

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
10. Januar 2008 (10.01.2008)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2008/003108 A1

(51) Internationale Patentklassifikation:

B22F 3/20 (2006.01) **B28B 3/12** (2006.01)
B22F 3/18 (2006.01) **B28B 3/20** (2006.01)
B22F 5/00 (2006.01)

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/AT2007/000328

(22) Internationales Anmeldedatum:
3. Juli 2007 (03.07.2007)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
GM 529/2006 6. Juli 2006 (06.07.2006) AT

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von
US): **PLANSEE SE** [AT/AT]; A-6600 Reutte (AT).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): **JAECKEL, Manfred**
[DE/DE]; Memeler Strasse 29, 27612 Loxstedt (DE).
KUNSCHERT, Georg [AT/AT]; Kniepassstrasse 19,
A-6600 Pflach (AT). **ZOBL, Gebhard** [AT/AT]; Fricken
6, A-6677 Schattwald (AT).

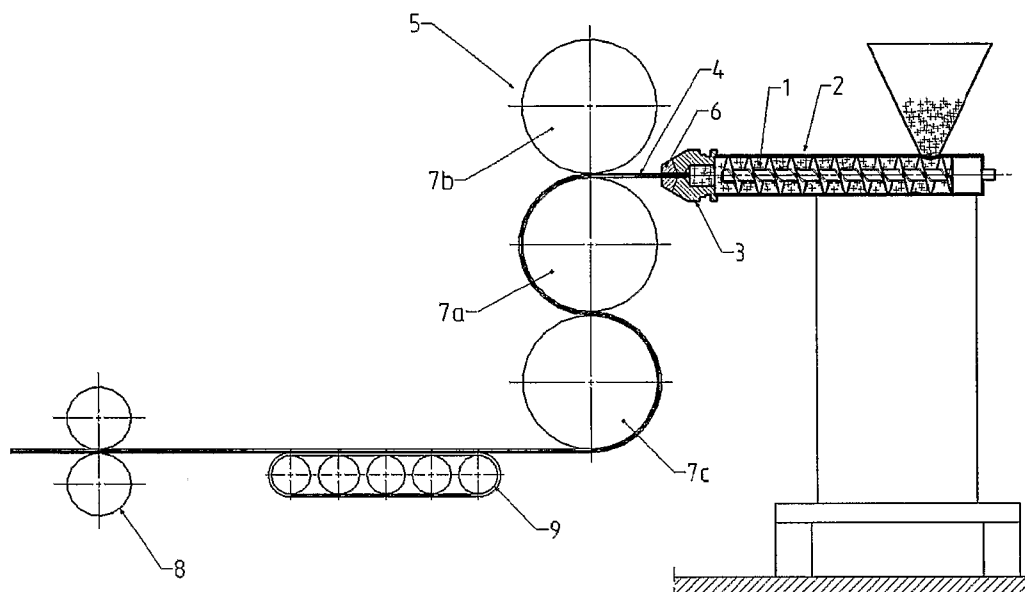
(81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für
jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL,
AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA,
CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE,
EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID,
IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC,
LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN,
MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH,
PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SV,
SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN,
ZA, ZM, ZW.

(84) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für
jede verfügbare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW,
GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG,
ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU,
TJ, TM), europäisches (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK,
EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC,
MT, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF,
CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD,
TG).

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: METHOD FOR PRODUCING AN EXTRUDED MOLDING

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG EINES EXTRUDIERTEN FORMKÖRPERS



(57) Abstract: The invention relates to a method for producing a molding by means of the following steps: producing a molding compound, plasticizing the molding compound in an extruder and removing it via a slotted nozzle, feeding the green product into a planishing mill, smoothing the green product by at least one planishing process, chemical and/or thermal debinding and sintering. The continuously operating method enables a cost-efficient production of preferably flat products having a high surface quality.

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

WO 2008/003108 A1

**Veröffentlicht:**

- mit internationalem Recherchenbericht
- vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche geltenden Frist; Veröffentlichung wird wiederholt, falls Änderungen eintreffen

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung beschreibt ein Verfahren zur Herstellung eines Formkörpers mit den Verfahrensschritten Herstellung einer Formmasse, Plastifizieren der Formmasse in einem Extruder und Austragen über eine Schlitzdüse, Zuführen des Grünlings in ein Glättwalzwerk, Glätten des Grünlings durch ein oder mehrere Glättvorgänge, chemisches und/oder thermisches Entbindern und Sintern. Das kontinuierlich arbeitende Verfahren ermöglicht eine kostengünstige Herstellung von bevorzugt Flachprodukten mit hoher Oberflächenqualität.

VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG EINES EXTRUDIERTEN FORMKÖRPERS

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines Formkörpers.

- 5 Es ist bekannt, Folien aus sinterfähigen keramischen Pulvern herzustellen, indem vorzugsweise wässrige Suspensionen unter Verwendung wasserlöslicher Polymere oder Polymerdispersionen in dünnen Schichten auf geeigneten Unterlagen aufgetragen und anschließend getrocknet werden. Mit dieser so genannten Gießfolien- oder Tape-Casting-Technik lassen sich auch
- 10 metallische Folien herstellen. Die Gießfolientechnik wird bereits seit Jahrzehnten, üblicherweise unter Verwendung von wässrigen Bindersystemen, für oxidkeramische Substrate eingesetzt und ist daher auch auf Grund zahlreicher Anwendungen technisch ausgereift. Man kann mit diesem Verfahren wirtschaftlich dünne Folien, z.B. im Bereich von 0,1 bis 0,5 mm,
- 15 herstellen.

