

(11) **EP 3 243 587 A1**

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:

15.11.2017 Patentblatt 2017/46

(51) Int Cl.: **B22F** 9/08^(2006.01) G01N 1/38^(2006.01)

G01N 33/00 (2006.01)

(21) Anmeldenummer: 16001092.2

(22) Anmeldetag: 13.05.2016

(84) Benannte Vertragsstaaten:

AL AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR HR HU IE IS IT LI LT LU LV MC MK MT NL NO PL PT RO RS SE SI SK SM TR

Benannte Erstreckungsstaaten:

BA ME

Benannte Validierungsstaaten:

MA MD

(71) Anmelder: Linde Aktiengesellschaft 80331 München (DE)

(72) Erfinder:

 Scholz, Jürgen 81379 München (DE) Miklos, Ernst 85551 Kirchheim (DE)

 Fieret, Jim Bell Hill, Hook Norton OX15 5PS (GB)

• Foret, Pierre 80796 München (DE)

(74) Vertreter: Gellner, Bernd et al Linde AG Technology & Innovation Corporate Intellectual Property Dr.-Carl-von-Linde-Straße 6-14 82049 Pullach (DE)

(54) VERFAHREN UND VORRICHTUNG ZUM HERSTELLEN UND KODIEREN VON METALLPULVER SOWIE EIN KODIERUNGSGAS ZUM KODIEREN VON METALLPULVER

(57) Erfindungsgemäß ist ein Verfahren zum Kodieren von Metallpulver vorgesehen. Dieses umfasst die folgenden Schritte:

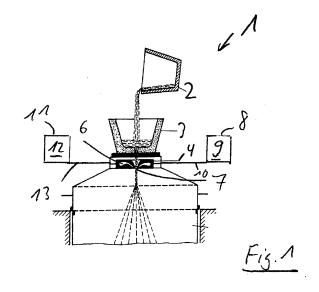
Bereitstellen einer Schmelze,

Ausbilden eines Schmelzestrahls,

Verdüsen des Schmeizestrahls mittels eines Verdüsungsfluids,

Ausbilden von Metallpulverpartikeln aus dem Schmelzestrahl.

Das Verfahren zeichnet sich dadurch aus, dass während des Verdüsens der Schmelze und/oder dem Verdüsungsfluid eine Kodierungskomponente oder ein Kodierungsgas derart zugesetzt ist, dass die Verwendung der Kodierungskomponente im Metallpulver detektierbar ist, wobei die gasförmige Kodierungskomponente ein oder mehrere Isotope zumindest eines Gases umfasst und der Anteil des zumindest einen Isotops gegenüber dem natürlich vorkommenden Anteil dieses Isotops im Gas verändert ist und/oder wobei die gasförmige Kodierungskomponente gasförmige Legierungselemente enthält.



EP 3 243 587 A1

Beschreibung

10

30

35

55

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zum Herstellen und Kodieren von Metallpulver sowie ein Kodierungsgas zum Kodieren von Metallpulver.

[0002] Es gibt zahlreiche Verfahren, um Metallpulver herzustellen. Dazu gehören das mechanische Zerkleinern von festem Metall, das Ausscheiden aus Salzlösungen, die thermische Zersetzung einer chemischen Verbindung, die Reduktion einer chemischen Verbindung, meist des Oxides in fester Phase, das elektrolytische Abscheiden und die Verdüsung von flüssigem Metall. Die drei letztgenannten Verfahren werden in der Praxis am häufigsten zur Herstellung von Metallpulver verwendet.

[0003] Bei der Verdüsung wird geschmolzenes Metall in kleine Tröpfchen zerteilt und rasch erstarrt, bevor die Schmelzetröpfchen in Kontakt miteinander oder mit einer festen Oberfläche kommen. Das Prinzip dieses Verfahrens beruht auf der Zerteilung eines dünnen, flüssigen Metallstrahls durch einen mit hoher Geschwindigkeit auftreffenden Gas- oder Flüssigkeitsstrom. Luft, Stickstoff und Argon sind die meistgenutzten Gase, als Flüssigkeit wird vor allem Wasser eingesetzt.

5 [0004] Auch andere Verfahren zur Schmelzezerteilung finden zunehmend Anwendung, wie z.B. die Zentrifugalverdüsung, bei der Schmelzetröpfchen von einer rotierenden Quelle weggeschleudert werden.

[0005] Während die Wasserverdüsung insbesondere für die Herstellung von Pulvern aus Eisen, Stahl, Kupfer und Kupferlegierungen eingesetzt wird erfolgt die Verdüsung von Aluminium und Zink überwiegend, die von Kupfer teilweise unter Luft.

[0006] Für die Druckluftverdüsung wird zunächst eine Schmelze des zu verdüsenden Metalls oder der zu verdüsenden Legierung aufgebaut und entsprechend überhitzt. Diese überhitzte Schmelze läuft meist über einen zweiten kleineren Tiegel oder einen Eingießtrichter und bildet dort einen Schmelzestrahl aus, der senkrecht durch eine Düsenkonstruktion fällt. Der Schmelzestrahl wird durch ein Gas (Trägergas) zerstäubt und die entstehenden Tröpfchen erstarren in einer Verdüsungskammer in der Bewegung. In der Verdüsungskammer und/oder in nachgeschalteten Gasreinigungsanleitung (Zyklone, Filter) wird das Metallpulver vom Trägergas getrennt.

[0007] Bei der industriellen Stahlpulvergewinnung durch Wasserverdüsung werden bevorzugt niedriggekohlte, im LD-Verfahren hergestellte, Stahlschmelzen verwendet. Eine weitere Möglichkeit zur Stahlpulvergewinnung besteht darin, sortierten Schrott zu verwenden und diesen in einem Lichtbogenofen zu schmelzen.

[0008] Hochreine Pulver aus Sonderstahl, Superlegierungen und anderen hochlegierten bzw. oxidationsempfindlichen Werkstoffen lassen sich vorteilhaft durch Verdüsung mit Inertgas herstellen. Dieses Verfahren liefert meist kugelförmige Pulver, die für das konventionelle mechanische Pressen von Formteilen kaum, für eine Verarbeitung durch isostatisches Pressen und Pulverspritzgießen hervorragend geeignet sind.

[0009] Großtechnisch wird häufig das ASEA-STORA-Verfahren zur Verdüsung von Schnellarbeitsstahlschmelzen angewendet. Durch Verwendung von gereinigtem Inertgas, wie z.B. N₂ und Ar, und Arbeiten in einer geschlossenen Anlage lassen sich Pulver mit in etwa 100 ppm Sauerstoff erzeugen. Zur Erhöhung der Abkühlgeschwindigkeit der Metalltröpfchen wird die Verdüsungskammer von außen gekühlt und für das Sammeln der Pulver ein wassergekühlter Boden verwendet.

[0010] Ein anderes Verfahren umfasst die Verdüsung mit Gasen in einer Laval-Düse nach NANOVAL. Für die Erzeugung reiner kugeliger Metallpulver aus reaktiven Metallen wie Titan oder Zirkonium sind Verfahren vorteilhaft, die den Kontakt des schmelzflüssigen Metalls mit keramischem Tiegelmaterial nicht zulassen, da dies zu einer Oxidation der Schmelze und möglicherweise zur Zerstörung des Tiegels führen könnte. Daher erschmilzt man das reaktive Metall induktiv oder mittels Plasma in einem gekühlten Kupfertiegel. Zwischen Kupfertiegel und Schmelze bildet sich eine dünne erstarrte Schicht des zu verdüsenden Metalls, welche eine Reaktion der Schmelze mit dem Tiegelmaterial wirkungsvoll verhindert.

[0011] Eine andere Möglichkeit der keramikfreien Meiallverdüsung, die sich besonders für reaktive Werkstoffe eignet und z. B. in der Herstellung von Titanpulver Verwendung findet, stellt das EIGA-Verfahren dar. Bei diesem Verfahren wird das zu verdüsende Metall bzw. die zu verdüsende Legierung als Elektrode in Stangenform senkrecht einer ringförmigen Induktionsspule zugeführt und hier oberflächlich aufgeschmolzen. Um ein gleichförmiges Anschmelzen zu gewährleisten, unterliegt die Stange während des Verfahrens einer Drehbewegung. Die so erzeugte Schmelze tropft schließlich im freien Fall durch eine Ringdüse, wird hier zerstäubt und erstarrt. Anschließend wird das Pulver in einen Verdüsungsbehälter abgeschieden.

[0012] Ebenfalls für die Herstellung reiner sphärischer Titan- und titan-Legierungspulver wird die Plasma-Verdüsung verwendet. Ein aus der zu verdüsenden Legierung gefertigter Draht von ca. 3 mm Durchmesser wird einer Anordnung von drei Plasmabrennern zugeführt, wo er in einem Schritt geschmolzen und zerstäubt wird. Durch die Reinheit des Ausgangsmaterials, das Fehlen jeglichen Tiegelmaterials und das Schmelzen unter inerter Atmosphäre erhält man ein Endprodukt höchster Reinheit.

[0013] Eine Zerteilung von Schmelzen unter Vakuum, die man vom Prinzip her auch der Verdüsung zuordnen muss, ist mit Hilfe von Edelgasen oder Wasserstoff möglich. Die unter Druck mit dem Gas angereicherte Schmelze wird in

dünnem Strahl in eine evakuierte Kammer gedrückt. Die Expansion des in der Schmelze gelösten Gases zerteilt diese in feine Tröpfchen.

[0014] Häufig werden Metallpulver nach der Herstellung einer Glühbehandlung unterworfen. Eine Reduktion der Pulver ist z.B. notwendig, wenn in Folge längerer oder ungünstiger Lagerung (erhöhte Feuchtigkeit und Temperatur) die Pulverteilchen mehr oder weniger oberflächlich oxidiert sind. Die Reduktion wird in herkömmlichen, auch für das Sintern genutzten Öfen vorgenommen. Am häufigsten werden als Reduktionsatmosphäre reiner Wasserstoff und Ammoniakspaltgas verwendet.

[0015] Ein übergreifendes Problem bei der Herstellung von Ausgangsmaterialien besteht darin, dass es momentan nicht möglich ist, die Ausgangmaterialien, wie z.B. Metallpulver, und somit auch daraus hergestellte Bauteile auf einfache und sichere Weise von Fälschungen bzw. billigen Kopien zu unterscheiden. Es ist meist schwierig festzustellen, ob eine [0016] Ausgangsmaterial oder ein Bauteil vom Originalhersteller (Original Equipment Manufacture (OEM)) hergestellt ist oder ob ein Ausgangsmaterial oder ein Bauteil eine von einem Dritten hergestellte Kopie ist, da diese sich auf Grund ihres Erscheinungsbildes kam voneinander unterscheiden lassen. Jedoch können erhebliche qualitative Unterschiede (Festigkeit, Elastizität, Härte, Porosität, Duktüität, etc.) bestehen.

[0017] Insbesondere ist problematisch, dass es bspw. das generative Fertigen ermöglicht Bauteile ohne aufwändige Entwicklungs- oder Produktionskosten bzw. Herstellungsverfahren in geringer Stückzahl einfach nachzubauen bzw. zu fälschen.

[0018] In der Industrie besteht der Bedarf an eindeutigen Kennzeichnungen der Ausgangsmaterialien, um besonders bei Schadensfällen die Haftungsfrage klären zu können.

[0019] Bestehende Möglichkeiten zum Kodieren eines Bauteils mittels Prägen oder Gravieren sind hinsichtlich der Geometrie oder der Funktionalität des Bauteils beschränkt. Beispielsweise ist das Oberflächengravieren mittels Laser wirtschaftlich nur sinnvoll, wenn dieses in den Herstellungsprozess integriert ist. Zudem erfordert es eine spezielle Positionierung des Laserstrahls hinsichtlich seines Winkels bezüglich des Bauteils. Sogenannte DNA-paintings sind leicht entfernbar. Zudem ist es bekannt, Bauteile mittels Radiofrequenzverfahren zu identifizieren. Diese Technologie ist jedoch sehr teuer und insbesondere ist es schwierig uns kostspielig, diese auf einzelne Bauteile aufzubringen. Daher markieren Hersteller zumeist eine komplette Vorrichtung bzw. eine Maschine an einer einzelnen Stelle und nicht jedes einzelne Bauteil dieser Maschine. Daher schützt eine derartige Markierung einer kompletten Maschine nicht vor Fälschungen, wenn beispielsweise Ersatzteile in diese Maschine eingebaut werden.

[0020] Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es daher, ein einfaches, sicheres und zuverlässiges Verfahren zum Kodieren von Ausgangsmaterialien, insbesondere Metallpulver, bereitzustellen, möglichst ohne zusätzliche Arbeitsschritte.

[0021] Diese Aufgabe wird durch die unabhängigen Ansprüche gelöst. Vorteilhafte Ausgestaltungen sind in den Unteransprüchen angegeben.

[0022] Erfindungsgemäß ist ein Verfahren zum Kodieren von Metallpulver vorgesehen. Dieses umfasst die folgenden Schritte:

Bereitstellen einer Schmelze,

10

30

35

40

45

50

Ausbilden eines Schmelzestrahls,

Verdüsen des Schmelzestrahls mittels eines Verdüsungsfluids, und

Ausbilden von Metallpulverpartikeln aus dem Schmelzestrahl.

[0023] Das Verfahren zeichnet sich dadurch aus, dass während des Verdüsens der Schmelze und/oder dem Verdüsungsfluid eine Kodierungskomponente oder ein Kodierungsgas derart zugesetzt ist, dass die Verwendung der Kodierungskomponente im Metallpulver detektierbar ist, wobei die gasförmige Kodierungskomponente ein oder mehrere Isotope zumindest eines Gases umfasst und der Anteil des zumindest einen Isotops gegenüber dem natürlich vorkommenden Anteil dieses Isotops im Gas verändert ist und/oder wobei die gasförmige Kodierungskomponente gasförmige Legierungselemente enthält

[0024] Mittels des erfindungsgemäßen Verfahrens ist es möglich, ein Metallpulver auf einfache und kostengünstige Weise sicher und zuverlässig zu kodieren.

[0025] Insbesondere ist es vorteilhaft, dass zum Kodieren des Metallpulvers kein zusätzlicher Fertigungsschritt notwendig ist. Das Kodieren erfolgt dadurch, dass während des Verdüsens die Schmelze mit einer Kodierungskomponente beaufschlagt wird. Ist diese gasförmige Kodierungskomponente chemisch aktiv, geht sie mit dem Metall eine Reaktion ein und das Reaktionsprodukt (z.B. ein Oxid, Nitrid, Carbid) wird in die metallische Struktur eingebettet. Aber auch Kodierungsmoleküle die nicht reagieren (weil z.B. die lokale Temperatur zu niedrig ist) können in die kleinen Zwischenräume der körnigen Struktur eingefangen werden. Dieser Mechanismus funktioniert auch bei inerten Gasen. Diese können in ihrem Ursprungszustand im Bauteil gefangen bleiben.

[0026] Die Kodierungskomponente kann im Metallpulver und/oder im fertigen Bauteil beispielsweise mittels chemischer Analyseverfahren oder mittels eines Massenspektrometers detektiert werden. Das kann in einem Labor oder mit

mobilen Geräten erfolgen.

