



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) **EP 1 073 778 B1**

(12) **EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT**

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:
30.01.2002 Patentblatt 2002/05

(21) Anmeldenummer: **98922732.7**

(22) Anmeldetag: **17.04.1998**

(51) Int Cl.7: **C23C 24/08**

(86) Internationale Anmeldenummer:
PCT/EP98/02254

(87) Internationale Veröffentlichungsnummer:
WO 99/54524 (28.10.1999 Gazette 1999/43)

(54) **VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG EINER GESINTERTEN METALLSCHICHT MIT OFFENER POROSITÄT**

METHOD FOR PRODUCING AN OPENLY POROUS SINTERED METAL FILM

PROCEDE DE REALISATION D'UNE COUCHE METALLIQUE FRITTEE A POROSITE OUVERTE

(84) Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH DE DK ES FI FR GB IE IT LI NL SE

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
07.02.2001 Patentblatt 2001/06

(73) Patentinhaber: **GKN Sinter Metals GmbH**
42477 Radevormwald (DE)

(72) Erfinder:
• **NEUMANN, Peter**
D-42857 Remscheid (DE)
• **KUHSTOSS, Andreas**
D-42855 Remscheid (DE)

(74) Vertreter: **Langmaack, Jürgen et al**
Patentanwälte Maxton & Langmaack Postfach 51
08 06
50944 Köln (DE)

(56) Entgegenhaltungen:
EP-A- 0 436 834 **WO-A-94/19510**
DE-A- 2 323 878 **FR-A- 2 520 265**
US-A- 3 855 638 **US-A- 5 592 686**

• **PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 006, no. 181 (M-156), 17. September 1982 & JP 57 088967 A (SHOWA ALUM CORP), 3. Juni 1982 & JP 57 088 967 A (SHOWA ALUM CORP) 3. Juni 1982**

EP 1 073 778 B1

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist. (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung einer dünnen Metallschicht mit offener Porosität aus einem sinterfähigen Metallpulver.

[0002] In der Technik werden für die vielfältigsten Anwendungszwecke poröse Körper benötigt, die von einem strömenden Medium durchströmt werden, wobei entweder reaktive Vorgänge unterstützt werden sollen oder aber im strömungsfähigen Medium enthaltene Feststoffteilchen zurückgehalten, d. h. ausgefiltert werden sollen. Filterkörper aus keramischem Material müssen wegen der Bruchgefahr relativ dick ausgebildet werden. Auch Filterkörper aus gepreßten und gesinterten Metallpulvern sind aus herstellungstechnischen Gründen verhältnismäßig dick. Wegen der nicht zu vermindernden Dicke treten, besonders bei feinporigem Material, entsprechend große Strömungswiderstände auf. Der Verwendung von Kunststoffen als Filtermaterial sind Grenzen gesetzt durch die geringere Festigkeit und die geringe Temperaturbeständigkeit. Eine Verwendung von metallischen Werkstoffen als poröse Schicht ist bekannt in Form von aus Metallfasern hergestellten Geweben oder Vliesen.

[0003] Bei einer derartigen, von einem Medium durchströmten porösen Schicht besteht das Bedürfnis, unerwünschte Strömungswiderstände zu minimieren, so daß möglichst dünne Schichtdicken anzustreben sind. Aus metallischem Gewebe oder Vlies lassen sich zwar entsprechend dünne Schichten, beispielsweise in einer Dicke von etwa 100µm, herstellen. Diese sind jedoch wenig formstabil, weisen verhältnismäßig große Poren und hinsichtlich der Porosität große Toleranzen auf. Da zur Herstellung derartiger Gewebe und Vliese entsprechend dünne und daher auch teure Drähte verwendet werden müssen, sind die hieraus hergestellten Gewebe und Vliese entsprechend teuer.

[0004] Aus US 5 592 686 ist ein Verfahren zur Herstellung von porösen Metallteilen mit mikro- und/oder makroporösen Eigenschaften bekannt, bei welchem Pulverpartikel mit einem Durchmesser von maximal 300µm mit einem Bindemittel in einem Lösemittel suspendiert werden, hieraus Grünling-Schichten in einer Dicke von 0,05 bis 2 mm hergestellt werden, mehrere dieser Schichten aufeinandergelegt, unter Druck laminiert und anschließend gesintert werden.

[0005] Aus EP-B-0 525 325 ist ein Verfahren zum Herstellen von porösen, metallischen Sinterwerkstücken bekannt, bei dem zunächst ein Metallpulver in einer Trägerflüssigkeit suspendiert wird, die aus einem in einem Lösungsmittel aufgelösten Binder besteht und die so eingestellt ist, daß die Suspension gießfähig ist. Diese Suspension wird in eine Form gegossen. Anschließend wird das Lösungsmittel abgedampft, so daß durch den verbleibenden Binder das Metallpulver in der durch die Form vorgegebenen Geometrie verfestigt wird und einen handhabbaren Grünkörper bildet. Nach dem Trennen aus der Form wird der Grünkörper in üblicher Weise

gesintert. Dieses vorbekannte Verfahren ist vorzugsweise zur Herstellung von verhältnismäßig dickwandigen Sinterteilen vorgesehen, die sich aufgrund ihrer Geometrie besser durch einen Gießvorgang als im herkömmlichen Verfahren durch ein Pressen eines Metallpulvers in eine Form herstellen lassen. Dünnschichtige, offene, poröse Teile lassen sich mit diesem Verfahren nicht herstellen.

[0006] Der Erfindung liegt nun die Aufgabe zugrunde, das vorbekannte Verfahren so zu verbessern, daß auch dünne, poröse, und sofern erforderlich, auch selbsttragende Metallschichten hergestellt werden können.

