

(12)

GEBRAUCHSMUSTERSCHRIFT

(21) Anmeldenummer: 8090/99

(51) Int.C1.⁷ : **B22F 1/00**
B22F 3/00

(22) Anmeldetag: 25. 6.1997

(42) Beginn der Schutzdauer: 15. 3.2000

(67) Umwandlung aus Patentanmeldung: 1089/97

Längste mögliche Dauer: 30. 6.2007

(45) Ausgabetag: 25. 4.2000

(73) Gebrauchsmusterinhaber:
VOEST-ALPINE INDUSTRIEANLAGENBAU GMBH
A-4020 LINZ, OBERÖSTERREICH (AT).

(54) VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG METALLISCHER FORMKÖRPER

(57) Verfahren zur Herstellung metallischer Körper durch Sintern von metallische Bestandteile enthaltendem Pulver, wobei das Metallpulver in einer Wirbelschichtreaktion mittels eines reduzierenden Fluidisierungsgases aus Metalloxiden gewonnen wird. Das aus der Wirbelschichtreaktion kommende heiße Metallpulver wird direkt in heißem Zustand in Formen eingetragen, wobei die Temperatur des Metallpulvers zumindest 80% der Reduktionstemperatur beträgt.

AT 003 497 U1

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung metallischer Körper durch Sintern von metallischen Bestandteile enthaltendem Pulver, wobei das Metallpulver in einer Wirbelschichtreaktion mittels eines reduzierenden Fluidisierungsgases aus Metalloxiden gewonnen wird.

Die Herstellung metallischer Halbzeuge, beispielsweise Formteile, Bleche oder Brammen ist durch konventionelle schmelzmetallurgische Verfahren nur in beschränktem Maße möglich. Die dabei auftretenden Probleme nehmen mit steigender Komplexität der Formkörper, sowie mit größeren Gehalten an Legierungszusätzen zu.

Um solche Halbzeuge herzustellen, werden zunehmend pulvermetallurgische Verfahren eingesetzt. Dabei wird das gewünschte Metallpulver in Formen gepreßt und unter Temperatureinwirkung gesintert.

Pulvermetallurgische Verfahren weisen eine Reihe von Vorteilen auf. Einerseits können sehr komplizierte Formen exakt hergestellt werden, wobei ein weiterer Vorteil in der weitgehenden Fehlerfreiheit der hergestellten Halbzeuge besteht.

Über pulvermetallurgische Methoden sind weiters auch Halbzeuge aus Legierungen herstellbar, die in schmelzflüssigem Zustand entweder instabil sind, also entweder gänzlich unmischbar sind oder zu Seigerungen neigen, oder ein unerwünschtes Kristallisations- bzw. Erstarrungsverhalten zeigen. Diese sogenannten Sinterlegierungen finden in weiten Gebieten der Technik, etwa bei der Magnetherstellung, auf dem Gebiet der Supraleiter, der Elektronik, aber auch in der Raumfahrt Verwendung.

Die EP 0 014 975 A1 offenbart ein Verfahren zur Herstellung von Presslingen aus Metallpulver, bei welchem Verfahren das Pulver in eine Kapsel eingeschlossen, erwärmt und einem solchen Druck ausgesetzt wird, daß die Pulverkörper verbunden werden.

In der EP 0 409 646 A2 wird ein Verfahren zur Herstellung gesinterter Teile beschrieben, bei dem eine Zusammensetzung aus einem organischen Binder und Metallpulver in einem Einspritzverfahren bei Temperaturen von 150 bis 250°C und Einspritzgeschwindigkeiten von 150 bis 250 mm/sec zu Teilen geformt wird.

Die EP 0 041 866 A1 offenbart ein Verfahren zur Herstellung poröser Nickelkörper, bei dem ein mit geringen Mengen Graphit vermengtes Nickelpulver in wässriger Lösung dispergiert, getrocknet und in reduzierender Atmosphäre bei Temperaturen von 750 bis 1050 °C gesintert wird.

