



(10) **DE 10 2018 113 340 B4** 2020.10.01

(12)

Patentschrift

(21) Aktenzeichen: **10 2018 113 340.5**
(22) Anmeldetag: **05.06.2018**
(43) Offenlegungstag: **05.12.2019**
(45) Veröffentlichungstag
der Patenterteilung: **01.10.2020**

(51) Int Cl.: **C22C 27/04** (2006.01)
C22C 32/00 (2006.01)
B22F 3/15 (2006.01)
C22C 27/02 (2006.01)
C22C 30/00 (2006.01)
F01D 5/28 (2006.01)

Innerhalb von neun Monaten nach Veröffentlichung der Patenterteilung kann nach § 59 Patentgesetz gegen das Patent Einspruch erhoben werden. Der Einspruch ist schriftlich zu erklären und zu begründen. Innerhalb der Einspruchsfrist ist eine Einspruchsgebühr in Höhe von 200 Euro zu entrichten (§ 6 Patentkostengesetz in Verbindung mit der Anlage zu § 2 Abs. 1 Patentkostengesetz).

(73) Patentinhaber:
**Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg, 39106
Magdeburg, DE**

(74) Vertreter:
**Patentanwälte Einsel & Kollegen, 38102
Braunschweig, DE**

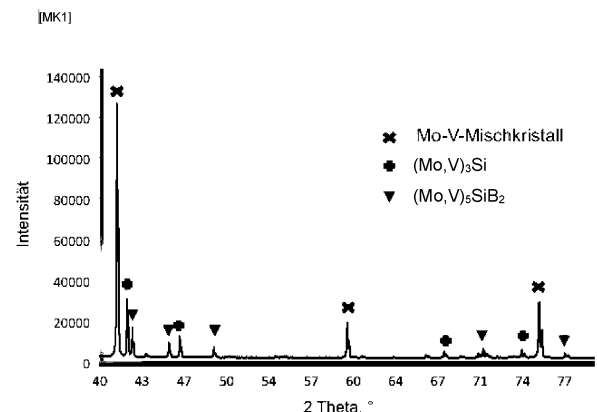
(72) Erfinder:
Krüger, Manja, Prof. Dr., 39116 Magdeburg, DE

(56) Ermittelter Stand der Technik:

DE	25 34 379	A1
DE	696 20 998	T2
DE	11 55 609	A
US	7 005 191	B2
US	2002 / 0 119 340	A1
US	2016 / 0 060 734	A1
EP	0 804 627	B1
WO	2005/ 028 692	A1
WO	2016/ 188 696	A1

(54) Bezeichnung: **Dichteoptimierte Molybdänlegierung**

(57) Hauptanspruch: Molybdänlegierung mit 5 bis 25 At% Silizium, 0,5 bis 25 At% Bor und 10 bis 50 At% Vanadium sowie der Rest Molybdän, wobei die Molybdänlegierung eine Molybdän-Vanadium-Mischkristallmatrix und darin verteilt mindestens eine Silizidphase aufweist, wobei die mindestens eine Silizidphase ausgewählt ist unter $(\text{Mo}, \text{V})_3\text{Si}$, $(\text{Mo}, \text{V})_5\text{SiB}_2$ und $(\text{Mo}, \text{V})_5\text{Si}_3$, und die Dichte der Molybdänlegierung weniger als 8 g/cm^3 beträgt.



Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft eine dichteoptimierte und hochtemperaturbeständige Legierung auf Basis von Molybdän-Silizium-Bor (Mo-Si-B), Verfahren zu deren Herstellung und Verwendung als Strukturwerkstoff.

[0002] Legierungen mit Molybdän, Silizium und/oder Bor sind bekannt. Die DE 25 34 379 A1 beschreibt amorphe Legierungssysteme, die Molybdän, Silizium, Bor sowie weitere Elemente enthalten können, die sich durch ihre thermische Stabilität auszeichnen. Das heißt, diese amorphen Legierungen gehen erst bei hohen Temperaturen in die Kristallphase über.

[0003] In der DE 11 55 609 A wird auf die Erhöhung der Oxidationsbeständigkeit und Festigkeit von Molybdänlegierungen abgezielt. Hinweise auf die Zähigkeit werden nicht gegeben. Die beschriebenen Legierungen enthalten notwendigerweise mindestens ein Metallborid ausgewählt unter Chrom-, Titan- und Zirkonborid.

[0004] WO 2005/028692 A1 betrifft eine Mo-Si-B-Legierung, deren wesentliche Bestandteile Mo-Silizid und Mo-B-Silizid sind. Die Legierung kann weitere Elemente enthalten, die mit der Molybdänmatrix einen Mischkristall bilden, das heißt diese weiteren Elemente liegen in der Mischkristallmatrix vor, nicht jedoch als Silizidphasen.

