

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11)

EP 0 693 564 B1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des
Hinweises auf die Patenterteilung:
20.01.1999 Patentblatt 1999/03

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

(21) Anmeldenummer: **95110967.7**

(22) Anmeldetag: **13.07.1995**

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

Process for preparing articles composed of intermetallic phases from pulverulent ductile components

Procédé de préparation de corps composés de phases intermétallique à partir de composants pulvérulents ductiles

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

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

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
24.01.1996 Patentblatt 1996/04

(73) Patentinhaber: **GKSS-FORSCHUNGSZENTRUM
GEESTHACHT GMBH
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.
Patentanwalt,
Van-der-Smissen-Strasse 3
22767 Hamburg (DE)**

(56) Entgegenhaltungen:
EP-A- 0 360 468 DE-A- 3 809 550
FR-A- 2 633 853

EP 0 693 564 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 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 durch die Merkmale des Anspruchs 1.

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 $T_{B/A}$, Preßverhältnis 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 $85 \times 1,5 \text{ mm}$ 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 und anschließend zur Bildung des Körpers stranggepreßt werden, dadurch gekennzeichnet, daß die Strangpressparameter so aufeinander abgestimmt werden, daß durch den Umformvorgang eine solche Wärmemenge erzeugt wird, wie sie für die Bildung der Intermetallischen Phasen notwendig 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.

Claims

1. Process for manufacturing bodies composed of intermetallic phases from ductile, powder components, which are mixed in a predetermined mixing ratio, are subsequently compacted and are finally extruded to form the body, characterised in that the extrusion parameters are matched together in such a way that the quantity of heat generated by the shaping procedure is that necessary for the formation of the intermetallic phases.
2. Process according to Claim 1, characterised in that the extrusion parameters during the extrusion procedure are selected in such a way that the body temperature during the extrusion reaches the phase formation temperature or slightly exceeds it.
3. Process according to one or both of Claims 1 and 2, characterised in that at least one extrusion step without phase formation is introduced before the extrusion step during which phase formation occurs.
4. Process according to Claim 3, characterised in that the extrusion ratio of the further extrusion is raised relative to the extrusion ratio of the first extrusion.

Revendications

1. Procédé de préparation de corps en phases intermétalliques à partir de composants ductiles, pulvérulents, lesquels sont mélangés dans un rapport d'ingrédients fixé auparavant, puis compactés et ensuite extrudés, caractérisé en ce que les paramètres d'extrusion sont adaptés les uns aux autres de façon telle que le procédé de transformation produit une quantité de chaleur telle que nécessaire pour la formation de phases intermétalliques.
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que les paramètres de compression dans l'opération d'extrusion sont choisis de façon telle que la température du corps au cours de la compression atteigne la température de formation de phases ou dépasse celle-ci dans une faible mesure.
3. Procédé selon une ou les deux revendications 1 ou 2, caractérisé que l'étape de compression, au cours de laquelle se produit la formation de phases, est précédée par au moins une étape de compression sans formation de phases.
4. Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce que le rapport de compression au cours de la compression ultérieure est augmenté par rapport au rapport de compression de la première compression.