



(11)

**EP 2 514 845 B1**

(12)

## EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:  
**08.06.2016 Patentblatt 2016/23**

(51) Int Cl.:  
**C22C 1/00 (2006.01) C22F 1/00 (2006.01)**

(21) Anmeldenummer: **12164534.5**

(22) Anmeldetag: **18.04.2012**

(54) **Verfahren zur Herstellung von Halbzeugen auf der Basis von intermetallischen Verbindungen**

Method for producing semi-finished products on the basis of inter-metallic compounds

Procédé de fabrication de demi-produits sur la base de liaisons intermétalliques

(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**

(30) Priorität: **21.04.2011 DE 102011007898**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
**24.10.2012 Patentblatt 2012/43**

(73) Patentinhaber:

- **Leibniz-Institut für Festkörper- und Werkstoffforschung Dresden e.V.**  
**01069 Dresden (DE)**
- **Technische Universität Dresden**  
**01069 Dresden (DE)**

(72) Erfinder:

- **Freudenberger, Jens**  
**01099 Dresden (DE)**
- **Marr, Tom**  
**01069 Dresden (DE)**

(74) Vertreter: **Rauschenbach, Marion**  
**Rauschenbach Patentanwälte,**  
**Bienertstrasse 15**  
**01187 Dresden (DE)**

(56) Entgegenhaltungen:

**EP-A1- 2 272 664 DE-A1- 10 329 552**  
**JP-A- 2 243 747 JP-A- 3 188 230**

- **T. MARR, J. FREUDENBERGER, A. KAUFFMANN, J. SCHARNWEBER, C.-G. OERTEL, W. SKROTZKI, U. SIEGEL, U. KÜHN, J. ECKERT, U. MARTIN, L. S. "Damascene Light-Weight Metals", ADVANCED ENGINEERING MATERIALS, Bd. 12, Nr. 12, 2010, Seiten 1191-1197, XP002678788,**
- **JINKEUN OH ET AL: "Microstructural analysis of multilayered titanium aluminide sheets fabricated by hot rolling and heat treatment", METALLURGICAL AND MATERIALS TRANSACTIONS A, SPRINGER-VERLAG, NEW YORK, Bd. 33, Nr. 12, 1. Dezember 2002 (2002-12-01), Seiten 3649-3659, XP019694074, ISSN: 1543-1940**
- **CHAUDHARI G P ET AL: "Titanium aluminide sheets made using roll bonding and reaction annealing", INTERMETALLICS, ELSEVIER SCIENCE PUBLISHERS B.V, GB, Bd. 18, Nr. 4, 1. April 2010 (2010-04-01), Seiten 472-478, XP026935029, ISSN: 0966-9795, DOI: 10.1016/J.INTERMET.2009.09.008 [gefunden am 2009-10-28]**
- **XU L ET AL: "Growth of intermetallic layer in multi-laminated Ti/Al diffusion couples", MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING A: STRUCTURAL MATERIALS:PROPERTIES, MICROSTRUCTURE & PROCESSING, LAUSANNE, CH, Bd. 435-436, 5. November 2006 (2006-11-05) , Seiten 638-647, XP027953001, ISSN: 0921-5093 [gefunden am 2006-11-05]**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents im Europäischen Patentblatt kann jedermann nach Maßgabe der Ausführungsordnung beim Europäischen Patentamt gegen dieses Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist. (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

**EP 2 514 845 B1**

- **ZHANG ET AL:** "Processing sheet materials by accumulative roll bonding and reaction annealing from Ti/Al/Nb elemental foils", **MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING A: STRUCTURAL MATERIALS:PROPERTIES, MICROSTRUCTURE & PROCESSING**, LAUSANNE, CH, Bd. 463, Nr. 1-2, 17. Mai 2007 (2007-05-17), Seiten 67-73, XP022082239, ISSN: 0921-5093, DOI: 10.1016/J.MSEA.2006.06.144
- **V. SU ET AL:** "Investigation on a fabrication technique of TiAl sheet", **MATERIALS SCIENCE FORUM**, Bd. 475-479, 1. Januar 2005 (2005-01-01), Seiten 805-808, XP9125200, CH ISSN: 0255-5476

## Beschreibung

**[0001]** Die Erfindung bezieht sich auf die Gebiete der Werkstoffwissenschaft und Umformtechnik und betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Halbzeugen auf der Basis von intermetallischen Verbindungen, welche beispielsweise als Schweißdraht für Auftrags- oder Verbindungsschweißen von Bauteilen auf der Basis von intermetallischen Verbindungen, wie Schaufeln in stationären Gasturbinen, Niederdruckverdichtern in Flugzeugturbinen oder als Konstruktionswerkstoff eingesetzt werden können.