[0005] Nach dem US Patent 2016/0 060 734 A1 wird die Dichte einer Mo-Si-B-Legierung durch teilweisen Austausch des Schwermetalls Mo durch das leichtere Metall Ti reduziert. Allerdings wird darauf hingewiesen, dass sich durch die Substitution durch Ti zwar die Dichte verringern lässt, jedoch die Eigenschaften der Ausgangslegierung negativ beeinflusst werden. Zum Ausgleich werden daher weitere Elemente wie Eisen und/oder Yttrium zugesetzt.

[0006] Das ternäre Mo-Si-B-Legierungssystem weist nicht nur eine sehr hohe Schmelztemperatur auf (jenseits von 2000°C), welche eine Anwendung bei Temperaturen deutlich oberhalb von 1000 °C ermöglicht, sondern zeichnet sich darüber hinaus durch eine gute Oxidationsbeständigkeit, hervorragende Kriechbeständigkeit und eine hinreichende Duktil-Spröd-Übergangstemperatur und Bruchzähigkeit aus. Aufgrund dieser Eigenschaften eignet sich das ternäre Mo-Si-B-Legierungssystem insbesondere als Strukturwerkstoff für die Herstellung von Bauteilen, die bei sehr hohen Temperaturen betrieben werden, wie zum Beispiel Turbinenschaufeln und -scheiben in Gasturbinen, für hochbelastete Bauteile in der Luft- und Raumfahrtstechnik, aber auch für Werkzeuge in der Umformtechnik.

[0007] Von besonderem Vorteil für die Hochtemperaturanwendung ist die sehr gute Oxidationsbeständigkeit dieses Legierungssystems, sofern der Silizidanteil größer als 50 % ist. Schutzmaßnahmen zur Verhinderung von Oxidation, wie zum Beispiel der Einsatz von Schutzgas oder Aufbringen von Schutzschichten, können damit bei pulvermetallurgisch erzeugten Werkstoffen oder anders hergestellten, sehr feinkörnigen Werkstoffen mit einer Kerngröße von weniger als 10 µm und homogener Phasenverteilung entfallen.

[0008] Reines Molybdän als Refraktärmetall ist mit einem Schmelzpunkt von 2623 °C prinzipiell für Hochtemperaturanwendungen geeignet. Ein Problem ist jedoch dessen geringe Oxidationsbeständigkeit bereits bei Temperaturen oberhalb von 600 °C. Durch das Zulegieren von Silizium und Bor zu Molybdän und die damit verbundene Bildung von Siliziden wurde eine signifikante Steigerung der Oxidationsbeständigkeit erzielt. Eine derartige ternäre oxidationsbeständige Mo-Si-B-Legierung ist zum Beispiel in EP 0 804 627 B1 beschrieben. Dieses ternäre Legierungssystem bildet bei Temperaturen über 540 °C eine Bor-Silikat-Schicht aus, die ein weiteres Eindringen von Sauerstoff in den Festkörper beziehungsweise das Bauteil verhindert.

[0009] Im Hinblick auf das vorstehend aufgezeigte hervorragende Eigenschaftsprofil wäre dieses ternäre Mo-Si-B-Legierungssystem ein vielversprechender Kandidat als Strukturwerkstoff bei hohen Temperaturen auch für rotierende oder fliegende Anwendungen wie zum Beispiel als Turbinenwerkstoff.

[0010] Ein Nachteil für derartige Anwendungen, aber auch andere Anwendungen, ist hier die hohe Dichte, die typischerweise zwischen 8,5 und 9,5 g/cm³ liegt. Beispielsweise hat die Legierung Mo-9Si-8B eine Dichte von 9,5 g/cm³.

[0011] Es war daher Aufgabe der vorliegenden Erfindung, ein Legierungssystem auf Basis von Mo-Si-B bereitzustellen, das eine geringere Dichte als das bekannte Mo-Si-B-Legierungssystem aufweist, und somit vor-

teilhaft als Strukturwerkstoff für rotierende oder fliegende Anwendungen, insbesondere auch in der Luft- und Raumfahrttechnik, eingesetzt werden kann. Weiter soll das Legierungssystem die Vorteile des ternären Legierungssystems Mo-Si-B insbesondere in Bezug auf die Oxidationsbeständigkeit beibehalten.

