

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11)

EP 0 839 923 A1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:
06.05.1998 Patentblatt 1998/19

(51) Int Cl.⁶: **C22F 1/10**

(21) Anmeldenummer: **97810769.6**

(22) Anmeldetag: **13.10.1997**

(84) Benannte Vertragsstaaten:
**AT BE CH DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU MC
NL PT SE**

(30) Priorität: **02.11.1996 DE 19645186**

(71) Anmelder: **Asea Brown Boveri AG
5401 Baden (CH)**

(72) Erfinder:
• **Balbach, Werner, Dr.
5303 Würenlingen (CH)**

• **Härkegard, Gunnar, Prof. Dr.
5417 Untersiggenthal (CH)**
• **Redecker, Reiner
79801 Hohentengen (DE)**

(74) Vertreter: **Kaiser, Helmut et al
c/o Asea Brown Boveri AG,
Immaterialgüterrecht (TEI),
Postfach
5401 Baden (CH)**

(54) **Wärmebehandlungsverfahren für Werkstoffkörper aus einer hochwarmfesten Eisen-Nickel-Superlegierung sowie wärmebehandelter Werkstoffkörper**

(57) Ein Wärmebehandlungsverfahren für Werkstoffkörper aus einer hochwarmfesten Eisen-Nickel-Superlegierungen vom Typ IN 706 umfasst folgende Schritte: Lösungsglühen bei ungefähr 965 bis 995°C während 5 bis 20 Stunden, Stabilisierungsglühen bei ungefähr 775 bis 835°C während 5 bis 100 Stunden, sowie Ausscheidungshärten bei 715 bis 745°C während

10 bis 50 Stunden und bei 595 bis 625°C während 10 bis 50 Stunden.

Ein solcherart wärmebehandelter Werkstoffkörper aus einer hochwarmfesten Eisen-Nickel-Superlegierungen vom Typ IN weist ein Risswachstum von unter 0.05 mm/h auf und / oder weist eine Mindestdehnung von 2.5% ohne Risse bei einer konstanten Dehnungs-Rate von 0.05%/h bei einer Temperatur von 600°C auf.

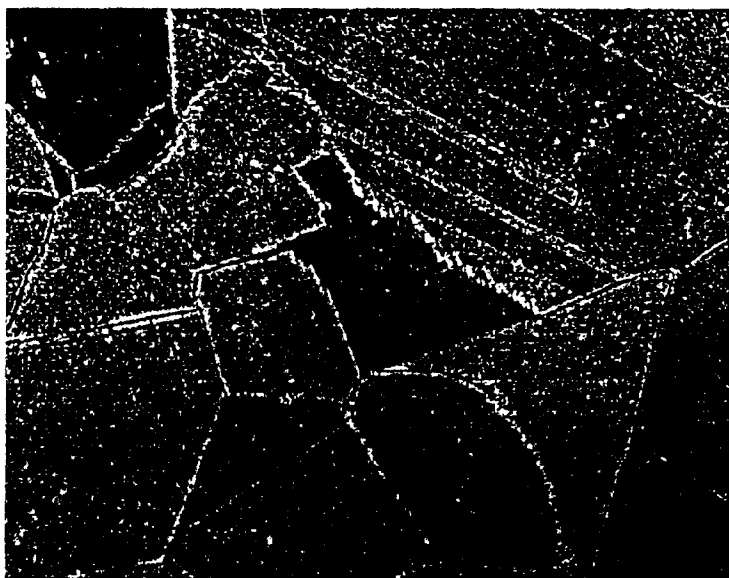


Fig. 4

EP 0 839 923 A1

Beschreibung**Technisches Gebiet**

5 Die Erfindung betrifft ein Wärmebehandlungsverfahren für Werkstoffkörper aus einer Eisen-Nickel-Superlegierung vom Typ IN 706 nach dem Oberbegriff des ersten Anspruches. Die Erfindung betrifft ebenfalls wärmebehandelte Werkstoffkörper aus einer hochwarmfesten Eisen-Nickel-Superlegierungen vom Typ IN 706, insbesondere für die Verwendung in Rotoren thermischer Maschinen.