[0007] Diese Aufgabe wird nach dem erfindungsgemäßen Verfahren dadurch gelöst, daß das sinterfähige Pulver mit einer vorgegebenen Größenverteilung der Pulverteilchen in einer Trägerflüssigkeit, gebildet durch einen mit einem verdampfenden Lösungsmittel verflüssigten Binder, suspendiert wird, daß die Suspension in wenigstens einer dünnen Schicht auf einen Trägerkörper aufgebracht, getrocknet und die so gebildete Grünschicht gesintert wird, wobei die Schichtdicke der aufgetragenen Suspension mindestens der Dicke s der zu erzeugenden Metallschicht nach der Sinterung entspricht, wobei s mindesten dem 3-fachen mittleren Durchmesser D der Pulverteilchen entspricht, mit $D = 1\mu\text{m}$ bis $50\mu\text{m}$, wobei die Schichtdicke der fertigen Metallschicht maximal $500\mu\text{m}$ beträgt. Hierbei wird mit Vorteil ausgenutzt, daß sich beim Sintern die einzelnen Pulverteilchen zwar fest miteinander verbinden, jedoch zwischen den Pulverteilchen Freiräume verbleiben, die in bezug auf die Dicke der Metallschicht eine offene Porosität ergeben, so daß die Metallschicht für strömende Medien durchlässig wird. Die Größe der Porosität kann über die Teilchengröße des eingesetzten Metallpulvers beeinflußt werden, so daß sich sehr dünne poröse Metallschichten mit vorgegebener Porengröße herstellen lassen. Da bei der Herstellung Inhomogenitäten und Hohlräume auftreten können, muß die Schichtdicke mindestens dem 3-fachen Durchmesser D der Pulverteilchen entsprechen. Durch das genannte Verhältnis zwischen der Schichtdicke s und dem Teilchendurchmesser D ist sichergestellt, daß immer mehrere "Lagen" von Pulverteilchen übereinander angeordnet sind und durchgehende "Löcher", die größer als die gewünschte Porosität sind, vermieden werden. Hierbei ist es besonders zweckmäßig, wenn die Schichtdicke s dem 5- bis 15-fachen, vorzugsweise 10- bis 15-fachen des Durchmessers D der Pulverteilchen beträgt. "Durchgehende Löcher" können hierdurch vermieden werden.

[0008] Unter Durchmesser D ist jeweils der mittlere Teilchendurchmesser des eingesetzten Metallpulvers zu verstehen. Pulver im Sinne der Erfindung sind nicht nur Pulver aus reinen Metallen, sondern auch Pulver aus Metallegierungen und/oder Pulvermischungen aus unterschiedlichen Metallen und Metallegierungen zu verstehen. Dazu gehören insbesondere Stähle, vorzugsweise Chrom-Nickel-Stähle, Bronzen, Nickelbasislegierungen wie Hastalloy, Inconel oder dergleichen,

wo-bei Pulvermischungen auch hochschmelzende Bestandteile enthalten können, wie beispielsweise Platin oder dergleichen. Das zu verwendende Metallpulver und seine Teilchengröße ist vom jeweiligen Einsatzzweck abhängig.

[0009] Die über die Trägerflüssigkeit einzustellende Konsistenz der Suspension richtet sich im wesentlichen danach, wie die Suspension auf den Trägerkörper aufgetragen wird. Bei einem Gießen, gegebenenfalls mit nachfolgendem Abstreichen eines Überschusses von der gegossenen Suspensionsschicht, kann die Suspension in einer etwas dickflüssigen Konsistenz eingestellt werden. Bei einem sogenannten Foliengießen oder einem Aufsprühen muß eine dünnflüssige Konsistenz vorgegeben werden. Um den Trägerkörper mit der aufgetragenen Grünschlacht nach dem Trocknen handhaben zu können, ist es auch hier zweckmäßig, daß die Trägerflüssigkeit durch einen mit einem verdampfbareren Lösungsmittel verflüssigten Binder gebildet wird. Hierdurch ist sichergestellt, daß auch die Grünschlacht infolge der Haftung der einzelnen Pulverteilchen untereinander über den Binder eine ausreichende Festigkeit aufweist.

[0010] In besonders zweckmäßiger Ausgestaltung ist es vorgesehen, daß die Suspension in mehreren dünnen Teilschichten nacheinander auf den Trägerkörper aufgebracht wird. Hierbei können die einzelnen Teilschichten jeweils aus einer identischen Suspension aufgebaut werden. Es ist in einer weiteren Ausgestaltung der Erfindung aber auch möglich, für die einzelnen Teilschichten jeweils Suspensionen mit unterschiedlichen Größenverteilungen für das verwendete Metallpulver und/oder unterschiedlichen Metallpulvern zu verwenden. Dies erlaubt es beispielsweise, einerseits Metallpulver zu verwenden, die der fertiggesinterten Metallschlacht eine besonders gute Porosität geben, andererseits ist es auch möglich, wenigstens eine Metallschlacht herzustellen, die in ihrer Metallzusammensetzung für den Anwendungszweck besonders günstige Eigenschaften aufweist, beispielsweise katalytische Eigenschaften besitzt.

[0011] Zweckmäßig ist es, wenn die jeweils aufgetragene Teilschlacht vor dem Aufbringen der nächsten Teilschlacht zumindest angetrocknet wird. Hierdurch ist sichergestellt, daß die zunächst aufgetragene Teilschlacht genügend verfestigt ist, so daß sie durch das Aufbringungsverfahren, beispielsweise durch ein Aufsprühen der nächsten Teilschlacht, nicht deformiert wird. Andererseits ist durch den verbleibenden Lösungsmittelanteil in der zuvor aufgetragenen, angetrockneten Teilschlacht sichergestellt, daß auch die nächstfolgende Teilschlacht zuverlässig und mit gleicher Packungsdichte angebunden wird und die fertige Grünschlacht die gewünschte Festigkeit aufweist.

[0012] In einer anderen Ausgestaltung der Erfindung ist vorgesehen, daß die jeweilige Teilschlacht vor dem Aufbringen der nächsten Teilschlacht gesintert wird. Dieses Verfahren ist insbesondere dann vorteilhaft, wenn

bei einem mehrschichtigen Aufbau unterschiedliche Metallpulver eingesetzt werden, die stark divergierende Sinteremperaturen benötigen. Dadurch ist es möglich, daß zunächst die Teilschlacht auf dem Trägerkörper aufgebracht wird, die das Metallpulver mit der höchsten Sinteremporetur enthält, und nach dem Sintern der ersten Metallschlacht in entsprechender Reihenfolge die nächstfolgenden Teilschichten mit den jeweils niedrigeren Sinteremperaturen aufgebracht und gesintert werden können. Dies hat den Vorteil, daß durch die einzelnen Sinterschritte die gewünschte Porosität der einzelnen Teilschichten erhalten bleibt, die verloren ginge, wenn man die Suspension mit einer derartig heterogenen Pulvermischung in einer Schlacht auftragen und in einem Schritt sintern würde. Hierbei würden aufgrund der notwendigen hohen Sinteremperaturen für nur einen Anteil im Pulvergemisch die übrigen, niedrig sinternden Pulveranteile dichtsintern, so daß die Porosität weitgehend verloren ginge.

