11 Veröffentlichungsnummer:

0 053 753

A1

(12)

## **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(21) Anmeldenummer: 81109846.6

(51) Int. Cl.<sup>3</sup>: B 22 F 3/00

(22) Anmeidetag: 24.11.81

(30) Priorität: 05.12.80 DE 3045838

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung: 16.06.82 Patentblatt 82/24

84) Benannte Vertragsstaaten: BE FR GB SE 71) Anmelder: Fried. Krupp Gesellschaft mit beschränkter Haftung Altendorfer Strasse 103 D-4300 Essen 1(DE)

72 Erfinder: Jachowski, Johannes Wagnerstrasse 21

D-4100 Duisburg 46(DE)

72) Erfinder: Mohs, Rudolf, Dr. Jacobsallee 4 D-4300 Essen 16(DE)

(72) Erfinder: Sibum, Heinz, Dr. Einigkeitstrasse 41 D-4300 Essen(DE)

(54) Verfahren zur Herstellung metallischen Halbzeuges.

57 Zur wirtschaftlichen Herstellung metallischen Halbzeuges, bei dem ein in einem innen vorkonturierten monolithischen Keramikgehäuse mit geometrisch einfacher Außenform abgefülltes Metallpulver heißisostatisch gepreßt wird, wird ein dem herzustellenden metallischen Halbzeug unter Berücksichtigung der Schrumpfung in seinen Konturen entsprechendes Modell mit einem Pulvereinfüllstutzen versehen, schichtweise mit aushärtbaren Stoffen, im wesentlichen mit Keramik umhüllt und anschließend auf 700 bis 1000°C aufgeheizt, wobei gleichzeitig das Modellmaterial entfernt wird. Der fertiggebrannte Keramikkörper wird anschließend mit Metallpulver dicht gefüllt und in einem Metallbehälter eingeschweißt, der evakuiert und heißisostatisch gepreßt wird.

## FRIED. KRUPP GESELLSCHAFT MIT BESCHRÄNKTER HAFTUNG in Essen

Verfahren zur Herstellung metallischen Halbzeuges

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung metallischen Halbzeuges, bei dem ein in einem evakuierbaren, vorkonturierten Keramikgehäuse abgefülltes Metallpulver heißisostatisch gepreßt wird.

Nach dem Stand der Technik werden Metallgegenstände auf pulvermetallurgischem Wege im wesentlichen derart gefertigt, daß ein vakuumdicht verschlossener Behälter, der das Material für den herzustellenden Gegenstand unter Zwischenschaltung eines sekundären 10 Druckmittels umschließt, im evakuierten Zustand nach Erhitzen auf die Verdichtungstemperatur einem isostatischen Heißpressen unterworfen wird. Der herzustellende Gegenstand kann dabei bereits als 15 vorgefertigter Vorpreßkörper vorliegen oder, entsprechend der DE-PS 22 00 066, durch eine in den Innenraum einer nicht vakuumdicht verschließbaren Form mit der Gestalt des herzustellenden Gegenstandes gefüllte Pulvercharge heißisostatisch 20 gepreßt werden. Nachteiligerweise benötigt man hierzu ein sekundäres Druckmittel in Pulverform, um eine isostatische Druckübertragung auf das eigentlich zu pressende Metallpulver herbeizuführen. Das sekundäre Druckmittel verdichtet 25 sich bei höher werdendem Druck zu kompaktem keramischem Material, so daß mit zunehmender

Verdichtung des sekundären Druckmittels schließlich die Druckübertragung auf das eigentlich zu verdichtende Metallpulver schwächer wird, da die verdichtete Keramik sich selbst abstützt. Im übrigen ist es bekannt, daß geschüttete und durch Klopfen verdichtete Keramikpulver lokal sehr unterschiedliche Dichte haben können, die der beabsichtigten gleichmäßigen isostatischen Druckübertragung unterschiedlich entgegenwirken.

