

(19)



(11)

EP 2 044 230 B1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:
03.11.2010 Patentblatt 2010/44

(51) Int Cl.:
C22C 1/08 (2006.01) B22D 25/00 (2006.01)

(21) Anmeldenummer: **07785573.2**

(86) Internationale Anmeldenummer:
PCT/DE2007/001140

(22) Anmeldetag: **27.06.2007**

(87) Internationale Veröffentlichungsnummer:
WO 2008/003290 (10.01.2008 Gazette 2008/02)

(54) VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON METALLSCHÄUMEN

METHOD FOR THE PRODUCTION OF METAL FOAMS

PROCÉDÉ DE FABRICATION DE MOUSSES MÉTALLIQUES

(84) Benannte Vertragsstaaten:
AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR HU IE IS IT LI LT LU LV MC MT NL PL PT RO SE SI SK TR

- **VINOD KUMAR, Goarke, Sanjeeviah**
Hyderabad 500 059 (IN)
- **BANHART, John**
14532 Klein-Machnow (DE)
- **MURTY, Budaraju, Srinivasa**
Chennai 600 036 (IN)

(30) Priorität: **03.07.2006 DE 102006031213**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
08.04.2009 Patentblatt 2009/15

(74) Vertreter: **Rudolph, Margit**
Helmholtz-Zentrum Berlin für Materialien
Und Energie GmbH
Drittmittelmanagement/Patente
Glienicker Strasse 100
14109 Berlin (DE)

(73) Patentinhaber: **Helmholtz-Zentrum Berlin für**
Materialien
und Energie GmbH
14109 Berlin (DE)

(72) Erfinder:
• **BABCSÁN, Norbert**
H-3530 Miskolc (HU)

(56) Entgegenhaltungen:
GB-A- 2 171 723 GB-A- 2 259 308
US-A- 4 713 277 US-A- 5 112 697
US-A1- 2004 163 492

EP 2 044 230 B1

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents im Europäischen Patentblatt kann jedermann nach Maßgabe der Ausführungsordnung beim Europäischen Patentamt gegen dieses Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist. (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Metallschäumen mit stabilisierenden Teilchen.

[0002] Metallschäume sind als Werkstoff wegen ihrer möglichen Kombinationen unterschiedlicher Eigenschaften von großem Interesse.

[0003] So sind Metallschäume einerseits sehr leicht, weisen andererseits eine hohe Steifigkeit und nennenswerte Festigkeit auf. Sie können z. B. eingesetzt werden zur Wärmedämmung, Geräusch- und Vibrationsdämpfung oder als Stauchelement.

[0004] Zur Herstellung solcher Metallschäume sind unterschiedliche Verfahren bekannt, z. B. das direkte Aufschäumen von Schmelzen mittels Gasinjektion bzw. durch Zugabe von Schäummitteln oder das Aufschäumen fester Ausgangsstoffe.

[0005] Beispielsweise wird zur Herstellung von Stahlschaum aus Stahlpulver, Wasser und einem Stabilisator bei Raumtemperatur ein Schlicker hergestellt. Dieser Mischung wird Phosphorsäure als Binde- und Treibmittel zugegeben. Im Schlicker finden dann zwei Reaktionen statt, die zur Bildung einer stabilen Schaumstruktur führen. Zum einen entstehen, bei der Reaktion zwischen Stahlpulver und Säure Wasserstoffgasbläschen, die ein Aufschäumen bewirken. Zum anderen bildet sich ein Metallphosphat, das durch seine Klebewirkung die Porenstruktur verfestigt. Der so hergestellte Schaum wird getrocknet und anschließend schadstofffrei zum metallischen Verbund gesintert.

[0006] Ein schmelzmetallurgisches Verfahren wird beispielsweise in der EP 1 288 320 A2 beschrieben, indem Gasblasen in eine Schmelze eingebracht werden. Die Größe der Blasen wird dabei durch die Einstellung der Einstromparameter des Gases gesteuert.

[0007] In der EP 1 419 835 A1 wird ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Herstellung von fließfähigem Metallschaum mit einer monomodalen Verteilung der Abmessungen der Hohlräume vorgestellt, denen ebenfalls ein schmelzmetallurgisches Verfahren zu Grunde liegt. Dabei ragen mindestens zwei benachbarte gleichartig dimensionierte Eintragsrohre mit einem definierten Abstand zueinander in ein Gefäß mit einer schäumbaren Metallschmelze hinein. In den Bereichen der einragenden Rohrenden werden jeweils Blasen gebildet, wobei unter Aneinanderlegen von Bereichen der Blasenoberflächen und unter Ausformung von Partikel enthaltenden Zwischenwänden eine zusammenhängende Schaumformation gebildet wird.

