

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 1 046 448 A2

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:
25.10.2000 Patentblatt 2000/43

(51) Int. Cl.⁷: **B22F 3/10**

(21) Anmeldenummer: **00104195.3**

(22) Anmeldetag: **01.03.2000**

(84) Benannte Vertragsstaaten:
**AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU
MC NL PT SE**
Benannte Erstreckungsstaaten:
AL LT LV MK RO SI

(30) Priorität: **22.04.1999 DE 19918282**

(71) Anmelder:
**ALD Vacuum Technologies AG
63450 Hanau (DE)**

(72) Erfinder:
**Felski, Peter, Dipl.-Ing. (FH)
63450 Hanau (DE)**

(74) Vertreter:
**Schickedanz, Willi, Dipl.-Ing.
Langener Strasse 68
63073 Offenbach (DE)**

(54) **Vorrichtung und Verfahren zum Beseitigen von Bindestoff aus Metallpulvern**

(57) Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung und ein Verfahren zum Beseitigen von Bindestoff aus Metallpulvern und dergleichen. Hierbei wird von der Tatsache Gebrauch gemacht, dass das aus einem Sinterofen während eines Entwachungsvorgangs austretende und über ein Rohr abgesaugte Gas einen Temperaturverlauf aufweist, welcher einen Hinweis auf den Stand der Entwachung gibt. Beim Maximalgrad des Entwachsens, d. h. wenn das in gasförmiger Form aus einer Sintermasse austretende Wachs ein Maximum erreicht, ist auch die Temperatur im Absaugrohr am höchsten. Ist dieses Maximum erfasst, kann man durch Extrapolation auf die Beendigung des Entwachungsvorgangs schließen. Steht das Ende dieses Vorgangs fest, muss der Vorgang des Entwachsens nicht länger als nötig durchgeführt werden. Man kann somit früher als bisher üblich mit dem eigentlichen Sintervorgang beginnen.

EP 1 046 448 A2

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung und ein Verfahren zum Beseitigen von Bindestoff aus Metallpulvern nach den Oberbegriffen der Patentansprüche 1 und 8.

[0002] Hartmetalle für besonders beanspruchte Teile von Werkzeugen, beispielsweise von Bohrern oder Sägeblättern, werden in der Regel durch Sintern hergestellt. Hierbei wird Metallpulver mit einem Bindestoff gemischt, damit es eine bestimmte Form annehmen kann. Bei diesem Bindestoff handelt es sich in der Regel um ein Wachs, z. B. um Paraffin. Anschließend wird der Bindestoff aus dem Metallpulver durch Verdampfen entfernt und das Metallpulver gesintert. Hierzu wird das Sintermaterial, d. h. das in eine bestimmte Form gebrachte Metallpulver samt Bindemittel langsam auf die Verdampfungstemperatur des Wachses gebracht. Dadurch entweicht das Wachs aus dem Sintermaterial. Hierauf wird die Temperatur erhöht und das Metallpulver zu Ende gesintert.

[0003] Der sogenannte Entwachsungsvorgang dauert bis zu fünf Stunden, da ein schnelleres Entwachsen Probleme mit sich bringen würde. Ein Nachteil der bekannten Entwachsungsvorgänge besteht darin, dass man nicht genau weiß, wann das Wachs vollständig aus dem Metallpulver entwichen ist.

[0004] Bei einem bekannten Entwachsungsverfahren für Metallpulver, das einem Injektions-Formgebungsprozess unterworfen wird, werden folgende Schritte durchgeführt:

- Es wird ein geformtes Metallpulver mit organischem Bindemittel mit Substanzen von niedrigem Schmelzpunkt in Aluminiumpulver eingebettet;
- das eingebettete Material wird auf eine Temperatur von 200 °C gebracht, und zwar in chemisch inerte Atmosphäre innerhalb eines Entwachsungsofens, wobei die Substanzen mit niedrigem Schmelzpunkt entfernt werden, ohne dass sich die Form des eingebetteten Metallpulvers verändert;
- das eingebettete Material wird in einen geschlossenen Sinterkessel eingegeben, um die Umgebungstemperatur des eingebetteten Materials auf einem bestimmten Wert zu halten, wobei sich der Kessel in einem Vakuumofen befindet;
- der Vakuumofen wird evakuiert und
- das organische Bindemittel wird beseitigt, indem auf 550 bis 650 °C bei einer Aufheizungsrate von 300 bis 600 °C/Stunde aufgeheizt wird, während inertes Gas in den Vakuumofen einströmt (US-A-4 917 859).