- Bei Dicken über 1 mm erhöhen sich die Trocknungszeiten erheblich und Dickentoleranz und Oberflächenrauigkeit sind unbefriedigend. Eine kontinuierliche Fertigung von Flachprodukten mit Dicken über 1 mm auf Basis
- 20 von wässrigen Bindersystemen mit akzeptablen Herstellzeiten ist daher mit der Gießfolientechnik nicht möglich. Die Verwendung von organischen Lösungsmitteln als flüchtige Weichmacher für Polymere ermöglicht aufgrund der Vielfalt der einsetzbaren und auf die jeweiligen Pulvereigenschaften adaptierbaren Substanzen eine Verkürzung der Herstellzeiten und eine
- 25 Verbesserung der Produkteigenschaften. Diese Vorteile werden jedoch häufig wegen der zu hohen Kosten einer lösungsmittelgerechten Anlagenkonzeption und aus umwelttechnischen Überlegungen nicht genutzt.

- In der US 2006/0039817 ist ein Verfahren zur Herstellung von Blechen
- 30 beschrieben. Das Verfahren umfasst im Wesentlichen die Schritte: Herstellung eines für das Injection Molding geeigneten Feedstocks, Injection Molding des Feedstocks in Blechform und Sintern auf 100 %ige Dichte. Man arbeitet dabei bevorzugt mit horizontalen Kolbenpressen zur gleichmäßigen Aufbringung der erforderlichen hohen Pressdrücke. Die Trocknungszeiten der Extrudate können

je nach Dicke wegen Gefahr der Rissbildung bis zu mehrere Tage betragen.
Das beschriebene Verfahren eignet sich aufgrund der geringen Eigenfestigkeit des aus der Düse feucht austretenden Massestranges nur bedingt zur Herstellung von dünnen Flachprodukten, da selbst nach dem

- 5 Trocknungsprozess eine Handhabung derartig dünner Extrudate wegen Bruchgefahr nur in kleinen Abmessungen möglich ist. Ein kontinuierlicher Herstellprozess ist mit diesem Verfahren nicht möglich.

- 10 Es ist daher mit den gegenwärtig in der keramischen und pulvermetallurgischen Industrie üblichen und bekannten Technologien nicht möglich, sinterfähige Pulverfolien, Bänder, Bleche und Platten im Dickenbereich von ca. 0,1 bis 10 mm kontinuierlich mit hoher Oberflächengüte und enger Dickentoleranz kostengünstig herzustellen.

- 15 Es ist daher die Aufgabe der vorliegenden Erfindung, ein kontinuierlich arbeitendes Verfahren bereitzustellen, durch das sich wirtschaftlich metallische und keramische Formkörper mit guten mechanischen / physikalischen Eigenschaften und Oberflächenqualität herstellen lassen.

- 20 Die Aufgabe wird durch den unabhängigen Anspruch 1 gelöst.

Das Verfahren umfasst dabei die Schritte:

- Herstellung einer Formmasse, umfassend 40 bis 70 Vol.% Metall- und/oder Keramikpulver, 30 bis 60 Vol.% eines thermoplastischen
- 25 Binders und 0 bis 5 Vol.% Dispergiermittel und/oder sonstige Hilfsmittel;
- Plastifizieren der Formmasse in einem Extruder und Herstellung eines Grünlings durch Austragen der Formmasse über eine Schlitzdüse
- Zuführen des Grünlings in ein Glättwalzwerk;
- Glätten des Grünlings durch ein oder mehrere Glättvorgänge;
- 30 ▪ Chemisches und/oder thermisches Entbindern des geglätteten Grünlings;
- Sintern des zumindest teilweise entbinderten Grünlings.

Durch den Einsatz eines Extruders, das Austragen über eine Schlitzdüse und das Zuführen des Grünlings in ein Glättwalzwerk ist es möglich, kontinuierlich

Formkörper mit ausgezeichneter Oberflächenqualität, engen Dickentoleranzen und guten Produkteigenschaften herzustellen.

Die erfindungsgemäße Formmasse umfasst 40 bis 70 Vol.% Metall- und/oder
5 Keramikpulver, 30 bis 60 Vol.% eines thermoplastischen Binders und 0 bis 5 Vol.% Dispergiermittel und/oder sonstige Hilfsmittel.

Gemäß dem verfahrensbedingten Anforderungsprofil ergibt sich damit die Möglichkeit einer rezepturbezogenen Ausgestaltung der jeweiligen Formmasse. Dabei ist es von Bedeutung, dass die Formmasse eine gute Homogenität im
10 thermoplastischen Bereich beim Übergang vom Zylinder des Extruders in den Einlauf der Schlitzdüse aufweist. Ein über die gesamte Düsenbreite gleichmäßiges Fließen, eine gute Schmelzefestigkeit und Dehnbarkeit nach Verlassen der Düse sind Voraussetzungen für ein präzises Glätten von Dickenschwankungen im Zuge des Glättungsprozesses im Glättwalzwerk.