[0013] In einer bevorzugten Ausgestaltung der Erfindung ist vorgesehen, daß die Suspension als Schlacht auf einen ebenen, biegsamen Trägerkörper aufgebracht und nach dem Trocknen als Grünschlacht von dem Trägerkörper getrennt und gesondert zu einem membranartigen, porösen Fertigteil gesintert wird. Der Vorteil dieses Verfahrens besteht darin, daß zunächst eine verhältnismäßig großflächige Grünschlacht hergestellt werden kann, aus der nach dem Trocknen durch Stanzen oder Schneiden Teilstücke von Folie und Grünschlacht in der gewünschten Formgebung hergestellt werden können. Bei diesen Teilstücken wird die Grünschlacht von dem Trägerkörper abgezogen und anschließend als selbständiger Teil gesintert. Als Träger können hierbei Kunststoff oder Metallfolien verwendet werden. Der Trägerkörper wird vor dem Aufbringen der Suspension zweckmäßigerweise mit einem Trennmittel beschichtet.

[0014] In einer besonders vorteilhaften anderen Ausgestaltung der Erfindung ist vorgesehen, daß die Suspension als Schlacht auf einen hochtemperaturfesten, vorzugsweise ebenen Trägerkörper aufgebracht wird, auf diesem getrocknet, gesintert und anschließend als membranartiges, poröses, metallisches Fertigteil vom Trägerkörper abgenommen wird. Als Trägerkörper verwendet man ein Material, das beim Sintern keine Verbindung mit der auf dem Trägerkörper befindlichen Grünschlacht eingeht, wie dies beispielsweise bei keramischen Materialien der Fall ist, bietet dieses Verfahren die Möglichkeit, membranartige metallische poröse Fertigteile industriell mit einem geringen Anteil an Handarbeit bei weitgehender Automatisierung zu fertigen. Der besondere Vorteil liegt hierbei darin, daß die trockene, noch empfindliche Grünschlacht zur Durchführung des Sinterverfahrens nicht vom Trägerkörper abgehoben und hierbei gehandhabt werden muß, sondern daß sie erst nach dem Sintern abgenommen wird. Hierdurch wird der Ausschuß reduziert und ferner die Möglichkeit gegeben, für die Trägerflüssigkeit zur Bildung der Sus-

pension einen geringeren Binderanteil vorzusehen, da nur soviel Binder zuzufügen ist, um eine sichere Handhabung des Trägerkörpers nach dem Aufspritzen der Schicht bis zur Einführung in den Sinterofen zu gewährleisten.

[0015] Auch bei diesem Verfahren kann die Suspension durch Gießen oder Sprühen auf den Trägerkörper aufgebracht werden. Um ein Schneiden oder Stanzen der Grünschicht mit dem Trägerkörper oder der fertigen porösen Metallmembran zu vermeiden, ist es zweckmäßig, wenn in Ausgestaltung der Erfindung vor dem Aufbringen der Suspension auf den Trägerkörper eine Konturmaske aufgelegt wird. Hierdurch ist es möglich, die Suspension auf den Träger bereits in der vorgesehenen Endkontur aufzubringen, so daß ein nachfolgender Schneidvorgang entfällt. Ein weiterer Vorteil der Verwendung einer Konturmaske besteht darin, daß die insbesondere durch einen Sprühvorgang aufgebrachte Suspension auch in dem durch die Konturmaske begrenzten Randbereich die vorgegebene Schichtdicke aufweist. Es besteht sogar die Möglichkeit, durch einen entsprechenden zusätzlichen Sprühlauf, bei dem in einem Überlauf nur der Randbereich mit Suspension besprüht wird, der fertigen porösen Membran im Randbereich eine etwas größere Dicke zu geben, so daß hier eine bessere Formsteifigkeit und ein genügendes Formungsvolumen vorhanden ist, wenn beispielsweise eine derartige poröse Membran randseitig eingespannt werden soll.

[0016] Bei Anwendung des vorstehend erläuterten erfindungsgemäßen Verfahrens zur Herstellung derartiger gesinteter Metallschichten in Form einer dünnen, porösen Membran, die an die Stelle von Geweben oder Vliesen eingesetzt werden kann, hat es sich überraschend gezeigt, daß die fertiggesinterte Membran duktil, mechanisch stabil und innerhalb gewisser Grenzen auch elastisch ist, wobei hier der besondere Vorteil gegeben ist, daß eine derartige Membran mit einer mit engen Toleranzen definierten Porosität und geringem Strömungswiderstand hergestellt werden kann, wobei die Porosität im wesentlichen durch die Vorgabe der Teilchengröße und der Strömungswiderstand durch die Dicke und die Teilchengröße der gesinterten Metallschicht bestimmt wird. Durch die Auswahl der einzusetzenden Metalle, Metallegierungen und/oder der Metallpulvermischungen für das Metallpulver läßt sich praktisch jede Anforderung hinsichtlich mechanischer, thermischer und/oder chemischer Widerstandsfähigkeit erfüllen.

[0017] In vorteilhafter weiterer Ausgestaltung des erfindungsgemäßen Verfahrens ist ferner vorgesehen, daß die fertiggesinterte poröse Membran durch Walzen kalibriert wird. Durch diese Maßnahme läßt sich eine definierte Dicke einstellen und die Oberfläche glätten. Ferner läßt sich die Porengröße in der Metallschicht definiert verkleinern, da bei der geringen Dicke nicht nur die Oberflächenbereiche, sondern die Metallschicht insgesamt "durchverformt" wird. Damit ist aber auch die Mög-

lichkeit gegeben, die Membran zunächst mit einer etwas größeren Dicke und einem etwas gröberem und damit preisgünstigerem Metallpulver herzustellen und danach durch den Walzvorgang die Porengröße reproduzierbar zu verkleinern.