[0005] Weiterhin ist eine Vorrichtung für die Beseitigung organischer Bindemittel aus Metallpulvern bekannt, die einen aufheizbaren Raum aufweist, in dem sich das Metallpulver mit dem Bindemittel befindet (US-A-3 654 374). Dieser aufheizbare Raum weist eine

Kammer auf, durch die Gase, die das Bindemittel enthalten, entweichen können. Mit dieser Vorrichtung ist es jedoch nicht möglich, das Ende der Entwachsungszeit vorherzusagen.

[0006] Schließlich ist auch noch ein Verfahren bekannt, mit dem ein organisches Bindemittel aus Pulver entfernt werden kann (US-A-4 534 936). Hierbei wird das Pulver mit dem Bindemittel erhitzt, während es gleichzeitig gewogen wird. Die Aufheizung erfolgt proportional zur Differenz einer vorgegebenen Gewichtsverlustrate und der tatsächlichen Gewichtsverlustrate, wobei die vorgegebene Gewichtsverlustrate unterhalb der Rate liegt, bei welcher das Pulver mit dem Bindemittel Risse oder sonstige Defekte bekommt. Das Messen der Gewichtsverlustrate ist indessen sehr aufwendig.

[0007] Nachteilig ist bei den vorstehend erwähnten Entwachsungsverfahren oder -vorrichtungen, dass mit ihnen nicht festgestellt werden kann, wann die Entwachsung beendet ist. Deshalb wird in der Praxis eine lange Entwachsungszeit vorgewählt, um sicher zu sein, dass die Entwachsung auch wirklich abgeschlossen ist.

[0008] Der Erfindung liegt deshalb die Aufgabe zugrunde, eine Vorrichtung und ein Verfahren zu schaffen, mit dem das Ende des Entwachsungsvorgangs sicher ermittelt werden kann.

[0009] Diese Aufgabe wird gemäß den Merkmalen der Patentansprüche 1 und 8 gelöst.

[0010] Der mit der Erfindung erzielte Vorteil besteht darin, dass sich der Sinterprozess verkürzt, wodurch sich eine Effizienzsteigerung der Sinteranlage ergibt.

[0011] Die Erfindung betrifft somit eine Vorrichtung und ein Verfahren zum Beseitigen von Bindestoff aus Metallpulvern und dergleichen. Hierbei wird von der Tatsache Gebrauch gemacht, dass das aus einem Sinterofen während eines Entwachsungsvorgangs austretende und über ein Rohr abgesaugte Gas einen Temperaturverlauf aufweist, welcher einen Hinweis auf den Stand der Entwachsung gibt. Beim Maximalgrad des Entwachsens, d. h. wenn das in gasförmiger Form aus einer Sintermasse austretende Wachs ein Maximum erreicht, ist auch die Temperatur im Absaugrohr am höchsten. Ist dieses Maximum erfasst, kann man durch Extrapolation auf die Beendigung des Entwachsungsvorgangs schließen. Steht das Ende dieses Vorgangs fest, muss der Vorgang des Entwachsens nicht länger als nötig durchgeführt werden. Man kann somit früher als bisher üblich mit dem eigentlichen Sintervorgang beginnen.

[0012] Ein Ausführungsbeispiel der Erfindung ist in der Zeichnung dargestellt und wird im Folgenden näher beschrieben. Es zeigen:

- Fig. 1 einen Vakuumofen mit einem zu entwachsenden Gegenstand;
- Fig. 2 einen Querschnitt durch einen Vakuumofen;
- Fig. 3 einen prinzipiellen Temperaturverlauf in einem Absaugrohr während des Entwachsungsvorgangs;

Fig. 4 einen tatsächlichen Temperaturverlauf in einem Absaugrohr während des Entwachsungsvorgangs.

