

(12) **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(21) Anmeldenummer: **85107417.9**

(51) Int. Cl.⁴: **C 22 B 9/18**

(22) Anmeldetag: **15.06.85**

(30) Priorität: **14.07.84 DE 3426086**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
19.02.86 Patentblatt 86/8

(64) Benannte Vertragsstaaten:
AT FR GB IT SE

(71) Anmelder: **Fried. Krupp Gesellschaft mit beschränkter Haftung**
Altendorfer Strasse 103
D-4300 Essen 1(DE)

(72) Erfinder: **Jachowski, Johannes**
Düsseldorfer Strasse 152 d
D-4100 Duisburg 46(DE)

(72) Erfinder: **Pant, Paul**
Friedrichstrasse 21
D-4300 Essen 1(DE)

(54) **Verfahren zur Herstellung von metallischem Halbzeug.**

(57) Es wird ein Verfahren zur Herstellung von metallischem Halbzeug beschrieben, das aus einer oder mehreren Legierungen besteht und mindestens zwei Zonen mit unterschiedlichem Stickstoffgehalt aufweist. Bei diesem Verfahren wird eine Elektrode, die auch aus mehreren, unterschiedlich zusammengesetzten Teilelektroden bestehen kann, durch Druckelektroschlackeumschmelzen umgeschmolzen, wobei der Umschmelzvorgang in mindestens zwei Stufen erfolgt, in denen der Schmelze jeweils unterschiedlich große Stickstoffmengen in Form von festen Stickstoffdonatoren zugegeben werden, und wobei der durch eine Stickstoff- oder Edelgasatmosphäre erzeugte Druck von Umschmelzstufe zu Umschmelzstufe um einen Betrag von 5 bis 50 bar verändert wird. Als fester Stickstoffdonator wird vorzugsweise Si_3N_4 verwendet.

FRIED. KRUPP GESELLSCHAFT MIT BESCHRÄNKTER HAFTUNG

in Essen

Verfahren zur Herstellung von metallischem Halbzeug

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Herstellung von metallischem Halbzeug, das aus einer oder mehreren Legierungen besteht und mindestens
5 zwei Zonen mit unterschiedlichem Stickstoffgehalt aufweist.

Bauteile, die aus verschiedenen metallischen Werkstoffen bestehen, werden heute so hergestellt, daß unterschiedlich zusammengesetzte metallische Halbzeuge
10 (z. B. Blöcke, Knüppel, Rohlinge aus verschiedenen Legierungen) durch Formgebungsverfahren (z. B. Schmieden) bearbeitet und dann durch fügetechnische Verfahren (z. B. Schweißen, Löten) zusammengefügt werden. Diese Bauteile haben in den einzelnen Zonen unterschiedliche
15 Eigenschaften, da die Zonen entsprechend dem Herstellungsverfahren jeweils von Halbzeugen mit unterschiedlicher chemischer Zusammensetzung gebildet werden. Die durch fügetechnische Verfahren hergestellten Bauteile haben allerdings den Nachteil, daß sie mindestens eine
20 herstellungsbedingte Verbundfläche aufweisen, über die jeweils zwei bearbeitete Halbzeugteile miteinander verbunden sind. Diese Verbundflächen wirken aber bei manchen Anwendungsfällen als Schwachstelle.

Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein
25 Verfahren zur Herstellung von metallischem Halbzeug zu schaffen, das bereits die der jeweiligen Bean-

spruchung angepaßten Zonen mit unterschiedlicher chemischer Zusammensetzung besitzt sowie keine störanfälligen Verbundflächen aufweist und das durch Formgebungsverfahren weiterverarbeitet werden
5 kann.