**[0002]** Nach dem Stand der Technik sind zahlreiche Verfahren bekannt, metallische und nichtmetallische Materialien zu Halbzeugen zu verarbeiten. Insbesondere für metallische Materialien sind Ur- oder Umformverfahren, wie Gießen, Walzen, Ziehen, gut bekannt. Buch: Umformtechnik, Kurt Lange (Hrsg.), 2. Auflage, 1984, Springer Verlag, Berlin/Heidelberg u.a..

**[0003]** Weiterhin bekannt sind spezialisierte Metallumformverfahren zur Einstellung von ultrafeinkörnigen Gefügen in metallischen Werkstoffen (T. Marr, u.a., Adv. Eng. Mater. 12 (2010) 1191-1197). Dabei wird eine Umformung mittels einer Schmiedetechnologie erreicht, indem das Ausgangsmaterial durch Rundkneten oder Hämmern im Durchmesser sukzessive reduziert wird. Anschließend erfolgt die Teilung des entstandenen Drahtes und das Einstapeln in ein Hüllrohr. Wiederholtes Rundkneten oder Hämmern dieses Verbundes verfeinert das Gefüge und die geometrische Struktur.

**[0004]** Intermetallische Verbindungen sind chemisch homogene Verbindungen aus zwei oder mehr Metallen. Sie zeigen im Unterschied zu Legierungen häufig kristalline Strukturen (Gitter), die sich von denen der konstituierenden Metalle unterscheiden. In ihrem Gitter herrscht eine Mischbindung aus einem metallischen Bindungsanteil und geringeren Atombindungs- bzw. Ionenbindungsanteilen. Aus diesem Grund ist die Schmelztemperatur solcher Verbindungen häufig höher als die der Einzelkomponenten.

Bekannte intermetallische Verbindungen sind beispielsweise Heusler-Verbindungen, Verbindungen aus Formgedächtnismaterialien oder Supraleiterverbindungen (siehe beispielsweise Wikipedia, Stichwort Intermetallische Verbindungen).

**[0005]** Weiterhin bekannt sind Herstellungsverfahren für intermetallische Verbindungen. Hergestellt werden intermetallische Verbindungen sowohl durch pulvermetallurgische, als auch durch herkömmliche Schmelzverfahren, wobei gerade wegen ihrer mechanischen Eigenschaften die Herstellung und Verarbeitung schwierig sein kann.

**[0006]** So können Titanaluminide o. ä. beispielsweise über Schmelzen und Gießen in einem Kaltwand-Induktions-Tiegelofen hergestellt werden (Einsatz des Kaltwand-Induktions-Tiegelofens zum Schmelzen und Gießen von TiAl-Legierungen, Matthias Vogt, VDI Verlag 2001, Düsseldorf). Dabei kommt es nur zu einem gerin-

gen Kontakt zwischen dem zu schmelzenden Material und der geschlitzten, wassergekühlten Kupferkokille, die sich innerhalb einer Induktionsspule befindet. Das Verfahren eignet sich daher für hochschmelzende, hochreine und (im heißen Zustand) chemisch aggressive Materialien, wie die Titanaluminide, da das Verfahren auch leicht im Vakuum betrieben werden kann.

Weiterhin sind andere Verfahren zu Herstellung solcher Verbindungen bekannt (JP-A-63-247321). Hier werden Titanaluminidhalbzeuge in einem aufwändigen, mehrstufigen pulvermetallurgischem Verfahren hergestellt, bei dem zunächst Aluminium- und Titanpulvermischungen kalt isostatisch verpresst, die entlüfteten Grünstücke auf 455°C erhitzt, und anschließend nochmals verpresst und extrudiert werden müssen.

