



(19)  
Bundesrepublik Deutschland  
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) DE 101 23 199 B4 2005.02.24

(12)

## Patentschrift

(21) Aktenzeichen: 101 23 199.7  
(22) Anmeldetag: 12.05.2001  
(43) Offenlegungstag: 21.11.2002  
(45) Veröffentlichungstag  
der Patenterteilung: 24.02.2005

(51) Int Cl.7: B05D 1/18  
C04B 41/81, B05D 7/22, B05D 7/24

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Erteilung kann Einspruch erhoben werden.

(71) Patentinhaber:

**GKN Sinter Metals GmbH, 42477 Radevormwald,  
DE**

(74) Vertreter:

**Patentanwälte Maxton Langmaack & Partner,  
50968 Köln**

(72) Erfinder:

**Mattern, Alfred, 42477 Radevormwald, DE**

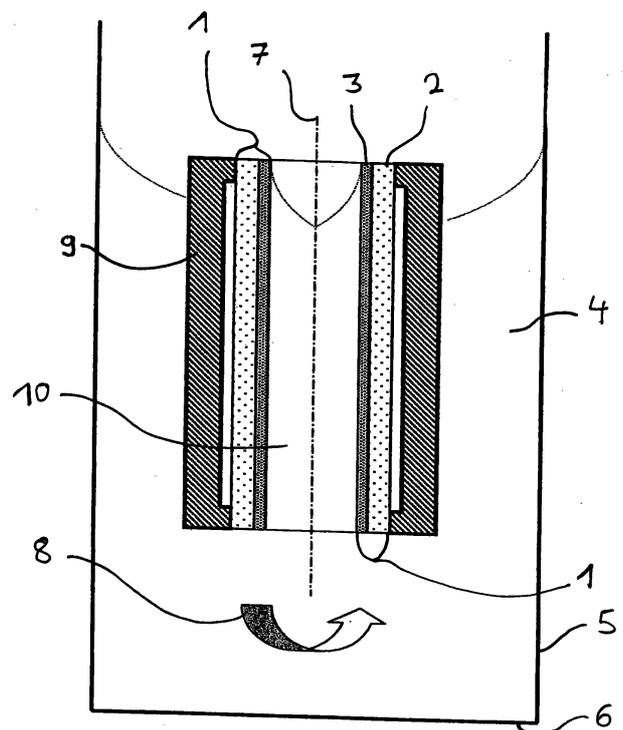
(56) Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht  
gezogene Druckschriften:

**DE 38 34 907 A1  
US 60 57 030**

(54) Bezeichnung: **Verfahren zur Herstellung von zumindest teilweise innenbeschichteten rohrförmigen Körpern mit einer Beschichtung aus einem sinterfähigen Material**

(57) Hauptanspruch: Verfahren zur Herstellung von zumindest teilweise innenbeschichteten rohrförmigen Körpern (1) mit einer Beschichtung (3) aus einem sinterfähigen Material, wobei

- in einem ersten Schritt ein Trägerkörper (2) mit einer Suspension (4) zumindest teilweise in Kontakt gebracht wird, wobei die Suspension (4) das sinterfähige Material umfaßt;
- in einem zweiten Schritt der Trägerkörper (2) in Rotation versetzt wird, wobei die Drehzahl der Rotation in einem Bereich von etwa 80 bis etwa 1.500 U/min liegt;
- in einem dritten Schritt der Trägerkörper (2) aus der Suspension (4) entnommen wird;
- in einem vierten Schritt der nunmehr zumindest teilweise beschichtete Trägerkörper (2) getrocknet wird; und
- in einem fünften Schritt der beschichtete Trägerkörper (2) gesintert wird.



## Beschreibung

**[0001]** Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von zumindest teilweise innenbeschichteten rohrförmigen Körpern mit einer Beschichtung aus einem sinterfähigen Material.

### Stand der Technik

**[0002]** DE 197 16 595 C1 offenbart ein Verfahren zur Herstellung einer Metallschicht mit offener Porosität, bei welchem eine Suspension, die Metallpulver, Dispergator sowie Substanzen zur Anpassung der Viskosität aufweist, auf einen Träger schichtförmig aufgebracht wird, auf dem Träger getrocknet und anschließend gesintert wird, wobei die Schichtdicke der auf den Träger aufgetragenen Suspension so gewählt ist, daß die Schichtdicke der Metallschicht nach der Sinterung wenigstens dreimal so dick wie der mittlere Pulverdiameter des Metallpulvers ist, und bei dem als Träger die Innenwand eines Rohres eingesetzt wird. Hierbei kann das Rohr während der Auftragung und Trocknung der Suspension rotieren. In DE 197 16 595 C1 wird hierzu vorgeschlagen, daß die Suspension dosiert in ein rotierendes, je nach Anwendungszweck poröses Rohr eingespeist wird mittels beispielsweise eines Röhrchens oder aber eines Sprühkopfes. Bei Verwendung eines Sprühkopfes kann der Sprühkopf oder das Rohr rotieren. Die Rotation des Rohres erfolgt dabei mit etwa 60 U/min.

**[0003]** Nachteilig an dem in DE 197 16 595 C1 beschriebenen Verfahren ist insbesondere, daß die mittels des dort beschriebenen Verfahrens hergestellten innenbeschichteten Rohre eine Beschichtung aufweisen, auf deren Oberfläche eine Linie in Schraubenform vorliegt. Ursache hierfür ist in erster Linie, daß die Suspension über ein Röhrchen bzw. einen Sprühkopf in das Rohr eingespeist wird, wobei hierbei notwendigerweise das Rohr waagrecht gehalten werden muß. Aufgrund des in DE 197 16 595 C1 beschriebenen Verfahrens werden daher nur innenbeschichtete Rohre erhalten, welche eine ungleichmäßig ausgebildete Beschichtungsoberfläche aufweisen. Dies ist ausgesprochen nachteilig, da dadurch beispielsweise bei Verwendung derartiger Rohre als Filter der Strömungswiderstand erhöht wird.

