

Metallkörper und Verfahren zu ihrer Herstellung

Hintergrund

- 5 Die vorliegende Erfindung betrifft Verfahren zur Herstellung beschichteter Metallkörper, bei denen Metallpulver-Zusammensetzungen auf Metallkörper aufgebracht werden, so dass beschichtete Metallkörper erhalten werden, deren Beschichtung eine oder mehrere Wachskomponenten enthält. Diese Metallkörper werden anschließend bis zur Schmelztemperatur des Wachses erhitzt, wieder auf Raumtemperatur abgekühlt und danach thermisch behandelt, so dass Legierungsbildung
- 10 zwischen Teilen des Metallkörpers und dem aufgetragenen Metallpulver erreicht wird. Das Aufschmelzen und darauffolgende Abkühlen des Wachses ermöglicht den Zugang zu Metallkörpern mit einer einheitlicheren Legierungsbedeckung. Entsprechende Verfahren finden unter anderem Anwendung in der Sintertechnologie. Die vorliegende Erfindung betrifft ferner Verfahren, bei denen diese thermisch behandelten Metallkörper anschließend mit einer basischen
- 15 Lösung behandelt werden. Entsprechende Verfahren finden unter anderem Anwendung bei der Herstellung von Katalysatoren. Die vorliegende Erfindung betrifft ferner die mit den vorliegend offenbarten Verfahren erhältlichen Metallkörper, die Anwendung finden z.B. als Trag- und Strukturkomponenten sowie in der Katalysatortechnologie.

20 Stand der Technik

- Verfahren zur Herstellung von legierungsbeschichteten Metallkörpern sind aus dem Stand der Technik bekannt, z.B. aus der WO2019057533A1. Dort werden Metallpulver auf Metallkörper aufgetragen, die anschließend thermisch behandelt werden, so dass Legierungen im
- 25 Kontaktbereich von Metallkörper und Metallpulver ausgebildet werden.

- Ein Problem bei diesen Verfahren ist das Auftreten einer uneinheitlichen Legierungsbedeckung der Metallkörper d.h., dass einige Teile der Oberfläche der Metallkörper eine hohe und andere eine niedrige Legierungsbedeckung aufweisen. Dies wiederum kann, je nach anvisiertem
- 30 Verwendungszweck, verschiedene Nachteile mit sich bringen. Die Ursache für die uneinheitliche Legierungsbedeckung ist bisher nicht klar.

- Im Hinblick auf die vielfältigen Anwendungsmöglichkeiten legierungsbeschichteter Metallkörper besteht Bedarf an Verfahren zu ihrer Herstellung, bei denen eine einheitlichere
- 35 Legierungsbedeckung der Metallkörper erreicht wird.

Die vorliegende Erfindung

- Die vorliegende Erfindung stellt entsprechende Verfahren zur Verfügung, bei denen eine
- 40 einheitlichere Legierungsbedeckung der Metallkörper erreicht wird. Erfindungsgemäße Verfahren zur Herstellung von beschichteten Metallkörpern umfassen die folgenden Schritte:

- (a) Aufbringen einer Metallpulver-Zusammensetzung auf einen Metallkörper, so dass ein beschichteter Metallkörper 1 erhalten wird, dessen Beschichtung eine oder mehrere Wachskomponenten enthält,
- 5 (b) Erhitzen des beschichteten Metallkörpers 1 bis zur Schmelztemperatur von mindestens einer der Wachskomponenten und anschließendes Abkühlen auf Raumtemperatur, so dass ein beschichteter Metallkörper 2 erhalten wird,
- 10 (c) thermische Behandlung des beschichteten Metallkörpers 2, um Legierungsbildung zu erreichen zwischen metallischen Anteilen von Metallkörper und Metallpulver-Zusammensetzung, so dass Metallkörper 3 erhalten wird,
- wobei der in Schritt (a) verwendete Metallkörper eine Metallkomponente umfasst, ausgewählt aus der folgenden Gruppe: Nickel, Cobalt, Kupfer, Eisen, und
- 15 wobei die in Schritt (a) verwendete Metallpulver-Zusammensetzung eine pulverförmige Metallkomponente umfasst, die Aluminium, Silicium oder Magnesium in elementarer oder legierter Form enthält.
- Im Unterscheid zu den Verfahren des Stands der Technik wird bei den erfindungsgemäßen
- 20 Verfahren vor der thermischen Behandlung zur Legierungsbildung ein Wachs zunächst aufgeschmolzen und anschließend wieder abgekühlt (vgl. Schritt (b)). Experimentelle Ergebnisse, die im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung erhoben wurden, zeigen, dass es notwendig ist, tatsächlich das in Schritt (b) beschriebene Aufschmelzen und Abkühlen des Waxes vor der thermischen Behandlung zur Legierungsbildung auszuführen, um die beabsichtigte einheitlichere
- 25 Legierungsbedeckung zu erreichen. Es reicht nicht aus dem Metallpulver lediglich Wachs beizumischen und im Anschluss an den Auftrag des Metallpulvers (Schritt (a)) die thermische Behandlung zur Legierungsbildung (Schritt (c)) durchzuführen.
- In Schritt (a) des erfindungsgemäßen Verfahrens 1 wird eine Metallpulver-Zusammensetzung auf
- 30 einen Metallkörper aufgebracht, so dass ein beschichteter Metallkörper 1 erhalten wird, dessen Beschichtung eine oder mehrere Wachskomponenten enthält.
- Das Aufbringen der Metallpulver-Zusammensetzung in Schritt (a) des erfindungsgemäßen Verfahrens kann in vielfältiger Weise erfolgen, z. B. indem man den Metallkörper mit der
- 35 Metallpulver-Zusammensetzung durch Rollen oder Tauchen in Kontakt bringt oder die Metallpulver-Zusammensetzung durch Sprühen, Bestreuen oder Gießen aufträgt. Dazu kann die Metallpulver-Zusammensetzung als Suspension oder in Form eines Pulvers vorliegen.
- Dabei geht bevorzugt dem eigentlichen Aufbringen der Metallpulver-Zusammensetzung auf den
- 40 Metallkörper in Schritt (a) des erfindungsgemäßen Verfahrens ein vorheriges Imprägnieren des Metallkörpers mit einem Binder voraus. Das Imprägnieren kann beispielsweise durch Aufsprühen

des Binders oder Eintauchen des Metallkörpers in den Binder erfolgen, ist aber nicht auf diese Möglichkeiten beschränkt. Auf den so vorbereiteten Metallkörper kann anschließend die Metallpulver-Zusammensetzung aufgebracht werden.

- 5 Alternativ dazu können Binder und Metallpulver-Zusammensetzung in einem Schritt aufgebracht werden. Hierfür wird die Metallpulver-Zusammensetzung vor dem Aufbringen entweder in flüssigem Binder selbst suspendiert, oder Metallpulver-Zusammensetzung und Binder werden in einer Hilfsflüssigkeit F suspendiert
- 10 Der Binder ist eine Zusammensetzung, die sich durch thermische Behandlung im Temperaturbereich von 100 bis 400 °C vollständig in gasförmige Produkte überführen lässt, umfassend eine organische Verbindung, die ein Anhaften der Metallpulver-Zusammensetzung auf dem Metallkörper begünstigt. Bevorzugt ist die organische Verbindung dabei ausgewählt aus der folgenden Gruppe: Polyethylenimine (PEI), Polyvinylpyrrolidon (PVP), Ethylenglycol, Gemische
- 15 dieser Verbindungen. Besonders bevorzugt ist PEI. Das Molekulargewicht des Polyvinylpyrrolidons liegt vorzugsweise in einem Bereich von 10 000 bis 1 300 000 g/mol. Das Molekulargewicht des Polyethylenimines liegt vorzugsweise in einem Bereich von 10 000 bis 1 300 000 g/mol. Das Molekulargewicht des Polyethylenimines (PEI) liegt besonders bevorzugt in einem Bereich von 700.000 bis 800.000 g/mol.
- 20 Hilfsflüssigkeit F muss geeignet sein, um Metallpulver-Zusammensetzung und Binder zu suspendieren und sich durch thermische Behandlung im Temperaturbereich von 100 bis 400 °C vollständig in gasförmige Produkte überführen lassen. Bevorzugt wird Hilfsflüssigkeit F ausgewählt aus der folgenden Gruppe: Wasser, Ethylenglycol, PVP und Gemische dieser Verbindungen.
- 25 Typischerweise wird, wenn Hilfsflüssigkeit verwendet wird, der Binder mit einer Konzentration im Bereich von 1 bis 10 Gew% in Wasser suspendiert, anschließend wird in dieser Suspension die Metallpulver Zusammensetzung suspendiert.