**[0007]** Aus der JP 3 188230 A ist ein Verfahren zur Herstellung von intermetallischen Verbundmaterial bekannt, bei dem die Ausgangsmaterialien in eine Hülle aus einem weiteren Material gefüllt werden und diese gefüllte Hülle mittels Hämmern zu einem Formkörper geformt wird, und das so erhaltene Material zerkleinert und diffusionsgeglüht wird.

**[0008]** Weiterhin ist aus der JP 2 243747 A ein Verfahren zur Herstellung von intermetallischen Verbunddrähten bekannt, bei dem Metalldrähte aus den reinen Elementen A und B in eine Hülle eingebracht werden, die aus den Metallen A oder B besteht. Diese gefüllte Hülle wird nachfolgend mittels Hämmern oder Ziehen zu einem Verbunddraht umgeformt. Eine Anzahl solcher Verbunddrähte allein oder mit Drähten aus den Metallen A und B werden wiederum in eine Hülle aus A oder B eingefüllt und wieder umgeformt. Nachfolgend wird ein Diffusionsglühen bis zur Bildung einer intermetallischen Verbindung durchgeführt.

**[0009]** Ebenfalls ist nach T. Marr et al: Advanced Engineering Materials 12, 12 (2010), 1191-1197 ein damasceneähnliches Verfahren bekannt, mit dem ein strangförmiges Kompositmaterial aus einem Al-Kern und einem Ti-Mantel mit einer Nb-Diffusionsbarriere zwischen Kern und Mantel hergestellt wird. Die Nb-Schicht zwischen Ti und Al soll die Entstehung von intermetallischen Phasen verhindern. Zur Herstellung des Kompositmaterials wird ein Al-Stab in ein Nb-Rohr und diese gemeinsam in ein Ti-Rohr geschoben und mittels Hämmern einer Umformung unterworfen. Der entstandene Draht wird in Einzelstäbe geschnitten und wieder gemeinsam in ein Ti-Rohr geschoben und wiederum mittels Hämmern umgeformt. Dieser Vorgang kann mehrmals wiederholt werden.

**[0010]** Nachteilig an den bekannten Lösungen ist, dass die Herstellung von intermetallischen Verbindungen nur mittels aufwändiger Verfahren möglich ist. Weiterhin sind Halbzeug- oder Bauteilgrößen auf die über schmelzmetallurgisch und pulvermetallurgisch herstellbaren Abmessungen begrenzt. Eine Drahtherstellung über diese Verfahren ist zum gegenwärtigen Zeitpunkt nicht möglich.

**[0011]** Der Erfindung liegt die Aufgabe zu Grunde, ein

Verfahren zur Herstellung von Halbzeugen auf der Basis von intermetallischen Verbindungen anzugeben, welches einfacher realisierbar und kostengünstiger ist.

**[0012]** Die Aufgabe wird durch die in den Ansprüchen angegebene Erfindung gelöst. Vorteilhafte Ausgestaltungen sind Gegenstand der Unteransprüche.

**[0013]** Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren zur Herstellung von Halbzeugen auf der Basis von intermetallischen Verbindungen wird eine erste Hülle aus mindestens einem Metall mit mindestens einem zweiten anderen Metall in kompakter und/oder Pulverform mindestens teilweise gefüllt, nachfolgend wird die gefüllte und geschlossene erste Hülle mittels Hämmern kaltumgeformt, danach wird das entstandene Umformgut zerkleinert und in eine weitere mindestens zweite Hülle aus mindestens einem Metall eingebracht und auch diese gefüllte und geschlossene mindestens zweite Hülle wieder mittels Hämmern kaltumgeformt, wobei dieser Verfahrensschritt einmal durchgeführt oder mehrmals wiederholt wird, und mindestens nach dem letzten Umformschritt wird eine Wärmebehandlung durchgeführt, wobei die Metalle insgesamt bezüglich ihrer Zusammensetzung und ihres Volumenanteils und die Wärmebehandlung zur Herstellung der intermetallischen Verbindung ausgewählt werden, und die Wärmebehandlung bei einer maximalen Temperatur durchgeführt wird, die immer unterhalb der Schmelztemperatur des niedrigstschmelzenden Metalls und/oder der Phase liegt und mindestens solange durchgeführt wird, bis mindestens das niedrigstschmelzende Metall vollständig in eine oder mehrere andere Phasen umgesetzt ist, und im Falle einer mehrstufigen Wärmebehandlung die maximale Temperatur immer unter der Schmelztemperatur des jeweils vorliegenden niedrigstschmelzenden Metalls und/oder Phase liegt.