30

35

45

50

[0027] Ein weiterer Vorteil besteht darin, dass die Produktionsparameter während der Herstellung des Metallpulvers aufgrund des Kodierens nicht verändert oder angepasst werden müssen. Zudem ist vorteilhaft, dass die Kodierung keinen zusätzlichen Produktionsschritt erfordert.

[0028] Weiterhin können Kodierungsinformationen protokolliert werden.

[0029] Unter Protokollieren kann das pulverspezifische Speichern der Daten in elektronischer Form oder das Ausdrucken der Informationen auf einem Zertifikat, z.B. auch in maschinenlesbarer Form verstanden werden.

[0030] Das Protokollieren von Kodierungsinformationen kann bspw. das Abspeichern von Kodierungsinformationen in einer Datenbank, auf einem Chip, etc. umfassen.

[0031] Dadurch, dass die Kodierungsinformationen protokolliert und/oder in einer Datenbank abgespeichert werden, wird genau festgehalten bzw. protokolliert welche Kodierungskomponente in das Metallpulver eingebracht wurde.

[0032] Die Kodierungsinformationen können somit Angaben über die Art und die Zusammensetzung der Kodierungskomponente enthalten.

[0033] Aufgrund der Kodierungsinformationen lässt sich zu einem späteren Zeitpunkt auf einfach Art und Weise feststellen, nämlich indem das Metallpulver, untersucht wird, ob es sich um ein Originalbauteil handelt oder nicht.

[0034] Eine solche Kodierung ist nahezu fälschungssicher, da einem potenziellen Fälscher die Kodierungsinformationen nicht zur Verfügung stehen und diese von außen nicht sichtbar sind.

[0035] Somit kann anhand der Kodierungsinformationen das Metallpulver hinsichtlich seiner Kodierungskomponente beispielsweise mittels eines chemischen Analyseverfahrens oder mittels eines Massenspektrometers detektiert werden.

[0036] Unter der Herstellung von Metallpulver wird im Rahmen der vorliegenden Erfindung ein Verfahren wie z.B. das Verdüsen verstanden.

[0037] Bei der Verdüsung wird geschmolzenes Metall in kleine Tröpfchen zerteilt und rasch erstarrt, bevor die Schmelzetröpfchen in Kontakt miteinander oder mit einer festen Oberfläche kommen. Das Prinzip dieses Verfahrens beruht auf der Zerteilung eines dünnen, flüssigen Metallstrahls durch einen mit hoher Geschwindigkeit auftreffenden Strom eines Verdüsungsfluids, wie z.B. einen Gas- oder Flüssigkeitsstrom.

[0038] Als gasförmiges Verdüsungsfluid können Luft, Stickstoff und Argon vorgesehen sein. Als flüssiges Verdüsungsfluid kann vor allem Wasser vorgesehen sein.

[0039] Diesbezüglich wird auf die in der Beschreibungseinleitung genannten Verfahren zur Verdüsung mit Gas, Wasser oder Zentrifugalkraft Bezug genommen.

[0040] Das gasförmige Verdüsungsfluid kann ein inertes Gas, wie z.B. Argon, Helium, Neon, Krypton, Xenon oder Radon oder ein Aktivgas, wie z.B. O₂, CO₂, H₂, und N₂, oder auch Mischungen daraus umfassen.

[0041] Eine Mischung aus gasförmigen Verdüsungsfluid und Kodierungskomponente wird im Folgenden als Verdüsungsgas bezeichnet.

[0042] Als Kodierungskomponente, die mit einem entsprechenden Gasförmigen Verdüsungsfluid vermischt oder auch in reiner Form verwendet werden kann, ist vorzugsweise Sauerstoff 18 Kohlendioxid ($C^{18}O_2$), Kohlenstoff 13 Kohlendioxid ($C^{18}O_2$), Kohlenstoff 13 Kohlendioxid ($C^{18}O_2$), Kohlenstoff 13 Kohlendioxid ($C^{18}O_2$), Stickstoff 15 ($C^{15}O_2$) und Sauerstoff 18 ($C^{18}O_2$) vorgesehen.

[0043] Die Kodierungskomponente umfasst somit beispielsweise ein oder mehrere Isotope eines Gases, vorzugsweise des Verdüsungsmediums, wobei der Anteil eines Isotops gegenüber dem natürlichen Anteil der Isotope im Gas verändert ist. Das bedeutet das Verhältnis der Isotope ist gegenüber dem natürlich vorkommenden Verhältnis verändert. Beispielsweise bei Stickstoff das Verhältnis von ¹⁵N (Häufigkeit = 99,634) zu ¹⁵N (Häufigkeit = 0,366) derart verändert, dass der Anteil an ¹⁵N erhöht und der Anteil an N14 verringert ist oder umgekehrt. Beispielsweise bei Kohlenstoff das Verhältnis von ¹²C (Häufigkeit = 98,9) zu ¹³C (Häufigkeit = 1,1) derart verändert, dass der Anteil an ¹³C erhöht und der Anteil an ¹²C verringert ist oder umgekehrt. Beispielsweise kann bei Wasserstoff das Verhältnis von H (Häufigkeit = 98,9885) zu ²H (Häufigkeit = 0,0115) derart verändert werden, dass der Anteil an ²H erhöht und der Anteil an H verringert ist oder umgekehrt.

[0044] Es kann bspw. vorgesehen sein, dass die Häufigkeit der Isotope gegenüber der natürlich vorkommenden Häufigkeit in etwa um oder mehr als 0,5% oder 1,0% oder 1,5% oder 2,5% oder 5,0% oder 10,0% oder 25% oder 50,0% oder 75% oder 100% oder 150% oder 200% oder 500% oder 1000% erhöht oder verringert ist.

[0045] Als Isotope sind vorzugsweise Stickstoff 15 und Stickstoff 14 und/oder Kohlenstoff 12, Kohlenstoff 13 und/oder Kohlenstoff 14 und/oder auch beispielsweise Sauerstoff-16 und/oder Sauerstoff 18 vorgesehen. Weiterhin kann auch Argon -36, -38, -39, -40 vorgesehen sein. Argon ist zwar inert und reagiert nicht mit dem Werkstoff, da aber insbesondere bei den Pulverbettverfahren keine 100% Bauteildichte erreicht wird, ist es möglich gasförmige Einschlüsse zur Kodierung vorzusehen.

⁵⁵ **[0046]** Grundsätzlich denkbar ist auch die Verwendung von Wasserstoff 2 oder Wasserstoff 3 sowie Helium 3 und Helium 4 Isotopen.

[0047] Um komplexere Kodierungen vorzusehen, können auch zwei oder mehr verschiedene Isotope in der Kodierungskomponente enthalten sein. Demgemäß kann die Kodierungskomponente ein oder mehrere andere als die natürlich

vorkommenden Isotope des Prozessgases umfassen. Bspw. können Sauerstoff-Isotope mit Stickstoff-Isotopen oder auch C-Isotope im CO₂ mit H-Isotopen in H₂ kombiniert werden

[0048] Die Kodierungskomponente kann zusätzlich oder alternativ zu den Isotopen auch gasförmige Legierungselemente umfassen, wobei der Anteil des gasförmigen Legierungselements vorzugsweise derart gewählt ist, dass das gasförmige Legierungselement die Materialeigenschaften des Metallpulvers nur unwesentlich verändert.

[0049] Die Einlagerung der gasförmigen Legierungselemente im Metallpulver ist derart groß, dass die Legierungselemente im Metallpulver und vorzugsweise sogar im fertigen Bauteil z.B. mittels metallurgischer und/oder chemischer und/oder Magnet Resonanz Analyseverfahren detektierbar sind.

