

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
10. Januar 2008 (10.01.2008)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2008/003290 A2

(51) Internationale Patentklassifikation:
C22C 1/08 (2006.01) C22C 32/00 (2006.01)

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/DE2007/001140

(22) Internationales Anmeldedatum:
27. Juni 2007 (27.06.2007)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
10 2006 031 213.9 3. Juli 2006 (03.07.2006) DE

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von
US): HAHN-MEITNER-INSTITUT BERLIN GMBH
[DE/DE]; Glienicker Strasse 100, 14109 Berlin (DE).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): BABCSÁN, Norbert
[HU/HU]; Uitz B. 1 1/2, H-3530 Miskolc (HU). VINOD
KUMAR, Goarke, Sanjeeviah [IN/IN]; Murali Resi-
dency, House No. 9-7-44/2, Flat No. 202, Street No.
10, Yadgiri Nagar, Kanchanbagh, Hyderabad 500 059
(IN). BANHART, John [DE/DE]; Uhlenhorst 27, 14532
Klein-Machnow (DE). MURTY, Budaraju, Srinivasa
[IN/IN]; Indian Institute of Technology Madras, Depart-
ment of Metall. & Mater. Engg., B-1, Lake View Road,
Chennai 600 036 (IN).

(81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für
jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL,
AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA,
CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG,
ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL,
IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK,
LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW,
MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL,
PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SV, SY,
TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA,
ZM, ZW.

(84) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für
jede verfügbare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW,
GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG,
ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU,
TJ, TM), europäisches (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK,
EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC,
MT, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF,
CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD,
TG).

Veröffentlicht:

— ohne internationalen Recherchenbericht und erneut zu ver-
öffentlichen nach Erhalt des Berichts

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Ab-
kürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Co-
des and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der
PCT-Gazette verwiesen.

(54) Title: METHOD FOR THE PRODUCTION OF METAL FOAMS, AND METAL FOAM

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON METALLSCHÄUMEN UND METALLSCHAUM

(57) Abstract: Disclosed is a method for producing metal foams comprising stabilizing particles in the metal matrix. Said method comprises at least the following steps: an expandable starting material is produced, and the starting material is expanded. According to the invention, the stabilizing particles are produced in an *in situ* reaction of molten reactive liquids and a metal bath during the production of the expandable starting material, the components of the submicroscopic particles or nanoparticles that are to be produced being added to the metal bath as fluoride salt, then being mixed and being heated to a temperature lying above the melting point of the components of the mixture. The inventive method makes it possible to produce metal foams containing stabilizing particles in a metal matrix. Said stabilizing particles are provided in the metal matrix at a proportion of less than 10 percent by volume, have a size of less than 1 μm , and are disposed at a contact angle ranging between 10 and 100°, while the metal matrix is formed from regularly arranged polygonal closed cells whose average diameter ranges from 2 to 10 mm, and the metal foam has a minimum porosity of 75 percent.

(57) Zusammenfassung: Bei einem Verfahren zur Herstellung von Metallschäumen mit stabilisierenden Teilchen in der Metallmatrix, mit mindestens den Verfahrensschritten Herstellen eines schäumbaren Ausgangsstoffes und Aufschäumen dieses Ausgangsstoffes, werden erfindungsgemäß die stabilisierenden Teilchen bei der Herstellung des schäumbaren Ausgangsstoffes in einer *in situ*-Reaktion von geschmolzenen reaktiven Flüssigkeiten und einer Metallschmelze erzeugt, wobei der Metallschmelze die Bestandteile der zu erzeugenden submikroskopischen Partikel oder Nanopartikel mindestens als Fluoridsalz hinzugegeben, anschließend gemischt und über die Schmelztemperatur der Mischungsbestandteile erhitzt werden. Mit dem Verfahren lassen sich Metallschäume herstellen, die stabilisierende Teilchen in einer Metallmatrix enthalten, wobei die stabilisierenden Teilchen weniger als 10 vol.% in der Metallmatrix enthalten sind, eine Größe kleiner 1 μm aufweisen und in einem Kontaktwinkel von 10 bis 100° angeordnet sind, und die Metallmatrix gebildet ist aus gleichmäßig angeordneten polygonalen geschlossenen Zellen mit einem durchschnittlichen Durchmesser von 2 bis 10 mm und der Metallschaum eine Porosität von mindestens 75 % aufweist.