**[0004]** DE 38 34 907 A1 offenbart ein Verfahren zur Herstellung von gasdichten Aluminiumoxidrohren, wobei durch Mahlen von Aluminiumoxid eine wäßrige Aufschlämmung von Aluminiumoxidpulver gewonnen, hieraus durch Versprühen ein Sprühkorn einer Korngröße von max. 200 µm hergestellt, dieses bei einer Temperatur zwischen 1.300 und 1.400 °C vorgesintert und das vorgesinterte Sprühkorn mit Wasser und einem wasserlöslichen Stellmittel vermahlen, bis der Mahlrückstand auf einem Sieb von 63 µm lichter Maschenweite 0,2 bis 0,4 Gew% beträgt. Dann wird die wäßrige Aufschlämmung versprüht und das

gewonnene Sprühkorn mit Wasser und einem Plastifizierungsmittel versetzt, das Gemisch zu einer plastischen Masse aufgeknetet und diese durch Strangziehen zu einem rohrförmigen Grünkörper verformt. Dieser wird ebenfalls bei einer Temperatur zwischen 1300 und 1400 °C vorgesintert. Das vorgesinterte Rohr wird in Wasser eingetaucht, kurzzeitig getrocknet und das gemahlene Gemisch aus Wasser/Stellmittel/Sprühkorn in das Innere des Rohres eingefüllt und der nichthaftende Rest wieder ausgegossen. Schließlich wird das innenbeschichtete Rohr getrocknet und bei ca. 1.740°C dicht gesintert. Gegebenenfalls wird es noch mit einer Lösung getränkt, die katalytisch wirksame Metallionen enthält. Das entstandene Aluminiumoxid-Rohr trägt auf der Innenseite eine Beschichtung aus Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> mit einer mittleren Rauigkeit R<sub>a</sub> von 2 bis 10 µm.

**[0005]** US 6,057,030 offenbart einen porösen keramischen Körper, der eine Oberflächenrauigkeit von etwa 40 Micron oder weniger aufweist.

**[0006]** Dieser Körper ist insbesondere geeignet zur Unterstützung von metallischen oder keramischen Teilen während der Erhitzung.

### Aufgabenstellung

**[0007]** Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, ein Verfahren zur Verfügung zu stellen, mittels welchem gesinterte Innenbeschichtungen auf rohrförmigen Trägerkörpern herstellbar sind, die eine gleichmäßige Oberfläche aufweisen.

**[0008]** Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß gelöst durch ein Verfahren zur Herstellung von zumindest teilweise beschichteten Körpern mit einer Beschichtung aus einem sinterfähigen Material, wobei

- in einem ersten Schritt ein Trägerkörper mit einer Suspension zumindest teilweise in Kontakt gebracht wird, wobei die Suspension das sinterfähige Material umfaßt;
- in einem zweiten Schritt der Trägerkörper in Rotation versetzt wird, wobei die Drehzahl der Rotation in einem Bereich von etwa 80 bis etwa 1.500 U/min, bevorzugt in einem Bereich von etwa 100 bis etwa 1.000 U/min, liegt;
- in einem dritten Schritt der Trägerkörper aus der Suspension entnommen wird;
- in einem vierten Schritt der nunmehr zumindest teilweise beschichtete Trägerkörper getrocknet wird; und
- in einem fünften Schritt der beschichtete Trägerkörper gesintert wird.

**[0009]** Die Suspension umfaßt neben dem sinterfähigen Material bevorzugt Lösemittel, Bindemittel, Stabilisatoren und/oder Dispergiermittel. Die einzelnen Bestandteile der Suspension werden miteinander vermischt, beispielsweise durch Rührwerke, bis

eine homogene Verteilung der einzelnen Bestandteile der Suspension erreicht ist. Anschließend wird der Trägerkörper, u.U. auch rotierend, in die Suspension eingetaucht. Hierbei liegt die Drehzahl der Rotation bei Einfuhr des Trägerkörpers in die Suspension in einem Bereich von etwa 0 U/min bis 100 U/min. Anschließend wird nach Einbringung des Trägerkörpers in die Suspension die Drehzahl auf einen Bereich von etwa 80 bis etwa 1.500 U/min geregelt. Durch die Rotation des Körpers wird die Suspension in Bewegung versetzt, wobei sich insbesondere die in dieser enthaltenen Partikel aus sinterfähigem Material aufgrund der hohen Dichte derselben bevorzugt auf dem Trägerkörper ablagern. Wird als Trägerkörper ein Rohr in die Suspension eingebracht, so wirken insbesondere bei einer Rotation des Rohres um dessen Längsachse im Innern des Rohres Zentrifugalkräfte auf die in der Suspension enthaltenen Partikel aus sinterfähigem Material, so dass sich diese in ausgesprochen kurzer Zeit auf der Innenseite des Rohres ablagern.

**[0010]** Nach einer Behandlungszeit in einem Bereich von etwa 0,5 bis 20 Sekunden, bevorzugt in einem Bereich von etwa 3 bis 10 Sekunden, wird der Trägerkörper aus der Suspension entnommen. Bevorzugt erfolgt diese Entnahme unter einer Rotation des Trägerkörpers in einem Bereich von 0 U/min bis 100 U/min, bevorzugt 10 U/min bis etwa 30 U/min. Durch die Rotation wird in dieser Phase die sich auf dem Trägerkörper ausbildende Grünsicht aufrecht-erhalten, außerdem wird der Trocknungsvorgang beschleunigt.

**[0011]** Die im vierten Schritt erfolgende Trocknung kann ebenfalls unter Rotation des Trägerkörpers in einem Bereich vorgenommen werden, welcher in etwa demjenigen bei der Entnahme des Trägerkörpers aus der Suspension im dritten Schritt entspricht.

**[0012]** Anschließend wird im fünften Schritt je nach Art und Größe des eingesetzten sinterfähigen Materials der Trägerkörper mit der auf dieser ausgebildeten grünen Beschichtung gesintert bei üblichen Sinter-temperaturen insbesondere für metallische Werkstoffe bei Temperaturen in einem Bereich zwischen 800 und 2.000° C, bevorzugt 850° C bis 1.400° C.

