



⑫

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

④⑤ Veröffentlichungstag der Patentschrift :
21.10.92 Patentblatt 92/43

⑤① Int. Cl.⁵ : **C22F 1/18, B22F 3/24**

②① Anmeldenummer : **88909073.4**

②② Anmeldetag : **24.10.88**

⑧⑥ Internationale Anmeldenummer :
PCT/AT88/00082

⑧⑦ Internationale Veröffentlichungsnummer :
WO 89/04380 18.05.89 Gazette 89/11

⑤④ **VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON HALBZEUG AUS GESINTERTEN
REFRAKTÄRMETALL-LEGIERUNGEN.**

③⑩ Priorität : **09.11.87 AT 2949/87**

④③ Veröffentlichungstag der Anmeldung :
08.11.89 Patentblatt 89/45

④⑤ Bekanntmachung des Hinweises auf die
Patenterteilung :
21.10.92 Patentblatt 92/43

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

⑤⑥ Entgegenhaltungen :
EP-A- 0 119 438
WO-A-88/05830
DD-A- 0 241 432
DE-B- 1 079 844
US-A- 2 692 216

⑦③ Patentinhaber : **METALLWERK PLANSEE
GESELLSCHAFT M.B.H.**
A-6600 Reutte (AT)

⑦② Erfinder : **ECK, Ralf**
Hühnersteig 1 / Tränke
A-6600 Reutte (AT)
Erfinder : **LEICHTFRIED, Gerhard**
Schulstrasse 21
A-6600 Reutte (AT)

⑦④ Vertreter : **Lohnert, Wolfgang, Dr.**
Metallwerk Plansee GmbH
A-6600 Reutte, Tirol (AT)

EP 0 340 264 B1

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 eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Halbzeug aus gesinterten Refraktärmetall-Legierungen mit Stapelgefügestruktur, bei dem das gesinterte Gut durch mechanische Umformung in mehreren Umformschritten auf einen Umformgrad von mindestens 85 % gebracht und anschließend einer Rekristallisationsglühung unterzogen wird.

Um bei den Refraktärmetallen die Warmfestigkeits- und Kriechfestigkeitseigenschaften bei hohen Temperaturen zu verbessern, wurden in der Vergangenheit verschiedene Arten des Legierens von Refraktärmetallen entwickelt.

Nach einem bekannten, auf die Pulvermetallurgie beschränkten Verfahren, wird ein Refraktär-Grundmetall mit bestimmten Elementen dotiert und im Zuge der Herstellung hohen mechanischen Umformungen mit einem Umformgrad von mindestens 85 % unterzogen. Nach abgeschlossenem Umformprozeß wird das Material einer Rekristallisationsglühung unterzogen. Auf diese Weise kommt es zu einer ganz bestimmten Gefügebildung der Refraktärmetall-Legierung, der sogenannten Stapelgefügestruktur, die durch länglich geformte Gefügekörner gekennzeichnet ist, deren Verhältnis von Länge zu Breite mindestens 2 : 1 beträgt.

Bekannte Refraktärmetall-Legierungen dieser Art sind z.B. Wolfram- und Molybdän-Legierungen, die mit geringen Mengen an Aluminium, Silizium und Kalium, oder mit Silizium und Kalium dotiert sind.

Bei der Herstellung dieser Legierungen wird das gesinterte Ausgangsmaterial auf Temperaturen von etwa 1350°C bis etwa 1450°C angewärmt und durch mechanische Umformung, z.B. Walzen oder Rundhämmern und Ziehen, in mehreren Umformschritten auf einen endgültigen Umformgrad von mindestens 85 % umgeformt. Der Umformgrad ist ein Maßstab für die erzielte plastische Verformung und damit Materialverdichtung und errechnet sich in Prozent aus

$$\frac{A_a - A_e}{A_a} \times 100$$

wobei A_a die Querschnittsfläche des gesinterten Ausgangsmaterials und A_e die Querschnittsfläche des fertigen Endproduktes ist. Um die Umformung zu erleichtern und Risse im Material zu vermeiden ist es wichtig, daß die notwendige Umformtemperatur während des gesamten Umformprozesses aufrecht erhalten wird, so daß zwischen einzelnen Umformschritten in der Regel neu angewärmt werden muß. Nach abgeschlossenem Umformprozeß wird das Material einer Rekristallisationsglühung unterzogen. Die Rekristallisationstemperatur ist abhängig von der Art der Legierung und vom speziellen Umformgrad. Je höher der Umformgrad ist, desto höher ist für diesen Legierungstyp auch die für die Rekristallisation erforderliche Temperatur.

