

(19)



Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets



(11)

**EP 0 774 530 A1**

(12)

## EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:  
**21.05.1997 Patentblatt 1997/21**

(51) Int Cl.<sup>6</sup>: **C22F 1/10**

(21) Anmeldenummer: **96810753.2**

(22) Anmeldetag: **07.11.1996**

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
**DE FR GB**

(30) Priorität: **17.11.1995 DE 19542919**

(71) Anmelder: **ASEA BROWN BOVERI AG**  
**5400 Baden (CH)**

(72) Erfinder:  
• **Nazmy, Mohamed Dr.**  
**5442 Fislisbach (CH)**  
• **Staubli, Markus**  
**5605 Dottikon (CH)**

(54) **Verfahren zur Herstellung eines hochtemperaturbeständigen Werkstoffkörpers aus einer Eisen-Nickel-Superlegierung**

(57) Das Verfahren dient der Herstellung eines temperaturbeständigen Werkstoffkörpers. Bei diesem Verfahren wird der Werkstoffkörper durch Lösungsglühen und nachfolgendes Ausscheidungshärten eines in einem Ofen vorgesehenen warmverfestigtes Ausgangskörpers aus einer Eisen-Nickel-Superlegierung vom

Typ IN 706 gebildet. Der Werkstoffkörper zeichnet sich durch eine besonders grosse Duktilität bei hoher Warmfestigkeit aus, wenn der lösungsgeglühte Ausgangskörper mit einer zwischen 0,5 und 20 [°C/min] liegenden Abkühlrate von der beim Lösungsglühen vorgesehenen Glühtemperatur auf die bei der Ausscheidungshärtung vorgesehene Temperatur geführt wird.

**EP 0 774 530 A1**

## Beschreibung

### TECHNISCHES GEBIET

Bei der Erfindung wird ausgegangen von einem Verfahren zur Herstellung eines hochtemperaturbeständigen Werkstoffkörpers durch Lösungsglühen und nachfolgendes Ausscheidungshärten eines in einem Ofen vorgesehenen warmverfestigten Ausgangskörpers aus einer Eisen-Nickel-Superlegierung vom Typ IN 706. Ein solcher Werkstoffkörper zeichnet sich bei Temperaturen um 700°C durch hohe Festigkeit aus und wird daher in thermischen Maschinen, wie insbesondere Gasturbinen, mit Vorteil eingesetzt.

### STAND DER TECHNIK

Die Erfindung nimmt dabei Bezug auf einen Stand der Technik, wie er etwa von J.H.Moll et al. "Heat Treatment of 706 Alloy for Optimum 1200°F Stress-Rupture Properties" Met. Trans. 1971, vol.2, pp.2153-2160, beschrieben ist.

Aus diesem Stand der Technik ist es bekannt, dass die für die Anwendung als Werkstoff für temperaturbelastete Bauteile kritischen Eigenschaften der Legierung IN 706, wie insbesondere die Warmfestigkeit und die Duktilität, durch geeignet ausgeführte Wärmebehandlungsverfahren bestimmt werden. Typische Wärmebehandlungsverfahren umfassen je nach Gefügestruktur des aus der Legierung IN 706 geschmiedeten Ausgangskörpers folgende Verfahrensschritte:

Lösungsglühen des Ausgangskörpers bei einer Temperatur von 980°C über einen Zeitraum von 1h,  
Abkühlen des lösungsgeglühten Ausgangskörpers mit Luft,  
Ausscheidungshärten bei einer Temperatur von 840 über einen Zeitraum von 3h,  
Abkühlen mit Luft,  
Ausscheidungshärten bei einer Temperatur von 720°C über einen Zeitraum von 8h,  
Abkühlen mit einer Abkühlrate von ca. 55°C/h auf 620°C,  
Ausscheidungshärten bei einer Temperatur von 620°C über einen Zeitraum von 8h, und  
Abkühlen mit Luft, bzw.  
Lösungsglühen des Ausgangskörpers bei Temperaturen um 900°C über 1h,  
Abkühlen mit Luft,  
Ausscheidungshärten bei 720°C über einen Zeitraum von 8h,  
Abkühlen mit einer Abkühlrate von ca. 55°C/h auf 620°C,  
Ausscheidungshärten bei 620°C über 8h, und  
Abkühlen mit Luft.

