

(19)



(10)

AT 14143 U1 2015-05-15

(12)

Gebrauchsmusterschrift

(21) Anmeldenummer: GM 280/2013
(22) Anmeldetag: 02.09.2013
(24) Beginn der Schutzdauer: 15.03.2015
(45) Veröffentlicht am: 15.05.2015

(51) Int. Cl.: **H01M 8/02** (2006.01)
B22F 5/00 (2006.01)
C22C 27/06 (2006.01)
B22F 3/16 (2006.01)
H01M 8/12 (2006.01)
C22C 32/00 (2006.01)

(56) Entgegenhaltungen:
EP 2230707 A1
EP 0510495 A1
WO 9015425 A1

(73) Gebrauchsmusterinhaber:
PLANSEE SE
6600 REUTTE (AT)

(72) Erfinder:
Brandner Marco
87448 Waltenhofen (DE)
O'Sullivan Michael
6600 Ehenbichl (AT)
Sigl Lorenz
6600 Lechaschau (AT)
Venskutonis Andreas
6600 Reutte (AT)
Kraussler Wolfgang
6671 Weißenbach (AT)

(54) **Pulvermetallurgisches Bauteil**

(57) Pulvermetallurgisches Bauteil mit einem Chromgehalt von zumindest 80 Gew. %, wobei im Bauteil Poren und/oder Oxideinschlüsse vorhanden sind, wobei die Anzahl pro Flächeneinheit der Summe aus Poren und Oxideinschlüssen an einer Schnittfläche durch das Bauteil in wenigstens einem Bereich zumindest 10 000 pro mm² beträgt.

AT 14143 U1 2015-05-15

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein pulvermetallurgisches Bauteil mit einem Chromgehalt von zumindest 80 Gew. %, wobei im Bauteil Poren und/oder Oxideinschlüsse vorhanden sind, sowie ein Verfahren zu dessen Herstellung. Die Erfindung betrifft weiters einen Interkonnektor für eine elektrochemische Zelle erhältlich aus einem solchen pulvermetallurgischen Bauteil sowie einen Interkonnektor für eine elektrochemische Zelle, welcher einen Bereich mit einem Chromgehalt von zumindest 80 Gew. % aufweist, wobei im Bereich Poren und/oder Oxideinschlüsse vorhanden sind. Schließlich betrifft die Erfindung die Verwendung eines Interkonnektors für die Herstellung einer elektrochemischen Zelle.

[0002] Zur Verbindung von Festelektrolytbrennstoffzellen (solid oxide fuel cells - SOFCs) oder ähnlichen elektrochemischen Zellen zu einem Stapel (Stack), für den Einsatz bei Betriebstemperaturen zwischen 700°C und 950°C eignen sich insbesondere Bauteile, sog. Interkonnektoren, mit hohen Cr-Gehalten. Sie können beispielsweise aus Cr-Basislegierungen der Zusammensetzung Cr₅FeY, wie in EP 0 578 855 beschrieben, hergestellt werden. Diese Bauteile sorgen im Wesentlichen für die elektrische Kontaktierung der einzelnen elektrochemischen Zellen, die Führung der Reaktionsgase und die Trennung der Reaktionsgase benachbarter Zellen. Um die Trennung der Gasräume benachbarter Zellen sicherzustellen, müssen die Bauteile eine hohe Gasdichtigkeit bzw. geringe Gaspermeabilität aufweisen.

[0003] Die Fertigung von Interkonnektoren erfolgt beim Stand der Technik auf kostengünstige Weise über eine pulvermetallurgische net-shape oder near net-shape Verfahrenstechnik, welche die Schritte Pulveransatzfertigung, Pulverpressen, Vorsintern, optional ein Kalibrierpressen sowie Sintern unter reduzierender Atmosphäre umfasst. Unter Verwendung aktuell kommerziell erhältlicher Cr-Pulver weisen derartige Interkonnektoren nach dem Sinterprozess noch keine ausreichende Gasdichtheit auf. Es liegt eine Restporosität zwischen 4 und 12 Vol.-% mit recht grober Porenstruktur vor, die zum Teil offen ist. Diese offene Restporosität wird in einem gezielten Oxidationsprozess so weit minimiert, dass eine für die Anwendung ausreichende Gasdichtheit erreicht werden kann. Das ist möglich, weil das entstehende Cr₂O₃ oder Mischoxide aus Cr und Al (siehe US 2010/0233576 A) ein größeres Volumen aufweisen als die metallische Matrix, so dass die Porosität im Zuge des Oxidationsprozesses verschlossen wird. Dabei werden nicht notwendigerweise alle Poren bis zum Bauteilkern mit Oxid gefüllt, zumindest wird jedoch eine Randschicht von ca. 0,2 mm Dicke geschlossen. Die entstehende Oxidschicht auf der Bauteiloberfläche wird in einem nachfolgenden Prozess zumindest im Bereich der elektrischen Kontaktflächen wieder entfernt, beispielsweise durch einen Sandstrahlprozess, um zu Betriebsbeginn eines Brennstoffzellen-Stacks möglichst einen optimalen metallischen Kontakt zwischen elektrochemischer Zelle und Interkonnektor zu gewährleisten.

[0004] Auch wenn über den zusätzlichen Schritt der Oxidation mit nachfolgendem Sandstrahlen eine ausreichende Gasdichtigkeit erzielt werden kann, kann dieser Prozess einige Schwierigkeiten hervorrufen. Dabei sind folgende Punkte zu nennen:

[0005] - Bauteile mit hoher Restporosität oder auch nur mit Bereichen hoher Restporosität erfordern entweder eine Oxidation bei hohen Temperaturen oder sehr lange Haltezeiten auf Temperatur, um eine ausreichende Menge an Oxideinschlüssen mit Hauptbestandteil Chromoxid zu bilden, speziell dann, wenn große offene Poren im Bauteil enthalten sind. Hohe Oxidationstemperaturen und lange Haltezeiten sind mit entsprechenden Kosten in der Fertigung verbunden.

[0006] - Ein hoher Grad an Oxideinschlüssen führt zu einer Änderung der gewünschten physikalischen Bauteileigenschaften (z.B. thermischer Ausdehnungskoeffizient, Wärmeleitfähigkeit, Bruchverhalten), da diese zunehmend nicht nur durch die metallische Matrix, sondern auch durch den Porenfüller bestimmt werden. Diese Änderung kann das Bauteil global oder aber auch nur ausgewählte Bauteilbereiche betreffen, wodurch das Bauteil inhomogen wird.

[0007] - Ist der Grad an Oxideinschlüssen zu hoch, insbesondere wenn die Porosität lokal

unterschiedlich groß ist, was in realen Bauteilen aufgrund der unterschiedlichen Struktur auf beiden Seiten der Platte häufig der Fall ist, führt dies dazu, dass das Bauteil aufgrund übermäßigen Verzugs Ausschussware ist und verworfen werden muss.

[0008] - Bei der Oxidation kann es neben der Bildung von Oxideinschlüssen auch zur Bildung von Cr-Nitriden, die ebenfalls die gewünschten physikalischen Bauteileigenschaften verändern können, kommen.

[0009] Die vorliegende Erfindung hat es sich daher zur Aufgabe gestellt hier Abhilfe zu schaffen und ein pulvermetallurgisches Bauteil bereit zu stellen, bei dem die beschriebenen Nachteile vermindert sind. Insbesondere soll das pulvermetallurgische Bauteil eine geringe Gaspermeabilität aufweisen, kostengünstig herstellbar sein und gleichzeitig möglichst frei von unerwünschten Verunreinigungen wie Chromnitriden sein.

[0010] Diese Aufgabe wird gelöst durch ein pulvermetallurgisches Bauteil mit einem Chromgehalt von zumindest 80 Gew. %, wobei im Bauteil zumindest ein Gefügebestandteil aus der Gruppe Poren und Oxideinschlüsse vorhanden ist, welches dadurch gekennzeichnet ist, dass die Anzahl pro Flächeneinheit der Summe aus Poren und Oxideinschlüssen entlang einer Schnittfläche durch das Bauteil in zumindest einem Bereich zumindest 10 000 pro mm^2 beträgt. Im Bauteil sind daher Poren und/oder Oxideinschlüsse vorhanden. Daneben treten auch Poren auf, die teilweise mit Oxideinschlüssen gefüllt sind. Teilweise gefüllte Poren werden im Folgenden unter Poren subsummiert. Teilweise gefüllte Poren werden daher als Pore gezählt.