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.

15 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 beispielsweise folgende Verfahrensschritte:

20 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, oder beispielsweise:

25 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.

Darstellung der Erfindung

30 Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Wärmebehandlungsverfahren der eingangs genannten Art anzugeben, mit dem in einfacher Weise ein Werkstoffkörper aus der Legierung vom Typ IN 706 geschaffen werden kann, welcher eine ausreichend hohe Warmfestigkeit, eine grosse Duktilität und ein möglichst langsames Risswachstum aufweist.

Erfindungsgemäss wird dies durch die Merkmale des ersten Anspruches erreicht.

35 Kern der Erfindung ist also, Lösungsglühen bei ungefähr 965 bis 995°C während 5 bis 20 Stunden, Stabilisierungsglühen bei ungefähr 775 bis 835°C während 5 bis 100 Stunden, sowie Ausscheidungshärten bei 715 bis 745°C während 10 bis 50 Stunden und bei 595 bis 625°C während 10 bis 50 Stunden.

40 Das erfindungsgemässe Verfahren zeichnet sich vor allem dadurch aus, dass es einfach auszuführen ist und die Bildung versprödet wirkender Ausscheidungen vermeidet. Zudem wird ein extrem niedriges Risswachstum in den so wärmebehandelten Werkstoffkörpern erzielt. Bei einer auf die Werkstoffkörper aufgetragenen Dehnung mit einer konstanten Rate von 0.05%/h bei einer Temperatur von 600°C werden totale Dehnungen von mindestens 2.5% ohne Risse erreicht. Weiter zeichnen sich nach dem erfindungsgemässen Verfahren hergestellte Werkstoffkörper dadurch aus, dass bei der üblichen chemischen Zusammensetzung keine Risse durch Korngrenzen-Oxidation bei angelegter Spannung entstehen.

45 Ein nach dem erfindungsgemässen Verfahren hergestellter Werkstoffkörper 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.

50 Weitere vorteilhafte Ausgestaltungen der Erfindung ergeben sich zudem aus den Unteransprüchen.

Kurze Beschreibung der Bilder

55 In den Bildern sind Werkstoffkörper aus IN706 dargestellt.
Es zeigen:

Fig. 1 einen Riss in einem Werkstoffkörper ohne Stabilisierungsglühung aufgrund der durch Belastung beschleunigten Korngrenzenoxidation, Vergrösserung 100-fach;

- Fig. 2 eine Oberfläche des Risses aus Fig. 1, Rasterelektronen-Aufnahme, Vergrößerung 300-fach;
 Fig. 3 ein Schliiffbild der Struktur eines Werkstoffkörpers der bei 845°C während 5 h einer Stabilisierungsglühung unterworfen wurde, Vergrößerung 500-fach;
 Fig. 4 ein Schliiffbild eines Werkstoffkörpers der bei 820°C während 10 h einer Stabilisierungsglühung unterworfen wurde, Vergrößerung 500-fach.

Wege zur Ausführung der Erfindung

Mehrere kommerziell erhältliche geschmiedete Ausgangskörper aus der Legierung IN 706 wurden je für sich in einen Ofen eingebracht und unterschiedlichen Wärmebehandlungsverfahren E, F, G und H unterzogen. Die Ausgangskörper wiesen jeweils die gleiche Gefügestruktur und die gleiche chemische Zusammensetzung auf, wobei die Zusammensetzung der Ausgangskörper innerhalb der nachfolgend angegebenen Grenzbereiche schwanken kann:

max. 0,025 Kohlenstoff
 max. 0,12 Silicium
 max. 0,35 Mangan
 max. 0,002 Schwefel
 max. 0,015 Phosphor
 15 bis 18 Chrom
 40 bis 43 Nickel
 0,1 bis 0,3 Aluminium
 max. 0,1 Tantal
 1,5 bis 1,8 Titan
 max. 0,30 Kupfer
 2,8 bis 3,2 Niob
 max. 0,01 Bor
 Rest Eisen

Die Wärmebehandlungsverfahren E, F, G und H der Ausgangskörper sind nachfolgend tabellarisch dargestellt.