[0012] Diese Aufgabe wird gelöst, durch ein Legierungssystem mit 5 bis 25 At% Silizium (Si), 0,5 bis 25 At% Bor (B), 10 bis 50 At% Vanadium (V) sowie der Rest Molybdän, wobei die Molybdänlegierung eine Molybdän-Vanadium-Matrix und darin verteilt mindestens eine Silizidphase ausgewählt unter $(\text{Mo},\text{V})_3\text{Si}$, $(\text{Mo},\text{V})_5\text{SiB}_2$ und $(\text{Mo},\text{V})_5\text{Si}_3$ aufweist, und die Dichte der Molybdänlegierung weniger als 8 g/cm^3 beträgt.

[0013] Vorzugsweise beträgt der Gehalt an Mo mehr als 10 At%, insbesondere mindestens 20 At% und mehr. Besonders bevorzugt ist ein Gehalt an Mo von mindestens 40 At% und mehr. Bevorzugte Gehaltsbereiche sind für Si 8-15 At%, B 7-20 At% und V 10-40 At%.

[0014] Vorzugsweise weist das erfindungsgemäße Legierungssystem einen Silizidphasenanteil von mindestens 30 % und insbesondere mindestens 50 % auf.

[0015] Vanadium zählt mit einem Schmelzpunkt von $1910 \text{ }^\circ\text{C}$ und damit weniger als $2000 \text{ }^\circ\text{C}$, zu den sogenannten erweiterten Refraktärmetallen, hat jedoch eine deutlich niedrigere Dichte von $6,11 \text{ g/cm}^3$ bei $293,15 \text{ K}$ als Molybdän mit $10,28 \text{ g/cm}^3$. Ein weiterer Vorteil von Vanadium ist, dass es einen ähnlichen Atomradius (134 pm) wie Molybdän (145 pm) und die gleiche Kristallstruktur, nämlich kubisch raumzentriert, aufweist. Dadurch ergibt sich eine gute Misch- und Austauschbarkeit dieser beiden Elemente im Kristallgitter und somit eine gute Legierbarkeit der beiden Elemente.

[0016] Zudem hat Vanadium eine hohe Duktilität, sodass dessen Zusatz die Zähigkeit der ternären Mo-Si-B-Legierung nicht verschlechtert.

[0017] Die erfindungsgemäßen Legierungen mit Vanadium-Zusatz weisen eine Dichte von weniger als 8 g/cm^3 bei $293,15 \text{ K}$ auf.

[0018] Es hat sich gezeigt, dass sich das hinzulegierte Vanadium in den jeweiligen Mo-Mischkristall- und Silizidphasen löst, jedoch die strukturellen Merkmale der bekannten Phasen in Mo-Si-B-Legierungen nicht verändert.

[0019] Das ternäre Mo-Si-B-System weist eine Mo-Mischkristallmatrix auf, die an sich gute Zähigkeit besitzt. Hierbei lagern sich Bor auf Zwischengitterplätzen und Silizium auf regulären Gitterplätzen in der Mo-Phase ein.

[0020] Zusätzlich können sich bereits während des Vorlegierens Silizidphasen bilden, zum Beispiel bei sehr langen und hochenergetischen Legierungsprozessen oder beim Pulververdüsen. Spätestens bei der Kompaktierung der Pulver und/oder Wärmebehandlung entstehen Silizidphasen. Diese Phasen, insbesondere Mo_3Si (A15) und Mo_5SiB_2 (T2), geben dem System zwar eine hohe Festigkeit, setzen aber die Zähigkeit aufgrund ihrer Sprödhheit herab. Mit zunehmender Konzentration an Silizium und Bor steigt der Anteil der Silizidphasen, welche bei Überschreiten eines kritischen Anteils (ca. 50% bei Herstellung über den mechanischen Legierungsprozess) die Matrixphase in dem Gefüge bilden können. Es wird erwartet, dass sich dadurch neben einer Verringerung der Zähigkeit auch eine Verschiebung der Spröd-Duktil-Übergangstemperatur hin zu höheren Temperaturen ergibt. Zur Vermeidung dieser Nachteile ist es daher angestrebt, Legierungen mit Mo-Mischkristallphase als Matrixphase herzustellen.

[0021] Die Zugabe von V führt nicht zur Verschlechterung der Zähigkeit von Mo-Si-B-Legierungen, sondern zur Stabilisierung der Mo-Mischkristallphase und mit einem leicht erhöhten Mischkristallanteil zur Verbesserung der Zähigkeit des Gesamtsystems.

Weiterhin führt die Substitution von V-Atomen im Mo-Mischkristallgitter zu einer weiteren Verbesserung der Festigkeit.