WO 2008/003290 A2

Bezeichnung

Verfahren zur Herstellung von Metallschäumen und Metallschaum

5

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Metallschäumen mit stabilisierenden Teilchen und Metallschaum.

10

Metallschäume sind als Werkstoff wegen ihrer möglichen Kombinationen unterschiedlicher Eigenschaften von großem Interesse.

15

So sind Metallschäume einerseits sehr leicht, weisen andererseits eine hohe Steifigkeit und nennenswerte Festigkeit auf. Sie können z. B. eingesetzt werden zur Wärmedämmung, Geräusch- und Vibrationsdämpfung oder als Stauelement.

20

Zur Herstellung solcher Metallschäume sind unterschiedliche Verfahren bekannt, z. B. das direkte Aufschäumen von Schmelzen mittels Gasinjektion bzw. durch Zugabe von Schäummitteln oder das Aufschäumen fester Ausgangsstoffe.

25

Beispielsweise wird zur Herstellung von Stahlschaum aus Stahlpulver, Wasser und einem Stabilisator bei Raumtemperatur ein Schlicker hergestellt. Dieser Mischung wird Phosphorsäure als Binde- und Treibmittel zugegeben. Im Schlicker finden dann zwei Reaktionen statt, die zur Bildung einer stabilen Schaumstruktur führen. Zum einen entstehen bei der Reaktion zwischen Stahlpulver und Säure Wasserstoffgasbläschen, die ein Aufschäumen bewirken. Zum anderen bildet sich ein Metallphosphat, das durch seine

30

Klebewirkung die Porenstruktur verfestigt. Der so hergestellte Schaum wird

getrocknet und anschließend schadstofffrei zum metallischen Verbund gesintert.

Ein schmelzmetallurgisches Verfahren wird beispielsweise in der
5 EP 1 288 320 A2 beschrieben, indem Gasblasen in eine Schmelze
eingebracht werden. Die Größe der Blasen wird dabei durch die Einstellung
der Einströmparameter des Gases gesteuert.

In der EP 1 419 835 A1 wird ein Verfahren und eine Vorrichtung zur
10 Herstellung von fließfähigem Metallschaum mit einer monomodalen
Verteilung der Abmessungen der Hohlräume vorgestellt, denen ebenfalls ein
schmelzmetallurgisches Verfahren zu Grunde liegt. Dabei ragen mindestens
zwei benachbarte gleichartig dimensionierte Eintragsrohre mit einem
definierten Abstand zueinander in ein Gefäß mit einer schäumbaren
15 Metallschmelze hinein. In den Bereichen der einragenden Rohrenden werden
jeweils Blasen gebildet, wobei unter Aneinanderlegen von Bereichen der
Blasenoberflächen und unter Ausformung von Partikel enthaltenden
Zwischenwänden eine zusammenhängende Schaumformation gebildet wird.

20 Nachteilig ist bei diesen schmelzmetallurgischen Verfahren, dass eine
Metallschmelze in reinem Zustand nicht aufschäumbar ist. Zum Zweck der
Erzielung einer Aufschäumbarkeit muss vor einer Durchführung des
Aufschäumens die Schmelze mit einem viskositätssteigernden Mittel,
beispielsweise einem Inertgas (GB 1,287,994) oder mit Keramikpartikel
25 (EP 0 666 784 B) versetzt werden. Nur der an der Schmelzoberfläche
angesammelte Metallschaum ist stabil. Dies ist zwar für eine formgebende
Verarbeitung des Metallschaumes günstig, kann aber in Folge mangelnder
Stabilisierung der metallischen Wände zu einem partiellen Zusammenfallen
des gebildeten Metallschaumes und damit zu einer unkontrollierbaren
30 Ausbildung dichter Zonen im Inneren eines so erstellten Gegenstandes
führen. Ferner kann ein Teil der gebildeten Blasen bzw. des gelösten Gases
während der Erstarrung einer Schmelze aus dieser austreten, so dass ein

Einschluss des freigesetzten Gases in der Schmelze nicht erfolgt und folglich die Porosität der mit diesem Verfahren erstellten Gegenstände gering ist.