[0011] Oxideinschlüsse können im Bauteil durch Oxidation von Chrom, gegebenenfalls anderen vorhandenen Metallen und Zusatz von Metalloxiden entstehen. Beim Oxidationsvorgang können auch noch andere Verbindungen, beispielsweise Nitride, entstehen, die ebenfalls Teil der Oxideinschlüsse bilden können. Im Rahmen der Erfindung sind daher unter dem Begriff Oxideinschlüsse Einschlüsse zu verstehen, deren Hauptbestandteil (> 50 Mol.%) Metalloxide sind und die daneben auch Nitride enthalten können. Der Hauptbestandteil der Oxideinschlüsse sind bevorzugt Chromoxide, wobei der Chromoxidgehalt bevorzugt zumindest 90 Mol.% beträgt.

[0012] Im Vergleich zum Stand der Technik weist ein solches Bauteil eine deutlich höhere Gesamtanzahl an Poren und Oxideinschlüssen bei etwa derselben Porosität auf, sodass sich das Porenvolumen auf mehr und damit feinere Poren verteilt. Die Erfindung beruht dabei unter anderem auf der Erkenntnis, dass die Porengröße einen entscheidenden Einfluss auf das Bauteil hat. Insbesondere die Anzahl der großen Poren sollte möglichst gering sein, da solche Poren mit Cr_2O_3 ausgefüllt einen negativen Einfluss auf das Bauteil beispielsweise in Hinblick auf Verzug oder den thermischen Ausdehnungskoeffizient haben.

[0013] In einer Ausführungsvariante ist vorgesehen, dass die Anzahl der Summe aus Poren und Oxideinschlüssen entlang der Schnittfläche zumindest 20 000, vorzugsweise zumindest 40 000, besonders bevorzugt zumindest 60 000 pro mm^2 beträgt. In einer bevorzugten Ausführungsvariante ist vorgesehen, dass die Anzahl der Summe aus Poren und Oxideinschlüssen entlang der Schnittfläche zumindest 90 000 pro mm^2 beträgt. Je größer die Anzahl von Poren pro Fläche vor dem Oxidationsvorgang ist, umso effektiver und wirtschaftlicher können sie durch Oxidation geschlossen werden.

[0014] Unter Poren werden erfindungsgemäß die Summe aller offenen Poren, geschlossenen Poren und auch der zumindest teilweise mit Oxid gefüllten Poren verstanden. Da ein erfindungsgemäßes Bauteil einen Oxidationsvorgang unterzogen wird, werden vormals offene Poren durch die Oxidation mit Oxiden zumindest teilweise ausgefüllt. Es bleiben dann die geschlossenen Poren und die vormals offenen Poren, die nunmehr vollständig oder teilweise mit Oxid gefüllt sind, zurück.

[0015] In einer bevorzugten Ausführungsvariante ist vorgesehen, dass der Chromgehalt im Bereich zumindest 90 Gew. % beträgt. Ein hoher Chromgehalt erhöht die Wärmeleitfähigkeit und trägt damit zu einer homogenen Temperaturverteilung im System bei. Zudem senkt ein hoher Chromgehalt den thermischen Ausdehnungskoeffizienten ab, so dass er besser an derzeit verfügbare Elektrolytmaterialien wie vollstabilisierte Zirkonoxide angepasst ist.

[0016] In einer Ausführungsvariante kann vorgesehen sein, dass im Bereich des Bauteils die Dichte über die gesamte Bauteilstärke kleiner 95% der theoretischen Dichte beträgt. In einer weiteren Ausführungsvariante kann vorgesehen sein, dass im Bereich des Bauteils die Dichte über die gesamte Bauteilstärke zwischen 70% und 95% der theoretischen Dichte beträgt. Dieser Wertebereich sorgt für eine gute mechanische Stabilität des Bauteils.

[0017] In einer vorteilhaften Ausführungsvariante kann vorgesehen sein, dass wenigstens 90 % der Poren und Oxideinschlüsse an einer Schnittfläche in zumindest einem Bereich einen Äquivalentdurchmesser von nicht mehr als 12 μm aufweisen. Dies wirkt sich positiv auf die mechanischen Eigenschaften des Bauteils aus und ermöglicht ein schnelles Verschließen der offenen Poren im Zuge des Oxidationsprozess. Der Äquivalentdurchmesser ist dabei gemeint, dass bei Poren oder Oxideinschlüssen mit nichtkreisförmigen Querschnitt die Querschnittsfläche A herangezogen wird und auf den Äquivalentdurchmesser d geschlossen wird, indem die ermittelte Querschnittsfläche A gleichgesetzt wird mit der Formel $A = \pi d^2/4$. Der Äquivalentdurchmesser d ergibt sich dann aus dem Zusammenhang $d = (4 A / \pi)^{0.5}$.

[0018] Die Erfindung beruht unter anderem auf der Erkenntnis, dass sich der Oxidationsvorgang auf die Homogenität des Bauteils hinsichtlich Verzug und thermischer Ausdehnung negativ auswirken kann. Durch die Verwendung von Metallpulver zur Herstellung des Bauteils, bei welchem die Oberfläche nach BET $\geq 0,05 \text{ m}^2/\text{g}$ beträgt, kann der Oxidationsvorgang zum Verschließen der Poren kürzer gehalten werden, sodass der Oxidgehalt verringert wird. Daher kann in einer Ausführungsvariante vorgesehen sein, dass der Gesamtsauerstoffgehalt in diesem Bereich $< 20\,000 \mu\text{g O}$ pro 1 g Bauteil beträgt.

[0019] Untersuchungen haben gezeigt, dass sich das Vorhandensein von Stickstoff und/oder anderer oxidischer Komponenten negativ auf das Bauteil, in Hinblick auf Verzug und thermische Ausdehnung, auswirken kann. Es ist daher in einer Ausführungsvariante vorgesehen, dass der Gesamtstickstoffgehalt in diesem Bereich $< 2000 \mu\text{g}$ pro 1 g Bauteil beträgt und / oder dass der Gehalt an $\text{Al}_2\text{O}_3 < 500 \mu\text{g}$ pro 1 g Bauteil beträgt. Ein niedriger Stickstoffgehalt wirkt sich dahingehend positiv auf die Eigenschaften des Bauteils im Einsatz für elektrochemische Zellen aus, dass ein geringerer Verzug auftritt und der thermische Ausdehnungskoeffizient über die Bauteilstärke gleichmäßig ist.

[0020] Bevorzugt ist vorgesehen, dass der Sauerstoffgehalt entlang der Bauteilstärke von der Mitte zu den Rändern hin zunimmt.

[0021] Beim Sintern des Metallpulvers entsteht ein poröses Bauteil, dessen Porengrößenverteilung im Wesentlichen von den physikalischen Eigenschaften des Metallpulvers, wie beispielsweise der spezifischen Oberfläche, sowie den Press- und Sinterbedingungen abhängt.

[0022] Weiters weist das Bauteil bevorzugt zumindest eine der zuvor erwähnten Eigenschaften, insbesondere die Anzahl der Summe aus Poren / Oxideinschlüssen, Größe / Fläche der Poren / Oxideinschlüsse oder Sauerstoff- / Stickstoffgehalt in einem Bereich auf, der, bezogen auf das Gesamtvolumen des Bauteils, größer 25 Vol.%, besonders bevorzugt größer 75 Vol.% beträgt.

[0023] Erfindungsgemäß kann ein solches Bauteil mit einem nachfolgend beschriebenen Verfahren hergestellt werden, sodass auch das Verfahren die eingangs gestellte Aufgabe löst.

[0024] Das Verfahren umfasst die Schritte:

[0025] (i) Bereitstellen eines Pulveransatzes enthaltend Chrom und gegebenenfalls andere Metalle, wobei der Anteil an Chrom zumindest 80 Gew. % bezogen auf den Gesamtmetallgehalt beträgt, wobei das Pulver des Pulveransatzes eine Oberfläche nach BET von $\geq 0,05 \text{ m}^2/\text{g}$ aufweist,

[0026] (ii) Verpressen des Pulveransatzes zu einem Pressling,

[0027] (iv) Sintern des Presslings bei 1100 bis 1500 $^{\circ}\text{C}$,

[0028] (v) Oxidieren des gesinterten Bauteils unter Anwesenheit einer Sauerstoffquelle,

[0029] (vi) Entfernen der Oxidschicht von der Oberfläche.

[0030] Die Oberfläche nach BET kann z.B. durch Vermahlen von Chrompulver oder einer Chromlegierung eingestellt werden. Pulveransätze mit Oberflächen nach BET von bis zu $0,5 \text{ m}^2/\text{g}$ wurden zur Herstellung des Bauteils eingesetzt.

[0031] Zwischen Schritt (ii) Verpressen des Pulveransatzes zu einem Pressling und Schritt (iv) Sintern des Presslings bei 1100 bis $1500 \text{ }^\circ\text{C}$ kann ein Schritt (iii) Vorsintern des Presslings bei 600 bis $1000 \text{ }^\circ\text{C}$ vorgesehen sein.