Nachteilig bei diesem Verfahren zur Herstellung von Refraktärmetall-Legierungen mit Stapelgefügestruktur ist, daß nur Halbzeug relativ geringer Abmessungen, z.B. bei Blechen, Blechstärken von maximal etwa 2 mm und bei Drähten Durchmesser von maximal etwa 1,7 mm hergestellt werden können. Bei Halbzeug, das diese Abmessungen überschreitet, ist die Ausbildung einer befriedigenden Stapelgefügestruktur in der Regel nicht mehr erreichbar.

In der EU A1 119 438 sind spezielle Molybdän-Legierungen mit Stapelgefügestruktur beschrieben, bei der das Molybdän mit etwa 0,005 bis 0,75 Gew.% mindestens eines der Elemente Aluminium, Silizium und Kalium dotiert wird. In dieser Vorveröffentlichung wird weiters erwähnt, daß durch eine zusätzliche Dotierung dieser Legierung mit 0,3 bis 3 Gew.% wenigstens einer Verbindung, ausgewählt aus der Gruppe der Oxide, Karbide, Boride und Nitride der Elemente La, Ce, Dy, Y, Th, Ti, Zr, Nb, Ta, Hf, V, Cr, Mo, W und Mg die Hochtemperatureigenschaften der Legierung noch weiter verbessert werden können.

Bei der Herstellung dieser speziellen Molybdän-Legierungen wird das gesinterte Ausgangsmaterial mit einem Umformgrad von mindestens 85 %, vorzugsweise von 95 % und mehr, umgeformt. Als besonders vorteilhafte Maßnahme wird dort nach Erreichen eines Umformgrades zwischen 45 % und 85 % eine erste Rekristallisationsglühung empfohlen. Danach erfolgt die Weiterverformung auf den vorbestimmten Umformgrad und eine abschließende Rekristallisationsglühung. Bei der Weiterverformung auf den gewünschten Umformgrad sind keine speziellen Vorschriften hinsichtlich der aufeinanderfolgenden Umformgrade erwähnt. Dieses spezielle Herstellungsverfahren bewirkt eine gewisse Verbesserung der Kriechfestigkeit und des Wärmeverhaltens dieser Legierungen gegenüber Legierungen die ohne diese zwischengeschaltete Rekristallisationsglühung hergestellt werden. Jedoch auch nach diesem Herstellungsverfahren läßt sich kein Halbzeug aus Molybdän-Legierungen mit Stapelgefügestruktur herstellen, welche größere Abmessungen in der Blechstärke oder im Drahtdurchmesser aufweisen als eingangs angeführt.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, ein Verfahren zur Herstellung von Halbzeug aus gesinterten Refraktärmetall-Legierungen mit Stapelgefügestruktur zu schaffen, nach dem das Halbzeug auch mit vergleichsweise großen Abmessungen hergestellt werden kann, bzw. nach dem bei Herstellung von Halbzeug vergleichsweise gleicher Abmessung eine gegenüber dem genannten Stand der Technik wesentlich verbesserte Stapelgefügestruktur erreicht wird.

Erfindungsgemäß wird dies dadurch erreicht, daß das zu mindestens 85 % umgeformte Sintergut vor der Rekristallisationsglühung während mindestens 20 Minuten bei einer Mindesttemperatur von

700°C und einer Höchsttemperatur bei der gerade noch keine Rekristallisation auftritt, einer Zwischenglühung unterzogen und anschließend an die Zwischenglühung in angewärmten Zustand um weiter 3 % bis 30 %, verformt wird.