Die der Erfindung zugrundeliegende Aufgabe wird dadurch gelöst, daß eine Elektrode, die auch aus mehreren unterschiedlich zusammengesetzten Teilelektroden bestehen kann, durch Druckelektroschlackeumschmelzen umgeschmolzen wird, wobei der Umschmelzvorgang in mindestens zwei Stufen erfolgt, in denen der Schmelze jeweils unterschiedlich große Stickstoffmengen in Form von festen Stickstoffdonatoren zugegeben werden, und wobei der durch eine Stickstoff- oder Edelgasatmosphäre erzeugte Druck von Umschmelzstufe zu Umschmelzstufe um einen Betrag von 5 bis 15 50 bar verändert wird. Nach der Erfindung ist es also möglich, den Druck von Stufe zu Stufe um den Betrag von 5 bis 50 bar zu erhöhen oder zu senken. Den festen Stickstoffdonatoren können, wie dies beim an sich bekannten Druckelektroschlackeumschmelzverfahren üblich ist, Desoxidationsmittel zugegeben werden.

Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren kann metallisches Halbzeug hergestellt werden, das mehrere Zonen mit unterschiedlichen Eigenschaften aufweist und einstückig ist. Als besonders vorteilhaft hat sich erwiesen, daß der Schmelze in jeder Stufe eine unterschiedliche Stickstoffmenge zulegiert werden kann. Das Ergebnis dieses stufenweisen Umschmelzvorgangs ist ein Halbzeug, das voneinander klar abgegrenzte 25 Zonen mit unterschiedlichem Stickstoffgehalt aufweist, wobei sich die Übergangsbereiche nicht nachteilig auf die Eigenschaften des Halbzeugs auswirken. Obwohl aus

der DE-OS 29 24 415 ein Verfahren zur Aufstickung von hochlegiertem Stahl bekannt ist, bei dem während des Elektroschlackeumschmelzens des Stahls durch Stickstoff und/oder Argon ein Druck von 1
5 bis 60 bar aufrechterhalten und der Schlacke während des Umschmelzens ein Desoxidationsmittel sowie ein hochstickstoffhaltiger Stickstoffdonator kontinuierlich zugesetzt wird, konnte nicht erwartet werden, daß die Aufstickung so gelenkt werden kann, daß
10 die durch Druckelektroschlackeumschmelzen hergestellten Halbzeuge mehrere Zonen mit unterschiedlichem Stickstoffgehalt aufweisen.

In weiterer Ausgestaltung der Erfindung ist vorgesehen, daß als fester Stickstoffdonator Si_3N_4 verwendet wird. Diese Maßnahme hat sich besonders be-
15 währt, da sich Si_3N_4 in der beim Elektroschlackeumschmelzen vorhandenen Schlacke gut löst und mit optimaler Geschwindigkeit zersetzt. Als fester Stickstoffdonator kann neben Si_3N_4 auch CrN und
20 MnN verwendet werden.

Der Gegenstand der Erfindung wird nachfolgend anhand von drei Ausführungsbeispielen näher erläutert.

Beispiel 1

Eine Elektrode, die aus einer Legierung mit der
25 Zusammensetzung 0,05 % C, 13 % Cr und Rest Fe besteht, wird unter einem Stickstoffdruck von 5 bar durch Elektroschlackeumschmelzen zu 1/4 umgeschmolzen, wobei der Schlacke pro kg umgeschmolzenen Materials
4 g Pellets kontinuierlich zugesetzt werden, die aus
30 80 % Si_3N_4 und 20 % CaSiMg bestehen. Die in der ersten Umschmelzstufe erzeugte Zone des Halbzeugblocks hat einen Stickstoffgehalt von 0,05 %. In

der zweiten Umschmelzstufe wird der Stickstoffdruck auf 40 bar erhöht, und es werden der Schlacke pro kg umgeschmolzenen Materials kontinuierlich 30 g Pellets mit der vorgenannten Zusammensetzung
5 zugegeben. Die in der zweiten Umschmelzstufe erzeugte Zone des Halbzeugblocks hat einen Stickstoffgehalt von 0,5 %. Der Halbzeugblock wird dann durch Warmverformung zu einer Turbinenschaufel für Wasserturbinen verarbeitet. Nach einer Glühbehandlung bei
10 1000 °C und einer Anlaßbehandlung bei 650 °C besitzt die Turbinenschaufel die in Tabelle 1 angegebenen Eigenschaften.