[0050] Weiterhin ist erfindungsgemäß eine Vorrichtung zum Herstellen und Kodieren von Metallpulver vorgesehen. Diese umfasst:

eine Einrichtung zum Bereitstellen einer Schmelze,

10

15

20

30

35

40

45

50

55

eine Düseneinrichtung zum Verdüsen der Schmelze mittels eines Verdüsungsfluids,

eine Verdüsungskammer zum Ausbilden von Metallpulverpartikeln aus der verdüsten Schmelze mittels eines Verdüsungsfluids.

[0051] Die Vorrichtung zeichnet sich dadurch aus, dass eine

Kodierungskomponentezuführeinrichtung vorgesehen ist, die der verdüsten Schmelze und/oder dem Verdüsungsfluid eine Kodierungskomponente oder ein Kodierungsgas derart zusetzt, dass die Verwendung der Kodierungskomponente im Metallpulver detektierbar ist, wobei die gasförmige Kodierungskomponente vorzugsweise ein oder mehrere Isotope zumindest eines Gases umfasst und der Anteil des zumindest einen Isotops gegenüber dem natürlich vorkommenden Anteil dieses Isotops im Gas verändert ist und/oder wobei die gasförmige Kodierungskomponente gasförmige Legierungselemente enthält.

[0052] Zudem kann eine Datenbank zum Abspeichern von Kodierungsinformationen vorgesehen sein.

[0053] Die Vorteile der erfindungsgemäßen Vorrichtung entsprechen im Wesentlichen den Vorteilen des erfindungsgemäßen Verfahrens.

[0054] Weiterhin kann die Kodierungskomponentezuführeinrichtung eine Mischkammer zum Beimischen der Kodierungskomponente zum Verdüsungsfluid umfassen, wobei aus der Mischkammer dem Bauteil zumindest bereichsweise eine Kodierungskomponente oder ein Prozessgas oder eine Mischung aus Prozessgas und Kodierungskomponente zuführbar ist. Demgemäß weist die Mischkammer einen ersten Einlass zum Zuführen eines Prozessgases und einen zweiten Einlass zum Zuführen einer Kodierungskomponente oder einen zweiten Einlass zum Zuführen eines eine Kodierungskomponente enthaltenden Prozessgases und einen Auslass der mit einer Düse verbunden ist auf. Eine solche externe Mischkammer ist vorteilhaft, da sich bestehend Anlagen bzw. Vorrichtungen damit derart erweitern lassen, dass eine Kodierung eines Bauteils möglich ist.

[0055] Die Kodierungskomponentezuführeinrichtung kann auch zumindest eine Düse umfassen, um die Kodierungskomponente oder ein die Kodierungskomponente enthaltendes Gas in die Verdüsungskammer einzubringen.

[0056] Die Düseneinrichtung kann auch selbst zwei Einlässe aufweisen, wobei ein Einlass zum Zuführen von gasförmigem Verdüsungsfluid und der andere Einlass zum Zuführen einer Kodierungskomponente oder eines eine Kodierungskomponente enthaltenden Gases (Premix) aus entsprechenden Vorratsbehältern vorgesehen ist

[0057] Das gasförmige Verdüsungsfluid ist derart ausgebildet bzw. zusammengesetzt, dass es die chemisch metallurgisch erwünschten Eigenschaften des Metallpulvers gewährleisten kann und zusätzlich eine eindeutige Kennzeichnung bzw. Kodierung ermöglicht. Somit müssen gasförmige Verdüsungsfluide mit entsprechender Kodierungskomponente bereitgestellt werden. Die Kodierungskomponente kann somit auch als Premix aus einem Gasvorratsbehälter
bereitgestellt werden, der sowohl Prozessgas als auch einen entsprechenden Anteil an Kodierungskomponente enthält.
Dieser den Premix enthaltende Gasvorratsbehälter bildet dann die Kodierungskomponentezuführeinrichtung aus.

[0058] Die Kodierungskomponentezuführeinrichtung kann somit die Mischkammer, der Premix-Vorratsbehälter oder der Vorratsbehälter enthaltend die Kodierungskomponente, ggfs. mit entsprechenden Düsen sein.

[0059] Die Zugabe der Kodierungskomponente kann von einer Steuereinrichtung gesteuert werden. Diese Steuereinrichtung kann eine Kodierungskomponentereglereinrichtung mit einem geschlossenen Regelkreis umfassen, die die Zugabe regelt. Die Kodierungskomponentereglereinrichtung erfasst mittels eines Sensors ein Ist-Wert eines oder mehrerer Volumenströme in der Verdüsungskammer und/oder einer Verdüsungsdüse und/oder der Verdüsungskammer und/oder der Mischkammer und/oder einer Verdüsungsfluidkammer, vergleicht diesen mit einem vorgegebenen Sollwert eines oder mehrerer Volumenströme und über ein Stellglied wird dann der vorgegebenen Sollwert eingestellt.

[0060] Unter Volumenstrom bzw. Ströme werden die Werte der entsprechenden Gasströme verstanden, die von der Kodierungskomponentezuführeinrichtung der Verdüsungskammer und/oder der Verdüsungseinrichtung zugeführt werden.

[0061] Weiterhin ist erfindungsgemäß ein Kodierungsgas zum Kodieren von Metallpulver vorgesehen. Dieses umfasst ein Verdüsungsgas und zeichnet sich dadurch aus dass das Verdüsungsgas eine Kodierungskomponente enthält, wobei

die gasförmige Kodierungskomponente ein oder mehrere Isotope zumindest eines Gases umfasst und der Anteil des zumindest einen Isotops gegenüber dem natürlich vorkommenden Anteil dieses Isotops im Gas verändert ist, und/oder wobei die gasförmige Kodierungskomponente gasförmige Legierungselemente enthält.

[0062] Durch Verwendung eines derartigen Kodierungsgases ist eine nachträgliche eindeutige Kennzeichnung bzw. Identifikation eines Metallpulvers und sogar eines Bauteiles möglich. Die Kodierungskomponente des Kodierungsgases wird und während der Herstellung in das Metallpulver oder durch Verarbeitung des Metallpulvers in das Bauteil eingebracht und wird somit Bestandteil des Metallpulver und des daraus hergestellten Bauteiles.

[0063] Das Verdüsungsgas kann ein inertes Gas, wie z.B. Argon, Helium, Neon, Krypton, Xenon oder Radon und/oder ein Aktivgas, wie z.B. O₂, CO₂, H₂, und N₂ oder auch Mischungen daraus umfassen.

[0064] Die Kodierungskomponente kann vorzugsweise Sauerstoff 18 Kohlendioxid ($C^{18}O_2$), Kohlenstoff 13 Kohlendioxid ($^{13}CO_2$), Kohlenstoff 13 Kohlenmonoxid ($^{13}CO_2$), Deuterium (D2), Stickstoff 15 ($^{15}N_2$) und Sauerstoff 18 ($^{18}O_2$) oder auch Mischungen daraus umfassen.

10

[0065] Die Häufigkeit des Isotops kann gegenüber der natürlich vorkommenden Häufigkeit in etwa um 0,5% oder um 1,0% oder um 1,5% oder um 2,5% oder um 5,0% oder um 10,0% oder um 25% oder um 50,0% oder um 75% oder um 100% oder um 150% oder um 200% oder um 500% oder um 1000% erhöht oder verringert sein.

[0066] Beispiele für konkrete Vorgaben zur Erhöhung oder Verringerung der Isotopenverhältnisse sind in der nachfolgenden Tabelle angegeben.