Diese Nachteile werden vermieden, wenn man metallische 10 vorkonturierte Kapseln verwendet, in die das Pulver eingefüllt wird, und anschließend das Pulver wie auch die Kapsel bei Drücken von  $10^{-4}$  mbar und Temperaturen bis 450° entgast. Nach dem Abfüllen werden die Kapseln vakuumdicht verschweißt und das 15 Pulver unter Anwendung des im Prinzip bekannten heißisostatischen Pressens verdichtet. In der Regel können die vorkonturierten Kapseln jedoch nur in einfachen geometrischen Formen hergestellt werden, so daß das geschilderte Verfahren hier eine Grenze 20 hinsichtlich des Formenreichtums findet, da die Herstellung ausgefallener geometrischer Formen in den meisten Fällen unwirtschaftlich ist.

Es ist Aufgabe der Erfindung, ein Verfahren der
eingangs genannten Gattung anzugeben, das die
nach dem Stand der Technik bekannten Nachteile
umgeht und eine einfach zu handhabende, möglichst
wirtschaftliche Herstellung metallischen Halbzeuges der unterschiedlichsten geometrischen
Formen und Größen gestattet.

Die der Erfindung zugrundeliegende Aufgabe wird durch das im Patentanspruch 1 gekennzeichnete Verfahren gelöst, das es gestattet, jede beliebige, insbesondere auch geometrisch komplizierte Form zu gestalten.

- Die Modelle werden mit aushärtbaren Stoffen, im wesentlichen mit Keramik, umhüllt und soweit hinterfüllt, daß ein großer, in seinen äußeren Abmessungen einfacher geometrischer Körper entsteht, der gegenüber den bisher verwendeten vorkonturierten Kapseln
- mehrere Vorteile besitzt. Zum einen kann dieser
  Keramikkörper leicht in einen Metallbehälter zum
  isostatischen Pressen gebracht werden, wobei der
  gesamte Keramikkörper dicht umschlossen ist, zum
  anderen kann die isostatische Druckübertragung
- auf das im Keramikkörper befindliche Metallpulver gleichmäßig vorgenommen werden, da auch auf die Druckverhältnisse in dem Keramikkörper durch dessen Formgebung Einfluß genommen werden kann.
- Ein mit seiner Außenform verbundener weiterer Vorteil ist die gute Lager- und Stapelfähigkeit des
  Keramikkörpers. Schließlich ist die Blechkapsel
  mit eingeschweißtem Keramikkörper besser als bisher evakuierbar.

Nach einer Weiterbildung der Erfindung wird als
25 aushärtbarer Stoff Keramik in mehreren Schichten
aufgetragen, die mit CO<sub>2</sub> ausgehärtet werden.
Eine vorteilhafte Mischung der äußeren Umhüllung
besteht aus 50 bis 90 Gew.-% Schamotte, 10 bis 50

Gew.-% Aluminiumoxid und 1 bis 15 Gew.-% Wasserglas, wobei Schamotte der Körnung 0.5 bis 1.25 mm und Aluminiumoxid der Körnung</br/>
O.1 mm verwendetwerden.

- 5 Vorteilhafterweise kann man aber auch Keramiken verwenden, die bei der Prozeßtemperatur plastifizieren. Eine solche Keramik besteht aus einer Mischung von bis zu 10 Gew.-% MgO, 1 bis 12 Gew.-% CaO, bis 16 Gew.-% Na<sub>2</sub>O, bis 8 Gew.-%
- 10 K<sub>2</sub>O, bis 40 Gew.-% B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 1 bis 20 Gew.-% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Rest SiO<sub>2</sub>. Vorzugsweise verwendet man eine Mischung von 3 bis 4 Gew.-% MgO, 6 bis 7 Gew.-% CaO, 3 bis 4 Gew.-% Na<sub>2</sub>O, 2 bis 3 Gew.-% K<sub>2</sub>O, 8 bis 9 Gew.-% B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 15 bis 16 Gew.-% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>,
- 15 Rest SiO<sub>2</sub>. Die Mischungen werden mit Wasserglas angeteigt und mit CO<sub>2</sub> ausgehärtet und abschließend bei Temperaturen von ca. 700°C gebrannt.

