(19) Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11) **EP 1 444 065 B1**

(12) **EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT**

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:
09.01.2008 Patentblatt 2008/02

(21) Anmeldenummer: **02783083.5**

(22) Anmeldetag: **13.11.2002**

(51) Int Cl.:
B22D 27/00 *(2006.01)*

(86) Internationale Anmeldenummer:
PCT/EP2002/012668

(87) Internationale Veröffentlichungsnummer:
WO 2003/041896 (22.05.2003 Gazette 2003/21)

(54) **VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON LEGIERUNGS-INGOTS**

METHOD FOR PRODUCING ALLOY INGOTS

PROCEDE DE PRODUCTION D'ALLIAGES INTERMETALLIQUES (INGOTS)

(84) Benannte Vertragsstaaten:
DE FR GB IT

(30) Priorität: **16.11.2001 DE 10156336**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
11.08.2004 Patentblatt 2004/33

(73) Patentinhaber:
- **ALD Vacuum Technologies AG**
  63450 Hanau (DE)
- **GFE GESELLSCHAFT FÜR ELEKTROMETALLURGIE MBH**
  D-90431 Nürnberg (DE)
- **GKSS-Forschungszentrum Geesthacht GmbH**
  21502 Geesthacht (DE)

(72) Erfinder:
- **BLUM, Matthias**
  63654 Büdingen (DE)
- **JARCZYK, Georg**
  63538 Grosskrotzenburg (DE)
- **CHATTERJEE, Anita**
  90429 Nürnberg (DE)
- **FÜRWITT, Willy**
  90768 Fürth (DE)
- **GÜTHER, Volker**
  90559 Burgthann (DE)
- **CLEMENS, Helmut**
  8700 Leoben (AT)
- **DANKER, Heinz**
  21502 Geesthacht (DE)
- **GERLING, Rainer**
  21465 Reinbek (DE)
- **SASSE, Friedhelm**
  21447 Handorf (DE)
- **SCHIMANSKY, Frank-Peter**
  21502 Geesthacht (DE)

(74) Vertreter: **Hübner, Gerd et al**
Rau, Schneck & Hübner
Patentanwälte
Königstrasse 2
90402 Nürnberg (DE)

(56) Entgegenhaltungen:
EP-A- 0 477 784
DE-A- 4 102 101
DE-A- 19 852 747
WO-A-99/05330
DE-A- 19 650 856
US-A- 4 730 661

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).

EP 1 444 065 B1

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein neues schmelzmetallurgisches Verfahren zur kostengünstigen Herstellung von Blöcken aus metallischen und intermetallischen Legierungen (Ingots) mit hoher chemischer und struktureller Homogenität, insbesondere Ingots aus γ-TiAl.

[0002] Die intermetallischen Legierungen auf γ-TiAl-Basis haben im Jahr 2000 in den Bereichen Luft- und Raumfahrt sowie dem Automobilrennsport den Sprung vom Entwicklungslabor in die industrielle Anwendung vollzogen. Die vorteilhaften Hochtemperatureigenschaften in Kombination mit einem geringen Gewicht ermöglichen deren Einsatz in der Luft- und Raumfahrt. Die hohe Temperatur- und Korrosionsbeständigkeit macht den Werkstoff für schnell bewegliche Bauteile in Maschinen, z.B. für Ventile in Verbrennungsmotoren oder für Schaufeln in Gasturbinen interessant. Die Eigenschaften dieses Werkstoffs hängen dabei in einem bisher bei Strukturwerkstoffen nicht bekanntem Maße von der chemischen und strukturellen Homogenität ab. Demzufolge ist die Herstellung von entsprechend hochqualitativen Ingots technisch sehr anspruchsvoll und teuer. Homogene Ingots werden für verschiedene Prozeßrouten zur Herstellung weiterer Halbzeuge oder Bauteile aus TiAl als Ausgangsmaterial benötigt (vgl. H. Clemens und H. Kestler (2000), Advanced Engineering Materials 9, 551; Y.-W. Kim (1994), JOM 46 (7), 30 sowie P.A. Bartolotta und D.L. Krause (1999) in Gamma Titanium Aluminides, ed. Y.-W. Kim, D. M. Dimiduk and M.H. Loretto, (TMS Warrendale, PA, USA 1999); 3-10).

[0003] Die gegenwärtig verwendeten technischen Legierungen auf γ-TiAl Basis sind mehrphasig aufgebaut und enthalten neben dem geordneten tetragonalen γ-TiAl als Hauptphase das geordnete hexagonale α_2-Ti_3Al, typischerweise mit einem Anteil von 5-15 vol.-%. Refraktärmetalle als Legierungselemente können zur Ausbildung einer metastabilen krz-Phase führen, die entweder als β-Phase (ungeordnet) bzw. als B2-Phase (geordnet) auftritt. Diese Legierungszusätze verbessern die Oxidationsbeständigkeit und Kriechfestigkeit. Si, B und C dienen in geringen Mengen zur Festigkeitssteigerung des Gußgefüges (vgl. B. Inkson und H. Clemens (1999), MRS Symp. Proc. 552, KK3.12; S. Huang, E. Hall, D. Shuh (1991), ISIJ International 31 (10), 1100 und Y.-W. Kim und D.M. Dimiduk (1991), JOM 8, 40). Entsprechende C-Gehalte können zu Ausscheidungshärtung führen (vgl. V. Güther, A. Otto, H. Kestler und H. Clemens, (1999) in Gamma Titanium Aluminides, ed. Y.-W. Kim, D. M. Dimiduk and M.H. Loretto, (TMS Warrendale, PA, USA 1999), 225-230). Die Legierungselemente Cr, Mn und V erhöhen die Raumtemperaturduktilität des ansonsten sehr spröden TiAl. Die Legierungsentwicklung hat je nach Anwendungsprofil zu einer Reihe unterschiedlicher Legierungsvarianten geführt, die weiter unten noch ausführlicher beschrieben werden.

[0004] TiAl-Legierungen werden üblicherweise durch mehrfaches Umschmelzen im Vakuum-Lichtbogenofen (s. Figur 1) als Ingots hergestellt (VAR-Vacuum Arc Remelting). Dabei wird eine gepresste Elektrode, die alle Legierungsbestandteile enthält, unter Vergrößerung ihres Durchmessers abgeschmolzen. Eine grundsätzliche Problematik ergibt sich durch auftretende Inhomogenitäten in der Legierungszusammensetzung von γ-TiAl Ingots. Ein Vergleich des Al-Gehalts in zweifach und dreifach umgeschmolzenem γ-TiAl Ingotmaterial zeigt, daß noch in zweifach umgeschmolzenem γ-TiAl Ingot lokale Schwankungen des Al-Gehaltes von $\pm$ 2 at.% beobachtet werden (s. Figur 2). Zur Einstellung einer ausreichenden Legierungshomogenität ist ein dreifaches Umschmelzen in der VAR Anlage notwendig (vgl. V. Güther, A. Otto, H. Kestler und H. Clemens, (1999) in Gamma Titanium Aluminides, ed. Y.-W. Kim, D. M. Dimiduk and M.H. Loretto, (TMS Warrendale, PA, USA 1999), 225-230; V. Güther, Properties, processing and applications of γ-TiAl, Proc. 9th Ti World Conference, 08-11.06.1999, St. Petersburg und V. Güther, H. Kestler, H. Clemens und R. Gerling, Recent Improvements in γ-TiAl Ingot Metallurgy, Proc. Of the Aeromat 2000 Conference and Exibition, (Seattle, WA, June 2000).

[0005] Im Gegensatz zu Titanlegierungen (Ingotdurchmesser bis 1,5 m) sind die verarbeitbaren Durchmesser bei γ-TiAl aufgrund der limitierten Umformbarkeit auf deutlich kleinere Werte begrenzt. Gegenwärtig werden vom Markt sogar hauptsächlich Ingots mit lediglich ca. 200 mm Durchmesser angefragt.

[0006] Pro Schmelze findet unter Anwendung der VAR-Technik eine Durchmesservergrößerung von ca. 40 mm statt. Das bedeutet für einen Enddurchmesser von ca. 200 mm, daß von Preßelektroden mit maximal ca. 60 mm Durchmesser ausgegangen werden muß, deren Porosität bei ca. 40 % liegt. Der kleine Durchmesser limitiert die Festigkeit der Preßelektrode und damit die mögliche einsetzbare Länge auf ca. 1,5 m (entspricht einer Gesamtmasse von ca. 18 kg). Je kleiner die Durchmesser der ersten Preßelektrode sind, um so höher sind die Herstellungskosten, da pro Schmelzzyklus weniger Material erschmolzen werden kann. Für einen dreifach geschmolzenen VAR-Ingot mit einem Durchmesser von 180 mm und einer Länge von 1000 mm sind -entsprechend einer industriellen Ausgestaltung- gemäß dem Stand der Technik -insgesamt 10 Einzelschmelzen erforderlich (6 Erstschmelzen, 3 Zweitschmelzen, 1 Drittschmelze), die einen hohen Kostenaufwand verursachen. Der Materialverlust (Lunker, etc.) pro Ingot beträgt derzeit 35%. Zudem bietet das herkömmliche Herstellungsverfahren keine Flexibilität in der Wahl des Ingot-Durchmessers.

