

(19)



(11)

**EP 2 402 473 A2**

(12)

**EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(43) Veröffentlichungstag:  
**04.01.2012 Patentblatt 2012/01**

(51) Int Cl.:  
**C22F 1/10 (2006.01) C22C 19/05 (2006.01)**  
**C30B 33/02 (2006.01)**

(21) Anmeldenummer: **11171088.5**

(22) Anmeldetag: **22.06.2011**

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
**AL AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR HR HU IE IS IT LI LT LU LV MC MK MT NL NO PL PT RO RS SE SI SK SM TR**  
Benannte Erstreckungsstaaten:  
**BA ME**

(71) Anmelder: **Alstom Technology Ltd**  
**5400 Baden (CH)**

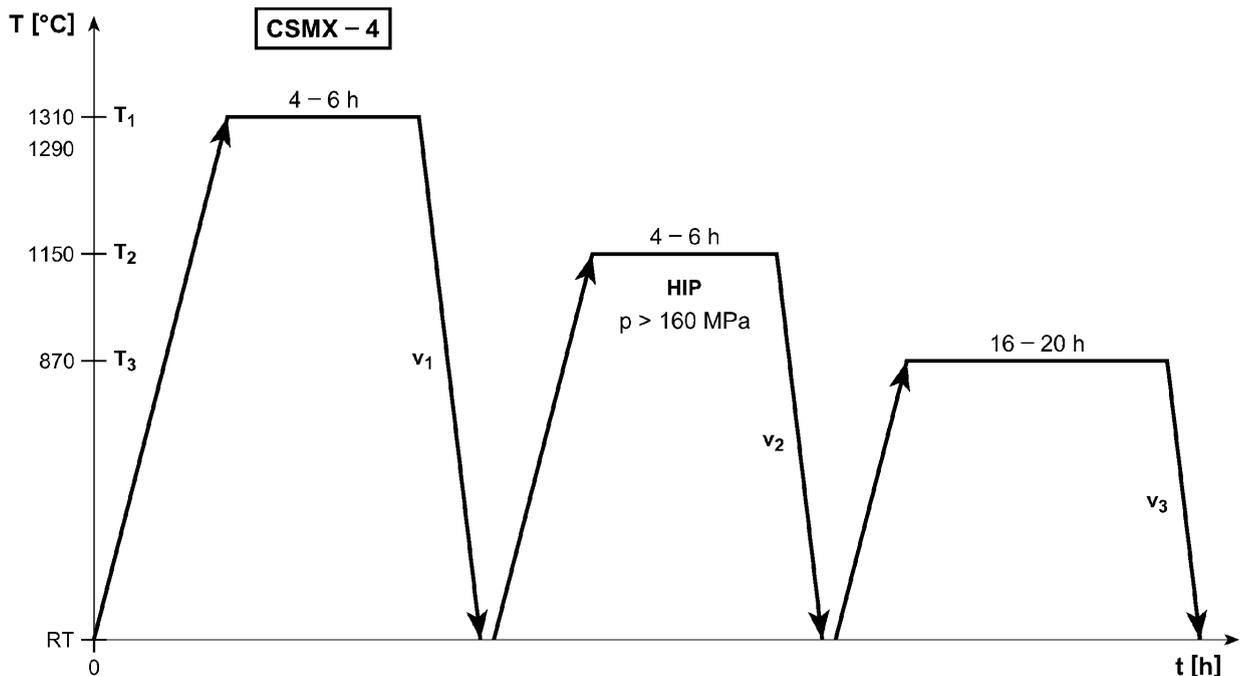
(72) Erfinder:  
• **Nazmy, Mohamed**  
**5442 Fislisbach (CH)**  
• **Gerdas, Claus Paul**  
**5406 Rütihof (CH)**  
• **Künzler, Andreas**  
**5400 Baden (CH)**

(30) Priorität: **30.06.2010 CH 10582010**

(54) **Verfahren zur Herstellung einer aus einer Nickel-Basis-Superlegierung bestehenden Einkristallkomponente**

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung einer aus einer Nickel-Basis-Superlegierung bestehenden grossen Einkristallkomponente oder gerichtet erstarrten Komponente, wobei die Komponente zunächst in bekannter Art und Weise unter Ausbildung eines Dendriten aufweisenden Gefüges in Form gegossen und nachfolgend ein Lösungsglühen zur Homogenisierung

des Gussgefüges der Komponente sowie eine zweistufige Ausscheidungswärmebehandlung durchgeführt werden. Zur Vermeidung von chemischen Inhomogenitäten und dadurch hervorgerufenen inneren Spannungen wird u.a. ein HIP-Verfahrensschritt mit einem Druck grösser 160 MPa im Anschluss an das Lösungsglühen durchgeführt.



**FIG. 1**

**EP 2 402 473 A2**

## Beschreibung

### Technisches Gebiet

**[0001]** Die Erfindung bezieht sich auf das Gebiet der Werkstofftechnik. Sie betrifft ein Verfahren zur Herstellung einer aus einer Nickel-Basis-Superlegierung bestehenden Einkristallkomponente oder gerichtet erstarrten Komponente mit vergleichsweise grossen Abmessungen. Mit Hilfe des erfindungsgemässen Verfahrens werden besonders gute Eigenschaften, insbesondere sehr gute Ermüdungsfestigkeit bei niederzyklischer Beanspruchung der Komponente erreicht.

### Stand der Technik

**[0002]** Einkristallkomponenten aus Nickel-Basis-Superlegierungen weisen bei hohen Beanspruchungstemperaturen u. a. eine sehr gute Materialfestigkeit, aber auch gute Korrosions- und Oxidationsbeständigkeit sowie eine gute Kriechfestigkeit auf. Aufgrund dieser Eigenschaften kann beim Einsatz derartiger Werkstoffe z. B. in Gasturbinen, die Einlasstemperatur der Gasturbinen erhöht werden, wodurch die Effizienz der Gasturbinenanlage steigt.