[0032] Bevorzugt ist weiters vorgesehen, dass der Sinterschritt und falls Vorhanden auch oder anstelle dessen der Vorsinterschritt unter Wasserstoffatmosphäre durchgeführt werden kann.

[0033] Zur Homogenisierung der Eigenschaften des Bauteils kann zwischen dem Vorsinterschritt und dem Sinterschritt ein Kalibrierpressvorgang vorgesehen sein. Dieser Kalibrierpressvorgang kann bei einem spezifischen Pressdruck von 500 bis 1000 MPa vorgenommen werden.

[0034] Weiters kann bevorzugt vorgesehen sein, dass dem Pulveransatz vor dem Verpressen ein Presshilfsmittel in einer Menge von $0,1 \text{ Gew. } \%$ bis $5 \text{ Gew. } \%$ bezogen auf die Pulveransatzmenge zugesetzt wird. Als Presshilfsmittel kommt z.B. ein Wachs in Frage.

[0035] Nach dem Sintern erfolgt ein Oxidieren des Bauteils. Die Sauerstoffquelle kann eine beliebige Sauerstoffquelle sein. Studien haben ergeben, dass sie beispielsweise aus der Gruppe H_2O , O_2 , CO_2 oder Mischungen daraus ausgewählt sein kann.

[0036] Durch die Verwendung eines Chrompulvers oder eines Metallpulvers mit Chrom mit einer, im Vergleich zum Stand der Technik, größeren spezifischen Oberfläche, kann der Porendurchmesser, insbesondere der maximale Porendurchmesser, deutlich reduziert werden. Damit wird signifikant weniger Chromoxid in den Poren des Bauteils gebildet, um die erforderliche Gasdichtheit zu erreichen. Im Idealfall kann gänzlich auf den Oxidationsprozess verzichtet werden, wenn nach der Sinterung nur noch geschlossene Porosität vorliegt.

[0037] Daraus ergeben sich einerseits technische Vorteile, andererseits die Möglichkeit Herstellkosten zu reduzieren. Durch die Verringerung des Porenfüller-Anteils wird das Risiko von Bauteilverzug oder einer unkontrollierten Änderung wichtiger physikalischer Eigenschaften (Thermischer Ausdehnungskoeffizient, Wärmeleitfähigkeit, ...) verringert. Eine Oxidation bei niedrigerer Temperatur oder für einen kürzeren Zeitraum senkt zudem die Fertigungskosten.

[0038] Für das erfindungsgemäße pulvermetallurgisch hergestellte Bauteil gibt es verschiedene Einsatzmöglichkeiten. Eine bevorzugte Einsatzmöglichkeit sind elektrochemische Zellen. Besonders bevorzugt ist dabei der Einsatz als Interkonnektor für eine elektrochemische Zelle vorgesehen. Der Interkonnektor weist einen Chromgehalt von zumindest $80 \text{ Gew. } \%$ und Poren und/oder Oxideinschlüsse auf, wobei die Anzahl pro Flächeneinheit der Summe aus Poren und Oxideinschlüssen an einer Schnittfläche durch den Interkonnektor in wenigstens einem Bereich zumindest $10\,000$ pro mm^2 beträgt.

[0039] Weiteres weist der Interkonnektor bevorzugt eine oder mehrere der folgenden Eigenschaften auf:

[0040] - Die Anzahl pro Flächeneinheit der Summe aus Poren und Oxideinschlüssen beträgt an einer Schnittfläche $\geq 90\,000$ pro mm^2 .

[0041] - Der Chromgehalt beträgt $\geq 90 \text{ Gew. } \%$.

[0042] - Die Dichte über die gesamte Bauteilstärke beträgt zwischen 70% und 95% der theoretischen Dichte.

[0043] - Wenigstens 90% der Poren und Oxideinschlüsse weisen einen maximalen äquivalenten Durchmesser von nicht mehr als $12 \text{ }\mu\text{m}$ auf.

[0044] - Wenigstens 90% der Poren und Oxideinschlüsse weisen eine Fläche von nicht mehr als $100 \text{ }\mu\text{m}^2$ auf.

[0045] - Der Gesamtsauerstoffgehalt beträgt in einem Bereich $< 20\,000 \text{ }\mu\text{g}$ pro 1 g Bauteil.

[0046] - der Gesamtstickstoffgehalt beträgt in einem Bereich $< 2000 \mu\text{g}$ pro 1 g Bauteil.

[0047] - Der Gehalt an Al_2O_3 beträgt in einem Bereich $< 500 \mu\text{g}$ pro 1 g Bauteil.

[0048] - Der Sauerstoffgehalt nimmt über die Bauteilstärke von der Mitte zu den Rändern des Interkonnektors zu.

[0049] Die beschriebene Erfindung umfasst demzufolge auch einen pulvermetallurgisch hergestellten Interkonnektor aus Cr oder einer Cr-haltigen Legierung, welcher gegenüber dem Stand der Technik eine deutlich feinere Mikrostruktur, vor allem eine feinere Porenstruktur aufweist. Damit ergibt sich die Möglichkeit ein gasdichtes Teil mit deutlich reduziertem Anteil an Porenfüller (Chromoxid durch gezielte Oxidation) zu fertigen, was einerseits zu besser kontrollierbaren physikalischen Eigenschaften führt und andererseits die Fertigungskosten senkt.

[0050] Erfindungsgemäße Bauteile eignen sich nach bislang vorliegenden Studien besonders für Interkonnektoren für elektrochemische Zellen. Demzufolge betrifft die Erfindung in einem Aspekt einen Interkonnektor für eine elektrochemische Zelle, welcher einen Bereich mit einem Chromgehalt von zumindest 80 Gew. % aufweist, wobei im Bereich Poren und/oder Oxideinschlüsse vorhanden sind, welcher dadurch gekennzeichnet ist, dass

[0051] a) der Bereich eine Dichte zwischen 70% und 95% der theoretischen Dichte aufweist,

[0052] b) der Gesamtsauerstoffgehalt im Bereich $< 20\,000 \mu\text{g}$ pro 1 g beträgt und c) die Gaspermeabilität im Bereich $< 10 \text{ ml/min}$ bei einem Prüfdruck von 2,75 bar und einer Temperatur von 20°C beträgt.

[0053] Die Gaspermeabilität wird mittels Differenzdruckmethode bestimmt. In diesem Fall wird auf einer Seite des Bauteils ein Überdruck von 2,75 bar aufgegeben. Das Prüfgas ist Luft und die Temperatur beträgt 20°C . Der Prüfkreis wird geschlossen und nach einer Beruhigungsphase von wenigen Sekunden wird der Druckabfall über die Prüfzeit gemessen. Über ein kalibriertes Testleck in einem ansonsten dichten Prüfkreislauf kann ein Faktor für die Umrechnung des Druckverlustes pro Zeit in einen Volumenstrom (Einheit ml/min) erfolgen. Durch diese Umrechnung wird die Messung unabhängig vom Volumen des Prüfkreislaufes.

[0054] In einer bevorzugten Ausführungsvariante ist vorgesehen, dass die Anzahl der Summe aus Poren und Oxideinschlüssen an einer Schnittfläche durch den Bereich zumindest $10\,000$ pro mm^2 beträgt. In einer Ausführungsvariante ist vorgesehen, dass die Anzahl der Summe aus Poren und Oxideinschlüssen entlang der Schnittfläche zumindest $20\,000$, vorzugsweise zumindest $40\,000$, besonders bevorzugt zumindest $60\,000$ pro mm^2 beträgt. In einer bevorzugten Ausführungsvariante ist vorgesehen, dass die Anzahl der Summe aus Poren und Oxideinschlüssen entlang der Schnittfläche zumindest $90\,000$ pro mm^2 beträgt. Je größer die Anzahl von Poren pro Fläche ist, umso wirtschaftlicher können die Poren durch Oxidation geschlossen werden.

[0055] Bevorzugt ist dabei vorgesehen, dass der Chromgehalt zumindest 90 Gew. % beträgt.

[0056] In einer vorteilhaften Ausgestaltung der Erfindung kann vorgesehen sein, dass wenigstens 90 % der vorhandenen Poren und Oxideinschlüsse entlang der Schnittfläche einen maximalen äquivalenten Porendurchmesser von nicht mehr als $12 \mu\text{m}$ aufweisen.

[0057] Weiters kann vorgesehen sein, dass wenigstens 90 % der vorhandenen Poren und Oxideinschlüsse entlang der Schnittfläche eine Fläche von nicht mehr als $100 \mu\text{m}^2$ aufweisen.

[0058] Bevorzugt ist vorgesehen, dass der Gesamtstickstoffgehalt in dem Bereich $< 2000 \mu\text{g}$ pro 1 g beträgt.

[0059] Weiters kann vorgesehen sein, dass der Gehalt an Al_2O_3 in dem Bereich $< 500 \mu\text{g}$ pro 1 g beträgt.