Ein pulvermetallurgisches Verfahren zur Herstellung poröser Metallkörper wird
5 in DE 101 15 230 C2 vorgestellt, bei dem eine Mischung, die ein pulverförmiges metallisches Material, welches mindestens ein Metall und/oder eine Metalllegierung sowie ein gasabspaltendes treibmittelhaltiges Pulver enthält, zu einem Halbzeug kompaktiert wird. Dieses Halbzeug wird unter Temperatureinwirkung aufgeschäumt, wobei ein treibmittelhaltiges Pulver
10 verwendet wird, bei dem die Temperatur der maximalen Zersetzung weniger als 120 K unter der Schmelztemperatur des Metalls oder der Solidustemperatur der Metalllegierung liegt.

In WO 2005/01 1901 A1 wird vorgeschlagen, dass zur Herstellung von
15 Metallteilen mit innerer Porosität zuerst ein schäumbares Halbzeug, bestehend aus Metall und mindestens einem bei erhöhter Temperatur Gas abgebenden Treibmittel, hergestellt wird. Das schäumbare Halbzeug enthält eine im Wesentlichen geschlossene Matrix, in welcher Treibmittelteilchen eingelagert sind. Eine gesteigerte Güte eines erstellten Metallschaumkörpers soll mit einem Halbzeug erreicht werden, bei welchem die die
20 Treibmittelteilchen einschließende Metallmatrix durch Diffusions- und/oder Press-Schweißung von Metallpartikeln gebildet wird.

Ein weiteres Verfahren zur Herstellung von Metallschaumkörpern ist in
25 WO 2004/063406 A2 beschrieben. Dieses Verfahren kann als pulvermetallurgisches oder auch als schmelzmetallurgisches Verfahren angewendet werden. Bei dieser Lösung wird beim Aufschmelzen eines Einsatzmaterials unter Atmosphärendruck in einem offenen Schmelzgefäß ohne Überdruckvorrichtungen und einem gleichzeitigen und/oder darauf
30 folgenden Einbringen von Gas in die flüssige Phase des Einsatzmaterialies, durch eingebrachte Treibmittel oder durch Gaseinbringung, eine ausreichende Gasbeaufschlagung der Schmelze erreicht, um bei der

Erstarrung derselben die Ausbildung eines Metallschaumkörpers geringer Dichte bewirken zu können.

In JP 01-127631 (Abstract) wird ebenfalls ein Verfahren beschrieben, bei dem analog zur vorgenannten Lösung unter atmosphärischem Druck Wasserstoff, Stickstoff, Sauerstoff in das flüssige Metall eingebracht wird oder Treibmittelpartikel, wie Nitrid, Hydrid oder Oxid, durch thermisches Cracken Gas in die Schmelze abgeben. Das mit Gas versetzte flüssige Metall wird in ein Formwerkzeug gegeben und über einen gewissen Zeitraum unter verringertem Druck, bei 53,320 bis 101,308 kPa gehalten.

Um die Stabilität der Metallschäume zu erhöhen, wurde in US 3,816,952 ein Verfahren beschrieben, bei dem die Viskosität der Schmelze durch direkte Oxidation erhöht wird, was auf die Blasenbildung zurückzuführen ist.

In US 4,713,277 wird ein Verfahren zur Herstellung eines Metallschaumes mit einem spezifischen Gewicht von 0,2 bis 0,8 und gleichmäßig verteilten polygonalen Hohlräumen von durchschnittlich 2 bis 10 mm Größe beschrieben, bei dem zunächst die Ausgangsstoffe für die Metallschmelze (Al oder Legierungen hiervon) sowie Ca als Bindemittel (zwecks Erhöhung der Viskosität) gemischt und auf Schmelztemperatur erhitzt werden, anschließend ein Aufschäumer, Titanhydrid mit 1 bis 3 Gew.-%, an Luft beigemischt wird.