- Um zu erreichen, dass am Ende von Schritt (a) des erfindungsgemäßen Verfahrens ein
- 30 beschichteter Metallkörper 1 erhalten wird, dessen Beschichtung eine oder mehrere Wachskomponenten enthält, müssen eine oder mehrere Wachskomponenten der Beschichtung hinzugefügt werden. Dazu können folgende Vorgehensweisen einzeln oder in Kombination gewählt werden:

- 35 (i) eine oder mehrere Wachskomponenten werden der Metallpulver-Zusammensetzung zugesetzt,
- (ii) eine oder mehrere Wachskomponenten werden dem Binder zugesetzt,
- (iii) eine oder mehrere Wachskomponenten werden der Hilfsflüssigkeit F zugesetzt,
- (iv) eine oder mehrere Wachskomponenten werden auf den unbeschichteten Metallkörper aufgebracht,
- 40 (v) eine oder mehrere Wachskomponenten werden auf den mit Binder beschichteten Metallkörper aufgebracht,

- (vi) eine oder mehrere Wachskomponenten werden auf den mit der Metallpulver-Zusammensetzung beschichteten Metallkörper 1 aufgebracht.

In einer bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung werden eine oder mehrere Wachskomponenten der Metallpulver-Zusammensetzung zugesetzt (Vorgehensweise (i)).

5

- Wachse sind Stoffe, die durch ihre mechanisch-physikalischen Eigenschaften definiert sind. Ihre chemische Zusammensetzung und Herkunft kann sehr unterschiedlich sein. Wachse unterscheiden sich von ähnlichen synthetischen oder natürlichen Produkten (z. B. Harzen, plastischen Massen, Metallseifen etc.) hauptsächlich darin, dass sie im allgemeinen etwa zwischen
- 10 50 und 90 °C, in Ausnahmefällen auch bis etwa 250 °C, in den schmelzflüssigen, niedrigviskosen Zustand übergehen und praktisch frei von aschebildenden Verbindungen sind. Nach ihrer Herkunft unterteilt man die Wachse in drei Gruppen ein, nämlich (i) natürliche Wachse, hierunter pflanzliche Wachse (z. B. Candelillawachs, Carnaubawachs, Japanwachs, Espartograswachs, Korkwachs, Guarumawachs, Reiskeimölwachs, Zuckerrohrwachs, Ouricurywachs, Montanwachs etc.), tierische
- 15 Wachse (z. B. Bienenwachs, Schellackwachs, Walrat, Lanolin bzw. Wollwachs, Bürzelfett etc.) und Mineralwachse (z. B. Ceresin, Ozokerit bzw. Erdwachs etc.); (ii) chemisch modifizierte Wachse, hierunter Hartwachse (z. B. Montanesterwachse, Sasolwachse, hydrierte Jojobawachse etc.); sowie (iii) synthetische Wachse, hierunter Polyalkylenwachse, Polyalkylenglykolwachse (z. B. Polyethylenglykolwachse) etc.. Hauptbestandteil natürlicher rezenter ("nachwachsender") Wachse
- 20 sind Ester langkettiger Fettsäuren (Wachssäuren) mit langkettigen Fettalkoholen, Triterpen oder Steroidalkoholen; diese Wachsester enthalten auch freie Carboxyl und/oder Hydroxylgruppen. Natürliche fossile Wachse, z.B. aus Braunkohle oder Erdöl, bestehen - ebenso wie Wachse aus der Fischer-Tropsch-Synthese oder Polyalkylenwachse (z. B. Polyethylenwachse) - hauptsächlich aus geradkettigen Kohlenwasserstoffen; erstere können aber je nach Provenienz auch verzweigte
- 25 oder cycloaliphatische Kohlenwasserstoffe enthalten. Häufig werden diese "Kohlenwasserstoff - Wachse durch nachträgliche Oxidation oder im Fall der Polyolefinwachse auch durch Comonomere mit Carboxylgruppen funktionalisiert. Zu weitergehenden Einzelheiten zum Begriff der Wachse wird verwiesen auf Römpf Chemielexikon, 10. Auflage, Band 6, 1999, Georg Thieme Verlag Stuttgart/New York, Seite 4906, Stichwort: "Wachse" sowie die dort referierte Literatur,
- 30 insbesondere Cosm. Toil. 101, 49 (1986) sowie DGF-Einheitmethoden, Abteilung M- Wachse und Wachsprodukte, 7. Ergänzungslieferung 05/1999, Stuttgart: Wissenschaftliche Verlagsgesellschaft, wobei die vorgenannten Literaturstellen hiermit durch Bezugnahme vollinhaltlich in die vorliegende Anmeldung eingeschlossen sind.
- 35 Ein Stoff oder Stoffgemisch wird als Wachskomponente im Sinne der vorliegenden Erfindung bezeichnet, wenn er
- (i) bei 20 °C knetbar fest ist, und
- (ii) im Temperaturbereich über 40 °C ohne Zersetzung schmilzt, und
- (iii) sich durch Thermolyse im Temperaturbereich von 100 bis 400 °C vollständig in
- 40 gasförmige Produkte überführen lässt

Bevorzugt sind Wachskomponenten, die hydrophob sind, d.h. dass Oberflächen aus diesen Substanzen oder Substanzgemischen oder Oberflächen, die mit diesen Substanzen oder Substanzgemischen beschichtet sind, einen Kontaktwinkel mit Wasser ausbilden, der grösser ist als 90 Grad.

5

Vorzugsweise weisen alle Wachskomponenten einen Erstarrungstemperatur im Bereich von 90 bis 250°C auf.

10 Besonders bevorzugt sind Wachskomponenten mit Erstarrungstemperaturen zwischen 45 und 160 °C, insbesondere solche mit Erstarrungstemperaturen zwischen 100 und 160 °C.

Besonders bevorzugt ist die Wachskomponente ein Stearamid-Wachs (Ethylene bis(stearamide), EBS).

15 Die Gesamtmenge aller Wachskomponenten wird derart gewählt, dass ihr Anteil an der Gesamtmasse der Beschichtung von Metallkörper 2 (erhalten nach Schritt(b) des erfindungsgemäßen Verfahrens) zwischen 0,5 und 5 Gew% beträgt. Vorzugsweise beträgt der Anteil der Gesamtmenge aller Wachskomponenten an der Gesamtmasse der Beschichtung von Metallkörper 2 zwischen 1 Gew% und 4 Gew%. Die Gesamtmasse der Beschichtung von
20 Metallkörper 2 entspricht der Massendifferenz zwischen Metallkörper 2 und dem unbeschichteten in Schritt (a) eingesetzten Metallkörper.

Erfindungsgemäß umfasst der in Schritt (a) verwendete Metallkörper eine Metallkomponente, ausgewählt aus der folgenden Gruppe: Nickel, Cobalt, Kupfer, Eisen.

25

In einer bevorzugten Ausführungsform besteht der in Schritt (a) verwendete Metallkörper aus einem der folgenden:

- (i) metallisches Nickel,
- (ii) metallisches Cobalt,
- 30 (iii) metallisches Kupfer,
- (iv) Legierung aus Nickel und Cobalt,
- (v) Legierung aus Nickel und Kupfer,
- (vi) Anordnungen von zwei übereinanderliegenden Schichten von zwei einzelnen metallischen Komponenten, wobei in diesem Falle eine der metallischen Komponenten
35 eine innen liegende Schicht des Metallkörpers bildet und die andere metallische Komponente die außen liegende Schicht des Metallkörpers, wobei die metallischen Komponenten ausgewählt werden aus der Liste der folgenden Kombinationen: innen Nickel und außen Cobalt, innen Eisen und außen Nickel.

40 In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform besteht der in Schritt (a) verwendete Metallkörper aus einem Metall, das ausgewählt ist aus der folgenden Gruppe: Ni, Fe, Co, Cu.

Die in Schritt (a) des erfindungsgemäßen Verfahrens verwendeten Metallkörper können jede beliebige Form aufweisen, z.B. kubisch, quaderförmig, zylindrisch etc. Die Metallkörper können aber auch die Form von Schäumen, Netzen, Geweben, Gestricken oder Gewirken haben, welche ihrerseits zu Monolithen verformt sein können. Vorzugsweise liegen die in Schritt (a) des erfindungsgemäßen Verfahrens verwendeten Metallkörper in Form von Schäumen, Netzen, Geweben, Gestricken oder Gewirken vor.