Durch die Kombination der speziellen Zwischenglühung des auf mindestens 85 % umgeformten Ausgangsmaterials mit einer anschließenden Umformung innerhalb eines ganz speziellen Umformbereiches wird auf völlig überraschende Weise erreicht, daß Halbzeug aus gesinterten Refraktärmetall-Legierungen im Vergleich zu Halbzeug, das nach bekannten Verfahren hergestellt wird, unter Ausbildung einer guten Stapelgefügestruktur mit wesentlich größeren Abmessungen herstellbar ist bzw. bei gleichen Abmessungen eine wesentlich bessere Stapelgefügestruktur aufweist als nach dem beschriebenen Stand der Technik.

So sind mit den erfindungsgemäßen Verfahren bei der Herstellung von Blechen Blechstärken bis ca. 10 mm und bei der Herstellung von Stäben Stabdurchmesser bis ca. 50 mm erreichbar, bei gleichzeitiger Ausbildung eines zufriedenstellenden Stapelgefüges.

Die erfindungsgemäße Zwischenglühung und die anschließende Umformung können ein oder mehrmals wiederholt werden, wobei sich Wiederholungen sowohl vor als auch nach der, bzw. einer ersten Rekristallisationsglüfung durchführen lassen. Lediglich die erste Zwischenglühung und die daran anschließende Umformung müssen zwingend vor einer ersten Rekristallisationsglüfung erfolgen. Wichtig ist auch, daß Zwischenglühungen und Umformungen jeweils nur in Kombination miteinander erfolgen, solange das Gut noch nicht einer ersten Rekristallisationsglüfung unterzogen worden ist.

Zusätzliche Rekristallisationsglühungen im Anschluß an einen Wiederholungszyklus Zwischenglühungen und Umformungen können eine zusätzliche Verbesserung der Stapelgefügestruktur gegenüber nur einmal zwecks rekristallisationsgeglühtem Gut bewirken.

Bei einem Wiederholungszyklus beziehen sich die weiteren Umformungen von 3 % bis 30 % dabei jeweils auf den Querschnitt des Gutes bei der vorhergehenden Glüfung.

Das erfindungsgemäße Verfahren ist besonders für Refraktärmetall-Legierungen aus Molybdän, Wolfram, Chrom sowie Legierungen dieser Metalle untereinander geeignet, die zur Erzielung des Stapelgefüges mit Aluminium, Kalium und Silizium oder auch mit Verbindungen und/oder Mischphasen aus der Gruppe der Oxide, Nitride, Karbide, Boride, Silikate oder Aluminate mit einem Schmelzpunkt über 1500°C dotiert sind.

Das erfindungsgemäße Herstellungsverfahren wird im folgenden durch Beispiele näher erläutert.

Beispiel 1

Kalasilikatlösungen wurden in Molybdänoxid eingesprüht, welches darauf in einer ersten Stufe bei etwa 650°C im H₂-Gegenstrom zu MoO₃ und in einer zweiten Stufe bei ca. 1100°C zu Molybdän-Metallpulver reduziert wurde. Die eingesprühte Menge war dabei so bemessen, daß im Metallpulver 0,175 Gew.% Silizium und 0,152 Gew.% Kalium enthalten waren.

Das Molybdän-Pulver mit einer mittleren Korngröße von ca. 5µm wurde anschließend auf einer Matrizen-Presse mit 3 MN zu Platten mit den Abmessungen 550 mm x 200 mm x 70 mm verpreßt.

Danach wurden die Platten unter H₂-Schutzgas mit einer Aufheizzeit von 3 Stunden und einer Haltezeit von 5 Stunden bei 1800°C gesintert.

Die gesinterten Platten wurden, bei einer Umformtemperatur von ca. 1400°C beginnend, mit Abstufungen von jeweils etwa 10 % Umformgrad zu Blech von 5,6 mm Stärke ausgewalzt. Nach einer Glüfung unter H₂-Schutzgas bei 1100°C während 5 Stunden wurde das Blech bei 800°C in einem Schritt auf 5 mm Stärke fertiggewalzt.

Nach abschließender Rekristallisationsglüfung bei 1900°C während 15 Minuten zeigte das Blechgefüge Stapelstruktur. Die Kriechgeschwindigkeit dieses Bleches betrug $6 \cdot 10^{-6} \frac{\text{m/m}}{\text{h}}$ bei 1800°C und 10 N/mm²

Belastung.