**[0013]** Durch das erfindungsgemäße Verfahren werden vorteilhafterweise Beschichtungen auf Trägerkörpern erhalten, welche eine ausgesprochen gleichmäßige Oberfläche aufweisen. Schraubenlinien o.ä. auf der Oberfläche der Beschichtungsschicht werden vermieden. Darüber hinaus ist das erfindungsgemäße Verfahren ausgesprochen kostengünstig durchzuführen, da insbesondere die Beschichtungszeit drastisch im Gegensatz zu im Stand der Technik bekannten Verfahren, insbesondere auch dem aus der DE 197 16 595 C1 bekannten, reduziert wird.

**[0014]** Unter sinterfähigen Materialien im Sinne der vorliegenden Erfindung, welche für die auf dem Trägerkörper angeordnete Beschichtungsschicht, jedoch auch für den Trägerkörper selbst verwendet werden können, werden Pulver und/oder Fasern und/oder Drähte verstanden, hergestellt aus Metallen, Keramiken, Metalloxiden, Silikaten und/oder Kunststoffen und/oder Mischungen derselben. Verwendbare metallische Materialien sind nicht nur Pulver aus reinen Metallen, sondern auch Pulver aus Metallegierungen und/oder Pulvermischungen aus unterschiedlichen Metallen und Metallegierungen. Hierzu gehören insbesondere Stähle, vorzugsweise Chrom-Nickel-Stähle, Bronzen, Nickel-Basis-Legierungen wie Hastalloy, Inconel oder dergleichen, wobei Pulvermischungen auch hochschmelzende Bestandteile enthalten können wie beispielsweise Platin oder dergleichen. Das verwendete Metallpulver und seine Teilchengröße ist vom jeweiligen Einsatzzweck abhängig. Bevorzugte Pulver sind die Legierungen 316 L, 304 L, Inconel 600, Inconel 625, Monel und Hastalloy B, X und C. Auch keramische Stoffe wie  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  und/oder  $\text{ZrO}_2$  können als sinterfähige Materialien eingesetzt werden. Die für die Beschichtung, aber auch für den Trägerkörper verwendeten Pulver weisen Partikelgrößen auf, welche in einem Bereich von etwa 0,05  $\mu\text{m}$  bis 150  $\mu\text{m}$ , vorzugsweise in einem Bereich von 0,5  $\mu\text{m}$  bis 60  $\mu\text{m}$ , noch mehr bevorzugt in einem Bereich von etwa 0,5  $\mu\text{m}$  bis etwa 20  $\mu\text{m}$ , liegen. Die Menge des Pulvers in der Suspension liegt in einem Bereich von etwa 10 Gew% bis etwa 60 Gew%, bezogen auf die Gesamtmenge der Suspension.

**[0015]** Werden Metalloxide oder Mischungen solcher als sinterfähige Materialien oder in Mischungen mit weiteren sinterfähigen Materialien verwendet, so sind diese insbesondere ausgewählt aus einer Gruppe umfassend reduzierbare und/oder nicht reduzierbare Metalloxide. Reduzierbare Oxide im Sinne der vorliegenden Erfindung sind Metalloxide, welche in reduzierender Wasserstoffatmosphäre zum jeweiligen Metall reduzierbar sind, wobei hierbei bevorzugt sind solche ausgewählt aus einer Gruppe umfassend  $\text{AgO}$ ,  $\text{CuO}$ ,  $\text{Cu}_2\text{O}$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  und/oder  $\text{NiO}$ . Reduzierbare Oxide im Sinne der vorliegenden Erfindung sind demgegenüber Oxide, welche in technischen Atmosphären, insbesondere Wasserstoff, nicht reduziert werden können. Bevorzugt hierbei sind Oxide ausgewählt aus einer Gruppe umfassend  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZrO}_2$ ,  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{CaO}$  und/oder  $\text{SiO}_2$ .

**[0016]** Von der Suspension bevorzugt umfasste Lösemittel sind ausgewählt aus einer Gruppe umfassend Wasser, Alkohole, insbesondere Methanol, Ethanol, Isopropanol, sowie Terpene,  $\text{C}_2$ - $\text{C}_5$ -Alkene, Toluol, Trichlorethylen, Diethylether und/oder  $\text{C}_1$ - $\text{C}_6$ -Aldehyde und/oder Ketone. Bevorzugt sind hierbei Lösemittel, die bei Temperaturen unter 100°C verdampfbar sind. Die Menge der eingesetzten Löse-

mittel liegt in einem Bereich von etwa 20 bis etwa 90 Gew%, bezogen auf die Gesamtmenge der Suspension. Bevorzugt werden Mischungen von Lösemitteln eingesetzt. Besonders bevorzugt sind hierbei Mischungen aus Alkoholen wie Ethanol und Methanol mit Wasser.

**[0017]** Das von der Suspension umfasste Bindemittel ist bevorzugt ausgewählt aus einer Gruppe umfassend Polyvinylacetate, Wachse, Schellack, Amidwachse, Polyethylenoxide und/oder Polyglykole. Polyalkylenoxide und -glykole werden vorzugsweise als Polymere und/oder Copolymere mit mittleren Molekulargewichten in einem Bereich von etwa 100 bis 500.000 g/mol, bevorzugt 1.000 bis 350.000 g/mol, weiter bevorzugt 5.000 bis 6.500 g/mol, verwendet. Die Bindemittel werden bevorzugt in einer Menge in einem Bereich von etwa 0,5 bis etwa 10 Gew%, bezogen auf die Gesamtmenge der Suspension, eingesetzt. Besonders bevorzugt als Bindemittel sind Polyvinylacetate mit einem mittleren Molekulargewicht in einem Bereich von etwa  $5 \times 10^3$  bis  $50 \times 10^3$  g/mol, bevorzugt  $15 \times 10^3$  bis  $30 \times 10^3$  g/mol.