Wärmebehandlungsverfahren	E	F	G	H
5-15h Lösungsglühen im Ofen bei 980±15°C	X	X	X	X
Abkühlen mit Luft		X	X	X
Abkühlen mit Öl oder ähnlichen auf RT	X			
10-100h Halten im Ofen bei 820±15°C 10h Halten im Ofen bei 845°C 10 Halten im Ofen bei 780°C	X		X	
Abkühlen an Luft auf RT	X	X	X	
10-50h Halten im Ofen bei 730±15°C	X	X	X	X
Abkühlen an Luft auf RT	X	X	X	X
5-20h Halten im Ofen bei 610±15°C	X	X	X	X
Abkühlen an Luft auf RT	X	X	X	X
Werkstoffkörper	E'	F'	G'	H'

Der ersten Stufe des Ausscheidungshärtens wurde eine weitere, stabilisierend wirkende Wärmebehandlungsstufe vorgeschaltet, bei der der lösungsgeglühte Ausgangskörper bei verschiedenen Temperaturen gehalten wird.

Das Wärmebehandlungsverfahren H dient dabei lediglich als Vergleich, bei diesem Verfahren wurde die Stabilisierungsglühung weggelassen.

Dabei bedeutet Abkühlen der Ausgangskörper E, F und G auf RT, dass die Körper auf Raumtemperatur, oder mindestens unter 300°C abgekühlt wurden. Die Abkühlraten an Luft betragen für die entsprechenden Ausgangskörpergrößen dabei etwa 0,5°C/min bis 10°C/min und mit Öl 2°C/min bis 20°C/min, im Temperaturbereich oberhalb 700°C.

Die Haltezeiten können dabei in den oben angegebenen Bereichen schwanken, wobei die Haltezeiten und Abkühlge-

schwindigkeiten im wesentlichen durch die Grösse der zu behandelnden Werkstücke beeinflusst werden. Das bedeutet, dass bei grösseren Werkstücken die Haltezeit erhöht werden muss, damit die Werkstücke völlig durchgewärmt werden können. Auf das Abkühlen auf RT zwischen den beiden Aushärtungsglühritten bei 730 und 610°C kann verzichtet werden.

Aus den durch die Wärmebehandlungsverfahren resultierenden Werkstoffkörpern E', F', G' und H' wurden Probekörper für die nachfolgend angegebenen Versuche hergestellt, deren Werkstoffkennwerte nachfolgend tabellarisch zusammengestellt sind.

Werkstoffkörper	E'	F'	G'	H'
Zugfestigkeit bei 600°C [MPa]	970	1005	1000	1070
Bruchdehnung bei 600°C [%]	20.5	16	14	14.5
Kerbschlagarbeit bei RT [J]	39	42	19	70
Rissausbreitungsgeschwindigkeit da/dt bei 600°C und einem Spannungsintensitätsfaktor $K = 40 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ [mm/h]	0.001	-	-	>1

Deutlich wird, dass für den Werkstoffkörper E' zwar die Zugfestigkeit bei 600°C leicht abnimmt, jedoch die Bruchdehnung bei 600°C deutlich zunimmt. Zudem weist der Werkstoffkörper E' eine sehr geringe Rissausbreitungsgeschwindigkeit von unter 0.05 mm/h auf, die für diese Werkstoffklasse einen ungewöhnlich guten Wert darstellt und diesen Werkstoff besonders geeignet zur Verwendung bei Rotoren thermischer Maschinen macht.

