



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

19

11 Veröffentlichungsnummer:

0 223 196
A2

12

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

21 Anmeldenummer: 86115714.7

51 Int. Cl. 4: **C22C 1/10**

22 Anmeldetag: 12.11.86

30 Priorität: 13.11.85 DE 3540225

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung:
27.05.87 Patentblatt 87/22

84 Benannte Vertragsstaaten:
BE CH DE FR GB LI NL SE

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

72 Erfinder: **Hüther, Werner, Dr.-Ing.**
Nikolaus-Lenau-Strasse 8
D-8047 Karlsfeld(DE)
Erfinder: **Betz, Wolfgang, Dr.-Ing.**
Grubmühlerfeldstrasse 15
D-8035 Gauting(DE)
Erfinder: **Andrees, Gerhard**
Paosoastrasse 59
D-8000 München 60(DE)

54 Verfahren zur Herstellung dispersionsgehärteter Metall-Legierungen.

57 Verfahren zur Herstellung einer dispersionsgehärteten Metall-Legierung, insbesondere mittels Oxidpartikeln, die gleichmäßig und mit geringem Abstand in der Metallmatrix verteilt sind, und so eine reproduzierbare Härtung der Legierung erzeugen.

EP 0 223 196 A2

Verfahren zur Herstellung einer dispersionsgehärteten Metall-Legierung

Verfahren zur Herstellung dispersionsgehärteter Metall-Legierungen, insbesondere zur Herstellung von Metallpulver mit dispegiert Phase aus Metalloxiden mit Hilfe einer gemeinsamen flüssigen Lösung der gewünschten Bestandteile, Verdüsen und Reduzieren.

Es ist bekannt, daß durch eine gleichmäßige und feine Verteilung von harten, insbesondere oxidischen Teilchen in metallischen Legierungen deren Widerstand gegen Verformungen insbesondere bei Nutzung von Bauteilen unter höheren Betriebstemperaturen, erheblich gesteigert werden kann. Ein Übersichtsaufsatz ist zum Stand der Technik in "Materials Engineering" 1982, Februar-Heft, Seite 34 -39 erschienen.

Das wesentliche Problem bei der Herstellung solcher Legierungen liegt in der Erzeugung einer geeigneten Verteilung der harten Partikel in der metallischen Matrix. Die Abstände zwischen den Partikeln müssen hinreichend klein und gleichmäßig sein und der Volumenanteil der harten Partikel muß begrenzt werden.

Man geht daher zum Einbringen der harten Partikel in die Metallmatrix auch wie folgt vor:

Durch mechanisches Legieren, d. h. Einmahlen der Oxidpartikel in eine Legierung, ständiges Verschweißen und Zerschneiden von Metall- und Oxidkörnern in einer Hochenergiemühle, Kugelmühle, Attritor o. ä. wird ein Pulver hergestellt, das die Oxidpartikel in der gewünschten Feinheit und Verteilung enthalten soll. Das Verfahren ist jedoch sehr aufwendig und gestattet keine ausreichende Homogenität und Reproduzierbarkeit.

Aufgabe der Erfindung ist es, ein Verfahren zur Herstellung dispersionsgehärteter Metall-Legierungen anzugeben, das in einfacher Weise zu homogenen Pulvern und der gewünschten Partikelverteilung in der Matrix und somit zu hochtemperaturfesten Bauteilen führt.

Die Lösung der Aufgabe ist in Anspruch 1 beschrieben. Weitere Merkmale der Erfindung können der Beschreibung und Darstellung eines Ausführungsbeispiels entnommen werden.

Der wesentliche Vorteil der Erfindung liegt darin, daß ein metallisches Pulver mit Oxideinlagerungen erzielt wird, das reproduzierbare Eigenschaften, insbesondere hinsichtlich Homogenität der Partikelverteilung und damit der Dispersionshärtung aufweist. Das so erhaltene Metallpulver kann nach bekannten pulvermetallurgischen Verfahren zu kompakten Formkörpern verarbeitet werden.

Ausführungsbeispiel

Eine Lösung chemischer Verbindungen von Metallen wie z. B. Nickel-Basis-Legierungen, insbesondere eine Legierung, die Nickel-Chrom im Verhältnis 80 : 20 enthält, und Zusätze, wie Aluminium, Titan, Kobalt, wird in HCl gelöst und eine Lösung mit 75 Vol.% Y_2O_3 oder ThO_2 von einer Korngröße kleiner $0,1 \mu m$ gemischt.