[0022] Im Ergebnis ist festzuhalten, dass der Zusatz von Vanadium zu dem ternären Mo-Si-B-Legierungssystem nicht nur zu einer Verringerung der Dichte, sondern zugleich zu einer Verbesserung der Festigkeit bei gleichbleibender Zähigkeit führt. Zudem hat das erfindungsgemäße Legierungssystem infolge des Zusatzes von V auch bei Silizidphasenanteilen von mehr als 50 % ein Gefüge bei dem die Silizidphasen in einer Mo-Mischkristallmatrix verteilt vorliegen.

[0023] Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform kann der Mo-Si-B-V-Basislegierung Titan (Ti) in einer Menge von 0,5-30 At% zugesetzt werden.

Es wurde festgestellt, dass ein Zusatz von 0,5 bis 10 At% zu einer Stabilisierung der Mischkristall-(Mo,V)₃Si-(Mo,V)₅SiB₂-Struktur führt und ein Zusatz von 10 bis 30 At% die Herstellung einer 4-Phasenlegierung Mischkristall-(Mo,V)₃Si-(Mo,V)₅SiB₂-(Mo,V)₅Si₃ begünstigt. Bei (Mo,V)₅Si₃ handelt es sich um die T1-Phase.

Zudem trägt der Zusatz von Ti, das eine Dichte von lediglich 4,51 g/cm³ hat, zu einer weiteren Verringerung der Dichte bei.

[0024] Je nach Bedarf kann die erfindungsgemäße Basislegierung ein oder mehrere zusätzliche Legierungselemente ausgewählt aus der Gruppe aus Al, Fe, Zr, Mg, Li, Cr, Mn, Co, Ni, Cu, Zn, Ge, Ga, Y, Nb, Cd, Ca und La, jeweils in einem Gehalt von 0,01 At% bis 15 At%, vorzugsweise bis 10 At% und/oder ein oder mehrere Legierungselemente ausgewählt aus der Gruppe aus HF, Pb, Bi, Ru, Rh, Pd, Ag, Au, Ta, W, Re, Os, Ir und Pt jeweils in einem Gehalt von 0,01 At% bis vorzugsweise höchstens 5 At% enthalten.

Bei der letzteren Gruppe handelt es sich um schwere Elemente mit einer Dichte von mehr als 9 g/cm³, die zur Vermeidung einer Erhöhung der Dichte in möglichst geringer Menge zugesetzt werden sollten.

[0025] Die vorstehend genannten zusätzlichen Legierungselemente können auch in Form ihrer Oxide, Nitride und/oder Karbide und Komplexphasen (z.B. Oxynitride) in Konzentrationen bis zu 15 vol% der Legierung zugesetzt werden.

[0026] Fertigungstechnisch bedingt können die erfindungsgemäßen Legierungen noch interstitiell lösliche Elemente wie Sauerstoff, Stickstoff, Wasserstoff enthalten. Es handelt sich hierbei um unvermeidbare Verunreinigungen, die sich aus dem Prozess nicht immer vollständig fernhalten lassen. Diese liegen jedoch nur im ppm-Bereich vor, typischerweise wenige 100 ppm.

[0027] Bei den erfindungsgemäßen Legierungen handelt es sich um nicht-eutektische aber auch um nah-eutektische und eutektische Legierungen. Nicht-eutektische Legierungen sind Legierungen, die nicht der eutektischen Stöchiometrie entsprechen. Dahingegen handelt es sich bei nah-eutektischen Legierungen um Legierungen, die sich von ihrer Zusammensetzung her in der Nähe des Eutektikums befinden.

[0028] Die Herstellung der erfindungsgemäßen nicht-eutektischen Legierungen erfolgt vorteilhafterweise mittels pulvermetallurgischer Verfahrenstechniken. Dabei werden Pulvermischungen, die aus den entsprechenden Legierungskomponenten bestehen, durch mechanisches Legieren behandelt, wobei sowohl elementare Pulver als auch vorlegierte Pulver zum Einsatz kommen können. Für das mechanische Legieren können verschiedene Hochenergiemühlen eingesetzt werden, wie zum Beispiel Attritoren, Fallmühlen, Schwingmühlen, Planetenkugelmühlen. Dabei wird das Metallpulver intensiv mechanisch behandelt und bis zum atomaren Niveau homogenisiert.

Das Vorlegieren kann alternativ auch mittels eines Verdünnungsprozesses unter Schutzgas erfolgen.

[0029] Anschließend kann das mechanisch legierte Pulver mittels FAST (Field Assisted Sintering Technology) kompaktiert werden. Ein geeigneter FAST-Prozess erfolgt beispielsweise unter Vakuum bei einem Druck von 50 MPa und einer Haltezeit von 15 Minuten bei 1600 °C, wobei mit 100 K/min aufgeheizt und abgekühlt wird. Alternativ dazu können die Pulver auch mittels kaltisostatischem Pressen, Sintern beispielsweise bei 1600 °C, und heißisostatischem Pressen (HIP) bei 1500 °C und 200 MPa kompaktiert werden.

