

(12)

PATENTSCHRIFT

(21) Anmeldenummer: 1065/95

(51) Int.Cl.⁶ : **B22F 3/02**
B22D 19/14, C22C 1/09

(22) Anmeldetag: 21. 6.1995

(42) Beginn der Patentdauer: 15. 4.1999

(45) Ausgabetag: 25.11.1999

(56) Entgegenhaltungen:

EP 108216A1 EP 375588A1 WO 91/17011A1 US 5361824A
US 5301738A US 5240062A

(73) Patentinhaber:

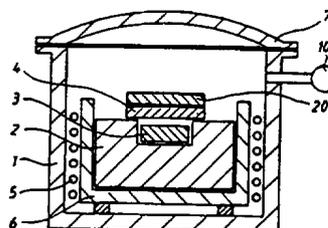
ELECTROVAC FABRIKATION ELEKTROTECHNISCHER
SPEZIALARTIKEL GESELLSCHAFT M.B.H.
A-3400 KLOSTERNEUBURG, NIEDERÖSTERREICH (AT).

(72) Erfinder:

SCHMITT THEODORE NICOLAS DIPL.ING. DR.
WIEN (AT).

(54) VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON MMC-BAUTEILEN

(57) Verfahren zur Herstellung von MMC-Bauteilen durch einen Infiltrationsprozeß, wobei die sich in einem Tiegel (6) befindliche und gegebenenfalls von einem Vorformhalter (2) gehaltene Vorform (3) in einem Druckgefäß (1) angeordnet ist und die Vorform (3) durch Erhöhung des im Druckgefäß (1) herrschenden Gasdruckes mit erschmolzenem Metall (4) infiltriert wird, wobei die Vorform (3) nach Abschluß des Anschmelzens des Infiltrationsmetalles (4) in einer in sich geschlossenen, aus Luft bestehenden Atmosphäre, in Anwesenheit eines sauerstoffbindenden Materials gehalten wird.



Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von MMC-Bauteilen durch einen Infiltrationsprozeß, wobei die sich in einem Tiegel befindliche und gegebenenfalls von einem Vorformhalter gehaltene Vorform in einem Druckgefäß angeordnet ist und die Vorform durch Erhöhung des im Druckgefäß herrschenden Gasdruckes mit erschmolzenem Metall infiltriert wird.

5 Verbundwerkstoffe lassen sich durch Gasdruckbeaufschlagung mit aufgeschmolzenem Metall infiltrieren, wobei sogenannte Metall-Matrix-Verbundwerkstoffe (MMC) entstehen. Vor einem solchen Infiltrationsprozeß muß das Infiltrationsmetall über seinen Schmelzpunkt erwärmt werden, um in die Verbundwerkstoff-Vorform einwandern zu können.

10 Aus der **EP-A1-108 216** ist ein Verfahren zur Herstellung eines MMC-Bauteiles bekanntgeworden, bei welchem die mit Matrix-Metall zu infiltrierende Vorform ein Metalloxid aufweist und im Metall selbst ein zu starker Oxidierung neigendes Element, wie z.B. Magnesium enthalten ist. Bei der Verflüssigung des Metalls durch Erhitzen kommen besagtes Metalloxid und Magnesium in Berührung, wobei das Oxid in einer exothermen Reaktion reduziert wird. Die hierbei entstehende Wärme unterstützt das Durchsetzen der Vorform mit Infiltrationsmetall.

15 Bei den im Zuge der Aufschmelzung des Infiltrationsmetalles entstehenden Temperaturen verbindet sich jedoch der Sauerstoff der umgebenden Luft mit der Oberfläche des Metalls und bildet Oxide, die sich nachteilig auf Eigenschaften des entstehenden Bauteils auswirken. Auch die Vorformen selber können mit dem Luftsauerstoff reagieren. Hierbei entstehen Substanzen wie Oxide, Oxinitride, Oxicarbide od. dgl., deren Entstehung von der Zusammensetzung der Vorform abhängt. Diese Substanzen, welche sich
20 bevorzugt auf der Vorformoberfläche bilden, können die für die Infiltration notwendige offene Porosität negativ beeinflussen. So kann durch das Wachstum dieser oxidischen Verbindungen der Porendurchmesser so weit verringert werden, daß der mittels Gas aufgebrachte Druck nicht mehr ausreicht, um die auf das flüssige Infiltrationsmetall wirkenden Kapillarkräfte zu überwinden, wodurch das Infiltrationsmetall nicht mehr in die Vorform einwandern kann. Im ungünstigsten Fall können durch die beschriebenen Oxidationsvorgänge aus offenen Poren sogar vollkommen geschlossene Poren werden.