**[0018]** Die das sinterfähige Material enthaltende Suspension weist vorzugsweise einen Stabilisator auf, ausgewählt aus einer Gruppe umfassend organische und/oder anorganische Säuren, anorganische Laugen, Polyacrylamine, Polyacrylsäure und/oder Amine. Besonders bevorzugt sind hierbei Essigsäure, Zitronensäure, Salzsäure, Oxalsäure, Lithiumhydroxid, Ammoniumhydroxid, Triethandiamin und Tetramethylammoniumhydroxid. Die Menge des eingesetzten Stabilisators liegt in einem Bereich von etwa 3 bis 13 Gew%, bezogen auf die Gesamtmenge der Suspension. Durch den Zusatz von Stabilisatoren wird die Neigung der sinterfähigen Partikel, insbesondere bei Verwendung von Metalloxiden, zur Agglomeration abgeschwächt, wodurch eine gleichmäßigere Oberfläche und bei porösen Beschichtungen eine gleichmäßigere Porenverteilung erzielt wird.

**[0019]** Weiterhin umfaßt die das sinterfähige Material enthaltende Suspension bevorzugt Dispergiermittel, ausgewählt aus einer Gruppe umfassend Polyamine, Phthalsäureester und/oder Polyethylenimine. Durch Zugabe von Dispergiermitteln, insbesondere Polyethylenimininen, kann die Viskosität der eingesetzten Suspension optimal eingestellt werden.

**[0020]** Für den Trägerkörper können die Materialien, welche auch für die Beschichtung vorgesehen sind, Verwendung finden. Hierbei ist es jedoch nicht notwendig, daß das Material der Beschichtung mit demjenigen des Trägerkörpers übereinstimmt. Der Trägerkörper kann aus Pulvern, Fasern, Keramiken und/oder Drahtgeweben hergestellt sein.

**[0021]** Bevorzugt wird bei der Herstellung eines zumindest teilweise beschichteten rohrförmigen Kör-

pers dieser im zweiten Schritt des erfindungsgemäßen Verfahrens um seine Längsachse und senkrecht im Verhältnis zu dem Boden des die Suspension aufnehmenden Behälters rotiert. Bei einer derartigen Verfahrensführung wirken Zentrifugalkräfte gleichmäßig im Rohrrinnern, welche durch die Rotation des rohrförmigen Körpers entstehen, so daß ausgesprochen schnell eine sehr gleichförmige Beschichtung auf der Innenseite des rohrförmigen Körpers erhalten wird.

**[0022]** Ist es vorgesehen, einen nur teilweise beschichteten Körper mit dem erfindungsgemäßen Verfahren herzustellen, so wird bevorzugt der zu beschichtende Trägerkörper teilweise mit einer Schutzabdeckung versehen. Diese Schutzabdeckung kann beispielsweise aus einem Schutzrohr bestehen, welches auf der Außenseite eines lediglich auf der Innenseite zu beschichtenden Rohres beispielsweise mittels Silikon, Gummi, Polyurethan oder sonstigen verformbaren Kunststoffen angebracht ist. Hierdurch ist es möglich, eine Beschichtung auf einem Trägerkörper gezielt in eng umgrenzten Bereichen vorzunehmen.

**[0023]** Mit der vorliegenden Erfindung werden zumindest teilweise innenbeschichtete rohrförmige Körper mit mindestens einem Trägerkörper und mindestens einer auf diesem zumindest teilweise angeordneten Beschichtung aus einem sinterfähigen Material hergestellt, wobei die Beschichtung eine gemittelte Rauhtiefe  $R_z$  gemäß DIN EN ISO 4768 aufweist, die kleiner oder gleich etwa 60% des maximalen Korndurchmessers des zur Herstellung der Beschichtung eingesetzten sinterfähigen Materials ist.

**[0024]** Gemäß DIN 4768: 1990 ist die gemittelte Rauhtiefe  $R_z$  definiert als der arithmetische Mittelwert aus den einzelnen Rauhtiefen fünf aneinandergrenzender Einzelmeßstrecken.

**[0025]** Die zumindest teilweise beschichteten Körper weisen eine Beschichtung auf, welche eine ausgesprochen gleichmäßige Oberfläche aufweist. Bevorzugt ist die gemittelte Rauhtiefe  $R_z$  kleiner oder gleich etwa 50% des maximalen Korndurchmessers des zur Herstellung der Beschichtung eingesetzten sinterfähigen Materials.

**[0026]** Vorzugsweise ist die Beschichtung und/oder der Trägerkörper porös. Ist sowohl die Beschichtung als auch der Trägerkörper porös, so ist bevorzugt vorgesehen, daß der beschichtete Körper eine in Durchströmrichtung abnehmende Porengröße aufweist, d.h., daß beispielsweise bei einem rohrförmigen Filterelement die Beschichtung einströmseitig auf der Innenseite desselben angeordnet ist. Aufgrund der ausgesprochen gleichmäßigen Ausbildung der Oberfläche der Beschichtung weisen die Körper gegenüber den im Stand der Technik bekannten deutlich re-

duzierte Strömungswiderstände auf, wodurch bei der Verwendung der Körper Energie und somit auch Kosten gespart werden. Des Weiteren sind bei Verwendung der Körper insbesondere als Filterelemente deren Rückspüleigenschaften deutlich verbessert, da sich der auf einer glatten Oberfläche ausgebildete Filterkuchen besser ablösen läßt.

**[0027]** Bevorzugt weist die Beschichtung eine Dicke in einem Bereich von etwa 5 µm bis etwa 500 µm, weiter bevorzugt etwa 20 µm bis etwa 100 µm, auf. Der zumindest teilweise beschichtete Körper ist rohrförmig ausgebildet. Hierbei ist die Beschichtung auf der Innenseite und/oder den Stirnseiten des rohrförmigen Körpers angeordnet.

**[0028]** Die zumindest teilweise beschichteten rohrförmigen Körper finden Verwendung als Filterelement, Katalysator, Membranreaktor und/oder Friktionswerkstoff. Ist beispielsweise der Körper aus einer porösen Beschichtung und einem massiven Trägerkörper bzw. einem Trägerkörper ohne durchgehende Poren zusammengesetzt, so kann die Beschichtung beispielsweise als Katalysator dienen. Bei einer Verwendung des erfindungsgemäßen Körpers als Filterelement sind sowohl der Trägerkörper als auch die Beschichtung porös ausgebildet. Durch die ausgesprochen gleichmäßige Oberfläche der Beschichtung werden Energieeinsparungen realisiert und insbesondere bei einer Verwendung als Filterelement in einer Cross-Flow-Filtration die Rückspüleigenschaften verbessert.