[0018] Sofern der Trägerkörper zugleich auch Bestandteil des Fertigteils ist und dementsprechend die Metallschicht fest mit diesem verbunden sein soll, ist in einer anderen Ausgestaltung vorgesehen, daß die Suspension auf wenigstens eine Fläche eines metallischen Trägerkörpers aufgebracht, getrocknet und die Grünschicht anschließend auf den Trägerkörper fest aufgesintert wird. Der Trägerkörper kann hierbei seinerseits ein Sinterformteil, auch ein poröses Sinterformteil mit größerer Porenstruktur sein. Die Suspension kann wiederum durch Dünnschichtgießen, Sprühen oder Tauchen auf die Oberfläche des Trägerkörpers aufgebracht werden. Die Metallschicht kann je nach Verwendungszweck auf der Außenwandung und/oder der Innenwandung aufgebracht werden.

[0019] Wird der metallische Trägerkörper durch einen rohrförmigen Trägerkörper gebildet, dann ist in Ausgestaltung des erfindungsgemäßen Verfahrens vorgesehen, daß beim Auftragen der Suspension und zumindest während eines Teils der Trockenzeit der Trägerkörper um die Rohrachse gedreht wird. Hierdurch ist gewährleistet, daß die Schichtdicke bis zur Verfestigung der Suspension als Grünschicht auf dem Trägerkörper erhalten bleibt. Hierbei ist es zweckmäßig, insbesondere beim Dünnschichtgießen und beim Sprühen, wenn der Suspensionsaustritt zusätzlich zur Rotation gegenüber der Oberfläche definiert bewegt wird.

[0020] Als Fertigteil hergestellte poröse Membranen oder auf einen porösen Trägerkörper aufgebrachte poröse Metallschichten eignen sich insbesondere zur Verwendung als Filter und bei entsprechender Einstellung der Porosität der Metallschicht auch als Mikrofilter. Bei undurchlässigen Trägerkörpern kann ein derartiges Bauteil bei entsprechender Zusammensetzung hinsichtlich der verwendeten Metallpulver und bei entsprechender Porosität auch als Katalysatoren eingesetzt werden. Nachfolgend wird das erfindungsgemäße Verfahren anhand von schematischen Flußdiagrammen näher erläutert für den Einsatzfall der Herstellung dünner, poröser Metallschichten, die als eigenständiges Teil verwendbar sind. Es zeigen:

Fig. 1 einen Verfahrensablauf, bei dem das Teil durch einen Stanzschnitt geformt wird,

Fig. 2 einen Verfahrensablauf, bei dem das Teil durch einen Spritzvorgang geformt und eigenständig gesintert wird,

Fig. 3 einen Verfahrensablauf, bei dem das Teil durch einen Spritzvorgang geformt und mit Hilfe eines Trägerkörpers gesintert wird.

[0021] Bei dem in Fig. 1 dargestellten Verfahren wird eine aus einem sinterfähigen Metallpulver und einer Trägerflüssigkeit gebildete Suspension mit Hilfe eines Sprüh- oder Gießkopfes 1 auf einen Trägerkörper 2 in Form eines größeren Folienabschnitts aus einer Kunststoffolie oder Metallfolie als dünne Schicht 3 aufgebracht. Der mit einer dünnen Suspensionsschicht 3 beschichtete Trägerkörper 2 wird hierbei durch einen größeren Folienabschnitt anschließend in eine Trocknungseinrichtung 4 geführt, in der unter Wärmeeinwirkung die Trägerflüssigkeit, beispielsweise Ethanol oder Isopropanol abgedampft wird. Ein etwa in der Trägerflüssigkeit gelöster Binder verbleibt zur Erhöhung der Grünfestigkeit in der dünnen Schicht.

[0022] Der so getrocknete und nunmehr mit einer festen Grünschicht 3.1 versehene Folienabschnitt wird anschließend einer Stanzeinrichtung 5 zugeführt, in der mit Hilfe eines Stanzmessers 6 ein Teil 7 in der gewünschten Außenkontur zusammen mit dem als Trägerkörper 2 anhaftenden Folienteil ausgestanzt wird. Zur Vereinfachung ist hier nur das Ausstanzen eines Teils 7 dargestellt. Es besteht hierbei jedoch die Möglichkeit, in einem oder in aufeinanderfolgenden Stanzschritten mehrere Teile 7 aus dem mit der Grünschicht versehenen Folienabschnitt auszustanzen.

[0023] In einem anschließenden Trennschritt 8 wird der mitausgestanzte Teil 2.1 der Trägerfolie von der Grünschicht 3.1 abgezogen, die dann als Grünling 3.2 in einen Sinterofen 9 eingebracht und dort unter den für die jeweilige Pulverzusammensetzung vorzugebenden Bedingungen gesintert wird. Aus dem Sinterofen 9 kann dann das fertige Teil 3.3 in Form einer festen, dünnen Metallschicht mit offener Porosität herausgenommen werden.

[0024] Bei dem Verfahren gemäß Fig. 2 wird auf einen biegsamen, im übrigen jedoch formstabilen Trägerkörper 2.2, beispielsweise aus einem Silikonkautschuk, eine Maske 10 aufgelegt, die mit einem Ausschnitt 11 versehen ist, der der gewünschten Endkontur des herzustellenden porösen Metallschichtteils entspricht. Anschließend wird - wie anhand von Fig. 1 beschrieben - der mit einer entsprechenden Maske versehene Trägerkörper 2.2 mit Hilfe eines Sprüh- oder Gießkopfes 1 mit der Metallsuspension besprüht, so daß auf dem Trägerkörper 2.2 der durch den Ausschnitt 11 der Maske 10 begrenzte Bereich eine entsprechende, dünne Suspensionsschicht 3 aufgebracht ist. Auch hier kann bei entsprechender Flächengröße des Trägerkörpers 2.2 die Maske 10 mit einer entsprechenden Vielzahl von Ausschnitten 11 versehen sein.

[0025] In einem nächsten Schritt wird die Maske 10 abgenommen, so daß der Trägerkörper 2.2 mit der darauf verbleibenden, dünnen Suspensionsschicht 3 in den Trockenofen 4 eingeführt werden kann, in dem die Trägerflüssigkeit abgedampft wird.