Ein Verfahren zur Herstellung stabilisierter Metallschäume ist in US 5,112,697 veröffentlicht. Hierbei werden dem Ausgangsmaterial für die Metallmatrix feste stabilisierende Teilchen zugegeben, gemischt und auf eine Temperatur größer der Liquidustemperatur der Metallmatrix erhitzt. Anschließend wird dem Gemisch Gas zugeführt und das Gemisch abgekühlt. Die stabilisierenden Teilchen sind dann in die Metallmatrix eingebaut. In dem US-Patent wird auf die richtige Auswahl dieser festen stabilisierenden Teilchen hingewiesen, da diese ihre Form und ihre Identität durch Auflösung im Metall oder chemische Kombination mit dem Metall verlieren können. Als mögliche

Materialien für diese stabilisierenden Teilchen werden genannt: Metalloxide, Carbide, Nitride oder Boride, insbesondere Al, TiB₂, Zr, SiC, SiN, die zu < 25 %, vorzugsweise 5 bis 15 %, im Metallschaum enthalten sind. Die Größe der Partikel wird mit 0,1 bis 100 µm angegeben. Es wird darauf hingewiesen, dass die richtige Größenauswahl wichtig ist, da zu kleine Teilchen sich nur sehr schwer mischen lassen. Zu große Teilchen schlagen sich dagegen nieder. Ist der Volumenanteil dieser stabilisierenden Teilchen zu niedrig, ist die Schaumstabilität zu schwach, bei zu großem Volumenanteil ist die Viskosität zu hoch. Mit dem beschriebenen Verfahren wird ein Metallschaumstoff hergestellt, der typische Zellgrößen von 250 µm bis 50 mm aufweist.

Derartige Metallschäume, die µm-große stabilisierende Partikel in ihrer Metallmatrix enthalten, sind spröde und lassen sich nur schwer mit einer Säge sauber schneiden. Außerdem sind die Ausgangsstoffe sehr teuer und es ist eine große Menge dieser Teilchen notwendig, um eine gute Stabilität zu erreichen.

Aufgabe der Erfindung ist es, ein weiteres Verfahren zur Herstellung von Metallschäumen, aufweisend stabilisierende Teilchen, anzugeben, insbesondere soll die Menge der notwendiger Weise eingesetzten stabilisierenden Teilchen verringert werden und die hergestellten Metallschäume sollen einfacher bearbeitbar sein.

Die Aufgabe wird für ein Verfahren der eingangs genannten Art dadurch gelöst, dass die stabilisierenden Teilchen bei der Herstellung des schäumbaren Ausgangsstoffes in einer in situ-Reaktion von geschmolzenen reaktiven Flüssigkeiten und einer Metallschmelze erzeugt werden, wobei der Metallschmelze die Bestandteile der zu erzeugenden submikroskopischen Partikel oder Nanopartikel mindestens als Fluoridsalz hinzugegeben, anschließend gemischt und über die Schmelztemperatur der Mischungsbestandteile erhitzt wird.

Die erfindungsgemäße Lösung, bei der die stabilisierenden submikroskopischen Partikel oder Nanopartikel während der Herstellung des schäumbaren Ausgangsstoffes mittels einer in situ-Reaktion erzeugt werden, ermöglicht die Bereitstellung und das Zusammenwirken solcher Elemente, die für die Bildung einer Grenzflächenschicht zwischen der Schmelze und den stabilisierenden Teilchen mit einem Kontaktwinkel von 10 bis 100 grd, vorzugsweise von 60 bis 80 grd notwendig sind. Wie sich überraschenderweise herausgestellt hat, ist dieser Winkel wesentlich für die Ausbildung von Metallschäumen gemäß der erfindungsgemäßen Lösung und abhängig von den verwendeten Legierungen und auch wesentlich für die Kornfeinung (grain refining) beim Erstarren.

Bei den mit dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellten Metallschäumen braucht zur Erzielung der gleichen Stabilisierung im Vergleich zum Stand der Technik bekannter Metallschäume weniger Material eingesetzt zu werden, da die in einem in situ-Schritt hergestellten stabilisierenden Teilchen eine größere spezifische Oberfläche aufweisen. Die so hergestellten Metallschäume sind weniger spröde, da ihre Metallmatrix bessere mechanische Eigenschaften aufweist, und lassen sich einfacher bearbeiten.

In Ausführungsformen der Erfindung ist vorgesehen, dass als Fluoridsalz K_xAF_y verwendet wird, wobei A ein Element aus Ti, B, Zr, Nb, V, W, Ta oder Ce ist, vorzugsweise K_2TiF_6 oder KBF_4 verwendet wird oder beide Salze als Mischung verwendet werden.

In einer anderen Ausführungsform wird zusätzlich zum Fluoridsalz ein weiterer Bestandteil der in der in situ-Reaktion zu erzeugenden stabilisierenden Teilchen, beispielsweise Kohlenstoff in Form von Graphit, hinzugegeben.

