



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 103 01 175 B4** 2006.12.07

(12)

Patentschrift

(21) Aktenzeichen: **103 01 175.7**
(22) Anmeldetag: **08.01.2003**
(43) Offenlegungstag: **22.07.2004**
(45) Veröffentlichungstag
der Patenterteilung: **07.12.2006**

(51) Int Cl.⁸: **B22F 3/11 (2006.01)**
C22C 1/08 (2006.01)

Innerhalb von drei 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. 2 Patentkostengesetz).

(73) Patentinhaber:

**Fraunhofer-Gesellschaft zur Förderung der
angewandten Forschung e.V., 80686 München,
DE; Inco Ltd., Toronto, Ontario, CA**

(74) Vertreter:

**PFENNING MEINIG & PARTNER GbR, 01217
Dresden**

(72) Erfinder:

**Böhm, Alexander, Dr.-Ing., 01728 Hänichen, DE;
Weißgärber, Thomas, Dr.-Ing., 01328 Dresden, DE;
Naumann, Dirk, Mississauga, Ontario, CA**

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

DE 101 50 948 C1
DE 43 38 457 C2
DE 39 02 032 C2
DE 32 10 770 C2
US 49 25 740 A

(54) Bezeichnung: **Verfahren zur pulvermetallurgischen Herstellung von Bauteilen**

(57) Hauptanspruch: Verfahren zur pulvermetallurgischen
Herstellung von Bauteilen mit mindestens einem porösen
Bereich, der aus einem Metallschaum

– aus einer intermetallischen Phase oder

– aus Mischkristallen gebildet ist,

der mit einem intermetallischen Phasen oder Mischkristalle
bildenden sinteraktiven Ausgangspulver an seiner Oberflä-
che beschichtet ist und

dadurch bei einer Sinterung mit dem sinteraktiven Aus-
gangspulver ein fluiddichter Bereich ausgebildet oder

bei einer Sinterung ein zumindest bereichsweise flächiges,
fluiddichtes Element mit dem Metallschaum stoffschlüssig

verbunden wird.

Beschreibung**Aufgabenstellung**

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur pulvermetallurgischen Herstellung von Bauteilen, die mindestens einen porösen Bereich, der aus einer intermetallischen Phase oder Mischkristallen gebildet ist oder eine solche Oberflächenbeschichtung aufweisen. Dabei soll unter pulvermetallurgischer Bearbeitung eine entsprechende nachträgliche pulvermetallurgische Bearbeitung von Halbzeugen, wie z.B. Metallschaumstrukturen, verstanden werden.

Stand der Technik

[0002] Aus dem Stand der Technik sind Möglichkeiten für die Herstellung gesinterter poröser Körper bekannt, die aus intermetallischen Phasen oder Mischkristallen ausgebildet worden sind. Ein solches Verfahren ist beispielsweise in DE 101 50 948 beschrieben. Darin wird vorgeschlagen, auf einen porösen Grundkörper ein mindestens intermetallische Phasen oder Mischkristalle bildendes sinteraktives Pulver auf die Oberfläche eines solchen Grundkörpers aufzubringen. Nachfolgend soll mittels einer Wärmebehandlung die Ausbildung von intermetallischen Phasen oder Mischkristallen initiiert werden. Gleichzeitig kann eine Vergrößerung der Oberfläche dadurch erreicht werden.

[0003] Die so hergestellten Körper weisen zwar eine relativ niedrige Eigenmasse und auch bei entsprechender Auswahl von intermetallischen Phasen oder Mischkristallen eine hohe Temperaturbeständigkeit auf, sie können jedoch für einige Applikationen nicht ohne weiteres eingesetzt werden. Dies trifft insbesondere auch auf den Einsatz als Dichtungselement, ohne zusätzliche Montage bzw. Verbindung mit für die verschiedenen Fluide dichten Bauteilen, zu.

[0004] Aus DE 43 38 457 C2 ist ein Bauteil aus Metall oder Keramik mit dichter Außenschale und porösem Kern bekannt. Dabei werden gesinterter Hohlkugeln, las poröser Kern von einer Außenschale aus dichtgesintertem Pulver eingeschlossen.