[0026] In einem anschließenden Trennschritt 8 wird vom Trägerkörper 2.2 die Grünschicht 3 abgenommen, was hier schematisch durch ein Biegen des Trägerkör-

pers 2.2 am Rande einer Schneide 12 angedeutet ist, so daß anschließend der vereinzelte Grünling wiederum im Sinterofen 9 gesintert wird. Aus dem Sinterofen 9 kann dann das fertige Teil 3.3 in Form einer festen, dünnen Metallschicht mit offener Porosität herausgenommen werden. Bei dieser Verfahrensweise entfällt der Stanzschritt 5, da durch die Maske 10 mit ihrem Ausschnitt 11 die geforderte Kontur bereits vorhanden ist. Der Trägerkörper bleibt erhalten und kann wieder verwendet werden.

[0027] Das in Fig. 3 schematisch dargestellte Verfahren entspricht in seinem Ablauf bis zum Verfahrensschritt der Trocknung im Trockenofen 4 dem anhand von Fig. 2 beschriebenen Verfahren, so daß auf die vorausgegangene Beschreibung verwiesen werden kann. Der Unterschied besteht hierbei lediglich darin, daß der Trägerkörper 2.2 aus einem hochtemperaturfesten Material besteht, der beim Sintern keine Verbindung mit der auf dem Trägerkörper befindlichen Grünschicht 3 eingeht, wie dies beispielsweise bei einem keramischen Material der Fall ist.

[0028] Im Unterschied zum Verfahren gemäß Fig. 2 wird der Trägerkörper 2.2 mit dem darauf befindlichen Grünling 3.2 in den Sinterofen 9 eingeführt und auch zusammen mit dem Trägerkörper 2.2 aus dem Sinterofen 9 wieder entnommen. Erst das fertig gesinterte, poröse Metallschichtteil 3.3. wird dann vom Trägerkörper 2.2 abgenommen.

[0029] Bei allen Verfahren ist es möglich, durch mehrere Sprüh- bzw. Gießüberläufe mit unterschiedlich strukturierten Suspensionen einen mehrschichtigen Aufbau für das herzustellende Metallschichtteil zu verwirklichen.

[0030] Das anhand von Fig. 3 beschriebene Verfahren bietet darüber hinaus noch den Vorteil, daß zunächst nur eine Schicht auf den temperaturfesten Trägerkörper 2.2 aufgebracht und auf dem Trägerkörper fertig gesintert wird. Anschließend wird auf die fertig gesinterte, noch auf dem Trägerkörper 2.2 befindliche poröse Metallschicht, eine weitere Schicht aus einer gegebenenfalls anders zusammengesetzten Suspension aufgebracht, die dann - wie vorbeschrieben - getrocknet und gesintert wird. Durch den Sintervorgang ergibt sich ein fester Verbund zwischen der ersten und der zweiten sowie jeder weiteren, in dieser Weise aufgetragenen Metallschicht. Der Vorteil besteht hierbei darin, daß die zweite und auch jede weitere noch aufzubringende Metallschicht im Hinblick auf ihre andere Zusammensetzung auch unter anderen Temperaturbedingungen gesintert werden kann. So ist es beispielsweise möglich, in einer ersten Schicht eine Metallpulverzusammensetzung mit hoher Sintertemperatur als poröse Schicht zu sintern und anschließend in der zweiten und jeder weiteren Schicht Metallpulverzusammensetzungen als poröse Schicht aufzusintern, die aufgrund ihrer Zusammensetzungen jeweils bei niedrigeren Temperaturen gesintert werden müssen. Hierdurch ist gewährleistet, daß durch jeweils angepaßte Sinterbedingungen die

gewünschte Porosität der einzelnen Schichten erhalten bleibt.

[0031] Durch die in den Verfahren gemäß Fig. 2 und 3 verwendeten Konturmasken ist auch die Möglichkeit gegeben, bei einem Aufbringen der Suspension im Sprühverfahren jeweils nach dem Bilden der Hauptschicht noch zusätzliche Überläufe im Randbereich durchzuführen, um so ein poröses Metallschichtteil mit verstärktem Rand herzustellen.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung einer dünnen Metallschicht mit offener Porosität aus einem sinterfähigen Pulver aus reinen Metallen, Metallegierungen und/oder Pulvermischungen aus unterschiedlichen Metallen und Metallegierungen, **dadurch gekennzeichnet, daß** das Metallpulver mit einer vorgegebenen Größenverteilung der Pulverteilchen in einer Trägerflüssigkeit, gebildet durch einen mit einem verdampfbaren Lösungsmittel verflüssigten Binder, suspendiert wird, daß die Suspension in wenigstens einer dünnen Schicht auf einen Trägerkörper aufgebracht, getrocknet und die so gebildete Grünschicht gesintert wird, wobei die Schichtdicke der aufgetragenen Suspension mindestens der Dicke s der zu erzeugenden Metallschicht nach der Sinterung entspricht, wobei s mindestens dem 3-fachen mittleren Durchmesser D der Pulverteilchen entspricht, mit $D = 1\mu\text{m}$ bis $50\mu\text{m}$, wobei die Schichtdicke der fertigen Metallschicht maximal $500\mu\text{m}$ beträgt.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Suspension in mehreren Teilschichten nacheinander auf den Trägerkörper aufgebracht wird.
3. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet, daß** für die einzelnen Teilschichten jeweils Suspensionen mit unterschiedlichen Größenverteilungen und/oder unterschiedlichen Metallen verwendet werden.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet, daß** die jeweilige Teilschicht vor dem Aufbringen der nächsten Teilschicht zumindest angetrocknet wird.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet, daß** die jeweilige Teilschicht vor dem Aufbringen der nächsten Teilschicht gesintert wird.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Suspension als Schicht auf einen ebenen, biegsamen Trägerkörper

