

19



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



11 Veröffentlichungsnummer: **0 468 130 A1**

12

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

21 Anmeldenummer: **91101186.4**

51 Int. Cl.⁵: **C22C 1/04**

22 Anmeldetag: **30.01.91**

30 Priorität: **04.07.90 DE 4021311**

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung:
29.01.92 Patentblatt 92/05

84 Benannte Vertragsstaaten:
DE FR GB

71 Anmelder: **W.C. Heraeus GmbH**
Heraeusstrasse 12 - 14 Postfach 1553
W-6450 Hanau / Main(DE)

72 Erfinder: **Bach, Otto**
Höhenstrasse 34
W-6369 Schöneck(DE)
Erfinder: **Braun, Franz**
Ob. Haitzer Gasse 17
W-6460 Gelnhausen(DE)
Erfinder: **Gräber, Andreas Dr.**
Am Häusergraben 12
W-6456 Langenselbold(DE)
Erfinder: **Hörmann, Michael Dr.**
Hauensteinstrasse 9
W-8752 Mömbris(DE)
Erfinder: **Lupton, David Francis Dr.**
Am Rain 8
W-6460 Gelnhausen(DE)
Erfinder: **Tüshaus, Hans-Joachim**
In den Türkischen Gärten 5
W-6450 Hanau 1(DE)

54 **Verfahren zur Herstellung von Halbzeug aus Tantal, Niob oder aus einer Basis-Legierung eines dieser Metalle und Verwendung des nach dem Verfahren hergestellten Halbzeugs.**

57 Es werden plättchenförmige Halbzeuge mit einer Dicke von 2 bis 20 mm aus Metallpulver hergestellt. Als Metallpulver werden solche aus Tantal, Niob oder aus einer Basislegierung dieser Metalle verwendet. Pulver mit einer Teilchengröße unter 100 µm werden kaltgepreßt, der Preßling mittels Wärmestrahlung unter Vakuum gesintert und danach der gesinterte Preßling auf ein vorgegebenes Maß kaltgepreßt. Verwendet wird das plättchenförmige Halbzeug zur Herstellung von becherförmigen Körpern durch Rückwärtsfließpressen in einem einzigen Schritt.

EP 0 468 130 A1

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Halbzeug aus Tantal, Niob oder aus einer Basis-Legierung eines dieser Metalle durch Pressen von Pulver und Sintern unter Vakuum.

Ferner betrifft die Erfindung noch die Verwendung von nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellten Halbzeugs zum Kaltverformen zu einem Formteil.

Aus dem Prospekt "Apparate für die Verfahrenstechnik, Tantal, Titan, Zirkonium", der W. C. Heraeus GmbH, veröffentlicht Juni 1964, Seite 1, ist es bekannt, Tantalpulver in Barren zu pressen und in direktem Stromdurchgang im Vakuum zu sintern. Der so gewonnene Stab wird kalt durch Schmieden, Walzen oder Ziehen zu Halbzeugen weiterverarbeitet. Zum Abbau von Verformungshärte müssen Zwischenglühungen im Hochvakuum erfolgen.

Wenn plättchenförmiges Halbzeug aus dem Stab hergestellt werden sollte, so hat man diese Plättchen durch Abscheren vom Stab gewonnen.

Bei diesem bekannten Verfahren der Halbzeug-Herstellung aus Tantal-Pulver treten Materialverluste auf, die bis etwa 20 % des Einsatzgewichtes betragen. Sie sind zurückzuführen auf Verluste, wie beispielsweise die eingeklemmten Enden der in direktem Stromdurchgang gesinterten Stäbe oder die Stabenden beim Walzen und Ziehen oder die Späne bei der spanabhebenden Oberflächenbearbeitung des gesinterten Stabes.

Aufgabe der Erfindung ist es, ein kostengünstiges und Materialverluste auf ein Mindestmaß reduzierendes Verfahren zur Herstellung von plättchenförmigem Halbzeug, das ist Halbzeug, dessen Längen- und Breitenabmessungen ein Vielfaches seiner Dicke betragen, bereitzustellen.