**[0003]** Vereinfacht gesagt gibt es zwei Typen von Einkristall-Nickel-Basis-Superlegierungen.

**[0004]** Der erste Typ, auf den sich die vorliegende Erfindung bezieht, kann vollständig lösungsgeglüht werden, so dass sich die gesamte  $\gamma$ -Phase in Lösung befindet. Dies ist beispielsweise der Fall bei der bekannten Legierung CMSX4 mit folgender chemischer Zusammensetzung (Angaben in Gew.-%): 5.6 Al, 9.0 Co, 6.5 Cr, 0.1 Hf, 0.6 Mo, 3 Re, 6.5 Ta, 1.0 Ti, 6.0 W, Rest Ni oder der Legierung PWA 1484 mit folgender chemischer Zusammensetzung (Angaben in Gew.-%): 5 Cr, 10 Co, 6 W, 2 Mo, 3 Re, 8.7 Ta, 5.6 Al, 0.1 Hf sowie der bekannten Legierung MC2, welche im Gegensatz zu den vorher genannten Legierungen nicht mit Rhenium legiert ist und folgende chemische Zusammensetzung (Angaben in Gew.-%) aufweist: 5 Co, 8 Cr, 2 Mo, 8 W, 5 Al, 1.5 Ti, 6 Ta, Rest Ni.

**[0005]** Eine typische Standardwärmebehandlung für CMSX4 ist beispielsweise die folgende: Lösungsglühen bei 1320 °C/2h/Schutzgas, Schnellkühlung mit Ventilator.

**[0006]** Der zweite Typ von Einkristall-Nickel-Basis-Superlegierungen ist nicht vollständig wärmebehandelbar, d.h. hier geht nicht der gesamte Anteil der  $\gamma$ -Phase bei einem Lösungsglühen in Lösung, sondern nur ein bestimmter Teil. Dies ist beispielsweise der Fall bei der bekannten Superlegierung CMSX186 mit folgender chemischer Zusammensetzung (Angaben in Gew.-%): 0.07 C, 6 Cr, 9 Co, 0.5 Mo, 8 W, 3 Ta, 3 Re, 5.7 Al, 0.7 Ti, 1.4 Hf, 0.015 B, 0.005 Zr, Rest Ni und der Legierung CMSX486 mit folgender chemischer Zusammensetzung (Angaben in Gew.-%): 0.07 C, 0.015 B, 5.7 Al, 9.3 Co, 5 Cr, 1.2 Hf, 0.7 Mo, 3 Re, 4.5 Ta, 0.7 Ti, 8.6 W, 0.005

Zr, Rest Ni.

**[0007]** Die Nickel-Basis-Superlegierungen des zweiten Typs werden meist einer zweistufigen Wärmebehandlung (Alterungsprozess bei niedrigeren Temperaturen) ausgesetzt, da bei höheren Temperaturen, wie sie bei den Legierungen des ersten Typs zum Lösungsglühen typischerweise verwendet werden, bereits die Schmelzpunkt-Starttemperatur erreicht wird, und die Legierung somit unerwünscht zu schmelzen beginnt.

**[0008]** Eine typische zweistufige Wärmebehandlung der Legierung CMSX186 ist beispielsweise die folgende:

1. Stufe: 1080 °C/4h/Gebläse
2. Stufe: 870 °C/20h/Gebläse.

**[0009]** Die Kriechfestigkeit des ersten Typs der Nickel-Basis-Superlegierungen ist normalerweise höher als die des zweiten Typs, vorausgesetzt, dass die Legierungen der gleichen Generation angehören. Dies ist vor allem in der Tatsache begründet, dass das gelöste  $\gamma$  die Hauptquelle für die erzielbare Festigkeit ist.

**[0010]** Nickel-Basis-Superlegierungen für Einkristallkomponenten, wie sie z. B. aus US 4,643,782, EP 0 208 645, US 5,270,123 und US 7,115,175 B2 bekannt sind, enthalten mischkristallverfestigende Legierungselemente, beispielsweise Re, W, Mo, Co, Cr, sowie  $\gamma$ -Phasen bildende Elemente, beispielsweise Al, Ta, und Ti. Der Gehalt an hochschmelzenden Legierungselementen (W, Mo, Re) in der Grundmatrix (austenitische  $\gamma$ -Phase) nimmt kontinuierlich zu mit der Zunahme der Beanspruchungstemperatur der Legierung. So enthalten z. B. übliche Nickel-Basis-Superlegierungen für Einkristalle 6-8 % W, bis zu 6 % Re und bis zu 2 % Mo (Angaben in Gew.-%). Weiterhin sind oftmals geringe Anteile an C, B, Hf und Zr vorhanden. Die in den oben genannten Druckschriften offenbarten Legierungen weisen eine hohe Kriechfestigkeit, eine vergleichsweise gute LCF (Ermüdung bei niedriger Lastspielzahl)- und HCF (Ermüdung bei hoher Lastspielzahl)-Eigenschaften sowie einen hohen Oxidationswiderstand auf.

**[0011]** Diese bekannten Legierungen wurden für Flugzeugturbinen entwickelt und deshalb optimiert auf den Kurz- und Mittelzeiteinsatz, d.h. die Beanspruchungsdauer wird auf bis zu 20 000 Stunden ausgelegt. Im Gegensatz dazu müssen industrielle Gasturbinen-Komponenten auf eine Beanspruchungsdauer von bis zu 75 000 Stunden oder auch mehr ausgelegt werden.

**[0012]** Nach einer Beanspruchungsdauer von 300 Stunden zeigt z. B. die Legierung CMSX-4 aus US 4,643,782 beim versuchsweisen Einsatz in einer Gasturbine bei einer Temperatur oberhalb von 1000 °C eine starke Vergröberung der  $\gamma$ -Phase, die nachteilig mit einer Erhöhung der Kriechgeschwindigkeit der Legierung einhergeht.

**[0013]** Es ist bekannter Stand der Technik, derartige Superlegierungen nach dem Giessprozess einer Wärmebehandlung zu unterziehen, bei der in einem ersten Lösungsglühschritt die während des Giessprozesses un-

gleichmässig ausgeschiedene  $\gamma$ -Phase im Gefüge ganz oder teilweise aufgelöst wird. In einem zweiten Wärmebehandlungsschritt wird diese Phase wieder kontrolliert ausgeschieden. Um optimale Eigenschaften zu erzielen, wird diese Ausscheidungswärmebehandlung derart durchgeführt, dass möglichst feine gleichmässig verteilte Teilchen der  $\gamma$ -Phase in der  $\gamma$ -Phase (= Matrix) entstehen.