20	Art der Kodierung					
25		Element	Art des Isotops das zum Anreichern eines Basisgases verwendet wird um eine Codierung vorzusehen	Natürlich vorkommende Konzentration der Isotope	Mögliche Moleküle	Bereich der Isotopen Zudosierung zu einem Basisgas
30 35	Inerte Isotope, zum Einlagern in Mikroporositäten eines Bauteiles	Ar	³⁶ Ar	³⁶ Ar: 0.337% ³⁸ Ar: 0.063% ⁴⁰ Ar: 99.6%	N/A	Zwischen dem 1.1-fachen und dem 10-fachen des natürlich vorkommenden Anteil des Isotops oder kleiner gleich dem 0.9-fachen des natürlichen Anteils
40		He	³ He	³ He: 0.000137% Rest: ⁴ He	N/A	Zwischen dem 1.1-fachen und dem 10-fachen des natürlich vorkommenden Anteil des Isotops oder kleiner gleich dem 0.9-fachen des natürlichen Anteils
4 5		Н	² H	² H: 0.012% Rest ¹ H	² H ₂ ² H ¹ H N ² H ₃	² H ₂ : Zwischen 1 ppm und 10 ppm ² H ¹ H: Zwischen dem 1.1-fachen und dem 10-fachen des natürlich vorkommenden Anteil des Isotops oder kleiner gleich dem 0.9-fachen des natürlichen Anteils N ² H ₃ : Zwischen 1 ppm und 10 ppm
55		Kr	⁷⁸ Kr ⁸² Kr ⁸⁴ Kr ⁸⁶ Kr	⁷⁸ Kr: 0.35% ⁸⁰ Kr: 2.25% ⁸² Kr: 11.6% ⁸³ Kr: 11.5%	N/A	⁷⁸ Kr und ⁸² Kr: Zwischen dem 1,1- fachen und dem 10-fachen des natürlich vorkommenden Anteil des Isotops oder kleiner gleich dem 0.9-fachen des natürlichen Anteils.

(fortgesetzt)

	Art der Kodierung					
5				⁸⁴ Kr: 17.3% ⁸⁶ Kr: 17.3%		Andere: Zwischen dem 1,001- fachen und dem 1,1-fachen des natürlich vorkommenden Anteil des Isotops oder kleiner gleich dem 0.99-fachen des natürlichen Anteils
10		Ne	²⁰ Ne ²¹ Ne ²² Ne	²⁰ Ne: 90.48% ²¹ Ne: 0.27% ²² Ne: 9.25%	N/A	²¹ Ne und ²² Ne: Zwischen dem 1,001-fachen und dem 1,1- fachen des natürlich vorkommenden Anteil des Isotops oder kleiner gleich dem 0.99-fachen des natürlichen Anteils
20		Xe	¹²⁴ Xe ¹²⁹ Xe ¹³¹ Xe ¹³² Xe	¹²⁴ Xe: 0.095% ¹²⁶ Xe: 0.089% ¹²⁸ Xe: 1.91% ¹²⁹ Xe: 26.4%	N/A	124Xe, 129Xe: Zwischen dem 1,1- fachen und dem 10-fachen des natürlich vorkommenden Anteil des Isotops oder kleiner gleich dem 0.9-fachen des natürlichen Anteils.
25			¹³⁴ Xe ¹³⁶ Xe	¹³⁰ Xe: 4.07% ¹³¹ Xe: 21.2% ¹³² Xe: 26.9% ¹³⁴ Xe: 10.4% ¹³⁶ Xe: 8.86%		Andere: Zwischen dem 1,001- fachen und dem 1,1-fachen des natürlich vorkommenden Anteil des Isotops oder kleiner gleich dem 0.99-fachen des natürlichen Anteils
30 35	Reaktive Isotope, die zum Kodieren geeignete Verbindungen mit dem Material des Bauteils	С	¹² C	¹² C: 98.8% ¹³ C: 1.1%	¹² CO ¹³ CO ¹³ CO ₂	13CO, 13CO ₂ : Zwischen dem 1,1-fachen und dem 10-fachen des natürlich vorkommenden Anteil des Isotops oder kleiner gleich dem 0.9-fachen des natürlichen
	eingehen	•	170	160, 00 700	19.0	Anteils
40 45		0	17O 18O	¹⁶ O: 99.76% ¹⁷ O: 0.039% ¹⁸ O: 0.201%	¹⁸ O ₂ ¹⁷ O ₂ C ¹⁸ O ₂	17O ₂ , 18O ₂ , C18:O ₂ : Zwischen dem 1,1-fachen und dem 10-fachen des natürlich vorkommenden Anteil des Isotops oder kleiner gleich dem 0.9-fachen des natürlichen Anteils der beiden Sauerstoff Isotope
50		N	¹⁵ N	¹⁴ N: 99.634% ¹⁵ N: 0.366%	¹⁶ N ₂ ¹⁵ NH ₃	¹⁵ N ₂ , ¹⁵ NH ₃ : Zwischen dem 1,01- fachen und dem 1,1-fachen des natürlich vorkommenden Anteil des Isotops oder kleiner gleich dem 0.99-fachen des natürlichen Anteils des ¹⁵ N Isotops

[0067] Die Kodierungskomponente kann mindestens ein Isotop eines Aktivgases enthalten das mit dem Werkstoff des herzustellenden Metallpulvers derart reagiert, dass es im Metallpulver verbleibt.

55

[0068] Die Kodierungskomponente kann zumindest ein Isotop eines inerten Gases umfassen, wobei sich das Isotop in das Metallpulver einlagert.

[0069] Die Kodierungskomponente kann mehrere unterschiedliche Isotope (Isotope verschiedener Gase) in vorbe-

stimmten Verhältnissen enthalten, wobei die verschiedenen Isotope im Bauteil die Kodierung ausbilden.

- [0070] Die Isotope können Isotope des Gases sein, das die Hauptkomponente des Verdüsungsgases ausbildet.
- [0071] Die Isotope können auch Isotope sein, die im Prozessgas nicht vorkommen.

10

25

30

35

50

- [0072] Stickstoff ¹⁵N-Isotope können sich abhängig vom Legierungselement, der Temperatur, der Konzentration und/ oder der Reaktionszeit manchmal inert und manchmal reaktiv verhalten.
- **[0073]** Wasserstoff-Isotope können auch im gasförmigen Zustand in Mikroporositäten eingelagert sein, mit atomaren Sauerstoff O_2 reagieren und sich auflösen oder sie können metallische Hydride mittels Adsorption auf metallischen Oberflächen ausbilden und im Bauteil verbleiben.
- **[0074]** Kohlenstoff-Isotope ¹²C und ¹³C werden in Form von Kohlendioxid bereitgestellt, welches dann im Verfahren abgetrennt wird.
 - **[0075]** Einige Isotope von H, N, CO können dem Verfahren als Teil einer chemischen Verbindung wie z. B: C^{18} , C_2 , C^{13} , C_2 , C^{13} , C_2 , C^{15} ,
- [0076] Die beigemischten Isotope können aus Gasen ausgebildet die metallurgisch unbedenklich sind und die Materialeigenschaften nicht anders beeinträchtigen.//Lässt sich dies auch anders beschreiben?//
- [0077] Die Kodierungskomponente kann ein gasförmiges Legierungselement umfassen, wobei der Anteil des gasförmigen Legierungselements derart gewählt ist, dass das gasförmige Legierungselement die Materialeigenschaften des Bauteils nur unwesentlich verändert.
 - [0078] Das Kodierungsgas kann zum Kodieren von Metallpulver bei dessen Herstellung gemäß dem vorstehend beschriebenen Verfahren vorgesehen sein.
- 20 [0079] Die Erfindung wird im Folgenden an Hand der Figuren näher erläutert. Diese zeigen in

