



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



Veröffentlichungsnummer: **0 482 220 A1**

12

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

21 Anmeldenummer: 90120136.8

51 Int. Cl.⁵: B22F 3/04

22 Anmeldetag: 20.10.90

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung:
29.04.92 Patentblatt 92/18

71 Anmelder: ASEA BROWN BOVERI AG

CH-5401 Baden(CH)

84 Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH DE DK ES FR GB GR IT LI LU NL SE

72 Erfinder: Feichtinger, Heinrich, Prof. Dr.
Im Bad 1
CH-8128 Hinteregg(CH)

54 Verfahren zur Herstellung eines komplizierten Werkstücks ausgehend von Metall- und/oder Keramikpulvern.

57 Verfahren zur Herstellung eines komplizierten Werkstücks aus einem Metall- oder Keramikpulver (5), indem eine Negativform (2) mit einer anschießbaren gasdichten einseitig geschlossenen Folie (1) ausgekleidet, letztere durch Druckdifferenz an die Innenwände der Negativform (2) angepresst und unter Überdruck mit Pulver (5) gefüllt wird, worauf das in der Folie (1) eingeschlossene Pulver (5) durch

Umkehrung der Druckdifferenz zusammengepresst und zu einem Grünling genügender Eigenfestigkeit vorverdichtet wird. Letzterer wird samt Folie (1) entformt, mit keramischer Stützmasse umgeben, zwecks Zersetzen oder Verdampfen der Folie (1) erhitzt und gesintert, worauf die Stützmasse entfernt wird.

EP 0 482 220 A1

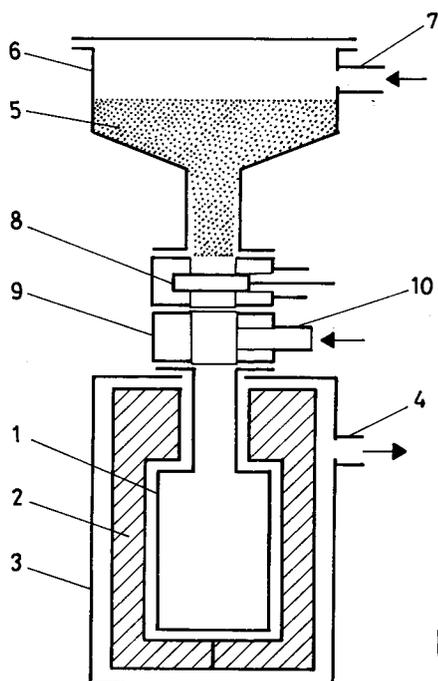


FIG.3

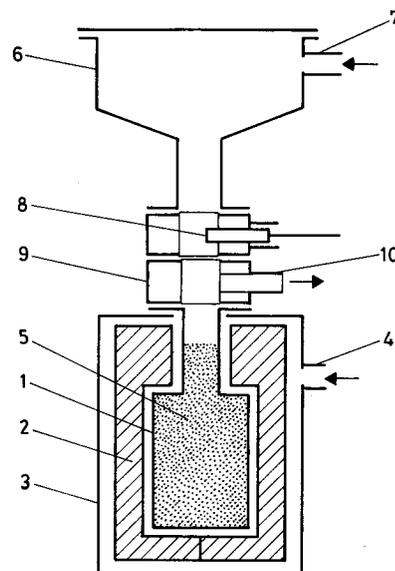


FIG.4

TECHNISCHES GEBIET

Herstellung von komplizierten Bauteilen aus metallischen oder keramischen Werkstoffen, wobei als Ausgangsmaterialien Pulver verwendet werden. Fragen des Sinterns und heiss-isostatischen Pressens im Hinblick auf das Schwinden.

Die Erfindung bezieht sich auf die Weiterentwicklung, Vervollkommnung und Vereinfachung pulvermetallurgischer Fertigungsmethoden für die Herstellung von Werkstücken mit vergleichsweise komplizierten Formen, wo die Probleme der Schwindung beim Sintern eine wichtige Rolle spielen. Anwendungsgebiet ist vor allem der Bereich von Bauteilen des Turbinenbaus.

Im engeren Sinne betrifft die Erfindung ein Verfahren zur Herstellung eines komplizierten Werkstücks ausgehend von Metall- und/oder Keramikpulvern unter Heranziehung eines Sinterprozesses, wobei ein Pulver oder eine Pulvermischung in eine Form abgefüllt und vorverdichtet wird.

STAND DER TECHNIK

Bei zahlreichen Fertigungsmethoden in der metallurgischen und keramischen Industrie wird von Pulvern ausgegangen. Pulvermetallurgische Verfahren haben den Vorteil, dass sich praktisch jede beliebige Form erzielen lässt. Es besteht die Absicht, Werkstücke pulvermetallurgisch als Fertigteile herzustellen, um teure Bearbeitungskosten teilweise oder ganz einsparen zu können. Die bekannten Verfahren zur Erzielung von Nettoformen (Net-Shape) oder Nahezu-Nettoformen (Near-Net-Shape) der Werkstücke gehen alle von Aufschlämungen (Schlicker, Paste) von Pulvern in Lösungsmitteln unter Verwendung eines Binders aus. Als Zusätze zu Pulvermischungen werden verwendet:

- Wasser + Binder + Additive (Schlickergiessen, Gefriertrocknen: "Slip casting, Freeze Drying")
- Wasser + Zellulose (Metall-Pulver-Spritzgiessen nach Rivers: "MIM by Rivers Process")
- Thermoplaste (Metall-Pulver-Spritzgiessen)

Bei allen diesen nassmechanischen Methoden treten zahlreiche Schwierigkeiten bezüglich Qualität, Freiheit der Gestaltung, Reproduzierbarkeit und Wahl der Zusammensetzung auf:

- Blasenbildung beim Mischen von Pulver mit Binder und Lösungsmittel.
- Begrenzung der Wandstärke der Werkstücke (z.B. max. 5-10 mm für "MIM"), da andererseits der Binder nicht mehr vollständig entfernt werden kann.

- Auftreten von Binderrückständen (z.B. Kohlenstoff), die auch nach dem "Ausbrennen" des Binders im Werkstück verbleiben und dessen Zusammensetzung unkontrolliert beeinträchtigen können.

- Notwendigkeit der Neuauswahl/Neuentwicklung des Binders bei Übergang auf andere Formen und/oder Zusammensetzungen der Werkstücke.

Beim Metall-Spritzgiessen ("Metal Injection Molding"; MIM) wird eine Mischung aus dem zu kompaktierenden Metallpulver zusammen mit einem geeigneten Thermoplast entsprechend der Spritzguss-Technik in eine Form eingeschossen. Eine Zusammenfassung der Methoden des "Metal Injection Molding" wird in einem Kapitel des Metals Handbook gegeben.

Eine besondere Problematik dieser Technik ist einerseits die Tatsache, dass im allgemeinen wesentlich feinere Pulver zum Einsatz kommen müssen, als dies normalerweise in der Pulvermetallurgie üblich ist, andererseits muss der organische Binder durch einen aufwendigen Prozess vor dem eigentlichen Sinterprozess entfernt werden, was zu einer beträchtlichen Verteuerung des Prozesses führt.