[0014] Es wurde allerdings festgestellt, dass es bei Einwirkung einer mechanischen Belastung unter langzeitiger Hochtemperaturbeanspruchung (Kriechbeanspruchung) oder nach einer plastischen Deformation des Materials bei Raumtemperatur, an die sich eine Wärmebehandlung (Hochtemperatur-Glühen) des Materials anschliesst, im Gefüge derartiger Legierungen nachteilig zu einer gerichteten Vergröberung der  $\gamma$ -Teilchen, der sogenannten Flossbildung (Englisch: rafting) kommt. Bei hohen  $\gamma$ -gehalten (d.h. bei einem  $\gamma$ -Volumenanteil von mindestens 50%) führt dies zur Invertierung der Mikrostruktur, d.h.  $\gamma$  wird zur durchgehenden Phase, in der die frühere  $\gamma$ -Matrix eingebettet ist.

[0015] Da die intermetallische  $\gamma$ -Phase, zur Umgebungsversprödung (Englisch: environmental embrittlement) neigt, führt dies nachfolgend unter bestimmten Beanspruchungsbedingungen zu einem massiven Abfall der mechanischen Eigenschaften - vor allem der Streckgrenze - bei Raumtemperatur (25 °C) im Vergleich zu Proben, die keiner vorgängigen derartigen Kriechbeanspruchung unterzogen wurden. Diese Verschlechterung der Streckgrenze wird mit dem Begriff "Degradierung" der Eigenschaften beschrieben (siehe Pessah-Simonetti, P. Caron and T. Khan: Effect of long-term prior aging on tensile behaviour of high-performance single crystal superalloy, Journal de Physique IV, Colloque C7, Volume 3, November 1993).

[0016] Ein ähnlicher, zur Flossbildung der  $\gamma$ -Phase führender Effekt ergibt sich auch beim Erstarren von Nickel-Basis-Superlegierungen auf Grund von dendritischen Segregationen. Besonders in Superlegierungen mit einem hohen Anteil an langsam diffundierenden Elementen, wie z. B. Rhenium, können die Segregationen dieser Elemente nicht vollständig innerhalb einer akzeptablen Homogenisierungszeit beseitigt werden. Da die  $\gamma$ -Phase, die sich während der Abkühlung ausscheidet, eine kleinere Gitterkonstante als die  $\gamma$  Matrix hat und der  $\gamma/\gamma$ -Gitterversatz in den Dendriten aber grösser ist als in den interdendritischen Gebieten, kommt es zur Ausbildung von inneren Spannungen während der Wärmebehandlung, insbesondere während des Abkühlens. Dies führt zu einer Veränderung in der  $\gamma$ -Mikrostruktur, indem sich die zunächst kubische Form von  $\gamma$  in eine gestreckte Form von  $\gamma$  verändert. Dies geht einher mit der Verschlechterung von mechanischen Eigenschaften, z. B. der Ermüdungsfestigkeit bei niedriger Lastspielzahl.

[0017] Ein weiteres Problem vieler bekannter Nickel-Basis-Superlegierungen, beispielsweise der aus US 5,435,861 bekannten Legierungen, besteht darin, dass die Giessbarkeit bei grossen Komponenten, z. B. bei

Gasturbinenschaufeln mit einer Länge von mehr als 80 mm, zu wünschen übrig lässt.

[0018] Das Giessen einer perfekten, relativ grossen gerichtet erstarrten Einkristallkomponente aus einer Nickel-Basis-Superlegierung ist extrem schwierig. Die meisten dieser Komponenten weisen Fehler auf, z. B. Kleinwinkelkorngrenzen, "Frecklen", d. h. Fehlstellen bedingt durch eine Kette von gleichgerichteten Körnern mit einem hohem Gehalt an Eutektikum, äquiaxiale Streugrenzen, Mikroporositäten u. a. Diese Fehler schwächen die Komponenten bei hohen Temperaturen, so dass die gewünschte Lebensdauer bzw. die Betriebstemperatur der Turbine nicht erreicht werden.

[0019] Da aber eine perfekt gegossene Einkristallkomponente extrem teuer ist, tendiert die Industrie dazu, so viele Defekte wie möglich zuzulassen ohne dass die Lebensdauer oder die Betriebstemperatur beeinträchtigt werden.

[0020] Eine andere Möglichkeit wird in US 7,115,175 B2 vorgeschlagen: Nach dem Giessen der Einkristallkomponente werden die vorhandenen Mikroporositäten, die beim Giessen entstanden sind, geschlossen und Inseln eutektischer  $\gamma/\gamma$ -Phase in der Matrix werden teilweise gelöst, indem dafür ein HIP-Verfahren (Heissisostatisches Pressen, Englisch: hot isostatic pressing) angewendet wird, danach wird ein Lösungsglühen zur vollständigen Lösung der eutektischen  $\gamma/\gamma$ -Phase und zur Ausscheidung gleichmässig verteilter grosser "oct shaped" genannte  $\gamma$ -Partikel vorgenommen und anschliessend eine Ausscheidungswärmebehandlung, um zweite und gleichmässig verteilte feine quaderförmige  $\gamma$ -Partikel zu erhalten. Damit soll die Festigkeit der Superlegierung erhöht werden.

[0021] Gemäss dem im Dokument US 7,115,175 B2 beschriebenen Prozesses wird das sich unmittelbar an den Schritt des Giessens anschliessenden HIP-Verfahren nach einem zweistufigen langsamen Erwärmen des gegossenen Objektes bei einer HIP-Endtemperatur im Bereich von 1174 °C (2145 °F) bis 1440 °C (2625 °F) durchgeführt, wobei die Haltezeit 3,5 bis 4,5 Stunden beträgt und der Druck im Bereich von 89,6 MPa (13 ksi) bis 113 MPa (16.5 ksi) liegt, also vergleichsweise niedrig ist.