Bevorzugt ist jedoch der FAST-Prozess, da die Prozesszeiten beim Sintern im Vergleich zum Heißpressen erheblich verkürzt sind.

Zudem lassen sich auch bei größeren Bauteilen homogene Werkstoffeigenschaften erreichen. Auch lässt sich mit FAST eine höhere Festigkeit und Härte, hier ausgedrückt als Mikrohärtigkeit, erhalten, da aufgrund der deutlich kürzeren Prozesszeiten das Kornwachstum während des Prozesses unterbunden wird. Feine Körner im Gefüge resultieren im Gegensatz zu größeren Körnern in einer besseren Festigkeit.

[0030] Alternativ zum pulvermetallurgischen Prozess kann die erfindungsgemäße Dichte optimierte Legierung mittels einem additiven Fertigungsverfahren wie beispielsweise Selective-Laser-Melting (SLM) oder Laser Metal Deposition (LMD) hergestellt werden. Die Verarbeitung erfolgt hier auf Grundlage von mechanisch legierten oder verdünnsten und somit vorlegierten Pulvern, welche aufgrund des Hinzulegierens von V (und gegebenenfalls Ti beziehungsweise anderen Legierungselementen) einen gegenüber reinen ternären Mo-Si-B-Legierungen verringerten Schmelzpunkt aufweisen und somit über derartige Verfahren leichter verarbeitbar sind.

Ein Vorteil des additiven Fertigungsverfahrens ist, dass sich endstrukturnahe Bauteile kosten-, zeit- und materialeffizient erhalten werden können.

Derartige additive Fertigungsverfahren sind an sich bekannt und zum Beispiel in WO 2016/188696 A1 beschrieben.

[0031] Besonders gut lassen sich nah-eutektische und eutektische Legierungen mit Hilfe der additiven Verfahren verarbeiten, da besonders feinkörnige Gefüge mit guter mechanischer Festigkeit hergestellt werden können.

Solche Legierungen liegen in einem Zusammensetzungsbereich von Mo-(7..19)Si-(6...10)B-(5...15)V bzw. Mo-(7..19)Si-(6... 10)B-(5... 15)V-(5... 18)Ti. Darüber hinaus eignen sich diese Legierungen auch für andere schmelzmetallurgische Verfahren, u.a. auch für die gerichtete Erstarrung im bekannten Bridgman-Verfahren.

[0032] Das erfindungsgemäße Legierungssystem wird nachfolgend anhand von Beispielen und Figuren näher charakterisiert, dabei zeigt

Fig. 1 ein Röntgendiffraktogramm der Legierungsprobe MK6-FAST (Mo-40V-9Si-8B);

Fig. 2 die Mikrostruktur der Legierungsprobe MK6 FAST gemäß **Fig. 1** nach der Kompaktierung mittels FAST-Verfahren dargestellt als Binärbild; und

Fig. 3 das Ergebnis der Mikrohärteprüfung unter Berücksichtigung der Standardabweichung der Legierungsproben gemäß der Beispiele.

Probenherstellung

Mechanisches Legieren

[0033] Es wurden vier Legierungen hergestellt mit 10, 20, 30 und 40 At% Vanadium. Die atomaren Gehalte von Silizium (9 At%) und Bor (8 At%) blieben bei allen Legierungssystemen gleich. Von jedem Legierungssystem wurden 30 g hergestellt. Dafür wurden die einzelnen Legierungsbestandteile unter Argon-Schutzgasatmosphäre eingewogen und in Schutzgasatmosphäre in Mahlbehälter abgefüllt.

Die erhaltenen Pulvermischungen wurden in einer Planetenkugelmühle der Firma Retsch GmbH (Modell PM 4000) mit folgenden Parametern gemahlen:

Drehzahl	200 U/min
Temperatur	20 °C (293,15 K)
K-/P-Verhältnis	14:1 (100 Kugeln)
Mahldauer	30 Stunden

[0034] Die erhaltenen Legierungen erhielten folgende Bezeichnungen:

Bezeichnung	Legierungszusammensetzung
MK3	Mo-10V-9Si-8B
MK4	Mo-20V-9Si-8B
MK5	Mo-30V-9Si-8B
MK6	Mo-40V-9Si-8B

Wärmebehandlung

[0035] Die gemäß 1. erhaltenen Legierungen wurden wärmebehandelt.

Die Proben wurden jeweils in Keramikschälchen abgefüllt und über die gesamte Dauer der Wärmebehandlung unter Argon-Schutzgas geblüht.