In der EP 0 177 949 A2 wird ein Verfahren zur Herstellung gepreßter Pulverkörper beschrieben, bei dem zumindest zwei verschiedene ultrafeine Pulver in einem Trägergas vermischt werden und das resultierende Gas-Pulver-Gemisch gegen eine Oberfläche gesprührt wird. Das durch den Sprühdruck agglomerierte Pulver kann dann ohne oder bei geringer Temperatureinwirkung unter inerter Atmosphäre oder in evakuiertem Zustand zu Körpern verpresst werden.

Allen bekannten Verfahren ist gemeinsam, daß die Formgebung der zu sinternden Körper bei nicht oder nur geringfügig erhöhter Temperatur stattfindet. Es wird also kaltes Rohmaterial verwendet und erst nach dem Formgebungsprozeß eventuell gepreßt und dann unter erneuter Zufuhr von Wärmeenergie gesintert.

Bei der Herstellung von Metallpulvern, insbesondere aus der Reduktion von Metalloxiden, sind erhebliche Energiemengen erforderlich, die größtenteils zur Reduktionsarbeit benötigt werden. Ein Teil der Wärmeenergie geht beim Abkühlen des Metallpulvers vor der weiteren Verarbeitung verloren. Im weiteren Formgebungsprozeß muß dann erneut Energie zugeführt werden, um eventuell einen Binder zu entfernen und um letztlich die geformten Teile zu sintern.

Beim Abkühlen des reduzierten Metallpulvers können, abhängig von der Art der Metalle, Gefügeumwandlungen auftreten. Beim Sintern der aus den Metallpulvern geformten Teile sind die angewandten Temperaturen in der Regel aber zu niedrig und die Einwirkzeit zu kurz, um eine erneute Rückumwandlung der Gefügestruktur zu bewirken. Diese unerwünschte Gefügestruktur kann aber der weiteren Verwendbarkeit des gesinterten Körpers für den jeweiligen Verwendungszweck entgegenstehen oder sogar für den gewünschten Gebrauch völlig ungeeignet machen.

Die Aufgabe der gegenständlichen Erfindung ist es daher, ein Verfahren zu schaffen, bei dem die Energieverluste aus dem Herstellungsprozeß der Metallpulver verringert werden und bei dem das Auftreten unerwünschter Gefügeumwandlungen verhindert wird.

Die Lösung dieser Aufgabe ist erfindungsgemäß dadurch gekennzeichnet, daß das aus der Wirbelschichtreaktion kommende heiße Metallpulver direkt in heißem Zustand in Formen eingetragen wird, wobei die Temperatur des Metallpulvers zumindest 80 % der Reduktionstemperatur beträgt.

Das mittels eines Reduktionsgases in einer Wirbelschichtreaktion aus Metalloxiden gewonnene Metallpulver wird heiß ausgetragen. In diesem heißen Zustand wird das Metallpulver in die gewünschten Formen eingebracht, wo es sintert und sich ein kompaktes Formstück bildet. Es wird dabei der aus dem Reduktionsprozeß vorhandene Wärmeinhalt des Metallpulvers direkt für das Sintern ausgenutzt, woraus eine beträchtliche Energieeinsparung resultiert. Zusätzlich kann durch die Auswahl einer geeigneten Abkühlrate der gesinterten Körper sichergestellt werden, daß die gewünschte Kristall- bzw. Gefügestruktur erhalten bleibt bzw. gebildet wird. Es wird also zusätzlich ein besserer Sinterkörper hergestellt, als er aus einem bereits einmal erkalteten Metallpulver ohne zusätzliche Maßnahmen wie z.B. Temperiern herstellbar ist.