Gelöst wird diese Aufgabe für das eingangs charakterisierte Verfahren erfindungsgemäß dadurch, daß zur Herstellung von plättchenförmigem Halbzeug mit einer Dicke im Bereich von 2 bis 20 mm aus Pulver mit einer Teilchengröße von weniger als 100 µm in einer den gewünschten Halbzeugabmessungen entsprechenden Metallmatrize durch Kaltpressen ein Preßling hergestellt wird, dessen Dichte 65 bis 80 % seiner theoretischen Dichte beträgt, der Preßling anschließend in einen Vakuumglühofen ohne direkten Stromdurchgang mittels Wärmestrahlung bei einer Temperatur über 2000 °C und einem Druck von weniger als 10⁻⁴ mbar gesintert wird, bis seine Dichte mindestens 85 % seiner theoretischen Dichte beträgt, danach der gesinterte Preßling in einer geschlossenen Metallmatrize auf ein Umfangsmaß kaltgepreßt wird, das geringfügig kleiner ist als der Umfang eines aus dem Halbzeug herzustellenden Formteils.

Als Matrizenwerkstoff haben sich Stahl und Hartmetalle bewährt. Besonders vorteilhaft hat sich die Verwendung von Hartmetallmatrizen sowohl bei

der Pulverpressung als auch bei der Pressung des gesinterten Presslings herausgestellt.

Falls erforderlich, kann an die Pressung des gesinterten Preßlings noch eine Abschlußglühung in einem Temperaturbereich von 1100 bis 1450 °C und einem Druck im Bereich von 5 x 10⁻⁴ bis 5 x 10⁻⁶ mbar angeschlossen werden. Dies empfiehlt sich besonders dann, wenn der kaltgepreßte, gesinterte Preßling um mehr als 40 % umgeformt wird.

Das erfindungsgemäße Verfahren besteht im wesentlichen aus drei Schritten bis das plättchenförmige Halbzeug vorliegt, während das nach dem Stand der Technik mindestens fünf Verfahrensschritte erfordert, und damit das erfindungsgemäße Verfahren schon allein so gesehen kostengünstiger als letzteres ist. Materialverluste, wie beim Verfahren nach dem Stand der Technik in Form von beispielsweise Stabenden und Spänen, treten beim erfindungsgemäßen Verfahren praktisch nicht auf.

Nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellte plättchenförmige Halbzeuge finden vorteilhafterweise besonders Verwendung zum Herstellen eines becherförmigen Formteils auf dem Wege der Kaltverformung durch Rückwärtsfließpressen in einem einzigen Schritt, wie es aus der DE-PS 38 04 567 bekannt ist.

Anhand nachfolgender Beispiele wird das erfindungsgemäße Verfahren erläutert.

30 Beispiel 1

Als Ausgangsmaterial dient Tantalpulver, das aus massivem Tantal nach dem an sich bekannten "Hydrid-/Dehydridverfahren" hergestellt wurde. Eine gesiebte Pulverfraktion mit einer Teilchengröße von < 25 µm wurde in Mengen von 2,5 g portioniert und jede Portion in einer geschlossenen Stahlmatrize bei einer Kraft von 20 kN zu einem zylindrischen Plättchen mit einem Durchmesser von 7,1 mm und einer Dicke von 5,3 mm kaltgepreßt. Die Dichte der kaltgepreßten Plättchen lag zwischen 69 und 78 % der theoretischen Dichte des Tantals.

Die Preßlinge in Form von Plättchen wurden alsdann in einer durch Wärmestrahlung beheizten Vakuum-Glühanlage 1 Stunde bei 2500 °C und einem Druck von 7 x 10⁻⁵ mbar gesintert. Die Dichte der gesinterten Preßlinge betrug etwa 88 % des theoretischen Wertes des Tantals. Die gesinterten Preßlinge wurden danach in einer geschlossenen Hartmetallmatrize mit einem Durchmesser von 7,07 mm gepreßt, um den Außendurchmesser geringfügig unter den Außendurchmesser des herzugestellten Formteils zu bringen. Die so hergestellten plättchenförmigen Halbzeuge wurden sodann durch Rückwärtsfließpressen in einem einzigen Schritt zu einem becherförmigen Teil mit einer Länge von 19 mm, einer Wanddicke von 0,35 mm

und einem Außendurchmesser von 7,11 mm gemäß dem in der DE-PS 38 04 567 angegebenen Verfahren kalt verformt.