[0013] In der Fig. 1 ist ein Vakuumofen 1 dargestellt, der mittels einer elektrischen Heizung 2 aufgeheizt werden kann. In einem Aufnehmer 3, der sich auf einem Tisch 4 mit einem Standbein 5 befindet, ist ein zu sinterner Körper 6 vorgesehen. Dieser Körper 6 besteht aus Metallpulver und einem Bindemittel, welches dafür sorgt, dass der Körper 6 seine Form behält. Vor dem Sintervorgang hat der Körper eine quasi-feste Konsistenz, d. h. er behält seine Form. Statt eines Metallpulvers kann auch ein Metallpulver-Gemisch - etwa aus Chrom oder Kobalt bzw. Cermets oder Keramiken - verwendet werden. Als Bindemittel kommt vorzugsweise Paraffin zum Einsatz. Es kann aber auch jedes andere geeignete Bindemittel verwendet werden.

[0014] Der Körper 6 soll nun gesintert werden, d. h. das Metallpulver soll durch Erhitzen verdichtet bzw. agglomeriert werden. Die Temperatur muss beim Sintern so hoch sein, dass durch Grenzflächenreaktion die einzelnen Körner des Ausgangsguts miteinander verschweißt werden. Diese Sintertemperatur beträgt etwa 1000 °C bis 1600 °C. Vor dem angeblichen Sintervorgang wird jedoch das Wachs aus dem Körper 6 ausgetrieben. Die hierfür erforderliche Temperatur ist wesentlich geringer, sie beträgt z. B. 150 °C bis 500 °C.

[0015] Durch die allmähliche Erhöhung der Temperatur im Vakuumofen 1 von Raumtemperatur auf etwa 500 °C über die Heizung 2 wird das Bindemittel im Körper 6 allmählich verdampft, es findet also im Vakuumofen 1 ein sogenannter Entwachsungsvorgang statt. Dabei herrscht im Vakuumofen 1 ein Unterdruck von 0 ... 25 mbar, und es kann zusätzlich H₂, Ar, N₂ oder dergleichen eingeleitet werden. Bei diesen Gasen handelt es sich um Trägergase, die dazu dienen, das entweichende Wachs besser auszutreiben.

[0016] Ist das Bindemittel vollständig verdampft, wird durch eine weitere Temperaturerhöhung auf etwa 1000 bis 1600 °C der eigentliche Sintervorgang eingeleitet bzw. abgeschlossen. Das Sintern findet dabei im Vakuum bzw. bei sehr geringem Druck statt. Es sind aber auch Sinterverfahren bekannt, bei denen dem Temperatursintern ein Drucksintern zeitlich nachgeschaltet ist. Man spricht dann vom Sinter-HIP-Verfahren.

[0017] Es ist indessen bei allen Entwachsungsverfahren, die dem Sintern vorgeschaltet sind, schwierig, das Ende des Verdampfens des Bindemittels zu erkennen. Erfindungsgemäß ist hierfür eine Absaugpumpe 7 vorgesehen, die über ein Absaugrohr 8 die im Vakuumofen 1 befindlichen Gase absaugt und einem nicht dargestellten Wachsabscheider zuführt.

[0018] In dem Absaugrohr 8 ist ein Wärmefühler 9 angeordnet, beispielsweise ein Thermoelement, welches die in dem Rohr herrschende Temperatur erfasst und an einen Rechner oder Regler 10 meldet. Während

des Entwachsungsvorgangs herrschen im Ofen Temperaturen von 150 ... 500 °C, während im Absaugrohr etwa 80 ... 350 °C herrschen.

[0019] In der Fig. 1 ist ein Vakuumofen 1 mit nur einer elektrischen Heizung 2 dargestellt. In der Praxis werden jedoch nicht selten Öfen mit mehreren Heizungen eingesetzt.