Beispiel 2

Eine Elektrode, die aus einer Legierung mit der
15 Zusammensetzung 0,03 % C, 23 % Cr, 3 % Mn, 4 % Ni, 3 % Mo und Rest Fe besteht, wird in einer Elektro-schlackeumschmelzanlage unter Druck umgeschmolzen. In der ersten Umschmelzstufe erfolgt das Umschmelzen der Hälfte der Elektrode bei einem Argondruck von
20 5 bar, wobei der Schlacke pro kg umgeschmolzenen Materials 7 g Pellets mit der in Beispiel 1 angegebenen Zusammensetzung zugesetzt werden. Die in der ersten Umschmelzstufe erzeugte Zone des Halbzeugblocks hat einen Stickstoffgehalt von 0,1 %. Danach
25 wird der Argondruck auf 36 bar erhöht, und es erfolgt pro kg umgeschmolzenen Materials eine kontinuierliche Zugabe von 50 g Pellets mit der in Beispiel 1 genannten Zusammensetzung. Die in der zweiten Umschmelzstufe erzeugte Zone des Halbzeugblocks hat
30 einen Stickstoffgehalt von 0,8 %. Durch Warmverformung wird der in zwei Stufen umgeschmolzene Halbzeugblock zu einem Bauteil verarbeitet. Nach einer Glühbehandlung bei 1100 °C mit einem anschließenden Abschrecken in Wasser weist das Bauteil die in Tabelle 2 angegebenen

Eigenschaften auf.

Beispiel 3

Zwei gegossene Teilelektroden die aus unterschiedlichen Legierungen mit der Zusammensetzung 0,03 % C, 1 % Mn, 13,5 % Cr, 3 % Ni, 3,5 % Mo und Rest Fe (ferritisches Gefüge) sowie 0,03 % C, 18 % Cr, 13 % Ni, 3 % Mo und Rest Fe (austenitisches Gefüge) bestehen, werden durch Schweißen zu einer Elektrode zusammengefügt. Beim Elektroschlackeumschmelzen wird zunächst der austenitische Teil der Elektrode bei einem Stickstoffdruck von 5 bar umgeschmolzen, wobei der Schlacke pro kg umgeschmolzenen Materials 7 g Pellets mit der in Beispiel 1 angegebenen Zusammensetzung zugesetzt werden. Die in der ersten Umschmelzstufe erzeugte Zone des Halbzeugblocks hat einen Stickstoffgehalt von 0,1 %. In der zweiten Umschmelzstufe wird der ferritische Teil der Elektrode bei einem Argondruck von 40 bar umgeschmolzen, wobei der Schlacke pro kg umgeschmolzenen Materials 30 g Pellets mit der im Beispiel 1 angegebenen Zusammensetzung zugesetzt werden. Die in der zweiten Umschmelzstufe erzeugte Zone des Halbzeugblocks hat einen Stickstoffgehalt von 0,5 %. Der Halbzeugblock wird anschließend durch Warmverformung zu einem Bauteil verarbeitet. Nach einer Glühbehandlung bei 1050 °C mit einem anschließenden Abschrecken in Wasser weist das Bauteil die in Tabelle 3 angegebenen Eigenschaften auf.

Bei den angegebenen Prozentzahlen handelt es sich um Gew.-%. Die in den Tabellen verwendeten Symbole haben folgende Bedeutung:

$R_{p0,2}$ = Streckgrenze

A_5 = Dehnung

R_m = Zugfestigkeit

Z = Einschnürung

a_K = Kerbschlagzähigkeit

Das Druckelektroschlackeumschmelzen wird bei
1,5 bis 100 bar durchgeführt und die dabei
verwendete Schlacke hat folgende Zusammensetzung:

- 5 30 bis 70 % CaF_2 , 20 bis 40 % CaO , 0 bis 30 % Al_2O_3 ,
0 bis 10 % SiO_2 .