### KURZE DARSTELLUNG DER ERFINDUNG

Der Erfindung, wie sie in Patentanspruch 1 definiert ist, liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren der eingangs genannten Art anzugeben, mit dem in einfacher Weise ein Werkstoffkörper aus der Legierung vom Typ IN 706 geschaffen werden kann, welcher trotz einer hohen Warmfestigkeit eine grosse Duktilität aufweist.

Das erfindungsgemässe Verfahren zeichnet sich vor allem dadurch aus, dass es einfach auszuführen ist und die Bildung versprödet wirkender Ausscheidungen vermeidet. Ein nach dem erfindungsgemässen Verfahren hergestellter Werkstoffkörper weist bei Temperaturen um ca. 700°C Zugfestigkeiten von ca. 600 [MPa] und Bruchdehnungswerte von ca. 30% auf und eignet sich daher ganz hervorragend als Ausgangsmaterial bei der Fertigung eines thermisch und mechanisch hoch belasteten Rotors einer grossen Gasturbine.

Bevorzugte Ausführungsbeispiele der Erfindung und die damit erzielbaren weiteren Vorteile werden nachfolgend näher erläutert.

### WEGE ZUR AUSFÜHRUNG DER ERFINDUNG

Vier kommerziell erhältliche geschmiedete Ausgangskörper A, B, C, D aus der Legierung IN 706 wurden je für sich in einen Ofen eingebracht und unterschiedlichen Wärmebehandlungsverfahren unterzogen. Die Ausgangskörper wiesen jeweils die gleiche Gefügestruktur und die gleiche chemische Zusammensetzung auf. Als Bestandteile wurden folgende Elemente in Gewichtsprozent ermittelt:

0,01 Kohlenstoff  
0,04 Silicium  
0,12 Mangan

# EP 0 774 530 A1

5 <0,001 Schwefel  
 0,005 Phosphor  
 16,03 Chrom  
 41,90 Nickel  
 0,19 Aluminium  
 0,01 Kobalt  
 1,67 Titan  
 <0,01 Kupfer  
 2,95 Niob  
 10 Rest Eisen

Die Zusammensetzung der Ausgangskörper kann innerhalb der nachfolgend angegebenen Grenzbereiche schwanken:

15 max. 0,02 Kohlenstoff  
 max. 0,10 Silicium  
 max. 0,20 Mangan  
 max. 0,002 Schwefel  
 max. 0,015 Phosphor  
 20 15 bis 18 Chrom  
 40 bis 43 Nickel  
 0,1 bis 0,3 Aluminium  
 max. 0,30 Kobalt  
 1,5 bis 1,8 Titan  
 25 max. 0,30 Kupfer  
 2,8 bis 3,2 Niob  
 Rest Eisen

Die Wärmebehandlungsverfahren der vier Ausgangskörper sind nachfolgend tabellarisch dargestellt.

30	Ausgangskörper	A	B	C	D
	3h Lösungsglühen im Ofen bei 980°C	x	x		
	10h Lösungsglühen im Ofen bei 925°C			x	
35	10h Lösungsglühen im Ofen bei 910°C				x
	Abkühlen mit Luft	x			
	Abkühlen im Ofen mit ca. 1 [°C/min]		x	x	x
	10h Halten im Ofen bei 820°C	x	x		
40	Abkühlen im Ofen mit ca. 1 [°C/min]		x	x	x
	10h Halten im Ofen bei 730°C	x	x		x
	48h Halten im Ofen bei 730°C			x	
45	Abkühlen im Ofen	x	x	x	x
	5h Halten im Ofen bei 620°C	x		x	
	8h Halten im Ofen bei 620°C				x
	16h Halten im Ofen bei 620°C		x		
50	Werkstoffkörper	A'	B'	C'	D'