[0020] Die Fig. 2 zeigt einen Querschnitt durch einen Vakuumofen 1 mit drei Heizungen. Die Heizungen selbst sind hierbei jedoch nicht dargestellt, sondern lediglich drei Thermoelemente 20 bis 22, die den nicht dargestellten Heizungen zugeordnet sind. Die von den Thermoelementen 20 bis 22 gemessenen Temperaturen werden dem Rechner 10 zugeführt und dort ausgewertet.

[0021] Die durch die Heizung 2 im Vakuumofen 1 erzeugte Temperatur ϑ_{OFEN} steigt beim Entwachsen linear an. In der Fig. 3 ist der Temperaturverlauf auf ϑ_{OFEN} gestrichelt dargestellt. Die absoluten Werte von ϑ_{OFEN} hängen dabei von verschiedenen Parametergrößen ab, beispielsweise von der Ofengröße, der Chargengröße, den Druckschwankungen, den Schwankungen des Gasdruckflusses und vom verwendeten Gas. Diese Parametergrößen werden jedoch alle im Rechner 10 berücksichtigt, sodass stets die gewünschte Temperatur über die Heizung 2 erreicht wird.

[0022] Ohne einen Entwachsungsvorgang entspräche der Temperaturverlauf an derjenigen Stelle, wo sich der Temperaturfühler 9 befindet, etwa der linearen Temperaturkurve δ'_{LEITUNG} . Diese Temperatur δ'_{LEITUNG} ist niedriger als die Temperatur ϑ_{OFEN} , weil sich die im Vakuumofen 1 befindlichen Gase etwas abkühlen, bis sie zum Temperaturfühler 9 kommen.

[0023] Durch den Entwachsungsvorgang ändert sich jedoch der Temperaturverlauf an der Stelle des Temperaturfühlers 9 entsprechend der Kurve δ_{LEITUNG} , wie die Fig. 3 zeigt, d. h. die Kurve δ_{LEITUNG} hat einen ausgeprägten „Buckel“. Dieser Buckel ist umso ausgeprägter, je schneller die Temperatur durchlaufen wird. Ein ausgeprägter Buckel ist aus messtechnischen Gründen erwünscht, weil er sich leicht erfassen lässt, doch ist ein zu schnelles Durchlaufen der Temperatur aus sintertechnischen Gründen unerwünscht, sodass ein Optimum im Bereich 0,1 ... 2 grad/min zu finden ist.

[0024] Aufgrund von Untersuchungen wurde festgestellt, dass dort, wo die Temperatur am höchsten ist, beispielsweise im Punkt M, auch der höchste Entwachsungsgrad vorliegt. Im Punkt E dagegen ist die Entwachsung praktisch beendet.

[0025] Mit Hilfe des Rechners 10 wird deshalb ermittelt, wann der Punkt E erreicht sein wird. In diesem Punkt wird der Entwachsungsvorgang gestoppt und der eigentliche Sintervorgang kann gestartet werden.

[0026] Der zur Ermittlung des Punktes E eingesetzte Steuerrechner 10 berücksichtigt dabei die unterschiedlichen Einfluss- oder Störgrößen, wie Ofengröße, Temperaturanstieg im Ofen, Chargengröße und damit

Ausdampfvolumen.

[0027] Im unteren Temperaturbereich wird die „theoretische“ Gerade $\delta_{LEITUNG}$ durch lineare Regression ermittelt. Die Regression ist jedoch nur eines der möglichen Ermittlungsverfahren. Je nach Anwendung kommen eventuell Fourier-Transformation, Kreuzkorrelation oder auch Methoden der Mustererkennung zum Einsatz. Durch Extrapolation lässt sich innerhalb eines Unschärfebereichs der Punkt E im laufenden Entwachsungsprozess bestimmen.

[0028] Der gesamte Sinterprozess einschließlich der Entwachsungsphase dauert etwa 10 ... 36 Stunden, davon benötigt die Entwachsungsphase etwa 1,5 ... 5 Stunden.

[0029] In der Fig. 4 ein real gemessener Temperaturverlauf an einer Stelle des Absaugrohrs 8 dargestellt. Der Maßstab der Ofentemperatur ist dabei ein anderer als derjenige der Temperatur des Absaugrohrs 8, weshalb für $\delta_{LEITUNG}$ scheinbar höhere Werte als für δ_{OFEN} angegeben sind.