#### Ausführungsbeispiel

**[0029]** Dieser und weitere Vorteile der vorliegenden Erfindung werden anhand von Zeichnungen näher erläutert. Es zeigen:

**[0030]** Fig. 1 eine schematische Darstellung des erfindungsgemäßen Verfahrens;

**[0031]** Fig. 2 eine mikroskopische Aufnahme eines innenbeschichteten rohrförmigen Körpers im Querschnitt; und

**[0032]** Fig. 3 ein Tastdiagramm einer Einzelmessstrecke der Innenbeschichtung des in Fig. 2 gezeigten Rohres.

**[0033]** Fig. 1 verdeutlicht das erfindungsgemäße Verfahren und zeigt einen im Querschnitt dargestellten erfindungsgemäßen Körper 1, welcher einen Trägerkörper 2 und eine Beschichtung 3 umfaßt. Der Körper 1 ist als Rohr ausgebildet, die Beschichtung 3 ist auf der Innenseite des Rohres angeordnet. Auf der Außenseite des Körpers 1 ist eine Abdeckung 9 vorgesehen, welche beispielsweise ein Schutzrohr sein kann. Dieses Schutzrohr ist zumindest an seinen Enden mittels Silikon oder über eine Gummidichtung

fest mit der Außenseite des Körpers 1 verbunden. Der rohrförmige Körper 1 ist in einem Behälter 5 angeordnet, welcher mit einer Suspension 4 gefüllt ist. Hierbei erfolgt die Anordnung des rohrförmigen Körpers 1 derart, daß dieser senkrecht im Verhältnis zum Boden 6 des Behälters 5 in diesem angeordnet ist.

**[0034]** Am Boden des Behälters 5 ist vorzugsweise ein Rückwerk, beispielsweise ein Flügelrührer, angeordnet (nicht gezeigt). Dieser rührt die Suspension 4, um eine homogene Durchmischung zu gewährleisten. Das Rührwerk ruht, wenn der Trägerkörper 2 nach Einfuhr in den Behälter 5 in Rotation versetzt wird. Erst nach der (rotierenden) Entnahme des Trägerkörpers 2 aus dem Behälter 5 wird das Rührwerk wieder eingeschaltet. Wird ein Flügelrührer verwendet, wird zur Erleichterung der Rührung unterhalb des Flügels des Rührwerks Suspension 4 entnommen und kurz oberhalb des Flügels wieder zugeführt. Hierdurch wird die Rührung erheblich erleichtert. Zusätzlich kann der Behälter 5 samt Rührwerk schwenkbar sein, um eine Ablösung der sich am Boden des Behälters 5 absetzenden Teilchen zu vereinfachen.

**[0035]** Im ersten Schritt des erfindungsgemäßen Verfahrens wird der rohrförmige Trägerkörper 2, versehen mit einer an dessen Außenseite angeordneten und mittels Silikon befestigten Abdeckung 9, in den Behälter 5 eingefahren, welcher die Suspension 4 enthält. Anschließend wird der Trägerkörper 2 samt Abdeckung 9 in Rotation entlang einer Längsachse 7 des Trägerkörpers 2 in Richtung eines Pfeiles 8 versetzt. Hierbei wird im Rohrrinnern 10 die Suspension 4 durch die Rotation des Trägerkörpers 2 samt Abdeckung 9 ebenfalls in Rotation versetzt, wobei sich durch die in der Suspension 4 im Rohrrinnern 10 des Trägerkörpers 2 wirkenden Zentrifugalkräfte die in der Suspension 4 enthaltenen Partikel, insbesondere das sinterfähige Material und Bindemittel, verstärkt auf der Innenwand des Trägerkörpers 2 ablagern. Hierdurch wird die Beschichtung 3 gebildet. Die Suspension 4 im Rohrrinnern 10 des Trägerkörpers 2 verarmt dabei an Partikeln, insbesondere den in dieser enthaltenen sinterfähigen Material und Bindemittel, welche nur teilweise vom Boden 6 des Behälters 5 ausgehend wieder in das Rohrrinnere 10 des Trägerkörpers 2 einströmen. Es kann alternativ auch vorgeesehen sein, daß zusätzlich zu der Bewegung des rohrförmigen Trägerkörpers 2 auch der Behälter 5 mit der Suspension 4 in Rotation versetzt wird. Werden sowohl der Trägerkörper 2 samt Abdeckung 9 als auch der Behälter 5 mit der in dieser enthaltenen Suspension 4 in Rotation versetzt, so erfolgt die Rotation im Verhältnis des Behälters 5 zum Trägerkörper 2 samt Abdeckung 9 definiert.

**[0036]** Die Dauer der Rotation des Trägerkörpers 2 samt Abdeckung 9 richtet sich zum einen nach der Art der verwendeten Suspension 4, andererseits

nach der gewünschten Dicke der Beschichtung **3**. Nach Erreichung der gewünschten Dicke der Beschichtung **3** wird der beschichtete Körper **1** samt Abdeckung **9** aus dem Behälter **5** entnommen, wobei während der Entnahme der beschichtete Körper **1** samt Abdeckung **9** weiter rotieren kann. Anschließend wird die Abdeckung **9** vom beschichteten Körper **1** abgenommen und der beschichtete Körper **1** getrocknet. Die Trocknung kann beispielsweise bei Raumtemperatur erfolgen, es kann jedoch auch vorgesehen sein, je nach Abhängigkeit der verwendeten Suspension, daß die Trocknung bei leicht erhöhten Temperaturen in einem Bereich von etwa 40°C bis etwa 80°C vorgenommen wird. Hierzu kann der beschichtete Körper **1** über eine Trocknungsstrecke, ausgestattet beispielsweise mit einem Durchlauföfen, getrocknet werden.