Aus der Giessereitechnik ist das Vakuumformverfahren bekannt, welches zur Herstellung von Giessformen aus feuerfestem körnigen Formstoff, in der Regel Quarzsand, dient. Durch Evakuierung der Luft aus einem folienumschlossenen Haufwerk binderfreien Sands entsteht in diesem ein Unterdruck, wodurch ein Kompressionsdruck der aussen anliegenden Gasatmosphäre über die Folie auf die Sandschüttung ausgeübt wird. Die dadurch bedingten Druckspannungen zwischen den Körnern verhindern die gegenseitige Beweglichkeit derselben, wodurch aus einem lockeren Haufwerk ein mechanisch widerstandsfähiger Körper mit definierter Form entsteht.

Zum Stand der Technik werden die nachfolgenden Druckschriften zitiert:

- GB Pat.Appl. 2088414
- EP Pat.Appl. 0191409
- R. Billet, "PLASTIC METALS: From Fiction to Reality with Injection Molded P/M Materials", Parmatech Corporation, San Rafael, California, P/M-82 in Europe Int.PM-Conf. Florence I 1982.
- Göran Sjöberg, "Powder Casting and Metal Injection Moulding", Manuscript submitted to Metal Powder Report September 1987
- Henry H. Hausner, "Slip Casting of Metal Powders", in "Perspectives in Powder Metallurgy", Hausner et al., Plenum Press 1967

Die bekannten Verfahren lassen zu wünschen übrig. Es besteht daher ein Bedürfnis nach Verbesserung und Weiterentwicklung der pulvermetallurgischen/pulverkeramischen Fertigungsmethoden.

DARSTELLUNG DER ERFINDUNG

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren anzugeben, mit welchem, ausgehend von Metall- oder Keramikpulvern ein vergleichsweise kompliziert geformtes Werkstück beliebigen Querschnittes und unbegrenzter Wandstärke gefertigt werden kann. Das Verfahren soll ein reproduzierbares Fertigerzeugnis liefern, das nicht mehr oder höchstens geringfügig zusätzlich bearbeitet werden muss. Bei der Pulververarbeitung sollen Blasen sowie unerwünschte schädliche Rückstände vermieden werden. Das Verfahren soll bezüglich Auswahl der Form und der Zusammensetzung des herzustellenden Werkstücks grösstmögliche Freizügigkeit und Universalität gewährleisten.

Diese Aufgabe wird dadurch gelöst, dass im eingangs erwähnten Verfahren die nachfolgenden Teilschritte durchgeführt werden:

- Auskleiden einer die Gestalt des Werkstücks bestimmenden, mindestens einfach geteilten Negativform auf den innenliegenden Wänden mit einer sich den Konturen anschmiegenden gasdichten organischen oder anorganischen einseitig geschlossenen dünnen Folie,
- Anpressen der Folie auf die innenliegenden Wände der Negativform durch Erzeugung einer Druckdifferenz zwischen dem durch die Negativform bestimmten Hohlraum und dem Raum ausserhalb der Negativform,
- Einfüllen des Pulvers in den Hohlraum der Negativform unter Wahrung einer Druckdifferenz zwischen dem durch die Folie begrenzten Innenraum und dem Raum ausserhalb der Negativform, dergestalt, dass der Druck im Innenraum stets höher als derjenige im Raum ausserhalb der Negativform gehalten wird,
- Zusammenpressen der in der Folie eingeschlossenen Pulverpartikel zwecks Erzeugung einer für die nachfolgenden Verfahrensschritte genügenden Festigkeit des Grünlings durch Erzeugung einer umgekehrten Druckdifferenz zwischen dem Raum ausserhalb der Negativform und dem von der Folie umschlossenen Innenraum, dergestalt, dass der Druck ausserhalb der Negativform stets höher als derjenige im Innenraum gehalten wird,
- Entfernen der geteilten Negativform vom in der Folie vorverdichteten Grünling,

- Einbetten des in der Folie befindlichen vorverdichteten Grünlings in eine die Form des letzteren wahrende keramische Stützmasse,
- Erwärmen des Grünlings in der keramischen Stützmasse bis zum Zersetzen und/oder Schmelzen und/oder Verdampfen der Folie,
- Weiter Erwärmen des Rohlings auf Sinter-temperatur der Pulverpartikel und Sintern bis zur angestrebten Dichte des fertigen Werkstücks,
- Entfernen der keramischen Stützmasse.

WEG ZUR AUSFÜHRUNG DER ERFINDUNG

Die Erfindung wird anhand der durch Figuren näher erläuterten Ausführungsbeispiele beschrieben.

Dabei zeigt:

- Fig.1 ein Fliessbild (Blockdiagramm) des Verfahrens,
- Fig.2 einen schematischen Aufriss/Schnitt einer Negativform mit Behälter,
- Fig.3 einen schematischen Aufriss/Schnitt einer Negativform inklusive Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens im Zustand vor der Pulverfüllung,
- Fig.4 einen schematischen Aufriss/Schnitt einer Negativform inklusive Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens im Zustand nach der Pulverfüllung,
- Fig.5 einen schematischen Aufriss/Schnitt des Grünlings im Moment der Entfernung der Negativform,
- Fig.6 einen schematischen Aufriss/Schnitt des Rohlings inklusive Stützmasse beim Sintern in einem Ofen.

In Fig.1 ist ein Fliessbild (Blockdiagramm) des Verfahrens dargestellt. Die einzelnen Verfahrensschritte entsprechen genau denjenigen des Patentanspruchs 1 und bedürfen keiner weiteren Erklärung. Das durch äusseren Druck dank der Reibungskräfte zwischen den Pulverpartikeln verfestigte Pulver besitzt genügende "Grünfestigkeit" um weiterverarbeitet werden zu können (Grünling). Nach Zersetzen der Folie liegt ein Rohling vor, der anschliessend zu einem Sinterkörper von Endform oder Nahezu-Endform gesintert wird.

Fig.2 stellt einen schematischen Aufriss/Schnitt einer Negativform mit Behälter dar. 1 ist eine schlauchartige, einseitig geschlossene dünne Folie aus einem gasdichten organischen oder anorganischen Stoff, die sich bei der Durchführung des Verfahrens vollständig und faltenlos an die Innenwände der Form anschmiegt. 2 stellt eine mindestens einfach geteilte Negativform aus einem festen, die Gestalt des Werkstücks eindeutig festle-

genden Material dar. 3 ist ein Behälter, der über die Zuleitung 4 unter Druck oder Unterdruck gesetzt werden kann.

Fig. 3 stellt einen schematischen Aufriss/Schnitt einer Negativform inklusive Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens im Zustand vor der Pulverfüllung dar. Die Bezugszeichen 1 bis 4 entsprechen genau denjenigen der Fig. 2. 5 ist das zur Herstellung des Werkstücks bestimmte Pulver, das sich in einem mit einem Deckel gasdicht verschliessbaren, mit einer Zuleitung 7 versehenen Vorratsbehälter 6 befindet. 8 stellt ein Sperrorgan für das Pulver in Form eines Schiebers dar. 9 ist eine Zwischenkammer für Gaszuführung und Abführung, die über die Zuleitung 10 mit einem gasförmigen Medium (z.B. Luft) beliebigen Druckes (auch Unterdruck) beaufschlagt werden kann. Die Druckverhältnisse sind durch Pfeile angedeutet.

In Fig. 4 ist ein schematischer Aufriss/Schnitt einer Negativform inklusive Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens im Zustand nach der Pulverfüllung dargestellt. Sämtliche Bezugszeichen entsprechen denjenigen der Fig. 3. Der Schieber 8 befindet sich in geöffneter Stellung, das Pulver 5 füllt die Folie 1 vollständig aus, sodass sie an die Innenwände der Negativform 2 gedrückt wird, der Behälter 3 steht unter Überdruck und die Zwischenkammer 9 unter Unterdruck. Die Druckverhältnisse sind wieder durch Pfeile angedeutet.

