



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) DD (11) 161 237 A1

4(51) B 22 F 3/16

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

---

(21)	WP B 22 F / 208 381	(22)	11. 10. 78	(44)	14. 08. 85
------	---------------------	------	------------	------	------------

---

(71)	Akademie der Wissenschaften der DDR, 1199 Berlin, Rudower Chaussee 5, DD
(72)	Hermel, Waldemar, Dr. rer. nat. Dipl.-Ing.; Leitner, Gert, Dr. rer. nat. Dipl.-Phys., DD

---

(54)	Verfahren zum Sintern von gepreßten Pulvern
------	---

---

(57) Die Erfindung bezieht sich auf das Gebiet der Pulvermetallurgie. Ihr Ziel ist es, die Wärmebehandlungszeit zu verkürzen, Mikro- und Makroströmungen im Gefüge zu vermeiden, den Ablauf der Homogenisierungs-Reaktionen zu verbessern und Beeinträchtigungen in der Verfahrensführung zu vermeiden. Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren anzugeben, mit dem die Aufheizgeschwindigkeit erhöht, das Auftreten thermischer Spannungen und ein zu schnelles Durchlaufen kritischer Temperaturbereiche vermieden und gas- bzw. dampfförmige Reaktionsprodukte in ausreichender Menge gebildet und schnell abgeführt werden. Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß die Formkörper im Vakuum, in einer inerten oder reduzierenden Atmosphäre mit einer Geschwindigkeit von 50 bis 10000 K/min bis unterhalb der Sintertemperatur vorgewärmt und maximal 10 min gehalten werden. Danach werden sie mit der gleichen Geschwindigkeit auf die übliche Sintertemperatur und maximal für die übliche Sinterzeit gehalten und in der herrschenden Atmosphäre abgekühlt. Die Erfindung ist für die Herstellung von Teilen aus elektrisch und thermisch leitfähigen Pulvern anwendbar.



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) DD (11) 161 237 A1

4(51) B 22 F 3/16

## AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP B 22 F / 208 381

(22) 11.10.78

(44) 14.08.85

(71) Akademie der Wissenschaften der DDR, 1199 Berlin, Rudower Chaussee 5, DD

(72) Hermel, Waldemar, Dr. rer. nat. Dipl.-Ing.; Leitner, Gert, Dr. rer. nat. Dipl.-Phys., DD

(54) Verfahren zum Sintern von gepreßten Pulvern

(57) Die Erfindung bezieht sich auf das Gebiet der Pulvermetallurgie. Ihr Ziel ist es, die Wärmebehandlungszeit zu verkürzen, Mikro- und Makroströmungen im Gefüge zu vermeiden, den Ablauf der Homogenisierungs-Reaktionen zu verbessern und Beeinträchtigungen in der Verfahrensführung zu vermeiden. Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren anzugeben, mit dem die Aufheizungsgeschwindigkeit erhöht, das Auftreten thermischer Spannungen und ein zu schnelles Durchlaufen kritischer Temperaturbereiche vermieden und gas- bzw. dampfförmige Reaktionsprodukte in ausreichender Menge gebildet und schnell abgeführt werden. Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß die Formkörper im Vakuum, in einer inerten oder reduzierenden Atmosphäre mit einer Geschwindigkeit von 50 bis 10000 K/min bis unterhalb der Sintertemperatur vorgewärmt und maximal 10 min gehalten werden. Danach werden sie mit der gleichen Geschwindigkeit auf die übliche Sintertemperatur und maximal für die übliche Sinterzeit gehalten und in der herrschenden Atmosphäre abgekühlt. Die Erfindung ist für die Herstellung von Teilen aus elektrisch und thermisch leitfähigen Pulvern anwendbar.

ISSN 0433-6461

7 Seiten

Zur PS Nr. 161.237.

ist eine Zweitschrift erschienen.

(Teilweise bestätigt gem. § 18 Abs.1 d. Änd.Ges.z.Pat.Ges.)

## Verfahren zum Sintern von gepreßten Pulvern

### Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung bezieht sich auf das Gebiet der Pulvermetallurgie. Ihre Anwendung ist für die Herstellung von Sinter- und Verbundkörpern aus elektrisch und thermisch hinreichend leitfähigen Pulvern möglich und zweckmäßig.

### Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Es ist bekannt, zu Formkörpern gepreßte Pulver, aus denen verwendete Preßhilfsmittel entfernt wurden, durch Strahlungserwärmung zu sintern (W. Schatt; Pulvermetallurgie, Sinter- und Verbundwerkstoffe, Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie Leipzig 1978). Nachteilig ist dabei, daß, auf Grund der geringen Aufheizgeschwindigkeiten, lange Wärmebehandlungszeiten im Bereich von 20 min bis zu einigen Stunden und großer Energieaufwand erforderlich sind.

Weiterhin ist ein Verfahren bekannt (DD-PS 109 815), bei dem die zu sinternden Körper einer Wärmebehandlung, die über den gesamten Querschnitt des von der Heizzone erfaßten Teils der Sinter- oder Verbundkörper die Bedingungen

$$\frac{\Delta T}{\Delta t} = \frac{0,9 T_{\text{sint}}}{t_A} \geq 100 \text{ } ^\circ\text{C/s} \quad (\text{I})$$

$$\frac{\Delta T}{\Delta t} (t_G - t_A) \geq 500 \text{ } ^\circ\text{C} \quad (\text{II})$$

erfüllt, unterzogen werden. Dabei sind  $\frac{\Delta T}{\Delta t}$  als mittlere Aufheizgeschwindigkeit,  $T_{\text{sint}}$  als Sintertemperatur,  $t_G$  als Gesamtzeit der thermischen Einwirkung,  $t_A$  als Aufheiz- und  $t_{\text{sint}}$  als Sinterzeit definiert. Zwischen  $t_G$ ,  $t_A$  und  $t_{\text{sint}}$  besteht die Beziehung

$$t_{\text{sint}} = t_G - t_A \quad ( \text{ III } )$$

Nachteilig ist bei diesem Verfahren, daß, hervorgerufen durch thermische Spannungen, Mikro- und Makrostörungen im Gefüge der Körper auftreten. Von Nachteil ist weiterhin, daß durch zu schnelles Durchlaufen kritischer Temperaturbereiche Homogenisierungs-Reaktionen nur unvollständig ablaufen, wodurch die End Eigenschaften der Sinter- und Verbundkörper verschlechtert werden. Darüber hinaus können auch Beeinträchtigungen in der Verfahrensführung auftreten, da gas- bzw. dampfförmige Reaktionsprodukte nicht schnell genug abgeführt werden.

#### Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, die Wärmebehandlungszeit zu verkürzen, den Energieaufwand zu reduzieren, Mikro- und Makrostörungen im Gefüge zu vermeiden, den Ablauf der Homogenisierungs-Reaktionen zu verbessern und Beeinträchtigungen in der Verfahrensführung zu vermeiden.

#### Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren anzugeben, mit dem die Aufheizgeschwindigkeit erhöht, das Auftreten thermischer Spannungen und ein zu schnelles Durchlaufen kritischer Temperaturbereiche vermieden und gas- bzw. dampfförmige Reaktionsprodukte in ausreichender Menge gebildet und schnell abgeführt werden.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß die Formkörper, aus denen verwendete Preßhilfsmittel entfernt

sind, im Vakuum, in einer inerten oder reduzierenden Atmosphäre mit einer Geschwindigkeit von 50 bis 10000 K/min bis unterhalb der Sintertemperatur  $T_s$  vorgewärmt werden. Auf dieser Temperatur werden sie maximal 10 min, vorzugsweise 0,1 bis 5 min gehalten und danach mit einer Geschwindigkeit von 50 bis 10000 K/min, vorzugsweise 100 bis 5000 K/min, auf die für das Werkstoffsystem übliche Sintertemperatur erwärmt. Auf dieser Temperatur werden die Formkörper maximal für die Dauer der für das Werkstoffsystem üblichen Sinterzeit  $t_s$  gehalten und abschließend in der herrschenden Atmosphäre abgekühlt.

Als reduzierende Atmosphäre wird vorzugsweise Wasserstoff verwendet. Beim Festphasensintern werden die Formkörper bis unterhalb von  $T_s$ , vorzugsweise auf 0,7 bis 0,8  $T_s$  und beim Flüssigphasensintern bis unterhalb der Temperatur, bei der sich eine flüssige Phase bildet, vorzugsweise 50 K darunter vorgewärmt.