**[0037]** Im letzten Schritt schließlich wird der beschichtete Körper **1** gesintert. Hierbei werden die Sinterbedingungen in Abhängigkeit von den für den Trägerkörper **2** und die Beschichtung **3** eingesetzten Materialien gewählt. Durch die Sinterung ist die Beschichtung **3** fest verbunden mit dem Trägerkörper **2**. Ist sowohl der Trägerkörper **2** als auch die Beschichtung **3** aus Metall, so ist der beschichtete Körper **1** über die Beschichtung **3** und den Trägerkörper **2** metallisch versintert.

**[0038]** Der im letzten Schritt des erfindungsgemäßen Verfahrens vorgenommene Sinterprozeß umfaßt im wesentlichen zwei Schritte, und zwar einerseits in einem ersten Schritt die Entbinderung des verwendeten Bindemittels und in einem weiteren Schritt den eigentlichen Sinterprozeß. Der Entbinderungsprozeß selbst ist dabei nicht auf bestimmte Zeit-Temperatur-Programme beschränkt. Typischerweise wird in einem Entbinderungsprozeß der Grünkörper schrittweise auf eine Temperatur in einem Bereich von 280°C bis 420°C bei einer Rate von 3–10°C/min aufgeheizt und in Abhängigkeit von der Größe des zu sinternden Körpers für eine bestimmte Zeitspanne bei dieser Temperatur solange gehalten, bis das Bindemittel vollständig entfernt ist. Hierauf wird anschließend der beschichtete Körper schrittweise weiter aufgeheizt, bis die notwendigen Sintertemperaturen erreicht sind, welche von dem eingesetzten Material und dessen Korngröße abhängig sind.

**[0039]** Sowohl der Entbinderungsprozeß als auch der eigentliche Sinterprozeß können unter Schutzgas (wie H<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, Ar) und/oder Gemischen dieser) oder im Vakuum durchgeführt werden.

**[0040]** Es wurde ein erfindungsgemäßer beschichteter Körper **1** in Form eines Rohres gemäß dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellt. Als Trägerkörper wurde hierbei ein poröses Rohr mit einem Innendurchmesser von 10 mm und einem Außendurchmesser von 14,5 mm Durchmesser sowie einer

Länge von 1.000 mm verwendet, welches aus Cr-Ni-Stahlpulver durch isostatisches Pressen und anschließendes Sintern hergestellt ist.

**[0041]** Als sinterfähiges Material in der Suspension **4** wurde das Cr-Ni-Stahlpulver Anval 316 L mit einer maximalen Korngröße kleiner/gleich 18 µm eingesetzt. Weiterhin wurde als Lösemittel für die Suspension **4** ein Gemisch aus 90 Gew% Ethanol und 6 Gew% entionisiertem Wasser verwendet. In diesem wurden 4 Gew%, bezogen auf die Menge an Lösemittel und Bindemittel, Polyvinylacetat (Hersteller: Wacker-Chemie) mit einem Molekulargewicht in einem Bereich von  $15 \times 10^3$  bis  $30 \times 10^3$  g/mol als Bindemittel in Granulatform für die Suspension **4** verwendet. Die Mischung aus dem eingesetzten sinterfähigen Stahlpulver und dem Lösemittel/Bindemittel-Gemisch bestand aus einem Volumenteil sinterfähigem Stahlpulver und drei Volumenteilen Lösemittel/Bindemittel-Gemisch. Die Suspension wurde Homogenisierung der einzelnen Bestandteile in einem Taumelmischer über einen Zeitraum von 4 Stunden erhalten.

**[0042]** Das als Trägerkörper **2** eingesetzte und oben beschriebene Rohr wurde an seiner Außenseite mit einem Schutzrohr aus Stahl versehen, welches mittels Silikon an der Außenseite des Rohres befestigt war. Das mit dem Schutzrohr versehene Rohr wurde nunmehr in den Behälter **5**, ohne das Rohr in Rotation zu versetzen, derart eingeführt, daß es senkrecht im Verhältnis zu dem Boden **6** des Behälters **5** in diesem angeordnet ist. Anschließend wurde das Rohr mit der Abdeckung **9** mit einer Drehzahl von 530 U/min in Rotation um seine Längsachse versetzt. Nach einer Beschichtungszeit von 6 Sekunden wurde der nunmehr auf der Innenseite des Rohres mit einer Beschichtung versehene Körper **1** samt Abdeckung **9** mit einer Ausführungsgeschwindigkeit von 1,5 m/sec unter einer Rotation mit 20 U/min aus dem Behälter **5** mit der Suspension **4** entfernt und die Beschichtung rotierend getrocknet. Anschließend wurde die Abdeckung **9** vom beschichteten Körper **1** abgenommen und dieser für 30 Minuten ohne Rotation getrocknet. In einem letzten Schritt wurde der so erhaltene Körper **1** mit der Grünling-Beschichtung bei einer Temperatur von 1.000°C für 3 Stunden unter Vakuum gesintert. Ein Teilausschnitt aus einem Querschnitt durch den erhaltenen beschichteten Körper **1** ist in **Fig. 2** dargestellt. Deutlich ist die hohe Gleichmäßigkeit der Beschichtung **3** zu erkennen, insbesondere die sehr gleichmäßige, zum Rohrinnern **10** gerichtete Oberfläche.

**[0043]** **Fig. 3** zeigt ein Tastschrittdiagramm von der Innenseite **10** des wie oben beschrieben hergestellten Körpers **1** zugewandten Oberfläche der Beschichtung **3**. Hierbei wurde als Messgerät ein Mahr Perthometer S3P verwendet mit einem Taster T5 RHT 3-50 50 CAL. Die Messung wurde gemäß DIN

EN ISO 3274 vorgenommen. Die Länge der ausgewerteten Taststrecke  $L$  betrug 4 mm, die gesamte Taststrecke inklusive Vorlauf- und Nachlaufstrecke 5,6 mm. Die Breite eines in der **Fig. 3** angedeuteten Kästchens in horizontaler Richtung entspricht 250  $\mu\text{m}$ , diejenige in vertikaler Richtung 10  $\mu\text{m}$ . Die Messung der Oberflächenrauigkeit erfolgt in Längsrichtung des aufgeschnittenen wie oben hergestellten Rohres.