In Fig. 5 ist ein schematischer Aufriss/Schnitt des Grünlings im Moment der Entfernung der Negativform dargestellt. Die Bezugszeichen 2, 8, 9 und 10 entsprechen genau denjenigen der Fig. 4. Die Zwischenkammer 9 steht unter Unterdruck, was durch den Pfeil angedeutet ist. Der durch das in der Folie 1 unter dem äusseren Druck (siehe Pfeile!) zusammengedrückte und damit durch Reibungskräfte verfestigte Pulver 5 gebildete Grünling hat genügend Eigenfestigkeit, sodass er als solcher weiter gehandhabt werden kann.

Fig. 6 bezieht sich auf einen schematischen Aufriss/Schnitt des Rohlings inklusive Stützmasse beim Sintern in einem Ofen. 1 ist die Folie, die das Pulver 5 dank des in ihrem Innenraum als geschlossenem Gefäss wirkenden Unterdrucks zum "Rohling" zusammenhält. Der "Rohling" wird ausserdem durch die zu seiner Einbettung dienenden keramischen Stützmasse (Hinterfüllmasse) 11 mechanisch stabilisiert. 12 ist eine Ofenkammer mit Zuleitung 13, in der sich das Heizelement (elektrisches Widerstandselement, Induktionsspule etc.) befindet.

Ausführungsbeispiel 1:

Es wurde eine Dampfturbinenschaufel aus einem korrosionsbeständigen Chromstahlpulver mit einer mittleren Korngrösse von 50 μm hergestellt.

Dabei hatte der Stahl mit der Bezeichnung DIN X20CrMo 12 1 gemäss Deutscher Norm die folgende Zusammensetzung:

	Cr	= 12 Gew.-%
5	Mo	= 1 Gew.-%
	V	= 0,3 Gew.-%
	Si	= 0,4 Gew.-%
	Mn	= 0,7 Gew.-%
	C	= 0,2 Gew.-%
10	Fe	= Rest

Das Schaufelblatt der mit einem Fuss versehenen Schaufel hatte die nachfolgenden Abmessungen:

	Länge	= 105 mm
	Breite	= 30 mm
15	grösste Dicke	= 5 mm
	Profilhöhe	= 8 mm

Eine schlauchartige, einseitig geschlossene Folie 1 in Form eines Latex-Gummi-Sacks mit 12 mm Durchmesser und 90 mm Länge wurde in die obenliegende Einfüllöffnung einer zweigeteilten Negativform 2 eingesetzt, welche sich ihrerseits mit Ausnahme dieser Einfüllöffnung in einem vakuumdichten Behälter 3 befand. Sodann wurde der Behälter 3 unter verminderten Druck gesetzt. Die Anordnung entsprach im wesentlichen Fig. 2. Unter der Wirkung der innerhalb der Folie 1 befindlichen Luft sowie des über die Trennlinie der Negativform 2 wirkenden Unterdrucks wurde die Folie 1 fest an die Innenwände der Form 1 gepresst, wobei sie ein getreues Positiv-Abbild der Form 1 bildete. Als nächster Arbeitsgang wurde nun das obengenannte Pulver 5 mit einem Trichter eingefüllt und mittels Vibrator verdichtet, wobei die Füllhöhe des Pulvers bis zur Mitte der zylindrischen Einfüllöffnung ging. Nun wurde ein durchbohrter zylindrischer Metallstopfen in den Oberteil der Folie 1 eingeschoben, bis seine Stirnfläche in direkten Kontakt mit dem Pulver kam. Auf diese Weise wurde zwischen der Folie 1 und der Mantelfläche des Stopfens eine ausgezeichnete Dichtung erzielt. Über eine zentrale Bohrung mit Rohranschluss wurde nun der Innenraum der Folie 1, d.h. das Zwischenkornvolumen der in der geschlossenen Folie 1 befindlichen Pulverschüttung, mittels einer Vakuumpumpe über die Zuleitung 10 der Zwischenkammer 9 evakuiert, wobei ein Unterdruck unterhalb von 30 mbar eingestellt wurde. Nach Abquetschen des Anschlussrohrs blieb die Folie 1 statisch unter Vakuum und konnte nun, nach Aufhebung des Unterdrucks im Behälter 3 sowie nach Entfernen der zweigeteilten Negativform 2 entformt werden. Als Resultat der vorangegangenen Arbeitsgänge blieb ein exakt dem Formhohlraum entsprechender Formkörper aus verdichtetem Pulver 5 zurück, der unter dem Einfluss des Luftdrucks eine erstaunliche Formstabilität zeigte. Diese Stabilität lag so hoch, dass der Körper bei entsprechender Vorsicht problemlos in eine Hinterstützungsmasse eingebracht werden

konnte. Im vorliegenden Falle geschah dies so, dass der Körper in einen Stahlriegel eingesetzt und allseitig mit Zirkonsand aufgefüllt wurde. Sodann wurde er in einen Vakuum-Sinterofen gebracht und langsam erhitzt. Dabei kam es im Bereich von 300 °C zu einer langsamen Zersetzung der Latex-Masse. Die Temperatur wurde hierauf bis auf 950 °C weiter gesteigert, wobei es nach 1 Stunde Haltezeit zu einer für die Grünfestigkeit ausreichenden Vorsinterung, jedoch noch zu keinem Volumensverlust kam. Nach dem Entformen lag ein den Dimensionen exakt entsprechender Formkörper vor. Dabei fiel besonders die gute Oberflächenqualität auf, d.h. die Trennung des Pulverkörpers von der keramischen Hinterstützmasse über die Latexfolie ergab eine glattere Oberfläche als dies bei direktem Kontakt der Fall gewesen wäre. Eine Analyse des Kohlenstoffgehalts der in der Nachbarschaft der Folie gelegenen Pulverteile zeigte keinerlei Aufkohlungseffekt, eine Gefahr, die man eventuell hätte erwarten können.

Die weitere Verarbeitung des Pulver-Formlings erfolgte durch Dichtsintern bei 1350 °C mit einem nachgeschalteten heissisostatischen Pressvorgang.

Ausführungsbeispiel 2:

Es wurde eine Turbinenschaufel der gleichen Abmessungen und Zusammensetzung wie unter Beispiel 1 hergestellt. Der Formling wurde unter Verwendung des gleichen Pulvermaterials wie in Beispiel 1 hergestellt, jedoch wurde die im Behälter 3 befindliche zweigeteilte Negativform 2 mit den gegen die Innenflächen unter der Wirkung des Unterdrucks gesaugten Folie 1 (Latex-Sack) (Fig. 2) gegen eine Stirnfläche (Flansch) der Zwischenkammer 9 mit einer seitlichen Zuleitung 10 gepresst. Oberhalb der Zwischenkammer 9 befand sich ein Schieber 8, welcher das im Vorratsbehälter 6 befindliche und unter 2 bar Stickstoff stehende Pulver 5 vom Formhohlraum trennte. Über die Zuleitung 10 wurde nun der Innenraum der Folie 1 auf etwa 50 mbar evakuiert und anschliessend der Schieber 8 plötzlich geöffnet, wodurch die genau abgemessene Pulvermenge schlagartig in die Folie gelangte und diese bis zur halben Höhe des Einfüllstutzens füllte. Anschliessend wurde über die Zuleitung 10 evakuiert und der Behälter 3 über die Zuleitung 4 gelüftet, sodass der in der Folie 1 befindliche Pulver-Formling über den Aussendruck in Form gehalten wurde. Der unter dem Einfluss des Aussendrucks vollkommen zusammengepresste Schlauchansatz der Folie 1 wurde dicht abgebunden und anschliessend entformt, wobei in gleicher Weise wie vorher beschrieben, ein stabiler Formling entstand.