[0007] Alternative Herstellungsmöglichkeiten für Titanlegierungsingots sind das Elektronenstrahlschmelzen im Kalten Herd sowie das Plasmaschmelzen (PACHM = Plasma Arc Cold Hearth Melting). Während das Elektronenstrahlschmelzen (s. Figur 3 oben) nur für reines unlegiertes Titan industrielle Anwendung gefunden hat, wird das PACHM-Verfahren (s. Figur 3, unten) zur Herstellung von Titanlegierungen und auch γ-TiAl-Ingots eingestetzt. Hier wird das Ausgangsmaterial im kalten Tiegel durch einen Plasmabrenner aufgeschmolzen und die flüssige Schmelze über ein mit Plasmabrennern befeuertes Rinnensystem einem ebenfalls Plasma-beheizten Strangabzug zugeführt. Dieses Verfahren

hat bislang zu unzureichender Legierungshomogenität geführt, was auf die Grenzen des Verfahrens zurückgeführt werden kann (vgl. W. Porter, Proceedings of 3rd Int. Symp. Structural Intermetallics, ed. K.J. Hemker et.al., TMS Warrendale 2001, S. 201). Auch das zusätzliche Anbringen einer Induktionsspule zur besseren Homogenisierung der Schmelze im Plasma-beheizten Strangabzug führte nicht zum gewünschten Erfolg (vgl. M. Loretto, Titanium 95, Science and Technologies; A.L. Dowson et. al., in Gamma Titanium Aluminides (1995), ed. Y-W Kim. R. Wagner and M. Yamaguchi (TMS Warrendale, PA, USA 1995), 46-474; M. Volas, Industrial initiatives in wrought orthorhombic and gamma TiAl mill products; Proc. of the Aeromat 2000 Conference and Exibition, Seattle, WA, June 2000).

[0008] Darüber hinaus ist die Herstellung von γ-TiAl Basislegierungen mittels Kokillenguß aus einem Kaltwand-Induktions- bzw. Plasmaofen oder mittels Inertgas Verdüsung aus einem Kaltwandtiegel zu γ-TiAl-Pulver und pulvermetallurgischer Weiterverarbeitung technisch realisiert. Diese Alternativen führten bislang zu einer unzureichenden Mikrostruktur (Porosität beim Kokillenguß) bzw. zu hohen Kosten (Pulvermetallurgie).

[0009] Stellvertretend für den Stand der VAR-Technik wird auf die US-Patentschriften 5 846 351, 5 823 243, 5 746 846 und 5 492 574 verwiesen.

[0010] Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung besteht darin, ein Verfahren zur reproduzierbaren Herstellung von γ-TiAl Ingots hoher chemischer Homogenität und geringer Porosität zur Verfügung zu stellen, welches einfacher und kostengünstiger durchgeführt werden kann als das oben beschriebene VAR-Verfahren, bei welchem zahlreiche Schmelzschritte notwendig sind, um die gewünschte hohe Homogenität und geringe Porosität zu erreichen. Darüber hinaus soll das Verfahren die Möglichkeit bieten, die Dimensionen der Legierungs-Ingots unter Umgehung der oben beschriebenen Beschränkungen des VAR-Verfahrens im technisch sinnvollen Bereich beliebig einzustellen.

[0011] Gelöst wird diese Aufgabe durch ein Verfahren zur Herstellung von metallischen und intermetallischen Legierungs-Ingots laut Kennzeichnugsteil von Anspruch 1 durch kontinuierlichen und quasi-kontinuierlichen Strangabzug aus einem Kaltwand-Induktionstiegel, indem das Legierungsmaterial in schmelzflüssigem und vorhomogenisiertem Zustand kontinuierlich oder quasi-kontinuierlich einem Kaltwand-Induktionstiegel zugeführt wird (siehe Figur 4). Das Stranggußverfahren zur Herstellung von metallischen und intermetallischen Legierungs-Ingots hoher Homogenität und geringer Porosität ist dabei in einer ersten erfindungsgemäßen Alternative durch die folgenden chronologisch aufgeführten Schritte gekennzeichnet:

(i) Herstellung von Elektroden durch übliches Vermischen und Verpressen der ausgewählten Ausgangsstoffe,
(ii) Mindestens einmaliges Umschmelzen der in Stufe (i) erhaltenen Elektroden durch ein übliches schmelzmetallurgisches Verfahren,
(iii) Induktives Abschmelzen der in Stufe (ii) erhaltenen Elektroden in einer Hochfrequenzspule,
(iv) Homogenisieren der in Stufe (iii) erhaltenen Schmelze in einem Kaltwand-Induktionstiegel, und
(v) Abziehen der Schmelze unter Kühlung aus dem Kaltwand-Induktionstiegel von Stufe (iv) in Form von erstarrten Blöcken mit frei einstellbaren Dimensionen.

[0012] Alternativ ist im Patentanspruch 1 auch die nachstehende Abfolge des Stranggußverfahrens zur Herstellung von metallischen und intermetallischen Legierungs-Ingots hoher Homogenität, geringer Porosität angegeben (siehe Figur 5):

(i) Herstellung von Elektroden durch übliches Vermischen und Verpressen der ausgewählten Ausgangsstoffe,
(ii) Mindestens einmaliges Umschmelzen der in Stufe (i) erhaltenen Elektroden durch ein übliches schmelzmetallurgisches Verfahren,
(iii) Erzeugung eines vorhomogenisierten, schmelzflüssigen Materials aus dem in Stufe (ii) erhaltenen Elektrodenmaterial durch Abschmelzen in einem Plasmaofen mit kaltem Tiegel,
(iv) Homogenisieren der in Stufe (iii) erhaltenen Schmelze in einem KaltwandInduktionstiegel, und
(v) Abziehen der unter Kühlung erstarrten Schmelze aus dem Kaltwand-Induktionstiegel von Stufe (iv) in Form von zylindrischen Blöcken mit frei einstellbaren Durchmessern und Längen.

[0013] Das Verfahren wird vorzugsweise zur Herstellung von intermetallischen Legierungs-Ingots auf γ-TiAl Basis verwendet, wobei sich die Legierungen allgemein durch die folgende Summenformel beschreiben lassen:

$$Ti_xAl_y(Cr,Mn,V)_u(Zr,Cu,Nb,Ta,Mo,W,Ni)_v(Si,B,C,Y)_w$$

[0014] Die Konzentrationen der Legierungsbestandteile liegen üblicherweise innerhalb der folgenden Grenzen (angegeben in at.%):

X = 100-y-u-v-w
y = 40 bis 48, vorzugsweise 44 bis 48

u = 0,5 bis 5
v = 0,1 bis 10 und
w = 0,05 bis 1.

[0015] Das induktive Abschmelzen der Elektroden in Stufe (iii) erfolgt in einem Hochfrequenzfeld mit einer Frequenz von vorzugsweise 70 bis 300 kHz, insbesondere 70 bis 200 kHz und vorzugsweise bei Temperaturen von 1400°C bis 1700°C, insbesondere 1400°C bis 1600°C um ein gleichmäßiges Abtropfen zu erzielen, wird die Elektrode rotiert, wobei eine Geschwindigkeit von 4 UpM bevorzugt wird. Die Absenkgeschwindigkeit der Elektrode ist von 0 bis 200 mm/min kontinuierlich variierbar.

[0016] Das Verfahren wird im Falle des induktiven Abschmelzens vorzugsweise quasi-kontinuierlich durchgeführt, indem eine oder mehrere Elektroden quasi-kontinuierlich nachgeführt werden, während gleichzeitig ein Block aus dem Kaltwandinduktionstiegel abgezogen wird.

[0017] Die Homogenisierung der Schmelze im Kaltwandinduktionstiegel in Stufe (iv) erfolgt vorzugsweise bei einer Überhitzung von 10 bis 100 K, vorzugsweise von 40 bis 60 K. Dies entspricht Temperaturen von 1400 °C bis 1750°C, vorzugsweise 1450°C bis 1700°C, je nach Legierungszusammensetzung. Der Frequenzbereich der Spule liegt bei 4 bis 20 kHz, vorzugsweise 4 bis 12 kHz.

[0018] Die Kühlung der Schmelze beim Abziehen der Blöcke in Stufe (v) erfolgt vorzugsweise mit Hilfe von wassergekühlten Kupfersegmenten, und die Durchmesser der Blöcke liegen vorzugsweise in einem Bereich von 40 bis 350 mm, besonders bevorzugt 140 bis 220 mm.

[0019] Die Abzugsgeschwindigkeiten sind zwischen 5 bis 10 mm/min einstellbar. Dabei muß die Abzugsrate auf die Abtropfrate (Stufe iii) abgestimmt sein. Diese kann bei ca. 50 kg/h liegen.