Wenn die Reduktion der Metalloxide bei geringen Drücken erfolgt, also beispielsweise unterhalb atmosphärischen Drucks, ist es zweckmäßig, das heiße Metallpulver zusätzlich mit einem heißen Gas zu beaufschlagen, um eine ausreichend große Geschwindigkeit der Metallpartikel zu gewährleisten. Das heiße Gas kann dabei in Bezug auf Redoxreaktionen der Metallpartikel inert sein oder reduzierend wirken.

Wenn die Reduktion der Metalloxide bei hohen Drücken erfolgt, wird das heiße Metallpulver vorteilhafterweise mittels des reduzierenden Fluidisierungsgases aus der Wirbelschichtreaktion in die Formen eingebracht. Eine ausreichend große Geschwindigkeit der Metallpartikel ist erforderlich, damit das heiße Metallpulver beim Eintrag in die Formen ausreichend verdichtet wird.

Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren kann der Eintrag heißen Metallpulvers in Formen sowohl kontinuierlich als auch diskontinuierlich erfolgen. Bei diskontinuierlichem Eintrag werden also diskrete Formkörper, bzw. Halbzeuge produziert, während bei kontinuierlichem Eintrag ein in eine Richtung "unendlich" ausgedehnter Körper gebildet, der blech-, stangen- oder brammenähnlich sein kann.

Die Geschwindigkeit der Metallpartikel beim Eintrag in Formen soll ausreichend groß sein, damit das Metallpulver, noch bevor es zusammensintert, soweit verdichtet wird, daß ein

zwischengeschalteter Preßvorgang unnötig wird. Um dies zu gewährleisten beträgt die Geschwindigkeit der heißen Metallpartikel bevorzugt 5 bis 50 m/sec. Als besonders geeignet haben sich Geschwindigkeiten zwischen 8 und 20 m/sec erwiesen.

Ein weiterer wichtiger Parameter ist die Partikelgröße. Die Metallpartikel sollen nicht zu groß sein, damit ein homogener Sinterkörper hergestellt werden kann. Darüberhinaus soll aufgrund der statistisch verteilten Ausrichtung der Metallpartikel die Gefügestruktur des Sinterkörpers anisotrop, d.h. in alle Raumrichtungen gleich, sein. Der Sinterkörper soll nicht nur räumlich homogen sein, also keine Löcher, Risse, etc. aufweisen, sondern es sollen auch, falls Mischungen verschiedener Metalle eingesetzt werden, die unterschiedlichen Legierungsbestandteile homogen und möglichst fein vermengt sein.

Es hat sich gezeigt, daß die obigen Anforderungen erfüllt werden, wenn der Durchmesser der Metalloxidpartikel 200 μm nicht überschreitet, wobei ein Durchmesser der Metalloxidpartikel von kleiner als 150 μm bevorzugt wird.

Die Temperatur der heißen Metallpartikel soll so groß sein, daß die Korngrenzen der Partikel erweichen und diese sich mit benachbarten Partikeln verbinden können. Die bevorzugte Temperatur des heißen Metallpulvers beim Eintrag in die Formen beträgt 650 bis 1050 °C. Bei darunterliegenden Temperaturen sind die Korngrenzen der Partikel nicht genügend erweicht, bzw. ist dann der Druck des Gases mit dem in die Formen eingetragen wird, nicht groß genug um das Zusammenbacken der Partikel zu gewährleisten. Bei höheren Temperaturen sind die Metallpartikel teilweise durchgeschmolzen, wodurch sich beim Abkühlen eine bevorzugte Kristallisationsrichtung ausbilden kann. Dies würde der geforderten Anisotropie des Sinterkörpers entgegenstehen. Ein besonders bevorzugter Temperaturbereich beim Eintrag des heißen Metallpulvers in die Formen beträgt 700 bis 900 °C.

Für das erfindungsgemäße Verfahren sind alle Metalloxide oder Mischungen solcher Metalloxide einsetzbar, die durch ein reduzierendes Gas im angegebenen Temperaturbereich zu den Metallen reduzierbar sind.