Beim vorliegenden Ausführungsbeispiel wurde dieser Formling mit Quarzsand hinterfüllt, welcher mit einem Wasserglas-Kohlensäure-Gemisch entsprechend der in der Giessereitechnik üblichen Methode zu einem stabilen Formkörper ausgehärtet wurde. Nach der weiteren Erhitzung im Vakuum-Sinterofen bis zu einer Temperatur von 1000 °C wurde einerseits eine ausreichende Grünfestigkeit des Metallpulvers infolge des Sintervorgangs erzielt, während die Konsistenz der keramischen Stützmasse 11 unter dem Einfluss der Vakuum-erhitzung so gering wurde, dass diese nach der Abkühlung mit einem geringen mechanischen Aufwand vom Formling entfernt werden konnte. Auch in diesem Falle ergab sich eine einwandfreie Dimensionstreuung bei erstklassiger Oberflächenstruktur.

Ausführungsbeispiel 3:

Es wurde eine Dampfturbinenschaufel aus einem korrosionsbeständigen Chromnickelstahl hergestellt. Der Stahl mit der Bezeichnung 316 L gemäss US-Norm entsprechend X3CrNiMo 17.12.2 Deutsche Norm hatte die nachfolgende Zusammensetzung:

Cr	= 17 Gew.-%
Ni	= 12 Gew.-%
Mo	= 2,2 Gew.-%
Si	= 0,8 Gew.-%
Mn	= 1,5 Gew.-%
C	= 0,03 Gew.-%
Fe	= Rest

Das Blatt der mit einem Fuss versehenen Schaufel hatte die nachfolgenden Abmessungen

Länge	= 140 mm
Breite	= 32 mm
grösste Dicke	= 5,5 mm
Profilhöhe	= 11 mm

Es wurde von einem Metallpulver mit einer maximalen Partikelgrösse von 40 µm ausgegangen. In Abweichung von den obengenannten Beispielen wurde als Folie 1 ein Latex-Sack verwendet, welcher den Ausmassen des späteren Formlings ähnlich, jedoch masstäblich um 30 % kleiner als die zu erzielenden Ausmasse des Formlings war. Zu diesem Zweck wurde ein Positivmodell mit mehreren in die Oberfläche ausmündenden Gaskanälen aus Aluminium hergestellt. Dieses Modell wurde nun - ähnlich wie dies bei der Herstellung von Chirurgen-Handschuhen Stand der Technik ist - in eine Latex-Masse eingetaucht und langsam herausgezogen, wonach es im warmen Luftstrom getrocknet wurde. Durch Einblasen von Pressluft über die Gaskanäle konnte der geformte Latex-Sack vom Modell abgezogen werden.

Die weitere Verarbeitung erfolgte entsprechend dem Ausführungsbeispiel 1, wobei darauf geachtet wurde, dass die Folie 1 in der Gestalt des Form-sacks beim Ansaugvorgang so in der Negativform 2 positioniert wurde, dass der expandierte Sack exakt mit dem Innenprofil der Negativform 2 zur Deckung gebracht wurde. Der Vorteil dieser verfahrenstechnischen Variante beruht darin, dass die Latex-Folie 1 im Bereich von scharfen Ecken und einspringenden Kanten eine höhere Formstabilität besitzt, da die lokalen Rückstellungskräfte des gedehnten Gummis geringer sind (besseres Formfüllungsvermögen).

Ausführungsbeispiel 4:

Es wurde eine Turbinenschaufel der Abmessungen und der Zusammensetzung gemäss Beispiel 3 hergestellt.

Hier wurde in die zweigeteilte Negativform 2 eine genau passende, nach dem Spritzblasen in erwärmtem Zustand hergestellte dünnwandige Form aus PET-Kunststoff (Polyäthylen-Terephthalat) als Folie 1 eingelegt, mit Pulver 5 entsprechend dem Ausführungsbeispiel 2 gefüllt und evakuiert. Die weiteren Vorgänge beim Sintern spielten sich weitgehend analog ab. Der Vorteil dieser Variante lag in der Tatsache einer höheren Formstabilität insbesondere im Bereich der Kanten, wo die Wirkung des von aussen stabilisierenden Luftdrucks über die Eigenfestigkeit der Kunststoff-Folie 1 unterstützt wird.

Ausführungsbeispiel 5:

Es wurde eine Turbinenschaufel für einen Abgasturbolader aus Siliziumkarbid SiC hergestellt. Zu diesem Zweck wurde das Verfahren über sogenanntes infiltriertes SiC benutzt.

Die Abmessungen der Turbinenschaufel waren die folgenden:

totale Länge	= 80 mm
Breite	= 18 mm
grösste Dicke	= 4 mm
Profilhöhe	= 7 mm

Es wurde von folgenden Ausgangssubstanzen ausgegangen:

SiC-Pulver (max. Partikelgrösse 63 μm):

60 g

SiC-Pulver (max. Partikelgrösse 5 μm):

10 g

Kohlenstoff-Pulver (Russ):

20 g

Binder: Mowiol 4/88 (Polyvinylalkohol):

1 g

Die Pulver wurden sorgfältig gemischt und für das weitere Vorgehen bereitgehalten.

Nun wurde gemäss Beispiel 1 eine schlauchartige, einseitig geschlossene Folie 1 in Form eines Latex-Gummi-Sacks mit 8 mm Durchmesser und 70 mm Länge in die obenliegende Einfüllöffnung einer zweiteiligen Negativform 2 eingesetzt, welche sich ihrerseits in einem vakuumdichten Behälter 3 befand. Der Formkörper aus verdichtetem Pulver 5 wurde nun in einen Al_2O_3 -Tiegel eingesetzt und mittels einer keramischen Stützmasse 11 (Hinterfüllmasse) in vertikaler Lage festgehalten. Zu diesem Zweck wurde im vorliegenden Fall ZrO_2 -Sand verwendet. Das Ganze wurde in einen Vakuum-Sinterofen gebracht und zunächst langsam auf 300 °C erhitzt, wobei die Latex-Masse der Folie 1 zersetzt und die Zersetzungsprodukte abgesaugt wurden. Dann wurde die Temperatur bis auf 1600 °C gesteigert, wobei es nach 3 h Haltezeit zu einer Vorsinterung der SiC-Partikel kam. Nach langsamem Abkühlen wurde der poröse Formkörper aus der Stützmasse 11 herausgenommen und unter Vakuum bei 1800 °C während 1 h weitergesintert. Dann wurde der immer noch poröse Körper unter Vakuum auf ca. 1500 °C abgekühlt und in ein Bad von flüssigem Silizium von ca. 1450 °C eingetaucht und dort 10 min belassen. Dabei wurde er vollständig mit Si infiltriert, welches mit dem überschüssigen C zu SiC reagierte. Die Infiltriereinrichtung wurde mit Argon geflutet und das Ganze während einer Zeitdauer von ca. 8 h auf Raumtemperatur abgekühlt. Die Dichte des Formkörpers erreichte durchschnittlich 94 % des theoretischen Wertes.