25 Die Reaktion zwischen Vorformmaterial und Luft ändert zusätzlich die Materialeigenschaften der Vorform. Hierdurch wird einerseits eine ungewollte Veränderung der physikalischen und thermischen Eigenschaften bewirkt und andererseits die Reproduzierbarkeit der gewünschten Materialeigenschaften des Verbundes erschwert bzw. unmöglich gemacht.

30 Um diesen Nachteil zu vermeiden, gibt es die Möglichkeit, das Gefäß, in dem die Vorform und das Infiltrationsmetall angeordnet sind, vor dem Aufschmelzen des Infiltrationsmetalls zu evakuieren. Eine andere bekannte Methode besteht darin, die Luft (und somit den Sauerstoff) durch Einbringung einer Inertgasatmosphäre aus dem Gefäß zu entfernen. Diese Methode garantiert allerdings nicht, daß der Sauerstoff auch aus dichtgepackten Anordnungen von Vorformen in einem genügend hohem Maße entfernt
35 wird. Beide Verfahrenstechniken sind zudem aufwendig und zeitraubend.

Neben der bereits erörterten Methode, das aufgeschmolzene Matrix-Metall mittels Gasdruck in die Vorformporen einzubringen, ist die Methode der spontanen Infiltration, beispielsweise ans den Veröffentlichungen **EP-A1-375 588**, **US-PS-5 361 824**, **WO91/17011-A1**, **US-PS-5 301 738** und **US-PS-5 240 062** bekannt. Bei einem solchen Verfahren passiert das Durchsetzen der porösen Vorform mit geschmolzenem
40 Infiltrationsmetall ohne jede Vakuum- oder Überdruckbehandlung. Erreichbar ist dies durch Infiltrationsverbesserer, worunter chemische Elemente verstanden werden, die die Benetzbarkeit des flüssigen Infiltrationsmetalls mit dem Vorformmaterial erhöhen und damit das Eindringen des Metalls in die Poren der Vorform ermöglichen. Besagter Infiltrationsverbesserer wird in allen besagten Dokumenten durch die Reaktion von Magnesium (enthalten in der als Matrix-Metall dienenden A1-Legierung) mit Stickstoff
45 (enthalten in der Ofen- bzw. Gefäß-Atmosphäre) erhalten.

Es wird also bei dieser Infiltrationsmethode stets eine Spezialatmosphäre geschaffen -durch Spülung des Druckgefäßes mit Stickstoff-, wohingegen man bei einer Gasdruckinfiltration, auf welches Verfahren sich die Erfindung bezieht, ohne einen solchen zeitaufwendigen und teuren Arbeitsschritt auskommt, da die normale Luftatmosphäre im Druckgefäß -mit Ausnahme der Druckerhöhung- nicht verändert wird.

50 Weil bei dieser spontanen Infiltration die im Druckgefäß enthaltene Luft durch Stickstoff ersetzt wird, stellt sich das erwähnte Problem, daß das schmelzflüssige Matrix-Metall den Luft-Sauerstoff bindet nicht.

Es ist Aufgabe der Erfindung, ein Verfahren der eingangs erwähnten Art zur Herstellung von MMC-Bauteilen anzugeben, das den nachteiligen Einfluß des Luftsauerstoffes wirksam verhindert und mit wenig Aufwand verbunden ist.

55 Erfindungsgemäß wird dies dadurch erreicht, daß die Vorform nach Abschluß des Aufschmelzens des Infiltrationsmetalles in einer in sich geschlossenen, aus Luft bestehenden Atmosphäre, in Anwesenheit eines sauerstoffbindenden Materials gehalten wird.

Dadurch wird unmittelbar in der Umgebung des Infiltrationsmetalls ein möglicher negativer Einfluß des Sauerstoffes vermindert.

Eine bevorzugte Ausführungsform der Erfindung kann darin bestehen, daß das sauerstoffbindende Material als Vorformhalter und gegebenenfalls zusätzlich als auf einem Infiltrationsmetall angeordnetes Stückwerk und/oder als eine einen Tiegel umgebenden Umhüllung ausgebildet wird.