15

Dabei haben sich besonders thermoplastische Binder, die ein Polymer und einen Weichmacher umfassen, bewährt. Besonders hohe Schmelze- und Raumtemperaturfestigkeit sowie Schmelzedehnung lassen sich mit stickstoffhaltigen Polymeren erzielen und hier wiederum insbesondere mit
20 Bindersystemen auf Basis von Polyurethan und Polyamid. Zur Einstellung der notwendigen Schmelzviskositäten und zur Erzielung ausreichender Raumtemperaturfestigkeiten werden bevorzugt Gemische aus flüssigen und festen Weichmachern verwendet. Als Weichmacher haben sich Fettsäuren, Esther der Fettsäuren und Fettalkohole besonders bewährt. Durch Veränderung
25 der chemischen Beschaffenheit der Weichmacher, dem Verhältnis zueinander und dem Verhältnis von Polymer zu Weichmacher verfügt man über genügend Möglichkeiten der Rezepturanpassung an die jeweiligen Pulverwerkstoffe. Das bevorzugte Volumenverhältnis Polymer zu Weichmacher beträgt dabei 1:1 bis 1:5,7. Es können des Weiteren die bei der Verarbeitung von plastifizierten
30 Pulvermassen üblichen Dispergier- und Hilfsstoffe verwendet werden.

Die erfindungsgemäßen Binder verleihen der Formmasse bei Temperaturen von 50 bis 200°C gute thermoplastische Eigenschaften. Die erfindungsgemäßen Polymere bewirken, dass die Formmasse bei

Raumtemperatur eine ausreichende Festigkeit und Elastizität aufweist. Die erfindungsgemäßen Weichmacherkomponenten verleihen der Formmasse einen trockenen Griff ohne ausgeprägte Klebeneigung.

- 5 Die erfindungsgemäße Rezepturgestaltung verhindert die unerwünschte Rissbildung beim Trocknungsprozess auch bei dicken Wandstärken. Es ist möglich, den ausgetragenen Grünling direkt dem Glättwalzwerk zuzuführen. Dies und die Verwendung eines Extruders ergeben einen kontinuierlichen und damit sehr wirtschaftlichen Prozess der Formkörperherstellung. Weiters ist es
- 10 auch möglich, den Entbinderungsprozess, der sowohl chemisch, thermisch oder chemisch und thermisch durchgeführt werden kann und das nachgelagerte Sintern in die Prozesslinie zu integrieren.

- Unter Sintern sind dabei alle Prozesse zu verstehen, die zu einer Erhöhung der Festigkeit führen. Dies muss nicht mit einer Erhöhung der Dichte verbunden
- 15 sein. Auch eine Wärmebehandlung, die beispielsweise nur zu einer Brückenbildung zwischen den Körnern führt, fällt daher unter dem Begriff Sintern.

- Um eine höhere Homogenität der Formmasse zu gewährleisten, ist es
- 20 vorteilhaft, dass diese vor dem Extrudieren gemischt und bei einer Temperatur zwischen 60°C und der Zersetzungstemperatur des jeweiligen Binders geknetet wird. Bei Temperaturen < 60°C wird die Knetkraft zu groß und die Homogenität der Knetmasse ist nicht ausreichend. Als Extruder eignen sich besonders Einschnellen, Doppelschnellen, Vielwellen- und Kaskadenextruder.

- 25 Auch das in der Kunststofftechnik übliche Verfahren der Coextrusion, nämlich ein Zusammenführen von artgleichen oder fremdartigen Formmasseschmelzen vor dem Verlassen der Düse, kann in Verbindung mit dem erfindungsgemäßen Verfahren zur Anwendung kommen.

- 30 Da die erfindungsgemäßen, hochgefüllten Formmassen mit Pulveranteilen von 40 bis 70 Vol.% Metall und/oder Keramikpulver stark weich gemachte Polymersysteme mit relativ niedrigem Schmelzbereich benötigen, ist eine entsprechende Verarbeitungstemperatur, die bei 50 bis 200°C, bevorzugt bei 60 bis 150°C liegt, anlagentechnisch zu berücksichtigen. Das bedeutet eine

Modifizierung der Plastifiziereinheit des Extruders durch entsprechende Veränderung der Schnecken- und Zylindergeometrie im Vergleich zu in der Kunststoffindustrie üblicherweise eingesetzten Extrudern, beispielsweise durch Erhöhung der Kompressionszone der Schnecke.

5

In besonderem Maße muss auch die Düsenkonstruktion des Extruders, welche für den gleichmäßigen Fluss der Formmasse über die gesamte Arbeitsbreite verantwortlich ist, angepasst werden. Es wurde gefunden, dass der Austrittsbereich der Schlitzdüse vorzugsweise zu temperieren ist, und zwar so, dass die Temperatur der Formmasse um 5 bis 30°C gesenkt wird. Weiters wurde gefunden, dass die Prozesssicherheit erhöht werden kann, wenn im Austrittsbereich ein langer Parallelteil zur Massedruckerhöhung eingesetzt wird. Der Düsenpalt der Schlitzdüse weist vorteilhafterweise eine Höhe von 0,5 bis 12 mm und ein Höhen- zu Breitenverhältnis von 1:9 bis 1:600 auf. Bei Schlitzdüsenhöhen unter 0,5 mm kommt es zu einem unzulässig hohen Druckaufbau und damit verbunden zu verstärktem Verschleiß. Bei einer Höhe über 12 mm bereitet der zu geringe Druckaufbau Schwierigkeiten mit der Flussverteilung in der Schlitzdüse und es muss mit speziell angepassten Düsen, z.B. mit deutlich verlängerten Düsenlippeneinsätzen gearbeitet werden.