Die Werkstoffkörper wurden weiter einem sogenannten CSR-Test (engl.: constant strain rate) unterworfen. Dabei wird der Werkstoffkörper bei einer Temperatur von 600°C mit einer konstanten Dehnungs-Rate von 0.05%/h gedehnt. Die Bedingung, dass auf den Werkstoffkörper eine Dehnung von mindestens 2.5% ohne Risse aufgebracht werden kann, wurde durch den Werkstoffkörper E' und F' erfüllt.

In Fig. 1 und 2 sind in einem Bruchflächenbild eines Werkstoffkörpers ohne Stabilisierungsglühung, beispielsweise H', deutlich sogenannte SAGBO-Risse (engl.: stress accelerated grain boundary oxidation) erkennbar, die bei einer an den Werkstoffkörper angelegten Spannung auftreten.

Nach Fig. 3 tritt bei einer Stabilisierungsglühung von 845°C während 5h, entsprechend Werkstoffkörper G', eine unerwünschte nadelige Phase auf. Bei längeren Haltezeiten oder höheren Temperaturen ist diese nadelige Phase noch ausgeprägter vorhanden. Die Kerbschlagarbeit wird durch diese nadelige Phase deutlich vermindert.

Nach Fig. 4 tritt bei einer Stabilisierungsglühung von 820°C während 10h, entsprechend Werkstoffkörper E', eine unerwünschte nadelige Phase nicht mehr auf, auch nicht wenn die Haltezeit erhöht und die Temperatur gesenkt wird, z.B. Stabilisierungsglühung bei 780°C/100h.

Ausgangskörper, deren Zusammensetzung innerhalb der oben angegebenen Grenzbereiche schwanken, und die nachfolgend der Lösungsglühbehandlung und vorgängig der Ausscheidungshärtung einer Stabilisierungsglühung bei einer Temperatur zwischen 775 und 835°C, insbesondere 820°C, während 5 bis 100 Stunden, vorzugsweise 10 bis 20 Stunden, unterworfen wurden, weisen somit ein extrem niedriges Risswachstum, eine Mindestdehnung ohne Risse von 2.5% beim CSR-Test, keine SAGBO-Risse und bei Raumtemperatur die nachfolgenden Eigenschaften auf:

Kennwert	Einheit	
Zugfestigkeit R_m	N/mm ²	≥ 1000
Streckgrenze R_{eH} oder 0.2% Dehngrenze $R_{p0.2}$	N/mm ²	≥ 750
Dehnung A_5	%	≥ 10
Querschnittreduktion Z	%	≥ 12
aufgenommene Schlagenergie	J	≥ 30

Selbstverständlich ist die Erfindung nicht auf die gezeigten und beschriebenen Ausführungsbeispiele beschränkt.

Patentansprüche

1. Wärmebehandlungsverfahren für Werkstoffkörper aus einer hochwarmfesten Eisen-Nickel-Superlegierungen vom Typ IN 706, dadurch gekennzeichnet, dass es folgende Schritte umfasst: Lösungsglühn bei ungefähr 965 bis

EP 0 839 923 A1

995°C während 5 bis 20 Stunden, Stabilisierungsglühen bei ungefähr 775 bis 835°C während 5 bis 100 Stunden, sowie Ausscheidungshärten bei 715 bis 745°C während 10 bis 50 Stunden und bei 595 bis 625°C während 10 bis 50 Stunden.