Nach einer Weiterbildung der Erfindung werden mehrere Modelle so umhülltdaß nur ein einziger Formkörper entsteht.

Das Modell besteht nach einer weiteren Ausgestaltung der Erfindung aus Wachs und/oder einem anderen organischen Füllstoff und wird beim Aufheizen ausgeschmolzen oder rückstandslos verbrannt bzw.

25 vergast.

20

30

Das Metallpulver, vorteilhafterweise eine pulverförmige Metallegierung, wird nach einer weiteren
Ausgestaltung der Erfindung in den unter Vibrationen stehenden Keramikkörper gefüllt, so daß
es äußerst dicht, d.h. unter Erreichen der optimalen Klopfdichte eingefüllt wird.

Die Erfindung soll anhand von Ausführungsbeispielen im folgenden näher erläutert werden. Ein Wachsmodell, bei dem die Schrumpfungsaufmaße des späteren pulvermetallurgisch hergestellten Bauteils berücksichtigt 5 sind und das zusätzlich mit einem Pulvereinfüllstutzen versehen ist, wird schichtweise mit Keramik mit unterschiedlicher Dichte umhüllt. Dabei wird insbesondere darauf geachtet, daß die Kontaktschicht des Keramikmaterials mit dem Wachsmodell möglichst 10 glatt ist, da von ihr die Güte der späteren Bauteiloberfläche abhängt. Nach Aufbringen der ersten Keramikschichten wird das Modell in einem Formkasten mit einem Gemisch von Schamotte und Wasserglas umgeben. Die angerührte teigartige Masse bestcht zu 15 75 % aus Schamotte der Körnung 0.5 bis 1.25 mm und 25 % Aluminiumoxyd der Körnung < 0.1 mm, der schließlich 15 % des Gewichtes der vorgemischten Keramik Wasserglas hinzugegeben und die intensiv vermischt wird. Anschließend wird das Schamotte-20 Wasserglas-Gemisch mit  ${\rm CO}_2$  ausgehärtet und der so entstandene Formblock nach dem Ausformen aus dem Formkasten im Autoklaven entwachst und schließlich im Brennofen bei einer Temperatur von ca. 1000 C gebrannt. Durch den Brennprozeß 25 werden alle flüchtigen Bestandteile aus der Masse ausgetrieben und es entsteht ein Körper von gleichmäßiger Dichte. Die verwendeten Grünmischungen lassen einen sehr porösen, gasdurchlässigen Keramikkörper entstehen. Der Keramikkörper ist

30 wegen seines äußeren einfachen Aufbaus gut

stapelbar, gegen mechanische Einwirkungen weitgehend stabil und im Bedarfsfall durch Sägen, Bohren o.ä. leicht bearbeitbar. Zur Herstellung des metallischen Halbzeuges wird der in der Abbildung dargestellte 5 Keramikkörper 1 in einen Metallbehälter 2 eingesetzt und dessen Hohlraum 3 mit dem zu verdichtenden Pulver, im vorliegenden Falle Pulver der Titanlegierung TiAl6V4, gefüllt. Dies geschieht vorzugsweise auf einem Vibrationsgerät, wodurch der Keramik-10 körper 1 mit dem Metallpulver unter Erreichen der optimalen Klopfdichte aufgefüllt wird. Die Starrheit des Keramikkörpers 1 unterstützt beim Füllen mit Pulver den Rüttelprozeß intensiv, da durch den kompakten Keramikkörper die Vibration direkt auf 15 das Metallpulver übertragen wird. Nach Füllen des Keramikkörperhohlraums 3 wird der Pulvereinfüllstutzen mit einem Metallstopfen verschlossen und der Metallbehälter 2 zugeschweißt und über einen Absaugstutzen 4 evakuiert. Der Metallbehälter 2 20 ist nun fertig, um in eine heißisostatische Pressanlage gebracht zu werden, wo er bei den für das eingefüllte Metallpulver notwendigen Pressparametern verdichtet wird. Nach dem heißisostatischen Pressen wird der Metallbehälter 2 aufgetrennt und 25 die keramische Ummantelung vom fertigen metallischen Halbzeug entfernt.