[0020] Durch das vorliegende erfindungsgemäße Verfahren ist es möglich, neue intermetallische Legierungs-Ingots auf γ-TiAl-Basis herzustellen, die sich durch eine neue Kombination von Dimensionsabmessungen einerseits und Homogenität andererseits auszeichnen, wie sie nachfolgend characterisiert sind :

(a) ein Verhältnis von Länge zu Durchmesser von >12,
(b) eine Homogenität, bezogen auf lokale Schwankungen des Aluminiums und Titans von < t 0,5 at.%: weitere metallische Legierungsbestandteile: $\pm$ 0,2 at.%; nichtmetallische Legierungszusätze (Bor, Kohlenstoff, Silizium) $\pm$ 0,05 at.%.

[0021] Das Kernstück des erfindungsgemäßen Verfahrens besteht in der kontinuierlichen oder quasi-kontinuierlichen Zufuhrung einer vorhomogenisierten Schmelze des Legierungsmaterials in einen Kaltwand-Induktionstiegel (KIT). Im Rahmen der vorliegenden Erfindung wurde überraschenderweise festgestellt, daß es beim Aufschmelzen des zur Herstellung von metallischen und intermetallischen Legierungs-Ingots dienenden Elektrodenmaterials zu einer beträchtlichen Homogenisierung des Materials kommt, so daß ein einzelner anschließender Homogenisierungsschritt im Kaltwand-Induktionstiegel ausreicht, um mittels dieser beiden Schritte eine weitestgehende Homogenisierung zu erreichen, wie sie beim VAR-Verfahren vergleichsweise nur mit sehr vielen Umschmelzstufen erreicht werden kann. Das erfindungsgemäße Verfahren ist damit im Vergleich zu dem bislang verwendeten VAR-Verfahren wesentlich einfacher und kostengünstiger.

[0022] Damit verliert der KIT auch seine dem Stand der Technik entsprechende Hauptfunktion, nämlich das Aufschmelzen von Material, das stets im festen Aggregatzustand in den KIT chargiert wird. Es ist ein wesentlicher Vorteil des erfindungsgemäßen Verfahrens, dass die während des Aufschmelzens von festen, mehrphasig aufgebauten Legierungen im KIT stets beobachteten Seigerungserscheinungen als Ursache für Inhomogenitäten des Endmaterials nicht auftreten, da das Material bereits im flüssigen Zustand in den KIT getangt.

[0023] Als weiterer Vorteil zeigt sich, dass der für eine Homogenisierung der bereits schmelzflüssigen Legierung vorteilhafte Frequenzbereich der Induktionsspule höher liegt als der für das Aufschmelzen einer festen Legierung vorteilhafte Frequenzbereich. Überraschenderweise kann dadurch die Randporosität des aus der erstarrenden Schmelze im KIT abgezogenen Blockes maßgeblich verringert und damit die Blockqualität erhöht werden.

[0024] Ein besonderer Vorteil des erfindungsgemäßen Verfahrens besteht darin, daß durch die im technisch sinnvollen Rahmen frei wählbaren Dimensionen des Kaltwandinduktionstiegels alle erforderlichen Dimensionen der Legierungs-Ingots realisiert werden können, was durch die VAR-Technologie nicht gewährleistet ist.

[0025] Das Verfahren wird vorzugsweise im Vakuum oder unter Schutzgas ausgeführt, und nicht verunreinigte Produktionsabfälle können in das Verfahren zurückgeführt werden. Der Materialverlust beträgt entsprechend einer erfindungsgemäßen technischen Ausgestaltung noch 12 % im Vergleich zu 35 % mit der herkömmlichen VAR-Technologie.

[0026] Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren ist eine Realisierung von lokalen (makroskopischen) Schwankungen der Hauptlegierungselemente Aluminium und Titan von < $\pm$ 0,5 at.%; weitere metallische Legierungsbestandteile : $\pm$ 0,2 at.%; festigkeitssteigernde Elemente (Bor, Kohlenstoff, Silizium): $\pm$ 0,05 at.%; über den gesamten Ingot hinweg möglich.

[0027] Als erfindungsgemäß werden auch neuartige Kombinationen aus an sich bekannten, dem Stand der Technik entsprechenden Teilverfahren angesehen, die eine kontinuierliche oder quasi-kontinuierliche Zufuhr von flüssigem, vorhomogenisiertem Material in einen Kaltwand-Induktionstiegel zum Zweck des kontinuierlichen oder quasi-kontinuierlichen Strangabzugs aus dem KIT gewährleisten.

[0028] Insbesondere betrifft dies die Kombination aus einer induktiv beheizten Abschmelzeinrichtung für Legierungsstäbe bzw. Legierungselektroden (induktives Abtropfschmelzen) einen KIT mit einer Strangabzugseinrichtung und die Kombination eines Plasma-Kaltwand-Ofens mit befeuertem Rinnensystem, eines als Skull ausgebildeten überlaufs mit besagtem KIT und besagter Strangabzugseinrichtung. Beide erfindungsgemäßen Verfahrenskombinationen werden anhand von Ausgestaltungs-Beispielen weiter unten ausführlich beschrieben.

[0029] Wichtige Teilschritte dieser erfindungsgemäßen Verfahrenskombinationen, wie das induktive Abschmelzen von Elektroden, das PACHM-Verfahren, das Erschmelzen von Legierungen im Kaltwand-Induktionstiegel und der Blockabzug von Legierungen aus keramischen sowie Kaltwand-Induktionstiegeln sind unter deutlich verschiedenen Randbedingungen, Zielen und Materialien bekannt und bereits zum Einsatz gekommen.

[0030] Das induktive Schmelzen von Metallen ist beispielsweise in den US-Patentschriften 4 923 508, 5 003 551 und 5 014 769 beschrieben. Darüber hinaus ist das induktive Abschmelzen von Elektroden auch im Zusammenhang mit der Herstellung von Titanlegierungspulver durch das sogenannte EIGA (Electrode Induction Melting Gas Atomization)-Verfahren beschrieben worden (vgl. DE-A-41 02 101, DE-A-196 31 582). Bei diesem Verfahren taucht eine Legierungselektrode in eine gegen Überschläge mit Keramik isolierte HF-Spule. Die Elektrode wird -wie im vorliegenden Fall- durch einen Oberftächenschmetzprozeß komplett aufgeschmolzen. Die Weiterverarbeitung der Schmelze erfolgt in einer Gasdüse, in der die Tropfen zerstäubt werden. Dieses Verfahren dient ausschließlich zur Pulverherstellung und nicht zur Herstellung von Ingots. In der vorliegenden Beschreibung wird die Schmelze im KIT einer weiteren Homogenisierung unterzogen, bevor der Blockabzug (Ingotherstellung) erfolgt.

[0031] Bezüglich des Standes der Technik zum Aufschmelzen von Materialien im Kaltwandinduktionstiegel sei auf die beiden US-Pantentschriften 5 892 790 und 6 144 690 verwiesen. Beide Patente befassen sich allerdings nicht mit der Ingotherstellung. Anders verhält es sich mit den Patentschriften DE-A- 198 52 747 und DE-A- 196 50 856. Der entscheidende Unterschied zwischen der Patentschriften DE-A- 198 52 747 sowie DE-A- 196 50 856 und der vorliegenden Erfindung liegt in der Materialzufuhr. Während in dem vorliegenden Fall dem KIT vorhomogenisiertes, schmelzflüssiges Material zugeführt wird, wird der KIT in dem angegebenen Patent mit Feststoff bestückt. Das bedeutet, dass im vorliegenden Fall der Energieeintrag im KIT ausschließlich zur weiteren Homogenisierung und zum Flüssighalten des Materials dient, während in der angegebenen Patentschrift das Aufschmelzen, das Homogenisieren und der Erstarrungsvorgang am selben Ort -dem KIT- stattfinden. Dies erhöht die Wahrscheinlichkeit des Auftretens von Seigerungen.

[0032] Der Blockabzug ist gleichfalls aus dem Stand der Technik bekannt, insbesondere aus dem keramischen Tiegel. Die mit diesem Stand der Technik befassten Patente betreffen überwiegend den Blockabzug von Buntmetallen (Cu, Messing). Die oben aufgeführten Patente DE-A- 198 52 747 und DE-A- 196 50 856 umfassen jedoch den Blockabzug aus dem Kaltwandinduktionstiegel, allerdings wird dem KIT, aus dem der Blockabzug stattfindet, das Material als Feststoff zugeführt und nicht als vorhomogensiertes, schmelzflüssiges Material. Dieser Sachverhalt kann -wie oben beschrieben- zu Homogenitätsunterschieden in dem als Block abgezogenen Material führen.

[0033] Die Herstellung der Elektroden erfolgt vorzugsweise durch Pressen und/oder Sintern pulverförmiger oder granulatförmigen Legierungskomponenten (vgl. DE-A-196 31 582 bis -584, DE-A-198 52 747).