Aus den hieraus resultierenden Werkstoffkörpern A', B', C' und D' wurden rotationssymmetrische Probekörper für Zugversuche gedreht. Diese Versuchskörper waren an ihren beiden Enden jeweils mit einem in eine Prüfmaschine einsetzbaren Gewinde versehen und wiesen jeweils einen zwischen zwei Messmarken verlaufenden rundstabförmigen Abschnitt von 5 mm Durchmesser und ca. 24,48 mm Länge auf. Bei einer Temperatur von ca. 705°C wurden die Probekörper mit einer Geschwindigkeit von ca. 0,01 [mm/min] bis zum Bruch gedehnt. Die hierbei ermittelten Werte von Zugfestigkeit und Bruchdehnung sind nachfolgend tabellarisch zusammengestellt.

Werkstoffkörper	A'	B'	C'	D'
Zugfestigkeit bei 705°C [MPa]	760	580	610	620
Bruchdehnung bei 705°C [%]	2,5	33	31,5	27,5

Aus diesen Werten ist ersichtlich, dass bei den nach dem erfindungsgemässen Verfahren hergestellten Werkstoffkörpern B', C' und D' die Bruchdehnung bei 705°C ca. 10- bis 12-mal grösser bzw. die Zugfestigkeit lediglich um ca. 20% kleiner ist als die Zugfestigkeit bzw. die Bruchdehnung bei dem nach dem Verfahren gemäss dem Stand der Technik hergestellten Werkstoffkörper A'. Nach dem erfindungsgemässen Verfahren hergestellte Werkstoffkörper können mit grossem Vorteil als Rotoren grosser Gasturbinen verwendet werden, da sie über eine ausreichend hohe Warmfestigkeit verfügen, und da wegen der hohen Duktilität des Materials nicht zu vermeidende lokale Temperaturgradienten lokal nur geringe Spannungen aufbauen können.

Die vorgenannten Eigenschaften werden mit der Legierung IN 706 erreicht, wenn der lösungsgeglühte Ausgangskörper mit einer zwischen 0,5 und 20 [°C/min] liegenden Abkühlrate von der beim Lösungsglühen vorgesehenen Glühtemperatur auf die der Ausscheidungshärtung vorgesehene Temperatur geführt wird. Wird die Abkühlrate grösser 20 [°C/min] gewählt, so werden die Bruchdehnung und damit auch die Duktilität stark reduziert. Wird hingegen die Abkühlrate kleiner 0,5 [°C/min] gewählt, so ist das Verfahren in wirtschaftlicher Weise nicht mehr durchführbar. Zu bevorzugen ist eine zwischen 1 und 5 [°C/min] liegende Abkühlrate.

Das Lösungsglühen sollte je nach Grösse des Ausgangskörpers über einen Zeitraum von höchstens 15h bei Temperaturen zwischen 900 und 1000°C ausgeführt werden.

Das durch Halten bei bestimmten Temperaturen bewirkte Ausscheidungshärten sollte bevorzugt mehrstufig über einen Zeitraum von mindestens 10h und höchstens 70h ausgeführt werden. Beim Ausscheidungshärten sollte der lösungsgeglühte Ausgangskörper in einer ersten Stufe auf Temperaturen zwischen 700 und 760°C und in einer zweiten Stufe auf Temperaturen zwischen 600 und 650°C erwärmt werden und in der ersten Stufe über einen Zeitraum von mindestens 10h und höchstens 50h und in der zweiten Stufe über einen Zeitraum von mindestens 5h und höchstens 20h auf diesen Temperaturen gehalten werden.