In einem weiteren Ausführungsbeispiel der Erfindung wird von einem Kunststoffmodell ausgegangen, das in einem Formrahmen mit einem Gemisch aus Schamotte

30 und Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> , etwa im Verhältnis 1:1 unter Zugabe

von 15 Gew.-% Wasserglas umhüllt und mit CO<sub>2</sub> gehärtet wird. Anschließend wird der Formblock dem Rahmen entnommen und in einen Brennofen gegeben. Im Brennofen wird anschließend eine Temperatur von 1000°C eingestellt, bei der das Kunststoffmodell rückstandslos verbrennt und der verbleibende Körper gehärtet wird. Bezüglich der Herstellung des metallischen Halbzeugs ist dann entsprechend dem vorher geschilderten Ausführgungsbeispiel weiter verfahren worden.

## Patentansprüche:

- 1. Verfahren zur Herstellung metallischen Halbzeuges. bei dem ein in einem innen vorkonturierten monolithischen Keramikgehäuse mit geometrisch einfacher Außenform abgefülltes Metallpulvenheiß-5 isostatisch gepreßt wird, dadurch gekennzeichnet, daß ein dem herzustellenden metallischen Halbzeug unter Berücksichtigung der Schrumpfung in seinen Konturen entsprechendes Modell mit einem Pulvereinfüllstutzen versehen, schichtweise mit aushärt-10 baren Stoffen, im wesentlichen mit Keramik, so umhüllt, daß eine geometrisch einfache Außenform entsteht, und bei gleichzeitiger Entfernung des Modellmaterials kontinuierlich auf 700 bis 1000 C aufgeheizt wird, anschließend der fertig gebrannte 15 Keramikkörper mit Metallpulver dicht gefüllt und in einen Metallbehälter eingeschweißt wird, der sodann evakuiert und abschließend heißisostatisch gepreßt wird.
- Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet,
   daß als aushärtbarer Stoff Keramik in mehreren
   Schichten aufgetragen wird, die mit CO<sub>2</sub> ausgehärtet werden.
- Verfahren nach Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß auf das Modell Keramikschichten
   unterschiedlicher Dichte aufgetragen werden.
  - Verfahren nach Ansprüchen 1 und 2, gekennzeichnet durch die Verwendung von Schamotte der Körnung
     0.5 bis 1.25 mm und von Aluminiumoxyd der Körnung < 0.1 mm.</li>

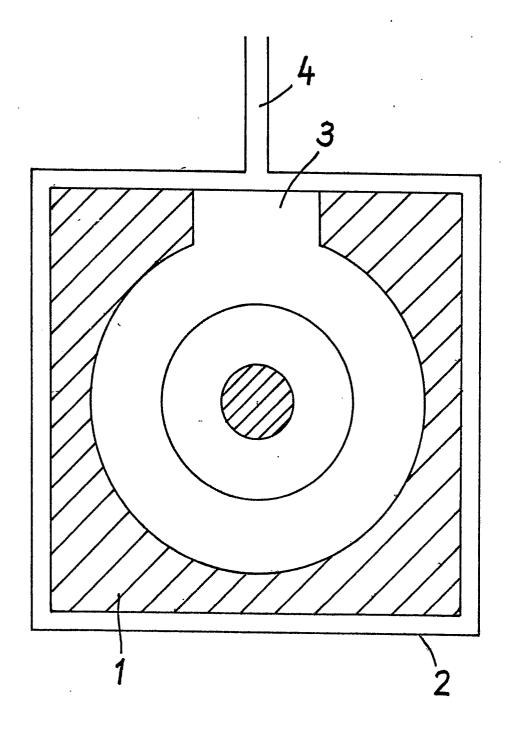
5. Verfahren nach Ansprüchen 1, 2 und 4, dadurch gekennzeichnet, daß eine Mischung von 50 - 90 Gew.-% Schamotte, 10 - 50 Gew.-% Aluminium-oxid und 1 - 15 Gew.-% Wasserglas als äußere Umhüllung aufgetragen werden.