**[0014]** Vorteilhafterweise werden Halbzeuge aus Titan und Aluminium, Nickel und Aluminium, Niob und Aluminium, Lithium und Aluminium, Magnesium und Aluminium, Magnesium und Nickel hergestellt.

**[0015]** Weiterhin vorteilhafterweise bestehen die Halbzeuge vollständig aus einer oder mehreren intermetallischen Verbindungen.

**[0016]** Ebenfalls vorteilhafterweise werden Hüllen mit kreisförmigem, dreieckigem, quadratischem, rechteckigem, mehreckigem, ovalem oder ellipsoidem Querschnitt eingesetzt.

**[0017]** Es ist auch von Vorteil, wenn das zweite andere Metall in kompakter Form in die erste Hülle eingebracht wird.

**[0018]** Und weiterhin von Vorteil ist es, wenn die Zerkleinerung des Umformgutes durch Zerschneiden, Brechen, Mahlen realisiert wird.

**[0019]** Vorteilhaft ist es auch, wenn der Verfahrensschritt des Zerkleinerns des das entstandenen Umformgutes, dessen Einbringen in eine weitere mindestens zweite Hülle aus mindestens einem Metall und dessen Umformen mittels Hämmern 2 bis 10mal durchgeführt wird.

**[0020]** Ebenfalls vorteilhaft ist es, wenn die Wärmebehandlung in einem Temperaturbereich 100°C - 1500 °C innerhalb einer Zeit von 0,5 h bis 24 h realisiert wird, noch vorteilhafterweise, wenn die Wärmebehandlung in mehreren Stufen durchgeführt wird.

**[0021]** Weiterhin vorteilhaft ist es, wenn zwischen Umformschritten eine Wärmebehandlung in Form einer Zwischenglühung durchgeführt wird.

**[0022]** Mit der erfindungsgemäßen Lösung wird es erstmals möglich, Halbzeuge auf der Basis von intermetallischen Verbindungen mit einem einfachen und kostengünstigen Verfahren herzustellen, sowie auch ein Halbzeug in Form eines Drahtes erstmalig direkt herzustellen.

**[0023]** Aus mindestens einem Metall wird eine Hülle hergestellt. Die Hülle kann dabei einen kreisförmigen, dreieckigen, quadratischen, rechteckigen, mehreckigen, ovalen oder ellipsoiden Querschnitt aufweisen. Jede andere Form eines Querschnittes ist aber ebenfalls möglich, wobei der runde oder annähernd runde Querschnitt bevorzugt ist. In diese Hülle wird ein mindestens zweites Metall in kompakter Form oder in Pulverform eingefüllt. Als kompakte Formen können beispielsweise Rohre oder Stangen zum Einsatz kommen. Die Pulverform soll erfindungsgemäß auch stückige Teile oder Granulate des zweiten Metalls umfassen.

Die Auswahl der Metalle erfolgt danach, welche intermetallische Verbindung das Halbzeug aufweisen soll. Dabei soll das Halbzeug nach der Herstellung im Wesentlichen vollständig aus der intermetallischen Verbindung bestehen, vorteilhafterweise vollständig. Auch die Volumenanteile der Metalle der Hülle und der Metalle, die in die Hülle gefüllt werden, werden nach der herzustellenden intermetallischen Verbindung ausgewählt.

**[0024]** Diese erste gefüllte Hülle wird dann geschlossen, beispielsweise durch Schweißen, Löten, Falten, Falzen, Nieten oder Verstopfen und wird dann der Kaltumformung mittels Hämmern zugeführt.

Unter Kaltumformung soll im Rahmen dieser Erfindung die Umformung der Verbunde bei einer Temperatur unterhalb der Rekristallisationstemperatur des am niedrigsten schmelzenden Metalls des Verbundes verstanden werden. Dabei kann die Kaltumformung nach der vorliegenden Erfindung auch bei Temperaturen bis - 196 °C realisiert werden. Vorteilhafterweise soll die erfindungsgemäße Kaltumformung aber bei und um die Raumtemperatur durchgeführt werden.

