

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 0 693 564 A1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:
24.01.1996 Patentblatt 1996/04

(51) Int. Cl.⁶: **C22C 1/04, B22F 3/23**

(21) Anmeldenummer: **95110967.7**

(22) Anmeldetag: **13.07.1995**

(84) Benannte Vertragsstaaten:
AT CH DE FR GB LI

(30) Priorität: **23.07.1994 DE 4426205**

(71) Anmelder: **GKSS-FORSCHUNGSZENTRUM
GEESTHACHT GMBH
D-21502 Geesthacht (DE)**

(72) Erfinder:

- **Dahms, Michael, Dr.
D-21502 Geesthacht (DE)**
- **Neubert, Xaver, Dr.
D-09599 Freiberg (DE)**
- **Müller, Klaus, Dr.
D-10587 Berlin (DE)**

(74) Vertreter: **Niedmers, Ole, Dipl.-Phys.
D-22761 Hamburg (DE)**

(54) **Verfahren zur Herstellung von Körpern aus intermetallischen Phasen aus pulverförmigen, duktilen Komponenten**

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Körpern aus intermetallischen Phasen aus pulverförmigen, duktilen Komponenten, die in einem vorbestimmten Mischungsverhältnis gemischt, nachfolgend kompaktiert, anschließend zur Bildung des Körpers stranggepreßt werden und schließlich wärmebehandelt werden. Die für die Wärmebehandlung nötige Wärme ist die im Zuge der Strangpressung erzeugte Wärme.

EP 0 693 564 A1

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Körpern aus intermetallischen Phasen aus pulverförmigen, duktilen Komponenten, die in einem vorbestimmten Mischungsverhältnis gemischt, nachfolgend kompaktiert, anschließend zur Bildung des Körpers stranggepreßt werden und schließlich wärmebehandelt werden.

Ein Verfahren dieser Art ist bekannt (DE-PS 38 22 686). Der mit dem bekannten Verfahren hergestellte Werkstoff weist eine homogene Struktur auf und ist gegenüber bekannten Werkstoffen gleicher Art deutlich zäher. Auch ist mit dem bekannten Verfahren eine beliebige Reproduzierbarkeit von Legierungen möglich, d.h. diese sind in beliebigen Mengen mit fortwährend gleichen vorbestimmten Eigenschaften herstellbar.

Der Wärmebehandlungsschritt, der dem Strangpreßschritt folgt, ist erforderlich, um die unreaktierten duktilen Komponenten zur Bildung der gewünschten intermetallischen Phasen reagieren zu lassen.

Es ist Aufgabe der vorliegenden Erfindung, ein Verfahren zu schaffen, mit dem die Herstellung von Körpern aus intermetallischen Phasen der eingangs genannten Art erleichtert sowie schneller und kostengünstiger durchgeführt werden kann, wobei auch die Eigenschaften der derart hergestellten Körper in bezug auf Porosität und Homogenität des Werkstoffs verbessert werden sollen.

Gelöst wird die Aufgabe gemäß der Erfindung dadurch, daß die für die Wärmebehandlung nötige Wärme die im Zuge der Strangpressung erzeugte Wärme ist.

Der Vorteil des erfindungsgemäßen Verfahrens besteht im wesentlichen darin, daß die Herstellungszeit und damit die Herstellungskosten durch Wegfall eines bisher gesondert nötigen Wärmebehandlungsschrittes gesenkt werden können, wobei gleichzeitig vorteilhafterweise erreicht wird, daß die Porosität und/oder die Homogenität des derart hergestellten Körpers verringert bzw. verbessert werden kann.