Figur 1 eine schematische, seitlich geschnittene Darstellung einer erfindungsgemäßen Vorrichtung zum Herstellen und Kodieren von Metallpulver, und

- Figur 2 eine schematische, seitlich geschnittene Darstellung einer Düseneinrichtung der Vorrichtung aus Figur 1.
- [0080] Im Folgenden wird eine erfindungsgemäße Vorrichtung zum Kodieren von Metallpulver anhand einer Vorrichtung 1 zur Herstellung von Metallpulver durch Verdüsen beschrieben (Figur 1).
- [0081] Diese Vorrichtung 1 umfasst einen Schmelzetiegel 2 zum Bereitstellen einer Metallschmelze.
- **[0082]** Weiterhin umfasst die Vorrichtung 1 einen Eingießtrichter 3, der mittels des Schmelzetiegels 2 mit Schmelze befüllbar ist. Der Eingießtrichter 3 ist mit einer keramischen Beschichtung versehen.
 - [0083] Ein Auslasskanal 4 des Eingießtrichters 3 mündet in eine Düseneinrichtung 4.
 - [0084] Die Düseneinrichtung 4 umfasst zentral eine Durchgangsöffnung 5, über die ein vom Auslasskanal 4 des Eingießtrichters 3 ausgebildeter Schmelzestrahl hindurchtreten kann.
- [0085] Die Durchgangsöffnung 5 ist von einer kreisringförmigen Verdüsungsfluidkammer 6 zum Aufnehmen und Verteilen eines Verdüsungsfluids umgeben. Die Verdüsungsfluidkammer 6 mündet in einen konzentrisch zur Durchgangsöffnung 5 angeordneten Ringspalt 7. Der Ringspalt 7 bildet eine Verdüsungsdüse zum Erzeugen von Schmelzetröpfchen aus dem Schmelzestrahl aus.
 - **[0086]** Zudem ist eine Verdüsungsfluidzuführeinrichtung 8 vorgesehen, mittels der die Verdüsungsfluidkammer 6 mit einem Verdüsungsfluid beaufschlagbar ist.
 - [0087] Die Verdüsungsfluidzuführeinrichtung 8 weist einen Verdüsungsfluidvorratsbehälter 9 für das Verdüsungsfluid auf, wobei der Verdüsungsfluidvorratsbehälter 9 über einen Leitungsabschnitt 10 mit der Verdüsungsfluidkammer 6 verbunden ist.
- [0088] Weiterhin ist eine Kodierungskomponentezuführeinrichtung 11 vorgesehen. Die Kodierungskomponentezuführeinrichtung 11 umfasst einen Kodierungskomponentevorratsbehälter 12. Der Kodierungskomponentevorratsbehälter 12 ist über einen Leitungsabschnitt 13 mit der Verdüsungsfluidkammer 6 verbunden.
- **[0089]** Im Kodierungskomponentevorratsbehälter 12 ist ein Kodierungsgas oder eine gasförmige Kodierungskomponente bevorratet.
- **[0090]** Alternativ kann eine Mischkammer (nicht dargestellt) vorgesehen sein. Die Mischkammer weist einen Einlass zum Zuführen von Verdüsungsfluid aus dem Verdüsungsfluidvorratsbehälter 9 und einen Einlass zum Zuführen von Kodierungskomponente aus dem Kodierungskomponentevorratsbehälter 12 für die Kodierungskomponente auf.
- [0091] Das Verdüsungsfluid und die Kodierungskomponente oder ein Kodierungsgas können auch als Premix aus einem Gasvorratsbehälter (nicht dargestellt) bereitgestellt werden, der sowohl Verdüsungsfluid als auch einen entsprechenden Anteil an Kodierungskomponente enthält. Dieser den Premix enthaltende Gasvorratsbehälter bildet dann die Kodierungskomponentezuführeinrichtung aus und ist mit der Verdüsungsfluidkammer 6 direkt, zusätzlich zum dem Vorratsbehälter für das Verdüsungsfluid verbunden oder mit der Mischkammer verbunden.
- [0092] Sowohl die Durchgangsöffnung 5 als auch die Verdüsungsdüse 7 der Düseneinrichtung münden in eine Verdüsungskammer 8 zum Verdüsen der Schmelzetröpfchen in Pulverpartikel.

[0093] Weiterhin ist eine Steuereinrichtung (nicht dargestellt) zum Steuern der Zugabe der Kodierungskomponente vorgesehen. Die Steuereinrichtung umfasst eine Kodierungskomponentereglereinrichtung mit einem geschlossenen Regelkreis, die die Zugabe regelt. Die Kodierungskomponentereglereinrichtung kann einen P-Regler, einen I-Regler, einen D-Regler und Kombinationen daraus, wie z.B. einen PID-Regler umfassen. Die Kodierungskomponentereglereinrichtung erfasst mittels eines Sensors ein Ist-Wert der einen oder mehrere Volumenströme in der Verdüsungsfluidkammer und/oder Verdüsungskammer 8udn/oder der Mischkammer, vergleicht diesen mit einem vorgegebenen Sollwert eines oder mehrerer Volumenströme vergleicht und über ein Stellglied wird dann der vorgegebenen Sollwert eingestellt.

[0094] Im Folgenden wird ein erfindungsgemäßes Verfahren zum Kodieren von Metallpulver beschrieben.

[0095] Im Schmelzetiegel 2 wird zunächst eine Schmelze eines zu verdüsenden Metalls oder einer zu verdüsenden Legierung aufgebaut und überhitzt.

[0096] Anschließend wird die überhitzte Schmelze in den Eingießtrichter 3 eingebracht und bildet in dessen Auslasskanal 4 einen Schmelzestrahl aus, der senkrecht durch die Durchgangsöffnung 5 der Düseneinrichtung 4 hindurchtritt. [0097] Dieser Schmelzestrahl wird über die Verdüsungsdüse 7 der Düseneinrichtung 4 in der Verdüsungskammer 14 mittels des Verdüsungsmediums und der Kodierungskomponente zerstäubt und kodiert. Die entstehenden Tröpfchen erstarren in der Verdüsungskammer 14 in der Bewegung.

[0098] Weiterhin kann vorgesehen sein, entweder in der Verdüsungskammer 14 und/oder in nachgeschalteten Gasreinigungsanlagen (Zyklone, Filter) das Metallpulver vom Verdüsungsfluid zu trennen.

[0099] In einem nächsten Schritt lässt sich das Metallpulver mit Hilfe einer Detektionseinrichtung, wie beispielsweise einem Massenspektrometer (Gaschromatograph), analysieren und somit die Kodierung bzw. die Originalität des Metallpulvers überprüfen. Eine Analyse mittels Magnetresonanz oder auch chemische Analyseverfahren sind möglich.

[0100] Durch die Kodierungskomponente erhält das Metallpulver eine einzigartige Isotopen-Signatur.

[0101] Die Kodierungsinformationen werden in einer Datenbank abgespeichert.

[0102] Somit es mittels des erfindungsgemäßen Verfahrens möglich ein Metallpulver zu kodieren und diese Kodierung anschließend zu detektieren.

[0103] Das Kodierungsgas umfasst bspw. das Verdüsungsmedium und die Kodierungskomponente derart, dass der Anteil an Stickstoff-15 und Stickstoff-14 Isotopen gegenüber dem natürlichen Anteil an Stickstoff-15 und Stickstoff-14 Isotopen bzw. deren Verhältnis verändert ist. Beispielsweise bei Stickstoff ist das Verhältnis von ¹⁵N (Häufigkeit = 99,634) zu ¹⁵N (Häufigkeit = 0,366) derart verändert, dass der Anteil an ¹⁵N erhöht und der Anteil an ¹⁴N verringert ist (oder umgekehrt).