Damit in der chemischen Lösung keine Agglomeration der Oxidpartikel auftritt, werden diese durch Absorption gleichnamig geladener Moleküle, also elektrisch aufgeladener Partikel gleicher Polarität, getrennt und in der Lösung in Schwebe gehalten. Dazu erfolgt eine Zugabe von Deglomerationsmitteln, wie z. B. tri-Natriumorthophosphat oder Aluminiumnitrat.

Der so entstandene Schlicker wird dann im Rieselturm verdüst und entweder direkt in den Reaktionsraum überführt oder erst getrocknet und in einem weiteren Reaktionsgefäß in Metallpulver mit Oxideinlagerungen umgewandelt.

Das so erhaltene Metallpulver kann danach mit bekannten pulvermetallurgischen Verfahren zu kompakten Körpern gewünschter Form verarbeitet werden, z. B. durch Spritzgießen, Spritzpressen, Strangpressen, Extrudieren, Sintern, Kaltisostatpressen, Heißisostatpressen. Die Wahl des Verdichtungsverfahrens richtet sich dabei vor allem nach dem Einsatzzweck des Endprodukts, insbesondere eines hochtemperaturfesten Bauteils, z. B. ist entscheidend die Form und Größe des Endprodukts und welche mechanischen oder sonstigen Festigkeiten gewünscht sind, aber auch welche Dichte und Oberflächengüte erforderlich ist.

Abwandlungen der beschriebenen und dargestellten Verfahrensschritte können selbstverständlich vorgenommen werden, ohne hierdurch den Rahmen der Erfindung zu verlassen, wenn man gleiche Pulver- oder Bauteileigenschaften erzielt und das Verfahren der Partikel-Abstoßung in kolloidaler Lösung hierbei angewandt wird.

Die Erfindung ist auch nicht auf die im Beispiel angegebene Metall-Legierung beschränkt, sondern selbstverständlich sind auch andere Werkstoffe, insbesondere andere Nickelbasis-Legierungen oder Superlegierungen geeignet, die Metallmatrix zu bilden. Auch andere Zusätze, als oben erwähnt, können angewandt werden. Chemische Lösungsmittel für die metallischen Werkstoffe, die Verdüsungsvorrichtungen und -Parameter, sowie die Rückumwandlung (Reduktion) in Metalle, die dann in Pulverform vorliegen, sind an sich bekannt.

Die Verwendung der erfindungsgemäß hergestellten Legierung ist vor allem im Motoren- und Turbinenbau vorgesehen, z. B. für Fluggasturbinenschaufeln.

Ansprüche

1. Verfahren zur Herstellung dispersionsgehärteter Metall-Legierungen, insbesondere für hochtemperaturfeste Bauteile komplizierter Form, wobei Partikel einer zweiten Phase in eine metallische Matrix mit Hilfe einer kolloidalen Suspension eingebaut werden, dadurch gekennzeichnet, daß in Kombination

a) die metallischen Bestandteile der Matrix zunächst in einer Salzlösung enthalten sind,

b) der Salzlösung die Partikel der zweiten Phase zugemischt werden, wobei diese Partikel mit den metallischen Bestandteilen der Matrix nicht reaktiv sind.

c) ein Deglomerationsmittel zugegeben wird,

d) die Lösung verdüst wird und

e) nach Entfernen des Lösungs-Mittels eine Reduktion zu Metall erfolgt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als Ausgangsstoffe Metallsalze oder Gemische von Salzen der Metalle einer Ni-Legierung verwendet werden.

3. Verfahren nach Anspruch 1 und Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß als Partikel der zweiten Phase Y_2O_3 oder ThO_2 verwendet werden.

4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikel in einer Größe von etwa $0,01 \mu m$ bis etwa $0,1 \mu m$ und in einer Menge bis zu 75 Vol.% bezogen auf den Grundwerkstoff verwendet werden.

5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß als Deglomerationsmittel Aluminiumphosphat oder tri-Natriumphosphat verwendet wird.

6. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als metallische Salzlösung eine Ni-Cr-Legierung 80/20 in HCl gelöst, verwendet wird.

7. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß in der Lösung eine Ni-Basis-Legierung, die Cr, Co, Al, Ti enthält, verwendet wird.

8. Verfahren nach Anspruch 6 oder Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Lösung ein Kolloid ist, das in einem Rieselturm verdüst oder versprüht und in den Reaktionsraum zur Reduktion in Metallpulver überführt wird.

9. Verfahren nach Anspruch 6 oder Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Lösung ein Kolloid ist, das in einem Rieselturm verdüst oder versprüht, dann getrocknet und danach in einem Reaktionsgefäß zu Metallpulver reduziert wird.

35

40

45

50

55