Als Metall für die Schmelze wird Aluminium oder eine Aluminiumlegierung verwendet.

In einer anderen Ausführungsform werden nach der Erzeugung des
5 schäumbaren Ausgangsstoffes, der die stabilisierenden Teilchen enthält,
zunächst alle unerwünschten Bestandteile entfernt, danach wird der
Ausgangsstoff auf 700 °C abgekühlt und zum Aufschäumen desselben
pulverförmiges Metallhydrid, vorzugsweise TiH₂, von 1 bis 3 Gew.% als
aufschäumendes Mittel bei 700 °C zugegeben.

10

Zum Aufschäumen können aber auch reaktive Gase verwendet werden,
beispielsweise CH₄, NH₃ und O₂, vorzugsweise O₂ in einer Konzentration von
0,1 bis 10 vol.%, insbesondere von 1 bis 2 vol.%. Hierbei wird die Stabilität
des Metallschaumes positiv beeinflusst. Die Temperatur beträgt hierbei 600
15 bis 1.000 °C, vorzugsweise 700 °C.

Das Aufschäumen des Ausgangsstoffes kann auch nach anderen dem Stand
der Technik bekannten Verfahren, beispielsweise mittels einer Gasinjektion
direkt in die Schmelze, durchgeführt werden.

20

Die Erfindung umfasst ebenfalls einen Metallschaum gemäß Anspruch 15.
Danach weist der Metallschaum stabilisierende Teilchen in einer Metallmatrix
auf, wobei die stabilisierenden Teilchen weniger als 10 vol.% in der
Metallmatrix enthalten sind, eine Größe kleiner 1 µm aufweisen und in einem
25 Kontaktwinkel von 10 bis 100° angeordnet sind, und die Metallmatrix gebildet
ist aus gleichmäßig angeordneten polygonalen geschlossenen Zellen mit
einem durchschnittlichen Durchmesser von 2 bis 10 µm und der
Metallschaum eine Porosität von mindestens 75 % aufweist,
herstellbar durch ein die folgenden Schritte umfassendes Verfahren:
30 Erzeugen der stabilisierenden Teilchen in einer in situ-Reaktion von
geschmolzenen reaktiven Flüssigkeiten und einer Metallschmelze, wobei der
Metallschmelze die Bestandteile der zu erzeugenden submikroskopischen

Partikel oder Nanopartikel mindestens als Fluoridsalz hinzugegeben, anschließend gemischt und über die Schmelztemperatur der Mischungsbestandteile erhitzt wird, wobei eine Grenzflächenschicht gebildet wird, in der die stabilisierenden Teilchen in einem Kontaktwinkel von 10 bis 5 100°, vorzugsweise 60 bis 80°, angeordnet sind, anschließend aus der entstandenen Schmelze alle nicht gewünschten Bestandteile entfernt werden und danach die Schmelze aus Metall und stabilisierenden Teilchen auf 700 °C abgekühlt und abschließend aufgeschäumt wird.

10

In Ausführungsformen ist vorgesehen, die Metallmatrix aus einem der Elemente Al, Fe, Ti oder Cr zu bilden. Die stabilisierenden Teilchen enthalten Ti oder B oder Zr oder Nb oder V oder W oder Ta oder Ce oder C oder Al in Verbindung mit einem zweiten Element dieser Gruppe und sind vorzugsweise 15 aus TiC oder AlB₂ oder TiB₂ gebildet.

Die Erfindung soll in folgenden Ausführungsbeispielen näher beschrieben werden.

20

Die Figuren zeigen:

Fig. 1 eine SEM-Aufnahme einer geschnittenen Al-Schaum-Zelle, deren Oberfläche mit TiC-Teilchen bedeckt ist;

Fig. 2 eine Röntgenaufnahme desselben Al-Schaumes.