Bei einer vorteilhaften Ausführungsform der Erfindung sind die Preßparameter beim Strangpreßvorgang derart gewählt, daß die Körpertemperatur während der Pressung die Phasenbildungstemperatur erreicht oder lediglich geringfügig überschreitet. Würde das Kompaktieren oberhalb der Temperatur, bei der die Komponenten während des Pressens zur Bildung der intermetallischen Phasen miteinander reagieren, erfolgen, könnte bei der Anwendung des Strangpressens als Kompaktierungsverfahren gegebenenfalls der Vorteil der Duktilität der Elementpulver aufgehoben werden. Kommt es nämlich während des Strangpressens zur Bildung spröder intermetallischer Phasen, dann verläuft der Umformprozeß, bedingt durch deren schlechte Bildsamkeit, instationär, was gegebenenfalls eine große Porosität und Oberflächenfehler des Körpers zur Folge haben könnte. Durch die Wahl geeigneter Preßparameter wie Bolzen-/Aufnehmertemperatur $T_{B/A}$, Preßverhält-

nis R , Stempelgeschwindigkeit v_{St} wird es ermöglicht, daß die vor allem durch innere Werkstoffverschiebungen hervorgerufene Temperaturerhöhung im Preßstrang die Bildungstemperatur intermetallischer Phasen gerade erreicht bzw. nur geringfügig überschreitet, so daß dann die Duktilität der Pulverkomponenten beim Kompaktieren voll ausgenutzt werden kann, weil dadurch sichergestellt ist, daß die Phasenumwandlung erst unmittelbar nach dem Umformvorgang einsetzt.

Schließlich kann es vorteilhaft sein, daß vor dem Preßschritt, bei dem es zur Phasenbildung kommt, mindestens ein Preßschritt ohne Phasenbildung vorgeschaltet wird. Hierdurch ist es möglich, die Porosität des hergestellten Körpers gezielt zu verringern.

Auch kann es schließlich vorteilhaft sein, das Preßverhältnis bei der weiteren Pressung gegenüber dem Preßverhältnis der ersten Pressung zu erhöhen, wobei durch die Erhöhung des Preßverhältnisses die Partikelgröße der Komponenten im Körper verringert und damit auch aus diesem Grunde Einfluß auf eine geringe Porosität im Körper genommen werden kann.

Das Verfahren wird nun anhand der einzelnen Verfahrensschritte gemäß einer typischen Ausgestaltung der Erfindung beschrieben. Zuerst werden die pulverförmigen, duktilen Komponenten, die elementar oder vorlegiert vorliegen können, in einem vorbestimmten Mischungsverhältnis gemischt. Eine typische Legierung kann beispielsweise aus Ti48Al2Cr (in At.-%) bestehen. Ausgehend von reinen Ti-Al-Elementpulvern wurden die 2 At.-% Cr zur Gewährleistung ihrer homogenen Verteilung im Ti48Al2Cr als Vorlegierungspulver Al-15 Gew.-% Cr gemäß der stöchiometrischen Legierungszusammensetzung zugemischt. Das anschließende Vorkompaktieren dieser Pulvermischung zu einem Körper, beispielsweise zu einem transportfähigen Preßbolzen, erfolgt durch kalisostatisches Pressen (CIP). Mit einem Preßdruck von 450 Nmm^{-2} konnten 93,8 % der theoretisch berechneten Werkstoffdichte erreicht werden.

Zur Erzielung einer rißfreien Strangoberfläche werden die vorkompaktierten Körper vor dem Strangpressen in AlMgSiO,5-Rohre gekapselt.

Nachfolgend erfolgt das Strangpressen, wobei die für die Wärmebehandlung nötige Wärme die im Zuge der Strangpressung erzeugte Wärme ist. Dabei sind die Preßbedingungen wie Bolzen-/Aufnehmertemperatur $T_{B/A}$, das Preßverhältnis R und die Stempelgeschwindigkeit v_{St} derart gewählt, daß einerseits die durch die Umformung erzeugte Temperaturerhöhung im Preßstrang ausreicht, um eine in-situ-Reaktion nach dem Preßvorgang auszulösen, und daß andererseits die Strangtemperatur während des Umformprozesses die Phasenbildungstemperatur aber nicht soweit überschreiten darf, daß die Phasenreaktion schneller abläuft als der Preßvorgang.