[0034] Die Zeichnungen zeigen

Fig. 1 den VAR-Prozeß für mehrfach umgeschmolzene γ-TiAl Ingots: (1) Elektrodenvorschub, (2) Ofenkammer, (3) luftgekühlte Stromversorgung, (4) Sammelschiene für Kabel, (5) Elektrodenführung, (6) Tiegel mit Wassermantel, (7) Teil der Vakuumeinrichtung, (8) XY_Anpassung, (9) Druckmeßdose,

Fig. 2 Abweichungen des Al-Gehaltes in Längsrichtung des Ingots nach zweifachem (schwarze Symbole) und dreifachem (graue Symbole) VAR-Umschmelzvorgang,

Fig. 3 Schematische Darstellung des Kalt-Wand-Elektronenstrahl-Schmelzens (oben) und des Kalt-Wand-Plasma-Schmelzens (unten)

Fig. 4 das erfindungsgemäße Verfahren (Beispiel 1) zur Fertigung chemisch homogener γ-TiAl Blöcke mit variablen Dimensionen: (1) rotierende Elektrode, (2) induktive HF-Spule, (3) Kaltwand-Induktionstiegel und (4) Kühlvorrichtung und Blockabzug,

Fig. 5 das erfindungsgemäße Verfahren (Beispiel 2) zur Fertigung chemisch homogener γ-TiAl Blöcke mit variablen Dimensionen: (1) Chargierrampe, (2) Plasmabrenner, (3) Kalter Herd, (4) Kaltwand-Induktionstiegel (KIT) und (5) Kühlvorrichtung und (6) Blockabzug.

[0035] Zusammenfassend handelt es sich bei dem erfindungsgemäßen Verfahren um eine schmelzmetallurgische Technologie zur Herstellung chemisch und strukturell homogener Legierungs-Ingots, insbesondere von γ-TiAl-Blöcken als Ingot-Material für die Umformroute oder für Remelter-Stocks für die Gußroute. Die Technologie umfaßt die Kombination aus:

- der Herstellung von vorhomogenisiertem, schmelzflüssigem Material mit Hilfe des induktiven Abschmelzens in einer HF-Spule oder dem PACHM-Verfahren. In beiden Fällen enthält das Ausgangsmaterial die Summe aller Legierungsbestandteile, die aber nur unzureichend homogen verteilt sind,
- der Zufuhr von schmelzflüssigem Material in einen Kaltwand-Induktionstiegel
- der weiteren Homogenisierung des flüssigen (abgeschmolzenen) Materials im Kaltwand-Induktions-Tiegels (KIT), und
- dem vorzugsweise kontinuierlichen Blockabzug aus dem KIT.

[0036] Die einzelnen Verfahrensschritte sollen nachfolgend noch einmal ausführlich beschrieben werden.

[0037] Zunächst erfolgt die Herstellung der Elektroden. Mit Hilfe eines üblichen schmelzmetallurgischen Verfahrens, zum Beispiel mittels der VAR-Technologie, werden gepreßte Elektroden, die alle Legierungsbestandteile (Ti-Schwamm, Al-Granalien, Vorlegierungsgranalien) enthalten, unter Vergrößerung des Durchmessers auf Stäbe mit einem Durchmesser von beispielsweise 150 mm abgeschmolzen. Es handelt sich dabei um Stäbe, die über eine geringe chemische Homogenität und eine gewisse Porosität verfügen. Diese dienen als Elektroden für den nachfolgenden Strangabzug.

[0038] Der erste technologische Schritt läßt sich über zwei alternative Wege -dem induktiven Abschmelzen bzw. dem PACHM-Verfahren darstellen. Beide Verfahren haben die Herstellung eines vorhomogenisierten, schmelzflüssigen Materials zum Ziel.

Bei dem induktiven Abschmelzen wird die nach einem üblichen Verfahren erschmolzene Elektrode mit Hilfe einer HF-Spule (gemäß EIGA-Verfahren, siehe DE-A-41 02 101, DE-A- 196 31 582) in einen KIT induktiv abgeschmolzen. Das System SpulelAbtropfmaterial und die Form der Spule stehen in enger Wechselwirkung. Gemäß den Mindestanforderungen an Abschmelzraten und Blockdurchmesser beträgt der Frequenzbereich am Außenschwingkreis 70 bis 300 kHz. Beim Einsatz von hochfrequenten Induktionsfeldern ist in der Abschmelzelektrode mit dem Auftreten eines ausgeprägten Skineffektes zu rechnen. Dieser Effekt, in Kombination mit der relativ geringen Wärmeleitfähigkeit der Titanaluminide führt in der Randschicht zu lokalen Überhitzungen und in der Folge zu quantitativ nicht erfaßbaren Aluminiumabdampfungen. Da der ausgeprägte Stromfluß im Skinlayer ein Wesensmerkmal der hochfrequenten Wechselstromfelder darstellt und somit nicht vermeidbar ist, besteht die einzige Möglichkeit zur Reduzierung der Aluminiumabdampfungen in einer Verkürzung der Verweilzeit des Materials im elektromagnetischen Feld. Durch gleichmäßiges Vorheizen der Abtropfelektrode, mittels induktiver Erwärmung (Mittelfrequenz ca. 500 Hz bis 4 kHz) auf Temperaturen unterhalb des Schmelzpunktes der Legierung, wird die im Feld zum Schmelzen notwendige Energie bzw. Leistung um den Betrag der bereits eingebrachten Energie reduziert. Damit verkürzt sich für ein einzelnes Volumerielement und in der Summe für die gesamte Abtropfelektrode entweder die Verweilzeit im Wechselstromfeld und daraus resultierend erhöht sich die Abschmelzleistung, oder aber es kann insgesamt mit geringeren Leistungen in der HF-Spule gefahren werden. Aus den dargelegten Forderungen und Folgerungen ergibt sich, daß die Auslegung bzw. Leistungsdimensionierung des Außenschwingkreises und der HF-Frequenz nur im engen Wechselspiel mit der Auslegung der Elektrodenvorheizung sinnvoll ist. Die Vorschubgeschwindigkeiten für die Elektroden sollen in einem solchen Bereich regelbar sein, daß für Elektrodendurchmesser von 150 mm Abtropfgeschwindigkeiten entsprechend der Massenflußraten von mindestens 50 kg/h gefahren werden können.

[0039] Bei Anwendung des PACHM-Verfahrens wird der Schmelzprozess durch Plasmabrenner realisiert. Die Plasmabrenner erfüllen zwei Funktionen: das Erschmelzen des Ausgangsmaterials und das Erhalten konstanter Umgebungsbedingungen während des Blockabzugs. Ausgangsmaterial, in Form von mechanisch zerkleinerten vorlegierten Compacts, wird sukzessive über eine hydraulische Rampe in die Schmelzkammer nachchargiert. In dem wassergekühlten Kaltwandtiegel aus Kupfer wird das Material schließlich mit Hilfe der Plasmabrenner aufgeschmolzen. Der Kaltwandtiegel ("Kalter Herd") dient als "Beseitigungsinstrument" von unerwünschten hochdichten (Wannenboden) und niederdichten Einschlüssen (aufschwimmende Schlacke) der Schmelze und als "Reservoir" für die Versorgung des Systems Tiegel-Blockabzug mit geschmolzenem Material. Die Stromstärke der Plasmabrenner über dem kalten Herd liegen zwischen 275-550 A, können aber je nach Art und Anzahl der verwendeten Plasmabrenner variieren.

[0040] Im nächsten Schritt wird die Schmelze dem Kaltwand-Induktionstiegel zugeführt. In dem mit einem mit beweglichem Boden ausgestatteten KIT wird durch die Rührwirkung des elektromagnetischen Feldes die Homogenität der Schmelze in einem größeren, weitgehend konstant gehaltenem schmelzflüssigen Volumen weiter verbessert. Die Verweilzeit der Schmelze im Tiegel beträgt etwa 20 min bis 45 min. Das Skull-Schmelzen im Kaltwandinduktionstiegel (KIT) ist eine seit Jahren industriell etablierte Technik. Dabei wird durch elektromagnetische Induktion in einem wassergekühlten Kupfertiegel ein Feld erzeugt, das zur Erwärmung bzw. Schmelzen der Materialien genutzt wird. Gleichzeitig drücken die auftretenden Lorenzkräfte das Schmelzmaterial teilweise von den Tiegelwänden ab und etablieren eine

Umlaufströmung in der Schmelze, die in der Konsequenz zu einer guten Durchmischung der Schmelzphase führt. Im Bereich des Tiegelbodens und im unteren Teil der Tiegelwand kommt es, bedingt durch die Form des elektromagnetischen Feldes zur Ausbildung einer arteigenen festen Randschale (Skull). Dieser Skull, in Kombination mit der durch die Lorentzkräfte erzeugten freien Oberfläche, verhindert den direkten Kontakt des Schmelzmaterials mit dem Tiegel, so daß für die gesamte Schmelzphase die Kontaminationsgefahr beseitigt und die Anlagensicherheit gewährleistet sind.