Ausführungsbeispiel 6:

Es wurde eine Rundstange aus einer hochstickstoffhaltigen austenitischen Eisenlegierung hergestellt. Zu diesem Zweck wurde der pulvermetallurgische Weg beschritten, da die Erschmelzung von Legierungen mit sehr hohen Stickstoffgehalten im Hochdruck-Ofen Schwierigkeiten bereitet und die Weiterverformung und Formgebung von geossenem Material dank der hohen Warmfestigkeit umständlich und unwirtschaftlich und oft mit technologischen Problemen verknüpft ist. Es wurde von einem Legierungspulver mit einer mittleren Korngrösse von 60 μm und der nachfolgenden Zusammensetzung ausgegangen:

Cr = 18 Gew.-%

Mn = 18 Gew.-%

N = 0,9 Gew.-%

Das fertige Werkstück hatte ungefähr die folgenden Abmessungen:

Durchmesser = 100 mm

Länge = 800 mm

Eine Metallfolie 1 von 50 μm Dicke aus einem warmfesten Cr/Ni-Stahl mit hohem Chrom- und Nickelgehalt, wie er für das zunderfreie Glühen von

Werkstücken verwendet wird, wurde zu einer Röhre von 120 mm Durchmesser und 1200 mm Länge geformt. Dabei wurde die Partie der Mantellinie des Zylinders sowie diejenige der Bodenfläche durch Falzen mit der jeweils anstossenden Partie (ähnlich Herstellung einer Tüte) verbunden und vakuumdicht verschweisst. Da dieser äusserst dünnwandige Behälter an sich nicht genügend Formstabilität aufwies, wurde er in ein Metallrohr mit einem entsprechenden Innendurchmesser stramm eingeschoben. Der unregelmässige Falten aufweisende Boden wurde mittels eines in den Behälter eingeführten, gegen die Auflage gedrückten Stempels in eine senkrecht auf der Längsachse des Zylinders stehende Ebene flachgepresst. Nun wurde das Metallpulver 5 bis auf 150 mm unterhalb der Oberkante des aus der Folie 1 und dem Stützrohr gebildeten Behälters eingefüllt. Ein dünnes, auf seiner äusseren Oberfläche mit Weichgummi beschichtetes Saugrohr wurde zentral eingeführt, sodass sein unteres Ende knapp über die Pulveroberfläche zu stehen kam. Nun wurde der über das Stützrohr herausragende Teil der Folie 1 flach zusammengepresst und am Mantel des Saugrohres dicht befestigt. Über dieses Saugrohr wurde dann die Luft evakuiert, wobei die Folie 1 an das Metallpulver 5 angepresst wurde. Im weiteren Verlauf wurde das aus Folie 1 und gepresstem Pulver 5 bestehende Werkstück etwas aus dem Stützrohr herausgezogen (ähnlich Vakuumverpacken von Tiefkühlgut) und die glatte Folie 1 zusammengepresst und dicht verschweisst. Dank der Evakuierung wurde die Folie 1 im Durchmesser einer geringfügigen Kontraktion unterworfen, wodurch das Werkstück sich leicht aus dem Stützrohr herausnehmen liess. Das Werkstück wies eine erstaunliche Formstabilität auf (Vergleich: Paket vakuumverpackten Kaffepulvers). Diese war im Bereich der Kanten besonders gross, da hier zur Wirkung des Aussendruckes noch die durch den Falz- und Knitterprozess der Folie 1 bedingte Kantenversteifung (Rippenwirkung) dazukam. Das Werkstück wurde nun in eine Hochtemperaturpresse gebracht und bei einer Temperatur von 1150 °C während 3 h unter einem Druck von 1100 bar heiss-isostatisch gepresst. Das Ergebnis war eine Rundstange aus einem vollständig dichten warmfesten Werkstoff hoher Streckgrenze und gleichzeitig hoher Bruchzähigkeit.

Ausführungsbeispiel 7:

Es wurde eine Dampfturbinenschaufel aus einem korrosionsbeständigen Chromstahlpulver hergestellt. Abmessungen und Zusammensetzung der Schaufel entsprachen genau den unter Beispiel 1 angeführten Werten.

Es wurde zunächst genau gemäss Beispiel 2 vorgegangen. Nach der Evakuierung der Folie 1

(Latex-Sack) über die Zuleitung 10 zur Zwischenkammer 9 wurde der im vorliegenden Fall druckfest ausgeführte Behälter 3 über die Zuleitung 4 zusätzlich unter Druck gesetzt (vergl. Fig. 4). Der bis auf 3000 bar gesteigerte Druck im Behälter 4 pflanzte sich auf die Aussenfläche der Folie 1 fort, sodass unter seinem Einfluss das Pulver 5 kalt-isostatisch gepresst wurde. Dadurch wurde bereits ein Formkörper (Grünling) mit einer Dichte von ca. 75 % des theoretischen Wertes gebildet. Der vorverdichtete Grünling wurde hierauf aus der Negativform entfernt und genau gleich wie unter Beispiel 2 angegeben verfahren. Zum Schluss wurde das Werkstück bei einer Temperatur von 1350 °C dicht gesintert. Durch das vorausgegangene kalt-isostatische Pressen wurde der Prozess des Dichtsinterns beschleunigt und verbessert.

Die Erfindung ist nicht auf die Ausführungsbeispiele beschränkt.

Das Verfahren zur Herstellung eines komplizierten Werkstücks ausgehend von Metall- und/oder Keramikpulvern unter Heranziehung eines Sinterprozesses, wobei ein Pulver 5 oder eine Pulvermischung in eine Form 2 abgefüllt und vorverdichtet wird, besteht ganz allgemein aus folgenden Teilschritten:

- Auskleiden einer die Gestalt des Werkstücks bestimmenden, mindestens einfach geteilten Negativform 2 auf den innenliegenden Wänden mit einer sich den Konturen anschmiegender gasdichten organischen oder anorganischen einseitig geschlossenen dünnen Folie 1,
- Anpressen der Folie 1 auf die innenliegenden Wände der Negativform 2 durch Erzeugung einer Druckdifferenz zwischen dem durch die Negativform 2 bestimmten Hohlraum und dem Raum ausserhalb der Negativform 2,
- Einfüllen des Pulvers 5 in den Hohlraum der Negativform 2 unter Wahrung einer Druckdifferenz zwischen dem durch die Folie 1 begrenzten Innenraum und dem Raum ausserhalb der Negativform 2, dergestalt, dass der Druck im Innenraum stets höher als derjenige im Raum ausserhalb der Negativform 2 gehalten wird,
- Zusammenpressen der in der Folie 1 eingeschlossenen Pulverpartikel 5 zwecks Erzeugung einer für die nachfolgenden Verfahrensschritte genügenden Festigkeit des Grünlings durch Erzeugung einer umgekehrten Druckdifferenz zwischen dem Raum ausserhalb der Negativform 2 und dem von der Folie umschlossenen Innenraum, dergestalt, dass der Druck ausserhalb der Negativform 2 stets höher als derjenige im Innenraum gehalten wird,
- Entfernen der geteilten Negativform 2 vom in der Folie 1 vorverdichteten Grünling,

- Einbetten des in der Folie 1 befindlichen vorverdichteten Grünlings in eine die Form des letzteren wahrende keramische Stützmasse 11,
- Erwärmen des Grünlings in der keramischen Stützmasse 11 bis zum Zersetzen und/oder Schmelzen und/oder Verdampfen der Folie 1, 5
- Weiter Erwärmen des Rohlings auf Sinter-temperatur der Pulverpartikel und Sintern bis zur angestrebten Dichte des fertigen Werkstücks, 10
- Entfernen der keramischen Stützmasse 11.