**[0025]** Nach dem Schließen der Hülle erfolgt die Kaltumformung mittels Hämmern. Das hergestellte Umformgut wird dann zerkleinert. Die Zerkleinerung kann durch Zerschneiden, Brechen, Mahlen realisiert werden. Vorteilhafterweise wird eine Stange oder ein Draht als Umformgut hergestellt und dieses dann in Abschnitte zerteilt.

Das zerkleinerte Umformgut wird anschließend in eine oder mehrere zweite Hülle(n) eingestapelt. Vorteilhafterweise werden die zerteilten Stangen in die zweite Hülle eingestapelt. Es kann aber auch das zerkleinerte Um-

formgut in Form von Granulat oder Stücken oder Pulver in die mindestens zweite Hülle eingefüllt werden.

Alle Hüllmaterialien sind weiterhin Metalle. Die Auswahl der Hüllmaterialien ist immer von der zu erzielenden Zusammensetzung der intermetallischen Verbindung abhängig.

**[0026]** Nach dem Verschließen der Hülle erfolgt erneut die Kaltumformung mittels Hämmern. Dabei wird das Hämmern solange durchgeführt, bis der gewünschte Umformgrad erreicht, und/oder das gewünschte Halbzeug hergestellt ist. Sofern das Halbzeug sowohl hinsichtlich seiner geometrischen Abmessungen als auch hinsichtlich seiner Zusammensetzung nicht mit einem Kaltumformschritt mittels Hämmern herstellbar ist, kann dieser zweite Umformschritt mehrfach wiederholt werden, wobei immer eine oder mehrere weitere Hülle(n) eingesetzt werden können, die mit dem zerteilten Umformgut des vorherigen Umformschrittes gefüllt werden und dann mittels Hämmern weiter kaltumgeformt werden. Diese Wiederholungen können beliebig oft realisiert werden, wobei jedoch für den Gesamtprozess zu beachten ist, dass durch das Hinzufügen jedes Hüllmaterials die Zusammensetzung der im Halbzeug befindlichen Komponenten verändert werden kann. Daher ist es vorteilhaft, sowohl die Anzahl der Umformschritte als auch die jeweiligen Anteile an den Metallen vor der Umformung festzulegen.

**[0027]** Für den erfindungsgemäßen Umformprozess ist zu beachten, dass während der Umformung im Wesentlichen noch keine Umwandlung der metallischen Materialien in intermetallische Verbindungen erfolgen darf. Geringe Umwandlungen sind möglich, solange das Umformgut noch umformbar ist.

**[0028]** Mindestens nach dem letzten Umformschritt wird das Umformgut wärmebehandelt. Die Wärmebehandlung führt zur Umwandlung der metallischen Materialien in die intermetallischen Verbindungen. Die Wärmebehandlung wird dabei immer bei einer maximalen Temperatur durchgeführt, die unterhalb der Schmelztemperatur des niedrigstschmelzenden Metalls, welches eingesetzt worden ist, liegt. Dabei ist zu berücksichtigen, dass je höher die Temperatur liegt, umso schneller die Umwandlung in die intermetallischen Verbindungen erfolgt.

Weiterhin muss die Wärmebehandlung solange durchgeführt werden, bis mindestens das niedrigstschmelzende Metall im Wesentlichen vollständig in das mindestens andere Metall diffundiert ist.

Im Falle einer mehrstufigen Wärmebehandlung kann im Zuge der Diffusion zwischenzeitlich eine oder mehrere metallische Phasen gebildet werden, die dann eine höhere Schmelztemperatur aufweist/aufweisen, als die des vorher vorhandenen niedrigstschmelzenden Metalls. Nach dessen vollständiger Umsetzung kann dann die maximale Temperatur der Wärmebehandlung auch höher sein, als in einer der vorherigen Stufen der Wärmebehandlung. Dadurch kann eine weitere Phasenreaktion oder eine bessere Homogenität realisiert werden. Vor-

teilhafterweise wird die Wärmebehandlung je nach eingesetzten Metallen und deren geometrischer Verteilung im Verbund bei Temperaturen unterhalb der Schmelztemperatur der niedrigstschmelzenden beteiligten Phase liegt. Typischerweise kommen dabei Temperaturen von 100°C bis 1500°C innerhalb von Glühdauern zwischen 0,5 h und 24 h zum Einsatz.