[0060] Nachfolgend werden anhand von Ausführungsbeispielen und von Figuren weitere Details und Vorteile der Erfindung erläutert.

- [0061]** Fig. 1a bis 1c zeigen drei verschiedene Bereiche von erfindungsgemäßen Bauteilen (untere Zeile) im Vergleich zu Bauteilen mit gleicher Geometrie nach Stand der Technik (obere Zeile).
- [0062]** Fig. 2 zeigt die maximalen Äquivalentdurchmesser (equivalent pore diameter) von Poren und Oxideinschlüssen der drei Bereiche aus den Fig. 1a bis 1c sowie den daraus berechneten Mittelwert.
- [0063]** Fig. 3 zeigt den Sauerstoffgehalt (O-concentration) des Bauteils in Abhängigkeit von der Dichte (Archimedes density) in Bereichen von Bauteilen.
- [0064]** Fig. 4 zeigt den Stickstoffgehalt (N-concentration) des Bauteils in Abhängigkeit von der Dichte (Archimedes density) in Bereichen von Bauteilen.
- [0065]** Fig. 5a bis 8b zeigen einen Vergleich zwischen einem erfindungsgemäßen Bauteil (Fig. 5a, 6a, 7a, 8a) und dem Stand der Technik (Fig. 5b, 6b, 7b, 8b); Fig. 5a - 6b zeigen REM-Aufnahmen; Fig. 7a, 7b beschreiben äquivalente Durchmesser von Poren und Chromoxideinschlüssen; Fig. 8a, 8b beschreiben die Porenflächenverteilung.

[0066] Ausführungsbeispiel 1 (Einfaches Pressen):

[0067] Chrompulver für einen Pulveransatz kann wie folgt gewonnen werden. Cr_2O_3 in Pigmentqualität (Nippon Denko ND812) wird mit kristallinem synthetischem Graphitpulver (Timcal Timrex KS6) gut vermengt. Der Kohlenstoffgehalt der so hergestellten Mischung beträgt 2,85 Mol pro Mol Cr_2O_3 . 200 g dieser Mischung werden in einem Aluminiumoxid-Tiegel in einem Strömungsreaktor mit einer Aufheizgeschwindigkeit von 10K/min auf 800 °C und danach mit einer Aufheizgeschwindigkeit von 2 K/min auf 1050 °C erhitzt. Das Aufheizen erfolgte unter Einwirkung von H_2 , wobei der H_2 -Druck so eingestellt wurde, dass im Temperaturbereich 800 °C bis 1050 °C der massenspektrometrisch gemessene CH_4 - Partialdruck > 15 mbar betrug. Der Gesamtdruck betrug dabei ca. 1 bar. Danach wurde die Reaktionsmischung mit einer Aufheizgeschwindigkeit von 10 K/min auf 1350 °C erhitzt. Die Haltezeit auf 1350 °C betrug 180 min. Aufheizen von 1050 °C auf 1350 °C und Halten auf 1350 °C erfolgten unter Zufuhr von trockenem Wasserstoff mit einem Taupunkt < -40 °C, wobei der Druck ca. 1 bar betrug. Die Ofenabkühlung erfolgte ebenfalls unter H_2 mit einem Taupunkt < -40 °C. Nach Reaktion wird ein metallischer „Schwamm“ gewonnen, der sehr leicht zu einem Pulver deagglomeriert werden kann. Der Sauerstoffgehalt in einem Versuch lag bei 503 µg/g.

[0068] Anschließend wird ein Pulveransatz, bestehend aus 95 Gew.-% feinem Cr-Pulver (mit einer Oberfläche nach BET von $\geq 0,05 \text{ m}^2/\text{g}$, granuliert zu einem besser rieselfähigen Pulver mit einer Partikelgrößenfraktion von 45 - 250 µm) und 5 Gew.-% einer FeY-Vorlegierung (Legierung mit 0,8 Gew.-% Y, Partikelgröße < 100 µm) hergestellt.

[0069] Dem Pulveransatz wird 1 Gew.-% Presshilfsmittel (Wachs) zugesetzt. Anschließend wird diese Mischung über 15 min in einem Taumelmischer vermischt. Diese Mischung wird in eine Matrize gefüllt und bei einem spezifischen Pressdruck von 500 bis 1000 MPa verpresst, sodass ein Pressling entsteht. Anschließend erfolgt ein Vorsintern des Presslings bei 900 °C für 20 min (Zeit bei Maximaltemperatur) unter Wasserstoffatmosphäre in einem Bandofen zum Zweck der Entwachsung des Presslings. Nach dem Vorsintern erfolgt ein Hochtemperatur-Sintern des Bauteils bei 1450 °C für 7 h (Zeit bei Maximaltemperatur) unter Wasserstoffatmosphäre mit dem Zweck einer weiteren Verdichtung und Legierungsbildung. Das nunmehr erhaltene Sinterbauteil ist porös und noch nicht gasdicht. Daher wird eine Oxidation des Bauteils bei 950 °C für eine Zeitdauer von 10 bis 30 h durchgeführt, um eventuell vorhandene Restporosität soweit zu verschließen, dass die Permeabilität ausreichend niedrig ist. Die Oberfläche des oxidierten Bauteils wird von der Oxidschicht durch einen allseitigen Sandstrahlprozess befreit.

[0070] Ausführungsbeispiel 2 (Zweifaches Pressen):

[0071] Der Pressling wird wie in Ausführungsbeispiel 1 hergestellt: Zunächst wird ein Pulveransatz, bestehend aus 95 Gew.-% feinem Cr-Pulver (mit einer Oberfläche nach BET von

$\geq 0,05 \text{ m}^2/\text{g}$, granuliert zu einem besser rieselfähigen Pulver der Fraktion 45 - 250 μm) und 5 Gew.-% einer FeY-Vorlegierung (Legierung mit 0,8 Gew.-% Y, Korngröße $<100 \mu\text{m}$) hergestellt.

[0072] Dem Pulveransatz wird 1 Gew.-% Presshilfsmittel (Wachs) zugesetzt, anschließend wird diese Mischung über 15 min in einem Taumelmischer vermischt. Diese Mischung wird in eine Matrize gefüllt und bei einem spezifischen Pressdruck von 500 bis 1000 MPa verpresst, sodass ein Pressling entsteht.

[0073] Anschließend erfolgt ein Vorsintern des Presslings bei 900°C für 20 min (Zeit bei Maximaltemperatur) unter Wasserstoffatmosphäre in einem Bandofen zum Zweck der Entwachsung des Presslings. Nach dem Vorsintern ist ein Kalibrierpressen des vorgesinterten Bauteils bei einem spezifischen Pressdruck von 500 bis 1000 MPa vorgesehen.

[0074] Nach dem Vorsintern erfolgt ein Hochtemperatur-Sintern des Bauteils bei 1450°C für 7 h (Zeit bei Maximaltemperatur) unter Wasserstoffatmosphäre mit dem Zweck einer weiteren Verdichtung und Legierungsbildung. Das nunmehr erhaltene Sinterbauteil ist porös und noch nicht gasdicht. Daher ist eine Oxidation des Bauteils bei 950°C für eine Zeitdauer von 10 bis 30 h vorgesehen, um eventuell vorhandene Restporosität soweit zu verschließen, dass die Gaspermeabilität ausreichend niedrig ist. Die Oberfläche des oxidierten Bauteils wird von der Oxidschicht durch einen allseitigen Sandstrahlprozess befreit.

[0075] Erfindungsgemäße Bauteile in Form von Interkonnektoren wurden genauer analysiert und mit dem Stand der Technik verglichen.

[0076] In einem direkten Vergleich wurden Bauteile aus kommerziell erhältlichem aluminothermisch hergestelltem Chrompulver und erfindungsgemäße Bauteile aus einer Versuchspulvercharge mit gleichen Parametern gepresst, vorgesintert und gesintert. Aus den Fig. 1a bis 1c ist zu erkennen, dass die Mikrostruktur und insbesondere die Porenstruktur der erfindungsgemäßen Bauteile deutlich feiner (untere Zeile) sind als die des Referenzbauteils nach Stand der Technik (obere Zeile). Dieser visuelle Eindruck ließ sich auch zahlenmäßig erfassen und bestätigen. Insbesondere der maximale Porendurchmesser ist in der erfindungsgemäßen Ausführung deutlich reduziert (Fig. 2). Die Bauteile wurden dem gleichen Oxidationsprogramm unterzogen, obwohl die erfindungsgemäßen Bauteile weniger Oxidationszeit oder eine geringere Oxidationstemperatur benötigen würden, um die gleiche Gasdichtheit zu erreichen. Hintergrund dieses Vorgehens war es, den maximal zu erwartenden Sauerstoffanteil in den erfindungsgemäßen Bauteilen zu ermitteln, um eine belastbare Abgrenzung gegenüber dem Stand der Technik zu erreichen. Aus Fig. 3 ist ersichtlich, dass ein erfindungsgemäßes Bauteil bei vergleichbarer lokaler Dichte (bestimmt mittels Archimedes Methode) eine deutlich geringere Sauerstoffkonzentration aufweist als ein Referenzbauteil gemäß Stand der Technik. Auch ist bei einem erfindungsgemäßen Bauteil bei vergleichbarer lokaler Dichte die Stickstoffkonzentration (Fig. 4) niedriger als beim Stand der Technik.