aufgebracht und nach dem Trocknen als Grünschicht von dem Trägerkörper getrennt und gesondert zu einem membranartigen porösen Fertigteil gesintert wird.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Suspension als Schicht auf einen hochtemperaturfesten, vorzugsweise ebenen, Trägerkörper aufgebracht wird, auf diesem getrocknet und gesintert und anschließend als membranartiges, poröses, metallisches Fertigteil vom Trägerkörper abgenommen wird.
8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, **dadurch gekennzeichnet, daß** auf den Trägerkörper vor dem Aufbringen der Suspension eine Konturmaske aufgelegt wird.
9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Suspension auf wenigstens eine der Wandungen eines rohrförmigen metallischen Trägerkörpers aufgebracht, getrocknet und die so gebildete Grünschicht anschließend auf den Trägerkörper fest aufgesintert wird.
10. Verfahren nach Anspruch 9, **dadurch gekennzeichnet, daß** der rohrförmige Trägerkörper beim Auftragen der Suspension und zumindest während eines Teils der Trocknungszeit um die Rohrachse gedreht wird.
11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 10, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Suspension durch Dünnschichtgießen, Sprühen oder Tauchen auf den Trägerkörper aufgebracht wird.
12. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 11, **dadurch gekennzeichnet, daß** beim Auftragen der Suspension der Suspensionsaustritt relativ zum Trägerkörper bewegt wird.
13. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 12, **dadurch gekennzeichnet, daß** die fertig gesinterte poröse Membran durch Walzen kalibriert wird.

Claims

1. A process for producing a thin, open-pore metal layer from a sinterable powder consisting of pure metals, metal alloys and/or powder mixtures of different metals and metal alloys, **characterised in that** the metal powder is suspended with a given size distribution of powder particles in a carrier liquid, formed by a binder liquefied with an evaporable solvent, **in that** the suspension is applied in at least one thin layer onto a support and dried and the green layer thus formed is sintered, wherein the layer thickness

of the suspension applied corresponds at least to the thickness s of the metal layer to be produced after sintering, wherein s corresponds to at least 3 times the average diameter D of the powder particles, with $D = 1\mu\text{m}$ to $50\mu\text{m}$, wherein the layer thickness of the finished metal layer amounts to at most $500\mu\text{m}$.

2. A process according to claim 1, **characterised in that** the suspension is applied to the support in a plurality of successive thin sub-layers.

3. A process according to one of claims 1 or 2, **characterised in that** suspensions with different size distributions of the metal powder and/or different metal powders are used for the individual sub-layers.

4. A process according to one of claims 1 to 3, **characterised in that** the respective sub-layer is at least partially dried before application of the next sub-layer.

5. A process according to one of claims 1 to 4, **characterised in that** the respective sub-layer is sintered before application of the next sub-layer.

6. A process according to one of claims 1 to 5, **characterised in that** the suspension is applied as a layer to a flat, flexible support, from which it is separated in the form of a green layer after drying and sintered separately to yield a membrane-type porous finished part.

7. A process according to one of claims 1 to 6, **characterised in that** the suspension is applied as a layer on a high temperature-resistant, preferably flat, support, dried and sintered thereon and then removed from the support as a membrane-type, porous, metallic finished part.

8. A process according to one of claims 1 to 7, **characterised in that** an outline mask is laid upon the support prior to application of the suspension.

9. A process according to one of claims 1 to 8, **characterised in that** the suspension is applied to at least one of the walls of a tubular metallic support and dried and the green layer thus formed is then sintered firmly onto the support.

10. A process according to claim 9, **characterised in that** the tubular support is rotated about the tube axis during application of the suspension and at least during part of the drying time.

11. A process according to one of claims 1 to 10, **characterised in that** the suspension is applied to the

support by thin layer casting, spraying or dipping.

12. A process according to one of claims 1 to 11, **characterised in that** the suspension outlet is moved relative to the support during application of the suspension.

13. A process according to one of claims 1 to 12, **characterised in that** the ready-sintered porous membrane is sized by rolling.

Revendications

1. Procédé de réalisation d'une couche métallique mince à porosité ouverte à partir d'une poudre métallique frittée de métaux purs, d'alliages de métaux et/ou de mélanges de poudres composés de métaux et d'alliages de métaux différents, **caractérisé en ce que** la poudre métallique est mise en suspension avec une répartition dimensionnelle donnée des particules de poudre dans un liquide de support formé par un liant rendu liquide à l'aide d'un solvant pouvant s'évaporer, que la suspension est appliquée en au moins une couche mince sur un corps de support et séchée, et que la couche de vert ainsi obtenue est frittée, l'épaisseur de couche de la suspension appliquée correspondant au moins à l'épaisseur s de la couche métallique à réaliser après le frittage, s correspondant au moins 3 fois au diamètre D moyen des particules de poudre, avec $D =$ de $1\mu\text{m}$ à $50\mu\text{m}$, l'épaisseur de couche de la couche métallique terminée étant de $500\mu\text{m}$ maximum.

2. Procédé selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** la suspension est appliquée sur le corps de support en plusieurs couches partielles successives.

3. Procédé selon l'une des revendications 1 ou 2, **caractérisé en ce que** pour les différentes couches partielles, des suspensions présentant des répartitions dimensionnelles différentes et/ou des métaux différents sont respectivement utilisées.

4. Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, **caractérisé en ce que** chaque couche partielle respective est au moins partiellement séchée avant l'application de la couche partielle suivante.

5. Procédé selon l'une des revendications 1 à 4, **caractérisé en ce que** chaque couche partielle respective est frittée avant l'application de la couche partielle suivante.

6. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, **caractérisé en ce que** la suspension est appliquée

sous forme de couche sur un corps de support plat flexible, qu'après séchage elle est séparée du corps de support sous forme de couche de vert, puis frittée séparément pour obtenir une pièce finie poreuse du type membrane.