[0030] Man erkennt bei $\delta_{LEITUNG}$ die Punkte M und E, die für das Maximum des Entwachsens bzw. für das Ende des Entwachungsvorgangs stehen.

[0031] Die mit „Volumen“ bezeichnete Kurve sowie das Wort „Logoprint“ sind im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung ohne Bedeutung. Die Bezeichnung „TC in Entw.-Leitung“ bedeutet „Thermoelement in der Entwachsungsleitung“, was auf den Wärmefühler im Absaugrohr 8 (= Entwachsungsleitung) hindeutet. Die Kürzel HK1 und HK2 beziehen sich auf zwei verschiedene Heizungen im Vakuumofen 1.

Patentansprüche

1. Vorrichtung zum Beseitigen von Bindestoff aus Metallpulvern, mit
 - 1.1 einem Ofen (1), der aufweist
 - 1.1.1 eine Heizung (2),
 - 1.1.2 einen Sinterplatz (4) für das Metallpulver mit dem Bindestoff,
 - 1.1.3 ein Absaugrohr (8), das an seinem einen Ende mit dem Inneren des Ofens (1) und mit seinem anderen Ende mit einer Absaugvorrichtung (7) in Verbindung steht;
 - 1.2 einem Temperaturfühler (9, 20 bis 22), der im Absaugrohr (8) an einer vorgegebenen Stelle zwischen Ofen (1) und Absaugvorrichtung (7) angeordnet ist und die an dieser Stelle herrschende Temperatur erfasst;
 - 1.3 einer Temperaturregeleinrichtung (10) für die Heizung (2), die mit dem Temperaturfühler (9, 20 bis 22) in Verbindung steht.
2. Vorrichtung nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Absaugvorrichtung eine Pumpe (7) ist, die das in dem Ofen (1) vorhandene Gas über das Absaugrohr (8) absaugt.
3. Vorrichtung nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass in dem Ofen (1) ein Trägergas vorgesehen ist, das sich mit dem Dampf des Bindestoffs vermischt und zusammen mit diesem abgesaugt wird.
4. Vorrichtung nach Anspruch 2, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Pumpe (7) mit einem Wachsabscheider in Verbindung steht, in welchen der Wachsdampf als Wachs abgeschieden wird.
5. Vorrichtung nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Ofen (1) mehrere Heizungen aufweist, wobei jeder dieser Heizungen ein Temperaturfühler (20 bis 22) zugeordnet ist.
6. Vorrichtung nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass das Bindemittel Paraffin ist.
7. Vorrichtung nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass das Bindemittel Polyethylenglycol ist.
8. Verfahren zum Beseitigen von Bindestoff aus Metallpulvern, **gekennzeichnet durch** folgende Schritte:
 - a) die Sintermasse wird in eine Sinterform (3) gegeben;
 - b) die Sinterform (3) mit der Sintermasse wird in einen Sinterofen (1) gegeben;
 - c) das Innere des Sinterofens wird auf eine Temperatur gebracht, die der Verdampfungstemperatur des Bindestoffs entspricht;
 - d) der aus der Sintermasse in gasförmiger Form austretende Bindestoff wird über ein Absaugrohr (8) abgesaugt;
 - e) die Temperatur des abgesaugten gasförmigen Bindestoffs wird an einer vorgegebenen Stelle des Absaugrohrs (8) erfasst;
 - f) die erfasste Temperatur wird einer Auswerteinrichtung (10) zugeführt.
9. Verfahren nach Anspruch 8, **dadurch gekennzeichnet**, dass der aus der Sintermasse in gasförmiger Form ausgetriebene Bindestoff mit einem Trägergas vermischt und zusammen mit diesem abgesaugt wird.
10. Verfahren nach Anspruch 8, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Temperaturverlauf ($\delta_{LEITUNG}$) an der vorgegebenen Stelle des Absaugrohrs (8) erfasst wird und aufgrund des Kurvenverlaufs der Temperatur festgestellt wird, wann der Bindestoff vollständig aus der Sintermasse ausgetrieben ist.
11. Verfahren nach Anspruch 8, **dadurch gekennzeichnet**, dass nach Beendigung des Austriebs

des Bindestoffs aus der Sintermasse die Temperatur im Ofen (1) erhöht und ein Temperatursintern durchgeführt wird.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