Durch die Ausbildung des Vorformhalters als sauerstoffbindendes Element kann ein zusätzlicher Bauteilaufwand vermieden werden.

In diesem Zusammenhang kann in Weiterbildung der Erfindung vorgesehen sein, daß das sauerstoffbindende Material aus Materialien wie z.B. Graphit, Kohlenstoff o. dgl. und/oder aus Metallen wie z.B. Zirkonium, Titan o. dgl. gebildet wird.

Diese Materialien binden den parasitären Sauerstoff besonders gut.

Ein weiteres Merkmal der Erfindung kann sein, daß das Infiltrationsmetall aus Metallen wie z.B. Aluminium, Kupfer, Magnesium, Silizium, Eisen, Titan o. dgl. oder deren Legierungen gebildet wird.

Diese Metalle sind besonders gut für die Herstellung von MMC-Bauteilen geeignet.

Nach einer Variante der Erfindung kann vorgesehen sein, daß das sauerstoffbindende Material bereichsweise angeordnet wird.

Damit können Werkstücke mit bereichsweise unterschiedlichen Eigenschaften auf einfache Weise hergestellt werden.

Anhand der beigeschlossenen Zeichnungen wird nun das erfindungsgemäße Verfahren näher erläutert. Dabei zeigt:

Fig.1a eine Vorrichtung zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens im Schnitt im Aufriß;

Fig.1b eine alternative Ausgestaltung der Vorrichtung gemäß Fig.1a im Aufriß im Schnitt;

Fig.2a eine weitere Ausbildung der Vorrichtung gemäß Fig.1a;

Fig.2b eine alternative Ausgestaltung der Vorrichtung gemäß Fig.2a und

Fig.3a,b ein MMC-Bauteil, bei dem Metallbauteile miteingegossen werden, im Schrägriß und im Aufriß im Schnitt.

Fig. 1a zeigt eine komplette Vorrichtung 1, die zur Herstellung der MMC-Formkörper verwendet wird. Im Inneren der Vorrichtung 1 befindet sich ein Vorformhalter 2 zur Aufnahme der Vorform 3. Die Vorform 3 besteht aus dem in gewünschter Weise angeordneten Verstärkungsmaterial. Die Gesamtheit dieser Anordnung ist in einem Tiegel 6 untergebracht. Die Vorrichtung 1 ist mit Hilfe des Deckels 7 verschließbar, sodaß Druck aus einer Druckquelle 10 an die Vorrichtung angelegt werden kann. Auf den Rändern des Vorformhalters 2 liegt ein Block oder Speiser 4 aus Infiltrationsmetall. Unter dem Einfluß der Heizung 5 wird das Metall aufgeschmolzen und unter Druck in die Vorform eingepreßt; sodann wird die Heizung 5 abgeschaltet und das Metall unter Druck erstarren gelassen.

Fig. 1b stellt eine alternative Ausgestaltung der Vorrichtung gemäß Fig. 1a, bei welcher die Heizung weggelassen ist. Hier wird das an anderer Stelle erschmolzene Metall 11 auf die Vorform 3 gegossen, sodann der Deckel 7 geschlossen, das Innere der Vorrichtung mit Druck mittels der Druckquelle 10 beaufschlagt, hiedurch das flüssige Metall in die Vorform gepreßt, und das Metall erstarren gelassen.

Fig. 2a stellt ein Detail innerhalb der Vorrichtung 1 von Fig. 1 in einer anderen Ausführungsform dar. Für äquivalente Teile wurden die gleichen Bezugszeichen gewählt.

In einem Vorformhalter 2 ist wieder die Vorform 3 eingesetzt. Auf dem Vorformhalter 2 liegt eine Abdeckung 8 mit Bohrungen 9 auf, auf welchem seinerseits der Speiser 4 aufgelegt ist. Der Tiegel 6 umgibt den Vorformhalter 2 mit seinen Ein- und Aufsätzen. Unter der Wirkung der Heizung 5 schmilzt das Infiltrationsmetall, gelangt durch die Öffnungen 9 auf die Vorform 3 und infiltriert das Verstärkungsmaterial unter Druckbeaufschlagung durch die Druckquelle 10 bei geschlossenem Deckel 7.