In einer besonders bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens ist der in Schritt (a) verwendete Metallkörper ein Metallschaumkörper. Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung wird unter Metallschaumkörper ein schaumförmiger Metallkörper verstanden, wie er z.B. offenbart wird in Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, Kapitel „Metallic Foams“, veröffentlicht online am 15.07.2012, DOI: 10.1002/14356007.c16_c01.pub2. Geeignet sind prinzipiell Metallschäume mit verschiedenen morphologischen Eigenschaften bezüglich Porengröße und -form, Schichtdicke, Flächendichte, geometrische Oberfläche, Porosität, etc. Bevorzugt weist ein Metallschaum aus Ni, Cu und/oder Co eine Dichte im Bereich von 400 bis 1500 g/m², eine Porengröße von 400 bis 3000 µm, bevorzugt von 400 bis 800 µm und eine Dicke im Bereich von 0,5 bis 10 mm, bevorzugt von 1,0 bis 5,0 mm auf. Die Herstellung kann in an sich bekannter Weise erfolgen. Beispielsweise kann ein Schaum aus einem organischen Polymer mit wenigstens einem ersten Metall beschichtet werden und dann das Polymer entfernt werden, z. B. durch Thermolyse oder Lösen in einem geeigneten Lösungsmittel, wobei ein Metallschaum erhalten wird. Zum Beschichten mit wenigstens einem ersten Metall oder einem Vorläufer davon kann der Schaum aus dem organischen Polymer mit einer Lösung oder Suspension, die das erste Metall enthält, in Kontakt gebracht werden. Dies kann z. B. durch Sprühen oder Tauchen erfolgen. Möglich ist auch eine Abscheidung mittels chemical vapor deposition (CVD). So kann z. B. ein Polyurethanschaum mit dem ersten Metall beschichtet und dann der Polyurethanschaum thermolysiert werden. Ein zur Herstellung von Formkörpern in Form eines Schaums geeigneter Polymerschaum hat vorzugsweise eine Porengröße im Bereich von 100 bis 5000 µm, besonders bevorzugt von 450 bis 4000 µm und insbesondere von 450 bis 3000 µm. Ein geeigneter Polymerschaum hat vorzugsweise eine Schichtdicke von 5 bis 60 mm, besonders bevorzugt von 10 bis 30 mm. Ein geeigneter Polymerschaum hat vorzugsweise ein Raumgewicht von 300 bis 1200 kg/m³. Die spezifische Oberfläche liegt vorzugsweise in einem Bereich von 100 bis 20000 m²/m³, besonders bevorzugt 1000 bis 6000 m²/m³. Die Porosität liegt vorzugsweise in einem Bereich von 0,50 bis 0,95.

Die in Schritt (a) des erfindungsgemäßen Verfahrens verwendete Metallpulver-Zusammensetzung kann neben einer oder mehr pulverförmigen Metallkomponenten auch eine oder mehr Wachskomponenten und/oder Zusätze, die zur Steigerung der Rieselfähigkeit oder Wasserbeständigkeit beitragen, enthalten. Derartige Zusätze müssen sich durch thermische Behandlung im Temperaturbereich von 100 bis 400 °C vollständig in gasförmige Produkte überführen lassen. Die in Schritt (a) des erfindungsgemäßen Verfahrens verwendete Metallpulver-

Zusammensetzung umfasst eine oder mehr pulverförmige Metallkomponenten, ausgewählt aus der folgenden Gruppe: Aluminium, Aluminiumlegierungen, Silicium, Siliciumlegierungen, Magnesium, Magnesiumlegierungen. In einer bevorzugten Ausführungsform umfasst die in Schritt (a) verwendete Metallpulver-Zusammensetzung eine oder mehr pulverförmige Metallkomponenten, ausgewählt aus der folgenden Gruppe: Aluminium, Silicium, Magnesium, Legierungen von Aluminium und Chrom, Legierungen von Aluminium und Molybdän, Legierungen von Aluminium und Kupfer, Legierungen von Aluminium und Eisen, Legierungen von Aluminium und Eisen und Chrom, Legierungen von Aluminium und Titan, Legierungen von Aluminium und Molybdän und Titan, Legierungen von Silicium und Chrom, Legierungen von Silicium und Molybdän, Legierungen von Silicium und Kupfer, Legierungen von Silicium und Eisen, Legierungen von Silicium und Eisen und Chrom, Legierungen von Silicium und Titan, Legierungen von Silicium und Molybdän und Titan, Legierungen von Magnesium und Chrom, Legierungen von Magnesium und Molybdän, Legierungen von Magnesium und Kupfer, Legierungen von Magnesium und Eisen, Legierungen von Magnesium und Eisen und Chrom, Legierungen von Magnesium und Titan, Legierungen von Magnesium und Molybdän und Titan. In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens umfasst die in Schritt (a) verwendete Metallpulver-Zusammensetzung, pulverförmiges Aluminium. In einer besonders bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens besteht die in Schritt (a) verwendete Metallpulver-Zusammensetzung aus pulverförmigem Aluminium und einer oder mehreren pulverförmigen Wachskomponenten.

In einer bevorzugten Ausführungsform enthält die in Schritt (a) des erfindungsgemäßen Verfahrens verwendete Metallpulver-Zusammensetzung eine oder mehrere Wachskomponenten. Der Zusatz von Wachskomponenten erhöht die Rieselfähigkeit der Metallpulver-Zusammensetzung und damit deren technische Förderbarkeit. Außerdem schützen Wachskomponenten die Metallpulver-Zusammensetzung vor Wasseraufnahme und verringern ferner das Ausmaß chemischer Reaktionen zwischen den pulverförmigen Metallen und Wasser und unterdrücken damit gegebenenfalls auch die Bildung von Wasserstoff.

Die Metallpulver-Zusammensetzung weist bevorzugt einen Metallkomponentengehalt im Bereich von 80 bis 99,8 Gew% auf. Bevorzugt sind dabei Zusammensetzungen bei denen die Metallkomponentenpartikel eine Teilchengröße von nicht kleiner 5 μm und nicht größer 200 μm aufweisen. Besonders bevorzugt sind Zusammensetzungen bei denen 95 % der Metallkomponentenpartikel eine Teilchengröße von nicht kleiner 5 μm und nicht größer 75 μm aufweisen. Es kann sein, dass die Zusammensetzung neben der Metallkomponente in elementarer Form, noch Metallkomponente in oxidiert Form enthält. Dieser oxidierte Anteil liegt üblicherweise in Form von oxidischen Verbindungen wie z.B. Oxiden, Hydroxiden und/oder Carbonaten vor. Typischerweise liegt der Masseanteil des oxidierten Anteils im Bereich von 0,05 bis 10 Gew.-% der Gesamtmasse der Metallpulver-Zusammensetzung.

In Schritt (b) des erfindungsgemäßen Verfahrens wird der beschichtete Metallkörper 1 bis zur Schmelztemperatur von mindestens einer der Wachskomponenten erhitzt und anschließend auf Raumtemperatur abgekühlt, so dass ein beschichteter Metallkörper 2 erhalten wird.

- Typischerweise wird der beschichtete Metallkörper 1 in diesem Schritt auf eine Temperatur im Bereich von 90 bis 250 °C erhitzt. Als Wärmequelle zum Erhitzen des beschichteten Metallkörpers 1 in Schritt (b) wird üblicherweise ein Ofen verwendet grundsätzlich sind aber auch andere Wärmequellen, wie z.B. Infrarotlampen einsetzbar. Das Abkühlen auf Raumtemperatur muss nicht mit kontrollierter Abkühlrate erfolgen und wird typischerweise erreicht, indem die zum Erhitzen verwendete Wärmequelle abgeschaltet, und ein Equilibrieren des Metallkörpers auf Raumtemperatur ermöglicht wird. Der Metallkörper kann während der Durchführung von Schritt (b) umgeben sein von einer Gasatmosphäre aus Luft, Sauerstoff oder inertem Schutzgas, die bei Umgebungsdruck, Normaldruck oder leichtem Vakuum (1 bis 300 mbar) vorliegen kann. Bei der Durchführung von Schritt (b) des erfindungsgemäßen Verfahrens wird lediglich das Aufschmelzen und Abkühlen von Wachskomponenten angestrebt, es ist hingegen nicht beabsichtigt in diesem Schritt organische Komponenten durch Thermolyse zu entfernen oder Legierungsbildung zwischen Metallkomponenten auszulösen. Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung wird Raumtemperatur verstanden als Temperatur von 25 °C.

- In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung wird der beschichtete Metallkörper 1 bis zur Schmelztemperatur von genau einer der Wachskomponenten erhitzt und anschließend auf Raumtemperatur abgekühlt. In einer anderen Ausführungsform wird der beschichtete Metallkörper 1 erhitzt bis alle Wachskomponenten geschmolzen sind und anschließend auf Raumtemperatur abgekühlt. In einer bevorzugten Ausführungsform wird der beschichtete Metallkörper 1 erhitzt, bis mindestens die Hälfte der Gesamtmasse aller Wachskomponenten geschmolzen ist und anschließend auf Raumtemperatur abgekühlt.