Eine weitere Verbesserung des Stapelgefüges wurde dadurch erreicht, daß das 5 mm starke Blech vor der abschließenden Rekristallisationsglüfung bei 1100°C während 5 Stunden nochmals zwischengeglüht und anschließend in einem Schritt auf 4,5 mm Stärke fertiggewalzt wurde. Die Kriechgeschwindigkeit dieses Bleches betrug $2,5 \cdot 10^{-6} \frac{\text{m/m}}{\text{h}}$ bei 1800°C

und 10 N/mm² Belastung.

Ebenso ist es möglich, das 5 mm Blech nach der Rekristallisationsglüfung in einem Schritt auf 4,5 mm fertigzuwalzen.

In diesem Fall kann sowohl die nochmalige Zwischenglüfung bei 1100°C als auch eine nochmalige abschließende Rekristallisationsglüfung entfallen.

Beispiel 2

98,8 Gew.% Molybdän-Pulver mit einer mittleren Korngröße von ca. 5µm wurde mit 1,2 Gew.% La(OH)₃-Pulver mit einer mittleren Korngröße von 0,4µm in einem Zwangsmischer gemischt und auf einer Matrizen-Presse mit 3 MN zu Platten mit den Abmessungen 170 mm x 400 mm x 54 mm verpreßt.

Danach wurden die Platten unter H₂-Schutzgas mit einer Aufheizzeit von 3 Stunden und einer Haltezeit von 4 Stunden bei 2000°C gesintert.

Die gesinterten Platten wurden bei einer Umformtemperatur von ca. 1400°C beginnend, mit Abstufungen

von jeweils etwa 10 % Umformgrad, zu Blech von 2,2 mm Stärke gewalzt.

Nach einer Glühung unter H₂-Schutzgas bei 1100°C während 5 Stunden wurde das Blech bei 700°C einem Schritt auf 2 mm fertiggewalzt. Nach einer abschließenden Rekristallisationsglühung bei 2300°C während 15 Minuten zeigte das Blechgefüge eine Stapelstruktur, wobei die Gefügekörner ein durchschnittliches Verhältnis Länge zu Breite von 5 : 1 aufwiesen. Die Kriechgeschwindigkeit des Bleches betrug $1,5 \cdot 10^{-4} \frac{\text{m}}{\text{m}} \cdot \frac{1}{\text{h}}$ bei 1800°C und 10 N/mm² Belastung.

Beispiel 3

95,3 Gew.% Molybdän-Pulver mit einer mittleren Korngröße von ca. 5 µm wurden mit 4,7 Gew.% La(OH)₃-Pulver mit einer mittleren Korngröße von 0,4 µm unter den gleichen Bedingungen wie bei Beispiel 2 zu 2 mm Blech verarbeitet.

Die abschließende Rekristallisationsglühung erfolgte bei 2300°C während 15 Minuten. Bei dem danach ausgebildeten Stapelgefüge hatten die Gefügekörner ein durchschnittliches Verhältnis von Länge zu Breite von mehr als 10 : 1.

Beispiel 4

Blaues Wolframoxid-Pulver wurde mit Kalisilikat- und Aluminiumchlorid-Lösungen vermischt und unter H₂-Schutzgas bei einer Temperatur von ca. 1000°C zu dotiertem Metall-Pulver mit einer durchschnittlichen Korngröße von 5 µm mit 0,16 Gew.% Kalium, 0,19 Gew.% Silizium und 0,027 Gew.% Aluminium reduziert.

Das Pulver wurde mit Flußsäure gewaschen und kaltisostatisch mit 3 MN zu quadratischen Stäben mit einem Querschnitt von 2 cm x 2 cm verpreßt. Danach wurden die Stäbe unter H₂-Schutzgas nach einer Aufheizzeit von 5 Stunden bei 2600°C 5 Stunden gesintert. Die Sinterstäbe wurden, bei Umformtemperaturen von 1600°C beginnend, mit Abstufungen von jeweils etwa 10 % Umformgrad auf Stäbe mit einem Durchmesser von 7 mm gehämmert und sodann zu Drähten mit einem Durchmesser von 5,15 mm gezogen. Nach einer Glühung unter H₂-Schutzgas bei 1250°C während 3 Stunden wurden die Drähte in einem Schritt auf einen Durchmesser von 5 mm weitergezogen.