5

7. Procédé selon l'une des revendications 1 à 6, **caractérisé en ce que** la suspension est appliquée en forme de couche sur un corps de support, de préférence plat, résistant à des températures élevées, qu'elle est séchée et frittée sur celui-ci, puis retirée du corps de support en tant que pièce finie métallique poreuse du type membrane. 10
8. Procédé selon l'une des revendications 1 à 7, **caractérisé en ce qu'un** masque à contours est placé sur le corps de support avant l'application de la suspension. 15
9. Procédé selon l'une des revendications 1 à 8, **caractérisé en ce que** la suspension est appliquée sur au moins l'une des parois d'un corps de support métallique tubulaire et séchée, et que la couche de vert ainsi constituée est ensuite frittée solidement sur le corps de support. 20
25
10. Procédé selon la revendication 9, **caractérisé en ce que** lors de l'application de la suspension et au moins pendant une partie du temps de séchage, le corps de support tubulaire est mis en rotation autour de l'axe de tube. 30
11. Procédé selon l'une des revendications 1 à 10, **caractérisé en ce que** la suspension est appliquée sur le corps de support par coulage en couche mince, pulvérisation ou immersion. 35
12. Procédé selon l'une des revendications 1 à 11, **caractérisé en ce que**, lors de l'application de la suspension, la sortie de suspension est déplacée par rapport au corps de support. 40
13. Procédé selon l'une des revendications 1 à 12, **caractérisé en ce qu'après** frittage la membrane poreuse est calibrée par laminage. 45