Der ersten Stufe des Ausscheidungshärtens kann eine weitere Wärmebehandlungsstufe vorgeschaltet werden, bei der der lösungsgeglühte Ausgangskörper auf einer Temperatur zwischen 800°C und 850°C gehalten wird (Werkstoffkörper B').

## Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines temperaturbeständigen Werkstoffkörpers durch Lösungsglühen und nachfolgendes Ausscheidungshärten eines in einem Ofen vorgesehenen warmverfestigten Ausgangskörpers aus einer Eisen-Nickel-Superlegierung vom Typ IN 706, dadurch gekennzeichnet, dass der lösungsgeglühte Ausgangskörper mit einer zwischen 0,5 und 20 [°C/min] liegenden Abkühlrate von der beim Lösungsglühen vorgesehenen Glühtemperatur auf die bei der Ausscheidungshärtung vorgesehene Temperatur geführt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Abkühlrate zwischen 1 und 5 [°C/min] liegt.
3. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass das Lösungsglühen über einen Zeitraum von höchstens 15h bei Temperaturen zwischen 900°C und 1000°C ausgeführt wird.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass das Ausscheidungshärten mehrstufig über einen Zeitraum von mindestens 10h und höchstens 70h ausgeführt wird.
5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass beim Ausscheidungshärten der lösungsgeglühte Ausgangskörper in einer ersten Stufe bei Temperaturen zwischen 700°C und 760°C und in einer zweiten Stufe bei Temperaturen zwischen 600°C und 650°C wärmebehandelt wird.
6. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass die erste Stufe des Ausscheidungshärtens über einen Zeitraum von mindestens 10h und höchstens 50h ausgeführt wird.
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 5 oder 6, dadurch gekennzeichnet, dass die zweite Stufe des Ausscheidungshärtens über einen Zeitraum von mindestens 5h und höchstens 20h ausgeführt wird.

## EP 0 774 530 A1

8. Verfahren nach einem der Ansprüche 4 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass der Übergang von der ersten auf die zweiten Stufe durch Abkühlen im Ofen ausgeführt wird.
9. Verfahren nach einem der Ansprüche 4 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass der ersten Stufe des Ausscheidungs-  
härtens eine weitere Wärmebehandlungsstufe vorgeschaltet ist, bei der der lösungsgeglühte Ausgangskörper auf  
einer Temperatur zwischen 800°C und 850°C gehalten wird.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55



Europäisches  
Patentamt

## EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung  
EP 96 81 0753

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cl.6)
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 018, no. 632 (C-1280), 2.Dezember 1994 & JP 06 240427 A (JAPAN STEEL WORKS LTD:THE), 30.August 1994, * Zusammenfassung *	1-9	C22F1/10
X	--- PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 018, no. 097 (C-1167), 17.Februar 1994 & JP 05 295497 A (JAPAN STEEL WORKS LTD:THE), 9.November 1993, * Zusammenfassung *	1-9	
X	--- PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 016, no. 552 (C-1006), 20.November 1992 & JP 04 210457 A (JAPAN STEEL WORKS LTD:THE), 31.Juli 1992, * Zusammenfassung *	1-9	
A	--- US 5 415 712 A (THAMBOO SAMUEL V) 16.Mai 1995 * Anspruch 1 *	1	RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int.Cl.6)
A	--- US 4 481 043 A (STEEVES ARTHUR F ET AL) 6.November 1984 * Anspruch 1 *	1	C22F
A	--- EP 0 402 168 A (BABCOCK & WILCOX CO) 12.Dezember 1990		
D,A	--- METALLURGICAL TRANSACTIONS, Bd. 2, Nr. 8, August 1971, Seiten 2153-2160, XP000613547 MOLL J H ET AL: "HEAT TREATMENT OF 706 ALLOY FOR OPTIMUM 1200 F STRESS-RUPTURE PROPERTIES" -----		
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchemort DEN HAAG		Abschlußdatum der Recherche 6.Februar 1997	Prüfer Gregg, N
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 Patentedokument, 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)