Fig. 2b zeigt eine alternative Ausführungsform zu Fig. 2a, bei welcher ohne Heizung gearbeitet wird. Das an anderer Stelle erschmolzene Metall 11 wird auf die Abdeckung gegossen, sodann der Deckel 7 geschlossen und unter Druckbeaufschlagung vermittels der Druckquelle 10 wird das flüssige Metall in die Vorform gepreßt und das Metall erstarren gelassen.

Bei den zum Schmelzen des Infiltrationsmetalls 4 auftretenden Temperaturen bildet der Sauerstoff der in der Vorrichtung 1 vorhandenen Atmosphäre Verbindungen mit dem Infiltrationsmetall 4, deren Vorhandensein im herzustellenden Bauteil dessen Eigenschaften verschlechtert.

Das erfindungsgemäße Verfahren zielt darauf ab, in der nahen Umgebung des flüssigen Infiltrationsmetalls 4, also im Bereich der Vorform 3, ein sauerstoffarmes Mikroklima auszubilden und somit die Bildung von parasitären Sauerstoffverbindungen im Infiltrationsmetall 4 und an der Oberfläche der Vorform 3 zu verhindern. Da die Umgebungsatmosphäre durch die normale Luft gebildet wird, ist es notwendig, den Sauerstoff durch die Einwirkung von sauerstoffbindenden Elementen 2, 20, 21 zu binden und somit der Umgebungsatmosphäre zu entziehen. Diese sauerstoffbindenden Elemente 2, 20, 21 werden in Form des

Vorformhalters 2 oder als Stückwerk 20, das über dem Infiltrationsmetall 4 angeordnet ist (Fig.1a und 2a) oder als eine den Tiegel 6 umgebenden Umhüllung 21 (Fig.1b) ausgebildet. Auch eine Kombination dieser Anordnungsmöglichkeiten ist denkbar und ermöglicht eine sehr effiziente Bindung des Luftsauerstoffes.

Die sauerstoffbindenden Elemente 2, 20, 21 können aus Graphit, Kohlenstoff o. dgl., aber auch aus jedem anderen sauerstoffbindenden Material, gebildet sein. So können z.B. Metalle, die eine hohe Affinität zu Sauerstoff aufweisen, verwendet werden. Beispiele dafür sind Zirkonium, Titan o. dgl.

Das Infiltrationsmetall 4 kann je nach den gewünschten Eigenschaften des herzustellenden MMC-Bauteiles aus Metallen wie z.B. Aluminium, Kupfer, Magnesium, Silizium, Eisen, Titan o. dgl. oder deren Legierungen gebildet sein. Diese Aufzählung enthält nur einige Beispiele, auch jedes andere geeignete Metall kann bei der Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens verwendet werden.

Bei manchen MMC-Bauteilen ist es erwünscht, daß es bereichsweise zu Oxidationsvorgängen im Infiltrationsmetall 4 kommt. Zur Herstellung solcher Bauteile ist es erfindungsgemäß möglich, daß das Mikroklima lediglich bereichsweise durch lokal angeordnete sauerstoffbindende Elemente 2, 20, 21 gebildet wird. So wird beispielsweise nur ein Drittel der Oberfläche des Infiltrationsmetalls 4 mit sauerstoffbindendem Stückwerk 20 bedeckt, was zur Folge hat, daß im unbedeckten Bereich des Infiltrationsmetalls 4 Oxidationsvorgänge stattfinden können, im bedeckten Bereich jedoch unterbunden werden.

Ein Beispiel für die Notwendigkeit eines erwähnten lokalen Mikroklimas wird anschließend beschrieben. Kovar, Nickel-Eisen-Legierungen, Molybdän, Kupfer o. dgl. bzw. deren Legierungen neigen beim Aufheizen in sauerstoffhaltiger Atmosphäre zur Oxidation. Durch die dabei entstehende oberflächliche Oxidschicht sind aus derartigen Materialien bestehende Bauteile nur schlecht bis gar nicht mit weiteren Bauteilen verbindbar. Sollen aus den angeführten Materialien bestehende Bauteile beim Infiltrationsvorgang miteingegossen werden, so ist es daher notwendig, zumindest diese Bauteile durch lokales Ausbilden eines Mikroklimas vor Oxidation zu schützen.

