



## Arbeitsblatt

### ***Herstellung und Charakterisierung von amorph erstarrenden Metallpulvern***

AiF-Nr.:  
18219 N

Obmann:  
Dr.-Ing. J. Fischer-Bühner, Indutherm  
Gießtechnologie GmbH

beteiligte Unternehmen  
Air Products, DEW, DHCAE, Ecka Granules,  
Erbslöh, Heraeus, Höganäs, Indutherm, KKS,  
Megtherm, Nanoval, Powder Light Metals, PX  
Precimet, Vaccumschmelze

Laufzeit:  
01.05.2014 – 31.10.2016

Erstelldatum:  
04.04.2017

Forschungsstelle:  
Stiftung Institut für Werkstofftechnik Bremen

Projektleiter:  
Dr.-Ing. Volker Uhlenwinkel

Sachbearbeiter:  
M. Sc. Nevaf Ciftci

Forschungsvereinigung:  
AWT e. V.

Projektbegleitender Fachausschuss  
FA 22 (Sprühkompaktieren)

#### **Zielsetzung und Lösungsweg**

Metallische Gläser haben aufgrund ihrer außerordentlichen mechanischen und magnetischen Eigenschaften sowie ihrer guten Korrosionseigenschaften großes Interesse hervorgerufen. Während in den frühen Entwicklungsjahren nur teure Legierungen zur Verfügung standen, die eine sehr schnelle Abkühlung erforderten, sind heute zahlreiche preiswerte glasbildende Legierungen bekannt, bei denen man unter moderaten Abkühlbedingungen amorphe Strukturen erreicht.

Auch die Zerstäubung von glasbildenden Legierungen führt zu amorphen oder teilamorphen Pulvern. Zurzeit werden unterschiedliche Weiterverarbeitungsschritte wie z.B. das Thermische Spritzen und Selektive Laser-Sintern eingesetzt. Hier ist von besonderem Interesse, ob sich die guten Eigenschaften der amorphen Phasen im Pulver erhalten lassen, weil die Weiterverarbeitung meist mit einer Wärmebehandlung verbunden ist, bei der die Wahrscheinlichkeit der Kristallisation amorpher Strukturen mit steigender Temperatur und Anwendungsdauer zunimmt. Diese vielversprechenden Entwicklungen im Bereich der

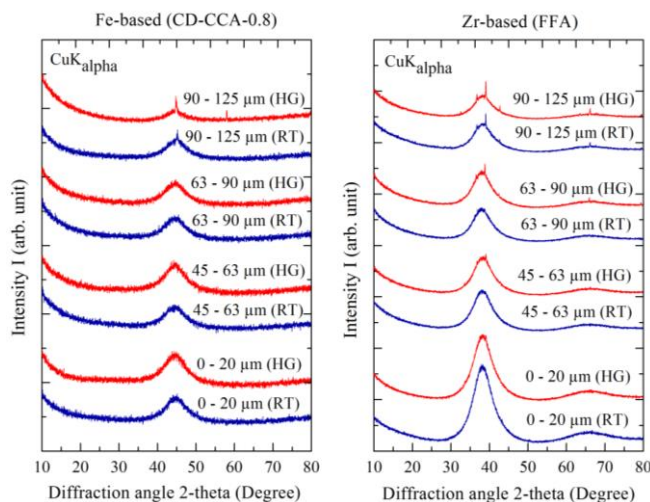
Weiterverarbeitung setzen die Verfügbarkeit von amorphen und teilamorphen Metallpulvern voraus.

Das Ziel des Projektes ist die systematische Erzeugung und Charakterisierung von amorph erstarrenden Metallpulvern. Dabei sollte für zwei glasbildende Legierungen der Zusammenhang zwischen den Prozessparametern, den Abkühlbedingungen und den amorphen Anteilen der Pulver untersucht werden. Die Charakterisierung des Pulvers ist Voraussetzung für die Beurteilung der Verwendbarkeit. Neben den Gefügeanteilen (amorph/kristallin) sollen auch die Partikelgrößenverteilung, die Partikelform und die Rieselfähigkeit untersucht werden, weil diese Eigenschaften zur Beurteilung der Verwendbarkeit und der Wirtschaftlichkeit in den Prozessketten von Bedeutung sind.