Insbesondere werden beim erfindungsgemäßen Verfahren die Oxide der Metalle der Eisengruppe, sowie Nickel, Kobalt, Chrom und Kupfer verwendet. Dadurch sind Sinterkörper aus einem weiten Bereich technisch wertvoller "Legierungen" mit besonders vorteilhaften Eigenschaften herstellbar.

Hochreine natürliche Feinerze werden durch geeignete Maßnahmen mittels bekannter Verfahren, beispielsweise durch Flotation, noch weiter aufbereitet, um dadurch die Gangart zu entfernen. Dieses oxidische Material wird in einem Wirbelschichtreaktor mit einem reduzierenden Gas behandelt. Das sich bildende Metallpulver wird aus der Wirbelschicht mittels des fluidisierenden Reduktionsgases in die vorgelegten Formen ausgetragen, wo sich gesinterte, kompakte Formkörper bilden. Die gebildeten Formkörper oder Halbzeuge können vorteilhafterweise in einem weiteren Formgebungsschritt wie beispielsweise Walzen nachbearbeitet werden.

Herstellung eines Formkörpers aus der Reduktion von Eisenoxiden:

Reduzierendes Gas (in Vol.-%):

Wasserstoff	H ₂	60
Kohlenmonoxid	CO	10
Methan	CH ₄	25
Stickstoff	N ₂	5

Reduktionstemperatur 850 °C (= Temperatur beim Eintrag in Formen)

Druck im Reaktor 12 bar

Austragsgeschwindigkeit
aus dem Reaktor in die
Formen 10 - 13 m/sec

Teilchendurchmesser < 150 µm

Ansprüche

1. Verfahren zur Herstellung metallischer Körper durch Sintern von metallische Bestandteile enthaltendem Pulver, wobei das Metallpulver in einer Wirbelschichtreaktion mittels eines reduzierenden Fluidisierungsgases aus Metalloxiden gewonnen wird, **dadurch gekennzeichnet, daß** das aus der Wirbelschichtreaktion kommende heiße Metallpulver direkt in heißem Zustand mittels eines unter erhöhtem Druck stehenden Gases in Formen eingetragen wird, wobei die Temperatur des Metallpulvers zumindest 80 % der Reduktionstemperatur beträgt.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, daß** das heiße Metallpulver mittels des reduzierenden Fluidisierungsgases in Formen eingetragen wird.
3. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet, daß** zur Herstellung einzelner Körper der Eintrag des heißen Metallpulvers in Formen diskontinuierlich erfolgt.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet, daß** zur Herstellung von Körpern, welche ein großes Seitenverhältnis von Länge zu Breite aufweisen, beispielsweise Bleche, Brammen oder Stangen, der Eintrag des heißen Metallpulvers in Formen kontinuierlich erfolgt.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Geschwindigkeit der Partikel des Metallpulvers beim Eintrag in die Formen 5 - 50 m/sec, bevorzugt 8 - 20 m/sec beträgt.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet, daß** der Durchmesser der Metalloxidpartikel vor dem Reduktionsschritt kleiner als 200 µm, bevorzugt kleiner als 150 µm ist.
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Temperatur des heißen Metallpulvers beim Eintrag in die Formen 650 - 1050 °C, bevorzugt 700 - 900 °C beträgt.

8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, **dadurch gekennzeichnet, daß** die heißen Metallpartikel aus Metallen oder Mischungen solcher Metalle bestehen, deren Oxide durch ein reduzierendes Gas reduzierbar sind, wobei die Metalloxide aus der Gruppe der Oxide der Metalle der Eisengruppe, sowie Nickel, Kobalt, Chrom und Kupfer ausgewählt werden.