20

Um eine gute Glättwirkung im Glättvorgang zu erzielen, wird die Glättwalze temperiert und zwar so, dass der Grünling im Walzspalt eine Temperatur im thermoplastischen Bereich des Binders aufweist. Der Glättvorgang kann durch ein Duo-Glättwalzwerk durchgeführt werden, wobei der Grünling in einem Glättvorgang geglättet wird. Es können jedoch auch mehrere Duo-Glättwalzwerke hintereinander angeordnet sein. Als besonders vorteilhaft hat es sich erwiesen, wenn der Grünling in einem Trio-Glättwalzwerk durch zwei Glättvorgänge geglättet wird, wobei zwischen dem ersten und dem zweiten Glättvorgang der Grünling an der mittleren Glättwalze anliegt. Die Dickenabnahme pro Glättvorgang beträgt vorteilhafterweise zwischen 0 % und 30 %. 0 % heißt, dass keine Dickenabnahme auftritt, jedoch dass Vertiefungen und Erhöhungen des Grünlings ausgeglichen werden. Beträgt die Dickenabnahme pro Glättvorgang > 30 %, kommt es zu Materialanhäufungen vor der Glättwalze und damit verbunden zu Lufteinschlüssen im Grünling.

30

Der Grünling kann im Zuge des Glättvorganges auch einem Prägeprozess unterzogen werden. Durch Verwendung von entsprechend strukturierten Prägewalzen kann dieser Prägevorgang auch kontinuierlich erfolgen.

- 5 Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren lassen sich bevorzugt geglättete Grünlinge mit einer Dicke von 0,1 bis 10 mm und einem Dicken- zu Breitenverhältnis von 1:10 bis 1:700 herstellen.

- Der geglättete Grünling wird vorzugsweise durch Abzugswalzen geführt. Insbesondere bei Pulver mit hoher Dichte hat es sich als vorteilhaft erwiesen, zwischen Abzugswalze und Glättwalze ein Förderband anzuordnen, das sich mit der Geschwindigkeit des geglätteten Grünlings bewegt. Damit werden ein Durchhängen und eine damit verbundene Dehnung des Grünlings nach dem Verlassen der Glättwalze unterbunden. Als Förderband wird vorteilhafterweise ein gekühltes Stahlband eingesetzt. Der geglättete Grünling kann weiteren
10 formgebenden Prozessen unterzogen werden, beispielsweise Tiefziehen, Prägen, Biegen oder Stanzen.
15

- Erfolgen das Entbindern und das Sintern nicht kontinuierlich, wird der geglättete Grünling bevorzugt auf einer Haspel aufgewickelt. Das Förderband wird dabei
20 so gekühlt, dass der geglättete Grünling auf eine Temperatur T abgekühlt wird, mit Raumtemperatur $< T < \text{Raumtemperatur} + 20^\circ\text{C}$.

- Sind aus rezepturtechnischen Gründen nicht ausreichend hohe Formmassenfestigkeiten zu realisieren, so besteht anlagentechnisch die Möglichkeit, den Prozess unter Verwendung von Stützfolien zu betreiben. Bei
25 dieser Arbeitsweise läuft gleichzeitig mit dem Grünling auf dessen Ober- und Unterseite eine Kunststoff- oder Silikonpapierfolie in den Walzenspalt des Glättwalzwerkes ein, so dass auf den eingeschlossenen Grünling keine unzulässig hohen Abzugskräfte einwirken können. Das Folienmaterial ist so
30 auszuwählen, dass bei den gegebenen Prozesstemperaturen keine Erweichung auftritt. Als besonders geeignet haben sich Polyesterfolien und Silikontrennpapiere erwiesen. Nach dem Abkühlen entsteht eine beschichtete Grünlingsfolie, bei der man die beiden Stützfolien durch Abziehen wieder entfernen kann. Das Arbeiten mit einer Stützfolie ist auch dann vorteilhaft, wenn

der Grünling aufgrund der Binderrezeptur nur langsam erstarrt oder an den Walzenoberflächen des Glättwalzwerkes zu stark anhaftet. Auch bei zu geringer Festigkeit der Grünfolie ist eine Verwendung von Stützfolien günstig, da damit das Abreißen zwischen Glätt- und Abzugswalze verhindert wird.

5

Eine weitere Variante des erfindungsgemäßen Verfahrens besteht darin, dass auf dem Grünling ein- oder beidseitig zumindest ein weiterer sich in seiner chemischen und/oder physikalischen Konsistenz unterscheidender Grünling aufgebracht und durch einen Glättvorgang mit diesem verbunden wird. Die

10 Grünlinge können sich dabei in der Teilchengröße des eingesetzten Metallpulvers unterscheiden. Damit ist es möglich, beispielsweise die Porosität nach dem Sintervorgang zu steuern. Wird der mittlere Grünling beispielsweise aus deutlich gröberem, weniger sinteraktivem Pulver hergestellt und die äußeren Grünlinge aus entsprechend feinerem Pulver gefertigt, so stellt sich
15 nach dem Sintervorgang ein Produkt ein, das in der Mitte eine deutlich höhere Porosität und damit auch Gas- oder Flüssigkeitsdurchlässigkeit besitzt, als in den entsprechenden Randzonen.

Weiters ist es auch möglich, im Grünling blähfähige Platzhalter, z.B.
20 treibmittelhaltige Polystyrol-Perlen, einzuarbeiten. Der Grünling kann durch entsprechende Heißdampfbehandlung, bevorzugt bei Temperaturen im Bereich zwischen 90 und 130°C, in einer geschlossenen Form mit perforierten Seitenwänden aufgeschäumt werden. Wird nun mit dem zuvor erwähnten Verfahren ein Dreischichtverbund hergestellt, wobei die mittlere Schicht aus
25 einem Grünling mit blähfähigen Platzhaltern besteht, erhält man nach der Heißdampfbehandlung und dem Konsolidierungsprozess einen Verbundkörper mit porenfreien Außenflächen und geschäumter Kernstruktur. Das Herstellen eines Verbundgrünlings kann, wie bereits beschrieben, auch durch Coextrusion erfolgen.