25

Ausführungsbeispiel 1

Zunächst wird Aluminium bei 1.200 °C geschmolzen. Dieser Schmelze wird anschließend zur Erzeugung der stabilisierenden Teilchen eine Mischung von Graphit und K₂TiF₆ zugegeben und vermischt. Nach der reaktion werden unerwünschte Bestandteile bis auf das Al-TiC-Gemisch entfernt. Dieses Schmelzgemisch wird auf 700 °C abgekühlt und weiter verarbeitet, d.h. 30 aufgeschäumt. Dies kann beispielsweise durch Zugabe von 1,6 Gew.%

pulverförmigen TiH_2 geschehen, die Temperatur wird dann bei $700\text{ }^\circ\text{C}$ über eine Dauer von 50 s gehalten. Nun erfolgt über eine Dauer von ca. 100 s ein Mischprozess. Dabei entsteht homogen aufgeschäumtes Aluminium mit einer Porosität von ca. 75 %, das als stabilisierende Teilchen TiC in einer
5 Konzentration von 6 vol.% und einer Größe von kleiner $1\text{ }\mu\text{m}$ enthält.

Fig. 1 zeigt eine SEM-Aufnahme eines Schnittes durch eine Zelle des Al-Schaums, auf deren Oberfläche, d.h. auf ihrer Zellwand, die TiC-Teilchen sehr gut in ihrer dichten und relativ homogenen Anordnung erkennbar sind. In
10 der in Fig. 2 gezeigten Röntgenaufnahme ist die gesamte Probe desselben Al-Schaums mit TiC-Partikeln abgebildet. Der Durchmesser dieser Probe beträgt 40 mm.

Ausführungsbeispiel 2

15 Einer bei $800\text{ }^\circ\text{C}$ erzeugten Al-Schmelze wird ein Gemisch aus KBF_4 und K_2TiF_6 zugegeben und vermischt. Nach der reaktion werden wieder die unerwünschten Bestandteile bis auf das Al- TiB_2 -Gemisch entfernt. Abkühl- und Aufschäumprozess erfolgt wie in Ausführungsbeispiel 1. Der so hergestellte Al-Schaum mit einer Porosität von ca. 75 % enthält TiB_2 -Teilchen
20 in einer Konzentration von 4 vol.% und einer Größe von kleiner $1\text{ }\mu\text{m}$.

Ausführungsbeispiel 3

Al wird bei $800\text{ }^\circ\text{C}$ geschmolzen. Dieser Schmelze wird KBF_4 zugegeben und erneut gemischt. Nach Entfernen der unerwünschten Bestandteile nach der
25 Reaktion wird das Al- AlB_2 -Gemisch - wie beschrieben - abgekühlt und aufgeschäumt. Ergebnis dieses Prozesses ist wiederum ein Al-Schaum mit einer Porosität von ca. 75 %, dessen stabilisierende Teilchen hier aus AlB_2 gebildet sind und in einer Konzenztration von 4,3 vol.% im Schaum enthalten sind.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Metallschäumen mit stabilisierenden
5 Teilchen in der Metallmatrix, mit mindestens den Verfahrensschritten
Herstellen eines schäumbaren Ausgangsstoffes und Aufschäumen dieses
Ausgangsstoffes,
dadurch gekennzeichnet, dass
die stabilisierenden Teilchen bei der Herstellung des schäumbaren
10 Ausgangsstoffes in einer in situ-Reaktion von geschmolzenen reaktiven
Flüssigkeiten und einer Metallschmelze erzeugt werden, wobei der
Metallschmelze die Bestandteile der zu erzeugenden submikroskopischen
Partikel oder Nanopartikel mindestens als Fluoridsalz hinzugegeben,
anschließend gemischt und über die Schmelztemperatur der
15 Mischungsbestandteile erhitzt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1,
dadurch gekennzeichnet, dass
als Fluoridsalz K_xAF_y verwendet wird, wobei A ein Element aus Ti, B, Zr, Nb,
20 V, W, Ta oder Ce ist.
3. Verfahren nach Anspruch 2,
dadurch gekennzeichnet, dass
als Fluoridsalz K_2TiF_6 oder KBF_4 verwendet wird oder beide Salze als
25 Mischung verwendet werden.
4. Verfahren nach Anspruch 1,
dadurch gekennzeichnet, dass
zusätzlich zum Fluoridsalz ein weiterer Bestandteil der in der in situ-Reaktion
30 zu erzeugenden stabilisierenden Teilchen hinzugegeben wird.

5. Verfahren nach Anspruch 4,
dadurch gekennzeichnet, dass
als weiterer Bestandteil Kohlenstoff, vorzugsweise in Form von Graphit,
verwendet wird.
- 5
6. Verfahren nach Anspruch 1,
dadurch gekennzeichnet, dass
als Metall für die Schmelze Aluminium oder eine Aluminiumlegierung
verwendet wird.
- 10
7. Verfahren nach Anspruch 1,
dadurch gekennzeichnet, dass
der Schmelze nach in-situ-Erzeugung der stabilisierenden Teilchen zum
Aufschäumen des Ausgangsstoffes pulverförmiges Metallhydrid von 1 bis
15 3 Gew.% als aufschäumendes Mittel bei 700 °C zugegeben und die Schmelze
aufgeschäumt wird.
8. Verfahren nach Anspruch 7,
dadurch gekennzeichnet, dass
20 als Metallhydrid TiH_2 verwendet wird.
9. Verfahren nach Anspruch 1,
dadurch gekennzeichnet, dass
zum Aufschäumen des Ausgangsstoffes ein reaktives Gas durch die
25 Schmelze geführt wird.
10. Verfahren nach Anspruch 9,
dadurch gekennzeichnet, dass
das reaktive Gas ausgewählt wird aus CH_4 , NH_3 oder O_2 .

11. Verfahren nach Anspruch 10,
dadurch gekennzeichnet, dass
O₂ in einer Konzentration von 0,1 bis 10 vol.%, insbesondere von 1 bis
2 vol.%, verwendet wird.

5

12. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 11,
dadurch gekennzeichnet, dass
als Metall für die Schmelze Aluminium verwendet, dieses bei Temperaturen
zwischen 1.150 °C und 1.250 °C geschmolzen wird, anschließend der
10 Schmelze eine Mischung aus Graphit und K₂TiF₆ zugegeben und vermischt
wird und danach alle Bestandteile außer der Al-TiC-Schmelze entfernt
werden, diese auf 700 °C abgekühlt und aufgeschäumt wird.

13. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 11,

15

dadurch gekennzeichnet, dass
als Metall für die Schmelze Aluminium verwendet, dieses bei Temperaturen
zwischen 750 °C und 850 °C geschmolzen wird, anschließend der Schmelze
eine Mischung aus KBF₄ und K₂TiF₆ zugegeben und vermischt wird und
danach alle Bestandteile außer der Al-TiB₂-Schmelze entfernt werden, diese
20 auf 700 °C abgekühlt und aufgeschäumt wird.

14. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 11,

dadurch gekennzeichnet, dass

als Metall für die Schmelze Aluminium verwendet, dieses bei Temperaturen
25 zwischen 750 °C und 850 °C geschmolzen wird, anschließend der Schmelze
KBF₄ zugegeben und vermischt wird und danach alle Bestandteile außer der
Al-AlB₂-Schmelze entfernt werden, diese auf 700 °C abgekühlt und
aufgeschäumt wird.

30 15. Metallschaum, enthaltend stabilisierende Teilchen in einer Metallmatrix,
wobei die stabilisierenden Teilchen weniger als 10 vol.% in der Metallmatrix
enthalten sind, eine Größe kleiner 1 µm aufweisen und in einem

- Kontaktwinkel von 10 bis 100° angeordnet sind, und die Metallmatrix gebildet ist aus gleichmäßig angeordneten polygonalen geschlossenen Zellen mit einem durchschnittlichen Durchmesser von 2 bis 10 mm und der Metallschaum eine Porosität von mindestens 75 % aufweist,
- 5 herstellbar durch ein die folgenden Schritte umfassendes Verfahren:
Erzeugen der stabilisierenden Teilchen in einer in situ-Reaktion von geschmolzenen reaktiven Flüssigkeiten und einer Metallschmelze, wobei der Metallschmelze die Bestandteile der zu erzeugenden submikroskopischen Partikel oder Nanopartikel mindestens als Fluoridsalz hinzugegeben,
- 10 anschließend gemischt und über die Schmelztemperatur der Mischungsbestandteile erhitzt wird,
anschließend aus der entstandenen Schmelze alle nicht gewünschten Bestandteile entfernt werden, wobei eine Grenzflächenschicht gebildet wird, in der die stabilisierenden Teilchen in einem Kontaktwinkel von 10 bis 100°
- 15 angeordnet sind, und
danach die Schmelze aus Metall und stabilisierenden Teilchen auf 700 °C abgekühlt und
abschließend aufgeschäumt wird.
- 20 16. Metallschaum nach Anspruch 15,
dadurch gekennzeichnet, dass
die Metallmatrix aus Aluminium gebildet ist.
17. Metallschaum nach Anspruch 15,
25 dadurch gekennzeichnet, dass
die stabilisierenden Teilchen Ti oder B oder Zr oder Nb oder V oder W oder Ta oder Ce oder C oder Al in Verbindung mit einem zweiten Element dieser Gruppe enthalten.
- 30 18. Metallschaum nach Anspruch 17,
dadurch gekennzeichnet, dass
die stabilisierenden Teilchen aus TiC oder AlB₂ oder TiB₂ gebildet sind.