[0005] Die DE 32 10 770 C2 betrifft kugelförmige Leichtkörperteilchen, die innen hohl sind und geschlossene oder poröse Wandungen aufweisen. Sie können zu Formkörpern durch Umgießen von flüssigem Metall weiter verarbeitet werden.

[0006] Bauteile die innerhalb einer stabilisierenden Außenhautstruktur mit hohlen metallischen sphärischen Elementen befüllt sind, sind aus US 4,925,740 bekannt.

[0007] Eine Möglichkeit zur Herstellung eines gesinterten metallischen Leichtbaumaterials ist in DE 39 02 032 C2.

[0008] Es ist daher Aufgabe der Erfindung pulvermetallurgisch hergestellte Bauteile zur Verfügung zu stellen, die sowohl poröse Bereiche aufweisen, wie auch fluiddichte Eigenschaften erreichen und dabei kostengünstig und flexibel herstellbar sind.

[0009] Erfindungsgemäß wird diese Aufgabe mit einem Verfahren, das die die Merkmale des Anspruchs 1 aufweist, gelöst. Vorteilhafte Ausgestaltungsformen und Weiterbildungen der Erfindung können mit den in den untergeordneten Ansprüchen genannten Merkmalen erreicht werden.

[0010] Das erfindungsgemäße pulvermetallurgisch hergestellte oder zusätzlich so bearbeitete Bauteil weist dementsprechend mindestens einen porösen Bereich, der aus einer intermetallischen Phase oder Mischkristallen gebildet ist, auf. Ein solcher poröser Bereich kann aber auch mit einer entsprechenden Oberflächenbeschichtung, die aus einer solchen intermetallischen Phase oder Mischkristallen gebildet ist, versehen sein.

[0011] Des Weiteren ist mindestens ein flächiger fluiddichter Bereich, der aus einem Metall, einer Metall-Legierung der jeweiligen intermetallischen Phase oder dem jeweiligen Mischkristall gebildet ist, vorhanden.

[0012] Dabei soll unter fluiddicht zumindest die Dichtheit für bestimmte Flüssigkeiten unter Umständen aber auch eine Gasdichtheit bis hin zu Niedermolekularen oder Gasen mit einer kleinen Atomzahl verstanden werden.

[0013] In einer vorteilhaften Ausgestaltungsform kann der fluiddichte Bereich einen Teil des äußeren Mantels des Bauteils bilden, an den sich dann der entsprechend poröse Bereich in eine Richtung anschließen kann.

[0014] Es besteht aber auch die Möglichkeit, dass ein solcher fluiddichter Bereich vom porösem Bereich umschlossen ist. In diesem Fall kann der fluiddichte Bereich eine Art Kern aber auch eine Barriere innerhalb eines Bauteiles bilden.

[0015] Für die Ausbildung der intermetallischen Phasen oder Mischkristalle können Nickel, Aluminium, Molybdän, Wolfram, Eisen, Titan, Kobalt, Kupfer, Silizium, Cer, Tantal, Niob, Zinn, Zink oder Wismut eingesetzt werden. Als besonders vorteilhaft hat sich zumindest eine Ausbildung des porösen Bereiches aus Nickel-Aluminid oder eine entsprechende Oberflächenbeschichtung aus Nickel-Aluminid herausgestellt, da hiermit auch sehr gute thermische Beständigkeiten erreichbar sind.

[0016] Vorteilhafterweise kann der poröse Bereich aber auch so ausgebildet werden, dass sich in Richtung auf den flächigen fluiddichten Bereich eine Porosität verändert. Dies kann in Abstufungen, also schichtweise mit wechselnden Porositäten innerhalb der einzelnen Schichten aber auch kontinuierlich in gradierter Form erfolgen.

[0017] Vorteilhafterweise sollte der fluiddichte Bereich eine Dichte aufweisen, die oberhalb von 96 % der jeweiligen theoretischen Dichte liegt.