Die Folie 1 besteht aus Metall, aus Kautschuk-Substanz (Latex) oder aus Kunststoff (Polyäthylen, Polypropylen, Äthyl-Vinylazetat, Polyvinylalkohol oder Polystyrol), wobei sie in letzterem Fall eine Dicke von 0,01 bis 0,2 mm aufweist. Vorzugsweise wird die Kunststoff-Folie 1 vor und während des Anpressens auf die innenliegenden Wände der Negativform 2 zur Erhöhung ihrer Geschmeidigkeit und Erniedrigung ihrer Härte erwärmt. 15 20

In vorteilhafter Weise wird eine Folie 1 verwendet, welche unter dem Einfluss der nach dem Innenraum der Negativform 2 gerichteten Druckdifferenz durch eine ihr eigene Steifigkeit die Wirkung des Zusammenpressens der Pulverpartikel zwecks Verfestigung unterstützt. 25

Vorzugsweise wird die nach dem Innenraum der Negativform 2 gerichtete Druckdifferenz so hoch gewählt, dass das Gemenge der Pulverpartikel durch kalt-isostatisches Pressen verdichtet wird. 30

Das Werkstück wird vorteilhafterweise nach dem Sintern zusätzlich heiss-isostatisch gepresst.

Patentansprüche 35

1. Verfahren zur Herstellung eines komplizierten Werkstücks ausgehend von Metall- und/oder Keramikpulvern unter Heranziehung eines Sinterprozesses, wobei ein Pulver (5) oder eine Pulvermischung in eine Form (2) abgefüllt und vorverdichtet wird, dadurch gekennzeichnet, dass es aus folgenden Teilschritten besteht:
 - Auskleiden einer die Gestalt des Werkstücks bestimmenden, mindestens einfach geteilten Negativform (2) auf den innenliegenden Wänden mit einer sich den Konturen anschmiegenden gasdichten organischen oder anorganischen einseitig geschlossenen dünnen Folie (1), 45
 - Anpressen der Folie (1) auf die innenliegenden Wände der Negativform (2) durch Erzeugung einer Druckdifferenz zwischen dem durch die Negativform (2) bestimmten Hohlraum und dem Raum ausserhalb der Negativform, 50 55

- Einfüllen des Pulvers (5) in den Hohlraum der Negativform (2) unter Wahrung einer Druckdifferenz zwischen dem durch die Folie (1) begrenzten Innenraum und dem Raum ausserhalb der Negativform (2), dergestalt, dass der Druck im Innenraum stets höher als derjenige im Raum ausserhalb der Negativform (2) gehalten wird,
- Zusammenpressen der in der Folie (1) eingeschlossenen Pulverpartikel (5) zwecks Erzeugung einer für die nachfolgenden Verfahrensschritte genügenden Festigkeit des Grünlings durch Erzeugung einer umgekehrten Druckdifferenz zwischen dem Raum ausserhalb der Negativform (2) und dem von der Folie umschlossenen Innenraum, dergestalt, dass der Druck ausserhalb der Negativform (2) stets höher als derjenige im Innenraum gehalten wird,
- Entfernen der geteilten Negativform (2) vom in der Folie (1) vorverdichteten Grünling,
- Einbetten des in der Folie (1) befindlichen vorverdichteten Grünlings in eine die Form des letzteren wahrende keramische Stützmasse (11),
- Erwärmen des Grünlings in der keramischen Stützmasse (11) bis zum Zersetzen und/oder Schmelzen und/oder Verdampfen der Folie (1),
- Weiter Erwärmen des Rohlings auf Sinter-temperatur der Pulverpartikel und Sintern bis zur angestrebten Dichte des fertigen Werkstücks,
- Entfernen der keramischen Stützmasse (11).

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass eine Folie (1) aus Metall verwendet wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass eine Folie (1) aus Kunststoff verwendet wird.
4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass eine Kunststoff-Folie (1) aus Polyäthylen, Polypropylen, Äthyl-Vinylazetat, Polyvinylalkohol oder Polystyrol von 0,01 bis 0,2 mm Dicke verwendet wird.
5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Kunststoff-Folie (1) vor und während des Anpressens auf die innenliegen-

den Wände der Negativform (2) zur Erhöhung ihrer Geschmeidigkeit und Erniedrigung ihrer Härte erwärmt wird.

6. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass eine Folie (1) aus Kautschuk-Substanz wie Latex verwendet wird. 5
7. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass eine Folie (1) verwendet wird, welche unter dem Einfluss der nach dem Innenraum der Negativform (2) gerichteten Druckdifferenz durch eine ihr eigene Steifigkeit die Wirkung des Zusammenpressens der Pulverpartikel zwecks Verfestigung unterstützt. 10
15
8. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die nach dem Innenraum der Negativform (2) gerichtete Druckdifferenz so hoch gewählt wird, dass das Gemenge der Pulverpartikel durch kalt-isostatisches Pressen verdichtet wird. 20
9. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Werkstück nach dem Sintern zusätzlich heiss-isostatisch gepresst wird. 25