**[0044]** Der ermittelte Mittenrauhwert  $R_a$  entsprechend dem arithmetischen Mittelwert der Beträge aller Profilwerte des Rauheitsprofils gemäß DIN EN ISO 4287 wurde mit 1,69  $\mu\text{m}$  ermittelt, die gemittelte Rauhtiefe  $R_z$  gemäß DIN 4768: 1990 bzw. DIN EN ISO 4287 betrug 8,71  $\mu\text{m}$ , die maximale Rauhtiefe  $R_{\text{max}}$  entsprechend der größten Einzelrauhtiefe innerhalb der Gesamtmessstrecke gemäß DIN EN ISO 4287 betrug 9  $\mu\text{m}$ , die Kernrauhtiefe  $R_k$  entsprechend der Tiefe des Rauheitskernprofils gemäß DIN EN ISO 13565-1 und -2 entsprach 6,23  $\mu\text{m}$ , und die Grundrauhtiefe  $R_{3z}$  entsprechend dem Mittelwert aus den Einzelrauhtiefen gemäß Werknorm DB N 31007 (1983) wurde mit 7,92  $\mu\text{m}$  ermittelt.

**[0045]** Bevorzugt liegen die Werte für  $R_{\text{max}}$  in einem Bereich von 30 bis 70%, bevorzugt 45 bis 60%, für  $R_k$  in einem Bereich von 10 bis 50%, bevorzugt 25 bis 40%, für  $R_{3z}$  in einem Bereich von 40 bis 60% und für  $R_a$  in einem Bereich von 5 bis 30%, bevorzugt 8 bis 20%, jeweils bezogen auf die maximale Korngröße des eingesetzten sinterfähigen Materials.

**[0046]** Die gemittelte Rauhtiefe  $R_z$  betrug damit weniger als 60% des maximalen Korndurchmessers des zur Herstellung der Beschichtung eingesetzten sinterfähigen Materials. Der erhaltene poröse und auf der Innenseite beschichtete rohrförmige Körper wurde als Filter eingesetzt. Hierbei ergab sich aufgrund der hervorragenden Oberflächengüte eine verbesserte Rückspülfähigkeit sowie Reinigungsfähigkeit des Filters. Zudem waren die Strömungswiderstände desselben verringert.

### Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von zumindest teilweise innenbeschichteten rohrförmigen Körpern (1) mit einer Beschichtung (3) aus einem sinterfähigen Material, wobei

- in einem ersten Schritt ein Trägerkörper (2) mit einer Suspension (4) zumindest teilweise in Kontakt gebracht wird, wobei die Suspension (4) das sinterfähige Material umfaßt;
- in einem zweiten Schritt der Trägerkörper (2) in Rotation versetzt wird, wobei die Drehzahl der Rotation in einem Bereich von etwa 80 bis etwa 1.500 U/min liegt;
- in einem dritten Schritt der Trägerkörper (2) aus der Suspension (4) entnommen wird;

- in einem vierten Schritt der nunmehr zumindest teilweise beschichtete Trägerkörper (2) getrocknet wird; und
- in einem fünften Schritt der beschichtete Trägerkörper (2) gesintert wird.

2. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Körper (1) im dritten Schritt rotierend aus der Suspension (4) entnommen wird.

3. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Suspension (4) weiterhin Lösemittel, Bindemittel, Stabilisatoren und/oder Dispergiermittel umfaßt.

4. Verfahren gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der rohrförmige Körper (1) im zweiten Schritt um seine Längsachse und senkrecht im Verhältnis zum Boden (6) des die Suspension (4) aufnehmenden Behälters (5) rotiert wird.

5. Verfahren gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der zu beschichtende Trägerkörper (2) zumindest teilweise mit einer Schutzabdeckung versehen ist.

6. Verfahren gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Drehzahl der Rotation in einem Bereich von etwa 100 bis 1.000 U/min liegt.