30

Im Folgenden wird die Erfindung durch Beispiele beschrieben.

Figur 1 zeigt die dem erfindungsgemäßen Verfahren entsprechende Anlagenkonzeption mit Einschneckenextruder, Trio-Glättwalzwerk und Förderband.

- Figur 2 zeigt die dem erfindungsgemäßen Verfahren entsprechende
5 Anlagenkonzeption gemäß Figur 1, jedoch unter Verwendung von Stützfolien.

Beispiel 1

- Verdüstes Pulver der Stahlsorte 316 L mit einer mittels Laserapparatur gemessenen Teilchengröße d von 25 μm wurde in einem Knetaggregat bei
10 140°C mit folgenden Binderkomponenten gemischt und bis zu einem minimalen Knetwiderstand geknetet:

- 91,0 Gew.% Chrom-Nickel-Pulver
- 4,0 Gew.% Polyamid
- 3,0 Gew.% aromatischer Carbonsäure-Ester eines aliphatischen Alkohols
15 mit einer Kettenlänge von C12 bis C22
- 2,0 Gew.% aromatischer Carbonsäure-Ester eines aliphatischen Alkohols mit einer Kettenlänge von C12 bis C18
- 3,0 Gew.% Fettsäure mit einer Kettenlänge von C16 bis C22.

- 20 Diese Masse wurde aus dem Knetaggregat bei 100°C ausgetragen, abgekühlt und zu einer Formmasse -1- in Granulatform mit ca. 3 bis 4 mm Teilchendurchmesser konfektioniert. Die Formmasse -1- wurde mittels eines Einschneckenextruders -2- bei Zylinderzonentemperaturen von 80°C bis 130°C aufgeschmolzen und durch eine Schlitzdüse -3- mit einer Spalthöhe von
25 1,5 mm und einer Spaltbreite von 190 mm und einer Düsentemperatur von 95°C ausgetragen. Der so hergestellte, ca. 95°C warme Grünling -4- wurde in den Walzenspalt eines Trio-Glättwerkes direkt zugeführt, wobei der Abstand zwischen Schlitzdüse -3- und Walzenspalt ca. 20 mm betrug. Der Grünling -4- wurde im ersten und zweiten Walzenspalt durch gekühlte Walzen -7- auf ein
30 Dickenmaß von 1,2 mm geglättet und auf Raumtemperatur abgekühlt. Dieser Prozess erfolgte kontinuierlich.

Danach wurde der Grünling -4- abgelängt und diskontinuierlich weiterverarbeitet, und zwar zunächst durch chemische Teilentbinderung in

Aceton bei 40°C. Nach 12 Stunden waren 90 Gew.% der in Aceton löslichen Rezepturkomponenten entfernt, so dass nach Abdestillieren des im Grünling eingedrungenen Acetons ein offenporöser Braunling mit ca. 4,5 Gew.% Restbinder vorlag. Dieser überwiegend polymere Binderanteil wurde pyrolytisch
5 durch Erhitzen auf 600°C bei einem Temperaturanstieg von 10°C / Minute und einer Haltezeit von 30 Minuten entfernt. Der entbinderte Grünling -4- wurde bei 1250°C 60 Minuten gesintert. Der Sinterling wies eine gute Oberflächenbeschaffenheit und über die Fläche nur geringfügige Dickenschwankungen auf.

10

Beispiel 2

Handelsübliches, sinterfähiges Aluminiumoxid mit einem Aluminiumoxidgehalt von mindesten 99,7 Gew.% und einer mittels Laserapparatur gemessenen Teilchengröße d von ca. 1,0 µm wurde bei 140°C mit folgenden
15 Binderkomponenten gemischt und bis zu einem minimalen Knetwiderstand geknetet:

- 85,0 Gew.% Al-Oxid-Pulver
- 5,0 Gew.% Polyamid
- 7,0 Gew.% aromatischer Carbonsäure-Ester eines aliphatischen Alkohols
20 mit einer Kettenlänge von C12 bis C22
- 3,0 Gew.% Fettsäure mit einer Kettenlänge von C16 bis C22.

Diese Masse wurde aus einem Knetaggregat mit 100°C ausgetragen, abgekühlt und zu einer Formmasse -1- in Granulatform mit einem Teilchendurchmesser
25 von ca. 3 bis 4 mm konfektioniert. Die Formmasse -1- wurde mittels eines Einschneckenextruders -2- bei Zylinderzonentemperaturen von 80 bis 130°C aufgeschmolzen, mittels einer Schlitzdüse -3- mit einer Spaltdicke von 3,0 mm und einer Spaltbreite von 400 mm bei einer Düsentemperatur von 100°C ausgetragen und direkt in ein nachgeschaltetes Trio-Glättwalzwerk -5-
30 zugeführt. Der Abstand zwischen Schlitzdüse -3- und dem ersten Walzenspalt des Trio-Glättwalzwerkes betrug 20 mm. Der Grünling -4- wurde im ersten und zweiten Walzenspalt des Glättwalzwerkes -5- auf ein Dickenmaß von 2,3 mm geglättet und danach auf Raumtemperatur abgekühlt. Danach wurde die so hergestellte Grünlingsplatte zunächst in Aceton bei 40°C chemisch

teilentbindert. Nach 24 h waren ca. 90 Gew% der in Aceton löslichen Rezepturkomponenten entfernt, so dass nach Abdestillieren des im Grünling eingedrungenen Acetons ein offenporiger Braunling mit ca. 5,5 Gew.% Restbinder vorlag. Dieser überwiegend polymere Binderanteil wurde pyrolytisch