Wärmebehandlungen zwischen den Umformschritten sind möglich, jedoch ist in jedem Fall eine Wärmebehandlung nach dem letzten Umformschritt notwendig. Auch bei Wärmebehandlungen zwischen den Umformschritten sind die maximalen Temperaturen entsprechend der maximalen Temperatur bei der abschließenden Wärmebehandlung begrenzt. Die Dauer der Wärmebehandlungen zwischen den Umformschritten darf dabei nicht zu einer nennenswerten Umwandlung in intermetallische Verbindungen führen, damit das Umformgut noch umformbar bleibt.

**[0029]** Nachfolgend wird die Erfindung an mehreren Ausführungsbeispielen näher erläutert.

#### Beispiel 1 ( $\text{Ti}_3\text{Al}$ )

**[0030]** In ein Titanrohr (Titan Grade 1) mit den Abmessungen: Außendurchmesser (AD) 24,0 mm, Innendurchmesser (ID) 20,0 mm und einer Länge von 400 mm wird eine Aluminiumstange der Legierung AA 5049 mit AD 19,8 mm der Länge 300 mm eingesetzt. Vor und hinter die Aluminiumstange werden Titanstopfen desselben Durchmessers von 10 mm Länge eingesetzt. Anschließend erfolgt die Kaltumformung durch Hämmern bei Raumtemperatur auf AD 2,8 mm des Verbundes. Der Verbunddraht wird in 37 Stücke zu je 250 mm Länge gesägt. Diese Stücke werden in ein zweites Hüllrohr aus Titan eingesetzt und ebenfalls mit Stopfen vorn und hinten verschlossen. Im Weiteren wird dieser neue Verbund wieder auf AD 2,8 mm mittels Hämmern kaltumgeformt, wieder zerkleinert, in eine dritte Titanhülle eingefügt und wiederum auf AD 2,8 mm kaltumgeformt. Dieser neue Draht wird in einer zweistufigen Glühung in die Titanaluminidphase  $\text{Ti}_3\text{Al}$  überführt. Die erste Stufe erfolgt bei einer Temperatur von 600 °C für 6 h. Die zweite Stufe wird bei einer Temperatur von 1100°C über 5 h durchgeführt und homogenisiert den Drahtquerschnitt.

#### Beispiel 2 ( $\text{TiAl}$ )

**[0031]** In ein Titanrohr (Titan Grade 1) mit den Abmessungen: Außendurchmesser (AD) 24,0 mm, Innendurchmesser (ID) 22,0 mm und einer Länge von 400 mm wird eine Aluminiumstange der Legierung AA 5049 mit AD 21,5 mm der Länge 300 mm eingesetzt. Vor und hinter die Aluminiumstange werden Titanstopfen desselben Durchmessers eingesetzt. Anschließend erfolgt die Kaltumformung durch Hämmern bei Raumtemperatur auf AD 2,8 mm des Verbundes. Der Verbunddraht wird in 37 Stücke zu je 250 mm Länge gesägt. Diese Stücke werden in ein zweites Hüllrohr aus Titan eingesetzt und

ebenfalls mit Stopfen vorn und hinten verschlossen. Im Weiteren wird dieser neue Verbund wieder auf AD 2,8 mm mittels Hämmern kaltumgeformt. Der Verbunddraht wird wiederum in 37 Stücke zu je 250 mm Länge gesägt und diese in ein drittes Hüllrohr aus Titan eingesetzt, verschlossen und wiederum auf 2,8 mm mittels Hämmern kaltumgeformt. Dieser neue Draht wird in einer zweistufigen Glühung in die Titanaluminidphase TiAl überführt. Die erste Stufe erfolgt bei einer Temperatur von 600 °C für 4 h. Die zweite Stufe wird bei einer Temperatur von 1200°C über 8 h durchgeführt und homogenisiert den Drahtquerschnitt.

### Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Halbzeugen auf der Basis von intermetallischen Verbindungen, bei dem eine erste Hülle aus mindestens einem Metall mit mindestens einem zweiten anderen Metall in kompakter und/oder Pulverform mindestens teilweise gefüllt wird, nachfolgend die gefüllte und geschlossene erste Hülle mittels Hämmern kaltumgeformt wird, danach das entstandene Umformgut zerkleinert und in eine weitere mindestens zweite Hülle aus mindestens einem Metall eingebracht und auch diese gefüllte und geschlossene mindestens zweite Hülle wieder mittels Hämmern kaltumgeformt wird, wobei dieser Verfahrensschritt einmal durchgeführt oder mehrmals wiederholt wird, und mindestens nach dem letzten Umformschritt eine Wärmebehandlung durchgeführt wird, wobei die Metalle insgesamt bezüglich ihrer Zusammensetzung und ihres Volumenanteils und die Wärmebehandlung zur Herstellung der intermetallischen Verbindung ausgewählt werden, und die Wärmebehandlung bei einer maximalen Temperatur durchgeführt wird, die immer unterhalb der Schmelztemperatur des niedrigstschmelzenden Metalls und/oder der Phase liegt und mindestens solange durchgeführt wird, bis mindestens das niedrigstschmelzende Metall vollständig in eine oder mehrere andere Phasen umgesetzt ist, und im Falle einer mehrstufigen Wärmebehandlung die maximale Temperatur immer unter der Schmelztemperatur des jeweils vorliegenden niedrigstschmelzenden Metalls und/oder Phase liegt.
2. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem Halbzeuge aus Titan und Aluminium, Nickel und Aluminium, Niob und Aluminium, Lithium und Aluminium, Magnesium und Aluminium, Magnesium und Nickel hergestellt werden.
3. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem die Halbzeuge vollständig aus einer oder mehreren intermetallischen Verbindungen bestehen.
4. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem Hüllen mit

kreisförmigem, dreieckigem, quadratischem, rechteckigem, mehreckigem, ovalem oder ellipsoidem Querschnitt eingesetzt werden.

5. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem das zweite andere Metall in kompakter Form in die erste Hülle eingebracht wird.
6. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem die Zerkleinerung des Umformgutes durch Zerschneiden, Brechen, Mahlen realisiert wird.
7. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem der Verfahrensschritt des Zerkleinerns des das entstandenen Umformgutes, dessen Einbringen in eine weitere mindestens zweite Hülle aus mindestens einem Metall und dessen Umformen mittels Hämmern 2 bis 10mal durchgeführt wird.
8. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem die Wärmebehandlung in einem Temperaturbereich 100 °C - 1500 °C innerhalb einer Zeit von 0,5 h bis 24 h realisiert wird.
9. Verfahren nach Anspruch 8, bei dem die Wärmebehandlung in mehreren Stufen durchgeführt wird.
10. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem zwischen Umformschritten eine Wärmebehandlung in Form einer Zwischenglühung durchgeführt wird.

### Claims

1. Method for producing semi-finished products on the basis of inter-metallic compounds, in which a first shell of at least one metal is at least partially filled with at least one second, other metal in compact and/or powder form, after which the filled and closed first shell is cold formed by hammering, after which the resulting formed material is comminuted and is introduced into another at least second shell made of at least one metal; this filled and closed at least second shell is in turn cold formed by hammering, this method step being carried out once or repeated multiple times, and at least after the final forming step a heat treatment is carried out wherein the metals overall are selected in respect of their composition and their volume fraction and the heat treatment is selected for producing the inter-metallic compound, and the heat treatment is carried out at a maximum temperature which is always below the melting point of the lowest-melting metal and/or of the phase and is carried out for at least as long as it takes for at least the lowest-melting metal to transition completely into one or more other phases, and in the case of a multi-stage heat treatment the maximum temperature is always below the melting point

of the lowest-melting metal and/or phase present in each case.