50

55

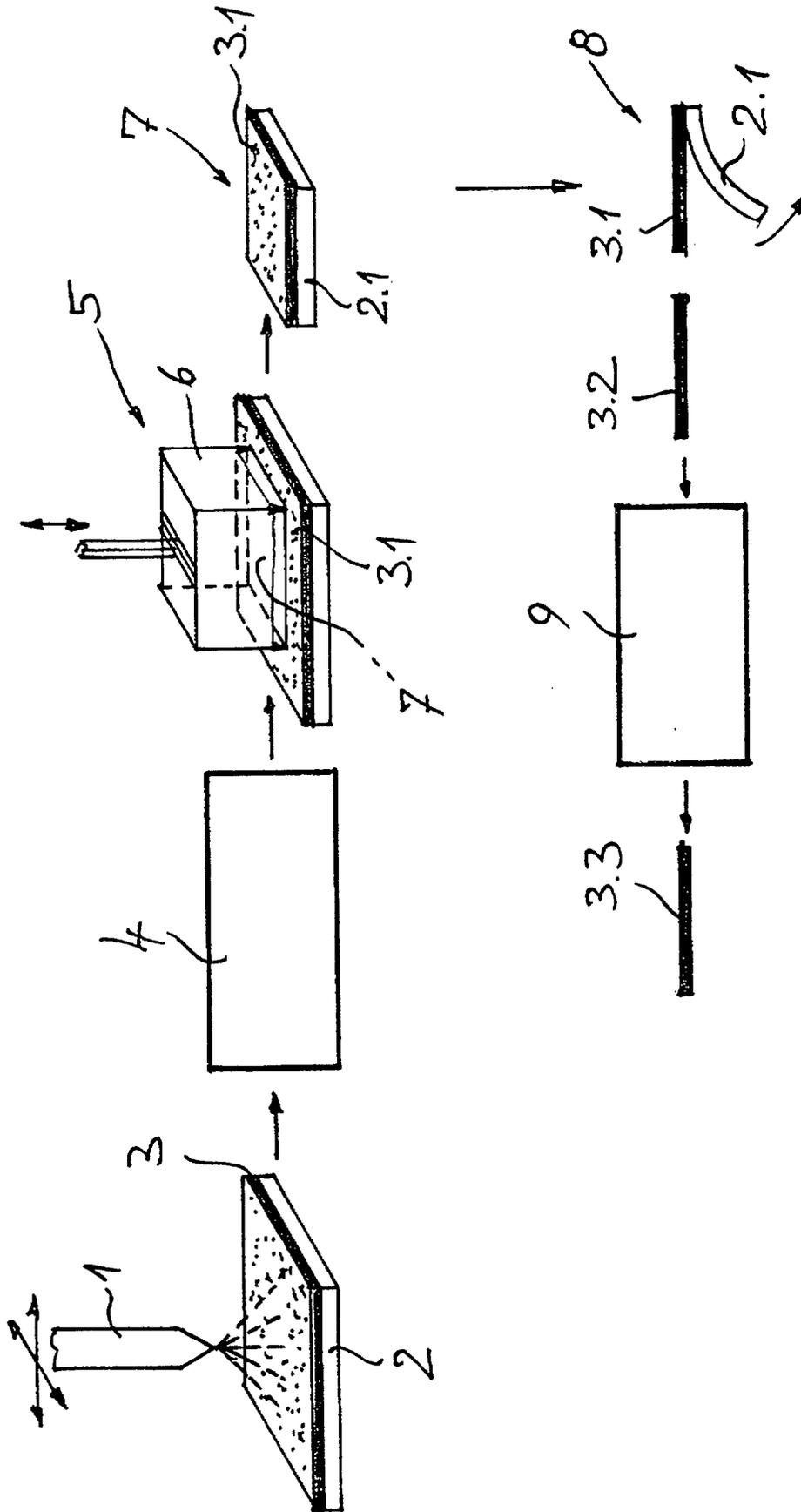


Fig. 1

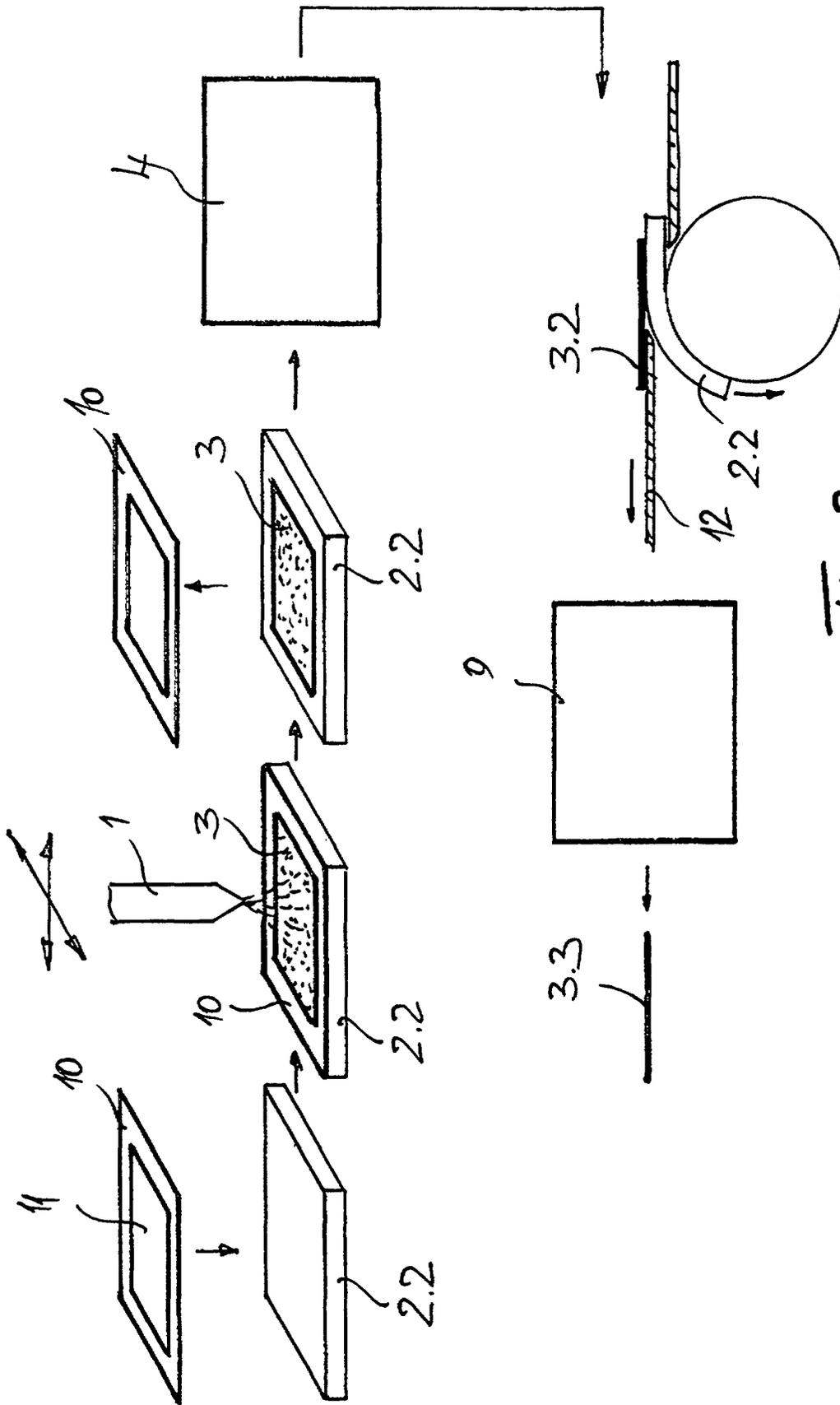


Fig. 2

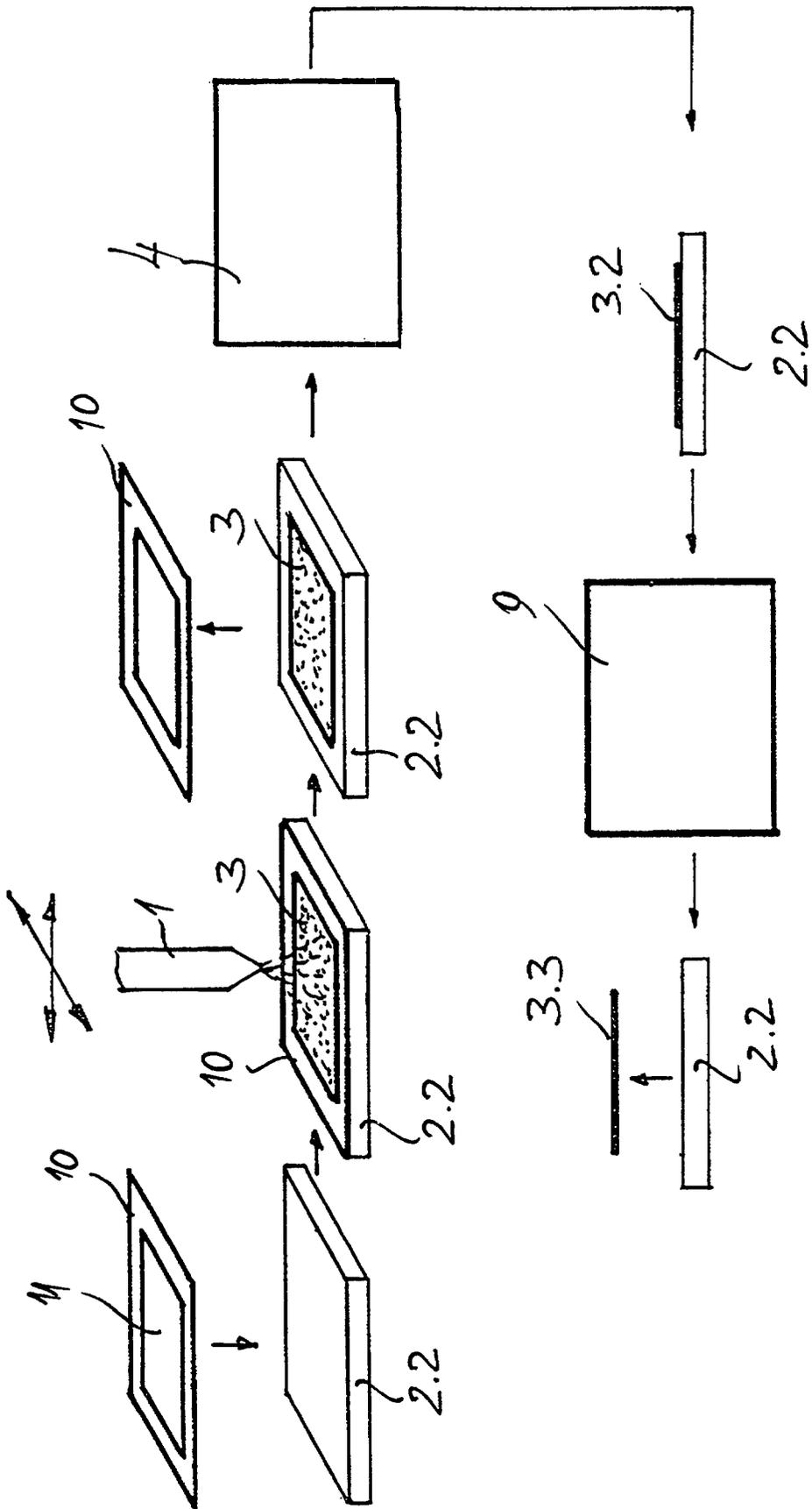


Fig.3