- 5 **2.** Wärmebehandlungsverfahren nach Anspruch 1,
dadurch gekennzeichnet,
dass die Stabilisierungsglühung während 10 bis 20 Stunden erfolgt.
- 10 **3.** Wärmebehandlungsverfahren nach Anspruch 1,
dadurch gekennzeichnet,
dass Stabilisierungsglühen bei ungefähr 820°C erfolgt.
- 15 **4.** Wärmebehandlungsverfahren nach Anspruch 1,
dadurch gekennzeichnet,
dass die Werkstoffkörper zwischen dem Lösungsglühen, und dem Stabilisierungsglühen sowie dem Stabilisie-
rungsglühen und dem Ausscheidungshärten mindestens auf 300°C abgekühlt werden.
- 20 **5.** Wärmebehandlungsverfahren nach Anspruch 4,
dadurch gekennzeichnet,
dass die Werkstoffkörper zwischen dem Lösungsglühen, und dem Stabilisierungsglühen mit Öl oder ähnlichem
abgekühlt werden.
- 25 **6.** Wärmebehandlungsverfahren nach Anspruch 4,
dadurch gekennzeichnet,
dass die Werkstoffkörper zwischen dem Stabilisierungsglühen und dem Ausscheidungshärten an Luft abgekühlt
werden.
- 30 **7.** Wärmebehandlungsverfahren nach Anspruch 1 oder 4,
dadurch gekennzeichnet,
dass die Werkstoffkörper zwischen dem Ausscheidungshärten bei 715 bis 745°C und dem Ausscheidungshärten
bei 595 bis 625°C mindestens auf 300°C abgekühlt werden.
- 35 **8.** Wärmebehandelter Werkstoffkörper aus einer hochwarmfesten Eisen-Nickel-Superlegierungen vom Typ IN 706,
dadurch gekennzeichnet,
dass er ein Risswachstum von unter 0.05 mm/h aufweist und / oder dass er eine Mindestdehnung von 2.5% ohne
Risse bei einer konstanten Dehnungs-Rate von 0.05%/h bei einer Temperatur von 600°C aufweist.
- 40 **9.** Wärmebehandelter Werkstoffkörper nach Anspruch 8,
dadurch gekennzeichnet,
dass er ein Risswachstum von unter 0.01 mm/h aufweist.