- In Schritt (c) des erfindungsgemäßen Verfahrens wird der beschichtete Metallkörper 2 thermisch behandelt, um Legierungsbildung zu erreichen zwischen metallischen Anteilen von Metallkörper und Metallpulver-Zusammensetzung, so dass Metallkörper 3 erhalten wird. Die thermische Behandlung umfasst das, üblicherweise stufenweise, Aufheizen des beschichteten Metallkörpers 2 und das anschließende Abkühlen auf Raumtemperatur. Geeignete Legierungsbedingungen für Schritt (c) ergeben sich aus den Phasendiagrammen der beteiligten Metalle und intermetallischen Phasen, z. B. dem Phasendiagramm von Ni und Al. So kann z. B. der Anteil an Al-reichen und auslaugbaren Komponenten, wie NiAl_3 und Ni_2Al_3 , gesteuert werden. Die thermische Behandlung findet unter Inertgas oder unter reduktiven Bedingungen statt. Unter reduktiven Bedingungen ist die Gegenwart eines Gasgemisches, das Wasserstoff und wenigstens ein unter den Reaktionsbedingungen inertes Gas enthält zu verstehen, geeignet ist z. B. ein Gasgemisch, das 50 Vol% N_2 und 50 Vol% H_2 enthält. Als inertes Gas wird vorzugsweise Stickstoff eingesetzt. Das Aufheizen kann z. B. in einem Bandofen erfolgen. Geeignete Aufheizraten liegen im Bereich von 10 bis 200 K/min, bevorzugt 20 bis 180 K/min. Es kann vorteilhaft sein die Temperatur während gewisser Zeitabschnitte der thermischen Behandlung konstant zu halten, so dass ein stufenweises

Aufheizen und/oder Abkühlen erfolgt. Während der thermischen Behandlung wird typischerweise zunächst die Temperatur von Raumtemperatur auf etwa 300 bis 400 °C erhöht und bei dieser Temperatur für einen Zeitraum von etwa 2 bis 30 Minuten Feuchtigkeit, und organische Bestandteile aus der Beschichtung entfernt, anschließend wird die Temperatur auf etwa 650 bis 750 °C erhöht, bis Legierungsbildung zwischen metallischen Anteilen von Metallkörper und Metallpulver-Zusammensetzung erfolgt und anschließend durch Kontakt mit Schutzgasumgebung einer Temperatur von ca. 200 °C der Metallkörper abgeschreckt.

In einem weiteren Aspekt umfasst die vorliegende Erfindung ferner Verfahren mit dem folgenden Schritt (d): Behandlung des Metallkörpers 3 mit einer basischen Lösung. Die Behandlung des Metallkörpers 3 mit einer basischen Lösung kann dazu dienen Metallkomponenten der aufgetragenen Metallpulver-Zusammensetzung sowie Legierungen zwischen metallischen Anteilen von Metallkörper und Metallpulver-Zusammensetzung zumindest teilweise aufzulösen und auf diese Weise aus dem Metallkörper zu entfernen. Typischerweise wird aus den Metallkörpern durch die Behandlung mit basischer Lösung 30 bis 70 Gew% der Gesamtmasse der Metallkomponenten der aufgetragenen Metallpulver-Zusammensetzung sowie der Legierungen zwischen metallischen Anteilen von Metallkörper und Metallpulver-Zusammensetzung entfernt. Als basische Lösungen werden typischerweise wässrige basische Lösungen von NaOH, KOH, LiOH oder Gemischen davon verwendet. Die Temperatur bei der basischen Behandlung wird üblicherweise im Bereich von 25 bis 120 °C gehalten. Die Dauer der Behandlung mit basischer Lösung liegt typischerweise im Bereich von 5 Minuten bis 8 Stunden. Bei geeigneter Wahl der metallischen Komponenten können Metallkörper, die als Ergebnis der Behandlung mit basischer Lösung erhalten werden, als Katalysatoren eingesetzt werden, wie z.B. offenbart in der WO2019057533A1.

In einer bevorzugten Ausführungsform wird die Behandlung des Metallkörpers 3 mit einer basischen Lösung für eine Dauer im Bereich von 5 Minuten bis 8 Stunden, bei einer Temperatur im Bereich von 20 bis 120 °C ausgeführt, wobei die basische Lösung eine wässrige NaOH-Lösung mit einer NaOH-Konzentration zwischen 2 und 30 Gew% ist.

In einem weiteren Aspekt umfasst die vorliegende Erfindung ferner beschichtete Metallkörper erhältlich nach einem der erfindungsgemäßen Verfahren.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform betrifft die vorliegende Erfindung ferner Verfahren sowie die dadurch erhältlichen Metallkörper, bei denen der in Schritt (a) verwendete Metallkörper aus einem Metall besteht, das ausgewählt ist aus der folgenden Gruppe: Ni, Fe, Co, Cu, und bei denen in Schritt (d) Metallkörper 3 mit einer basischen Lösung behandelt wird.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform betrifft die vorliegende Erfindung ferner Verfahren sowie die dadurch erhältlichen Metallkörper,

- bei denen die in Schritt (a) verwendete Metallpulver-Zusammensetzung eine oder mehr pulverförmige Metallkomponenten umfasst, ausgewählt aus der folgenden Gruppe: Aluminium, Silicium, Magnesium, Legierungen von Aluminium und Chrom, Legierungen von Aluminium und Molybdän, Legierungen von Aluminium und Kupfer, Legierungen von Aluminium und Eisen,
- 5 Legierungen von Aluminium und Eisen und Chrom, Legierungen von Aluminium und Titan, Legierungen von Aluminium und Molybdän und Titan, Legierungen von Silicium und Chrom, Legierungen von Silicium und Molybdän, Legierungen von Silicium und Kupfer, Legierungen von Silicium und Eisen, Legierungen von Silicium und Eisen und Chrom, Legierungen von Silicium und Titan, Legierungen von Silicium und Molybdän und Titan, Legierungen von Magnesium und Chrom,
- 10 Legierungen von Magnesium und Molybdän, Legierungen von Magnesium und Kupfer, Legierungen von Magnesium und Eisen, Legierungen von Magnesium und Eisen und Chrom, Legierungen von Magnesium und Titan, Legierungen von Magnesium und Molybdän und Titan, und bei denen in Schritt (d) Metallkörper 3 mit einer basischen Lösung behandelt wird.
- 15 In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform betrifft die vorliegende Erfindung ferner Verfahren sowie die dadurch erhältlichen Metallkörper, bei denen der in Schritt (a) verwendete Metallkörper aus einem Metall besteht, das ausgewählt ist aus der folgenden Gruppe: Ni, Fe, Co, Cu, und bei denen die in Schritt (a) verwendete Metallpulver-Zusammensetzung eine oder mehr
- 20 pulverförmige Metallkomponenten umfasst, ausgewählt aus der folgenden Gruppe: Aluminium, Silicium, Magnesium, Legierungen von Aluminium und Chrom, Legierungen von Aluminium und Molybdän, Legierungen von Aluminium und Kupfer, Legierungen von Aluminium und Eisen, Legierungen von Aluminium und Eisen und Chrom, Legierungen von Aluminium und Titan, Legierungen von Aluminium und Molybdän und Titan, Legierungen von Silicium und Chrom,
- 25 Legierungen von Silicium und Molybdän, Legierungen von Silicium und Kupfer, Legierungen von Silicium und Eisen, Legierungen von Silicium und Eisen und Chrom, Legierungen von Silicium und Titan, Legierungen von Silicium und Molybdän und Titan, Legierungen von Magnesium und Chrom, Legierungen von Magnesium und Molybdän, Legierungen von Magnesium und Kupfer, Legierungen von Magnesium und Eisen, Legierungen von Magnesium und Eisen und Chrom,
- 30 Legierungen von Magnesium und Titan, Legierungen von Magnesium und Molybdän und Titan.

- In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform betrifft die vorliegende Erfindung ferner Verfahren sowie die dadurch erhältlichen Metallkörper, bei denen der in Schritt (a) verwendete Metallkörper aus einem Metall besteht, das ausgewählt ist
- 35 aus der folgenden Gruppe: Ni, Fe, Co, Cu, und bei denen die in Schritt (a) verwendete Metallpulver-Zusammensetzung eine oder mehr pulverförmige Metallkomponenten umfasst, ausgewählt aus der folgenden Gruppe: Aluminium, Silicium, Magnesium, Legierungen von Aluminium und Chrom, Legierungen von Aluminium und Molybdän, Legierungen von Aluminium und Kupfer, Legierungen von Aluminium und Eisen,
- 40 Legierungen von Aluminium und Eisen und Chrom, Legierungen von Aluminium und Titan, Legierungen von Aluminium und Molybdän und Titan, Legierungen von Silicium und Chrom,

- Legierungen von Silicium und Molybdän, Legierungen von Silicium und Kupfer, Legierungen von Silicium und Eisen, Legierungen von Silicium und Eisen und Chrom, Legierungen von Silicium und Titan, Legierungen von Silicium und Molybdän und Titan, Legierungen von Magnesium und Chrom, Legierungen von Magnesium und Molybdän, Legierungen von Magnesium und Kupfer,
- 5 Legierungen von Magnesium und Eisen, Legierungen von Magnesium und Eisen und Chrom, Legierungen von Magnesium und Titan, Legierungen von Magnesium und Molybdän und Titan, und bei denen in Schritt (d) Metallkörper 3 mit einer basischen Lösung behandelt wird.

- In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform betrifft die vorliegende Erfindung ferner Verfahren
- 10 sowie die dadurch erhältlichen Metallkörper,
- bei denen der in Schritt (a) verwendete Metallkörper aus einem Metall besteht, das ausgewählt ist aus der folgenden Gruppe: Ni, Fe, Co, Cu,
- und bei denen die in Schritt (a) verwendete Metallpulver-Zusammensetzung eine oder mehr pulverförmige Metallkomponenten umfasst, ausgewählt aus der folgenden Gruppe: Aluminium,
- 15 Silicium, Magnesium, Legierungen von Aluminium und Chrom, Legierungen von Aluminium und Molybdän, Legierungen von Aluminium und Kupfer, Legierungen von Aluminium und Eisen, Legierungen von Aluminium und Eisen und Chrom, Legierungen von Aluminium und Titan, Legierungen von Aluminium und Molybdän und Titan, Legierungen von Silicium und Chrom, Legierungen von Silicium und Molybdän, Legierungen von Silicium und Kupfer, Legierungen von
- 20 Silicium und Eisen, Legierungen von Silicium und Eisen und Chrom, Legierungen von Silicium und Titan, Legierungen von Silicium und Molybdän und Titan, Legierungen von Magnesium und Chrom, Legierungen von Magnesium und Molybdän, Legierungen von Magnesium und Kupfer, Legierungen von Magnesium und Eisen, Legierungen von Magnesium und Eisen und Chrom, Legierungen von Magnesium und Titan, Legierungen von Magnesium und Molybdän und Titan,
- 25 und bei denen eine oder mehrere Wachskomponenten der Metallpulver-Zusammensetzung zugesetzt werden.

- In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform betrifft die vorliegende Erfindung ferner Verfahren sowie die dadurch erhältlichen Metallkörper,
- 30 bei denen der in Schritt (a) verwendete Metallkörper aus einem Metall besteht, das ausgewählt ist aus der folgenden Gruppe: Ni, Fe, Co, Cu,
- und bei denen die in Schritt (a) verwendete Metallpulver-Zusammensetzung eine oder mehr pulverförmige Metallkomponenten umfasst, ausgewählt aus der folgenden Gruppe: Aluminium, Silicium, Magnesium, Legierungen von Aluminium und Chrom, Legierungen von Aluminium und
- 35 Molybdän, Legierungen von Aluminium und Kupfer, Legierungen von Aluminium und Eisen, Legierungen von Aluminium und Eisen und Chrom, Legierungen von Aluminium und Titan, Legierungen von Aluminium und Molybdän und Titan, Legierungen von Silicium und Chrom, Legierungen von Silicium und Molybdän, Legierungen von Silicium und Kupfer, Legierungen von Silicium und Eisen, Legierungen von Silicium und Eisen und Chrom, Legierungen von Silicium und
- 40 Titan, Legierungen von Silicium und Molybdän und Titan, Legierungen von Magnesium und Chrom, Legierungen von Magnesium und Molybdän, Legierungen von Magnesium und Kupfer,

Legierungen von Magnesium und Eisen, Legierungen von Magnesium und Eisen und Chrom, Legierungen von Magnesium und Titan, Legierungen von Magnesium und Molybdän und Titan, und bei denen eine oder mehrere Wachskomponenten der Metallpulver-Zusammensetzung zugesetzt werden,

- 5 und bei denen in Schritt (d) Metallkörper 3 mit einer basischen Lösung behandelt wird.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform betrifft die vorliegende Erfindung ferner Verfahren sowie die dadurch erhältlichen Metallkörper,

- 10 bei denen der in Schritt (a) verwendete Metallkörper aus einem Metall besteht, das ausgewählt ist aus der folgenden Gruppe: Ni, Fe, Co, Cu,

und bei denen die in Schritt (a) verwendete Metallpulver-Zusammensetzung eine oder mehr pulverförmige Metallkomponenten umfasst, ausgewählt aus der folgenden Gruppe: Aluminium, Silicium, Magnesium, Legierungen von Aluminium und Chrom, Legierungen von Aluminium und Molybdän, Legierungen von Aluminium und Kupfer, Legierungen von Aluminium und Eisen,

- 15 Legierungen von Aluminium und Eisen und Chrom, Legierungen von Aluminium und Titan, Legierungen von Aluminium und Molybdän und Titan, Legierungen von Silicium und Chrom, Legierungen von Silicium und Molybdän, Legierungen von Silicium und Kupfer, Legierungen von Silicium und Eisen, Legierungen von Silicium und Eisen und Chrom, Legierungen von Silicium und Titan, Legierungen von Silicium und Molybdän und Titan, Legierungen von Magnesium und Chrom,
20 Legierungen von Magnesium und Molybdän, Legierungen von Magnesium und Kupfer, Legierungen von Magnesium und Eisen, Legierungen von Magnesium und Eisen und Chrom, Legierungen von Magnesium und Titan, Legierungen von Magnesium und Molybdän und Titan, und bei denen eine oder mehrere Wachskomponenten der Metallpulver-Zusammensetzung zugesetzt werden,

- 25 und bei denen der in Schritt (a) verwendete Metallkörper ein Metallschaumkörper ist.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform betrifft die vorliegende Erfindung ferner Verfahren sowie die dadurch erhältlichen Metallkörper,

- 30 bei denen der in Schritt (a) verwendete Metallkörper aus einem Metall besteht, das ausgewählt ist aus der folgenden Gruppe: Ni, Fe, Co, Cu,

und bei denen die in Schritt (a) verwendete Metallpulver-Zusammensetzung eine oder mehr pulverförmige Metallkomponenten umfasst, ausgewählt aus der folgenden Gruppe: Aluminium, Silicium, Magnesium, Legierungen von Aluminium und Chrom, Legierungen von Aluminium und Molybdän, Legierungen von Aluminium und Kupfer, Legierungen von Aluminium und Eisen,

- 35 Legierungen von Aluminium und Eisen und Chrom, Legierungen von Aluminium und Titan, Legierungen von Aluminium und Molybdän und Titan, Legierungen von Silicium und Chrom, Legierungen von Silicium und Molybdän, Legierungen von Silicium und Kupfer, Legierungen von Silicium und Eisen, Legierungen von Silicium und Eisen und Chrom, Legierungen von Silicium und Titan, Legierungen von Silicium und Molybdän und Titan, Legierungen von Magnesium und Chrom,
40 Legierungen von Magnesium und Molybdän, Legierungen von Magnesium und Kupfer,

- Legierungen von Magnesium und Eisen, Legierungen von Magnesium und Eisen und Chrom, Legierungen von Magnesium und Titan, Legierungen von Magnesium und Molybdän und Titan, und bei denen eine oder mehrere Wachskomponenten der Metallpulver-Zusammensetzung zugesetzt werden,
- 5 und bei denen in Schritt (d) Metallkörper 3 mit einer basischen Lösung behandelt wird, und bei denen der in Schritt (a) verwendete Metallkörper ein Metallschaumkörper ist.

Beispiele

10

A – Beschichtung von Nickelschaum

1. Aufbringen von Metallpulver-Zusammensetzungen auf Metallkörper
Auf zwei Metallschaumkörper aus Nickel in flächiger Form mit einem Flächengewicht von 1000
15 g/m², und einer durchschnittlichen Porengröße von 580 µm (1,9 mm * 300 mm * 860 mm) wurden zunächst je 40 g Binderlösung aufgesprüht (2,5 Gew% Polyethylenimin in wässriger Lösung). Direkt im Anschluss daran wurde trockenes, pulverförmiges Aluminium (Partikelgröße d₉₉ = 90 µm) im Gemisch mit 3 Gew% pulverförmigem Ceretan®-7080 Wachs (Schmelzpunkt im Bereich von 140 bis 160 °C) auf die Metallkörper aufgebracht (ca. 400 g/m²).
20
 2. Aufschmelzen und Wiederverfestigen von Wachskomponenten
Anschließend wurde einer der Metallschaumkörper in einem Laborofen auf 160 °C erhitzt und danach wieder auf Raumtemperatur abgekühlt.
 - 25 3. Thermische Behandlung zur Legierungsbildung
Im Anschluss daran wurden beide Metallschaumkörper in einem Bandsinterofen (Hersteller: Sarnes) unter Stickstoffatmosphäre einer thermischen Behandlung zur Legierungsbildung unterworfen. Dabei wurde der Ofen im Verlauf von 15 min von Raumtemperatur auf 725 °C aufgeheizt, die Temperatur wurde für 2 min bei 725 °C gehalten, danach wurde durch Kontaktieren
30 mit Stickstoffatmosphäre bei 200 °C abgeschreckt.
 4. Bestimmung der Einheitlichkeit der Legierungsbedeckung
Am Ende wurde die Streuung der Flächengewichte von Teilflächen beider Metallschaumkörper bestimmt, um Aufschluss zu erhalten, über die Einheitlichkeit der Legierungsbedeckung der beiden
35 Metallschaumkörper. Dazu wurden jeweils 36 kreisförmige Ausschnitte mit einem Durchmesser von jeweils 30 mm aus allen Teilbereichen beider Metallschaumkörper ausgestanzt und gewogen.
- Anschließend wurde der PFR Wert (powder foam ratio) bestimmt aus:
PFR = 100 * (m[gesintert] – m[Ausgangsschaum]) / m[gesintert],
40 mit:

$m[\text{gesintert}]$ = Masse der nach der Legierungsbildung ausgestanzten kreisförmigen Ausschnitte mit einem Durchmesser von jeweils 30 mm

$m[\text{Ausgangsschaum}]$ = Masse eines kreisförmigen Ausschnitts des Metallschaumkörpers mit einem Durchmesser von 30 mm vor Beginn des Experiments

5

Am Ende wurden Mittelwerte und empirische Standardabweichungen der Reihen der jeweiligen PFR-Werte für beide Metallschaumkörper ermittelt.

10 Für den Metallschaumkörper, der den Aufschmelz- und Wiederverfestigungsschritt des Wachses durchlaufen hatte, ergab sich folgendes Ergebnis:

Mittelwert: 29,7

Standardabweichung: 0,5

15 Für den Metallschaumkörper, der den Aufschmelz- und Wiederverfestigungsschritt des Wachses nicht durchlaufen hatte, ergab sich folgendes Ergebnis:

Mittelwert: 27,7

Standardabweichung: 2,3

20 Dieses Ergebnis zeigt deutlich, dass durch Wachszusatz und einen Aufschmelz- Wiederkühlschritt vor der thermischen Behandlung zur Legierungsbildung eine deutliche Erhöhung der Einheitlichkeit der Legierungsbedeckung bei den erfindungsgemäßen Metallkörpern erreicht wird.

25 **B – Beschichtung von Drahtgewebe**

1. Aufbringen von Metallpulver-Zusammensetzungen auf Metallkörper

Auf zwei Metallkörper aus kommerziell erhältlichem Nickeldrahtgewebe in flächiger Form (Maschenweite 0,163 mm) wurde zunächst Binderlösung aufgesprüht (2,5 Gew% Polyethylenimin
30 in wässriger Lösung). Direkt im Anschluss daran wurde auf beide Metallkörper eine identische Menge trockenes, pulverförmiges Aluminium (Partikelgröße $d_{99} = 90 \mu\text{m}$) im Gemisch mit 3 Gew% pulverförmigem Ceretan®-7080 Wachs (Schmelzpunkt im Bereich von 140 bis 160 °C) aufgebracht.

35 2. Aufschmelzen und Wiederverfestigen von Wachskomponenten

Anschließend wurde einer der Metallkörper in einem Laborofen auf 160 °C erhitzt und danach wieder auf Raumtemperatur abgekühlt. Der andere Metallkörper wurde für 24 h bei Raumtemperatur an Luft getrocknet.

Danach wurde der Lichtdurchfall durch beide Metallkörper bei einseitiger Beleuchtung mit einer hellen Lampe untersucht. Es zeigte sich, dass der Metallkörper, der den Aufschmelz- Wiederverfestigungsvorgang des Wachses durchlaufen hatte, einen deutlich gleichmäßigeren Lichtdurchfall aufwies, als der bei Raumtemperatur an Luft getrocknete Körper. Dies indiziert eine

5 homogenere Verteilung des aufgetragenen Pulvers auf dem Metallkörper der aktiv bei 160 °C getrocknet wurde.

3. Thermische Behandlung zur Legierungsbildung

Im Anschluss daran wurden beide Metallkörper in einem industriellen Bandsinterofen unter

10 Stickstoffatmosphäre einer thermischen Behandlung zur Legierungsbildung unterzogen. Dabei wurde der Ofen im Verlauf von 15 min von Raumtemperatur auf 725 °C aufgeheizt, die Temperatur wurde für 2 min bei 725 °C gehalten, danach wurde durch Kontaktieren mit Stickstoffatmosphäre bei 200 °C abgeschreckt.

15

C – Beschichtung von Cobaltschaum

1. Aufbringen von Metallpulver-Zusammensetzungen auf Metallkörper

Auf zwei Metallschaumkörper aus Cobalt in flächiger Form mit einem Flächengewicht von 1000

20 g/m², und einer durchschnittlichen Porengröße von 580 µm (1,9 mm * 300 mm * 860 mm) wurden zunächst je 40 g Binderlösung aufgesprüht (2,5 Gew% Polyethylenimin in wässriger Lösung). Direkt im Anschluss daran wurde trockenes Al/Cr-Pulver (enthaltend 5 Gew% Cr) (Partikelgröße d₉₀ < 63 µm, d₅₀ = 35 µm) im Gemisch mit 3 Gew% pulverförmigem Ceretan®-7080 Wachs (Schmelzpunkt im Bereich von 140 bis 160 °C) auf die Metallkörper aufgebracht (ca. 400 g/m²).

25

2. Aufschmelzen und Wiederverfestigen von Wachskomponenten

Anschließend wurde einer der Metallkörper in einem Laborofen auf 160 °C erhitzt und danach wieder auf Raumtemperatur abgekühlt. Der andere Metallkörper wurde für 24 h bei Raumtemperatur an Luft getrocknet.

30

Danach wurde der Lichtdurchfall durch beide Metallkörper bei einseitiger Beleuchtung mit einer hellen Lampe untersucht. Es zeigte sich, dass der Metallkörper, der den Aufschmelz- Wiederverfestigungsvorgang des Wachses durchlaufen hatte, einen deutlich gleichmäßigeren Lichtdurchfall aufwies, als der bei Raumtemperatur an Luft getrocknete Körper. Dies deutet auf

35 eine weniger homogene Verteilung des aufgetragenen Pulvers in dem bei Raumtemperatur an Luft getrockneten Körper hin. Dieses Ergebnis konnte durch REM Aufnahmen bestätigt werden, die verschlossene Poren und damit eine lokale Überbeladung dieses Körpers erkennbar machten.

40

3. Thermische Behandlung zur Legierungsbildung

Im Anschluss daran wurden beide Metallkörper in einem Bandsinterofen (Hersteller: Sarnes) unter Stickstoffatmosphäre einer thermischen Behandlung zur Legierungsbildung unterworfen. Dabei wurde der Ofen im Verlauf von 15 min von Raumtemperatur auf 700 °C aufgeheizt, die Temperatur wurde für 2 min bei 700 °C gehalten, danach wurde durch Kontaktieren mit Stickstoffatmosphäre bei 200 °C abgeschreckt.

4. Bestimmung der Einheitlichkeit der Legierungsbedeckung

Am Ende wurde die Streuung der Flächengewichte von Teilflächen beider Metallkörper bestimmt, um Aufschluss zu erhalten, über die Einheitlichkeit der Legierungsbedeckung der beiden Metallkörper. Dazu wurden jeweils 36 kreisförmige Ausschnitte mit einem Durchmesser von jeweils 30 mm aus allen Teilbereichen beider Metallschaumkörper ausgestanzt und gewogen.

Anschließend wurde der PFR Wert bestimmt aus:

$$\text{PFR} = 100 * (m[\text{gesintert}] - m[\text{Ausgangskörper}]) / m[\text{gesintert}],$$

mit:

$m[\text{gesintert}]$ = Masse der nach der Legierungsbildung ausgestanzten kreisförmigen Ausschnitte mit einem Durchmesser von jeweils 30 mm

$m[\text{Ausgangskörper}]$ = Masse eines kreisförmigen Ausschnitts des Metallkörpers mit einem Durchmesser von 30 mm vor Beginn des Experiments

Am Ende wurden Mittelwerte und empirische Standardabweichungen der Reihen der jeweiligen PFR-Werte für beide Metallkörper ermittelt.

Für den Metallkörper, der den Aufschmelz- und Wiederverfestigungsschritt des Wachses

durchlaufen hatte, ergab sich folgendes Ergebnis:

Mittelwert: 28,2

Standardabweichung: 0,7

Für den Metallkörper, der den Aufschmelz- und Wiederverfestigungsschritt des Wachses nicht

durchlaufen hatte, ergab sich folgendes Ergebnis:

Mittelwert: 26,8

Standardabweichung: 2,7

Dieses Ergebnis zeigt erneut, dass durch Wachszusatz und einen Aufschmelz-Wiederabkühlschritt vor der thermischen Behandlung zur Legierungsbildung eine deutliche Erhöhung der Einheitlichkeit der Legierungsbedeckung bei den erfindungsgemäßen Metallkörpern erreicht wird.

D – Beschichtung von Nickel/Cobaltschaum

1. Aufbringen von Metallpulver-Zusammensetzungen auf Metallkörper

Auf zwei Metallschaumkörper aus Nickel/Cobalt (42 Gew% Nickel, 58 Gew% Cobalt; schichtgalvanisch, templat-gestützt hergestellt) in flächiger Form mit einem Flächengewicht von 1000 g/m², und einer durchschnittlichen Porengröße von 580 µm (1,9 mm * 300 mm * 860 mm) wurden zunächst je 40 g Binderlösung aufgesprüht (2,5 Gew% Polyethylenimine in wässriger Lösung). Direkt im Anschluss daran wurde trockenes Al/Cr-Pulver (enthaltend 5 Gew% Cr) (Partikelgröße d₉₀ < 63 µm, d₅₀ = 35 µm) im Gemisch mit 3 Gew% pulverförmigem Ceretan®-7080 Wachs (Schmelzpunkt im Bereich von 140 bis 160 °C) auf die Metallkörper aufgebracht (ca. 400 g/m²).

2. Aufschmelzen und Wiederverfestigen von Wachskomponenten

Anschließend wurde einer der Metallkörper in einem Laborofen auf 160 °C erhitzt und danach wieder auf Raumtemperatur abgekühlt. Der andere Metallkörper wurde für 24 h bei Raumtemperatur an Luft getrocknet.

Danach wurde der Lichtdurchfall durch beide Metallkörper bei einseitiger Beleuchtung mit einer hellen Lampe untersucht. Es zeigte sich, dass der Metallkörper, der den Aufschmelz-Wiederverfestigungsvorgang des Wachses durchlaufen hatte, einen deutlich gleichmäßigeren Lichtdurchfall aufwies, als der bei Raumtemperatur an Luft getrocknete Körper. Dies deutet auf eine weniger homogene Verteilung des aufgetragenen Pulvers in dem bei Raumtemperatur an Luft getrockneten Körper hin. Dieses Ergebnis konnte durch REM Aufnahmen bestätigt werden, die verschlossene Poren und damit eine lokale Überbeladung dieses Körpers erkennbar machten.

3. Thermische Behandlung zur Legierungsbildung

Im Anschluss daran wurden beide Metallkörper in einem Bandsinterofen (Hersteller: Sarnes) unter Stickstoffatmosphäre einer thermischen Behandlung zur Legierungsbildung unterworfen. Dabei wurde der Ofen im Verlauf von 15 min von Raumtemperatur auf 700 °C aufgeheizt, die Temperatur wurde für 2 min bei 700 °C gehalten, danach wurde durch Kontaktieren mit Stickstoffatmosphäre bei 200 °C abgeschreckt.

4. Bestimmung der Einheitlichkeit der Legierungsbedeckung

Am Ende wurde die Streuung der Flächengewichte von Teilflächen beider Metallkörper bestimmt, um Aufschluss zu erhalten, über die Einheitlichkeit der Legierungsbedeckung der beiden Metallkörper. Dazu wurden jeweils 36 kreisförmige Ausschnitte mit einem Durchmesser von jeweils 30 mm aus allen Teilbereichen beider Metallschaumkörper ausgestanzt und gewogen.

Anschließend wurde der PFR Wert bestimmt aus:

$$\text{PFR} = 100 \cdot (\text{m}[\text{gesintert}] - \text{m}[\text{Ausgangskörper}]) / \text{m}[\text{gesintert}],$$

mit:

$m[\text{gesintert}]$ = Masse der nach der Legierungsbildung ausgestanzten kreisförmigen Ausschnitte mit einem Durchmesser von jeweils 30 mm

$m[\text{Ausgangskörper}]$ = Masse eines kreisförmigen Ausschnitts des Metallkörpers mit einem Durchmesser von 30 mm vor Beginn des Experiments

5

Am Ende wurden Mittelwerte und empirische Standardabweichungen der Reihen der jeweiligen PFR-Werte für beide Metallkörper ermittelt.

10 Für den Metallkörper, der den Aufschmelz- und Wiederverfestigungsschritt des Wachses durchlaufen hatte, ergab sich folgendes Ergebnis:

Mittelwert: 28,4

Standardabweichung: 0,6

15 Für den Metallkörper, der den Aufschmelz- und Wiederverfestigungsschritt des Wachses nicht durchlaufen hatte, ergab sich folgendes Ergebnis:

Mittelwert: 27,1

Standardabweichung: 2,4

20 Dieses Ergebnis zeigt erneut, dass durch Wachszusatz und einen Aufschmelz-Wiederabkühlschritt vor der thermischen Behandlung zur Legierungsbildung eine deutliche Erhöhung der Einheitlichkeit der Legierungsbedeckung bei den erfindungsgemäßen Metallkörpern erreicht wird.

E – Falltest mit Nickelschaum

25

1. Aufbringen von Metallpulver-Zusammensetzungen auf Metallkörper

Auf einem Metallschaumkörper aus Nickel in flächiger Form mit einem Flächengewicht von 1000 g/m², und einer durchschnittlichen Porengröße von 580 µm (1,9 mm * 300 mm * 860 mm) wurde zunächst je 40 g Binderlösung aufgesprüht (2,5 Gew% Polyethylenimin in wässriger Lösung).

30 Direkt im Anschluss daran wurde trockenes, pulverförmiges Aluminium (Partikelgröße $d_{99} = 90 \mu\text{m}$) im Gemisch mit 3 Gew% pulverförmigem Ceretan®-7080 Wachs (Schmelzpunkt im Bereich von 140 bis 160 °C) auf die Metallkörper aufgebracht (ca. 400 g/m²).

2. Aufschmelzen und Wiederverfestigen von Wachskomponenten

35 Anschließend wurde der Metallkörper in Stücke der Dimension 1,9 x 300 x 200 mm geschnitten. Ein Stück wurde in einem Laborofen auf 160 °C erhitzt und danach wieder auf Raumtemperatur abgekühlt. Der weitere Metallkörper wurde für 24 h bei Raumtemperatur an Luft getrocknet. Ein Metallkörper der Dimension 1,9 x 300 x 200 mm wiegt ca. 85 g. Die Masse setzt sich zusammen aus 23 g Pulver, < 1 g Wachs und ca. 61 g Ni-Schaum.

Danach wurde der Lichtdurchfall durch beide Metallkörper bei einseitiger Beleuchtung mit einer hellen Lampe untersucht. Es zeigte sich, dass der Metallkörper, der den Aufschmelz-Wiederverfestigungsvorgang des Wachses durchlaufen hatte, einen deutlich gleichmäßigeren Lichtdurchfall aufwies, als der bei Raumtemperatur an Luft getrocknete Körper. Dies deutet auf eine weniger homogene Verteilung des aufgetragenen Pulvers in dem bei Raumtemperatur an Luft getrockneten Körper hin. Dieses Ergebnis konnte durch REM Aufnahmen bestätigt werden, die verschlossene Poren und damit eine lokale Überbeladung dieses Körpers erkennbar machten.

3. Falltest

Im Anschluss daran wurden beide Metallkörper gewogen und danach aus einer Höhe von 10 cm auf eine Tischplatte fallen gelassen. Zum Abschluss wurden die Metallkörper erneut gewogen.

Es wurde gefunden, dass durch den Fall auf die Tischplatte bei dem für 24 h bei Raumtemperatur an Luft getrockneten Metallkörper ca. 6 % der Masse der aufgetragenen Metallpulver-Zusammensetzungen verloren gegangen war, während bei dem Metallkörper, der den Aufschmelz-Wiederverfestigungsvorgang durchlaufen hatte, der Masseverlust der aufgetragenen Metallpulver-Zusammensetzung unterhalb von 1 % lag.

Beschreibung der Abbildungen

Abbildung 1

Die Abbildung zeigt flächige Zuschnitte aus Drahtgewebe – rechts in der ursprünglichen, d.h. unbeschichteten, Form und links in beschichteter Form, d.h. nachdem, wie in Beispiel B beschrieben, zunächst eine Aluminiumpulver-Zusammensetzung aufgebracht und anschließend ein Aufschmelz-Wiederverfestigungs-Zyklus von Wachskomponenten durchlaufen wurde. Die Aluminiumpulver-Zusammensetzung wurde allerdings anschließend nicht durch thermische Behandlung einlegiert.

Abbildung 2

Die Abbildung zeigt den Lichtdurchfall, bei einseitiger Beleuchtung mit einer hellen Lampe, durch einen flächigen Zuschnitt aus Cobaltschaum, wie dem in Beispiel C Verwendeten, auf den zunächst, wie in Beispiel C beschrieben, eine Metallpulver-Zusammensetzung aufgebracht und anschließend für 24 Stunden bei Raumtemperatur an Luft getrocknet wurde. Die Metallpulver-Zusammensetzung wurde allerdings anschließend nicht durch thermische Behandlung einlegiert. Es ist erkennbar, dass die Verteilung des Lichtdurchfalls weniger gleichmäßig ist, als in Abbildung 3. Lichtundurchlässige Bereiche zeigen verschlossene Poren und damit eine lokale Überbeladung mit Metallpulver-Zusammensetzung an und deuten damit auf eine inhomogene Verteilung der aufgetragenen Metallpulver-Zusammensetzung hin.

Abbildung 3

Die Abbildung zeigt den Lichtdurchfall, bei einseitiger Beleuchtung mit einer hellen Lampe, durch einen flächigen Zuschnitt aus Cobaltschaum, auf den zunächst, wie in Beispiel C beschrieben, eine Metallpulver-Zusammensetzung aufgebracht und anschließend ein Aufschmelz-

- 5 Wiederverfestigungs-Zyklus von Wachskomponenten durchlaufen wurde. Die Metallpulver-Zusammensetzung wurde allerdings anschließend nicht durch thermische Behandlung einlegiert. Es ist erkennbar, dass die Verteilung des Lichtdurchfalls deutlich gleichmäßiger ist, als in Abbildung 2. Dies deutet auf eine homogenere Verteilung der aufgetragenen Metallpulver-Zusammensetzung hin.

10

Abbildung 4

Die Abbildung zeigt rasterelektronenmikroskopische (REM) Aufnahmen von Proben von Nickel/Cobaltschaum, in beschichteter Form, d.h. nachdem, wie in Beispiel D beschrieben, eine Metallpulver-Zusammensetzung aufgebracht wurde, die allerdings anschließend nicht durch thermische Behandlung einlegiert wurde. Die links dargestellte Probe wurde nach dem Aufbringen der Metallpulver-Zusammensetzung für 24 Stunden bei Raumtemperatur an Luft getrocknet und anschließend mittels REM untersucht. Die rechts dargestellte Probe durchlief nach dem Aufbringen der Metallpulver-Zusammensetzung einen Aufschmelz-Wiederverfestigungs-Zyklus von Wachskomponenten und wurde anschließend mittels REM untersucht. Bei der links dargestellten Probe sind klar die verschlossenen Poren und die zum Teil unbeschichteten Metallstege erkennbar. Bei der rechts dargestellten Probe sind keine verschlossenen Poren und eine gleichmäßige Beschichtung der Metallstege erkennbar.

15

20

Abbildung 5

25 Die Abbildung zeigt auf der linken Seite einen flächigen Zuschnitt aus Nickelschaum, auf den zunächst, wie in Beispiel E beschrieben, eine Aluminiumpulver-Zusammensetzung aufgebracht und anschließend für 24 Stunden bei Raumtemperatur an Luft getrocknet wurde. Die Metallpulver-Zusammensetzung wurde anschließend nicht durch thermische Behandlung einlegiert. Die Abbildung zeigt auf der rechten Seite den Pulverrückstand, der nach Ablage und Wiederaufnahme des pulverbeschichteten Schaumkörpers zurückbleibt.

30

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von beschichteten Metallkörpern umfassend die folgenden Schritte:
- 5
- (a) Aufbringen einer Metallpulver-Zusammensetzung auf einen Metallkörper, so dass ein beschichteter Metallkörper 1 erhalten wird, dessen Beschichtung eine oder mehrere Wachskomponenten enthält,
- 10
- (b) Erhitzen des beschichteten Metallkörpers 1 bis zur Schmelztemperatur von mindestens einer der Wachskomponenten und anschließendes Abkühlen auf Raumtemperatur, so dass ein beschichteter Metallkörper 2 erhalten wird,
- 15
- (c) thermische Behandlung des beschichteten Metallkörpers 2, um Legierungsbildung zu erreichen zwischen metallischen Anteilen von Metallkörper und Metallpulver-Zusammensetzung, so dass Metallkörper 3 erhalten wird,
- 20
- wobei der in Schritt (a) verwendete Metallkörper eine Metallkomponente umfasst, ausgewählt aus der folgenden Gruppe: Nickel, Cobalt, Kupfer, Eisen, und wobei die in Schritt (a) verwendete Metallpulver-Zusammensetzung eine pulverförmige Metallkomponente umfasst, die Aluminium, Silicium oder Magnesium in elementarer oder legierter Form enthält.
- 25
2. Verfahren gemäß Anspruch 1, wobei der in Schritt (a) verwendete Metallkörper ein Metallschaumkörper ist.
- 30
3. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 2, wobei der in Schritt (a) verwendete Metallkörper aus einem der folgenden besteht:
- 35
- metallisches Nickel,
 - metallisches Cobalt,
 - metallisches Kupfer,
 - Legierung aus Nickel und Cobalt,
 - Legierung aus Nickel und Kupfer,
 - 40 - Anordnungen von zwei übereinanderliegenden Schichten von zwei einzelnen metallischen Komponenten, wobei in diesem Falle eine der metallischen Komponenten eine innen liegende Schicht des Metallkörpers bildet und die andere metallische Komponente die außen liegende Schicht des Metallkörpers, wobei die metallischen Komponenten ausgewählt werden aus der Liste der folgenden Kombinationen: innen Nickel und außen Cobalt, innen Eisen und außen Nickel.

4. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 3, wobei der in Schritt (a) verwendete Metallkörper aus einem Metall besteht, das ausgewählt ist aus der folgenden Gruppe: Ni, Fe, Co, Cu.
- 5
5. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 4, wobei die in Schritt (a) des Verfahrens verwendete Metallpulver-Zusammensetzung eine oder mehr pulverförmige Metallkomponenten umfasst, die ausgewählt sind aus der folgenden Gruppe: Aluminium, Silicium, Magnesium, Legierungen von Aluminium und Chrom, Legierungen von Aluminium und Molybdän, Legierungen von Aluminium und Kupfer, Legierungen von Aluminium und Eisen, Legierungen von Aluminium und Eisen und Chrom, Legierungen von Aluminium und Titan, Legierungen von Aluminium und Molybdän und Titan, Legierungen von Silicium und Chrom, Legierungen von Silicium und Molybdän, Legierungen von Silicium und Kupfer, Legierungen von Silicium und Eisen, Legierungen von Silicium und Eisen und Chrom, Legierungen von Silicium und Titan, Legierungen von Silicium und Molybdän und Titan, Legierungen von Magnesium und Chrom, Legierungen von Magnesium und Molybdän, Legierungen von Magnesium und Kupfer, Legierungen von Magnesium und Eisen, Legierungen von Magnesium und Eisen und Chrom, Legierungen von Magnesium und Titan, Legierungen von Magnesium und Molybdän und Titan.
- 10
6. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 5, wobei die in Schritt (a) verwendete Metallpulver-Zusammensetzung, aus pulverförmigem Aluminium und einer oder mehreren pulverförmigen Wachskomponenten besteht.
- 15
7. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 6, wobei mindestens eine der Wachskomponenten in der Beschichtung des in Schritt (a) erhaltenen, beschichteten Metallkörpers 1 eine Erstarrungstemperatur aufweist, die im Bereich von 45 bis 160 °C liegt.
- 20
8. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 7, wobei der in Schritt (a) verwendeten Metallpulver-Zusammensetzung eine oder mehrere Wachskomponenten zugesetzt werden.
- 25
9. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 8, ferner umfassend den folgenden Schritt:
- 30
- (d) Behandlung des Metallkörpers 3 mit einer basischen Lösung.
- 35
10. Verfahren gemäß Anspruch 9, wobei die Behandlung des Metallkörpers 3 mit einer basischen Lösung für eine Dauer im Bereich von 5 Minuten bis 8 Stunden, bei einer Temperatur im Bereich von 20 bis 120 °C ausgeführt wird, und wobei die basische Lösung eine wässrige NaOH-Lösung mit einer NaOH-Konzentration zwischen 2 und 30 Gew% ist.
- 40

11. Beschichteter Metallkörper erhältlich nach einem Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 8.
- 5 12. Beschichteter Metallkörper erhältlich nach einem Verfahren gemäß einem der Ansprüche 9 bis 10.