[0018] In einer Ausführungsform kann der fluiddichte Bereich aber aus einem flächig, beispielsweise plattenförmig ausgebildeten reinen Metall oder einer Metall-Legierung der jeweiligen intermetallischen Phasen oder eines Mischkristalls gebildet sein. So kann beispielsweise ein poröser Bereich auf einem Nickelbauteil, das beispielsweise plattenförmig ausgebildet ist, angeordnet und wie nachfolgend noch zu beschreiben sein wird, mit diesem ein poröser Bereich, der entweder aus Nickel-Aluminid besteht oder mit Nickel-Aluminid oberflächenbeschichtet ist, stoffschlüssig verbunden sein.

[0019] Des Weiteren besteht die Möglichkeit mindestens einen Kanal oder eine Durchbrechung innerhalb des fluiddichten Bereiches auszubilden. Ein Kanal kann beispielsweise für die Durchführung von flüssigem oder gasförmigem Kühlmittel genutzt werden. Es besteht aber auch die Möglichkeit, mittels eines solchen Kanals und sich daran anschließenden Öffnungen, einen Unterdruck bis in den porösen Bereich hinein zu erzeugen, so dass dort eine Absaug- oder eine Unterdruckwirkung erreichbar ist.

[0020] Durchbrechungen können aber auch für die Befestigung eines erfindungsgemäßen Bauteils mit mechanischen Mitteln genutzt werden.

[0021] Für die Herstellung bzw. auch die Bearbeitung von erfindungsgemäßen Bauteilen bestehen mehrere alternative Möglichkeiten.

[0022] So ist es sinnvoll für die Herstellung solcher Bauteile unterschiedliche Ausgangspulver einzusetzen. Dabei soll zumindest für die Ausbildung eines flächigen fluiddichten Bereiches ein intermetallische Phasen oder Mischkristalle bildendes sinteraktives Ausgangspulver eingesetzt werden. Hierdurch kann der Effekt ausgenutzt werden, dass beim Sintern eine Volumenvergrößerung zu verzeichnen ist, die den entsprechenden Bereich in ausreichendem Maße dicht sintert, so dass die erforderliche Fluiddichtheit erreicht werden kann.

[0023] Insbesondere für die Ausbildung des porösen Bereiches beim Sintern sollten Ausgangspulver mit einer mittleren Korngröße $d_{50} < 50 \mu\text{m}$ eingesetzt werden, wobei z.B. die bereits eingangs er-

wähnten abgestuften oder gradierten porösen Bereiche mittels entsprechender Auswahl von unterschiedlichen Korngrößenfraktionen ausgebildet werden können.

[0024] Es besteht aber auch die Möglichkeit, für die Herstellung erfindungsgemäßer Bauteile Ausgangspulver in der erwähnten Korngrößenfraktion in Verbindung mit durch eine Hochenergiemahlung erhaltenem sinteraktivem Pulver herzustellen.

[0025] So kann beispielsweise ein poröser Bereich ausschließlich aus einem solchen Ausgangspulver, ein sich daran anschließender ebenfalls poröser Bereich mittels eines Gemischs dieses Ausgangspulvers mit einem durch Hochenergiemahlung erhaltenem sinteraktiven Pulver und im Anschluß daran ein fluiddichter Bereich ausschließlich mittels durch Hochenergiemahlung erhaltenem sinteraktiven Ausgangspulver ausgebildet werden.

[0026] Diese unterschiedlichen eingesetzten Pulver weisen beim Sintern unterschiedliche Eigenschaften auf. Hierbei ist insbesondere auch das jeweilige unterschiedliche Schwindmaß beachtlich.

[0027] So kann beispielsweise ein Grünkörper, der für die pulvermetallurgische Herstellung erfindungsgemäßer Bauteile vorbereitet worden ist, unter Berücksichtigung der unterschiedlichen Ausgangspulver mit ihrem beim Sintern zu verzeichnenden Schwindmaßen lokal dimensioniert aufgebaut werden, so dass nach dem Sintern zumindest ein endkonturnahes Bauteil zur Verfügung gestellt werden kann, das gegebenenfalls nur einer geringfügigen Nachbearbeitung bedarf.