[0022] Mit diesem bekannten Verfahren werden somit Einkristallkomponenten aus Nickel-Basis-Superlegierungen hergestellt, welche einerseits vorteilhaft porenfrei sind und keine eutektischen  $\gamma/\gamma$ -Phasen aufweisen und welche andererseits eine  $\gamma$ -Morphologie mit einer bimodalen  $\gamma$ -Verteilung aufweisen.

[0023] Eine positive Beeinflussung des Gefüges im Hinblick auf die oben beschriebene unerwünschte Flossbildung ist mit dem im Dokument US 7,115,175 B2 offenbarten Verfahren nicht möglich.

### Darstellung der Erfindung

[0024] Ziel der Erfindung ist es, die genannten Nachteile des Standes der Technik zu vermeiden. Der Erfindung liegt die Aufgabe zu Grunde, ein geeignetes Ver-

fahren zur Herstellung, inklusive Wärmebehandlung, von vergleichsweise grossen Einkristallkomponenten bzw. Komponenten mit gerichtet erstarrtem Gefüge aus bekannten Nickel-Basis-Superlegierungen zu schaffen, mit welchem ein Gefüge eingestellt werden kann, dass nicht zur Flossbildung der  $\gamma$ -Phase neigt und daher zu verbesserten mechanischen Eigenschaften, insbesondere einer verbesserten Ermüdungsfestigkeit bei niedriger Lastspielzahl (LCF) der Komponenten führt.

**[0025]** Erfindungsgemäss wird dies dadurch erreicht, dass bei einem Verfahren gemäss Obergriff des Anspruches 1 folgende Schritte nach dem gemäss üblichem Stand der Technik erfolgten Giessen der Komponente durchgeführt werden:

A) Bestimmung des Dendritenarmabstandes ( $\lambda$ ) in verschiedenen Bereichen der gegossenen Komponente,

B) Identifizierung des langsamsten Diffusionselementes in der Zusammensetzung der jeweiligen Nickel-Basis-Superlegierung zur Ermittlung des Diffusionskoeffizienten (D),

C) Kalkulation der erforderlichen Zeit (t), die notwendig ist, um die Segregation dieses langsamsten Diffusionselementes auf  $\leq 5\%$  zu reduzieren bei einer Lösungsglüh-temperatur ( $T_1$ ), welche einerseits niedriger als die Startschmelztemperatur ( $T_{mi}$ ) ist, andererseits aber hoch genug ist, um im notwendigen Wärmebehandlungsfenster zu liegen,

D) Lösungsglügen der gegossenen Komponente, umfassend ein Erwärmen der Komponente auf die Lösungsglüh-temperatur ( $T_1$ ), ein Halten bei dieser Temperatur mit der im Schritt C) kalkulierten Zeit (t) und ein Abschrecken von der Lösungsglüh-temperatur ( $T_1$ ) auf Raumtemperatur (RT) mit einer Geschwindigkeit ( $v_1$ )  $\geq 50$  °C/min,

E) Durchführung der zweistufigen Ausscheidungsbehandlung zur Ausscheidung der  $\gamma$ -Phase bei jeweils niedrigeren Temperaturen ( $T_2$ ) und ( $T_3$ ) im Anschluss an den Schritt D), wobei in der ersten Stufe der Ausscheidungsbehandlung ein HIP-Verfahren mit einem Druck (p) grösser 160 MPa bei der Halte-temperatur ( $T_2$ ) und einer anschliessenden Abkühlung auf Raumtemperatur (RT) mit einer Abkühlgeschwindigkeit ( $v_2$ )  $\geq 50$  °C/min durchgeführt wird, und in der nachfolgenden zweiten Stufe der Ausscheidungsbehandlung eine Wärmebehandlung der Komponente bei einer Halte-temperatur ( $T_3$ ) und anschliessender Abkühlung auf Raumtemperatur (RT) mit einer Abkühlgeschwindigkeit ( $v_3$ ) von 10 bis 50 °C/min durch geführt wird.

**[0026]** Mit dem erfindungsgemässen Verfahren ist es möglich, grosse Einkristallkomponenten bzw. Komponenten mit gerichtet erstarrtem Gefüge aus bekannten Nickel-Basis-Superlegierungen herzustellen, welche einerseits porenfrei sind und die andererseits eine Mikrostruktur aufweisen, bei der die Flossbildung der  $\gamma$ -Phase

vermieden wird. Daher weisen die so hergestellten Komponenten verbesserte mechanischen Eigenschaften, insbesondere eine verbesserte Ermüdungsfestigkeit bei niedriger Lastspielzahl (LCF) auf. Das Verfahren hat den Vorteil, dass es relativ einfach umsetzbar ist.

**[0027]** Es ist vorteilhaft, wenn die Bestimmung des Dendritenarmabstandes ( $\lambda$ ) gemäss Schritt A) auf metallographischem Wege erfolgt. Dies ist relativ einfach zu realisieren und kann beispielsweise bereits im Vorfeld des Verfahrens anhand von entsprechenden Proben erfolgen.

**[0028]** Weiterhin ist es von Vorteil, wenn die Abschreckgeschwindigkeit ( $v_1$ ) von Lösungsglüh-temperatur ( $T_1$ ) auf Raumtemperatur grösser als 70 °C/min ist, weil dann extrem feine gleichmässig verteilte  $\gamma$ -Partikel in der  $\gamma$ -Matrix erhalten werden.

**[0029]** Schliesslich ist es vorteilhaft, wenn das erfindungsgemässe Verfahren zur Herstellung einer Komponente aus einer Nickel-Basis-Superlegierung mit folgender chemischer Zusammensetzung (Angaben in Gew.-%): 5.6 Al, 9.0 Co, 6.5 Cr, 0.1 Hf, 0.6 Mo, 3 Re, 6.5 Ta, 1.0 Ti, 6.0 W, Rest Ni bei folgenden Behandlungsparametern durchgeführt wird:

- Lösungsglügen bei 1290-1310 °C/4-6h/Schnellabkühlung mit  $v_1 \geq 50$  °C/min
- HIP-Prozess (isostatischer Druck > 160 MPa) mit Erwärmen und Glügen bei 1150 °C/4-8h/Schnellabkühlung mit  $v_2 \geq 50$  °C/min
- Glügen bei 870 °C/16-20h/Abkühlung mit  $v_3$  im Bereich von 10-20 °C/min umfasst.