Ein konkretes Anwendungsbeispiel dafür ist in den Fig.3a,b dargestellt. Hier soll ein Gehäuse, dessen Oberseite offen ist, als MMC-Bauteil hergestellt werden. Dazu wird auf einer plattenförmigen Vorform 34 ein Rahmen 31 aus Kovar angeordnet. Dieser Rahmen 31 ist mit Durchbrüchen 32 versehen, durch welche Durchbrüche 32 elektrische Verbindungen in Form von Stiften 30 aus Kovar hindurchgeführt werden. Zum Zwecke der Isolierung der Kovar-Stifte 30 vom Rahmen 31 sind in den Durchbrüche 32 Keramikhülsen 33 angeordnet. Da Kovar wie zuvor erwähnt beim dem Infiltrationsvorgang vorgehenden Aufheizen zur Oxidation neigt, werden die Kovarbauteile durch lokal in ihrer Nähe angeordnete sauerstoffbindende Elemente 35, 36 vor den Einflüssen des Luftsauerstoffes geschützt. Bei dem in Fig.3a,b gezeigten Beispiel werden die sauerstoffbindenden Elemente einerseits durch Platten 35 und andererseits durch die die Stifte 30 während des Infiltrationsvorganges haltenden Streifen 36 gebildet. Dabei sind die sauerstoffbindenden Elemente 35, 36 aus einem beliebigen sauerstoffbindenden Material wie z.B. Graphit, Kohlenstoff od. dgl. gebildet.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von MMC-Bauteilen durch einen Infiltrationsprozeß, wobei die sich in einem Tiegel (6) befindliche und gegebenenfalls von einem Vorformhalter (2) gehaltene Vorform (3) in einem Druckgefäß (1) angeordnet ist und die Vorform (3) durch Erhöhung des im Druckgefäß (1) herrschenden Gasdruckes mit erschmolzenem Metall (4) infiltriert wird, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Vorform (3) nach Abschluß des Aufschmelzens des Infiltrationsmetalles (4) in einer in sich geschlossenen, aus Luft bestehenden Atmosphäre, in Anwesenheit eines sauerstoffbindenden Materials gehalten wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß das sauerstoffbindende Material als Vorformhalter (2) und gegebenenfalls zusätzlich als auf einem Infiltrationsmetall (4) angeordnetes Stückwerk (20) und/oder als eine einen Tiegel (6) umgebenden Umhüllung (21) ausgebildet wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet**, daß das sauerstoffbindende Material aus Materialien wie z.B. Graphit, Kohlenstoff o. dgl. und/oder aus Metallen wie z.B. Zirkonium, Titan o. dgl. gebildet wird.
4. Verfahren nach Anspruch 1, 2 oder 3, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Infiltrationsmetall (4) aus Metallen wie z.B. Aluminium, Kupfer, Magnesium, Silizium, Eisen, Titan o. dgl. oder deren Legierungen gebildet wird.

AT 405 798 B

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet**, daß das sauerstoffbindende Material bereichsweise angeordnet wird.