[0028] Bei der Herstellung eines solchen Grünkörpers sind beispielsweise Bereiche, in denen der Grünkörper sinteraktivere Ausgangspulver, wie beispielsweise durch Hochenergiemahlung erhaltene Pulvergemische enthält oder in solchen Bereichen ausschließlich aus solchen Pulver mit entsprechenden Bindern ausgebildet worden ist, höhere Schwindmaße zu verzeichnen, die dementsprechend berücksichtigt werden können.

[0029] In einer anderen Alternative können aber auch erfindungsgemäße Bauteile so hergestellt werden, dass bereits eine poröse Struktur, die den porösen Bereich bilden soll, flächig mit einem sinteraktiven, intermetallische Phasen oder Mischkristalle bildenden Pulver beschichtet wird. Nachfolgend kann dann durch einen Sintervorgang der beschichtete Bereich fluiddicht an der jeweiligen Oberfläche des Bauteils ausgebildet werden.

[0030] In diesem Fall kann beispielsweise eine poröse Ausgangsstruktur als Halbzeug, bestehend aus einer jeweiligen intermetallischen Phase oder einem

Mischkristall eingesetzt werden.

[0031] Es besteht aber auch die Möglichkeit, eine poröse Struktur, ebenfalls in Form eines Halbzeuges, als ein Metallschaum, bevorzugt einem Nickelschaum oberflächlich mit einem intermetallischen Phasen oder Mischkristalle Phasen bildenden Pulver zu beschichten, wie dies aus DE 101 50 948 bekannt ist und zusätzlich dann eine flächige Schicht auf einer Oberfläche aus einem sinteraktiven intermetallischen Phasen oder Mischkristalle bildenden Pulver auszubilden, die dann ebenfalls beim Sintern den fluiddichten Bereich ausbilden kann. So kann gleichzeitig die poröse Struktur, also der poröse Bereich eines erfindungsgemäßen Bauteils entsprechend modifiziert und der fluiddichte Bereich in einem Sintervorgang ausgebildet werden.

[0032] Eine weitere alternative Herstellungsmöglichkeit besteht darin, dass ein metallisches zumindest bereichsweise flächiges und fluiddichtes Element, das den fluiddichten Bereich bilden soll, mit einer den dann porösen Bereich bildenden porösen Struktur stoffschlüssig verbunden wird. Dies kann durch einen Sintervorgang erreicht werden, bei dem vorab das metallische flächige Element mit einer Schicht eines zumindest ein Element der intermetallischen Phase oder des jeweiligen Mischkristalls enthaltenden Pulvers beschichtet und mit diesem beim Sintern die stoffschlüssige Verbindung ausgebildet wird. Das metallische flächige Element kann ebenfalls aus einem Element der jeweiligen intermetallischen Phase oder Mischkristalls aber auch aus einer Legierung dieses Elementes gebildet sein.

[0033] Nachfolgend soll die Erfindung beispielhaft beschrieben werden.

Ausführungsbeispiel

Beispiel 1

[0034] Für die Herstellung eines Beispiels eines erfindungsgemäßen Bauteils wurde ein Ausgangspulvergemisch, das Nickel und Aluminium enthält, eingesetzt. Die Kornfraktion lag dabei im Bereich zwischen 5 bis 30 µm.

[0035] Bei der Mischungszusammensetzung wurde ein Atomverhältnis von Nickel zu Aluminium von 50/50 Atom-% eingehalten. Die Nickel- und Aluminiumausgangspulver wurden dabei über einen Zeitraum von 0,5 h miteinander vermischt. Diese Mischung M1 wurde dann in zwei Teilmengen unterteilt. Eine dieser Teilmengen wurde einer Hochenergiemahlung in einer Kugelplanetenmühle Fritsch P5 bei einer Drehzahl von 250 –1 min über einen Zeitraum von 1 h unterzogen. So wurde eine Teilmischung M2 erhalten. Aus der Mischung M1 und der Mischung M2 wurde wiederum eine beide Mischungen zu gleichen

Teilen enthaltende dritte Teilmischung M3 hergestellt.