#### Kurze Beschreibung der Zeichnungen

**[0030]** In der Zeichnung ist ein Ausführungsbeispiel der Erfindung dargestellt. Es zeigen schematisch:

Fig. 1 das Zeit-Temperatur-Diagramm des sich an den Giessprozess anschliessenden Behandlungsverfahren zur Herstellung einer Einkristallkomponente

Fig.2a-2c die jeweiligen zu Fig. 1 zugehörigen Gefüge (<001> Orientierung) und

Fig.3a-3c die Zeit-Temperatur- bzw. Druck-Temperatur-Diagramme für den HIP-Prozess in drei möglichen Varianten.

#### Wege zur Ausführung der Erfindung

**[0031]** Nachfolgend wird die Erfindung anhand eines Ausführungsbeispiels und der Zeichnungen näher erläutert.

**[0032]** Zur Herstellung einer grossen Einkristallkomponente/gerichtet erstarrten Komponente wurde die aus dem Stand der Technik bekannten Nickel-Basis-Superlegierungen CMSX4 mit folgender chemischer Zusam-

mensetzung (Angaben in Gew.-%) verwendet: 5.6 Al, 9.0 Co, 6.5 Cr, 0.1 Hf, 0.6 Mo, 3 Re, 6.5 Ta, 1.0 Ti, 6.0 W, Rest Ni.

**[0033]** Zunächst wurde die Komponente, beispielsweise eine Gastubinschaufel, in ihre Form gegossen. Beim Erstarren dieser gegossenen Legierung entstehen aufgrund der Zusammensetzung, insbesondere des vergleichsweise hohen Re-Anteils, dendritischen Segregationen.

**[0034]** Rhenium ist ein sehr langsam diffundierendes Element ist, daher können diese Segregationen beim nachfolgenden Lösungsglühprozess nicht vollständig innerhalb einer akzeptablen Homogenisierungszeit beseitigt werden. Da die  $\gamma$ -Phase, die sich während der Abkühlung ausscheidet, eine kleinere Gitterkonstante als die  $\gamma$ -Matrix hat und der  $\gamma/\gamma'$ -Gitterversatz in den Dendriten aber grösser ist als in den interdendritischen Gebieten, kommt es zur Ausbildung von inneren Spannungen während der Wärmebehandlung, insbesondere während des Abkühlens. Dies führt zu einer Degradation in der  $\gamma$ -Mikrostruktur, indem sich die zunächst kubische Form von  $\gamma'$  in eine gestreckte Form von  $\gamma'$  verändert. Dies geht einher mit der Verschlechterung von mechanischen Eigenschaften, z. B. der Ermüdungsfestigkeit bei niedriger Lastspielzahl.

**[0035]** Um dies zu vermeiden wird daher zunächst der Dendritenarmabstandes  $\lambda$  in verschiedenen, beispielsweise den kritischen Bereichen der gegossenen Komponente ermittelt. Das kann z. B. auf metallographischem Wege erfolgen, wobei gegebenenfalls bereits im Vorfeld des Verfahrens dieser Abstand anhand von entsprechenden vorab gegossenen Proben ermittelt wird.

**[0036]** Weiterhin wird das langsamste Diffusionselement in der Zusammensetzung der jeweiligen Nickel-Basis-Superlegierung identifiziert zur Ermittlung des Diffusionskoeffizienten D. Im vorliegenden Falle ist dieses Element, wie bereits oben dargelegt, Rhenium. Im Falle der im Abschnitt „Stand der Technik“ oben beschriebenen Nickel-Basis-Superlegierung MC2 ist dieses Element Mo.

**[0037]** Aus den nun bekannten Daten, d.h. aus D und  $\lambda$ , wird die erforderliche Zeit t kalkuliert, bei welcher die Komponente bei Lösungsglühtemperatur  $T_1$ , welche einerseits niedriger ist als die Startschmelztemperatur  $T_{mi}$ , und andererseits aber hoch genug ist, um im notwendigen Wärmebehandlungsfenster zu liegen, gehalten werden muss, damit die Mikrosegregation dieses langsamsten Diffusionselementes auf  $\leq 5\%$  reduziert wird.

**[0038]** Diese kalkulierte Zeit t beträgt im vorliegenden Ausführungsbeispiel 4-6 h bei einer Lösungsglühtemperatur  $T_1$  von 1290-1310 °C. Man kann sie ermitteln nach folgender Formel:

$$t = \lambda^2 \ln \delta / 4\pi^2 D$$

mit

$\lambda$  = Dendritenarmabstand

D = Diffusionskoeffizient (von Rh in Ni für das vorliegende Beispiel)

$\delta$  = Amplitude der Mikrosegregation (hier: 0.05 für eine Restsegregation von 5 %)

**[0039]** In Fig. 1 ist das Zeit-Temperatur-Diagramm des sich an den Giessprozess anschliessenden Behandlungsverfahren zur Herstellung der Einkristallkomponente aus der o.g. Superlegierung schematisch dargestellt. Das Lösungsglühlen (Verfahrensschritt D) der gegossenen Komponente umfasst im vorliegenden Ausführungsbeispiel somit ein Erwärmen der Komponente auf die o.g. Lösungsglühtemperatur  $T_1$  von 1290-1310 °C, ein Halten bei dieser Temperatur mit der oben kalkulierten Zeit t (4-6 h) und ein schnelles Abschrecken von der Lösungsglühtemperatur  $T_1$  auf Raumtemperatur mit einer Geschwindigkeit  $v_1 \geq 50$  °C/min, um nach dem Abschrecken sehr feine gleichmässig verteilte  $\gamma'$ -Partikel in der  $\gamma$ -Matrix zu erhalten (schematische Darstellung des Gefüges siehe Fig. 2a). Bevorzugt ist die Abschreckgeschwindigkeit grösser 70 °C/min, weil dann ein Gefüge mit extrem feinen gleichmässig verteilten  $\gamma'$ -Partikeln in der  $\gamma$ -Matrix erhalten wird.