Das Halten auf einer Temperatur unterhalb von  $T_s$  erfolgt vorzugsweise für die Dauer von 0,5  $t_s$  bis  $t_s$ . Zwischen dem Halten unterhalb der Sintertemperatur und dem Erwärmen auf die übliche Sintertemperatur kann, vorzugsweise in einer Schutzgasatmosphäre, zwischengekühlt werden. Die Eigenschaften der Formkörper werden dadurch nicht nachteilig beeinflusst. Die durch das Vorwärmen erreichten Eigenschaftsänderungen der Formkörper sind nicht reversibel.

Außerdem ist es möglich, daß zwischen dem Halten auf Sinter-temperatur und dem Abkühlen auf Raumtemperatur weitere Arbeitsschritte ausgeführt werden.

#### Ausführungsbeispiele

##### Beispiel 1:

Ein durch Pulverwalzen aus verdüstern Eisenpulver ( $DV < 0,16$  mm) hergestelltes Band wird unter Wasserstoff durch Strahlungserwärmung in 15 s auf 1000 °C erwärmt und 5 s auf dieser Temperatur gehalten. Dann wird das inzwischen auf 700 °C abgekühl-

te Band durch Induktionserwärmung in 5 s auf die Sintertemperatur von 1300 °C erwärmt und 1 s auf dieser Temperatur gehalten. Danach wird das Band auf Raumtemperatur abgekühlt. Die Gesamtzeit der Wärmebehandlung beträgt etwa 45 s. Das Band weist eine Sinterdichte von 91 % der theoretischen Dichte und eine Festigkeit von  $\sigma_B = 90 \text{ MNm}^{-2}$  auf.

Beispiel 2:

Ein Formkörper aus Wolframkarbid mit 6 Gew.-% Kobalt der Abmessung 15x15x5 mm<sup>3</sup> und einer Dichte von 60 % der theoretischen Dichte, aus dem das Preßhilfsmittel entfernt ist, wird unter Wasserstoff durch Strahlungserwärmung in 5 min auf 1200 °C erwärmt und 2 min auf dieser Temperatur gehalten. Dann wird der inzwischen auf 1050 °C abgekühlte Formkörper induktiv in 1 min auf 1450 °C erwärmt und 20 min gehalten. Danach wird er auf Raumtemperatur abgekühlt. Die Gesamtzeit der Wärmebehandlung beträgt 30 min gegenüber 60 bis 80 Minuten bei konventioneller Sinterbehandlung. Die erzielten Eigenschaften zeigen folgende Werte

	konventionelles Sintern	erfindungsgem. Sintern
Relative Dichte [%]	99,5	99,6
Rockwell-A-Härte	90,3	90,1
Biegebruchfestigkeit [MNm <sup>-2</sup> ]	1000	1120

# Erfindungsanspruch

1. Verfahren zum Sintern von gepreßten Pulvern, aus denen verwendete Preßhilfsmittel entfernt sind, gekennzeichnet dadurch, daß die Formkörper im Vakuum, in einer inerten oder reduzierenden Atmosphäre mit einer Geschwindigkeit von 50 bis 10000 K/min bis unterhalb der Sintertemperatur  $T_s$  vorgewärmt und maximal 10 min, vorzugsweise 0,1 bis 5 min auf dieser Temperatur gehalten werden, danach mit einer Geschwindigkeit von 50 bis 10000 K/min, vorzugsweise 100 bis 5000 K/min auf die für das Werkstoffsystem übliche Sintertemperatur erwärmt und maximal für die Dauer der für das Werkstoffsystem üblichen Sinterzeit  $t_s$  auf dieser Temperatur gehalten und abschließend in der herrschenden Atmosphäre abgekühlt werden.
2. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß als reduzierende Atmosphäre Wasserstoff verwendet wird.
3. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß die Formkörper beim Festphasensintern bis unterhalb von  $T_s$ , vorzugsweise auf 0,7 bis 0,8  $T_s$  vorgewärmt werden.
4. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß die Formkörper beim Flüssigphasensintern bis unterhalb der Temperatur, bei der sich eine flüssige Phase bildet, vorzugsweise 50 K darunter vorgewärmt werden.
5. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß das Halten auf einer Temperatur unterhalb von  $T_s$ , vorzugsweise für die Dauer von 0,5  $t_s$  bis  $t_s$  erfolgt.
6. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß zwischen dem Halten unterhalb der Sintertemperatur und dem Erwärmen auf die übliche Sintertemperatur in einer Schutzgasatmosphäre zwischengekühlt wird.

7. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß zwischen dem Halten auf Sintertemperatur und dem Abkühlen auf Raumtemperatur weitere Arbeitsschritte ausgeführt werden.