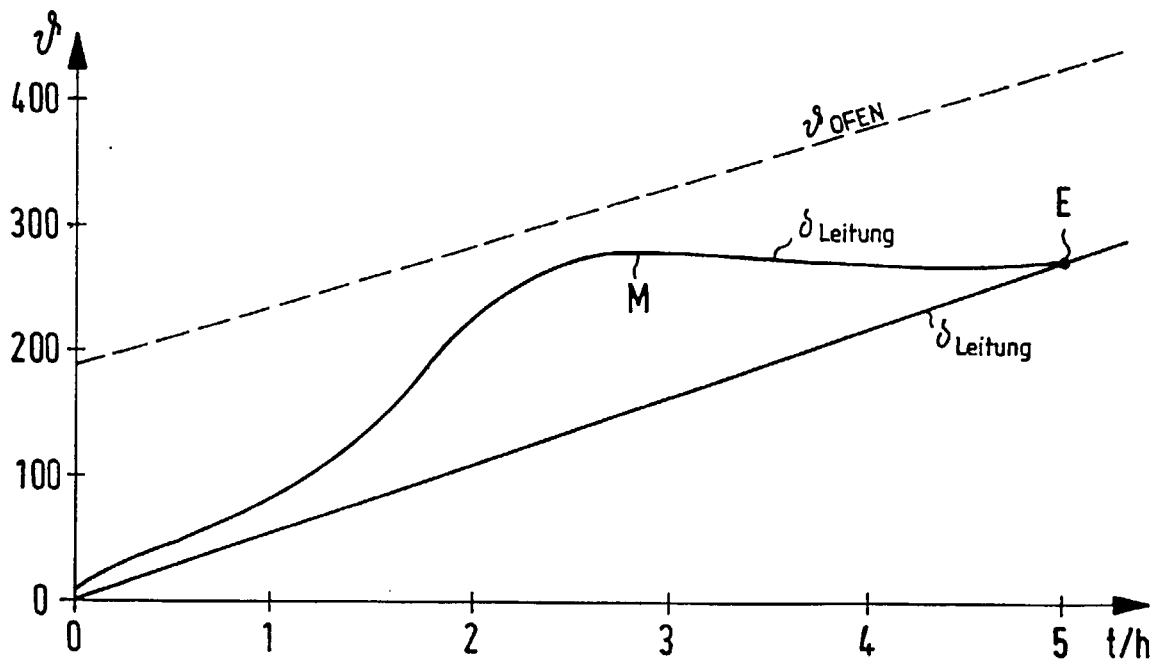
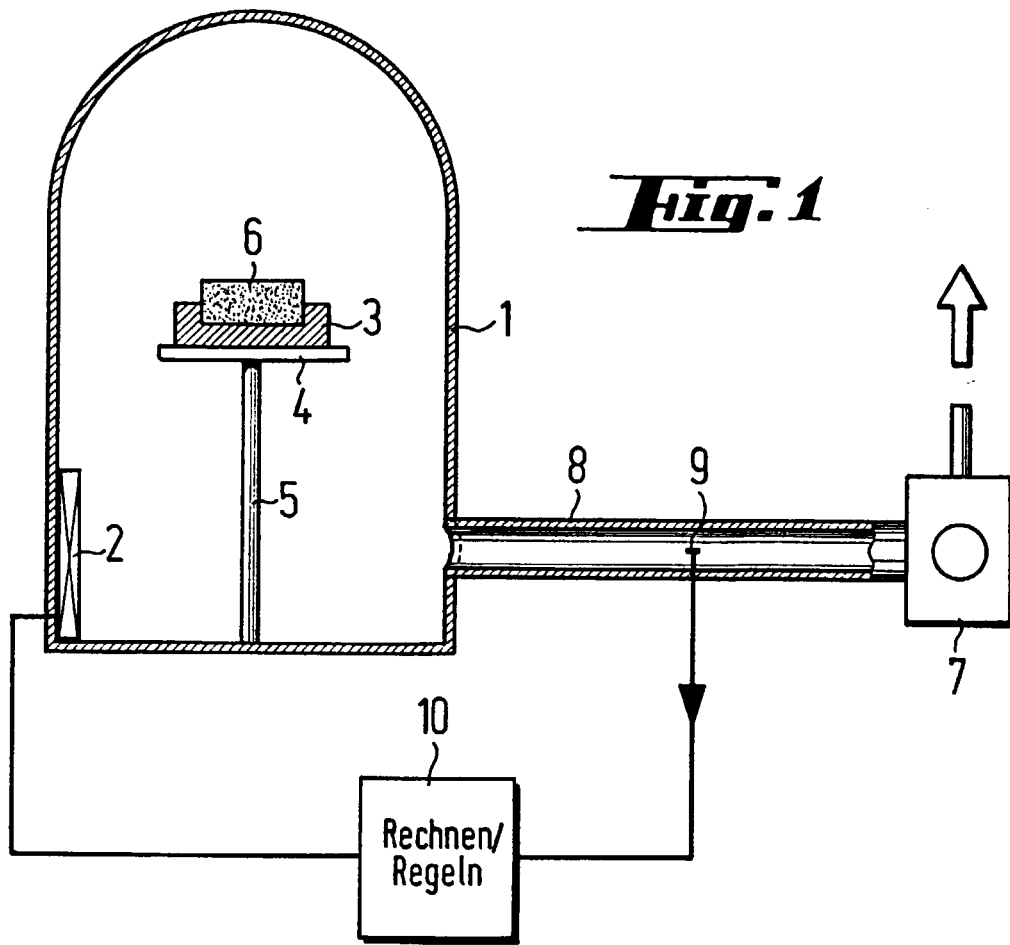