Hiezu 3 Blatt Zeichnungen

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

Fig.1a

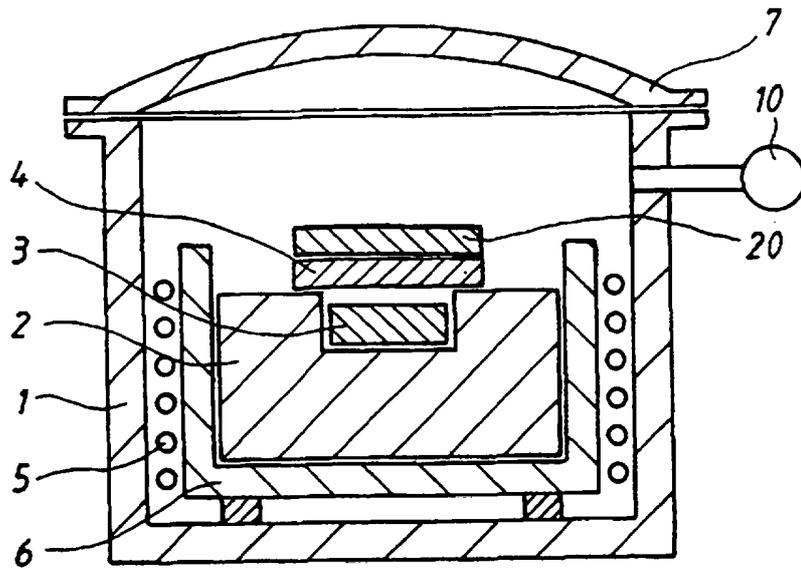


Fig.1b

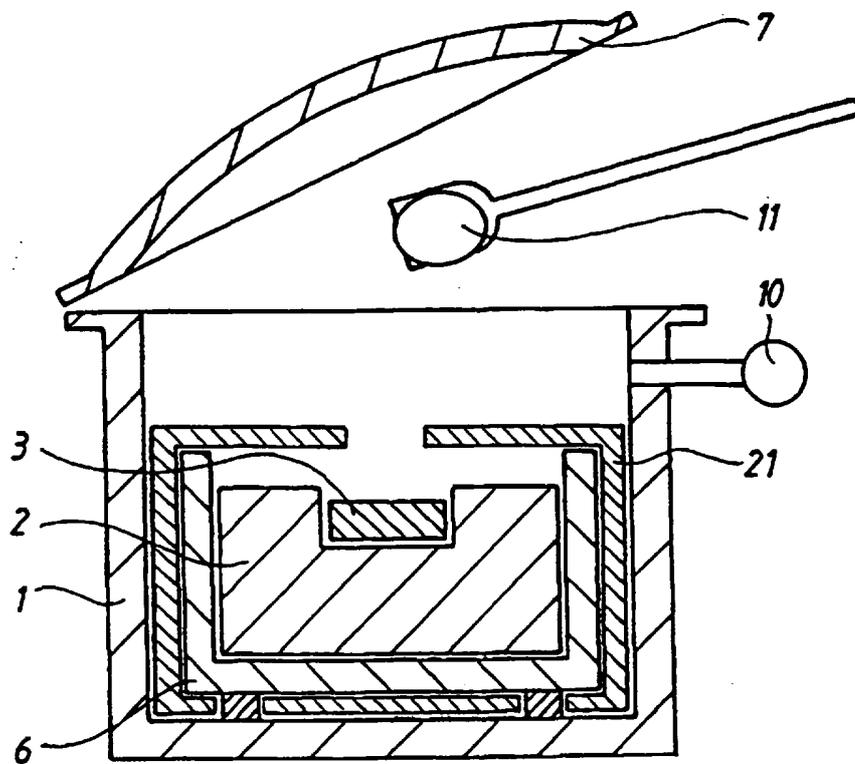