[0077] Beschreibung der quantitativen Bildanalyse zur Bestimmung der Anzahl der Poren, und/oder Oxideinschlüsse:

[0078] Für die quantitative Bildanalyse wurden die Bauteile mit einer Diamantdrahtsäge senkrecht zu deren flächiger Erstreckung in Segmente mit ca. 20 mm Kantenlänge geschnitten. Es wurden Bereiche ausgewählt, die eine mittlere lokale Dichte aufweisen und repräsentativ für das Gesamtbauteil sind. Im Fall von Interkonnektoren für Brennstoffzellen ist das zumeist der strukturierte, zentrale Bereich der Bauteile, das sogenannte Flow Field. Die Zuschnitte wurden mit Wasser gereinigt und nachfolgend getrocknet. Die trockenen Zuschnitte wurden in Epoxidharz eingebettet. Nach einer Aushärtezeit von mind. 8 Stunden wurden die Schnittkante der Proben metallografisch präpariert, d.h. es kann später eine Untersuchung über die Bauteilstärke hinweg erfolgen. Die Präparation umfasst die Schritte:

[0079] • Schleifen bei 150-240 N mit festgebundenem SiC- Papier mit den Körnungen 240, 320, 400, 800, 1000, 1200 und 2400 grit.

- [0080]** • Feinschleifen mit 9 μm Al_2O_3 Läpppapier.
- [0081]** • Polieren mit Diamant-Suspensionen zunächst mit 3 μm Körnung, dann mit 1 μm Körnung.
- [0082]** • Finales Polieren mit einer Diamant-Suspension der Körnung 0,04 μm .
- [0083]** • Reinigung der Proben im Ultraschallbad.
- [0084]** • Trocknung der Proben.

[0085] Anschließend wurden je Probe fünf Bilder von unterschiedlichen, repräsentativen Bereichen der Schlifffläche angefertigt. Dies geschah mittels Rasterelektronenmikroskopie („Ultra Plus 55“ der Firma Zeiss) unter Verwendung eines 4-Quadranten-Ring-Detektor zur Detektion rückgestreuter Elektronen (BSE: back-scattered-electrons; deutsch: rückgestreute Elektronen). Die Anregungsspannung betrug 20 kV, der Kippwinkel 0°. Die Aufnahmen wurden scharf gestellt, die Auflösung sollte zumindest 1024x768 Pixel für eine korrekte Bildanalyse betragen. Der Kontrast wurde derart gewählt, dass sich sowohl die Poren als auch eventuell vorhandene Oxideinschlüsse in den Poren deutlich von der metallischen Matrix abheben. Die Vergrößerung für die Aufnahmen wurde derart gewählt, dass jedes Bild zumindest 100 Poren/Oxideinschlüsse enthält. Daraus ergaben sich im vorliegenden Fall Bildflächen von 0,04 bis 0,25 mm^2 .

[0086] Die quantitative Bildanalyse wurde mit der Software „QWin“ von Leica durchgeführt. Es wurde das Modul „QXCount“ genutzt. Jede Bildanalyse folgte den Schritten:

- [0087]** • Einstellung eines Graustufenschwellwertes in der Art, dass sowohl offenes Porenvolumen als auch Chromoxidfüllung in den Poren gemeinsam als „Pore“ erkannt wurden, d.h. eine Pore ist in diesem Fall Chromoxid plus ggf. vorhandener Hohlraum.
- [0088]** • Festlegung des Messrahmens, in diesem Fall der gesamten Bildfläche.
- [0089]** • Messoptionen: Klassifizierung nach Äquivalentdurchmesser.
- [0090]** • Detektionseinstellung: dunkle Objekte, Löcher füllen, Randteilchen entfernen, open reconstruct.

[0091] Es sollen weder bei der Aufnahme noch bei der Analyse der Aufnahmen Filterfunktionen verwendet werden. Da die Poren in einem Rückstreuerelektronenbild dunkler erscheinen als die metallische Matrix müssen bei der Detektionseinstellung die „dunklen Objekte“ als Poren definiert werden. Es kann vorkommen, beispielsweise aufgrund einer teilweisen Verfüllung der Poren mit Oxid, dass die gesamte Pore nicht als ein Objekt erkannt wird. Es ist die Option „Löcher füllen“ zu verwenden, um die Pore und damit ihre Fläche als ein zusammengehöriges Objekt zu erfassen. Durch die Option „Randteilchen entfernen“ werden unvollständige Poren im Randbereich der Bildfläche nicht in die Auswertung einbezogen.

[0092] Nachdem die jeweils 5 Bilder einzeln analysiert worden sind, erfolgte eine statistische Auswertung über die Daten aller 5 Bilder hinweg. Für diese Auswertung wurden folgende Kenngrößen herangezogen:

- [0093]** • Flächenanteil der Poren (%)
- [0094]** • Porendichte ($1/\text{mm}^2$)
- [0095]** • Äquivalenter Durchmesser (μm)
- [0096]** • Porenfläche (μm^2)

[0097] Beschreibung der chemischen Analyse auf Sauerstoff und Stickstoff:

[0098] Für die Analyse von Sauerstoff und Stickstoff in einem Bauteil wurden stets oxidierte Bauteile verwendet, deren Oberflächen mittels Sandstrahlen mit Al_2O_3 von den äußeren Oxidschichten befreit wurden. Damit verbleiben die metallische Matrix sowie die mit Oxid verfüllten Poren und mögliche Verunreinigungen mit Stickstoff. Um die laterale Verteilung von Sauerstoff und Stickstoff in einem Bauteil zu analysieren, wurden Probenstücke mit einem Yb-YAG Laser

aus den Bauteilen herausgeschnitten. Die Wahl der Parameter soll so erfolgen, dass es nicht zu einer Oxidation oder Nitrierung der Schnittkanten kommt. Um die Verteilung von Sauerstoff und Stickstoff über die Bauteilstärke zu ermitteln, wurden mit einer Fräsmaschine lagenweise jeweils 250 µm Material abgetragen. Die Fräsmaschine wurde dazu ohne Kühl- und Schmierstoffe betrieben. Auch bei dieser Art der Probenahme ist darauf zu achten, dass es nicht zu einer Oxidation oder Nitrierung der Materialspäne kommt.

[0099] Unabhängig von der Art der Probenahme erfolgte die Analyse stets mittels Trägergas-heißextraktion. Für die Bestimmung der Sauerstoffkonzentration wurden jeweils 0,2 bis 0,5 g Probe in einem Platintiegel eingewogen und der Sauerstoff im Inertgasstrom extrahiert. Die Extraktionstemperatur liegt bei ca. 2000 °C. Die Extraktionszeit hängt vom Sauerstoffgehalt der Probe ab, beträgt jedoch mind. 40 Sekunden. Während der Extraktion reagiert der freigesetzte Sauerstoff mit Kohlenstoff aus dem Graphittiegel und bildet CO/CO₂, welches mittels IR- Spektrometrie analysiert wird.

[00100] Die Bestimmung der Stickstoffkonzentration erfolgte mit der Sauerstoffmessung gemeinsam. Die Bestimmung der Konzentration erfolgt in diesem Fall über die thermische Leitfähigkeit des freigesetzten Gasstromes.

[00101] In den Fig. 5a und 5b sind Bauteile im Schnitt als REM-Darstellung gezeigt. Die Fig. 6a und 6b zeigen eine Detailansicht. Erkennbar ist im erfindungsgemäßen Bauteil die größere Poren/Oxideinschluss-Anzahl bei gleichzeitig geringerer Poren-/Oxideinschlussgröße. Fig. 7a und 7b zeigen die Verteilung des Äquivalentdurchmessers. Das arithmetische Mittel beim erfindungsgemäßen Bauteil liegt bei 2,0 µm im Vergleich zu 7,0 µm beim Stand der Technik. Die Bandbreite liegt zwischen 0,3 und 13,0 µm bzw. 0,6 und 63,7 µm. Die Fig. 8a und 8b zeigen die Porenflächenverteilung, die beim erfindungsgemäßen Bauteil im arithmetischen Mittel bei 7,3 µm² im Vergleich zu 107 µm² beim Stand der Technik. Die Streuung liegt zwischen 0,05 bis 133,1 µm² beim erfindungsgemäßen Bauteil verglichen zu 0,31 bis 3182 µm² beim Stand der Technik. Die Porendichte liegt erfindungsgemäß im arithmetischen Mittel bei 132 957 mm⁻² verglichen mit 810 mm⁻² beim Stand der Technik. Die Streubreite liegt zwischen 79 327 und 211 800 mm⁻² bzw. 715 und 895 mm⁻². Die in den Figuren 2, 7 und 8 angegebenen Werte subsumieren, wie aus der Messbeschreibung ersichtlich, jeweils Poren und Oxideinschlüsse.