Fig. 3

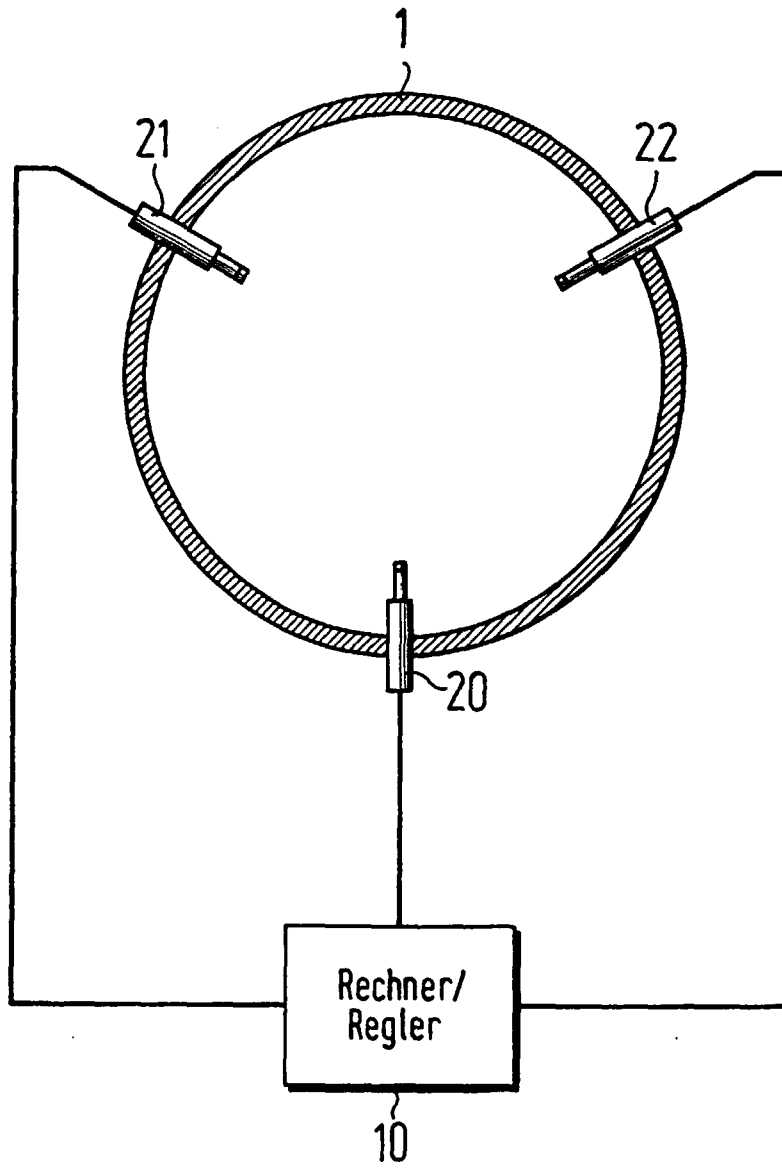