5 durch Erhitzen in einem Luftofen auf 600°C mit einem Temperaturanstieg von 2°C / Minute und einer Haltezeit von 30 Minuten entfernt. Der Sinterprozess erfolgte mit einem Temperaturanstieg von 10°C / Minute auf 1650°C, wobei die Haltezeit bei dieser Temperatur 1 h betrug. Damit konnte eine ebene Aluminiumoxidplatte mit guter Oberflächenqualität und einer Dichte über

10 3,85 g / cm hergestellt werden.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines Formkörpers, das zumindest die folgenden Verfahrensschritte umfasst:
 - 5 ▪ Herstellung einer Formmasse (1), umfassend 40 bis 70 Vol.% Metall- und/oder Keramikpulver, 30 bis 60 Vol.% eines thermoplastischen Binders und 0 bis 5 Vol.% Dispergiermittel und/oder sonstige Hilfsmittel;
 - 10 ▪ Plastifizieren der Formmasse in einem Extruder (2) und Herstellung eines Grünlings (4) durch Austragen der Formmasse über eine Schlitzdüse (3)
 - 15 ▪ Zuführen des Grünlings (4) in ein Glättwalzwerk (5);
 - Glätten des Grünlings (4) durch ein oder mehrere Glättvorgänge;
 - Chemisches und/oder thermisches Entbindern des geglätteten Grünlings (4);
 - Sintern des zumindest teilweise entbinderten Grünlings (4).
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der ausgetragene Grünling (4) direkt dem Glättwalzwerk (5) zugeführt wird.
- 20 3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass Plastifizieren, Austragen und Glätten kontinuierlich erfolgen.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass das Entbindern und Sintern kontinuierlich erfolgen.
- 25 5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Formmasse (1) gemischt und bei einer Temperatur T geknetet wird, mit $60^{\circ}\text{C} < T < \text{Zersetzungstemperatur des Binders}$.
- 30 6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass der Extruder (2) ein Einschnecken-, Doppelschnecken-, Vielwellen- oder ein Kaskadenextruder ist.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass artgleiche oder fremdartige Formmassen vor dem Verlassen der Schlitzdüse (3) zusammengeführt werden.
- 5 8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass die Verarbeitungstemperatur der Formmasse (1) im Extruder 50 bis 200°C beträgt.
9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass der Austrittsbereich (6) der Schlitzdüse (3) temperiert wird, sodass die
10 Temperatur der Formmasse (1) um 5 bis 30°C gesenkt wird.
10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass die Schlitzdüse (3) eine Höhe von 0,5 mm bis 12 mm und ein Höhen -
15 zu - Breiten - Verhältnis von 1:9 bis 1:600 aufweist.
11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass die Glättwalze (7) temperiert wird, und zwar so, dass der Grünling (4) im Walzspalt eine Temperatur im thermoplastischen Bereich des Binders
20 aufweist.
12. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, dass der Grünling (4) in einem Duo-Glättwalzwerk geglättet wird.
- 25 13. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, dass der Grünling (4) in einem Trio-Glättwalzwerk durch zwei Glättvorgänge geglättet wird, wobei zwischen erstem und zweitem Glättvorgang der Grünling (4) an der mittleren Glättwalze (7a) anliegt.
- 30 14. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet, dass die Dickenabnahme pro Glättvorgang 0 bis 40 % beträgt.