[0008] Nachteilig ist bei diesen schmelzmetallurgischen Verfahren, dass eine Metallschmelze in reinem Zustand nicht aufschäumbar ist. Zum Zweck der Erzielung einer Aufschäumbarkeit muss vor einer Durchführung des Aufschäumens die Schmelze mit einem viskositätssteigernden Mittel, beispielsweise einem Inertgas (GB 1,287,994) oder mit Keramikpartikel (EP 0 666 784 B) versetzt werden. Nur der an der Schmelzoberfläche angesammelte Metallschaum ist stabil. Dies ist zwar für

eine formgebende Verarbeitung des Metallschaumes günstig, kann aber in Folge mangelnder Stabilisierung der metallischen Wände zu einem partiellen Zusammenfallen des gebildeten Metallschaumes und damit zu einer unkontrollierbaren Ausbildung dichter Zonen im Inneren eines so erstellten Gegenstandes führen. Ferner kann ein Teil der gebildeten Blasen bzw. des gelösten Gases während der Erstarrung einer Schmelze aus dieser austreten, so dass ein Einschluss des freigesetzten Gases in der Schmelze nicht erfolgt und folglich die Porosität der mit diesem Verfahren erstellten Gegenstände gering ist.

[0009] Ein pulvermetallurgisches Verfahren zur Herstellung poröser Metallkörper wird in DE 101 15 230 C2 vorgestellt, bei dem eine Mischung, die ein pulverförmiges metallisches Material, welches mindestens ein Metall und/oder eine Metalllegierung sowie ein gasabspaltendes treibmittelhaltiges Pulver enthält, zu einem Halbzeug kompaktiert wird. Dieses Halbzeug wird unter Temperatureinwirkung aufgeschäumt, wobei ein treibmittelhaltiges Pulver verwendet wird, bei dem die Temperatur der maximalen Zersetzung weniger als 120 K unter der Schmelztemperatur des Metalls oder der Solidustemperatur der Metalllegierung liegt.

[0010] In WO 2005/011901 A1 wird vorgeschlagen, dass zur Herstellung von Metallteilen mit innerer Porosität zuerst ein schäumbares Halbzeug, bestehend aus Metall und mindestens einem bei erhöhter Temperatur Gas abgebenden Treibmittel, hergestellt wird. Das schäumbare Halbzeug enthält eine im Wesentlichen geschlossene Matrix, in welcher Treibmittelteilchen eingelagert sind. Eine gesteigerte Güte eines erstellten Metallschaumkörpers soll mit einem Halbzeug erreicht werden, bei welchem die Treibmittelteilchen einschließende Metallmatrix durch Diffusions- und/oder Press-Schweißung von Metallpartikeln gebildet wird.

[0011] Ein weiteres Verfahren zur Herstellung von Metallschaumkörpern ist in WO 2004/063406 A2 beschrieben. Dieses Verfahren kann als pulvermetallurgisches oder auch als schmelzmetallurgisches Verfahren angewendet werden. Bei dieser Lösung wird beim Aufschmelzen eines Einsatzmaterials unter Atmosphärendruck in einem offenen Schmelzgefäß ohne Überdruckvorrichtungen und einem gleichzeitigen und/oder darauf folgenden Einbringen von Gas in die flüssige Phase des Einsatzmaterials, durch eingebrachte Treibmittel oder durch Gaseinbringung, eine ausreichende Gasbeaufschlagung der Schmelze erreicht, um bei der Erstarrung derselben die Ausbildung eines Metallschaumkörpers geringer Dichte bewirken zu können.

[0012] In JP 01-127631 (Abstract) wird ebenfalls ein Verfahren beschrieben, bei dem analog zur vorgenannten Lösung unter atmosphärischem Druck Wasserstoff, Stickstoff, Sauerstoff in das flüssige Metall eingebracht wird oder Treibmittelpartikel, wie Nitrid, Hydrid oder Oxid, durch thermisches Cracken Gas in die Schmelze abgeben. Das mit Gas versetzte flüssige Metall wird in ein Formwerkzeug gegeben und über einen gewissen Zeit-

raum unter verringertem Druck, bei 53,320 bis 101,308 kPa gehalten.

[0013] Um die Stabilität der Metallschäume zu erhöhen, wurde in US 3,816,952 ein Verfahren beschrieben, bei dem die Viskosität der Schmelze durch direkte Oxi-
5 dation erhöht wird, was auf die Blasenbildung zurückzuführen ist.

[0014] In US 4,713,277 wird ein Verfahren zur Herstellung eines Metallschaumes mit einem spezifischen Gewicht von 0,2 bis 0,8 und gleichmäßig verteilten polygo-
10 nalen Hohlräumen von durchschnittlich 2 bis 10 mm Größe beschrieben, bei dem zunächst die Ausgangsstoffe für die Metallschmelze (Al oder Legierungen hiervon) sowie Ca als Bindemittel (zwecks Erhöhung der Viskosität) gemischt und auf Schmelztemperatur erhitzt werden, anschließend ein Aufschäumer, Titanhydrid mit 1 bis 3 Gew.-%, an Luft beigemischt wird.

[0015] Ein Verfahren zur Herstellung stabilisierter Metallschäume ist in US 5,112,697 veröffentlicht. Hierbei werden dem Ausgangsmaterial für die Metallmatrix feste stabilisierende Teilchen zugegeben, gemischt und auf eine Temperatur größer der Liquidustemperatur der Metallmatrix erhitzt. Anschließend wird dem Gemisch Gas
20 zugeführt und das Gemisch abgekühlt. Die stabilisierenden Teilchen sind dann in die Metallmatrix eingebaut. In dem US-Patent wird auf die richtige Auswahl dieser festen stabilisierenden Teilchen hingewiesen, da diese ihre Form und ihre Identität durch Auflösung im Metall oder chemische Kombination mit dem Metall verlieren können. Als mögliche Materialien für diese stabilisierenden Teilchen werden genannt: Metalloxide, Karbide, Nitride oder Boride, insbesondere Al, TiB₂, Zr, SiC, SiN, die zu < 25 %, vorzugsweise 5 bis 15 %, im Metallschaum enthalten sind. Die Größe der Partikel wird mit 0,1 bis 100 µm angegeben. Es wird darauf hingewiesen, dass die richtige Größenauswahl wichtig ist, da zu kleine Teilchen sich nur sehr schwer mischen lassen. Zu große Teilchen schlagen sich dagegen nieder. Ist der Volumenanteil dieser stabilisierenden Teilchen zu niedrig, ist die Schaumstabilität zu schwach, bei zu großem Volumenanteil ist die Viskosität zu hoch. Mit dem beschriebenen Verfahren wird ein Metallschaumstoff hergestellt, der typische Zellgrößen von 250 µm bis 50 mm aufweist.

[0016] Derartige Metallschäume, die µm-große stabilisierende Partikel in ihrer Metallmatrix enthalten, sind spröde und lassen sich nur schwer mit einer Säge sauber schneiden. Außerdem sind die Ausgangsstoffe sehr teuer und es ist eine große Menge dieser Teilchen notwendig, um eine gute Stabilität zu erreichen.

[0017] Aufgabe der Erfindung ist es, ein weiteres Verfahren zur Herstellung von Metallschäumen, aufweisend stabilisierende-Teilchen, anzugeben, insbesondere soll die Menge der notwendiger Weise eingesetzten stabilisierenden Teilchen verringert werden und die hergestellten Metallschäume sollen einfacher bearbeitbar sein.

[0018] Die Aufgabe wird für ein Verfahren der eingangs genannten Art dadurch gelöst, dass die stabilisierenden Teilchen bei der Herstellung des schäumbaren

Ausgangsstoffes in einer in situ-Reaktion von geschmolzenen reaktiven Flüssigkeiten und einer Metallschmelze erzeugt werden, wobei der Metallschmelze die Bestandteile der zu erzeugenden submikroskopischen Partikel oder Nanopartikel mindestens als Fluoridsalz hinzugegeben, anschließend gemischt und über die Schmelztemperatur der Mischungsbestandteile erhitzt wird.

[0019] Die erfindungsgemäße Lösung, bei der die stabilisierenden submikroskopischen Partikel oder Nanopartikel während der Herstellung des schäumbaren Ausgangsstoffes mittels einer in situ-Reaktion erzeugt werden, ermöglicht die Bereitstellung und das Zusammenwirken solcher Elemente, die für die Bildung einer Grenzflächenschicht zwischen der Schmelze und den stabilisierenden Teilchen mit einem Kontaktwinkel von 10 bis 100 grd, vorzugsweise von 60 bis 80 grd notwendig sind. Wie sich überraschenderweise herausgestellt hat, ist dieser Winkel wesentlich für die Ausbildung von Metallschäumen gemäß der erfindungsgemäßen Lösung und abhängig von den verwendeten Legierungen und auch wesentlich für die Kornfeinung (grain refining) beim Erstarren.

[0020] Bei den mit dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellten Metallschäumen braucht zur Erzielung der gleichen Stabilisierung im Vergleich zum Stand der Technik bekannter Metallschäume weniger Material eingesetzt zu werden, da die in einem in situ-Schritt hergestellten stabilisierenden Teilchen eine größere spezifische Oberfläche aufweisen. Die so hergestellten Metallschäume sind weniger spröde, da ihre Metallmatrix bessere mechanische Eigenschaften aufweist, und lassen sich einfacher bearbeiten.

[0021] In Ausführungsformen der Erfindung ist vorgesehen, dass als Fluoridsalz K_xAF_y verwendet wird, wobei A ein Element aus Ti, B, Zr, Nb, V, W, Ta oder Ce ist, vorzugsweise K₂TiF₆ oder KBF₄ verwendet wird oder beide Salze als Mischung verwendet werden.

[0022] In einer anderen Ausführungsform wird zusätzlich zum Fluoridsalz ein weiterer Bestandteil der in der in situ-Reaktion zu erzeugenden stabilisierenden Teilchen, beispielsweise Kohlenstoff in Form von Graphit, hinzugegeben.

[0023] Als Metall für die Schmelze wird Aluminium oder eine Aluminiumlegierung verwendet.

[0024] In einer anderen Ausführungsform werden nach der Erzeugung des schäumbaren Ausgangsstoffes, der die stabilisierenden Teilchen enthält, zunächst alle unerwünschten Bestandteile entfernt, danach wird der Ausgangsstoff auf 700 °C abgekühlt und zum Aufschäumen desselben pulverförmiges Metallhydrid, vorzugsweise TiH₂, von 1 bis 3 Gew.% als aufschäumendes Mittel bei 700 °C zugegeben.

[0025] Zum Aufschäumen können aber auch reaktive Gase verwendet werden, beispielsweise CH₄, NH₃ und O₂, vorzugsweise O₂ in einer Konzentration von 0,1 bis 10 vol.%, insbesondere von 1 bis 2 vol.%. Hierbei wird die Stabilität des Metallschaumes positiv beeinflusst. Die Temperatur beträgt hierbei 600 bis 1.000 °C, vorzugs-

weise 700 °C.

[0026] Das Aufschäumen des Ausgangsstoffes kann auch nach anderen dem Stand der Technik bekannten Verfahren, beispielsweise mittels einer Gasinjektion direkt in die Schmelze, durchgeführt werden.

[0027] Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren lassen sich Metallschäume herstellen, die stabilisierende Teilchen in einer Metallmatrix aufweisen, wobei die stabilisierenden Teilchen weniger als 10 vol.% in der Metallmatrix enthalten sind. Diese stabilisierenden Teilchen weisen eine Größe kleiner 1 µm auf und sind in einem Kontaktwinkel von 10 bis 100°, vorzugsweise 60 bis 80°, angeordnet. Die Metallmatrix ist gebildet aus gleichmäßig angeordneten polygonalen geschlossenen Zellen mit einem durchschnittlichen Durchmesser von 2 bis 10 mm. Der mit dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellte Metallschaum weist eine Porosität von mindestens 75 % auf.

[0028] In Ausführungsformen ist vorgesehen, die Metallmatrix aus einem der Elemente Al, Fe, Ti oder Cr zu bilden. Die stabilisierenden Teilchen enthalten Ti oder B oder Zr oder Nb oder V oder W oder Ta oder Ce oder C oder Al in Verbindung mit einem zweiten Element dieser Gruppe und sind vorzugsweise aus TiC oder AlB₂ oder TiB₂ gebildet.

[0029] Die Erfindung soll in folgenden Ausführungsbeispielen näher beschrieben werden.

[0030] Die Figuren zeigen:

Fig. 1 eine SEM-Aufnahme einer geschnittenen Al-Schaum-Zelle, deren Oberfläche mit TiC-Teilchen bedeckt ist;

Fig. 2 eine Röntgenaufnahme desselben Al-Schaumes.

Ausführungsbeispiel 1

[0031] Zunächst wird Aluminium bei 1.200 °C geschmolzen. Dieser Schmelze wird anschließend zur Erzeugung der stabilisierenden Teilchen eine Mischung von Graphit und K₂TiF₆ zugegeben und vermischt. Nach der Reaktion werden unerwünschte Bestandteile bis auf das Al-TiC-Gemisch entfernt. Dieses Schmelzgemisch wird auf 700 °C abgekühlt und weiter verarbeitet, d.h. aufgeschäumt. Dies kann beispielsweise durch Zugabe von 1,6 Gew.% pulverförmigen TiH₂ geschehen, die Temperatur wird dann bei 700 °C über eine Dauer von 50 s gehalten. Nun erfolgt über eine Dauer von ca. 100 s ein Mischprozess. Dabei entsteht homogen aufgeschäumtes Aluminium mit einer Porosität von ca. 75 %, das als stabilisierende Teilchen TiC in einer Konzentration von 6 vol.% und einer Größe von kleiner 1 µm enthält.

