformung und Verformungsgeschwindigkeit dar.

Ausführungsbeispiel:

Siehe Fig. 1!

Zur Herstellung eines doppelkegelförmigen rotationssymmetrischen Hohlkörpers mit Zwischenflansch wurde ein Rohling aus einer lösungsgeglühten Nickelbasis-Superlegierung verwendet. Die Legierung mit dem Handelsnamen «Waspaloy» hatte die nachfolgende Zusammensetzung:

C	=	0,03	Gew.-%
Cr	=	19,5	Gew.-%
Mo	=	4,5	Gew.-%
Co	=	14,0	Gew.-%
Ti	=	3,0	Gew.-%
Al	=	1,4	Gew.-%
Fe	=	2,0	Gew.-%
Ni	=	Rest	

Der Rohling hatte zylindrische Form und besass folgende Abmessungen:

Durchmesser:	60 mm
Höhe:	136,5 mm

Er wurde in einem ersten Verfahrensschritt (Phase I) in einer Schmiedepresse in axialer Richtung durch isothermes Schmieden bei einer Temperatur von 1100°C, welche oberhalb der Lösungsglühtemperatur für die γ' -Phase des Werkstoffes lag, derart gestaucht, dass er danach die folgenden Abmessungen aufwies:

Durchmesser:	92 mm
Höhe:	67,2 mm

Dies entsprach einem Verformungsgrad ϵ von 0,7. Die mittlere Verformungsgeschwindigkeit betrug $\dot{\epsilon} = 12,5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Dabei war $\dot{\epsilon}$ wie folgt definiert:

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

A_0 = Querschnittsfläche des Werkstücks vor der Umformung, je pro Schritt,

A_f = Querschnittsfläche des Werkstücks nach der Umformung,

$\ln$ = natürlicher Logarithmus,

t = Zeit in Sekunden,

Nach dem gemäss Phase I ca. 1 min dauernden Stauchvorgang wurde das Werkstück an Luft auf Raumtemperatur abgekühlt.

In einem zweiten Verfahrensschritt (Phase II) wurde das vorgeformte Werkstück in einem Schmiedegesenk bei einer niedrigeren Temperatur, welche knapp unterhalb der Lösungsglühtemperatur für die γ' -Phase lag, bis zur Fertigform isotherm geschmiedet. Im vorliegenden Fall betrug diese Schmiedetemperatur 1010°C. Während der Phase II wurde die Verformungsgeschwindigkeit stufenweise entsprechend dem bereits erreichten Verformungsgrad erniedrigt. Der der ersten ca. 8 min dauernden Stufe entsprechende Verformungsgrad ε betrug 1,3. Die mittlere Verformungsgeschwindigkeit war $\dot{\varepsilon} = 1,5 \cdot 10^{-3} \text{s}^{-1}$, was einer durchschnittlichen Stempelgeschwindigkeit von ca. 0,1 mm/s entsprach. Die maximal erreichte Presskraft war 1800 kN. Die ca. 5 min dauernde zweite Stufe entsprach einem Verformungsgrad ε von 0,5 bei einer Verformungsgeschwindigkeit von $\dot{\varepsilon} = 0,9 \cdot 10^{-3} \text{s}^{-1}$. Die dritte, ca. 7 min dauernde Stufe erreichte noch ein ε von 0,2 bei einem $\dot{\varepsilon} = 0,1 \cdot 10^{-3} \text{s}^{-1}$. Die maximal erreichte Presskraft betrug hierbei 2000 kN. Alle ε und $\dot{\varepsilon}$ auf A_0 des zweiten Verfahrensschritts bezogen!

Nach dem Fertigschmieden gemäss Phase II wurde das Werkstück der üblichen konventionellen Wärmebehandlung unterzogen: Lösungsglügen bei 1020°C während 4 h, Abschrecken in Öl, Glühen bei 850°C während 4 h, Abkühlen in Luft, Aushärten bei 750°C während 16 h, Abkühlen in Luft.

Das fertig geschmiedete und wärmebehandelte Werkstück wies bei Raumtemperatur eine Streckgrenze von 938 MPa auf, während die Dehnung 22% betrug.