[0104] Erfindungsgemäß können die verwendeten Isotope Isotope des Verdüsungsfluids sein, d.h. das beispielsweise bei Verwendung von Stickstoff als Verdüsungsfluid das Verhältnis von Stickstoff-15 zu Stickstoff-14 Isotopen verändert ist. Beispielsweise kann auch Kohlendioxid, welches Kohlenstoff-12, Kohlenstoff-13 und Kohlenstoff-14 Isotope enthält, vorgesehen sein.

[0105] Inerte Isotope sind prinzipiell Werkstoff unabhängig einsetzbar, da die Einbettung in die Mikroporositäten ein rein mechanischer Vorgang ist.

[0106] Es ist aber auch möglich, dem Verdüsungsfluid als Kodierungskomponente andere Isotope eines anderen Gases zusammen mit einem Anteil dieses anderen Gases zuzusetzen.

[0107] Gemäß einem weiteren Ausführungsbeispiel des erfindungsgemäßen Verfahrens ist als Kodierungskomponente zusätzlich oder alternativ ein gasförmiges Legierungselement vorgesehen. Hierbei kann beispielsweise vorgesehen sein, ein Inertgas wie Argon als Prozessgas zu verwenden, welches einen geringen Anteil zwischen 1ppm und 10.000ppm Stickstoff-15 als Kodierungskomponente enthält. In dem metallischen Ausgangsmaterial ist Titanium enthalten. Demgemäß reagiert bei der Herstellung des dreidimensionalen Bauteils ein kleiner Anteil des Titanium mit dem Stickstoff-15 und bildet Titaniumnitrid-15. Dieses ist in seinen chemischen und physikalischen Eigenschaften nicht von Titaniumnitrid-14 zu unterscheiden und daher kann dies nicht mittels chemischer Analyseverfahren detektiert werden. Jedoch ist es möglich, das Bauteil mit einem Massenspektrometer zu analysieren. Dabei wird dann festgestellt, dass das Bauteil unter einer Stickstoff Atmosphäre mit erhöhtem Stickstoff-15-Anteil hergestellt wurde.

Bezu-gszeichenliste:

50 [0108]

10

15

20

35

40

45

- 1 Vorrichtung
- 2 Schmelzetiegel
- 3 Eingießtrichter
- 55 4 Düseneinrichtung
 - 5 Durchgangsöffnung
 - 6 Verdüsungsfluidkammer
 - 7 Verdüsungsdüse

- 8 Verdüsungsfluidzuführeinrichtung
- 9 Verdüsungsfluidvorratsbehälter
- 10 Leitungsabschnitt
- 11 Kodierungskomponentezuführeinrichtung
- 5 12 Kodierungskomponentevorratsbehälter
 - 13 Leitungsabschnitt
 - 14 Verdüsungskammer
 - 15 Auslasskanal

10

15

25

30

Patentansprüche

1. Kodierungsgas zum Kodieren von Metallpulver umfassend ein Verdüsungsgas zum Verdüsen von Metallpulver, dadurch gekennzeichnet,

dass das Verdüsungsgas eine Kodierungskomponente enthält, wobei die gasförmige Kodierungskomponente ein oder mehrere Isotope zumindest eines Gases umfasst und der Anteil des zumindest einen Isotops gegenüber dem natürlich vorkommenden Anteil dieses Isotops im Gas verändert ist, und/oder wobei die gasförmige Kodierungskomponente gasförmige Legierungselemente enthält.

20 2. Kodierungsgas nach Anspruch 1,

dadurch gekennzeichnet,

dass das Verdüsungsgas ein inertes Gas, wie z.B. Argon, Helium, Neon, Krypton, Xenon oder Radon oder ein Aktivgas, wie z.B. O_2 , CO_2 , H_2 , und N_2 oder auch Mischungen daraus umfasst und die Kodierungskomponente Sauerstoff 18 Kohlendioxid ($C^{18}O_2$), Kohlenstoff 13 Kohlendioxid ($C^{18}O_2$), Kohlenstoff 13 Kohlendioxid ($C^{18}O_2$), Deuterium ($C^{18}O_2$), Stickstoff 15 ($C^{18}O_2$) und Sauerstoff 18 ($C^{18}O_2$) oder auch Mischungen daraus umfasst.

3. Kodierungsgas nach Anspruch 1 oder 2,

dadurch gekennzeichnet,

die gasförmige Kodierungskomponente vorzugsweise ein oder mehrere Isotope zumindest eines Gases umfasst und der Anteil des zumindest einen Isotops gegenüber dem natürlich vorkommenden Anteil dieses Isotops im Gas verändert ist, wobei die Häufigkeit der Isotope gegenüber der natürlich vorkommenden Häufigkeit um mehr als 0,5% oder um mehr als 1,0% oder um mehr als 1,5% oder um mehr als 2,5% oder um mehr als 5,0% oder um mehr als 10,0% oder um mehr als 25% oder um mehr als 25% oder um mehr als 150% oder um mehr als 100% oder um mehr als 200% oder um mehr als 1000% oder um mehr als 150% oder um mehr als 200% oder um mehr als 1000% oder um mehr als 1000% oder um mehr als 1000% oder um mehr als 200% oder um mehr als 1000% oder um mehr als 10000% oder um

35

40

45

50

4. Kodierungsgas nach einem der Ansprüche 1 bis 3,

dadurch gekennzeichnet,

dass die Kodierungskomponente mindestens ein Isotop eines Aktivgases enthält das mit den Pulverpartikeln des Metallpulvers derart reagiert, dass es in den Pulverpartikeln des Metallpulvers verbleibt und/oder dass die Kodierungskomponente zumindest ein Isotop eines inerten Gases umfasst, wobei sich das Isotop in die Pulverpartikel des Metallpulvers einlagert.

5. Kodierungsgas nach einem der Ansprüche 1 bis 4,

dadurch gekennzeichnet,

dass die Kodierungskomponente ein oder mehrere Isotope des Verdüsungsgases und/oder eines anderen Gases umfasst, wobei der Anteil eines Isotops gegenüber dem natürlichen Anteil der Isotope im Verdüsungsgas, d.h. deren Verhältnis, verändert ist, so dass die Kodierungskomponente mehrere unterschiedliche Isotope in vorbestimmten Verhältnissen enthält, wobei die verschiedenen Isotope im Bauteil die Kodierung ausbilden.

6. Kodierungsgas nach einem der Ansprüche 1 bis 5,

dadurch gekennzeichnet,

dass die Isotope Isotope des Gases sind, das die Hauptkomponente des Verdüsungsgases ausbildet und/oder dass die Isotope verschieden zu den Isotopen des Verdüsungsgases sind.

⁵⁵ **7.** Kodierungsgas nach einem der Ansprüche 1 bis 6,

dadurch gekennzeichnet,

dass die Kodierungskomponente ein gasförmiges Legierungselement umfasst, wobei der Anteil des gasförmigen Legierungselements derart gewählt ist, dass das gasförmige Legierungselement die Materialeigenschaften des

Bauteils nur unwesentlich verändert.

 Verfahren zum Herstellen und Kodieren von Metallpulver umfassend die folgenden Schritte Bereitstellen einer Schmelze.