[0032] Fig. 1 zeigt eine SEM-Aufnahme eines Schnittes durch eine Zelle des Al-Schaums, auf deren Oberfläche, d.h. auf ihrer Zellwand, die TiC-Teilchen sehr gut in ihrer dichten und relativ homogenen Anordnung erkennbar sind. In der in Fig. 2 gezeigten Röntgenaufnahme ist die gesamte Probe desselben Al-Schaums mit TiC-Par-

tikeln abgebildet. Der Durchmesser dieser Probe beträgt 40 mm.

Ausführungsbeispiel 2

[0033] Einer bei 800 °C erzeugten Al-Schmelze wird ein Gemisch aus KBF₄ und K₂TiF₆ zugegeben und vermischt. Nach der Reaktion werden wieder die unerwünschten Bestandteile bis auf das Al-TiB₂-Gemisch entfernt. Abkühl- und Aufschäumprozess erfolgt wie in Ausführungsbeispiel 1. Der so hergestellte Al-Schaum mit einer Porosität von ca. 75 % enthält TiB₂-Teilchen in einer Konzentration von 4 vol.% und einer Größe von kleiner 1 µm.

Ausführungsbeispiel 3

[0034] Al wird bei 800 °C geschmolzen. Dieser Schmelze wird KBF₄ zugegeben und erneut gemischt. Nach Entfernen der unerwünschten Bestandteile nach der Reaktion wird das Al-AlB₂-Gemisch - wie beschrieben - abgekühlt und aufgeschäumt. Ergebnis dieses Prozesses ist wiederum ein Al-Schaum mit einer Porosität von ca. 75 %, dessen stabilisierende Teilchen hier aus AlB₂ gebildet sind und in einer Konzentration von 4,3 vol.% im Schaum enthalten sind.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Metallschäumen mit stabilisierenden Teilchen in der Metallmatrix, mit mindestens den Verfahrensschritten Herstellen eines schäumbaren Ausgangsstoffes und Aufschäumen dieses Ausgangsstoffes,
dadurch gekennzeichnet, dass die stabilisierenden Teilchen bei der Herstellung des schäumbaren Ausgangsstoffes in einer in situ-Reaktion von geschmolzenen reaktiven Flüssigkeiten und einer Metallschmelze erzeugt werden, wobei der Metallschmelze die Bestandteile der zu erzeugenden submikroskopischen Partikel oder Nanopartikel mindestens als Fluoridsalz hinzugegeben, anschließend gemischt und über die Schmelztemperatur der Mischungsbestandteile erhitzt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1,
dadurch gekennzeichnet, dass als Fluoridsalz K_xAF_y verwendet wird, wobei A ein Element aus Ti, B, Zr, Nb, V, W, Ta oder Ce ist.
3. Verfahren nach Anspruch 2,
dadurch gekennzeichnet, dass als Fluoridsalz K₂TiF₆ oder KBF₄ verwendet wird oder beide Salze als Mischung verwendet werden.
4. Verfahren nach Anspruch 1,
dadurch gekennzeichnet, dass

zusätzlich zum Fluoridsalz ein weiterer Bestandteil der in der in situ-Reaktion zu erzeugenden stabilisierenden Teilchen hinzugegeben wird.