Während einer rekristallisierenden Glühung bei 2300°C während 15 Minuten bildete sich die Stapelgefügestruktur aus.

Beispiel 5

Molybdänoxid-Pulver wurde derart mit einer Kalisilikat-Lösung versetzt, daß nach der Reduktion eine Mischung von Molybdän mit 0,20 Gew.% Kalium und

0,315 Gew.% Silizium vorhanden war. Dieses dotierte Molybdän-Pulver wurde mit der gleichen Menge Chrom-Pulver vermischt und auf einer Matrizen-Presse mit 3 MN zu Platten mit den Abmessungen 400 mm x 170 mm x 40 mm verpreßt.

Danach wurden die Platten unter H₂-Schutzgas mit einer Aufheizzeit von 3 Stunden und einer Haltezeit von 7 Stunden bei 1700°C gesintert. Die gesinterten Platten wurden bei einer Umformtemperatur von ca. 1200°C beginnend, mit Abstufungen von jeweils etwa 10 % Umformgrad zu Blech von 3,3 mm Stärke gewalzt.

Nach einer Glühung im Vakuum bei 880°C während 5 Stunden wurde das Blech bei 700°C auf 3 mm fertiggewalzt.

Mit einer abschließenden Rekristallisationsglühung bei 1700°C während 15 Minuten bildete sich die Stapelgefügestruktur aus.

Beispiel 6

In diesem Beispiel wird die Herstellung von Halbzeug gleicher Abmessung einmal nach dem Stand der Technik und einmal nach dem erfindungsgemäßen Verfahren gegenübergestellt.

Es ist zu erkennen, daß die Kriechgeschwindigkeit des erfindungsgemäß hergestellten Halbzeuges vergleichsweise wesentlich geringer ist und demzufolge das Stapelgefüge ausgebildet ist, während das Halbzeug das nach dem Stand der Technik hergestellt wurde, kein Stapelgefüge aufweist.

Molybdänoxid-Pulver wurde derart mit einer Kalisilikat-Lösung versetzt, daß im fertig reduzierten Molybdän-Metallpulver 0,175 Gew.% Silizium und 0,152 Gew.% Kalium enthalten waren. Das dotierte Metallpulver mit einer mittleren Korngröße von ca. 5 µm wurde auf einer Matrizen-Presse mit 3 MN zu Platten mit den Abmessungen 400 mm x 170 mm x 47 mm verpreßt.

Danach wurden die Platten unter H₂-Schutzgas mit einer Aufheizzeit von 3 Stunden und einer Haltezeit von 5 Stunden bei 1700°C gesintert. Ein Teil dieser Platten wurden nach einem Herstellungsverfahren entsprechend dem Stand der Technik bei einer Umformtemperatur von ca. 1400°C beginnend, mit Abstufungen von jeweils etwa 10 % Umformgrad zu Blech von 2 mm Stärke gewalzt.

Mit einer abschließenden Rekristallisationsglühung bei 1900°C während 15 Minuten bildete sich keine Stapelgefügestruktur aus. Das Gefüge blieb im wesentlichen feinkörnig und war nicht längsgestreckt. Die Kriechgeschwindigkeit des Bleches betrug $1,6 \cdot 10^{-4} \frac{\text{m}}{\text{m}} \cdot \frac{1}{\text{h}}$ bei 1800°C und 10 N/mm² Belastung.

Die restlichen gesinterten Platten wurden erfindungsgemäß bei einer Umformtemperatur von ca. 1400°C beginnend, mit denselben Abstufungen von jeweils etwa 10 % Umformgrad, zu Blech von 2,2 m

Stärke gewalzt.

Nach einer Glühung unter H₂-Schutzgas bei 1100°C während 5 Stunden wurde das Blech bei ca. 700°C in einem Schritt auf 2 mm fertiggewalzt. Bei einer abschließenden Rekristallisationsglühung bei 1900°C während 15 Minuten wies das Blech eine gute Stapelgefügestruktur auf. Die Kriechgeschwindigkeit des Bleches betrug $3,1 \cdot 10^{-4} \frac{\text{m/m}}{\text{h}}$ bei 1800°C und 10 N/mm² Belastung (gegenüber $1,6 \cdot 10^{-2} \frac{\text{m/m}}{\text{h}}$).