Ansprüche

1. Pulvermetallurgisches Bauteil mit einem Chromgehalt von zumindest 80 Gew. %, wobei im Bauteil Poren und/oder Oxideinschlüsse vorhanden sind, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Anzahl pro Flächeneinheit der Summe aus Poren und Oxideinschlüssen an einer Schnittfläche durch das Bauteil in wenigstens einem Bereich zumindest 10 000 pro mm² beträgt.
2. Pulvermetallurgisches Bauteil nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Anzahl pro Flächeneinheit der Summe aus Poren und Oxideinschlüssen an der Schnittfläche zumindest 90 000 pro mm² beträgt.
3. Pulvermetallurgisches Bauteil nach Anspruch 1 oder Anspruch 2, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Chromgehalt zumindest 90 Gew. % beträgt.
4. Pulvermetallurgisches Bauteil nach einem der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet**, dass im Bereich des Bauteils die Dichte über die gesamte Bauteilstärke zwischen 70% und 95% der theoretischen Dichte beträgt.
5. Pulvermetallurgisches Bauteil nach einem der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet**, dass wenigstens 90 % der Poren und Oxideinschlüsse einen maximalen äquivalenten Durchmesser von nicht mehr als 12 µm aufweisen.
6. Pulvermetallurgisches Bauteil nach einem der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet**, dass wenigstens 90 % der Poren und Oxideinschlüsse eine Fläche von nicht mehr als 100 µm² aufweisen.
7. Pulvermetallurgisches Bauteil nach einem der Ansprüche 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Gesamtsauerstoffgehalt in dem Bereich < 20 000 µg pro 1 g Bauteil beträgt.
8. Pulvermetallurgisches Bauteil nach einem der Ansprüche 1 bis 7, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Gesamtstickstoffgehalt in dem Bereich < 2000 µg pro 1 g Bauteil beträgt.
9. Pulvermetallurgisches Bauteil nach einem der Ansprüche 1 bis 8, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Gehalt an Al₂O₃ in dem Bereich < 500 µg pro 1 g Bauteil beträgt.
10. Pulvermetallurgisches Bauteil nach einem der Ansprüche 1 bis 9, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Sauerstoffgehalt über die Bauteilstärke von der Mitte zu den Rändern des Bauteils hin zunimmt.
11. Verfahren zur Herstellung eines pulvermetallurgischen Bauteils nach einem der Ansprüche 1 bis 10, umfassend die Schritte
 - (i) Bereitstellen eines Pulveransatzes enthaltend Chrom und gegebenenfalls andere Metalle, wobei der Anteil an Chrom zumindest 80 Gew. % bezogen auf den Gesamtmetallgehalt beträgt und der Pulveransatz Pulver mit einer Oberfläche nach BET von $\geq 0,05$ m²/g aufweist,
 - (ii) Verpressen des Pulveransatzes zu einem Pressling,
 - (iv) Sintern des Presslings bei 1100 bis 1500 °C,
 - (v) Oxidieren des gesinterten Bauteils unter Anwesenheit einer Sauerstoffquelle,
 - (vi) Entfernen der Oxidschicht von der Oberfläche.
12. Verfahren nach Anspruch 11, **dadurch gekennzeichnet**, dass zwischen (ii) Verpressen des Pulveransatzes zu einem Pressling und (iv) Sintern des Presslings bei 1100 bis 1500 °C ein (iii) Vorsintern des Presslings bei 600 bis 1000 °C durchgeführt wird.
13. Verfahren nach Anspruch 11 oder Anspruch 12, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Sauerstoffquelle ausgewählt ist aus der Gruppe H₂O, O₂, CO₂ oder Mischungen daraus.
14. Verfahren nach einem der Ansprüche 11 bis 13, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Sinterschritt unter Wasserstoffatmosphäre durchgeführt wird.
15. Verfahren nach einem der Ansprüche 12 bis 14, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Vorsinterschritt unter Wasserstoffatmosphäre durchgeführt wird.

16. Verfahren nach einem der Ansprüche 12 bis 15, **dadurch gekennzeichnet**, dass zwischen dem Vorsinterschritt und dem Sinterschritt ein Kalibrierpressvorgang vorgesehen ist.
17. Verfahren nach Anspruch 16, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Kalibrierpressvorgang bei einem spezifischen Pressdruck von 500 bis 1000 MPa vorgenommen wird.
18. Verfahren nach einem der Ansprüche 11 bis 17, **dadurch gekennzeichnet**, dass dem Pulveransatz vor dem Verpressen ein Presshilfsmittel in einer Menge von 0,1 Gew. % bis 5 Gew. % bezogen auf die Pulveransatzmenge zugesetzt wird.
19. Verfahren nach einem der Ansprüche 11 bis 18, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Pulveransatz enthaltend Chrom und gegebenenfalls andere Metalle zumindest 90 Gew. % Chrom bezogen auf den Gesamtmetallgehalt beträgt.
20. Interkonnektor für eine elektrochemische Zelle, hergestellt/erhältlich aus einem pulvermetallurgischen Bauteil nach einem der Ansprüche 1 bis 10.
21. Interkonnektor für eine elektrochemische Zelle, welcher zumindest einen Bereich mit einem Chromgehalt von zumindest 80 Gew. % aufweist, wobei im Bereich Poren und/oder Oxideinschlüsse vorhanden sind, **dadurch gekennzeichnet**, dass
 - a) der Bereich eine Dichte zwischen 70% und 95% der theoretischen Dichte aufweist,
 - b) der Gesamtsauerstoffgehalt im Bereich $< 20\,000\ \mu\text{g pro } 1\ \text{g}$ beträgt und
 - c) die Gaspermeabilität im Bereich $< 10\ \text{ml/min}$ bei einem Prüfdruck von 2,75 bar und einer Temperatur von $20\ ^\circ\text{C}$ beträgt.
22. Interkonnektor nach Anspruch 21, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Anzahl pro Flächeneinheit der Summe aus Poren und Oxideinschlüssen an einer Schnittfläche durch den Bereich zumindest $10\,000\ \text{pro mm}^2$ beträgt.
23. Interkonnektor nach Anspruch 21 oder Anspruch 22, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Chromgehalt zumindest 90 Gew. % beträgt.
24. Interkonnektor nach Anspruch 22 oder Anspruch 23, **dadurch gekennzeichnet**, dass wenigstens 90 % der Poren und Oxideinschlüsse an einer Schnittfläche durch den Bereich einen maximalen äquivalenten Durchmesser von nicht mehr als $12\ \mu\text{m}$ aufweisen.
25. Interkonnektor nach einem der Ansprüche 22 bis 24, **dadurch gekennzeichnet**, dass wenigstens 90 % der Poren und Oxideinschlüsse an einer Schnittfläche durch den Bereich eine Fläche von nicht mehr als $100\ \mu\text{m}^2$ aufweisen.
26. Verwendung eines Interkonnektors nach einem der Ansprüche 20 bis 25 zur Herstellung einer elektrochemischen Zelle.