Fig. 2

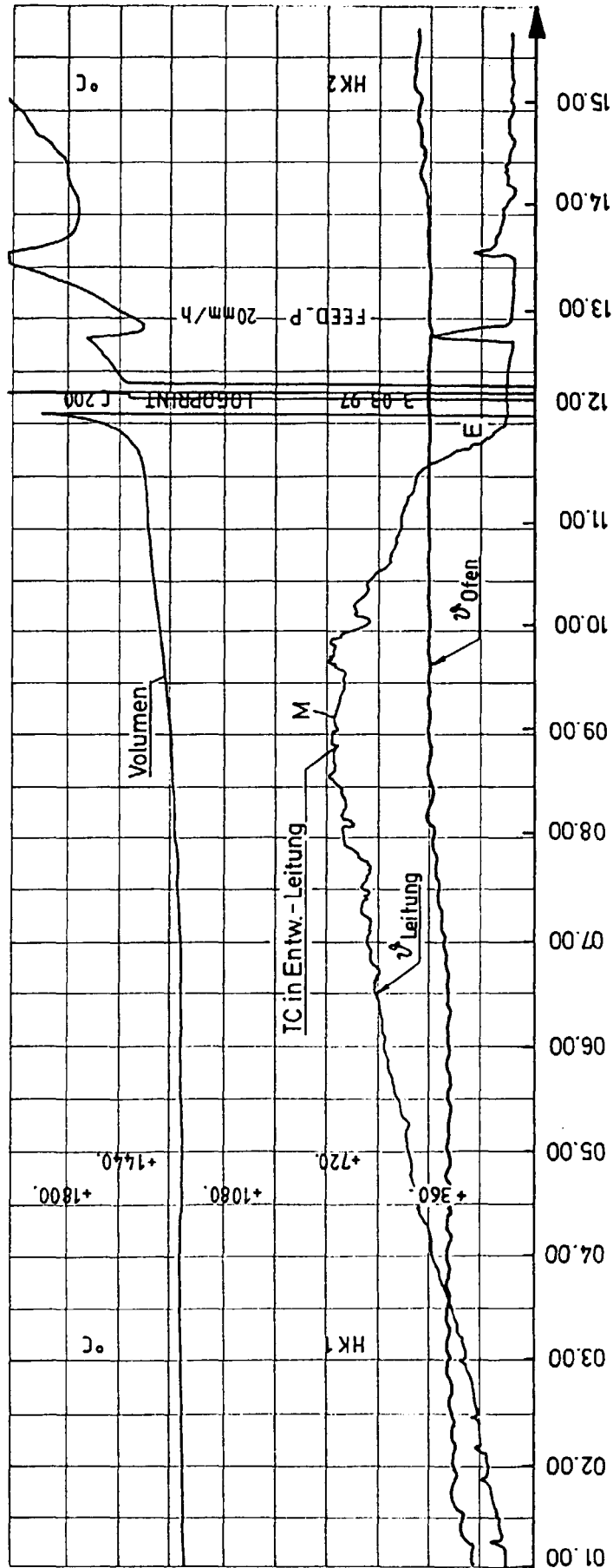


Fig. 4