ÖSTERREICHISCHES PATENTAMT

AT 003 497 U1

A-1014 Wien, Kohlmarkt 8-10, Postfach 95

TEL. +43/(0)1/53424; FAX +43/(0)1/53424-535; TELEX 136847 OEPA A
Postscheckkonto Nr. 5.160.000; UID-Nr. ATU38266407; DVR: 0078018

RECHERCHENBERICHT

zu 10 GM 8090/99

Ihr Zeichen: A 400221 AT

Klassifikation des Antragsgegenstandes gemäß IPC⁶: B 22 F 1/00; B 22 F 3/00

Recherchierter Prüfstoff (Klassifikation): B 22 D; B 22 F

Konsultierte Online-Datenbank: WPI

Die nachstehend genannten Druckschriften können in der Bibliothek des Österreichischen Patentamtes während der Öffnungszeiten (Montag bis Freitag von 8 - 12 Uhr 30, Dienstag 8 bis 15 Uhr) unentgeltlich eingesehen werden. Bei der von der Hochschülerschaft TU Wien Wirtschaftsbetriebe GmbH im Patentamt betriebenen Kopierstelle können schriftlich (auch per Fax. Nr. 01 / 533 05 54) oder telefonisch (Tel. Nr. 01 / 534 24 - 153) Kopien der ermittelten Veröffentlichungen bestellt werden.

Auf Anfrage gibt das Patentamt Teilrechtsfähigkeit (TRF) gegen Entgelt zu den im Recherchenbericht genannten Patentdokumenten allfällige veröffentlichte „Patentfamilien“ (denselben Gegenstand betreffende Patentveröffentlichungen in anderen Ländern, die über eine gemeinsame Prioritätsanmeldung zusammenhängen) bekannt. Diesbezügliche Auskünfte erhalten Sie unter der Telefonnummer 01 / 534 24 - 132.

Kategorie	Bezeichnung der Veröffentlichung (Ländercode, Veröffentlichungsnummer, Dokumentart (Anmelder), Veröffentlichungsdatum, Textstelle oder Figur (soweit erforderlich))	Betreffend Anspruch
A	<u>US 3 932 760 A</u> (INOUE) 13. Jänner 1976 (13.01.76) *Fig. 7*	1,2,3
A	<u>EP 232 246 A2</u> (VÖEST) 12. August 1987 (12.08.87) *Ansprüche 1 bis 8*	1,2,3
A	<u>EP 289 116 A1</u> (WESTINGHOUSE) 2. November 1988 (02.11.88) *Fig. 1,2; Ansprüche 35,36*	1

Fortsetzung siehe Folgeblatt

Kategorien der angeführten Dokumente (dient in Anlehnung an die Kategorien bei EP- bzw. PCT-Recherchenberichten nur zur raschen Einordnung des ermittelten Stands der Technik, stellt keine Beurteilung der Erfindungseigenschaft dar):

„A“ Veröffentlichung, die den **allgemeinen Stand der Technik** definiert.

„Y“ Veröffentlichung von Bedeutung, die Erfindung kann nicht als neu (bzw. 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 den Fachmann naheliegend** ist.

„X“ Veröffentlichung von **besonderer Bedeutung**; die Erfindung kann allein aufgrund dieser Druckschrift nicht als neu (bzw. auf erfinderischer Tätigkeit beruhend) angesehen werden.

„P“ zwischenveröffentlichtes Dokument von **besonderer Bedeutung (älteres Recht)**

„&“ Veröffentlichung, die Mitglied derselben **Patentfamilie** ist.

Ländercodes:

AT = Österreich; AU = Australien; CA = Kanada; CH = Schweiz; DD = ehem. DDR; DE = Deutschland;
EP = Europäisches Patentamt; FR = Frankreich; GB = Vereinigtes Königreich (UK); JP = Japan;
RU = Russische Föderation; SU = ehem. Sowjetunion; US = Vereinigte Staaten von Amerika (USA);
WO = Veröffentlichung gem. PCT (WIPO/OMPI); weitere siehe WIPO-Appl. Codes

Datum der Beendigung der Recherche: 9. Dezember 1999

Prüfer: Dipl. Ing. Rieder