Hierzu 4 Blatt Zeichnungen

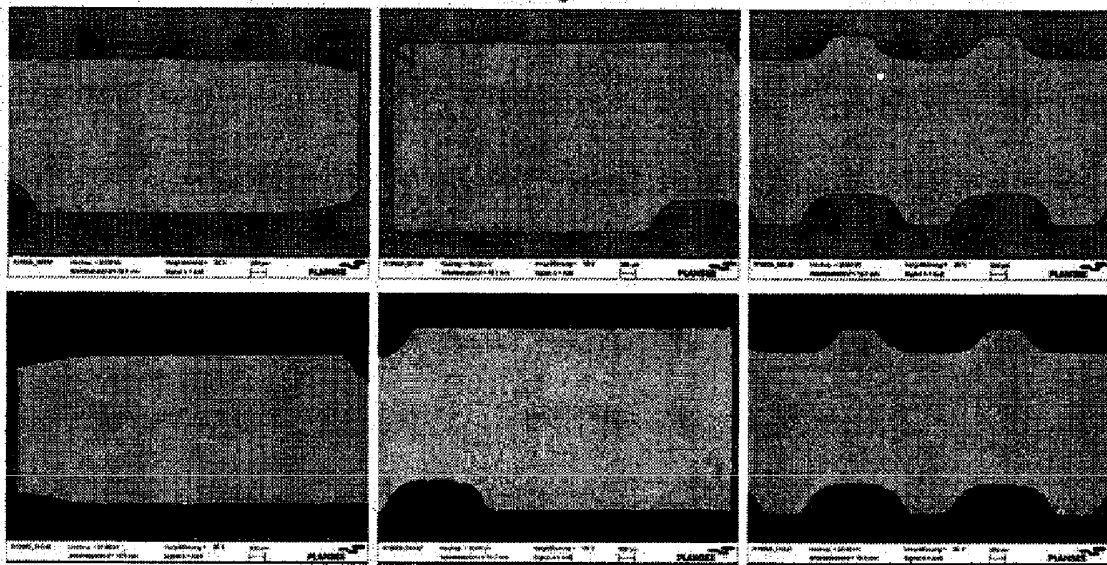


Fig. 1a

Fig. 1b

Fig. 1c

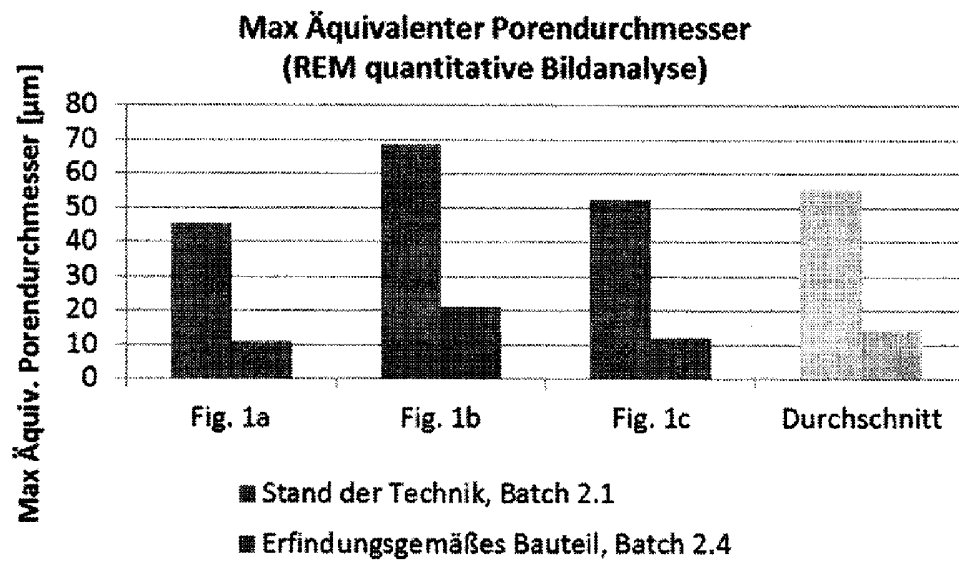


Fig. 2

Archimedes Dichte vs. O Konzentration

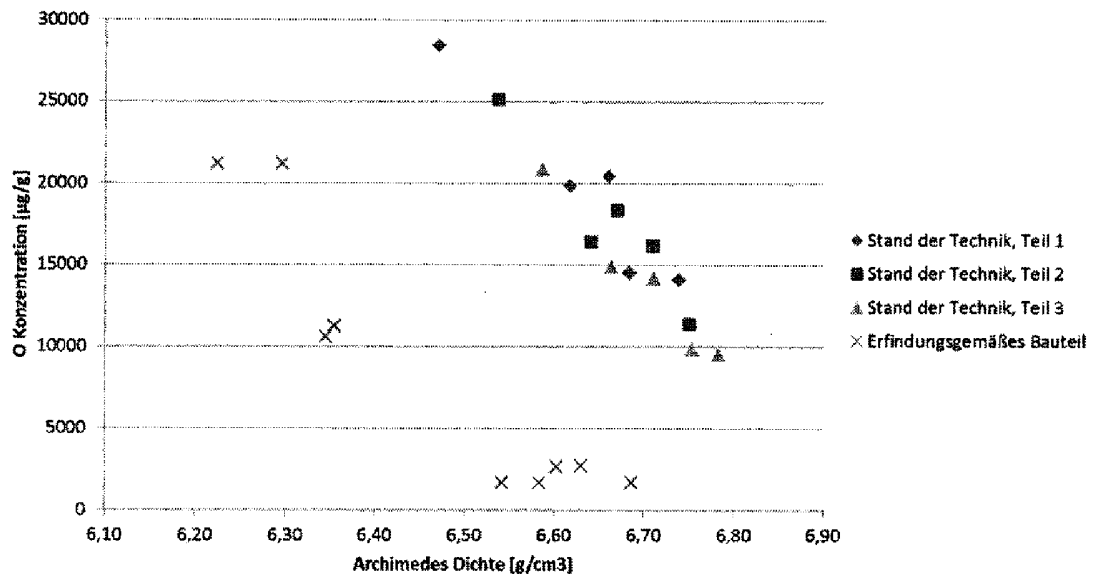


Fig. 3

Archimedes Dichte vs. N Konzentration

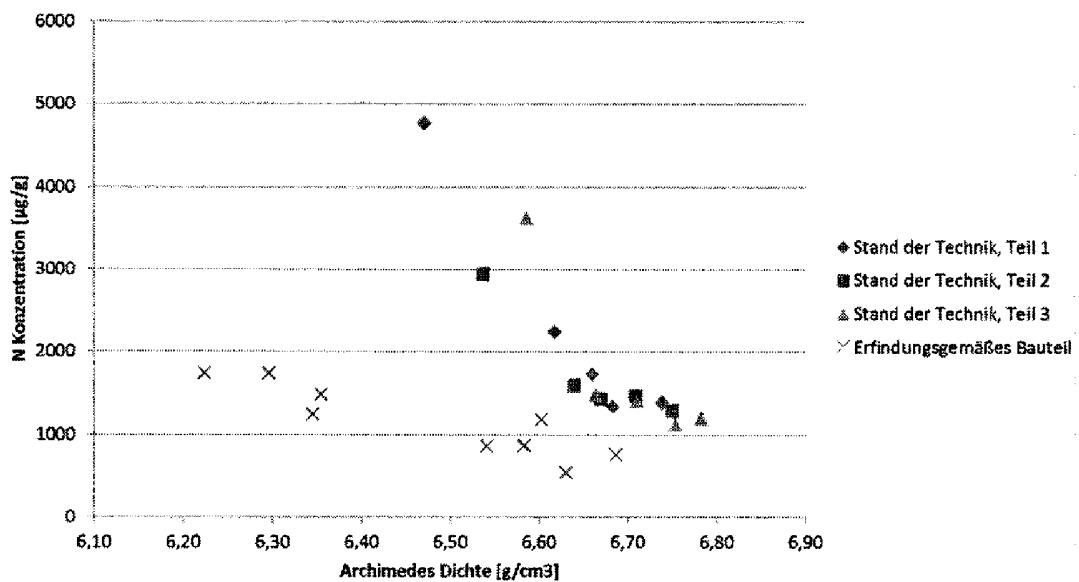


Fig. 4

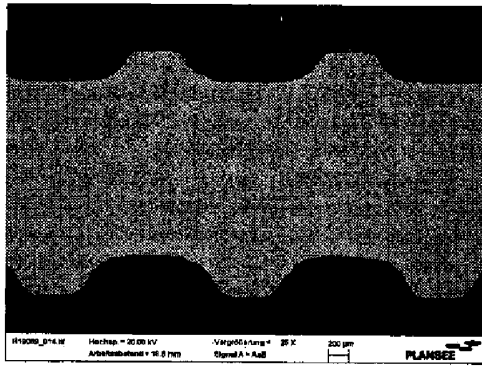


Fig. 5a

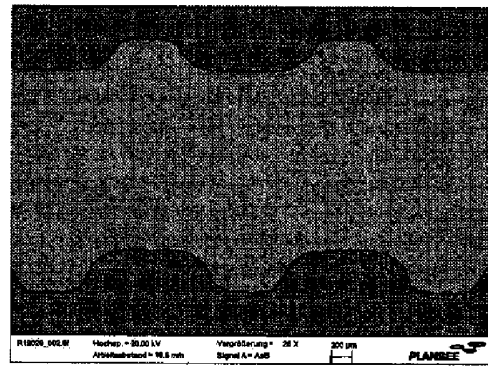


Fig. 5b

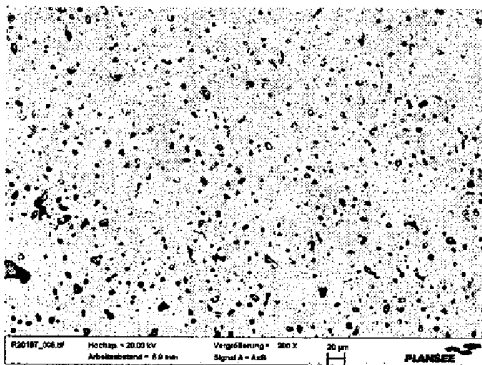


Fig. 6a

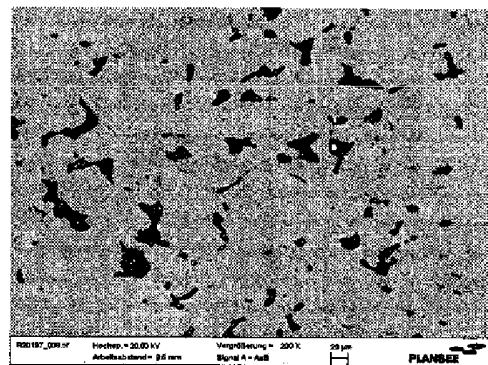


Fig. 6b

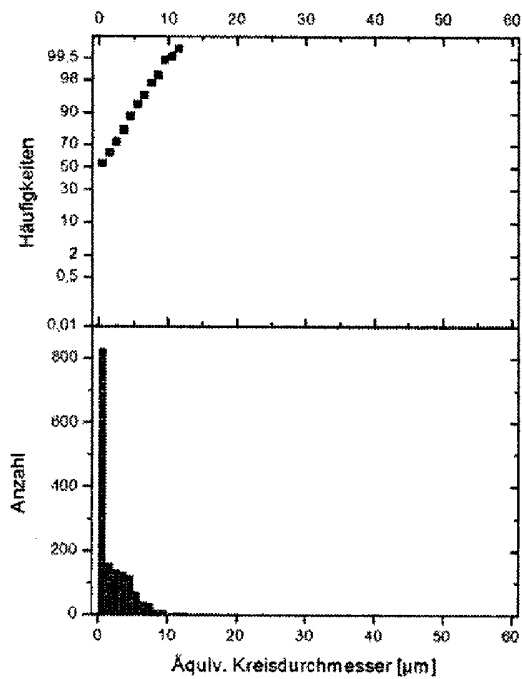


Fig. 7a

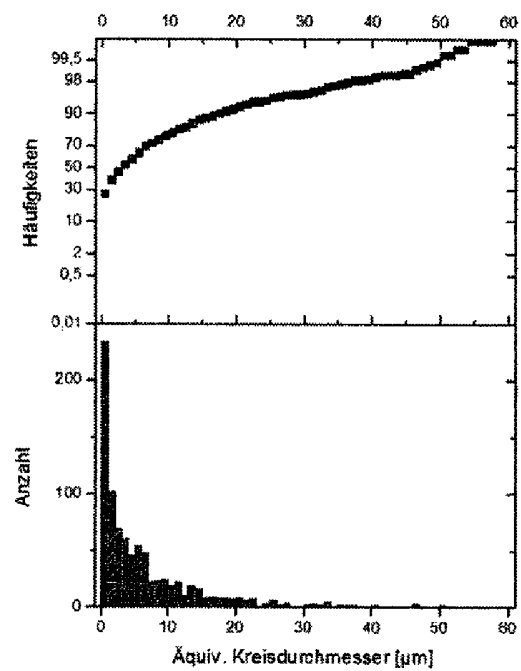


Fig. 7b

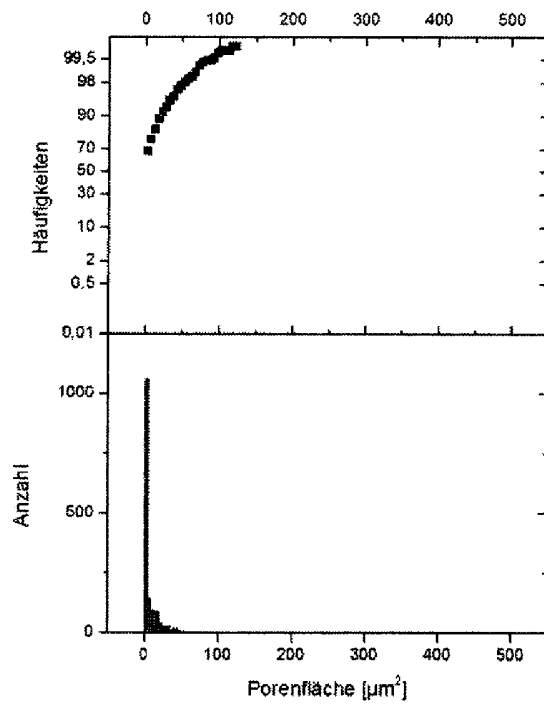


Fig. 8a

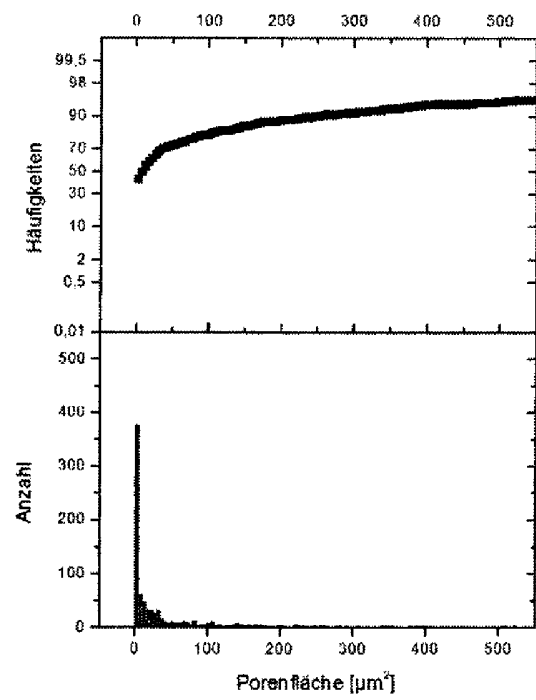


Fig. 8b

Klassifikation des Anmeldungsgegenstands gemäß IPC:

H01M 8/02 (2006.01); **B22F 5/00** (2006.01); **C22C 27/06** (2006.01); **B22F 3/16** (2006.01); **H01M 8/12** (2006.01); **C22C 32/00** (2006.01)

Klassifikation des Anmeldungsgegenstands gemäß CPC:

H01M 8/0232 (2013.01); **B22F 5/007** (2013.01); **C22C 27/06** (2013.01); **B22F 3/16** (2013.01); **H01M 2008/1293** (2013.01); **Y02E 60/525** (2013.01); **C22C 32/00** (2013.01); **B22F 2998/10** (2013.01)

Recherchierter Prüfstoff (Klassifikation):

H01M, B22F, C22C

Konsultierte Online-Datenbank:

EPODOC, WPI

Dieser Recherchenbericht wurde zu den am **02.09.2013** eingereichten Ansprüchen **1–26** erstellt.

Kategorie ^{*)}	Bezeichnung der Veröffentlichung: Ländercode, Veröffentlichungsnummer, Dokumentart (Anmelder), Veröffentlichungsdatum, Textstelle oder Figur soweit erforderlich	Betreffend Anspruch