[0036] Aus diesen Mischungen wurden Bauteile durch Matrizenpressen in einer Reihenfolge Mischung M1, Mischung M2 und Mischung M3 vorab verdichtet.

[0037] Nachfolgend wurde ein Reaktionsintervorgang bei einer Temperatur im Bereich um 1150 °C im Vakuum durchgeführt und ein erfindungsgemäßes Bauteil hergestellt, das drei unterschiedliche poröse Bereiche aufweist. Dabei bildet der aus der Pulvermischung M3 gebildete Teil des Bauteils den fluiddichten Bereich, wohingegen die aus den Mischungen M1 und M2 gebildeten Bereiche eine deutlich höhere Porosität aufwiesen.

[0038] Die Pulvermischungen konnten mit herkömmlichen und an sich bekannten Bindern eingesetzt werden, die beim Sintern entfernt werden. Die Korngrößen der unterschiedlichen Ausgangspulver M1 bis M3 sind nahezu konstant gehalten worden und demzufolge eine Korngrößenveränderung beim Hochenergiemahlprozess bei diesem Beispiel nicht erfolgt und lediglich die Sinteraktivität des Pulvers verändert worden ist.

Beispiel 2

[0039] Eine Nickelschaumstruktur wird oberflächlich mit einem reinen Aluminiumpulver bzw. einem durch Hochenergiemahlung erhaltenem Nickel-Aluminium-Pulver beschichtet. Dabei wurde ein Atomverhältnis von Nickel/Aluminium im Bereich zwischen 75 bis 50 Atom-% Nickel und 25 bis 50 Atom-% Aluminium eingehalten. Die Beschichtung mit solchem Pulver erfolgt dabei so, dass eine Offenporosität des Nickelschaumes beibehalten worden ist. Der so vorbereitete Nickelschaumkörper wurde dann einseitig mit einem Pulver M3, wie es beim Beispiel 1 beschrieben worden ist, beschichtet und nachfolgend eine Sinterung wiederum bei einer Temperatur von ca. 1150 °C durchgeführt. Es bildeten sich die entsprechenden intermetallischen Phasen auf der Oberfläche des Nickelschaumes und dort wo zusätzlich das Pulver M3 aufgetragen worden ist, ein fluiddichter Bereich aus Nickel-Aluminid aus.

Patentansprüche

1. Verfahren zur pulvermetallurgischen Herstellung von Bauteilen mit mindestens einem porösen Bereich, der aus einem Metallschaum
– aus einer intermetallischen Phase oder
– aus Mischkristallen gebildet ist,
der mit einem intermetallischen Phasen oder Mischkristalle bildenden sinteraktiven Ausgangspulver an seiner Oberfläche beschichtet ist und
dadurch bei einer Sinterung mit dem sinteraktiven Ausgangspulver ein fluiddichter Bereich ausgebildet

oder

bei einer Sinterung ein zumindest bereichsweise flächiges, fluiddichtes Element mit dem Metallschaum stoffschlüssig verbunden wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass ein Ausgangspulver mit einer Korngröße $d_{50} < 50 \mu\text{m}$ und ein durch Hochenergiemahlung erhaltenes sinteraktives Pulver verwendet werden.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die jeweilige intermetallische Phase oder die Mischkristalle auf Basis von Nickel, Aluminium, Molybdän, Wolfram, Eisen, Titan, Kobalt, Kupfer, Silizium, Cer, Tantal, Niob, Zinn, Zink oder Wismut gebildet wird/werden.

4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass ein Metallschaum, der aus Nickel bzw. aus Nickel-Aluminid gebildet ist oder ein mit Nickel-Aluminid beschichteter Nickelschaum verwendet wird.

5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass im flächigen fluiddichten Bereich mindestens ein Kanal oder eine Durchbrechung ausgebildet wird.

6. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass der flächige, fluiddichte Bereich eine Dichte oberhalb 96 der theoretischen Dichte aufweist.

Es folgt kein Blatt Zeichnungen