19. Metallschaum nach Anspruch 15,
dadurch gekennzeichnet, dass
die stabilisierenden Teilchen in der sich bildenden Grenzflächenschicht in
5 einem Kontaktwinkel von 60 bis 80° angeordnet sind.

1/1

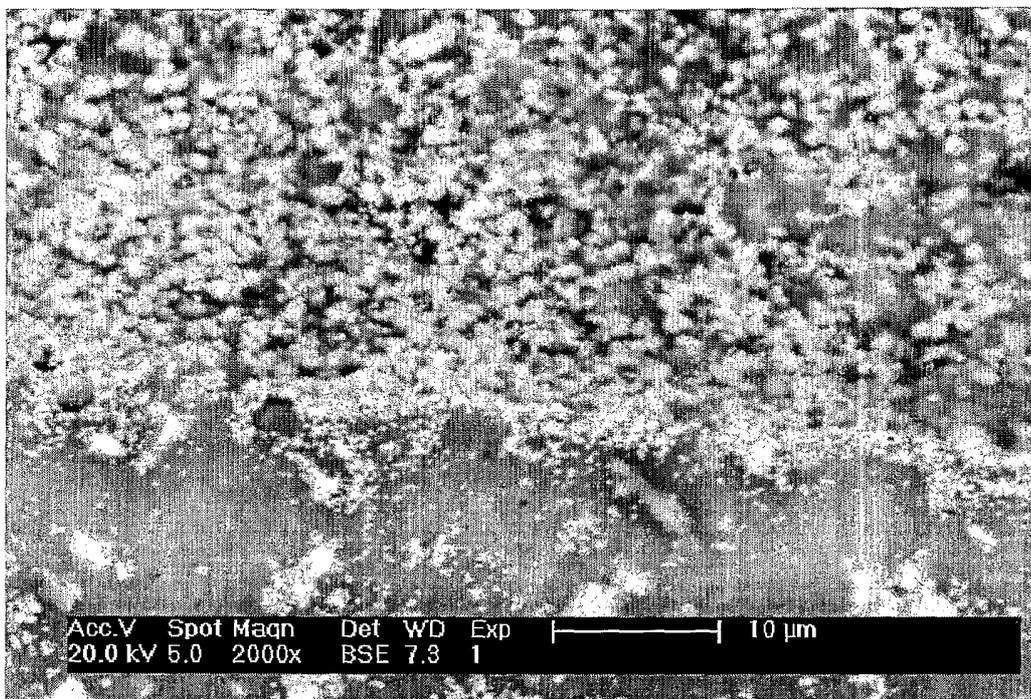


Fig. 1

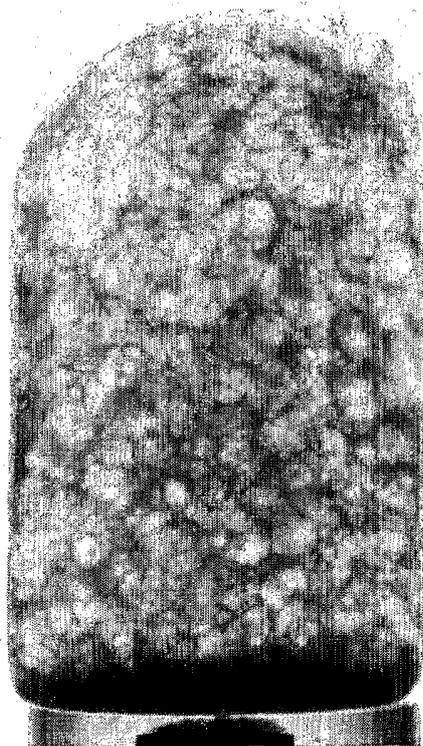


Fig. 2