5. Verfahren nach Anspruch 4,
dadurch gekennzeichnet, dass
als weiterer Bestandteil Kohlenstoff, vorzugsweise in Form von Graphit, verwendet wird.
6. Verfahren nach Anspruch 1,
dadurch gekennzeichnet, dass
als Metall für die Schmelze Aluminium oder eine Aluminiumlegierung verwendet wird.
7. Verfahren nach Anspruch 1,
dadurch gekennzeichnet, dass
für die Bildung der Metallmatrix Eisen oder Titan oder Chrom verwendet wird.
8. Verfahren nach Anspruch 1,
dadurch gekennzeichnet, dass
der Schmelze nach in-situ-Erzeugung der stabilisierenden Teilchen zum Aufschäumen des Ausgangsstoffes pulverförmiges Metallhydrid von 1 bis 3 Gew. % als aufschäumendes Mittel bei 700 °C zugegeben und die Schmelze aufgeschäumt wird.
9. Verfahren nach Anspruch 8,
dadurch gekennzeichnet, dass
als Metallhydrid TiH_2 verwendet wird.
10. Verfahren nach Anspruch 1,
dadurch gekennzeichnet, dass
zum Aufschäumen des Ausgangsstoffes ein reaktives Gas durch die Schmelze geführt wird.
11. Verfahren nach Anspruch 10,
dadurch gekennzeichnet, dass
das reaktive-Gas ausgewählt wird aus CH_4 , NH_3 oder O_2 .
12. Verfahren nach Anspruch 11,
dadurch gekennzeichnet, dass
 O_2 in einer Konzentration von 0,1 bis 10 vol.% verwendet wird.
13. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 12,
dadurch gekennzeichnet, dass
als Metall für die Schmelze Aluminium verwendet, dieses bei Temperaturen zwischen 1.150 °C und 1.250 °C geschmolzen wird, anschließend der Schmelze eine Mischung aus Graphit und K_2TiF_6 zugegeben und vermischt wird und danach alle Bestandteile außer der Al-TiC-Schmelze entfernt werden, diese auf 700 °C abgekühlt und aufgeschäumt wird.
14. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 12,

dadurch gekennzeichnet, dass

als Metall für die Schmelze Aluminium verwendet, dieses bei Temperaturen zwischen 750 °C und 850 °C geschmolzen wird, anschließend der Schmelze eine Mischung aus KBF_4 und K_2TiF_6 zugegeben und vermischt wird und danach alle Bestandteile außer der Al-TiB₂-Schmelze entfernt werden, diese auf 700 °C abgekühlt und aufgeschäumt wird.

15. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 12,
dadurch gekennzeichnet, dass
als Metall für die Schmelze Aluminium verwendet, dieses bei Temperaturen zwischen 750 °C und 850 °C geschmolzen wird, anschließend der Schmelze KBF_4 zugegeben und vermischt wird und danach alle Bestandteile außer der Al-AlB₂-Schmelze entfernt werden, diese auf 700 °C abgekühlt und aufgeschäumt wird.

Claims

1. A process for producing metal foams comprising stabilizing particles in the metal matrix, comprising at least the process steps of producing a foamable starting material and foaming said starting material, **characterized in that** when producing the foamable starting material, the stabilizing particles are produced from molten reactive liquids and a metal melt in an in-situ reaction, wherein the components of the submicroscopic particles or nanoparticles to be produced are added to the metal melt at least as a fluoride salt, then mixed and heated to above the melting point of the components of the mixture.
2. The process according to claim 1, **characterized in that** K_xAF_y is used as the fluoride salt, wherein A is an element selected from Ti, B, Zr, Nb, V, W, Ta and Ce.
3. The process according to claim 2, **characterized in that** K_2TiF_6 or KBF_4 , or both salts as a mixture, is used as the fluoride salt.
4. The process according to claim 1, **characterized in that** a further component of the stabilizing particles to be produced in the in-situ reaction is added in addition to the fluoride salt.
5. The process according to claim 4, **characterized in that** carbon, preferably in the form of graphite, is used as the further component.
6. The process according to claim 1, **characterized in that** aluminium or an aluminium alloy is used as the metal for the melt.
7. The process according to claim 1, **characterized in**

that iron or titanium or chromium is used to form the metal matrix.

8. The process according to claim 1, **characterized in that** after in-situ production of the stabilizing particles, powdered metal hydride is added to the melt 700°C as a foaming agent in an amount of 1% to 3% by weight in order to foam the starting material and the melt is foamed. 5
9. The process according to claim 8, **characterized in that** TiH_2 is used as the metal hydride. 10
10. The process according to claim 1, **characterized in that** a reactive gas is passed through the melt in order to foam the starting material. 15
11. The process according to claim 10, **characterized in that** the reactive gas is selected from CH_4 , NH_3 and O_2 . 20
12. The process according to claim 11, **characterized in that** O_2 is used in a concentration of 0.1% to 10% by volume. 25
13. The process according to one of claims 1 to 12, **characterized in that** aluminium is used as the metal for the melt and is melted at temperatures in the range 1150°C to 1250°C, then a mixture of graphite and K_2TiF_6 is added to the melt and mixed and thereafter all components are removed apart from the Al-TiC melt, said melt is cooled to 700°C and foamed. 30
14. The process according to one of claims 1 to 12, **characterized in that** aluminium is used as the metal for the melt and is melted at temperatures in the range 750°C to 850°C, then a mixture of KBF_4 and K_2TiF_6 is added to the melt and mixed and thereafter all components are removed apart from the Al-TiB₂ melt, said melt is cooled to 700°C and foamed. 35 40
15. The process according to one of claims 1 to 12, **characterized in that** aluminium is used as the metal for the melt and is melted at temperatures in the range 750°C to 850°C, then KBF_4 is added to the melt and mixed and thereafter all components are removed apart from the Al-AlB₂ melt, said melt is cooled to 700°C and foamed. 45