Beispiel 2

Als Ausgangsmaterial diente Pulver aus einer Niob-Zirkonium 1-Legierung mit einer Teilchengröße $< 25 \mu\text{m}$, das nach dem "Hydrid-/Dehydridverfahren" aus einem Massivteil aus dieser Legierung und Siebung der Pulverteilchen gewonnen wurde. Analog zu Beispiel 1 wurden 1,1 g Portionen aus Pulver in geschlossenen Stahlmatrizen bei einer Kraft von 20 kN zu zylindrischen Plättchen mit einem Durchmesser von 7,1 mm kaltgepreßt. Die Dichte der Preßlinge lag zwischen 74 und 79 % der theoretischen Dichte der Niob-Zirkonium 1-Legierung. Diese Preßlinge wurden anschließend 2 Stunden bei einer Temperatur von 2100°C und einem Druck von 8×10^{-5} mbar in einem wärmestrahlung-beheizten Glühofen gesintert. Die gesinterten Preßlinge weisen eine Dichte von 86 bis 88 % der theoretischen Dichte auf. Danach wurden die gesinterten Preßlinge in einer Hartmetallmatrize auf einen Durchmesser von 7,07 mm kaltgepreßt und wie in Beispiel 1 angegeben zu becherartigen Formteilen weiterverarbeitet.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Halbzeug aus Tantal, Niob oder aus einer Basis-Legierung eines dieser Metalle durch Pressen von Pulver und Sintern unter Vakuum dadurch gekennzeichnet, daß zur Herstellung von plättchenförmigem Halbzeug mit einer Dicke im Bereich von 2 bis 20 mm aus Pulver mit einer Teilchengröße von weniger als $100 \mu\text{m}$ in einer den gewünschten Halbzeugabmessungen entsprechenden Metallmatrize durch Kaltpressen ein Preßling hergestellt wird, dessen Dichte 65 bis 80 % seiner theoretischen Dichte beträgt, der Preßling anschließend in einen Vakuumglühofen ohne direkten Stromdurchgang mittels Wärmestrahlung bei einer Temperatur über 2000°C und einem Druck von weniger als 10^{-4} mbar gesintert wird, bis seine Dichte mindestens 85 % seiner theoretischen Dichte beträgt, danach der gesinterte Preßling in einer geschlossenen Metallmatrize auf ein Umfangsmaß kaltgepreßt wird, das geringfügig kleiner ist als der Umfang eines aus dem Halbzeug herzustellenden Formteils.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der kaltgepreßte, gesinterte Preßling einer Abschlußglühung bei einer Temperatur im Bereich von 1100 bis 1450°C und

bei einem Druck im Bereich von 5×10^{-4} bis 5×10^{-6} mbar unterworfen wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß für das Pressen des Pulvers und das Pressen des gesinterten Preßlings eine Hartmetallmatrize verwendet wird.
4. Verwendung des nach dem Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 3 hergestellten plättchenförmigen Halbzeugs zum Kaltverformen durch Rückwärtsfließpressen in einem einzigen Schritt zu einem becherförmigen Formteil.



EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE

Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl.5)
A	DE-C-1 248 806 (WESTERN ELECTRIC CO) * Beispiel 1 * - - -	1-4	C 22 C 1/04
A	US-A-3 141 235 (W.H.LENZ) * Spalte 2, Zeile 10 - Zeile 35 * - - -	1-4	
A	FR-A-1 354 753 (METALLWERK PLANSEE) * Beispiel 2 * - - - - -	1-4	
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl.5)
			C 22 C
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort	Abschlußdatum der Recherche	Prüfer	
Den Haag	14 Oktober 91	SCHRUERS H.J.	
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 anderen Gründen angeführtes Dokument & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument	