



(10) **DE 10 2011 111 614 B3** 2013.01.03

(12)

Patentschrift

(21) Aktenzeichen: **10 2011 111 614.5**

(22) Anmeldetag: **25.08.2011**

(43) Offenlegungstag: –

(45) Veröffentlichungstag
der Patenterteilung: **03.01.2013**

(51) Int. Cl.: **C22C 1/08 (2011.01)**
B22F 3/00 (2011.01)
C22B 7/00 (2011.01)

Innerhalb von drei Monaten nach Veröffentlichung der Patenterteilung kann nach § 59 Patentgesetz gegen das Patent Einspruch erhoben werden. Der Einspruch ist schriftlich zu erklären und zu begründen. Innerhalb der Einspruchsfrist ist eine Einspruchsgebühr in Höhe von 200 Euro zu entrichten (§ 6 Patentkostengesetz in Verbindung mit der Anlage zu § 2 Abs. 1 Patentkostengesetz).

(73) Patentinhaber:
**Helmholtz-Zentrum Berlin für Materialien und
Energie GmbH, 14109, Berlin, DE**

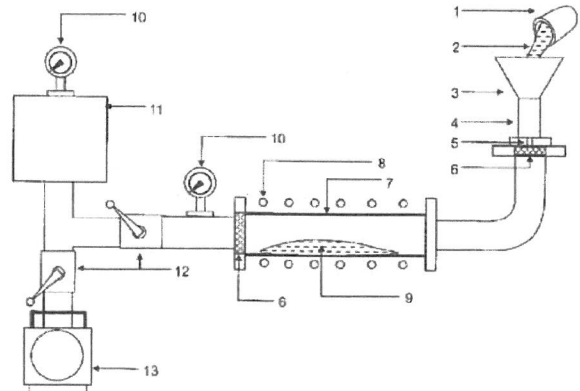
(72) Erfinder:
**Goarke Sanjeeviah, Vinod Kumar, Dr., 14109,
Berlin, DE; Garcia-Moreno, Francisco, Dr., 14482,
Potsdam, DE; Banhart, John, Prof. Dr., 14532,
Kleinmachnow, DE**

(56) Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht
gezogene Druckschriften:

| | | |
|-----------|------------------------|-----------|
| DE | 103 25 819 | A1 |
| DE | 10 2005 037 305 | A1 |
| EP | 1 602 739 | A1 |
| WO | 2004/ 063 406 | A2 |

(54) Bezeichnung: **Schmelzmetallurgisches Verfahren zur Herstellung eines Metallschaumkörpers und
Anordnung zur Durchführung des Verfahrens**

(57) Zusammenfassung: Ein derartiges Verfahren weist mindestens die Verfahrensschritte Bereitstellen einer in einem Vorratsbehälter (3) aufgenommenen Metallschmelze (2), Einbringen der Metallschmelze (2) in ein evakuierbares Aufschäumgefäß (7), Erstarren der aufgeschäumten Metallschmelze, auf, wobei erfindungsgemäß als evakuierbares Aufschäumgefäß (7) ein wiederverwendbares formgebendes Gefäß verwendet wird, der Metallschmelze (2, 9) weder ein Treibmittel noch stabilisierende Teilchen zugeführt werden, die Metallschmelze (9) durch schnelles Evakuieren des Ausschäumgefäßes (7) mit einer Evakuierungsrate von 10 bis 500 mbar/s bei einem Enddruck zwischen 10^{-1} bar und 10^{-4} bar, vorzugsweise 10^{-3} bar, aufgeschäumt und anschließend eine Kühlungsrate der aufgeschäumten Metallschmelze im Bereich von 1 K/s bis 50 K/s über Druck- und/oder Temperaturänderung in dem Aufschäumgefäß (7) eingestellt wird.



Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein schmelzmetallurgisches Verfahren zur Herstellung eines Metallschaumkörpers mit mindestens den Verfahrensschritten Bereitstellen einer in einem Vorratsbehälter aufgenommenen Metallschmelze, Einbringen der Metallschmelze in ein evakuierbares Aufschäumgefäß, Erstarren der aufgeschäumten Metallschmelze sowie eine Anordnung zur Durchführung des Verfahrens.

[0002] Die Erfindung geht von dem in WO 2004/063406 A1 beschriebenen Verfahren zur Herstellung von Metallschaumkörpern aus, das sowohl für pulvermetallurgische als auch für schmelzmetallurgische Verfahren angewendet werden kann. Bei diesem Verfahren wird eine gashaltige Schmelze durch Schmelzen des Einsatzmaterials unter Atmosphärendruck und dabei und/oder darauffolgend Einbringen eines Gases in die Schmelze erzeugt, anschließend wird diese gashaltige Schmelze in eine Form gebracht und bei zumindest zeitweilig vermindertem Umgebungsdruck erstarren gelassen. Dieses Verfahren ist zwar weniger aufwändig im Vergleich zu anderen dem Stand der Technik nach bekannten Verfahren, die beispielsweise Autoklaven erfordern, jedoch ist immer noch ein zusätzliches Einbringen von Gas in das Flüssigmetall notwendig, um eine ausreichende Gasbeaufschlagung der Schmelze zu erreichen. Durch eine Erstarrung der Schmelze bei vermindertem Umgebungsdruck im Bereich von $3 \cdot 10^3$ bis $20 \cdot 10^3$ Pa bilden sich in der Schmelze eine Vielzahl von Gasblasen aus, die während des Erstarrens der Schmelze in diese eingeschlossen werden.

[0003] Bei dem in DE 103 25 819 A1 beschriebenen Verfahren zur Herstellung eines Metallschaumkörpers wird der Metallschmelze nach dem Verlassen eines Vorratsbehälters und vor dem Eintritt in einen Formhohlraum ein Treibmittel zugesetzt. Das Treibmittel zersetzt sich erst nach dem Einspritzen der Metallschmelze im Formhohlraum vollständig. Die in den Formhohlraum gelangte Metallschmelze wird an den Formwänden abgeschreckt und erstarrt dort schlagartig, während im Zentrum des Formhohlraumes die Metallschmelze langsamer abkühlt und im Inneren einen Metallschaum-Kern bildet.

[0004] Auch in EP 1 602 739 A1 wird eine gashaltige Metallschmelze erstellt und bei zumindest zeitweiligem Unterdruck zwischen 10^3 bis $40 \cdot 10^3$ Pa unter Ausbildung eines Leichtmetallschaumkörpers erstarren gelassen, wobei die gashaltige Schmelze aus mindestens einem Gaseinschlüsse aufweisenden Leichtmetallteil und mindestens einem im Wesentlichen dichten, nichtmetallische – insbesondere keramische – Partikel aufweisenden Leichtmetallteil erstellt wird.

[0005] In allen drei genannten Veröffentlichungen ist als Einsatzmaterial nur eine Magnesiumlegierung genannt. Die Anwendung der dort beschriebenen Verfahren betrifft deshalb insbesondere das Aufbereiten von Restmaterial aus der Verarbeitung von Magnesiumlegierungen.

[0006] Bei dem in DE 10 2005 037 305 A1 beschriebenen Verfahren zur pulvermetallurgischen Herstellung von Metallschaumstoff und von Teilen aus Metallschaumstoff wird das pulverförmige metallische Material, das unter mechanischem Druck und einer Temperatur von bis zu 400°C zu einem formstabilen Halbzeug gepresst wurde, in einer druckdicht verschlossenen Kammer bei einem gewählten Anfangsdruck, der vorzugsweise bis zu $5 \cdot 10^6$ Pa beträgt, auf die Schmelz- bzw. Solidustemperatur des pulverförmigen metallischen Materials aufgeheizt. Nach Erreichen der Schmelz- bzw. Solidustemperatur des Halbzeugs wird der Druck in der Kammer nach einem vorgegebenen Gradienten auf einen Enddruck reduziert. Dabei schäumt sich das Halbzeug auf und der sich dadurch gebildete Metallschaumstoff erstarrt während der anschließenden Absenkung der Temperatur im Ofen. Es können auch maßhaltige Metallschaumkörper bei Verwendung von entsprechenden Formteilwerkzeugen hergestellt werden. Der Vorteil besteht darin, dass keine Treibmittelpartikel beigemischt werden müssen und durch einstellbare Werte für den Anfangs- und den Enddruck die Porengröße und die Volumenexpansion in bestimmten Grenzen einfach und genau wählbar bzw. während des Prozesses einstellbar sind.

[0007] Aufgabe der Erfindung ist es nun, ein gattungsgemäßes schmelzmetallurgisches und weiter vereinfachtes Verfahren zur Herstellung eines Metallschaumkörpers sowie eine Anordnung zur Durchführung des Verfahrens anzugeben.

[0008] Diese Aufgabe wird dadurch gelöst, dass bei einem Verfahren der eingangs genannten Art als evakuierbares Aufschäumgefäß ein wiederverwendbares formgebendes Gefäß verwendet wird, der Metallschmelze weder ein Treibmittel noch stabilisierende Teilchen zugeführt werden, die Metallschmelze durch Evakuieren des Aufschäumgefäßes mit einer Evakuierungsrate von größer $5 \cdot 10^3$ bis $5 \cdot 10^4$ Pa/s bei einem Enddruck zwischen 10^4 bis 10 Pa aufgeschäumt und dann eine Kühlungsrate im Bereich von größer 5 K/s bis 50 K/s über Druck- und/oder Temperaturänderung in dem Aufschäumgefäß eingestellt und der Metallschaum erstarrt wird.

[0009] Die Einstellung der Kühlungsrate kann je nach Bedarf durch Heizen oder Kühlen des formgebenden Aufschäumgefäßes erfolgen.

[0010] Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren erfolgt das Aufschäumen durch das Evakuieren des

formgebenden Aufschäumgefäßes, in dem sich die Metallschmelze befindet, wobei ein metastabiler Schaum gebildet wird. Die hohe Kühlungsrate in dem oben angegebenen Bereich gewährleistet, dass der Metallschaum schnell erstarrt und das dem Stand der Technik nach bekannte Zerplatzen der Zellwände und Diffundieren des Gases in den Gasblasen wesentlich verringert wird, so dass es auch nicht zu einem vollständigen Kollaps kommt. Damit ist ein einfaches Verfahren vorgeschlagen, das ohne den Schritt der Herstellung einer gashaltigen Schmelze oder des Zufügens eines Treibmittels bzw. von stabilisierenden Teilchen auskommt und auch kein formstabiles Halbzeug erfordert.

[0011] Der Prozess des Fließens der Metallschmelze aus dem Vorratsbehälter in das formgebende Aufschäumgefäß ist abhängig von der Viskosität der Metallschmelze und kann durch Ansaugen der Schmelze mittels Druckverminderung in das Aufschäumgefäß erfolgen bzw. unterstützt werden.

[0012] In Ausführungsformen der Erfindung ist vorgesehen, dass das Einbringen der Metallschmelze in das Aufschäumgefäß durch Druckverminderung in dem Aufschäumgefäß und einem mit dem Vorratsbehälter verbundenen Einfüllstutzen erfolgt, wodurch die Metallschmelze in das Aufschäumgefäß gesaugt wird. Erfahrungsgemäß wird das Aufschäumgefäß zwischen einem Drittel und einem Fünftel seines Volumens – in Abhängigkeit der gewünschten Enddichte bzw. Porosität des Metallschaums – mit der Metallschmelze gefüllt.

[0013] Bei diesem Verfahren dient das in der Metallschmelze gelöste Gas (Wasserstoff) als Gasquelle für den Aufschäumprozess. Es hat sich gezeigt, dass das Volumen des gelösten Gases für das Aufschäumen der Metallschmelze in dem Aufschäumgefäß ausreichend ist, wenn der Gasdruck plötzlich reduziert wird. Diese Wirkung wird zusätzlich durch das Sievert-Gesetz verstärkt, wonach die Wasserstofflöslichkeit in der Schmelze auch bei dem Evakuierungsprozess sinkt, wodurch das zur Verfügung stehende Gasvolumen vergrößert wird.

[0014] Gemäß einer anderen Ausführungsform wird das Evakuieren des Aufschäumgefäßes nach Einbringen der Metallschmelze in dieses, Schließen desselben und Einstellen eines Drucks zwischen 10^4 Pa und 10 Pa, vorzugsweise 10^2 Pa, durchgeführt. Durch den Evakuierungsprozess wird die Metallschmelze aufgeschäumt. Um den Prozess des Evakuierens noch mehr zu beschleunigen, d. h. die Evakuierungsrate zu vergrößern, ist in einer Ausführungsform vorgesehen, dass das Volumen des Aufschäumgefäßes nach Einbringen der Metallschmelze durch Verbindung mit einem zusätzlichen Reservoir schnell vergrößert wird. Für die Realisierung einer schnellen Erstarrung wird das Gefäß – wie bereits oben erwähnt

– aus Kupfer oder Aluminium gebildet bzw. eine Luft- oder Wasserkühlung des Gefäßes vorgesehen.

[0015] Das Trennen des Vorratsgefäßes vom formgebenden Aufschäumkörper erfolgt durch Erstarren der Schmelze in unmittelbarer Nähe der mittels einer Blende regelbaren Eintrittsöffnung, durch die die Schmelze in das formgebende Aufschäumgefäß gelangt, oder durch Verschließen dieser Eintrittsöffnung mittels eines Ventils o. ä.

[0016] In einer weiteren Ausführungsform wird die Metallschmelze aus Aluminium oder Zink oder deren Legierungen hergestellt, damit ist das Verfahren nicht auf Magnesiumlegierungen beschränkt.

[0017] Die Metallschmelze in dem Vorratsgefäß wird in einer anderen Ausführungsform auf eine Temperatur eingestellt, die 20 bis 200 Grad oberhalb des Liquiduspunktes liegt.

[0018] Die Anordnung zur Durchführung des oben beschriebenen Verfahrens weist ein Vorratsgefäß auf, aus dem die Metallschmelze über einen Einfüllstutzen in ein formgebendes Aufschäumgefäß gelangt, wobei das Aufschäumgefäß wiederholt verschließbar und evakuierbar bis zu einem Enddruck zwischen 10^4 Pa und 10 Pa mit einer Evakuierungsrate von größer $5 \cdot 10^3$ bis $5 \cdot 10^4$ Pa/s ausgebildet ist und Mittel zur Änderung seiner Temperatur aufweist, insbesondere zur Einstellung einer Kühlungsrate ($\Delta T / \Delta t$) der aufgeschäumten Metallschmelze im Bereich von größer 5 K/s bis 50 K/s. Das Aufschäumgefäß kann dabei eine sehr komplexe Form aufweisen.

[0019] In Ausführungsformen der erfindungsgemäßen Anordnung ist vorgesehen, dass das Vorratsgefäß Mittel zur Änderung seiner Temperatur aufweist. So kann die Metallschmelze auch direkt in dem Vorratsgefäß erzeugt werden. Selbstverständlich ist es auch möglich, diese bereits außerhalb des Vorratsgefäßes zu erzeugen und in geschmolzenem Zustand in das Vorratsgefäß zu füllen. Außerdem kann das Vorratsgefäß Mittel zum schnellen Verschließen, insbesondere ein Ventil o. ä. aufweisen. Mittels einer Blende kann aber auch der Fluss der Schmelze reguliert werden, die – wenn sie erstarrt – ebenfalls das Vorratsgefäß verschließen kann.

[0020] In einer weiteren Ausführungsform der erfindungsgemäßen Anordnung ist das formgebende Aufschäumgefäß aus Kupfer oder Aluminium gebildet und/oder weist einen runden oder rechteckigen Querschnitt auf. Ein solcher Querschnitt ermöglicht eine einfache Ausführung des teilbaren Aufschäumgefäßes, da dieses beispielsweise längs mittig geöffnet und somit wieder verwendbar ist. Selbstverständlich ist jede Form des Aufschäumgefäßes denkbar, die ein Öffnen und erneutes Verschließen ermöglicht.

[0021] Die Erfindung soll in folgendem Ausführungsbeispiel anhand von Figuren näher beschrieben werden.

[0022] Dabei zeigen

[0023] Fig. 1: schematisch den Aufbau einer Anordnung zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens;

[0024] Fig. 2: eine Röntgentomographie-Aufnahme einer mit dem erfindungsgemäßen Verfahren aufgeschäumten AlMg5-Legierung im Längs- und Querschnitt;

[0025] Fig. 3: eine Röntgentomographie-Aufnahme von mit dem erfindungsgemäßen Verfahren aufgeschäumten reinen Al (99,99) im Längs- und Querschnitt.

[0026] In Fig. 1 ist eine Anordnung zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens gezeigt. Dabei ist der Vorratsbehälter **3** über einen Einfüllstutzen **4** mit einem evakuierbaren wieder verwendbaren formgebenden Gefäß als Aufschäumgefäß **7** verbunden und dieses wiederum mit einer Vakuumpumpe **13**. In diesem Ausführungsbeispiel ist das Aufschäumgefäß **7** zylinderförmig ausgebildet. Es kann aber auch eine ganz andere – komplexere – geometrische Form gewählt werden, nur muss das Gefäß immer so gestaltet sein, dass man es mehrmals öffnen und schließen kann – wie bereits oben erwähnt. Zwischen Vakuumpumpe **13** und Aufschäumgefäß **7** sind zwei Ventile **12** und ein Manometer **10** angeordnet. Ein zusätzliches Reservoir **11**, mit dem der Druck des Aufschäumgefäßes **7** schnell verringert werden kann, ist zwischen den beiden Ventilen **12** zuschaltbar angeordnet. Das Vorratsgefäß **3** und das Aufschäumgefäß **7** können mit Mitteln **8** zum Heizen und/oder Kühlen versehen sein.

[0027] Gemäß erfindungsgemäßigem Verfahren wird beispielsweise eine Metallschmelze **2** aus AlMg5 bei 750°C oder aus reinem Al (99,99) bei 850°C hergestellt und in das Vorratsgefäß **3** mit dem Einfüllstutzen **4** eingefüllt, welche aus Kupfer gebildet sind. Eine Blende **5** am Ende des Einfüllstutzens **4** reguliert die einzufüllende Menge Metallschmelze **2**. Alle Verbindungen zwischen den einzelnen Bestandteilen der Anordnung sind vakuumtauglich ausgebildet, um eine schnelle Absenkung des Drucks in dem Aufschäumgefäß **7**, das dem Metallschaumkörper seine Form gibt, zu gewährleisten. Aus einem Schmelztiegel **1** wird die Metallschmelze **2** über Einfülltrichter **3** und -stutzen **4** in das Aufschäumgefäß **7** in einer solchen Menge eingefüllt, dass die gewünschte Dichte des Formschaumteils erreicht wird. Erfahrungsgemäß ist dies ein Drittel bis ein Fünftel des Volumens des Aufschäumgefäßes **7**, in dem Beispiel jeweils ein Fünftel für AlMg5 bzw. für reines

Al (99,99). Ist die Schmelze **2** ausreichend viskos, kann das Einfüllen ohne weitere Hilfsmittel bei geöffneter Blende **5** erfolgen, im anderen Falle kann bereits durch Evakuieren die Metallschmelze **2** in das Aufschäumgefäß **7** angesaugt werden. Dabei ist zu beachten, dass das Aufschäumgefäß **7** auf der den Einfüllkomponenten **3** und **4** abgewandten Seite mittels eines Gitters **6** getrennt ist. Ist eine ausreichende Menge Metallschmelze **9** in das Aufschäumgefäß **7** eingefüllt, wird dessen Verbindung zum Vorratsbehälter **3** getrennt durch die Blende **5** oder durch schnelles Kühlen der Austrittsöffnung des Vorratsbehälters **3** und Erstarren der Schmelze, wodurch die Austrittsöffnung des Einfüllstutzens **4** verschlossen wird. Gleichzeitig wird das Aufschäumgefäß **7** evakuiert. Gleichzeitig wird das Aufschäumgefäß **7** evakuiert, dieser Prozess kann durch Zuschalten eines zusätzlichen Reservoirs **11**, wodurch das Volumen des Aufschäumgefäßes **7** plötzlich vergrößert wird und den schnellen Evakuierungsprozess unterstützt, beschleunigt werden. So konnte ohne Optimierung der erfindungsgemäßen Anordnung bereits nach 10 s ein Druck von $2,2 \cdot 10^3$ Pa erreicht werden. Die sich in dem Aufschäumgefäß befindende Metallschmelze **9** schäumt auf und füllt das gesamte Volumen des Aufschäumgefäßes **7** aus, das an der Seite zu den Pumpen ebenfalls ein Gitter aufweist. Nun muss der Schaum schnell erstarren, d. h. es wird eine Kühlungsrate der aufgeschäumten Metallschmelze von 35 K/s sowohl für AlMg5 als auch für reines Al über Druckänderung in dem Aufschäumgefäß **7** eingestellt. Die notwendige Temperaturverringerung kann über Kühlmittel **8** außerhalb des Aufschäumgefäßes **7** oder durch an dem Gefäß vorbeiströmende kalte Luft unterstützt werden.

[0028] In Fig. 2 ist das Ergebnis des beschriebenen Verfahrens mittels REM-Aufnahmen für AlMg5-Metallschaum im Längs- bzw. Querschnitt gezeigt. Dieser Schaum – hergestellt in einem zylindrischen Aufschäumgefäß **7** – weist eine Porosität von 83% auf.

[0029] Fig. 3 zeigt entsprechende REM-Aufnahmen für mit dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellten reinen Al-Schaum mit einer Porosität von 81%.

Patentansprüche

1. Schmelzmetallurgisches Verfahren zur Herstellung eines Metallschaumkörpers, bei dem in einem Vorratsbehälter eine weder Treibmittel noch stabilisierende Teilchen enthaltende Metallschmelze bereitgestellt wird, anschließend die Metallschmelze in ein evakuierbares Aufschäumgefäß eingebracht wird, wobei als evakuierbares Aufschäumgefäß ein wiederverwendbares formgebendes Gefäß verwendet wird, danach die Metallschmelze durch schnelles Evakuieren des Aufschäumgefäßes mit einer Evakuierungsrate von größer $5 \cdot 10^3$ bis $5 \cdot 10^4$ Pa/s bei einem End-

druck zwischen 10^4 Pa und 10 Pa, vorzugsweise 10^2 Pa, aufgeschäumt wird und dann eine Kühlungsrate im Bereich von größer 5 K/s bis 50 K/s über Druck- und/oder Temperaturänderung in dem Aufschäumgefäß eingestellt und der Metallschaum erstarrt wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Einbringen der Metallschmelze in das Aufschäumgefäß durch Druckverminderung in dem Aufschäumgefäß und einem mit dem Vorratsbehälter verbundenen Einfüllstutzen erfolgt.

3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der Gasdruck des Aufschäumgefäßes nach Einbringen der Metallschmelze durch Verbindung mit einem zusätzlichen Vakuumreservoir schnell verringert wird.

4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Metallschmelze aus Aluminium oder Zink oder deren Legierungen hergestellt werden.

5. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Metallschmelze in dem Vorratsgefäß auf eine Temperatur eingestellt wird, die 20 bis 200 Grad oberhalb des Liquiduspunktes liegt.

6. Anordnung zur Durchführung des Verfahrens gemäß Ansprüche 1 bis 5, mindestens aufweisend ein Vorratsgefäß (3), aus dem die Metallschmelze (2) über einen Einfüllstutzen (4) in ein formgebendes Aufschäumgefäß (7) gelangt, wobei das Aufschäumgefäß (2) wiederholt verschließbar und evakuierbar ausgebildet ist sowie Mittel zum Einstellen einer Evakuierungsrate von 10^3 bis $5 \cdot 10^4$ Pa/s bei einem Enddruck zwischen 10^4 Pa und 10 Pa, vorzugsweise 10^2 Pa, und Mittel zum Einstellen einer Kühlungsrate im Bereich von > 5 K/s bis 50 K/s aufweist.

7. Anordnung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass das Vorratsgefäß (3) ein zusätzliches Vakuumreservoir (11) zur Unterstützung eines schnellen Evakuierungsprozesses aufweist.

8. Anordnung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass das Vorratsgefäß (3) Mittel zur Änderung seiner Temperatur aufweist.

9. Anordnung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass das Vorratsgefäß (3) Mittel zum schnellen Verschließen aufweist.

10. Anordnung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass das formgebende Aufschäumgefäß (7) aus Kupfer oder Aluminium gebildet ist.

11. Anordnung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass das Aufschäumgefäß (7) einen runden oder rechteckigen Querschnitt aufweist.

Es folgen 3 Blatt Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

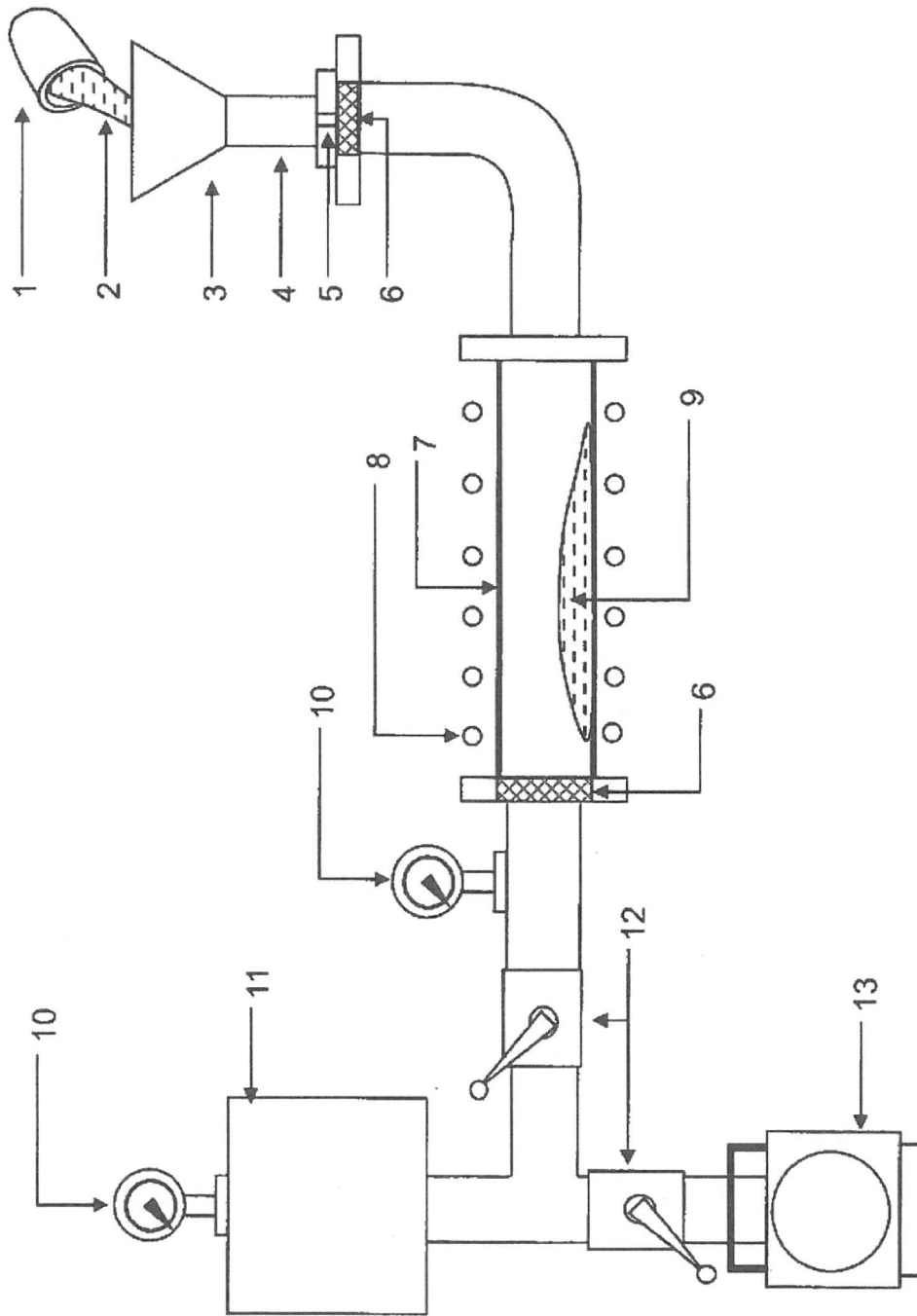


Fig. 1

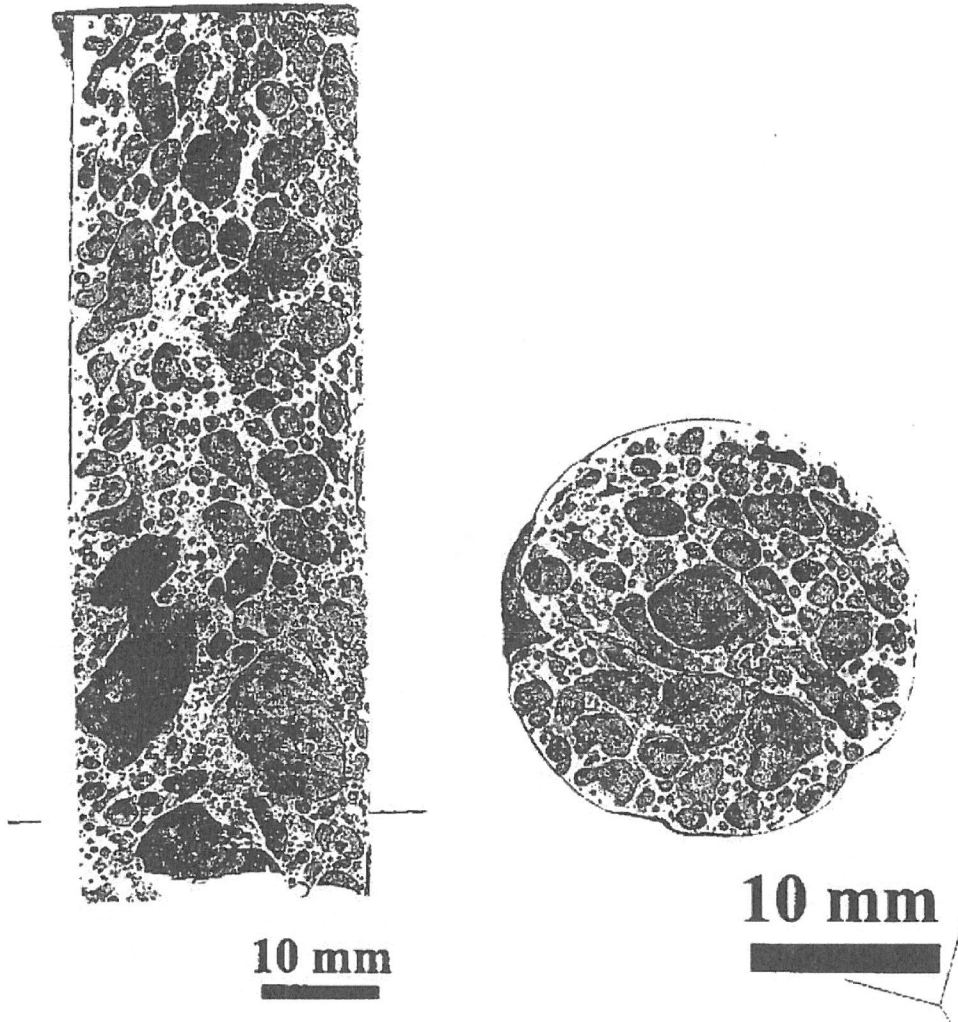


Fig. 2

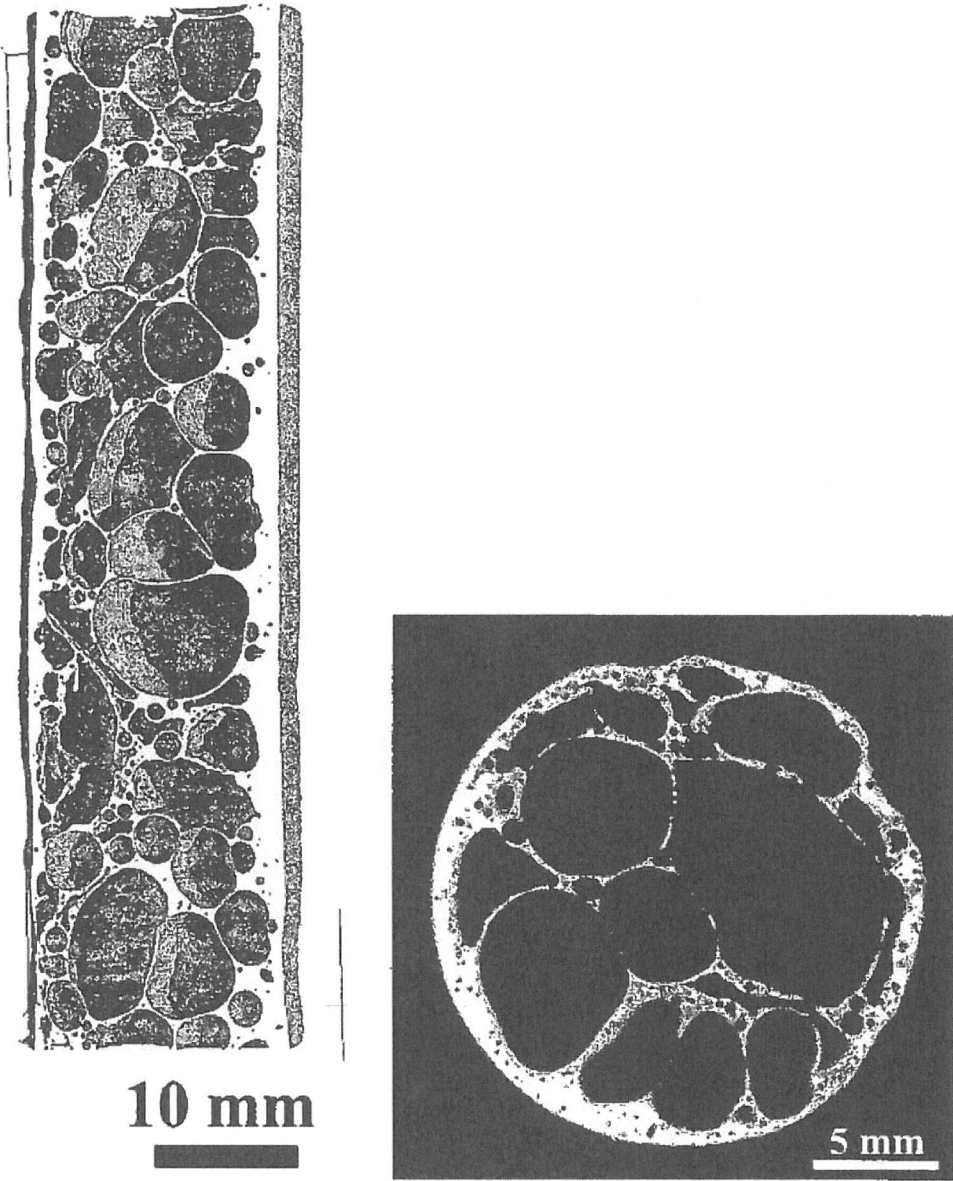


Fig. 3