Revendications

1. Procédé de fabrication de mousses métalliques avec des particules stabilisantes dans la matrice métallique, avec au moins les étapes de Procédé :
 fabrication d'un produit de départ expansible et moussage dudit produit de départ,

caractérisé en ce que les particules stabilisantes sont créées lors de la fabrication du produit de départ expansible par une réaction in situ de liquides réactifs fondus et d'une masse métallique fondue, les composants des particules ou nanoparticules submicroscopiques devant être créées étant rajoutés à la masse métallique fondue au moins sous la forme de sel de fluorure, puis mélangés et échauffés au-delà de la température de fusion des composants du mélange.

2. Procédé selon la revendication 1, **caractérisé en ce qu'on** utilise en tant que sel fluoré du K_xAF_y , A étant un élément issu de Ti, de B, de Zr, de Nb, de V, de W, de Ta ou de Ce.
3. Procédé selon la revendication 2, **caractérisé en ce qu'on** utilise en tant que sel fluoré du K_2TiF_6 ou du KBF_4 ou les deux sels en mélange.
4. Procédé selon la revendication 1, **caractérisé en ce qu'on** rajoute en supplément du sel fluoré un composant supplémentaire des particules stabilisantes devant être créées lors de la réaction in situ.
5. Procédé selon la revendication 4, **caractérisé en ce qu'on** utilise en tant que composant supplémentaire du carbone, de préférence sous forme de graphite.
6. Procédé selon la revendication 1, **caractérisé en ce qu'on** utilise en tant que métal pour la masse fondue de l'aluminium ou un alliage d'aluminium.
7. Procédé selon la revendication 1, **caractérisé en ce qu'on** utilise pour la formation de la matrice métallique du fer ou du titane ou du chrome.
8. Procédé selon la revendication 1, **caractérisé en ce qu'après** création in situ des particules stabilisantes pour le moussage des produits de départ, on ajoute à la masse fondue de 1 à 3 % en poids d'hydruure métallique pulvérulent en tant que produit d'expansion à 700°C et on fait mousser la masse fondue.
9. Procédé selon la revendication 8, **Caractérisé en ce qu'on** utilise en tant qu'hydruure métallique du TiH_2 .
10. Procédé selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** pour le moussage du produit de départ, on fait passer un gaz réactif à travers la masse fondue.
11. Procédé selon la revendication 10, **caractérisé en ce qu'on** sélectionne le gaz réactif parmi le CH_4 , le NH_3 ou l' O_2 .
12. Procédé selon la revendication 11, **caractérisé en**

ce qu'on utilise l'O₂ dans une concentration de 0,1 à 10 % en volume.

13. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 12, **caractérisé en ce qu'on** utilise en tant que métal pour la masse fondue de l'aluminium, **en ce qu'on** le fait fondre à des températures comprises entre 1.150°C et 1.250°C, **en ce qu'on** ajoute ensuite et on mélange à la masse fondue un mélange de graphite et de K₂TiF₆ et **en ce qu'on** retire par la suite tous les composants hormis la masse fondue d'Al-TiC, **en ce qu'on** refroidit cette dernière à 700°C et on la fait mousser. 5 10
14. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 12, **caractérisé en ce qu'on** utilise en tant que métal pour la masse fondue de l'aluminium, **en ce qu'on** le fait fondre à des températures comprises entre 750°C et 850°C, **en ce qu'on** ajoute ensuite et on mélange à la masse fondue un mélange de KBF₄ et de K₂TiF₆ et **en ce qu'on** retire par la suite tous les composants hormis la masse fondue d'Al-TiB₂, **en ce qu'on** refroidit cette dernière à 700°C et on la fait mousser. 15 20 25
15. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 12, **caractérisé en ce qu'on** utilise en tant que métal pour la masse fondue de l'aluminium, **en ce qu'on** le fait fondre à des températures comprises entre 750°C et 850°C, **en ce qu'on** ajoute ensuite et on mélange à la masse fondue du KBF₄ et **en ce qu'on** retire par la suite tous les composants hormis la masse fondue d'Al-AlB₂, **en ce qu'on** refroidit cette dernière à 700°C et on la fait mousser. 30 35