[0036] Dafür wurden ca. 10 g jeder der im Ausgangszustand befindlichen Legierungen abgefüllt und 5 Stunden bei 1300 °C in einem Rohrofen der HTM Retz GmbH Typ Losic wärmebehandelt.

[0037] Die erhaltenen Proben erhielten folgende Bezeichnung:

MK3-WB, MK4-WB, MK5-WB und MK6-WB

Herstellung einer Legierungsprobe mittels FAST

[0038] Die Probe MK6-WB wurde mittels FAST kompaktiert. Dafür wurde die Probe unter Vakuum bei einem Druck von 50 MPa und einer Haltezeit von 10 Minuten bei 1100 °C sowie 15 Minuten bei 1600 °C, wobei mit 100 K/min aufgeheizt und abgekühlt wurde. Die erhaltene Probe erhielt die Bezeichnung MK6 FAST.

Strukturuntersuchung

Röntgendiffraktometrie (XRD)

[0039] Die Strukturuntersuchung der zu Pulver vermahlenden Proben MK3-WB, MK4-WB, MK5-WB, MK6-WB und MK6Fast wurden mittels Röntgenbeugungsanalyse mit einem Röntgendiffraktometersystem PANalytical X'pert pro durchgeführt:

- Strahlung: Cu-K α 1,21,5406
- Spannung: 40 kV
- Strom: 30 mA
- Detektor X' Celerator RTMS
- Filter: Ni-Filter
- Messbereich: $20^\circ \leq 2\Theta \leq 158,95^\circ$
- Schrittweite: 0,0167°
- Messzeit 330,2 s (pro Schrittweite).

[0040] In allen fünf Proben wurden die Phasen Mo-V-Mischkristall, $(\text{Mo},\text{V})_3\text{Si}$ und $(\text{Mo},\text{V})_5\text{Si}_2\text{B}_2$ nachgewiesen. Das Ergebnis der Analyse für MK6-FAST ist in **Fig. 1** dargestellt.

Gefügenuntersuchung und Dichtebestimmung

[0041] Die Mikrostruktur und Morphologie der Pulverpartikel wurde mit einem Rasterelektronenmikroskop ESEM (REM) XL30 der Firma Philips analysiert. Die Darstellung der Phasenkontraste erfolgte mittels BSE-Kontrast. Die enthaltenen Phasen wurden mittels EDX-Analyse zugeordnet.

[0042] Für die Probenherstellung wurden kleine Mengen der Probenpulver wie folgt in Epoxidharz kalt eingebettet, anschließend mit SiC-Schleifpapier mit Körnungen von 800 und 1200 nassgeschliffen und mit Diamantsuspension poliert. Für die REM-Untersuchung wurden die Proben vor dem Einbetten mit einer dünnen Goldschicht besputtert.

[0043] Das Gefüge der Legierung MK6 FAST ist in binarisierter Form in **Fig. 2** dargestellt. Dabei sind die Mo-Mischkristallphase weiß und beide Silizidphasen schwarz.

[0044] Die Dichte von MK6 FAST wurde mittels des archimedes'schen Prinzips mit 7,8 g/cm³ bestimmt.

Auswertung

REM/ EDX-Analyse

[0045] Die EDX-Analyse bestätigte die Ergebnisse der XRD-Messung. Im Gefüge aller Proben haben sich neben dem Mo-Mischkristall, die Silizidphasen $(\text{Mo},\text{V})_3\text{Si}$ und $(\text{Mo},\text{V})_5\text{Si}_2\text{B}_2$ gebildet. Dabei wurde in den Silizidphasen ein höherer Anteil an Vanadium gefunden als in der Mischkristallmatrix.

[0046] Die Auswertung von MK6 FAST ergab, dass diese im Vergleich zu den wärmebehandelten Proben den höchsten Anteil an Silizidphasen im Gefüge aufweist.

[0047] In der nachstehenden Tabelle sind die Prozentanteile (At. %) der Silizidphasen in den einzelnen Proben zusammengefasst.

Probe	Silizidphasen (At.%)
MK3-WB	46,0
MK4-WB	47,8
M K5-WB	51,1
MK6-WB	52,6
MK6-FAST	55,4

Mikrohärteprüfung

[0048] Gemessen wurde die Mikrohärte der mechanisch legierten (ML) Proben MK3, MK4, MK5, MK6 und MK6-Fast.

[0049] Die Mikrohärte wurde nach der Methode nach Vickers mit einem Mikroskop der Firma Carl Zeiss Microscopy GmbH (Modell Axiophod 2) bestimmt, in das ein Härteprüfer der Firma Anton Paar GmbH (Modell MHT-10) integriert war:

- Prüfkraft: 10p
- Prüfzeit: 10s
- Steigung: 15 p/s.