2. Method according to Claim 1, producing semi-finished products made of titanium and aluminium, nickel and aluminium, niobium and aluminium, lithium and aluminium, magnesium and aluminium, magnesium and nickel. 5
3. Method according to Claim 1, in which the semi-finished products are made entirely of one or more inter-metallic compounds. 10
4. Method according to Claim 1, in which use is made of shells of circular, triangular, square, rectangular, polygonal, oval or ellipsoidal cross section. 15
5. Method according to Claim 1, in which the second other metal is introduced into the first shell in compact form. 20
6. Method according to Claim 1, in which the formed material is comminuted by chopping, breaking, grinding. 25
7. Method according to Claim 1, in which the method step of comminuting the resulting formed material and introducing this into another at least second shell made of at least one metal, and forming this by hammering is carried out 2 to 10 times. 30
8. Method according to Claim 1, in which the heat treatment is carried out in a temperature range of 100°C - 1500°C for a time of 0.5 h to 24 h. 35
9. Method according to Claim 8, in which the heat treatment is carried out in multiple stages. 40
10. Method according to Claim 1, in which, between forming steps, heat treatment in the form of intermediate annealing is carried out. 45

## Revendications

1. Procédé pour la production de produits semi-finis à base de composés intermétalliques, dans lequel une première coquille en au moins un métal est remplie au moins partiellement par au moins un deuxième autre métal, sous forme compacte et/ou sous forme de poudre, la première coquille remplie et fermée est ensuite soumise à un formage à froid à l'aide de marteaux, le produit soumis à un formage obtenu est ensuite réduit en morceaux et introduit dans au moins une deuxième coquille en au moins un métal et cette au moins deuxième coquille, remplie et fermée, est également de nouveau soumise à un formage à froid à l'aide de marteaux, cette étape de 50

procédé étant réalisée une fois ou répétée plusieurs fois, et un traitement thermique est réalisé au moins après la dernière étape de formage, les métaux étant choisis globalement, en ce qui concerne leur composition et leur proportion volumique et le traitement thermique, en vue de la production du composé intermétallique, et le traitement thermique est réalisé à une température maximale qui est toujours inférieure à la température de fusion du métal et/ou de la phase présentant le point de fusion le plus bas et est réalisé au moins jusqu'à ce que le métal présentant le point de fusion le plus bas soit transformé complètement en une ou plusieurs autres phases et, dans le cas d'un traitement thermique en plusieurs étapes, la température maximale est toujours inférieure à la température de fusion du métal et/ou de la phase présentant le point de fusion le plus bas à chaque fois présent(e).

2. Procédé selon la revendication 1, dans lequel sont produits des produits semi-finis en titane et en aluminium, en nickel et en aluminium, en niobium et en aluminium, en lithium et en aluminium, en magnésium et en aluminium, en magnésium et en nickel. 25
3. Procédé selon la revendication 1 dans lequel les produits semi-finis sont complètement constitués par un ou plusieurs composés intermétalliques. 30
4. Procédé selon la revendication 1, dans lequel sont utilisées des coquilles présentant une section circulaire, triangulaire, quadratique, rectangulaire, polygonale, ovale ou ellipsoïde. 35
5. Procédé selon la revendication 1, dans lequel le deuxième autre métal est introduit sous forme compacte dans la première coquille. 40
6. Procédé selon la revendication 1, dans lesquels la réduction en morceaux du produit soumis à un formage est réalisée par découpage, concassage, broyage. 45
7. Procédé selon la revendication 1, dans lequel l'étape de procédé de réduction en morceaux du produit soumis à un formage obtenu, de son introduction dans au moins une autre deuxième coquille en au moins un métal et de son formage au moyen de marteaux est réalisée 2 à 10 fois. 50
8. Procédé selon la revendication 1, dans lequel le traitement thermique est réalisé dans une plage de température de 100°C-1500°C en un temps de 0,5 h à 24 h. 55
9. Procédé selon la revendication 8, dans lequel le traitement thermique est réalisé en plusieurs étapes.

10. Procédé selon la revendication 1, dans lequel un traitement thermique sous forme d'un recuit intermédiaire est réalisé entre les étapes de formage.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

## 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

- JP 63247321 A [0006]
- JP 3188230 A [0007]
- JP 2243747 A [0008]

### In der Beschreibung aufgeführte Nicht-Patentliteratur

- Umformtechnik. Springer Verlag, 1984 [0002]
- **T. MARR, U.A.** *Adv. Eng. Mater.*, 2010, vol. 12, 1191-1197 [0003]
- **MATTHIAS VOGT.** Einsatz des Kaltwand-Induktions-Tiegelofens zum Schmelzen und Gießen von TiAl-Legierungen. VDI Verlag, 2001 [0006]
- **T. MARR et al.** *Advanced Engineering Materials*, 2010, vol. 12 (12), 1191-1197 [0009]