Ausbilden eines Schmelzestrahls,

5

10

25

30

35

40

Verdüsen des Schmelzestrahls mittels eines Verdüsungsfluids,

Ausbilden von Metallpulverpartikeln aus dem Schmelzestrahl,

dadurch gekennzeichnet,

dass während des Verdüsens der Schmelze und/oder dem Verdüsungsfluid eine Kodierungskomponente oder ein Kodierungsgas derart zugesetzt ist, dass die Verwendung der Kodierungskomponente im Metallpulver detektierbar ist, wobei die gasförmige Kodierungskomponente ein oder mehrere Isotope zumindest eines Gases umfasst und der Anteil des zumindest einen Isotops gegenüber dem natürlich vorkommenden Anteil dieses Isotops im Gas verändert ist und/oder wobei die gasförmige Kodierungskomponente gasförmige Legierungselemente enthält

9. Verfahren nach Anspruch 8,

dadurch gekennzeichnet,

dass Kodierungsinformationen in einer Datenbank abgespeichert werden, wobei die Kodierungsinformsationen Informationen über die Art der Kodierungskomponente und deren Zusammensetzung enthalten.

20 **10.** Verfahren nach Anspruch 8 oder 9,

dadurch gekennzeichnet,

dass an Hand der Kodierungsinformationen das Metallpulver hinsichtlich seiner Kodierungskomponente, bspw. mittels chemischer Analyseverfahren oder mittels eines Massenspektrometers, detektiert wird.

11. Verfahren nach einem der Ansprüche 8 bis 10,

dadurch gekennzeichnet,

dass die Kodierungskomponente oder das Kodierungsgas nach einem der Ansprüche 1 bis 10 ausgebildet ist.

12. Vorrichtung zum Herstellen und Kodieren von Metallpulver umfassend eine Einrichtung zum Bereitstellen einer Schmelze,

eine Düseneinrichtung zum Verdüsen der Schmelze mittels eines Verdüsungsfluids, eine Verdüsungskammer zum Ausbilden von Metallpulverpartikeln aus der verdüsen Schmelze mittels eines Verdüsungsfluids,

dadurch gekennzeichnet,

dass eine Kodierungskomponentezuführeinrichtung vorgesehen ist, die der Schmelze beim Verdüsen und/oder dem Verdüsungsfluid eine Kodierungskomponente oder ein Kodierungsgas derart zusetzt, dass die Verwendung der Kodierungskomponente im Metallpulver detektierbar ist, wobei die gasförmige Kodierungskomponente ein oder mehrere Isotope zumindest eines Gases umfasst und der Anteil des zumindest einen Isotops gegenüber dem natürlich vorkommenden Anteil dieses Isotops im Gas verändert ist und/oder wobei die gasförmige Kodierungskomponente gasförmige Legierungselemente enthält.

13. Vorrichtung nach Anspruch 12,

dadurch gekennzeichnet

dass eine Datenbank zum Abspeichern von Kodierungsinformationen vorgesehen ist.

45 **14.** Vorrichtung nach Anspruch 12 oder 13,

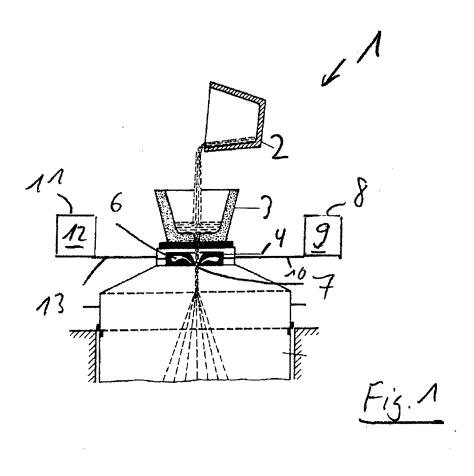
dadurch gekennzeichnet,

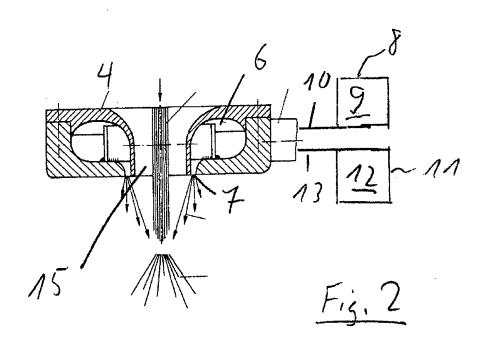
dass die Kodierungskomponentezuführeinrichtung eine Mischkammer umfasst, die zum Beimischen der Kodierungskomponente zu einem gasförmigen Verdüsungsfluid vorgesehen ist, um ein Kodierungsgas auszubilden oder dass die Kodierungskomponentezuführeinrichtung ein Gasvorratsbehälter ist der sowohl gasförmiges Verdüsungsfluid als auch einen entsprechenden Anteil an Kodierungskomponente enthält und/oder dass die Kodierungskomponentezuführeinrichtung mit der Düseneinrichtung und/oder einer Verdüsungsfluidkammer verbunden ist.

15. Verwendung eines Kodierungsgases gemäß einem der Ansprüche 1 bis 7 zum Kodieren und Herstellen von Metallpulver gemäß einem Verfahren nach einem der Ansprüche 8 bis 11.

55

50







EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung EP 16 00 1092

5

5							
		EINSCHLÄGIGE	DOKUMENTE]		
	Kategorie	Kennzeichnung des Dokum der maßgebliche	ents mit Angabe, soweit erforderlich, n Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (IPC)		
10	X A	US 5 586 157 A (GRO 17. Dezember 1996 (* Spalte 1, Zeile 2 * Spalte 1, Zeile 5 * Spalte 3, Zeile 1	4 - Zeile 37 * 7 - Zeile 68 *	1-7 8-15	INV. B22F9/08 G01N33/00 ADD.		
15	X A	JP 2013 040074 A (T 28. Februar 2013 (2 * Ansprüche *	 AIYO NIPPON SANSO CORF 013-02-28)	7) 1-7 8-15	G01N1/38		
20	x	US 2014/373679 A1 (HEIDLOFF ANDREW J [US]	12-14			
20	A	ET AL) 25. Dezember * Ansprüche * * Abbildungen *	2014 (2014-12-25)	1-11,15			
25	A	US 2 932 741 A (MCK 12. April 1960 (196 * das ganze Dokumen	0-04-12)	1-15			
30					RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (IPC) B22F G01N		
35							
40							
45							
1	Der vo	rliegende Recherchenbericht wur	de für alle Patentansprüche erstellt				
		Recherchenort	Abschlußdatum der Recherche	16 4	orra, Valentina		
P04CC		Den Haag	18. November 20				
550 (8000000) 28 80 80 80 80 80 80 80 80 80 80 80 80 80	X:von Y:von ande A:tech O:nich P:Zwis	ATEGORIE DER GENANNTEN DOKU besonderer Bedeutung allein betracht besonderer Bedeutung in Verbindung eren Veröffentlichung derselben Kateg inologischer Hintergrund itschriftliche Offenbarung schenliteratur	E : älteres Patent et nach dem Ann mit einer D : in der Anmeld orie L : aus anderen G	L : aus anderen Gründen angeführtes & : Mitglied der gleichen Patentfamilie			

ANHANG ZUM EUROPÄISCHEN RECHERCHENBERICHT ÜBER DIE EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG NR.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

EP 16 00 1092

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten europäischen Recherchenbericht angeführten

Patentdokumente angegeben.
Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

18-11-2016

	Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument			Datum der Mit Veröffentlichung P		Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
	US 5586157 A		17-12-1996	KEINE			
	JP	2013040074	Α	28-02-2013	JP JP	5763473 B2 2013040074 A	
	US	2014373679	A1	25-12-2014	KEIN	E	
	US	2932741	Α	12-04-1960	KEIN	IE	
61							
RM P04							
EPO FORM P0461							
"							

Für nähere Einzelheiten zu diesem Anhang : siehe Amtsblatt des Europäischen Patentamts, Nr.12/82