Zahlreiche Versuche haben belegt, daß durch Erhöhung des Preßverhältnisses R die Al-Partikelgröße im Preßstrang verringert und damit Einfluß auf eine geringe Porosität im Titanaluminid-Körper genommen werden

kann. Die Größe des Preßverhältnisses wird jedoch durch die damit verbundenen höheren Umformtemperaturen begrenzt, die zu einer vorzeitigen Phasenbildung während des Strangpressens, siehe oben, führen können. Das ist für Ti48Al2Cr bei $T_{B/A} = 350^\circ \text{C}$ bis zu $R < 32:1$ bzw. bei $T_{B/A} = 450^\circ \text{C}$ nur bis $R < 18:1$ möglich.

Durch nochmaliges Strangpressen bereits gepreßter Stränge (Doppelstrangpressen) muß deshalb das Preßverhältnis weiter gesteigert und das Körpergefüge stärker verfeinert werden.

Bei Versuchen standen dafür als Ausgangsmaterial von 85 mm Durchmesser an 20 mm Durchmesser gepreßte Rundstangen ($T_{B/A} = 350^\circ \text{C}$, $R = 18:1$, $v_{St} = 3 \text{ mms}^{-1}$) zur Verfügung. Nach Abdrehen des Kapselmaterials von der Strangoberfläche wurden 19 Stäbe mit je 16 mm Durchmesser in ein 85 x 1,5 mm Durchmesser AlMgSiO,5-Rohr gesteckt und erneut stranggepreßt. Zur Vermeidung vorzeitiger Phasenreaktionen erfolgte dabei eine Herabsetzung der Bolzen-/Aufnehmertemperatur auf 250°C und der Stempelgeschwindigkeit auf $0,8 \text{ mms}^{-1}$. Dadurch war es möglich, daß die durch die Umformwärme ausgelöste Phasenreaktion tatsächlich nicht während, sondern unmittelbar nach dem Preßvorgang quasi zeitverzögert im Körper ablief.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Körpern aus intermetallischen Phasen aus pulverförmigen, duktilen Komponenten, die in einem vorbestimmten Mischungsverhältnis gemischt, nachfolgend kompaktiert, anschließend zur Bildung des Körpers stranggepreßt werden und schließlich wärmebehandelt werden, dadurch gekennzeichnet, daß die für die Wärmebehandlung nötige Wärme die im Zuge der Strangpressung erzeugte Wärme ist.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Preßparameter beim Strangpreßvorgang derart gewählt sind, daß die Körpertemperatur während der Pressung die Phasenbildungstemperatur erreicht oder geringfügig überschreitet.
3. Verfahren nach einem oder beiden der Ansprüche 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß vor dem Preßschritt, bei dem es zur Phasenbildung kommt, mindestens ein Preßschritt ohne Phasenbildung vorgeschaltet wird.
4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß das Preßverhältnis bei der weiteren Pressung gegenüber dem Preßverhältnis der ersten Pressung erhöht wird.

55



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung
EP 95 11 0967

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cl.6)
X	EP-A-0 360 468 (TEXAS INSTRUMENTS INC) 28.März 1990 * Spalte 4, Zeile 25 - Spalte 5, Zeile 30; Anspruch 12 *	1,3	C22C1/04 B22F3/23
A	FR-A-2 633 853 (GEESTHACHT GKSS FORSCHUNG) 12.Januar 1990 * Seite 3, Zeile 20 - Zeile 28; Ansprüche 1,2,4 *	1-4	
D	& DE-A-38 22 686		
A	DE-A-38 09 550 (VAW VER ALUMINIUM WERKE AG) 19.Oktober 1989 * Spalte 5, Zeile 50 - Spalte 6, Zeile 2; Ansprüche 1,7 *	1-4	
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int.Cl.6)
			C22C B22F
Recherchenort		Abschlußdatum der Recherche	
DEN HAAG		20.Oktober 1995	
		Prüfer	
		Schruers, H	
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE			
X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : nichtschriftliche Offenbarung P : Zwischenliteratur T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus andern Gründen angeführtes Dokument & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument			

EPO FORM 1503 03.82 (P04C03)