A	EP 2230707 A1 (PLANSEE SE [AT]) 22. September 2010 (22.09.2010) [in der Anmeldung erwähnt] Gesamtes Dokument	1–26
A	EP 0510495 A1 (KUBOTA KK [JP]) 28. Oktober 1992 (28.10.1992) Beschreibung Seite 3, Zeile 45 – Seite 4, Zeile 42	1–26
A	WO 9015425 A1 (SIEMENS AG [DE]) 13. Dezember 1990 (13.12.1990) Gesamtes Dokument	1–26

Datum der Beendigung der Recherche:

14.08.2014

Seite 1 von 1

Prüfer(in):

WIEDERMANN Julia

^{*)} Kategorien der angeführten Dokumente:

- X** Veröffentlichung **von besonderer Bedeutung**: der Anmeldungsgegenstand kann allein aufgrund dieser Druckschrift nicht als neu bzw. auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden.
- Y** Veröffentlichung **von Bedeutung**: der Anmeldungsgegenstand kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren weiteren Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese **Verbindung für einen Fachmann naheliegend** ist.

- A** Veröffentlichung, die den allgemeinen **Stand der Technik** definiert.
- P** Dokument, das von **Bedeutung** ist (Kategorien **X** oder **Y**), jedoch **nach dem Prioritätstag** der Anmeldung veröffentlicht wurde.
- E** Dokument, das **von besonderer Bedeutung** ist (Kategorie **X**), aus dem ein „**älteres Recht**“ hervorgehen könnte (früheres Anmeldedatum, jedoch nachveröffentlicht, Schutz ist in Österreich möglich, würde Neuheit in Frage stellen).
- &** Veröffentlichung, die Mitglied der selben **Patentfamilie** ist.