**[0040]** Erfindungsgemäss wird nach dem Lösungsglühlen eine zweistufige Ausscheidungsbehandlung zur Ausscheidung der  $\gamma'$ -Phase bei im Vergleich zu  $T_1$  jeweils niedrigeren Temperaturen  $T_2$  und  $T_3$  durchgeführt (Verfahrensschritt E), wobei in der ersten Stufe der Ausscheidungsbehandlung ein HIP-Verfahren mit einem Druck p grösser 160 MPa und einer Abkühlgeschwindigkeit  $v_2 \geq 50$  °C/min angewendet wird. Die Endtemperatur des HIP-Verfahrens beträgt im vorliegenden Ausführungsbeispiel 1150 °C, die Haltezeit 4-6 h. Der aufgebrachte Enddruck während des HIP-Prozesses ist relativ hoch, er ist grösser als die durch die Inhomogenitäten im Gefüge hervorgerufenen inneren Spannungen. Durch diesen Verfahrensschritt werden vorteilhaft einerseits eventuell vorhandene Mikroporen im Gefüge geschlossen und andererseits Spannungen beseitigt, welche durch die rapide Abkühlung von Lösungsglühtemperatur  $T_1$  auf Raumtemperatur bzw. durch eventuell vorhanden Restinhomogenitäten im Gefüge hervorgerufen werden. Dadurch wird eine gerichtete Flossbildung der  $\gamma'$ -Phase verhindert, indem sich die bereits erwähnten kubischen  $\gamma'$ -Partikeln in der  $\gamma$ -Matrix bilden. Das nach dem HIP-Behandlungsschritt vorliegende Gefüge besteht aus feinen gleichmässig verteilten kubischen  $\gamma'$ -Partikeln in der  $\gamma$ -Matrix und ist schematisch in <001> Orientierung in Fig. 2b dargestellt. Die Realisierung der ersten Stufe des Verfahrensschrittes D) ist in mehreren Varianten möglich. Entsprechende Zeit-Temperatur- bzw. Druck-Temperatur-Diagramme für den HIP-Prozess sind schematisch in den Fig. 3 a) bis 3 c) dargestellt.

**[0041]** Bei der ersten, in Fig. 3a dargestellten Variante, verlaufen die Temperatur und der Druck in Abhängigkeit von der Zeit nahezu identisch, d.h. während der Aufwärmphase steigen sowohl der auf die Komponente wir-

kende isostatische Druck  $p$  als auch die Temperatur  $T$  linear mit der Zeit an, bis die Temperatur  $T_2$  und der isostatische Druck  $p > 160$  MPa, also der isostatische Enddruck, erreicht sind. Nach dem Halten bei diesen Parametern über einen bestimmten Zeitraum erfolgt wiederum bei beiden Parametern eine lineare Abnahme der Werte in Abhängigkeit von der Zeit.

**[0042]** Im Vergleich zu Fig. 3a wird bei der in Fig. 3b dargestellten Variante dagegen phasenverschoben sofort bei Beginn der ersten Stufe des Verfahrensschrittes D) der isostatische Enddruck schlagartig aufgebracht, und auch während der Aufwärmphase konstant gehalten. Alle anderen Parameter sind hier analog zu Fig. 3a.

**[0043]** Schliesslich ist es in einer weiteren Variante auch möglich, die erste Stufe des Verfahrensschrittes D), d.h. den HIP-Prozess, so wie er in Fig. 3c dargestellt ist, durchzuführen. Der isostatische Enddruck  $p$  wird hier wiederum sofort schlagartig bei Beginn der Aufwärmphase aufgebracht, und über die gesamte Aufwärmphase, die Haltephase bei  $T_2$  und zusätzlich auch über die gesamte Abkühlphase konstant gehalten. Erst dann, wenn die Komponente Raumtemperatur angenommen hat, wird die isostatische Druckbelastung schlagartig weggenommen.

**[0044]** Mit allen drei Varianten wird vorteilhafte eine Flossbildung im Gefüge verhindert.

**[0045]** Abschliessend wird als letzter Schritt des Verfahrens eine weitere Stufe der Ausscheidungswärmebehandlung der Komponente durchgeführt. Gemäss vorliegendem Ausführungsbeispiel wird dabei die Einkristallkomponente/gerichtet erstarrte Komponente auf eine Temperatur  $T_3$  von 870 °C erwärmt, bei dieser Temperatur  $T_3$  16-20 h lang gehalten und danach mit einer Abkühlgeschwindigkeit  $v_3$  von ca. 50 °C/min auf Raumtemperatur abgekühlt.

**[0046]** Das nach diesem letzten Behandlungsschritt gebildete End-Gefüge gemäss vorliegender Erfindung ist schematisch für die  $\langle 001 \rangle$  Orientierung in Fig. 2c dargestellt.

**[0047]** Mit dem erfindungsgemässen Verfahren werden vor allem chemische Inhomogenitäten zwischen dendritischen und interdendritischen Bereichen im Gefüge beseitigt, dadurch die Tendenz zur lokalen Flossbildung der  $\gamma$ -Phase reduziert bzw. verhindert (im vorliegenden Ausführungsbeispiel konnte in den Kühlkanälen der Gasturbinenschaufel die Flossbildung der  $\gamma$ -Phase verhindert werden) und somit die Eigenschaften der Komponenten, insbesondere die Ermüdungseigenschaften bei niedrigen Lastspielzahlen, verbessert.

## Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung einer aus einer Nickel-Basis-Superlegierung bestehenden Einkristallkomponente oder gerichtet erstarrten Komponente, wobei die Komponente zunächst in bekannter Art und Weise unter Ausbildung eines Dendriten aufweisenden

Gefüges in Form gegossen und nachfolgend ein Lösungsglügen zur Homogenisierung des Gussgefüges der Komponente sowie eine zweistufige Ausscheidungswärmebehandlung durchgeführt wird, **gekennzeichnet durch** folgende Schritte:

A) Bestimmung des Dendritenarmabstandes ( $\lambda$ ) in verschiedenen Bereichen der gegossenen Komponente,

B) Identifizierung des langsamsten Diffusions-elementes in der Zusammensetzung der jeweiligen Nickel-Basis-Superlegierung zur Ermittlung des Diffusionskoeffizienten ( $D$ ),

C) Kalkulation der erforderlichen Zeit ( $t$ ), die notwendig ist, um die Segregation dieses langsamsten Diffusionselementes auf  $\leq 5\%$  zu reduzieren bei einer Lösungsglüh-temperatur ( $T_1$ ), welche einerseits niedriger als die Startschmelztemperatur ( $T_m$ ) ist, andererseits aber hoch genug ist, um im notwendigen Wärmebehandlungsfenster zu liegen,

D) Lösungsglügen der gegossenen Komponente, umfassend ein Erwärmen der Komponente auf die Lösungsglüh-temperatur ( $T_1$ ), ein Halten bei dieser Temperatur ( $T_1$ ) mit der im Schritt C) kalkulierten Zeit ( $t$ ) und ein Abschrecken von der Temperatur ( $T_1$ ) auf Raumtemperatur (RT) mit einer Geschwindigkeit ( $v_1$ )  $\geq 50$  °C/min,

E) Durchführung der zweistufigen Ausscheidungsbehandlung zur Ausscheidung der  $\gamma'$ -Phase bei jeweils niedrigeren Temperaturen ( $T_2$ ) und ( $T_3$ ) im Anschluss an den Schritt D), wobei in der ersten Stufe der Ausscheidungsbehandlung ein HIP-Verfahren mit einem isostatischen Druck ( $p$ ) grösser 160 MPa bei der Haltetemperatur ( $T_2$ ) und einer anschliessenden Abkühlung von der Temperatur ( $T_2$ ) auf Raumtemperatur (RT) mit einer Abkühlgeschwindigkeit ( $v_2$ )  $\geq 50$  °C/min durchgeführt wird, und in der nachfolgenden zweiten Stufe der Ausscheidungsbehandlung eine Wärmebehandlung der Komponente bei einer Haltetemperatur ( $T_3$ ) und einer anschliessenden Abkühlung von der Temperatur ( $T_3$ ) auf Raumtemperatur (RT) mit einer Abkühlgeschwindigkeit ( $v_3$ ) von 10 bis 50 °C/min **durch** geführt wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Bestimmung des Dendritenarmabstandes( $\lambda$ ) gemäss Schritt A) auf metallographischen Wege erfolgt.

3. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Abschreckgeschwindigkeit ( $v_1$ ) gemäss Schritt D)  $> 70$  °C/min ist.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet, dass** bei einer Nickel-Ba-

sis-Superlegierung mit folgender chemischer Zusammensetzung (Angaben in Gew.-%): 5.6 Al, 9.0 Co, 6.5 Cr, 0.1 Hf, 0.6 Mo, 3 Re, 6.5 Ta, 1.0 Ti, 6.0 W, Rest Ni der Schritt des Lösungsglühens bei folgenden Parametern 1290-1310 °C/4-6h/Schnellabkühlung mit  $v_1 \geq 50$  °C/min durchgeführt wird, der Schritt der ersten Stufe der  $\gamma'$ -Ausscheidungsbehandlung einen HIP-Prozess mit einem isostatischen Druck ( $p$ ) > 160 MPa bei einer Haltetemperatur ( $T_2$ ) von 1150 °C und einer Haltezeit von 4-8h umfasst und eine Schnellabkühlung mit ( $v_2$ )  $\geq 50$  °C/min erfolgt und die zweite Stufe der  $\gamma'$ -Ausscheidungsbehandlung ein Erwärmen und Halten bei 870 °C/16-20h/sowie eine Abkühlung mit einer Geschwindigkeit ( $v_3$ ) von 10-50 °C/min umfasst.