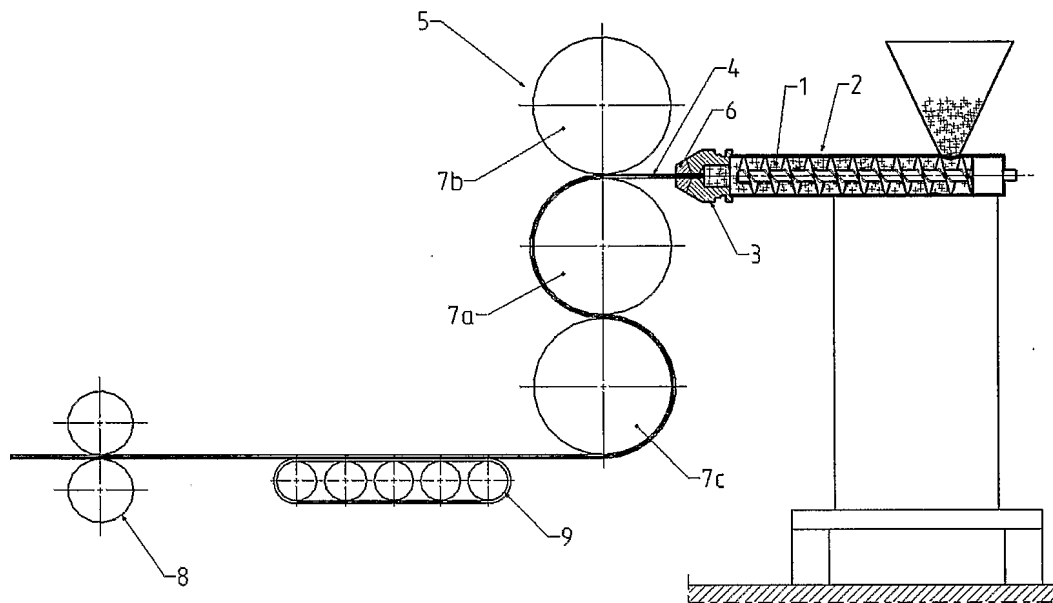
15. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 14, dadurch gekennzeichnet, dass die Glättwalze (7) strukturiert ist.
- 5 16. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 15, dadurch gekennzeichnet, dass der geglättete Grünling (4) eine Dicke von 0,1 bis 10 mm und ein Dicken - zu - Breiten - Verhältnis von 1:10 bis 1:700 aufweist.
- 10 17. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 16, dadurch gekennzeichnet, dass der geglättete Grünling (4) durch zumindest zwei Abzugswalzen (8) geführt wird.
- 15 18. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 17, dadurch gekennzeichnet, dass der geglättete Grünling (4) einem formgebenden Prozess, wie beispielsweise Tiefziehen, Prägen, Biegen oder Stanzen unterzogen wird.
19. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 17, dadurch gekennzeichnet, dass der geglättete Grünling (4) auf einer Haspel aufgewickelt wird.
- 20 20. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 19, dadurch gekennzeichnet, dass zwischen Glättwalzwerk (5) und Abzugswalzen (8) ein Förderband (9) angeordnet ist, das sich mit der Geschwindigkeit des geglätteten Grünlings (4) bewegt.
- 25 21. Verfahren nach Anspruch 20, dadurch gekennzeichnet, dass das Förderband (9) gekühlt wird, wodurch der geglättete Grünling (4) auf eine Temperatur T abgekühlt wird, mit Raumtemperatur $< T <$ Raumtemperatur + 20°C.
- 30 22. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 21, dadurch gekennzeichnet, dass der Grünling (4) nach dem Verlassen der Schlitzdüse (3) beidseitig durch zwei sich mit identer Geschwindigkeit mitbewegenden Stützfolien (10), bevorzugt aus PET oder Silikontrennpapier, bei den nachfolgenden Prozessschritten gestützt wird.

23. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 22, dadurch gekennzeichnet, dass auf dem Grünling (4) ein- oder beidseitig zumindest ein weiterer, sich in seiner chemischen und/oder physikalischen Konsistenz unterscheidender Grünling aufgebracht und durch einen Glättvorgang mit diesem verbunden wird.
24. Verfahren nach Anspruch 23, dadurch gekennzeichnet, dass sich die Grünlinge in der Teilchengröße des eingesetzten Metallpulvers unterscheiden.
25. Verfahren nach Anspruch 23 oder 24, dadurch gekennzeichnet, dass zumindest ein Grünling blähfähige Platzhalter, bevorzugt treibmittelhaltige Polystyrol-Perlen enthält.
26. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 25, dadurch gekennzeichnet, dass als thermoplastischer Binder ein Polymer plus Weichmacher eingesetzt wird.
27. Verfahren nach Anspruch 26, dadurch gekennzeichnet, dass ein Stickstoff-haltiges Polymer eingesetzt wird.
28. Verfahren nach Anspruch 27, dadurch gekennzeichnet, dass ein Polyurethan oder ein Polyamid eingesetzt wird.
29. Verfahren nach einem der Ansprüche 26 bis 28, dadurch gekennzeichnet, dass ein Weichmacher aus der Gruppe der Fettsäuren, der Esther der Fettsäuren oder Fettalkohole eingesetzt wird.
30. Verfahren nach einem der Ansprüche 26 bis 29, dadurch gekennzeichnet, dass das Volumenverhältnis Polymer zu Weichmacher 1:1 bis 1:5,7 beträgt.
31. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 30, dadurch gekennzeichnet, dass ein Metallpulver eingesetzt wird.