[0050] Die Proben wurden wie für die REM-Analyse (s. B. 2.) vorbereitet, jedoch ohne Gold-Besputterung.

[0051] Es wurden jeweils 50 Eindrücke pro Phase gesetzt und ausgewertet.

[0052] Das Ergebnis ist in **Fig. 3** unter Berücksichtigung der Standardabweichung gezeigt.

Die Mikrohärte der Silizide in der FAST-Probe ist signifikant höher als die der Mischkristallphase. Die sehr feine und homogene Verteilung der Silizidphasen sowie deren Anteil von ca. 55 % sorgt für eine hohe Gesamthärte der Legierung. Die Gesamthärte der FAST-Probe setzt sich zusammen aus den jeweiligen Mikrohärten der Einzelphasen Mo,V-Mischkristallphase und der zwei Silizidphasen.

Patentansprüche

1. Molybdänlegierung mit 5 bis 25 At% Silizium, 0,5 bis 25 At% Bor und 10 bis 50 At% Vanadium sowie der Rest Molybdän, wobei die Molybdänlegierung eine Molybdän-Vanadium-Mischkristallmatrix und darin verteilt mindestens eine Silizidphase aufweist, wobei die mindestens eine Silizidphase ausgewählt ist unter $(\text{Mo}, \text{V})_3\text{Si}$, $(\text{Mo}, \text{V})_5\text{SiB}_2$ und $(\text{Mo}, \text{V})_5\text{Si}_3$, und die Dichte der Molybdänlegierung weniger als 8 g/cm^3 beträgt.

2. Molybdänlegierung nach Anspruch 1, zusätzlich enthaltend Titan (Ti) in einer Menge von 0,5 bis 30 At%.

3. Molybdänlegierung nach Anspruch 2, wobei der Gehalt an Ti 0,5 bis 10 At% beträgt.

4. Molybdänlegierung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, zusätzlich enthaltend ein oder mehrere Legierungselemente ausgewählt aus der Gruppe aus Fe, Zr, Mg, Li, Cr, Mn, Co, Ni, Cu, Zn, Ge, Ga, Y, Nb, Cd, Ca, und La, jeweils in einem Gehalt von 0,01 At% bis 15 At%, und/oder ein oder mehrere Legierungselemente ausgewählt aus der Gruppe aus Hf, Pb, Bi, Ru, Rh, Pd, Ag, Au, Ta, W, Re, Os, Ir und Pt jeweils in einem Gehalt von 0,01 At% bis 5 At%.

5. Molybdänlegierung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei der Gehalt an Vanadium 10 bis 40 At% beträgt.

6. Molybdänlegierung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei der Anteil an Silizidphasen mindestens 30% beträgt.

7. Molybdänlegierung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Legierung ein Gefüge mit einer Mo-V-Mischkristallmatrix und darin verteilt $(\text{Mo}, \text{V})_3\text{Si}$ und $(\text{Mo}, \text{V})_5\text{SiB}_2$ aufweist.

8. Molybdänlegierung nach Anspruch 7, wobei zusätzlich die Phase $(\text{Mo}, \text{V})_5\text{Si}_3$ vorliegt.

9. Verfahren zur Herstellung einer Molybdänlegierung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Ausgangselemente in einem ersten Schritt mechanisch legiert und anschließend in einem zweiten Schritt mit einem FAST (Field Assisted Sintering Technology)-Verfahren kompaktiert werden.

10. Verwendung einer Molybdänlegierung nach einem der Ansprüche 1 bis 8 als Strukturwerkstoff für rotierende oder fliegende Anwendungen, insbesondere in der Luft- und Raumfahrttechnik, und als Turbinenwerkstoff.