30

35

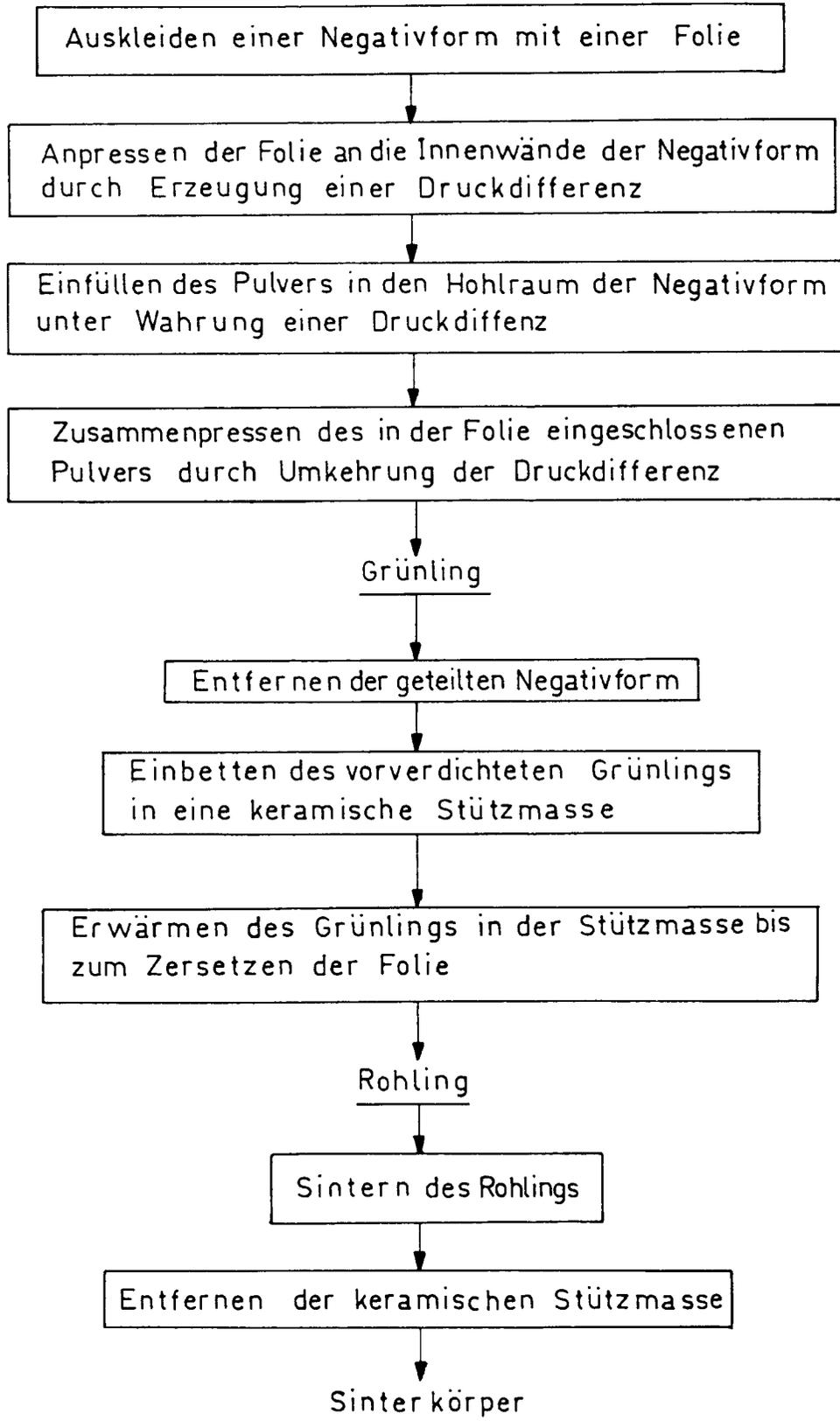
40

45

50

55

FIG.1



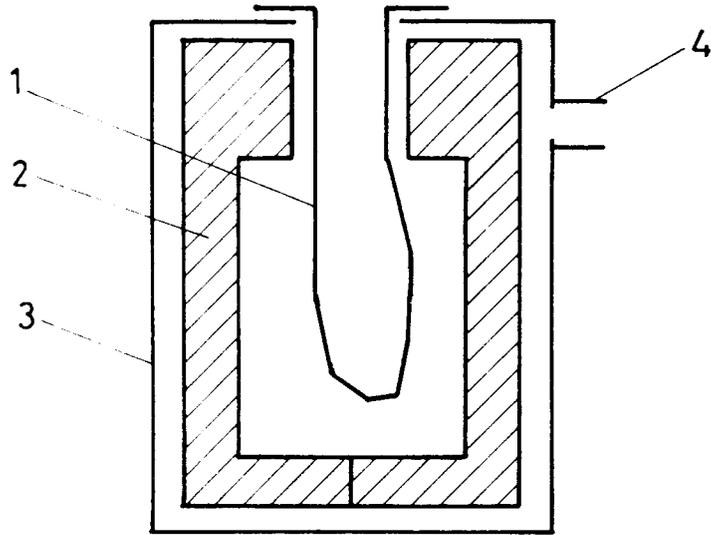


FIG.2

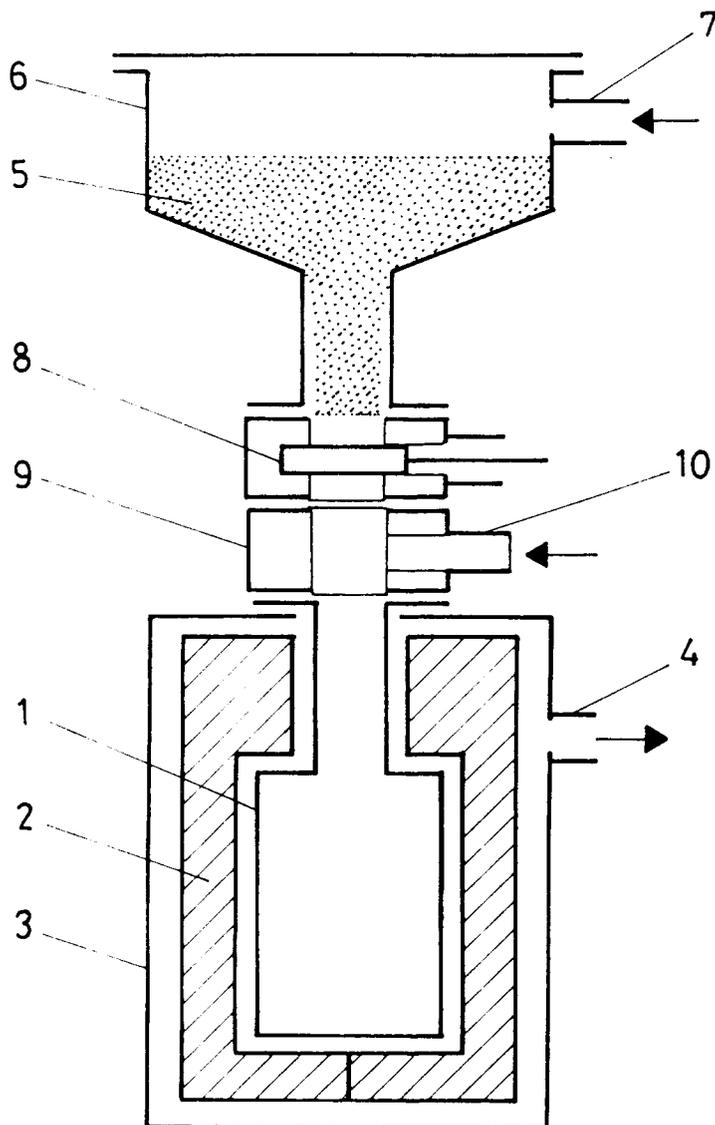


FIG.3

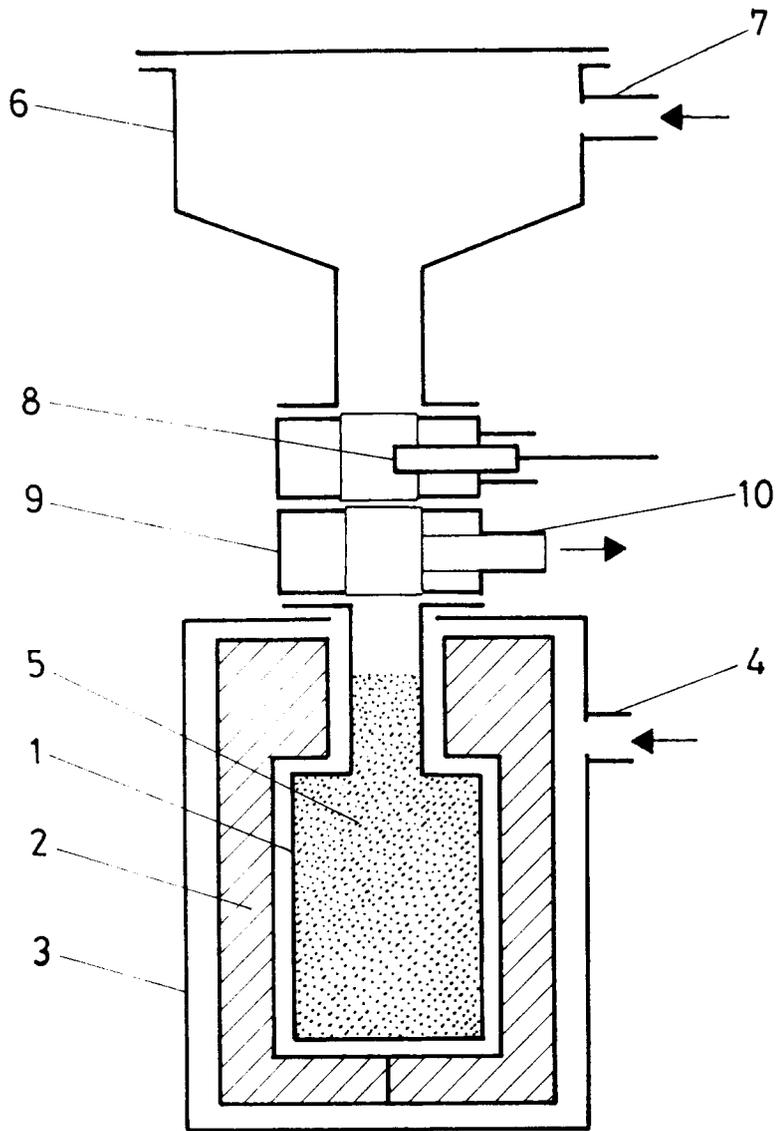


FIG.4

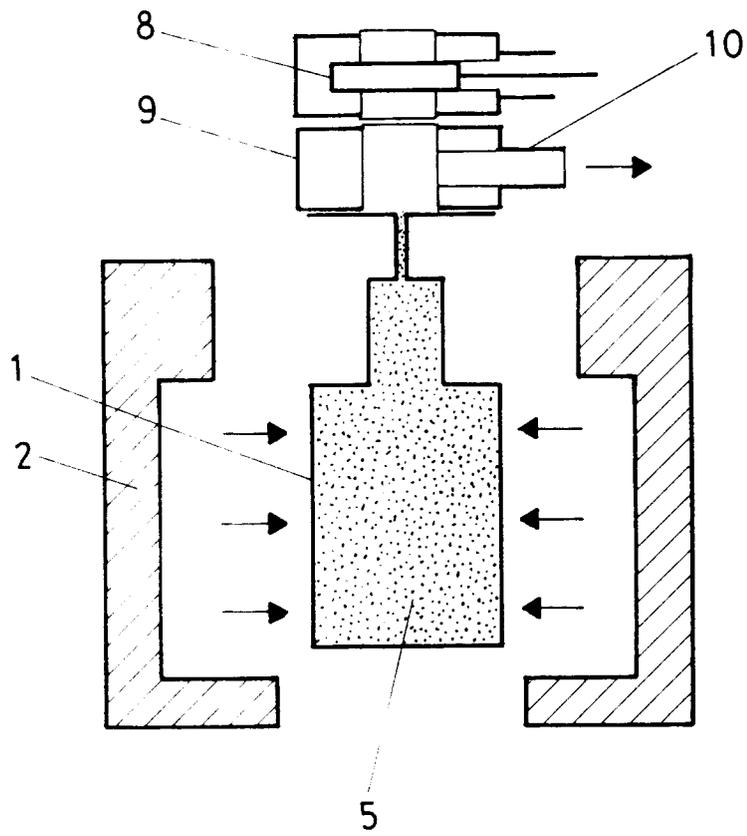


FIG.5

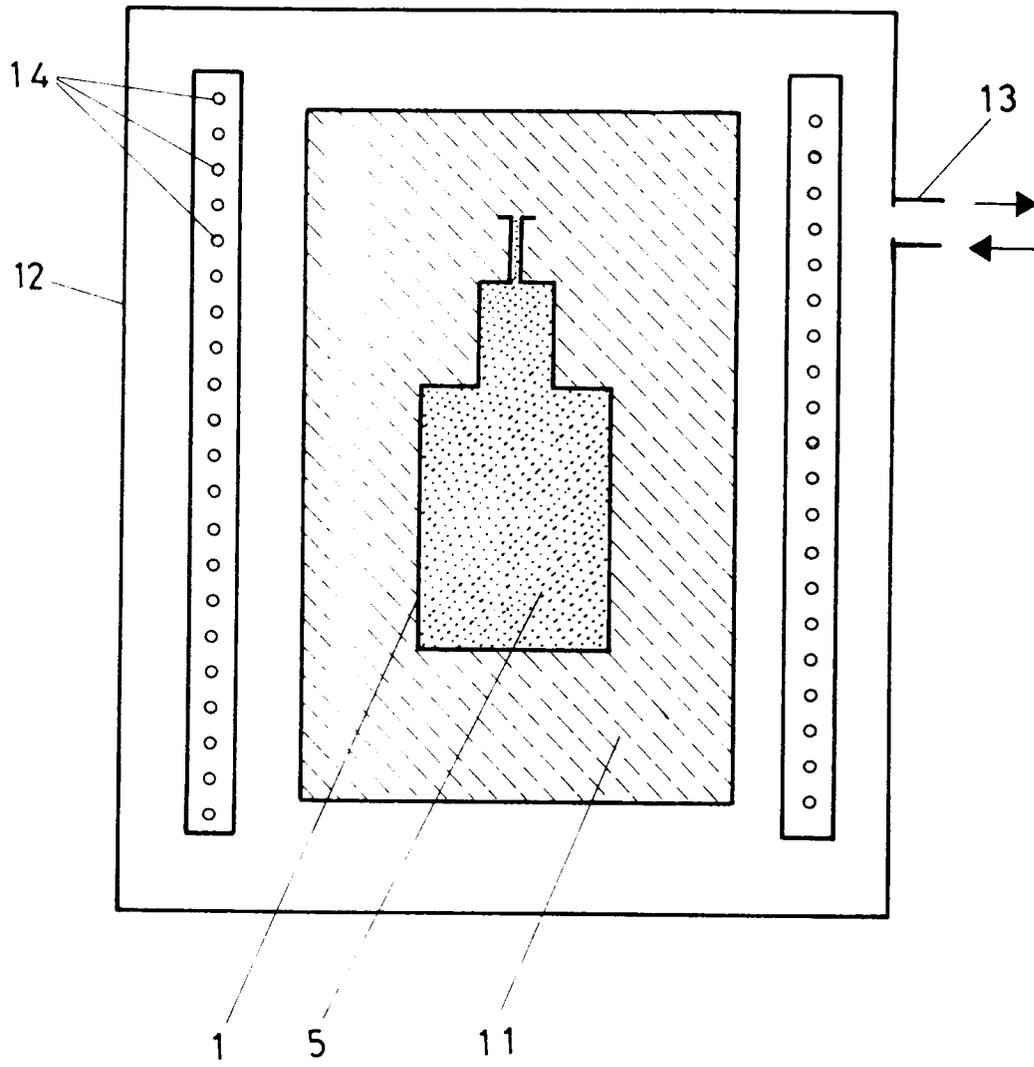


FIG.6



EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl.5)
X	DE-A-1 483 684 (ASEA) * Patentansprüche 1,6,7; Seite 6, Zeilen 1-7 * - - -	1-9	B 22 F 3/04
X	EP-A-0 176 266 (NIPPON KOKAN K.K.) * Patentansprüche 1,4; Spalte 4, Zeile 15 - Spalte 5, Zeile 50 * - - - - -	1-9	
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl.5)
			B 22 F
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort Den Haag		Abschlußdatum der Recherche 13 Juni 91	
		Prüfer 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	