Das Verfahren ist nicht auf das Ausführungsbeispiel beschränkt. Es kann z.B. auf die Luftabkühlung nach der Phase I unter gewissen Umständen verzichtet werden. Das Schmieden würde also in einer Hitze erfolgen, wie dies durch die gestrichelte Kurve zwischen den Ästen b und c in Fig. 1 angedeutet ist. Das Verfahren kann dann auch so gestaltet werden, dass der erste Schritt im wesentlichen in einem Stauchen des Schmiederohlings im Gesenk mit nachfolgender Abkühlung im Gesenk auf die Schmiedetemperatur des zweiten Schrittes besteht. Eine weitere mögliche Variante beruht darauf, dass der erste Schritt in einem Vorstauchen des Schmiederohlings mit anschliessendem Formschmieden im Gesenk bei einer Temperatur oberhalb der Lösungsglühtemperatur für die γ' -Phase des Werkstoffs besteht. Ferner kann das Abkühlen des Werkstücks beim Übergang vom ersten zum zweiten Schritt (zwischen Phase I und Phase II) unter gleichzeitigem Aufbringen einer Last erfolgen.

Ausser «Waspaloy» eignet sich noch eine ganze Anzahl anderer Superlegierungen für das Verfahren, worunter Handelsnamen wie Astrology, Alloy 901, IN 718, IN 100, René 95 usw. figurieren. Im allgemeinen können die Legierungsgrenzen ungefähr wie folgt angegeben werden:

C	=	0,02 bis 1,00 Gew.-%
Cr	=	13 bis 22 Gew.-%
Mo	=	3 bis 6 Gew.-%

Ti	=	0,8 bis 3,5 Gew.-%
Nb	=	0 bis 6 Gew.-%
Al	=	0,3 bis 4,0 Gew.-%
Co	=	0 bis 20 Gew.-%
Fe	=	0 bis 20 Gew.-%
Ni	=	Rest

Während des ersten Verfahrensschrittes (Phase I) soll der Verformungsgrad ε mindestens den Wert 0,7 erreichen, bei Verformungsgeschwindigkeiten $\dot{\varepsilon}$, die vorteilhafterweise zwischen $5 \cdot 10^{-3} \text{s}^{-1}$ und $15 \cdot 10^{-3} \text{s}^{-1}$ (im Durchschnitt um $10 \cdot 10^{-3} \text{s}^{-1}$) liegen. Beim zweiten Verfahrensschritt (Phase II) muss der Verformungsgrad ein Mass erreichen, das ausreicht, um die gewünschten guten mechanischen Eigenschaften zu erzielen. Dieses Mass hängt von der Form und Grösse des Werkstücks ab. Die entsprechenden Verformungsgeschwindigkeiten $\dot{\varepsilon}$ bewegen sich dabei etwa zwischen $2 \cdot 10^{-3} \text{s}^{-1}$ und $0,1 \cdot 10^{-3} \text{s}^{-1}$. Sie nehmen mit fortschreitendem Verformungsgrad ε ab, in dem Masse wie sich das Werkstück der Endform nähert.

Wesentlich ist, dass der erste Schritt oberhalb und der zweite Schritt knapp unterhalb der Lösungsglühtemperatur für die γ' -Phase des Werkstoffs durchgeführt wird, so dass für die Endform eine mittlere Korngrösse von 4 bis 40 μm , eine Warmstreckgrenze bei 540°C von mindestens 780 MPa und eine Standzeit unter einer Belastung von 510 MPa bei 670°C von mindestens 100 h (Zeitstandfestigkeit) erzielt wird.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines feinkörnigen Werkstücks mit verbesserten mechanischen Eigenschaften aus einer Nickelbasis-Superlegierung, dadurch gekennzeichnet, dass in einem ersten Schritt ein Schmiederohling durch isothermes Schmieden oberhalb der Lösungsglühtemperatur für die γ' -Phase in eine Zwischenform übergeführt wird, wobei ein Verformungsgrad ε von mindestens 0,7 und eine Verformungsgeschwindigkeit $\dot{\varepsilon}$ von $5 \cdot 10^{-3} \text{s}^{-1}$ bis $15 \cdot 10^{-3} \text{s}^{-1}$ eingehalten wird, und dass die Zwischenform in einem zweiten Schritt durch isothermes Schmieden dicht unterhalb der Lösungsglühtemperatur für die γ' -Phase unter Anwendung einer Verformungsgeschwindigkeit $\dot{\varepsilon}$ von $2 \cdot 10^{-3} \text{s}^{-1}$ bis $0,1 \cdot 10^{-3} \text{s}^{-1}$ in die Endform übergeführt wird, wobei $\dot{\varepsilon}$ wie folgt definiert ist:

$$\dot{\varepsilon} = \frac{d \left[\ln \frac{A_0}{A_f} \right]}{dt},$$

A_0 = Querschnittsfläche des Werkstücks vor der Umformung, je pro Schritt,

A_f = Querschnittsfläche des Werkstücks nach der Umformung,

$\ln$ = natürlicher Logarithmus,

t = Zeit in Sekunden.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Werkstück bis zur Endform auf eine mittlere Korngrösse von 4 bis 40 μm , eine Warmstreckgrenze bei 540°C von mindestens 780 MPa und eine Standzeit unter einer Belastung von 510 MPa bei 670°C von mindestens 100 h geschmiedet wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Nickelbasis-Superlegierung die nachfolgenden Grenzwerte der Zusammensetzung aufweist:

C	=	0,02 bis 1,00 Gew.-%
Cr	=	13 bis 22 Gew.-%
Mo	=	3 bis 6 Gew.-%
Ti	=	0,8 bis 3,5 Gew.-%
Nb	=	0 bis 6 Gew.-%
Al	=	0,3 bis 4,0 Gew.-%
Co	=	0 bis 20 Gew.-%
Fe	=	0 bis 20 Gew.-%
Ni	=	Rest

4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der erste Schritt im wesentlichen in einem Stauchen des Schmiedrohrlings im Gesenk mit nachfolgender Abkühlung im Gesenk auf die Schmiedetemperatur des zweiten Schrittes besteht.

5. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der erste Schritt in einem Vorstauchen des Schmiedrohrlings mit anschliessendem Formschmieden im Gesenk bei einer Temperatur oberhalb der Lösungsglühtemperatur des Werkstoffs besteht.

6. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Abkühlen des Werkstücks beim Übergang vom ersten zum zweiten Schritt unter gleichzeitigem Aufbringen einer Last erfolgt.

Claims

1. Process for producing a fine-grain workpiece having improved mechanical properties from a nickel-based super-alloy, characterized in that, in the first step, a forging blank is converted into an intermediate form by isothermal forging above the solution-annealing temperature for the γ' -phase, a degree of deformation ε of at least 0.7 and a deformation rate $\dot{\varepsilon}$ of $5 \times 10^{-3}\text{s}^{-1}$ to $15 \times 10^{-3}\text{s}^{-1}$ being maintained, and that the intermediate form is converted in the second step into the final form by isothermal forging just below the solution-annealing temperature for the γ' -phase, a deformation rate $\dot{\varepsilon}$ of $2 \times 10^{-3}\text{s}^{-1}$ to $0.1 \times 10^{-3}\text{s}^{-1}$ being applied, $\dot{\varepsilon}$ being defined as follows:

$$\dot{\varepsilon} = \frac{d \left[\ln \frac{A_0}{A_f} \right]}{dt},$$

A_0 = cross-sectional area of the workpiece before deformation, for each step,

A_f = cross-sectional area of the workpiece after deformation,

$\ln$ = natural logarithm,

t = time in seconds.

2. Process according to claim 1, characterized in that the workpiece up to the final form is forged to a mean grain size of 4 to 40 μm , a hot yield point at 540°C of at least 780 MPa and a life of at least 100 hours under a load of 510 MPa at 670°C.

3. Process according to claim 1, characterized in that the nickel-based super-alloy has the following composition limits:

C	=	0.02 to 1.00% by weight
Cr	=	13 to 22% by weight
Mo	=	3 to 6% by weight
Ti	=	0.8 to 3.5% by weight
Nb	=	0 to 6% by weight
Al	=	0.3 to 4.0% by weight
Co	=	0 to 20% by weight
Fe	=	0 to 20% by weight
Ni	=	remainder

4. Process according to claim 1, characterized in that the first step essentially consists in upsetting the forging blank in the die with subsequent cooling in the die to the forging temperature of the second step.

5. Process according to claim 1, characterized in that the first step consists in pre-upsetting the forging blank with subsequent precision-forging in the die at a temperature above the solution-annealing temperature of the material.

6. Process according to claim 1, characterized in that cooling of the workpiece at the transition from the first to the second step is effected with simultaneous application of a load.

Revendications

1. Procédé pour la fabrication d'une pièce à grain fin présentant des propriétés mécaniques améliorées, en un superalliage à base de nickel, caractérisé en ce que dans une première étape, une ébauche de forge est transformée en produit intermédiaire par forgeage isotherme au-dessus de la température du recuit de mise en solution de la phase γ' , pour laquelle on respecte un taux de déformation ε d'au moins 0,7 et une vitesse de déformation $\dot{\varepsilon}$ de $5 \cdot 10^{-3}\text{s}^{-1}$ à $15 \cdot 10^{-3}\text{s}^{-1}$, et en ce que dans une seconde étape le produit intermédiaire est amené à sa forme finale par forgeage isotherme juste en dessous de la température du recuit de mise en solution de la phase γ' , avec une vitesse de déformation $\dot{\varepsilon}$ de $2 \cdot 10^{-3}\text{s}^{-1}$ à $0,1 \cdot 10^{-3}\text{s}^{-1}$, dans lequel $\dot{\varepsilon}$ est défini comme suit:

$$\dot{\varepsilon} = \frac{d \left[\ln \frac{A_0}{A_f} \right]}{dt},$$

où

A_0 = aire de la section de la pièce avant la déformation, pour chaque étape,

A_f = aire de la section de la pièce après la déformation,

$\ln$ = logarithme naturel,

t = temps en secondes.

2. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce que la pièce est forgée à sa forme finale présen-

tant une taille moyenne de grain 4 à 40 μm , une limite d'élasticité à chaud à 540°C d'au moins 780 MPa et une durée de vie d'au moins 100 h sous une charge de 510 MPa à 670°C.

3. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce que le superalliage à base de nickel présente les limites suivantes de composition pondérale:

C	=	0,02 à 1,00%
Cr	=	13 à 22%
Mo	=	3 à 6%
Ti	=	0,8 à 3,5%
Nb	=	0 à 6%
Al	=	0,3 à 4,0%
Co	=	0 à 20%
Fe	=	0 à 20%
Ni	=	solde.

4. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce que la première étape consiste essentiellement en un matriçage de l'ébauche de forge suivi d'un refroidissement dans la matrice jusqu'à la température de forgeage de la seconde étape.

5. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce que la première étape consiste en un pré-estampage de l'ébauche de forge suivi du forgeage à forme dans la matrice à une température située au-dessus de la température du recuit de mise en solution du matériau.

6. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce que le refroidissement de la pièce lors du passage de la première à la seconde étape est réalisé avec application simultanée d'une charge.