Es folgen 2 Seiten Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

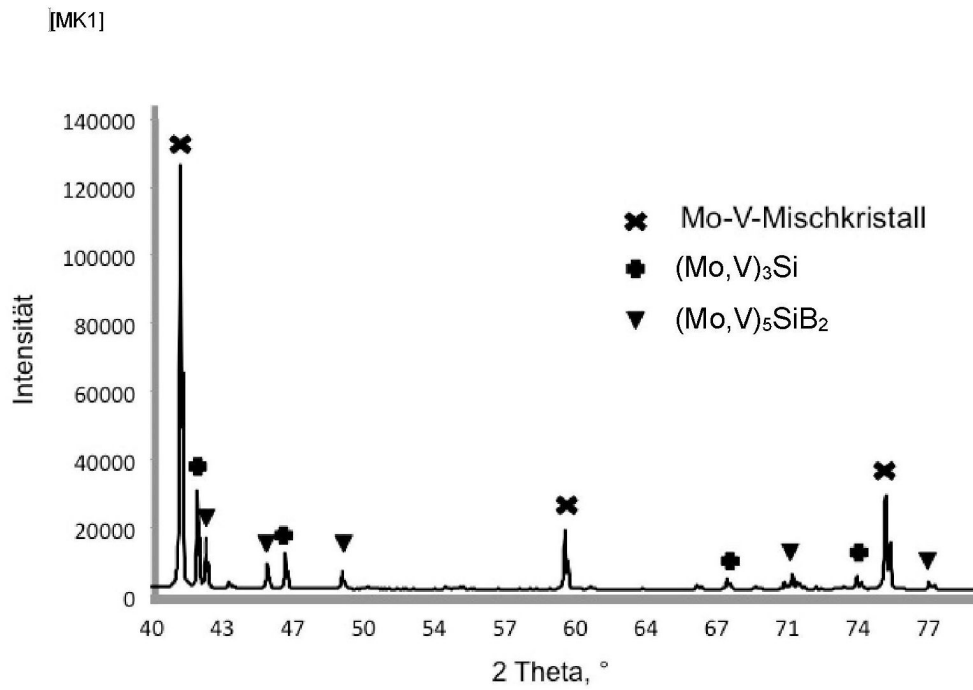


Fig. 1

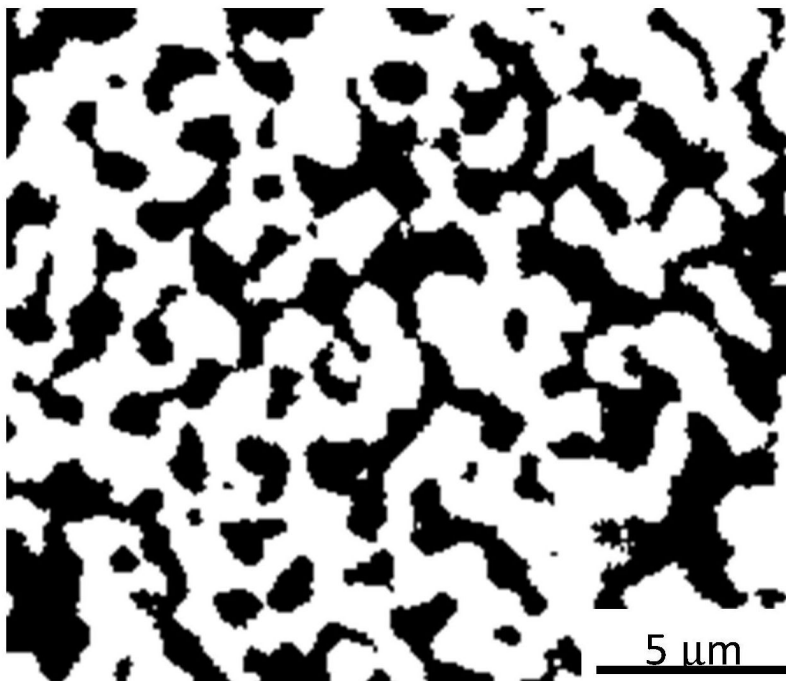


Fig. 2

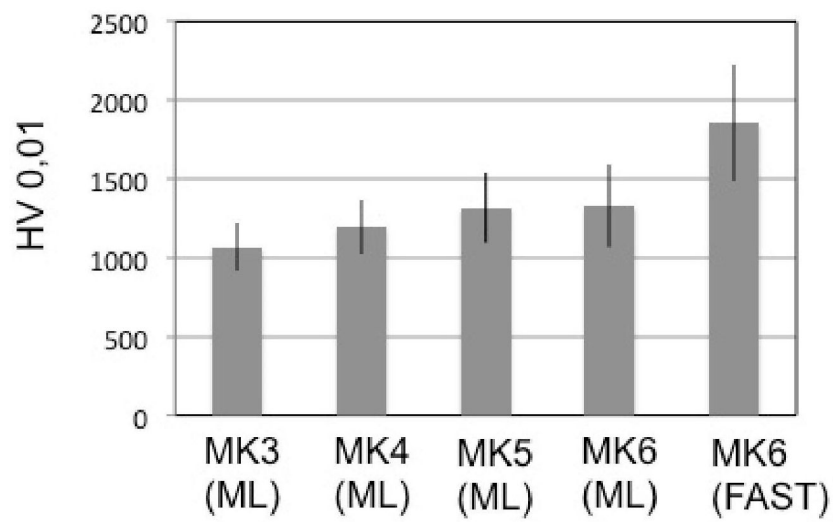


Fig. 3