40

45

50

55

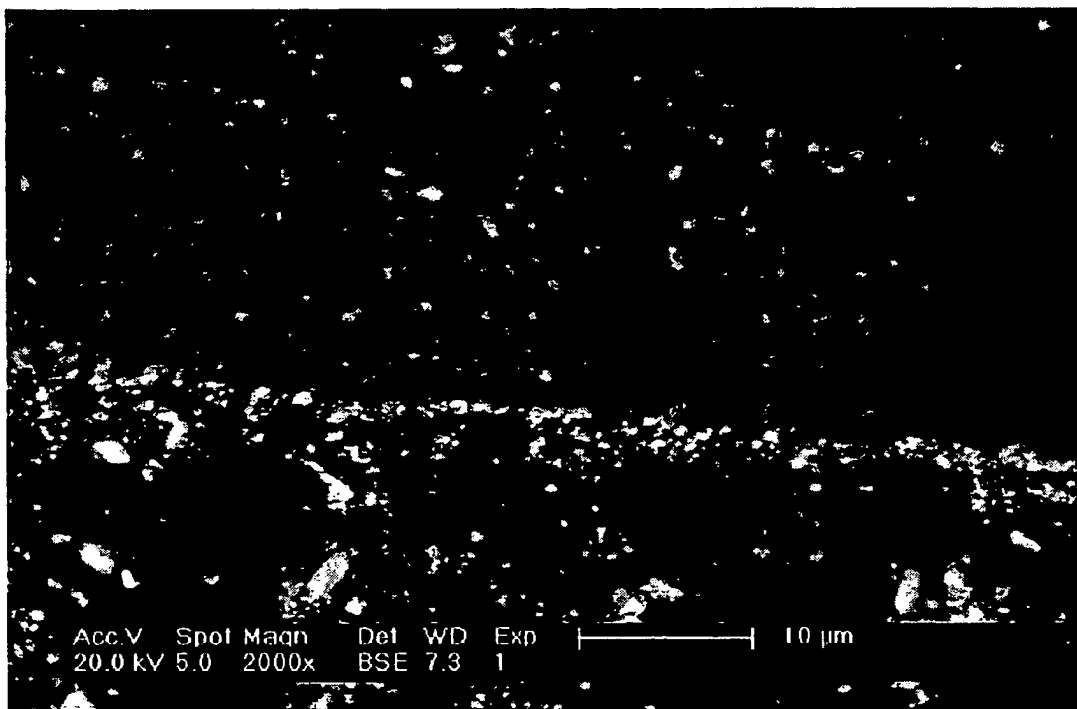


Fig. 1

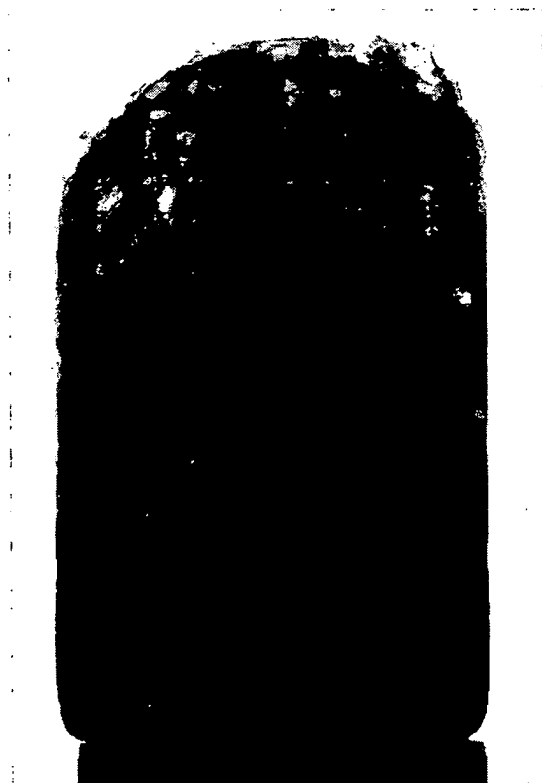


Fig. 2

IN DER BESCHREIBUNG AUFGEFÜHRTE DOKUMENTE

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde ausschließlich zur Information des Lesers aufgenommen und ist nicht Bestandteil des europäischen Patentdokumentes. Sie wurde mit größter Sorgfalt zusammengestellt; das EPA übernimmt jedoch keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

In der Beschreibung aufgeführte Patentdokumente

- EP 1288320 A2 [0006]
- EP 1419835 A1 [0007]
- GB 1287994 A [0008]
- EP 0666784 B [0008]
- DE 10115230 C2 [0009]
- WO 2005011901 A1 [0010]
- WO 2004063406 A2 [0011]
- JP 1127631 A [0012]
- US 3816952 A [0013]
- US 4713277 A [0014]
- US 5112697 A [0015]