5

- 6. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Keramik aus einer Mischung von bis zu 10 Gew.-% MgO, 1 12 Gew.-% CaO, bis zu 16 Gew.-% Na<sub>2</sub>O, bis zu 8 Gew.-% K<sub>2</sub>O, bis zu 40 Gew.-% B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 1 20 Gew.-% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Rest SiO<sub>2</sub> besteht, diese Mischung mit Wasserglas angeteigt und mit CO<sub>2</sub> ausgehärtet und schließlich bei einer Temperatur von ca. 700°C gebrannt wird.
  - 7. Verfahren nach Anspruch 6, gekennzeichnet durch die Verwendung einer Mischung aus 3 bis 4 Gew.-% MgO, 6 bis 7 Gew.-% CaO, 3 bis 4 Gew.-% Na<sub>2</sub>O, 2 bis 3 Gew.-% K<sub>2</sub>O, 8 bis 9 Gew.-% B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 15 bis 16 Gew.-% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Rest SiO<sub>2</sub>.
  - 8. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß mehrere Modelle so umhüllt werden, daß ein einziger Keramikkörper entsteht.
  - 9. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Modell aus Wachs und/oder einem
    anderen organischen Füllstoff besteht und beim
    Aufheizen ausgeschmolzen oder rückstandslos
    vergast wird.

- 10. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Metallpulver in den unter Vibrationen stehenden Keramikkörper gefüllt wird.
- 11. Verfahren nach Ansprüchen 1 und 10, dadurch

  5 gekennzeichnet, daß eine pulverförmige Metalllegierung, beispielsweise eine Titanlegierung
  verwendet wird.



:

1

-

i e i e e contação



## **EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT**

Nummer der Anmeldung EP 81 10 9846

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE				KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl.3)
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments maßgeblichen Teile	mit Angabe, soweit erforderlich, der	betrifft Anspruch	
Y	ZER)	989 (GEBRUDER SUL- ; Spalte 3, Bei-	1,9	B 22 F 3/00
	spiel 1 *		,,,	
Y	GB - A - 742 90 FORGE AND TOOL	CORP.)		
		eilen 78-110; Seite 53-55; Anspruch 1;	1,9,11	
Y	an 1 651.0	 47 / UTTYOUTOUE		RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl.3)
I I	GB - A - 654 8 ZELEZARNY)  * Ansprüche Zeilen 35-	1,5,6; Seite 2,	2,6,7	B 22 F B 22 C
Y		766 (C.J. HAVEL) 1,7,11; Seite 6, 0 *	1,6,7, 11	
A	FR - A - 2 353 TALS CORP.)	355 (SPECIAL ME-		
				KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE  X: von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y: von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben
				Kategorie A: technologischer Hintergrund O: nichtschriftliche Offenbarung P: Zwischenliteratur T: der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E: älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D: in der Anmeldung angeführtes Dokument L: aus andern Gründen angeführtes Dokument 8: Mitglied der gleichen Patent-
X	Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt.  Recherchenort Abschlußdatum der Recherche Prüfer			familie, übereinstimmendes Dokument
				CHRUERS