Tabelle 1

	Prüftemperatur 20 °C			
Zone	$R_{p0,2}$ N/mm ²	R_m N/mm ²	A_5 %	bes. Eigenschaften
N-Gehalt 0,5 %	850	1050	17	hochfest, kavitations- beständig, spannungs- riß-korrosionsbestän- dig
N-Gehalt 0,05 %	300	600	20	gut spanend bearbeit- bar, gut schweißbar

Tabelle 2

Zone	Gefüge	Prüftemperatur 20 °C					Schweißbeignung
		$R_{p0,2}$ N/mm ²	R_m N/mm ²	A_5 %	Z %	a_K J	
N-Gehalt 0,8 %	Austenit	610	980	50	70	200	nur bedingt gegeben
N-Gehalt 0,1 %	80 % Ferrit Rest Austenit	420	730	32	60	80	sehr gut

Tabelle 3

Zone	Gefüge	Prüftemperatur							
		20 °C				600 °C			
		$R_{p0,2}$ N/mm ²	R_m N/mm ²	A ₅ %	Z %	$R_{p0,2}$ N/mm ²	R_m N/mm ²	A ₅ %	Z %
N-Gehalt 0,5 %	Zwischen- Stufenge- füge	650	1300	15	35	400	650	27	60
N-Gehalt 0,1 %	Austenit	300	640	48	73	135	460	45	64

A n s p r ü c h e

1. Verfahren zur Herstellung von metallischem Halbzeug, das aus einer oder mehreren Legierungen besteht und mindestens zwei Zonen mit unterschiedlichem Stickstoffgehalt aufweist, d a d u r c h
5 g e k e n n z e i c h n e t, daß eine Elektrode, die auch aus mehreren, unterschiedlich zusammengesetzten Teilelektroden bestehen kann, durch Druckelektroschlackeumschmelzen umgeschmolzen wird, wobei der Umschmelzvorgang in mindestens
10 zwei Stufen erfolgt, in denen der Schmelze jeweils unterschiedlich große Stickstoffmengen in Form von festen Stickstoffdonatoren zugegeben werden, und wobei der durch eine Stickstoff- oder Edelgasatmosphäre erzeugte Druck von Umschmelz-
15 stufe zu Umschmelzstufe um einen Betrag von 5 bis 50 bar verändert wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als fester Stickstoffdonator Si_3N_4 verwendet wird.



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

0171543

Nummer der Anmeldung

EP 85 10 7417

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE																															
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (int. Cl. 4)																												
Y	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN, Band 6, Nr. 208 (C-130)[1086], 20. Oktober 1982; & JP - A - 57 116 736 (TOKYO SHIBAURA DENKI) 20.07.1982	1	C 22 B 9/18																												
Y,D	DE-A-2 924 415 (FRIEDR. KRUPP) * Seiten 7,8 *	1																													
A	US-A-4 027 720 (PLÖCKINGER et al.)																														
A	DE-A-2 906 371 (KLÖCKNER-WERKE)																														
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (int. Cl. 4)																												
			C 22 B 9/18																												
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt																															
BERLIN		10-10-1985	SUTOR W Prüfer																												
<table border="0"><tr><td>KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTEN</td><td>E</td><td colspan="2">älteres Patentedokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist</td></tr><tr><td>X von besonderer Bedeutung allein betrachtet</td><td>D</td><td colspan="2">in der Anmeldung angeführtes Dokument</td></tr><tr><td>Y von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie</td><td>L</td><td colspan="2">aus andern Gründen angeführtes Dokument</td></tr><tr><td>A technologischer Hintergrund</td><td></td><td colspan="2"></td></tr><tr><td>O nichtschriftliche Offenbarung</td><td></td><td colspan="2"></td></tr><tr><td>P Zwischenliteratur</td><td></td><td colspan="2"></td></tr><tr><td>T der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze</td><td>&</td><td colspan="2">Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument</td></tr></table>				KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTEN	E	älteres Patentedokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist		X von besonderer Bedeutung allein betrachtet	D	in der Anmeldung angeführtes Dokument		Y von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie	L	aus andern Gründen angeführtes Dokument		A technologischer Hintergrund				O nichtschriftliche Offenbarung				P Zwischenliteratur				T der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze	&	Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument	
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTEN	E	älteres Patentedokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist																													
X von besonderer Bedeutung allein betrachtet	D	in der Anmeldung angeführtes Dokument																													
Y von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie	L	aus andern Gründen angeführtes Dokument																													
A technologischer Hintergrund																															
O nichtschriftliche Offenbarung																															
P Zwischenliteratur																															
T der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze	&	Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument																													