[0041] Die kontinuierliche Speisung des KIT's mit Schmelzgut wird im Falle des induktiven Abschmelzens durch das angeschlossene Elektrodenmagazin ermöglicht, das mehrere Elektroden gleichzeitig aufnehmen kann, die dann nacheinander abgeschmolzen werden. Im Falle des PACHM-Verfahrens erfolgt das Nachchargieren von mechanisch zerkleinerten vorlegiertem Material über eine hydraulische Rampe.

Der Bodenskull, der in seiner Dicke und seinem Habitus direkt von der Form des Induktionsfeldes abhängt, bietet den Ansatzpunkt für eine mögliche Halbzeugherstellung. Wenn nämlich während des Prozesses der Boden abgesenkt wird, reagiert das System in der Weise, daß sich ein neuer Gleichgewichtszustand ausbildet und somit auf den alten Bodenskull eine neue Schicht aufwächst. Die kontinuierliche Absenkung des Bodens führt damit zu einem System sich ständig anpassender Gleichgewichtszustände und in Folge zu einer nahezu kontinuierlich aufwachsenden Bodenschicht. Da die Grundfläche des Bodenskulls über den Tiegelboden festgelegt ist, führt das Aufwachsen neuer Schichten in der Konsequenz zur Entstehung eines Halbzeugs (Block). Allerdings bedingt der ständige Masseaustrag aus dem KIT auch die Zufuhr des neuen schmelzflüssigen Materials.

[0042] Die Kühlung der Schmelze beim Abziehen der Blöcke erfolgt vorzugsweise mit Hilfe von wassergekühlten Cu-Segmenten.

[0043] Durch den Blockabzug aus dem KIT wird ein chemisch homogener und weitestgehend porenfreier Ingot hergestellt. Bei diesem Verfahren ist der Durchmesser des KIT in großen Bereichen frei wählbar, so daß eine variable Wahl im Ingotdurchmesser besteht. Die Abzugsgeschwindigkeiten können dabei vorzugsweise in einem Bereich von 0 bis 50 mm/min liegen.

[0044] Die erfindungsgemäß hergestellten Produkte können zu verschiedenen Zwecken eingesetzt werden. In erster Linie werden aus ihnen in einem ersten Umformschritt (Strangpressen) Halbzeuge gefertigt, die zur Weiterverarbeitung in der Umformroute (Schmieden, Walzen) eingesetzt werden. Zur Herstellung von Bauteilen auf γ-TiAl-Basis über die Umformroute werden Ingots hoher struktureller und chemischer Qualität benötigt. Bei den Bauteilen handelt es sich zum Beispiel um Ventile und Turbinenschaufeln, die über ein ausgezeichnetes Eigenschaftsprofil verfügen und den höchsten Anforderungsbedingungen standhalten müssen.

[0045] Des weiteren können die erfindungsgemäßen Produkte auch als Remelter-Stocks zur Fertigung von Gußrohlingen über den Feinguß oder Schleuderguß dienen. Remelter-Stocks werden als Ausgangsmaterial für die Feinguß- und Schleudergußroute benötigt. Die chemische und strukturelle Qualität steht hier nicht im Vordergrund, da das Material -im Gegensatz zu den Ingots- nochmals erschmolzen wird. Deshalb kann bei dem erfindungsgemäßen Verfahren auf die Stufe (ii) verzichtet und die gepreßten Elektroden unmittelbar induktiv abgeschmolzen werden bzw. vorgemischte Compacts über das PACHM-Verfahren erschmolzen werden. Die Feingußroute dient zur Herstellung von Bauteilen mit anspruchsvollem Design und komplexen Anforderungsprofilen. Als Beispiel sei hier der bereits kommerzialisierte Turbolader auf Basis von γ-TiAl genannt. Beim Schleuderguß handelt es sich um ein kostengünstiges Verfahren zur Herstellung von Massenbauteilen (z.B. Ventilen) mit einfachem Design und Anforderungsprofilen. Die Herstellung von Remelter-Stocks über das erfindungsgemäße Verfahren führt zu Produkten, die deutlich homogener sind als die entsprechenden Produkte des Standes der Technik, und können durch den Blockabzug in einer beliebigen zylindrischen Dimension hergestellt werden, während man bei dem bislang angewandten Verfahren auf die Abmessungen der vorhandenen Kokille angewiesen war. Durch das erfindungsgemäße Verfahren ist es möglich, den Durchmesser und die Länge der Remelter-Stocks frei zu wählen und damit unmittelbar jeden Kundenwunsch auf einfache Weise berücksichtigen zu können.

[0046] Die nachfolgenden Beispiele zur konkreten Ausgestaltung der Erfindung dienen zur besseren Erläuterung.

Beispiel 1 (s. Fig. 4):

[0047] Das Beispiel erläutert die Herstellung eines Stranggussblockes aus einer γ-TiAl-Legierung mit der Zusammensetzung Ti -46,5Al -4(Cr,Nb,Ta,B) (Angaben in at.-%) mit einem Durchmesser von 180 mm und einer Länge von 2.600 mm.

[0048] Der erste Schritt besteht in der Herstellung von 4 einfach VAR-geschmolzenen Elektroden mit einem Durchmesser von 150 mm und einer Länge von 1.000 mm aus Presselektroden, die alle Legierungsbestandteile in Form von Ti-Schwamm, Al-Granalien und geeigneten Vorlegierungen für Cr, Nb, Ta und B enthalten. Die noch nicht homogenen Stäbe dienen als Elektroden für die Herstellung von vorhomogenisiertem, schmelzflüssigem Material über das induktive Abschmelzen in einer HF-Spule. Die Elektroden sind am Fußpunkt kegelförmig ausgestaltet, wobei der Anstellungswinkel etwa 45° beträgt.

[0049] Beim induktiven Abschmelzen wird eine Elektrode aus dem alle 4 Elektroden fassenden Magazin der ebenfalls

kegelförmig ausgebildeten HF-Abschmelzspule zugeführt und induktiv in einen Kaltwand-Induktionstiegel abgeschmolzen. Die Schmelze entsteht an der gesamten Kegeloberfläche und läuft an der Kegelspitze zu einem Schmelzstrahl, in dem das Material vorhomogenisiert wird, zusammen. Die Schmelze gelangt unter Nutzung der Schwerkraft in den sich unter der Abschmelzspule befindlichen Kaltwand-Induktionstiegel. Die Frequenz am Außenschwingkreis der Abschmelzspule beträgt 80,6 kHz. Durch gleichmäßiges Vorheizen der Abtropfelektrode mittels induktiver Erwärmung (Mittelfrequenz etwa 500 Hz bis 1 kHz) über eine oberhalb der Abschmelzspule angebrachte Hilfsspule auf Temperaturen unterhalb des Schmelzpunkts der Legierung (ca. 1300°C) wird eine erhöhte Schmelzleistung von über 50 kg / h erreicht. Die Elektrode wird mit einer Geschwindigkeit von 4 Upm gedreht; die Absenkgeschwindigkeit beträgt ca. 12 mm/min.

[0050] Das vorhomogenisierte, schmelzflüssige Material fällt in einen Kaltwand-Induktionstiegel mit einem nach unten abziehbaren Boden. Der Durchmesser des Tiegels beträgt 180 mm. Die Schmelze erstarrt im unteren Bereich des Tiegels und wird kontinuierlich nach unten abgezogen. Die Kühlung der Schmelze beim Abziehen der Blöcke erfolgt mit wassergekühlten Kupfer-Segmenten. Die Abzugsgeschwindigkeit beträgt ca. 1 mm/min. Die durchschnittliche Verweilzeit der Schmelze zur Homogenisierung im Kaltwand-Induktionstiegel beträgt ca. 20 min, was einer Badhöhe von etwa 160 mm entspricht. Die Bad-Temperatur liegt bei 1580 °C und die Frequenz, die an der den Tiegel umgebenden . Induktionsspule anliegt, beträgt 12 kHz.

[0051] Nachdem die erste Elektrode abgeschmolzen ist, wird die zweite Elektrode in die erforderliche Position gefahren und bis zum Abschmelzen erwärmt, wobei der Strangabzug während dieser Zeit unterbrochen wird. Danach wird der Prozess wie beschrieben fortgeführt, bis alle 4 Elektroden des Magazins abgeschmolzen sind.

[0052] Das Verfahren kann sowohl unter Vakuum als auch unter Schutzgas durchgeführt werden.

[0053] Der erhaltene Block besitzt einen Durchmesser von ca. 180 mm und eine Gesamtlänge von 2.600 mm und zeichnet sich durch eine sehr gute chemische und strukturelle Homogenität aus. Die lokalen Schwankungen für Aluminium und Titan sind kleiner als $\pm$ 0,5 at.%, die der Elemente Cr, Nb und Ta kleiner als $\pm$ 0,2 at.% und die für B kleiner als $\pm$ 0,05 at.%.