Fig. 2a

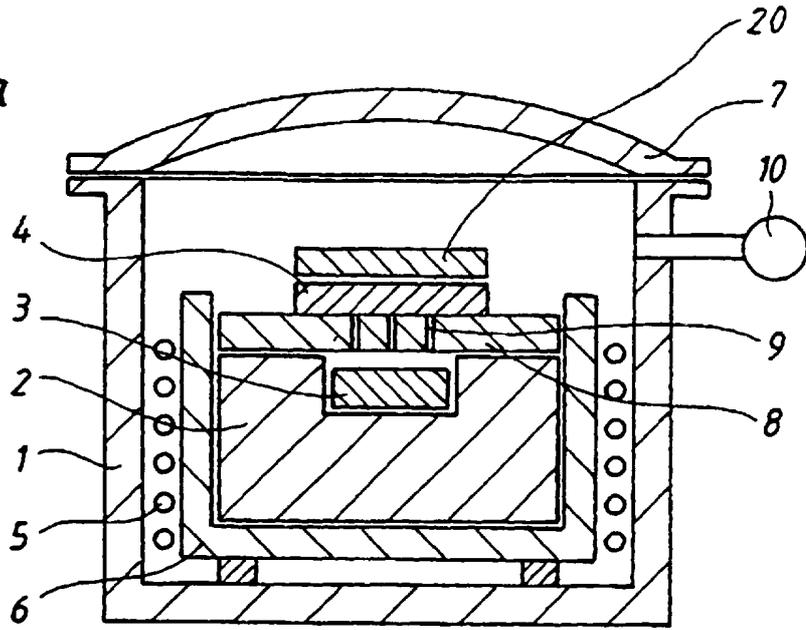


Fig. 2b

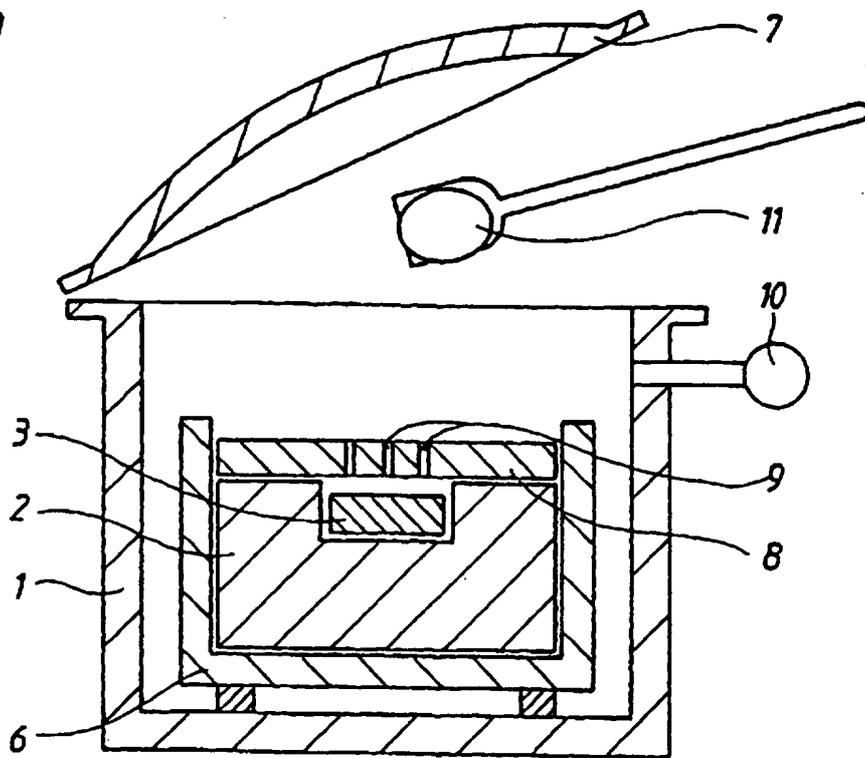


Fig. 3a

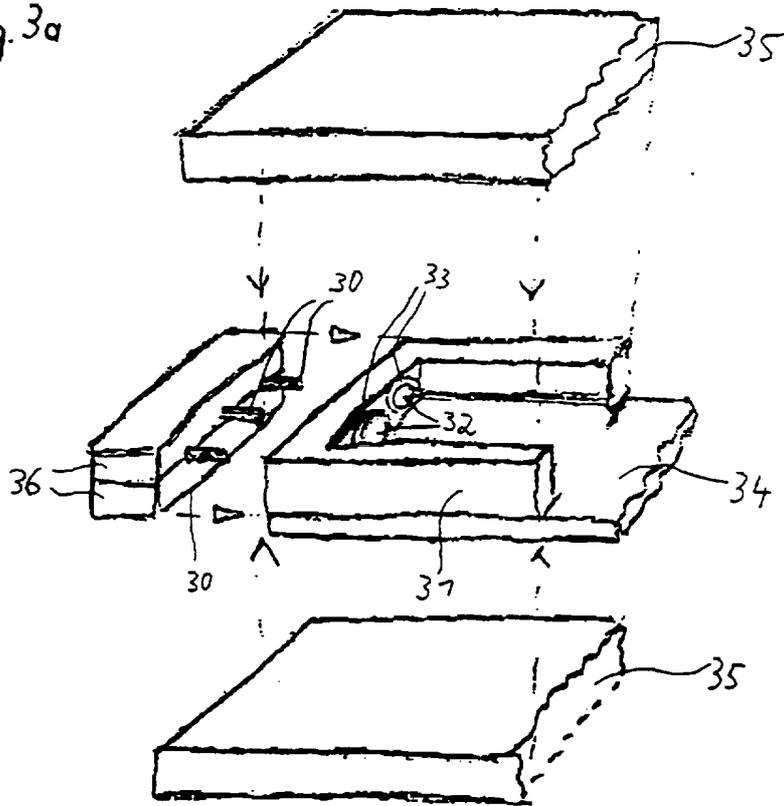


Fig. 3b