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

5

FIG.1

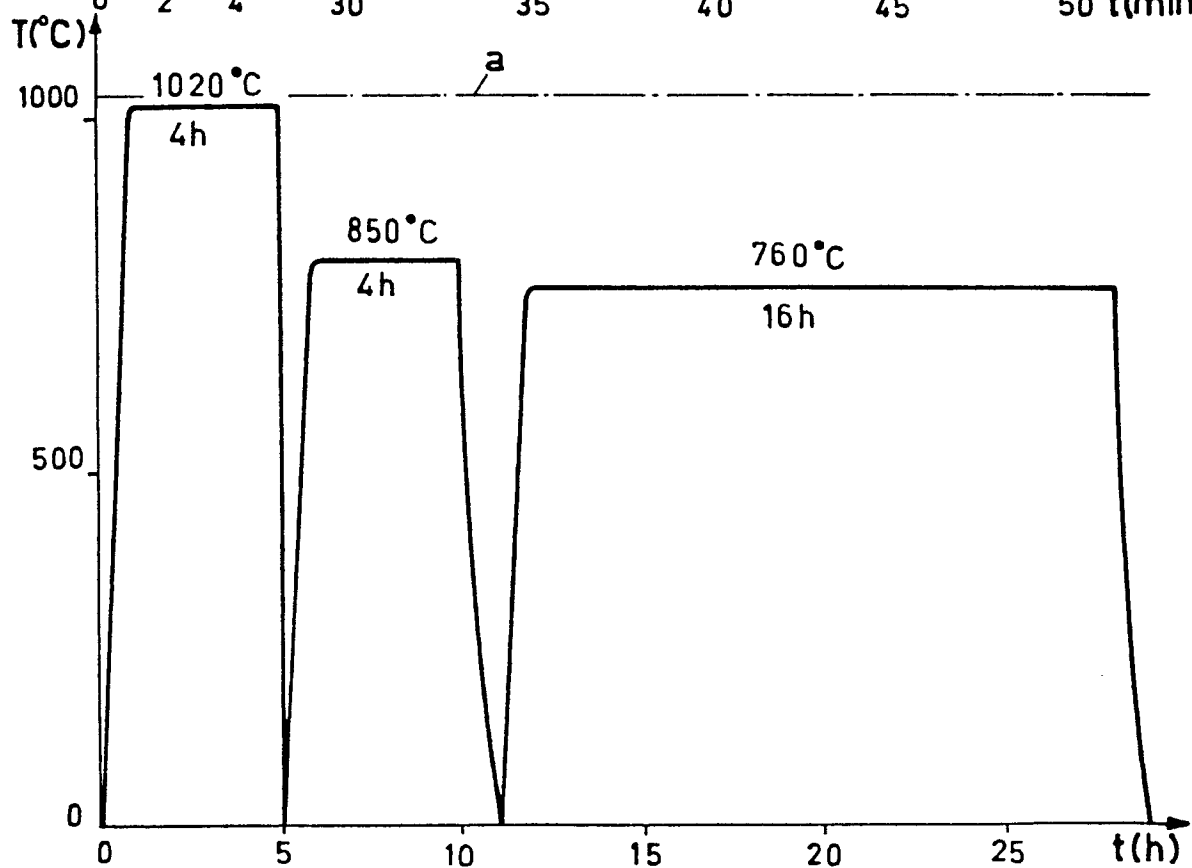
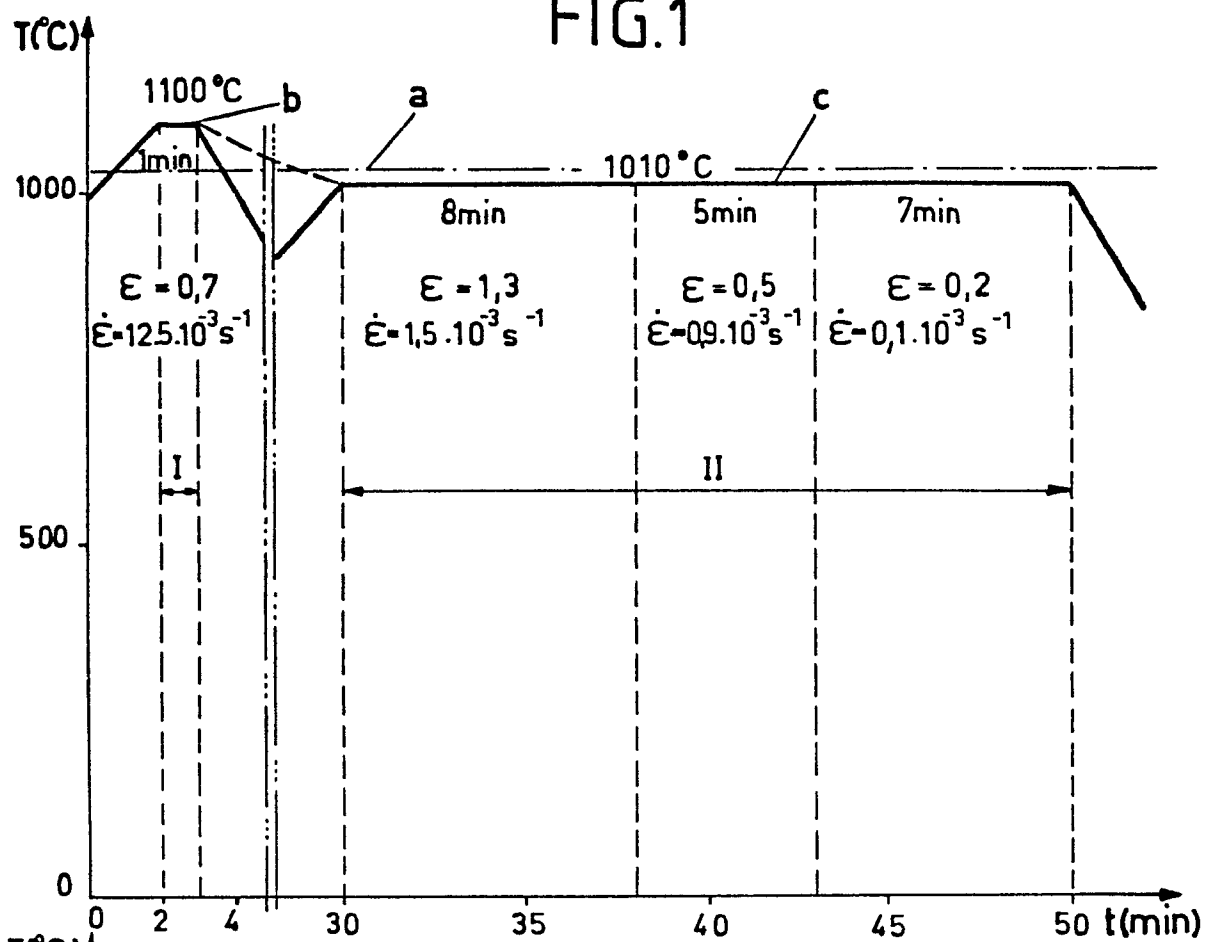


FIG.2