Beispiel 2 (s. Fig. 5):

[0054] Das Ausführungsbeispiel 2 unterscheidet sich durch die Art und Weise der Erzeugung des schmelzflüssigen Materials und der Zufuhr in den KIT vom Ausführungsbeispiel 1. Das Verfahren wird unter He-Schutzgas durchgeführt. Eine Alternative zum induktiven Abschmelzen bietet der PACHM-Prozeß (Plasma Arc Cold Hearth Melting). In der vorliegenden Ausgestaltung wird das Ausgangsmaterial in Form von einfach VAR-geschmolzenen Elektroden entsprechend Beispiel 1 mittels eines He-Plasmabrenners (150kW) in einem wassergekühlten Kupfertiegel erschmolzen und über eine ebenfalls mit einem He-Plasmabrenner (150 kW) befeuerte wassergekühlte Rinne weitergeführt. Die Stromstärke der Plasmabrenner über dem kalten Herd liegt bei ca. 500 A. Die flüssige Legierungsschmelze fließt im materialeigenen Skull bis zu einem Überlauf oberhalb des KIT, von wo es kontinuierlich in den KIT fließt. Das Ausgangsmaterial wird kontinuierlich über eine hydraulisch angesteuerte Rampe nachchargiert. Der kalte Tiegel übernimmt zwei Hauptfunktionen: Neben einem Reservoir für vorhomogenisiertes, schmelzflüssiges Material dient er zusätzlich als Ablagerungsstätte für unerwünschte hochdichte und keramische Einschlüsse.

[0055] Der weitere Prozeß verläuft analog des im Beispiel 1 beschriebenen Ablaufs.

[0056] Die angegebenen technischen Daten in den Beispielen sollen die Erfindung in keiner Weise beschränken. Insbesondere die Anzahl, Art und Leistung der Plasmabrenner, das Material für die kalten Tiegel, Leistung und Frequenzbereiche der Induktionsspulen, Durchmesser des KIT, Badhöhen der Schmelzen im KIT und Vorschub- bzw. Abzugsgeschwindigkeiten können im Rahmen des Standes der Technik variiert werden, ohne dass die Erfindung damit beeinträchtigt wird.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von metallischen und intermetallischen Legierungs-Ingots durch kontinuierlichen oder quasi-kontinuierlichen Strangabzug aus einem Kaltwand-induktionstiegel, insbesondere zur Herstellung von metallischen und intermetallischen Legierungs-Ingots hoher Homogenität und geringer Porosität mit beliebig einstellbarem Durchmesser, **dadurch gekennzeichnet, daß** es auf der folgenden Abfolge basiert :

   (i) Herstellung von Elektroden durch übliches Vermischen und Verpressen der ausgewählten Ausgangsstoffe,
   (ii) Mindestens einmaliges Umschmelzen der in Stufe (i) erhaltenen Elektroden durch ein übliches schmelzmetallurgisches Verfahren,
   (iii) Erzeugung eines vorhomogenisierten, schmelzflüssigen Materials aus dem in Stufe (ii) erhaltenen Elektrodenmaterial durch Aufschmelzen in einem Plasmaofen mit kaltem Tiegel oder durch
   induktives Abschmelzen in einer Hochfrequenzspule,

(iv) Homogenisieren des in Stufe (iii) erhaltenen vorhomogenisierten, schmelzflüssigen Materials in einem Kaltwand-Induktionstiegel, indem dieses Legierungsmaterial in schmelzflüssigem und vorhomogenisiertem Zustand kontinuierlich oder quasi-kontinuierlich dem Kaltwand-Induktionstiegel zugeführt wird, und
(v) Abziehen der unter Kühlung erstarrten Schmelze aus dem Kaltwandinduktionstiegel von Stufe (iv) in Form von Stöcken mit frei einstellbaren Durchmessern und Längen.

2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, daß** intermetallische Legierungs-Ingots auf γ-TiAl-Basis hergestellt werden.

3. Verfahren nach Anspruch 1 und 2, **dadurch gekennzeichnet , daß** sich die Legierungen durch die folgende Summenformel beschreiben lassen:

$$Ti_xAl_y(Cr,Mn,V)_u(Zr,Cu,Nb,Ta,Mo,W,Ni)_v(Si,B,C,Y)_w$$

wobei die Konzentrationen der Legierungsbestandteile innerhalb der folgenden Grenzen liegen (angegeben in at.%):

x = 100-y-u-v-w
y = 40 bis 48, vorzugsweise 44 bis 48
u = 0,5 bis 5
v = 0,1 bis 10 und
w = 0,05 bis 1.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet, daß** der Schmelzprozeß zur Erzeugung des vorhomogenisierten, schmelzflüssigen Materials in einem Hochfrequenzfeld mit einer Frequenz im Bereich von 70 bis 300 kHz erfolgt

5. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Temperatur des vorhomogenisierten, schmelzflüssigen Materials zwischen 1400 bis 1600 °C liegt.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet, dass** die zur Herstellung des schmelzflüssigen, vorhomogenisierten Materials mittels Induktionsspule verwendeten Elektroden in Stufe (iii) rotieren, vorzugsweise mit einer Geschwindigkeit zwischen 2 und 6 Umdrehungen pro Minute.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet, daß** das Verfahren quasi-kontinuierlich durchgeführt wird, indem im Falle des induktiven Abschmelzens eine oder mehrere Elektroden quasi-kontinuierlich nachgeführt werden, während gleichzeitig ein Block aus dem Kaltwand-Induktionstiegel abgezogen wird.

8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Homogenisierung im Kaltwandinduktionstiegel in Stufe (iv) bei einer Temperatur von 1400 bis 1700°C erfolgt.

9. Verfahren nach einem der Anspruche 1 bis 8, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Homogenisierung im Kaltwandinduktionstiegel in Stufe (iv) in einem Frequenzbereich von 4 bis 20 kHz erfolgt.

10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Kühlung der Schmelze beim Abziehen der Blöcke in Stufe (v) mit Hilfe von wassergekühlten Kupfer-Segmenten erfolgt.

11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 10, **dadurch gekennzeichnet, daß** der Durchmesser der in Stufe (v) abgezogenen Blöcke im Bereich von 40 bis 350 mm liegt.

Claims

1. A method of producing metallic and intermetallic alloy ingots by continuous or quasi-continuous billet withdrawal from a cold wall induction crucible, in particular of producing metallic and intermetallic alloy ingots of high homogeneity and low porosity of any adjustable diameter, **characterized in that** it is based on the following sequence:

(i) producing electrodes by customarily mixing and compressing the selected starting materials;
(ii) at least once remelting the electrodes obtained in step (i) in a conventional fusion-metallurgical process;

(iii) producing a pre-homogenized, molten material of the electrode material obtained in step (ii) by melting off in a cold crucible plasma furnace or by inductively melting off in a high frequency coil;
(iv) homogenizing the pre-homogenized, molten material obtained in step (iii) in a cold wall induction crucible, by this alloy material being supplied in a molten and pre-homogenized state continuously or quasi-continuously to the cold wall induction crucible, and
(v) withdrawing the melt, solidified by cooling, from the cold wall induction crucible of step (iv) in the form of solidified ingots of freely adjustable diameters and lengths.

2. A method according to claim 1, **characterized in that** inter-metallic γ-TiAl-based alloy ingots are produced.

3. A method according to claim 1 and 2, **characterized in that** the alloys are described by the following summation formula:

$$Ti_xAl_y(Cr,Mn,V)_u(Zr,Cu,Nb,Ta,Mo,W,Ni)_v(Si,B,C,Y)_w$$

with the concentrations of the alloying constituents being within the following ranges (in atomic percent):

x = 100-y-u-v-w
y = 40 to 48, preferably 44 to 48
u = 0.5 to 5
v = 0.1 to 10 and
w = 0.05 to 1.

4. A method according to any of the claims 1 to 3, **characterized in that** the melting process for producing the pre-homogenized, molten material takes place in a high frequency field of a frequency in the range of 70 to 300 kHz.

5. A method according to claims 1 to 4, **characterized in that** the temperature of the pre-homogenized, molten material ranges between 1400 to 1600°C.

6. A method according to any of the claims 1 to 5, **characterized in that** the electrodes in step (iii) used for producing the molten, pre-homogenized material by means of an induction coil rotate preferably at a speed between 2 and 5 revolutions per minute.

7. A method according to any of the claims 1 to 6, **characterized in that** the method is executed quasi-continuously by one or several electrodes, in case of inductive melting, being quasi-continuously fed while an ingot is simultaneously withdrawn from the cold wall induction crucible.

8. A method according to any of the claims 1 to 7, **characterized in that** homogenization in the cold wall induction crucible in step (iv) takes place at a temperature of 1400 to 1700°C.

9. A method according to any of the claims 1 to 8, **characterized in that** homogenization in the cold wall induction crucible in step (iv) takes place in a range of frequency of 4 to 20 kHz.

10. A method according to any of the claims 1 to 9, **characterized in that** cooling the melt upon ingot withdrawal in step (v) takes place by the aid of water-cooled copper segments.

11. A method according to any of the claims 1 to 10, **characterized in that** the diameter of the ingots withdrawn in step (v) is in the range of 40 to 350 mm.