45

50

55

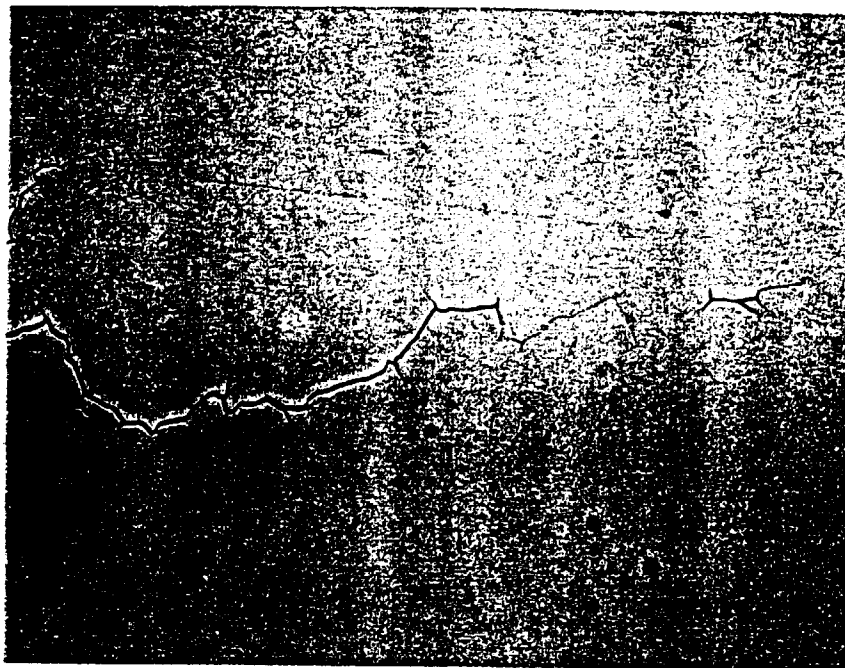


Fig. 1



Fig. 2

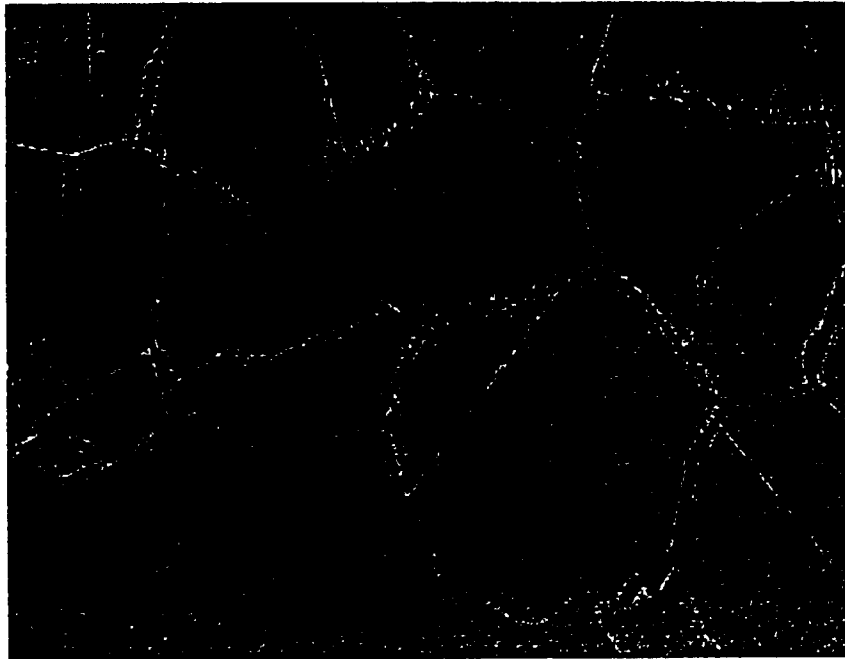


Fig. 3

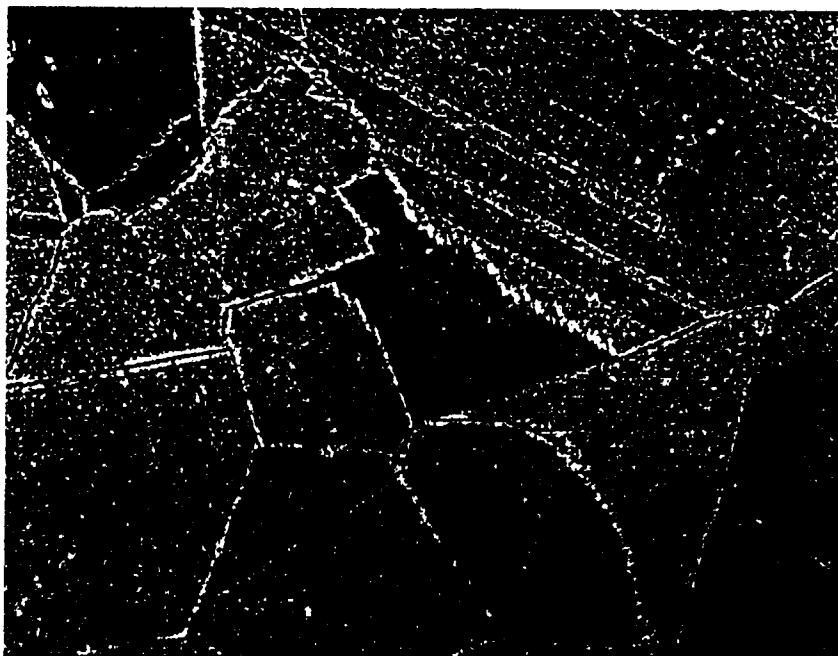


Fig. 4



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung
EP 97 81 0769

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cl.6)
P, X	EP 0 774 530 A (ASEA BROWN BOVERI) *Tabelle auf Seite 3* * Ansprüche 1-9 *	1-9	C22F1/10
D, A	MOLL J H ET AL: "HEAT TREATMENT OF 706 ALLOY FOR OPTIMUM 1200 F STRESS-RUPTURE PROPERTIES" METALLURGICAL TRANSACTIONS, Bd. 2, August 1971, Seiten 2153-2160, XP000615562		
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int.Cl.6)
			C22F
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort DEN HAAG		Abschlußdatum der Recherche 22. Januar 1998	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 Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus anderen Gründen angeführtes Dokument & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument			

EPO FORM 1503 03 82 (P04C03)