Es folgen 2 Blatt Zeichnungen

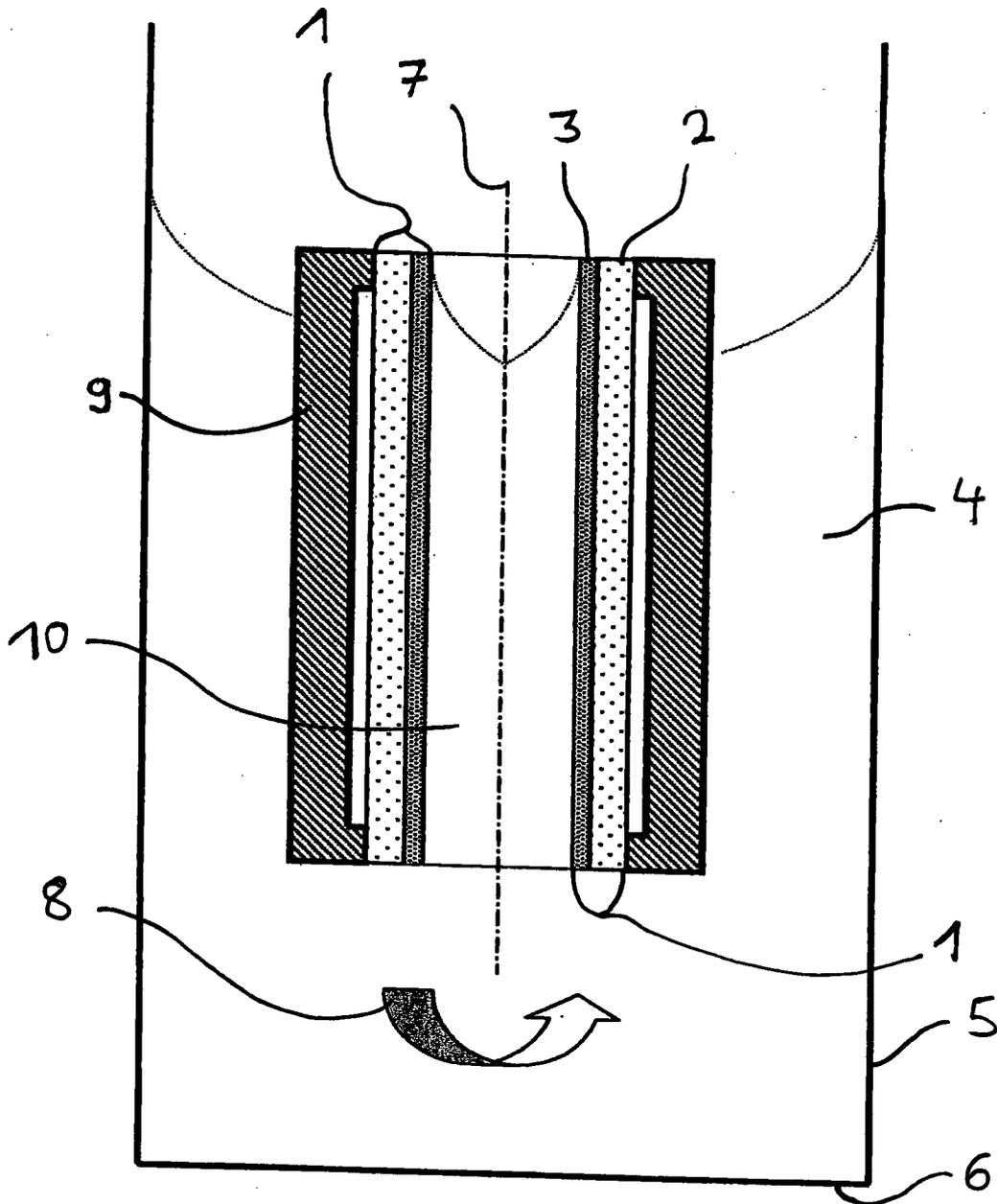


Fig. 1

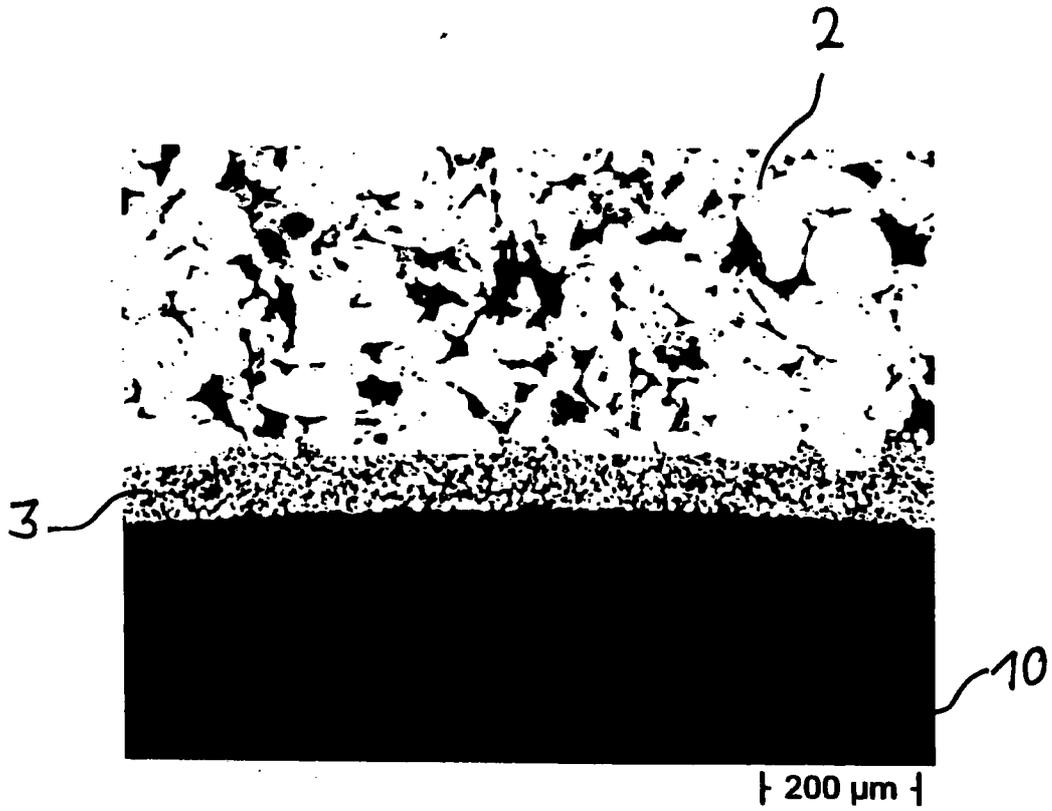


Fig. 2

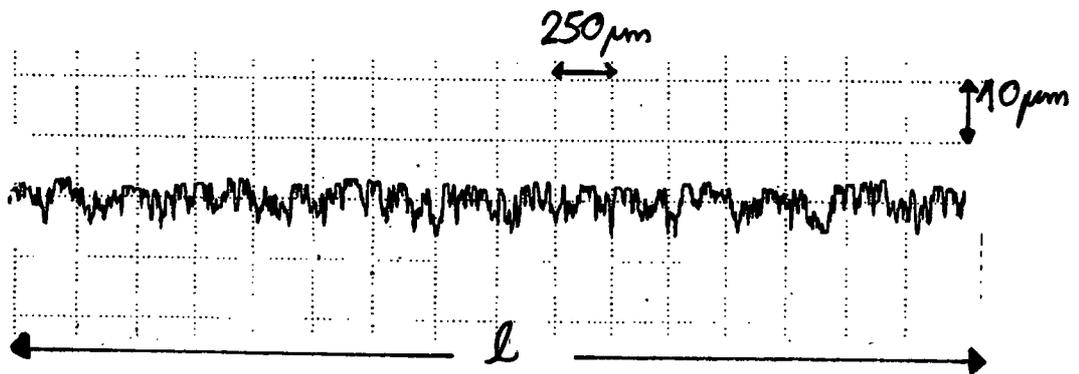


Fig. 3