Revendications

1. Procédé de production de lingots d'alliages métalliques et intermétalliques par coulée continue ou quasi continue à partir d'un creuset à induction à paroi froide, en particulier pour la production de lingots d'alliages métalliques et intermétalliques ayant une homogénéité élevée et une faible porosité avec un diamètre réglable à volonté, **caractérisé en ce qu'**il est basé sur la séquence suivante :

(i) production d'électrodes par mélange et compression habituels des matières de base sélectionnées,

(ii) au moins une refusion unique des électrodes obtenues au cours de l'étape (i) à l'aide d'un procédé métallurgique de fusion courant,
(iii) formation d'une matière pré-homogénéisée fondue à partir de la matière d'électrode obtenue au cours de l'étape (ii) par fusion dans un four à plasma avec creuset froid ou par fusion par induction dans une bobine de haute fréquence,
(iv) homogénéisation de la matière pré-homogénéisée fondue obtenue au cours de l'étape (iii) dans un creuset à induction à paroi froide en amenant cette matière d'alliage à l'état fondu et pré-homogénéisé en continu ou quasiment en continu au creuset à induction à paroi froide, et
(v) extraction de la coulée solidifiée par refroidissement de l'étape (iv) hors du creuset à induction à paroi froide sous forme de lingots avec des diamètres et des longueurs librement ajustables.

2. Procédé selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** des lingots d'alliages intermétalliques à base de γ-TiAl sont produits.

3. Procédé selon la revendication 1 et 2, **caractérisé en ce que** l'on peut décrire les alliages à l'aide de la formule brute suivante :

$$Ti_xAl_y(Cr,Mn,V)_u(Zr,Cu,Nb,Ta,Mo,W,Ni)_v(Si,B,C,Y)_w$$

les concentrations des composants d'alliages se trouvant dans les limites suivantes (indiquées en % at.) :

x = 100-y-u-v-w
y = 40 à 48, de préférence 44 à 48
u = 0,5 à 5
v = 0,1 à 10 et
w = 0,05 à 1.

4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, **caractérisé en ce que** le processus de fusion pour la formation de la matière pré-homogénéisée fondue est réalisé dans un champ de haute fréquence dans la plage de 70 à 300 kHz.

5. Procédé selon les revendications 1 à 4,
caractérisé en ce que la température de la matière pré-homogénéisée fondue est comprise entre 1400°C et 1600°C.

6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, **caractérisé en ce que** les électrodes utilisées pour la fabrication de la matière pré-homogénéisée fondue à l'aide d'une bobine d'induction pendant l'étape (iii) tournent, de préférence à une vitesse comprise entre 2 et 6 tours par minute.

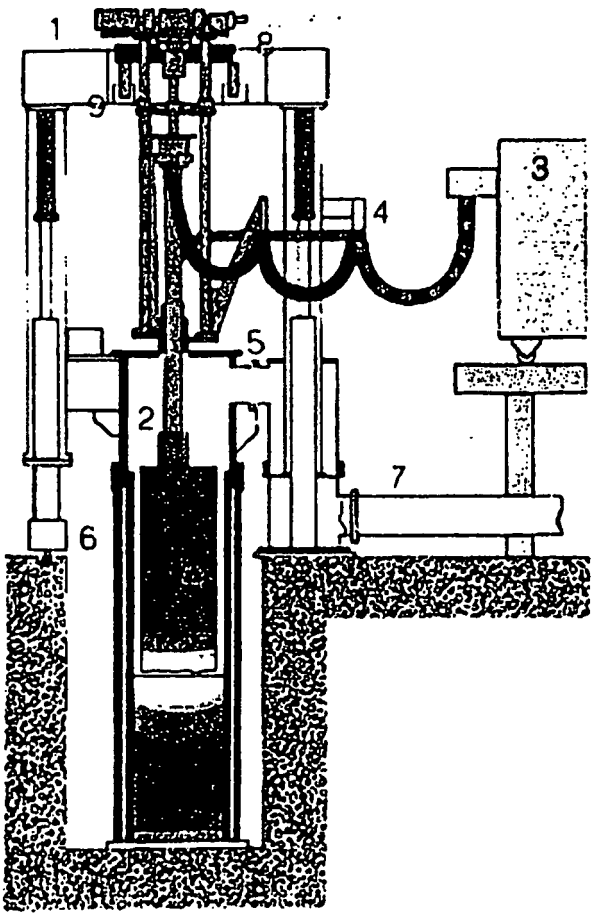
7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, **caractérisé en ce que** le processus est réalisé quasiment en continu du fait que, dans le cas de la fusion par induction, une ou plusieurs électrodes se suivent quasiment en continu pendant qu'un lingot est extrait du creuset à induction à paroi froide.

8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, **caractérisé en ce que** l'homogénéisation dans le creuset à induction à paroi froide au cours de l'étape (iv) est réalisée à une température de 1400°C à 1700°C.

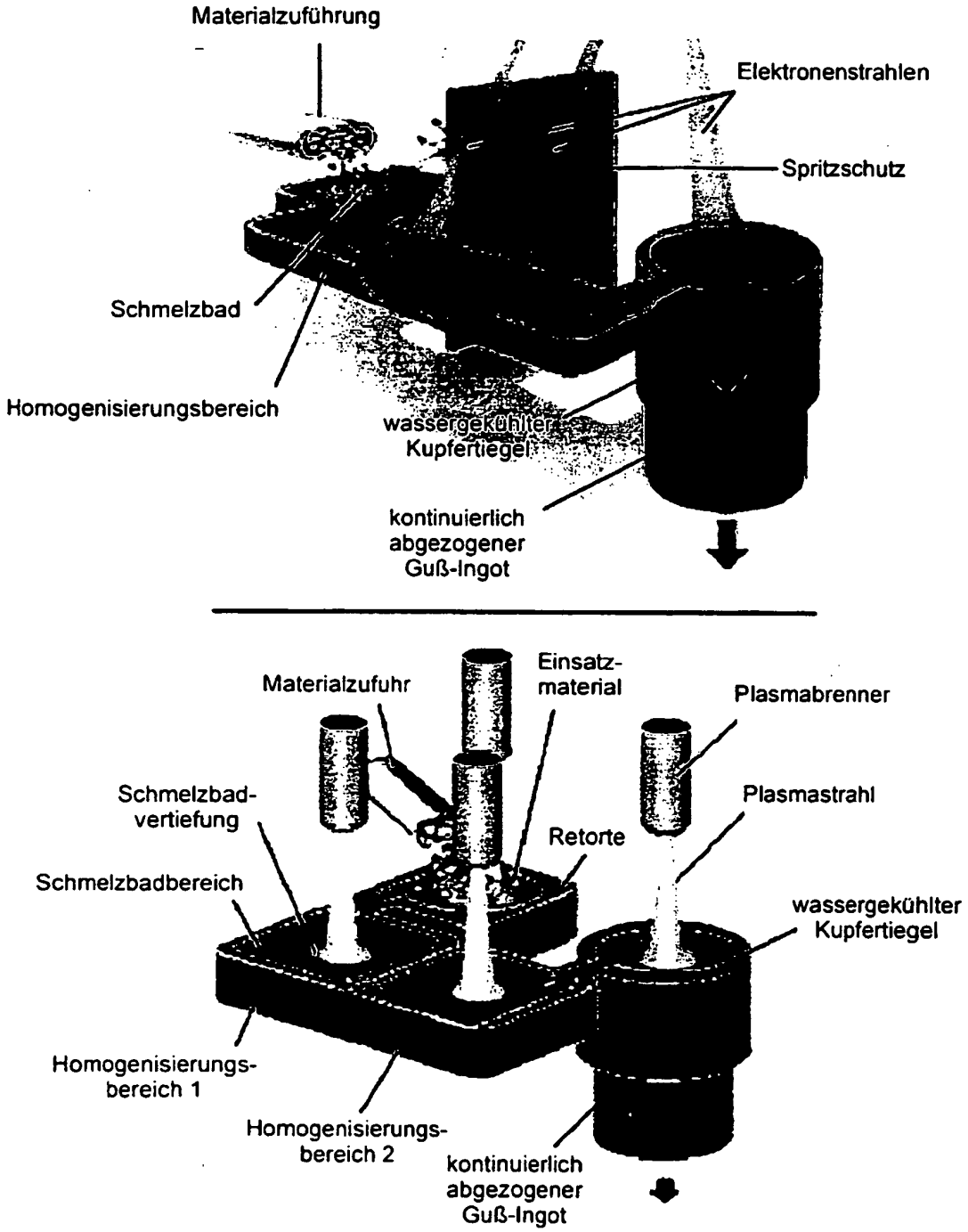
9. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, **caractérisé en ce que** l'homogénéisation dans le creuset à induction à paroi froide au cours de l'étape (iv) est réalisée dans une plage de fréquence de 4 à 20 kHz.

10. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, **caractérisé en ce que** le refroidissement de la coulée lors de l'extraction des lingots au cours de l'étape (v) est réalisé à l'aide de segments de cuivre refroidis à l'eau.