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Halbzeug aus gesinterten Refraktärmetall-Legierungen mit Stapelgefügestruktur bei dem das gesinterte Gut durch mechanische Umformung in mehreren Umformschritten auf einem Umformgrad von mindestens 85 % gebracht und anschließend einer Rekristallisationsglühung unterzogen wird, **dadurch gekennzeichnet**, daß das zu mindestens 85 % umgeformte Sintergut vor der Rekristallisationsglühung während mindestens 20 Minuten bei einer Mindesttemperatur von 700°C und einer Höchsttemperatur, bei der gerade noch keine Rekristallisation auftritt, einer Zwischenglühung unterzogen und anschließend an die Zwischenglühung in angewärmtem Zustand um weitere 3 % bis 30 % verformt wird. 20
2. Verfahren zur Herstellung von Halbzeug aus gesinterten Molybdän-Legierungen mit Stapelgefügestruktur nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Zwischenglühung während mindestens 20 Minuten bei einer Temperatur zwischen 950°C und 1300°C erfolgt. 25
3. Verfahren zur Herstellung von Halbzeug aus gesinterten Wolfram-Legierungen mit Stapelgefügestruktur nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Zwischenglühung während mindestens 20 Minuten bei einer Temperatur zwischen 1250°C und 1700°C erfolgt. 30
4. Verfahren zur Herstellung von Halbzeug nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Umformung nach der Zwischenglühung mit einem Umformgrad von 10 % bezogen auf das mindestens 85 % umgeformte Sintergut erfolgt. 35

Claims

1. A process for manufacturing semifinished prod-

ucts from sintered refractory metal alloys with elongated strain structure, in which a strain of at least 85 % is produced in the sintered material by mechanical deformation in several forming steps and the sintered material is then subjected to a recrystallization annealing, characterized in that the sintered material with a strain of at least 85 % is subjected before the recrystallization annealing for at least 20 minutes, at a minimum temperature of 700 °C and a maximum temperature of that at which recrystallization does not yet quite occur, to an intermediate annealing and following the intermediate annealing is deformed in a heat-up state by a further 3 % to 30 %.

2. Process for manufacturing semifinished products from sintered molybdenum alloys with elongated strain structure according to Claim 1, characterized in that the intermediate annealing takes place for at least 20 minutes at a temperature between 950 °C and 1300 °C.
3. Process for manufacturing semifinished products from sintered tungsten alloys with elongated strain structure according to Claim 1, characterized in that the intermediate annealing takes place for at least 20 minutes at a temperature between 1250 °C and 1700 °C.
4. Process for manufacturing semifinished products according to one of Claims 1 to 3, characterized in that the deformation after the intermediate annealing takes place with a strain of 10 % relative to the sintered material deformed by at least 85 %.

Revendications

1. Procédé de fabrication de demi-produits en alliage de métaux réfractaires frittés de structure à texture stratifiée dans lequel la matière frittée est amenée, par déformation mécanique en plusieurs étapes de déformation, à un degré de déformation d'au moins 85 % et est ensuite soumise à un recuit de recristallisation **caractérisé en ce que**, la matière frittée déformée au moins à 85 % est soumise, avant le recuit de recristallisation, à un recuit intermédiaire pendant au moins 20 minutes à une température minimale de 700°C et à une température maximale dans laquelle ne se produit encore aucune recristallisation, et est déformée encore de 3 % à 30 % dans l'état chauffé à la suite du recuit intermédiaire.

2. Procédé de fabrication de demi-produits en allia-

ges frittés de molybdène de structure à texture stratifiée selon la revendication 1, caractérisé en ce que le recuit intermédiaire est effectué pendant au moins 20 minutes à une température comprise entre 950°C et 1300°C.

5

3. Procédé de fabrication de demi-produits en alliages frittés de tungstène de structure à texture stratifiée selon la revendication 1, caractérisé en ce que le recuit intermédiaire est effectué pendant au moins 20 minutes à une température comprise entre 1250°C et 1700°C.

10

4. Procédé de fabrication de demi-produits selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que la déformation après le recuit intermédiaire est effectuée selon un degré de déformation de 10 %, ramené à la matière frittée déformée d'au moins 85 %.

15

20

25

30

35

40

45

50

55