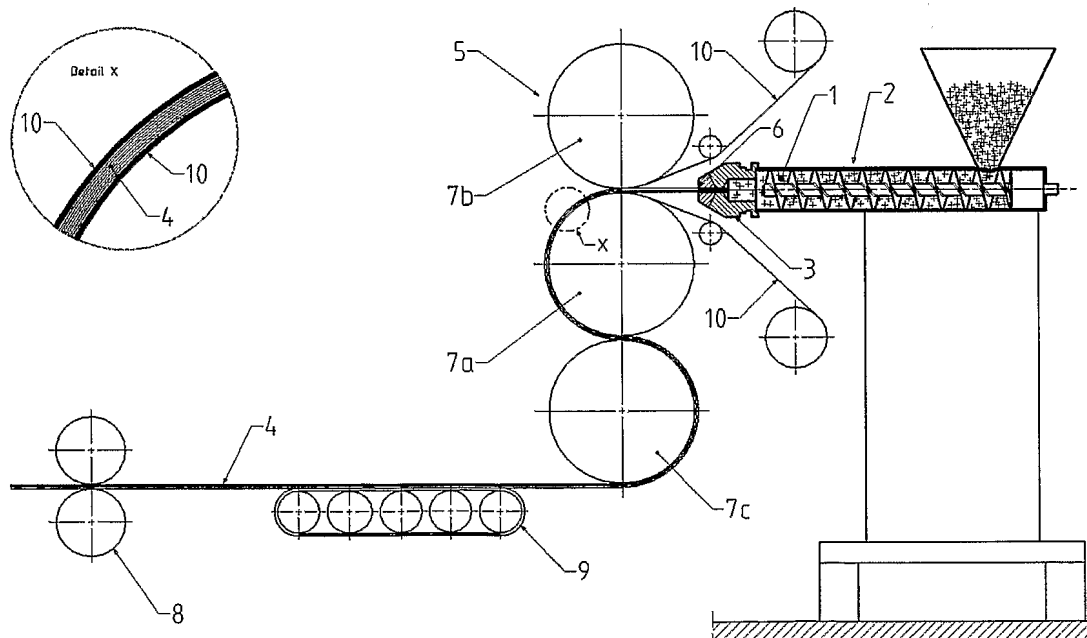
32. Verfahren nach Anspruch 31, dadurch gekennzeichnet, dass als Metallpulver eine Fe-Basis-Legierung oder ein Refraktärmetall eingesetzt wird.
- 5 33. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 30, dadurch gekennzeichnet, dass ein oxidkeramisches Pulver, bevorzugt Al_2O_3 eingesetzt wird.
34. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 33, dadurch gekennzeichnet, dass der geglättete Grünling (4) bei einer Temperatur von 50 bis 120°C getrocknet wird.
- 10 35. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 34, dadurch gekennzeichnet, dass thermisches Entbindern und Sintern in einer Anlage erfolgen.
- 15 36. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 35, dadurch gekennzeichnet, dass thermisches Entbindern und Sintern in separaten Anlagen erfolgen.
37. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 36, dadurch gekennzeichnet, dass der Grünling (4) mit einer Aufheizgeschwindigkeit $< 5^\circ\text{C} / \text{min.}$ auf eine Temperatur von 170 bis 400°C, anschließend mit einer Aufheizgeschwindigkeit $< 10^\circ\text{C} / \text{min.}$ auf eine Temperatur von 500 bis 800°C erhitzt wird und anschließend bei einer Temperatur entsprechend der jeweiligen Festphasen- oder Flüssigphasensintertemperatur des eingesetzten Werkstoffsystems gesintert wird.
- 20 38. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 37, dadurch gekennzeichnet, dass der Sinterprozess so geführt wird, dass der Formkörper eine offenporige Struktur aufweist.
- 25 39. Verfahren nach Anspruch 38, dadurch gekennzeichnet, dass der Formkörper mit offenporiger Struktur in einer Brennstoffzelle eingesetzt wird.
- 30

40. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 37, dadurch gekennzeichnet, dass der Sinterprozess so geführt wird, dass der Formkörper eine Dichte größer 95 % der theoretischen Dichte aufweist.

1/1



Figur 1



Figur 2

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/AT2007/000328

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

INV. B22F3/20 B22F3/18 B22F5/00 B28B3/12 B28B3/20

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

B22F B28B

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	DE 10 2004 035311 A1 (BOSCH GMBH ROBERT [DE]) 16 February 2006 (2006-02-16) claims	1-40
X	US 3 330 654 A (SWEET ROGER G) 11 July 1967 (1967-07-11) columns 3-4; claim 1; examples	1
X	JP 09 063574 A (DAIDO STEEL CO LTD) 7 March 1997 (1997-03-07) paragraphs [0009], [0012], [0014]	1
X	FR 2 831 891 A (CENTRE NAT RECH SCIENT [FR]) 9 May 2003 (2003-05-09) claims	1

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☒ See patent family annex.

* Special categories of cited documents :

A document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

E earlier document but published on or after the international filing date

L document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

O document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

P document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

T later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

X document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

Y document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

Z document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

24 Oktober 2007

Date of mailing of the international search report

02/11/2007

Name and mailing address of the ISA/

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

ALVAZZI DELFRATE, M

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/AT2007/000328

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
DE 102004035311 A1	16-02-2006	EP 1771236 A1 WO 2006008222 A1	11-04-2007 26-01-2006
US 3330654 A	11-07-1967	NONE	
JP 9063574 A	07-03-1997	NONE	
FR 2831891 A	09-05-2003	WO 03039792 A1	15-05-2003

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/AT2007/000328

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
INV. B22F3/20 B22F3/18 B22F5/00 B28B3/12 B28B3/20

Nach der internationalen Patentklassifikation (IPC) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPC

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
B22F B28B

Recherchierte, aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal, WPI Data

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	DE 10 2004 035311 A1 (BOSCH GMBH ROBERT [DE]) 16. Februar 2006 (2006-02-16) Ansprüche	1-40
X	US 3 330 654 A (SWEET ROGER G) 11. Juli 1967 (1967-07-11) Spalten 3-4; Anspruch 1; Beispiele	1
X	JP 09 063574 A (DAIDO STEEL CO LTD) 7. März 1997 (1997-03-07) Absätze [0009], [0012], [0014]	1
X	FR 2 831 891 A (CENTRE NAT RECH SCIENT [FR]) 9. Mai 2003 (2003-05-09) Ansprüche	1



Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen



Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

A Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

E älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

L Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

O Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

P Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

T Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

X Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

Y Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

Z Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

24. Oktober 2007

Absenddatum des internationalen Recherchenberichts

02/11/2007

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde

Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Bovollmächtigter Bediensteter

ALVAZZI DELFRATE, M

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/AT2007/000328

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
DE 102004035311 A1	16-02-2006	EP 1771236 A1 WO 2006008222 A1	11-04-2007 26-01-2006
US 3330654 A	11-07-1967	KEINE	
JP 9063574 A	07-03-1997	KEINE	
FR 2831891 A	09-05-2003	WO 03039792 A1	15-05-2003