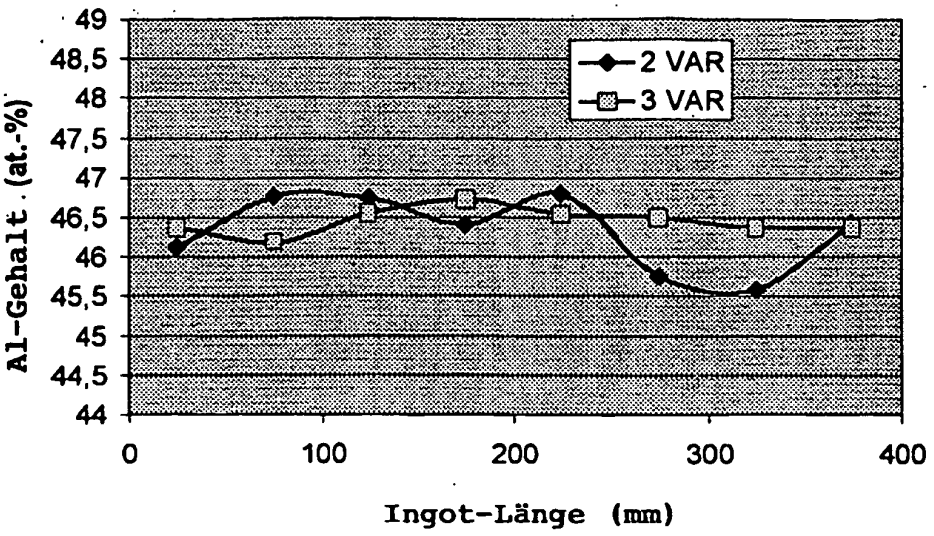
11. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 10, **caractérisé en ce que** le diamètre des lingots extraits au cours de l'étape (v) se trouve dans la plage entre 40 et 350 mm.



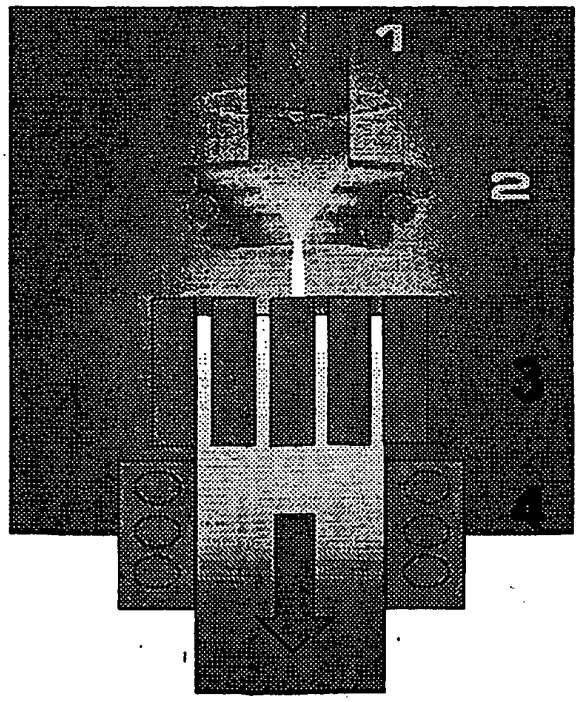
Figur 1


Materialzuführung
Elektronenstrahlen
Spritzschutz
Schmelzbad
Homogenisierungsbereich
wassergekühlter Kupfertiegel
kontinuierlich abgezogener Guß-Ingot
Materialzufuhr
Einsatz-material
Plasmabrenner
Schmelzbad-vertiefung
Plasmastrahl
Retorte
Schmelzbadbereich
wassergekühlter Kupfertiegel
Homogenisierungs-bereich 1
Homogenisierungs-bereich 2
kontinuierlich abgezogener Guß-Ingot

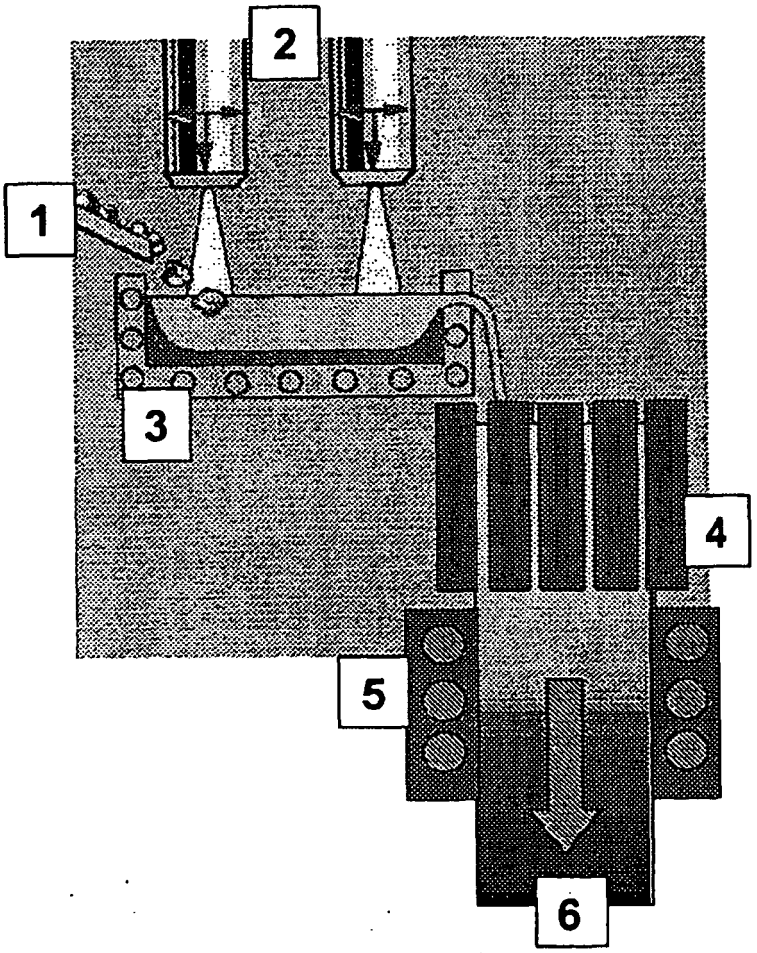
Figur 3



Figur 2



Figur 4



Figur 5

IN DER BESCHREIBUNG AUFGEFÜHRTE DOKUMENTE

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde ausschließlich zur Information des Lesers aufgenommen und ist nicht Bestandteil des europäischen Patentdokumentes. Sie wurde mit größter Sorgfalt zusammengestellt; das EPA übernimmt jedoch keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

In der Beschreibung aufgeführte Patentdokumente

- US 225230 A **[0003] [0004]**
- US 5846351 A **[0009]**
- US 5823243 A **[0009]**
- US 5746846 A **[0009]**
- US 5492574 A **[0009]**
- US 4923508 A **[0030]**
- US 5003551 A **[0030]**
- US 5014769 A **[0030]**
- DE 4102101 A **[0030] [0038]**
- DE 19631582 A **[0030] [0033] [0038]**
- DE 19852747 A **[0031] [0031] [0032] [0033]**
- DE 19650856 A **[0031] [0031] [0032]**

In der Beschreibung aufgeführte Nicht-Patentliteratur

- **H. CLEMENS ; H. KESTLER.** *Advanced Engineering Materials,* 2000, vol. 9, 551 **[0002]**
- **Y.-W. KIM.** *JOM,* 1994, vol. 46 (7), 30 **[0002]**
- **P.A. BARTOLOTTA ; D.L. KRAUSE.** Gamma Titanium Aluminides. 1999, 3-10 **[0002]**
- **B. INKSON ; H. CLEMENS.** *MRS Symp. Proc.,* 1999, vol. 552 **[0003]**
- **S. HUANG ; E. HALL ; D. SHUH.** *ISIJ International,* 1991, vol. 31 (10), 1100 **[0003]**
- **Y.-W. KIM ; D.M. DIMIDUK.** *JOM,* 1991, vol. 8, 40 **[0003]**
- **V. GÜTHER ; A. OTTO ; H. KESTLER ; H. CLEMENS.** Gamma Titanium Aluminides. 1999 **[0003] [0004]**
- Properties, processing and applications of γ-TiAl. **V. GÜTHER.** Recent Improvements in γ-TiAl Ingot Metallurgy, Proc. Of the Aeromat 2000 Conference and Exibition. Juni 2000 **[0004]**
- **W. PORTER.** Proceedings of 3rd Int. Symp. Structural Intermetallics. *TMS Warrendale,* 2001, 201 **[0007]**
- **M. LORETTO.** *Titanium 95, Science and Technologies* **[0007]**
- **A.L. DOWSON.** Gamma Titanium Aluminides. 1995, 46-474 **[0007]**
- **M. VOLAS.** Industrial initiatives in wrought orthorhombic and gamma TiAl mill products. *Proc. of the Aeromat 2000 Conference and Exibition,* Juni 2000 **[0007]**