5

10

15

20

25

30

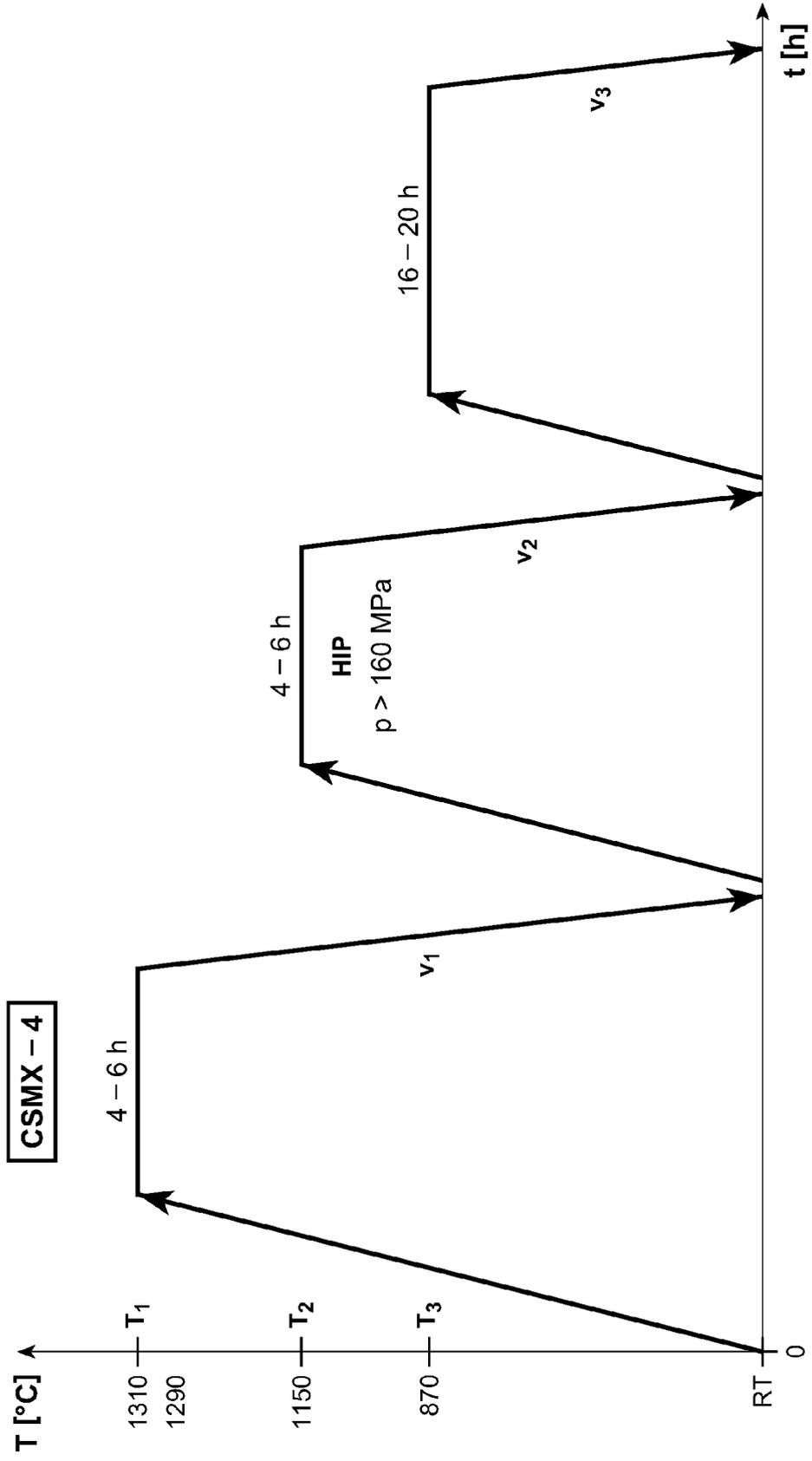
35

40

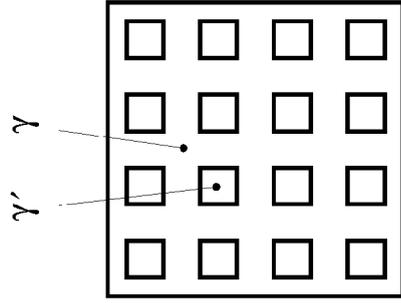
45

50

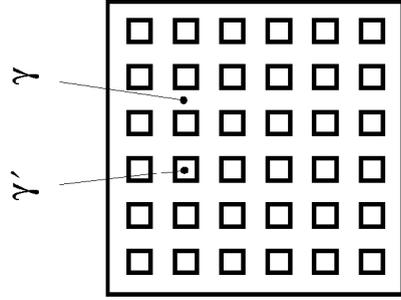
55



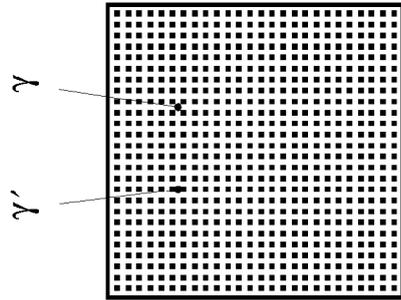
**FIG. 1**



**FIG. 2c**

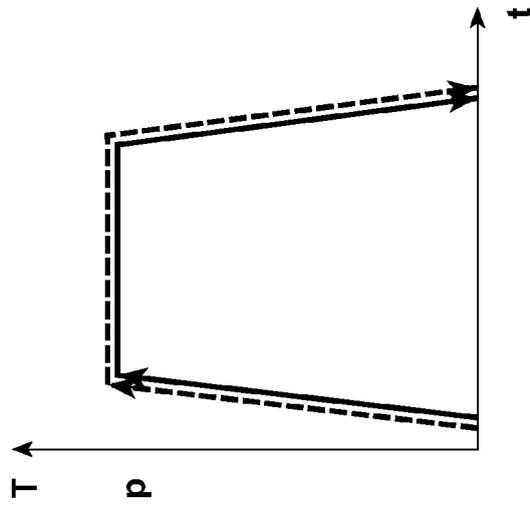


**FIG. 2b**

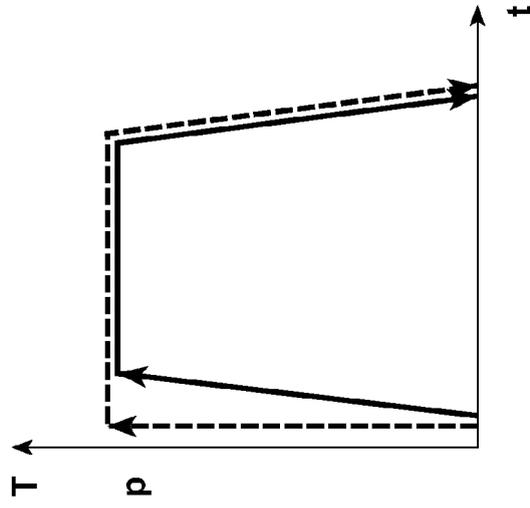


**FIG. 2a**

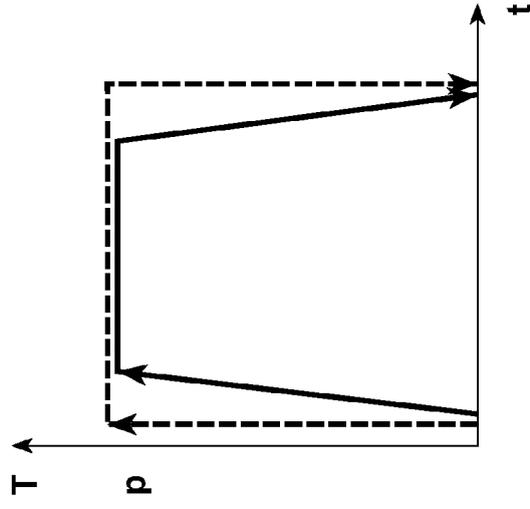
— T  
- - - p



**FIG. 3a**



**FIG. 3b**



**FIG. 3c**

**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 4643782 A [0010] [0012]
- EP 0208645 A [0010]
- US 5270123 A [0010]
- US 7115175 B2 [0010] [0020] [0021] [0023]
- US 5435861 A [0017]

**In der Beschreibung aufgeführte Nicht-Patentliteratur**

- **PESSAH-SIMONETTI, P. CARON ; T. KHAN.** Effect of long-term prior aging on tensile behaviour of high-performance single crystal superalloy. *Journal de Physique IV, Colloque C7*, November 1993, vol. 3 [0015]