## Ergebnisse

Es wurden zwei glasbildende Legierungen –  $\{(Fe_{0.6}Co_{0.4})_{0.75}B_{0.2}Si_{0.05}\}_{96}Nb_4$  und  $Zr_{48}Cu_{36}Ag_8Al_8$  – sowie eine konventionell kristallin erstarrende CuSn6-Legierung gaszerstäubt und hinsichtlich verschiedener Eigenschaften charakterisiert. Diese Untersuchungen verfolgten das Ziel, potentiellen Herstellern und Anwendern von amorphen Metallpulvern zu zeigen, wie sich Prozessparameter wie z.B. die Zerstäubergastemperatur und der Schmelzmassenstrom auf die Pulverqualität (wie z.B. die Fließfähigkeit, Zirkularität und amorpher Anteil in Abhängigkeit der Partikelgröße) auswirken. Zur Bestimmung der Abkühlbedingungen wurde als Referenzmaterial die kristallin erstarrende Kupferlegierung CuSn6 verwendet.

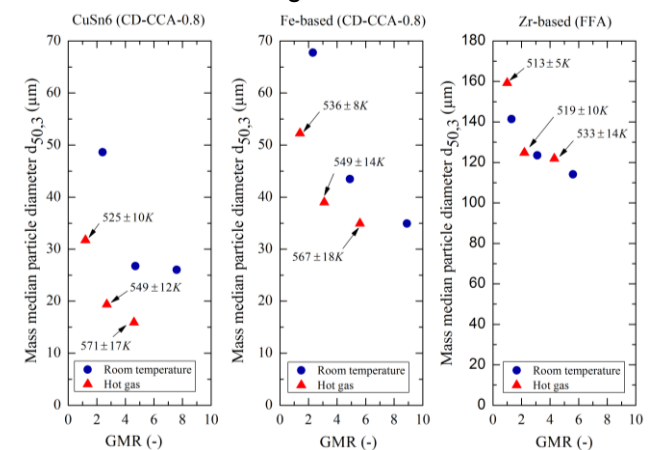
Es konnte anhand von XRD-Messungen gezeigt werden (**Abbildung 1**), dass die gaszerstäubten Partikeln der beiden glasbildenden Legierungen mit industrieller Reinheit („commercial purity“) bis zu einer Partikelgröße von 63  $\mu m$  vollständig amorph waren.



**Abbildung 1:** Ab einer Partikelfraktion von 90  $\mu m$  können Beugungsreflexe (charakteristisch für kristalline Phasen) registriert werden. Partikel mit einem Durchmesser  $< 63 \mu m$  zeigen qualitativ einen typischen amorphen „Peak“ und sind somit vollständig amorph. Die rote Linie entspricht der Zerstäubung mit Heißgas (HG) bzw. die blaue Linie bei Raumtemperatur (RT).

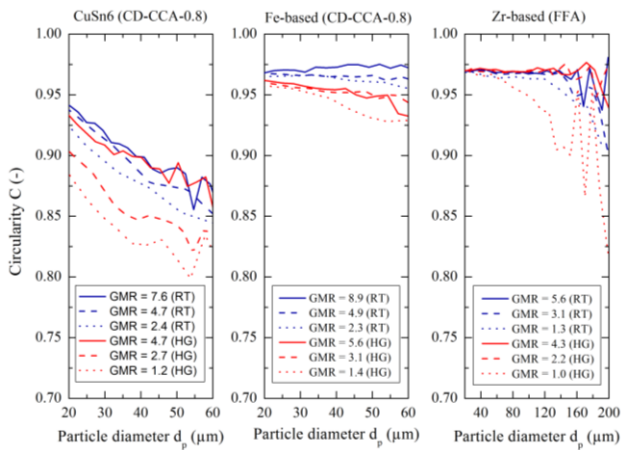
Eine wichtige Zielstellung innerhalb des Projektes war die Erhöhung des amorphen Anteils bzw. der amorphen Ausbringung für die betrachtenden glasbildenden Legierungen. Es wurde ein Wärmetauscher in Betrieb genommen, um mit

erhöhten Zerstäubergastemperaturen arbeiten zu können. Der Einsatz von höheren Zerstäubergastemperaturen hat den Vorteil, dass kleinere Partikel bei gleichzeitig geringerem Gasverbrauch erzeugt werden können. Für die CuSn6- und die Fe-Co-B-Si-Nb-Legierung konnten kleinere Partikel beim Einsatz des Close-Coupled-Zerstäubers erzeugt werden. Dagegen führte der Einsatz höherer Zerstäubergastemperaturen beim Freifall-Zerstäuber zu keiner Verringerung der mittleren Partikelgröße (**Abbildung 2**). Die Zr-Cu-Al-Ag-Legierung wurde nur mit dem Freifall-Zerstäuber zerstäubt, da in Anlehnung an die durchgeführte Brenn- und Explosionsbestimmung kleinere Zr-Cu-Al-Ag-Partikel zu einer höheren Brenn- und Explosionswahrscheinlichkeit neigen.



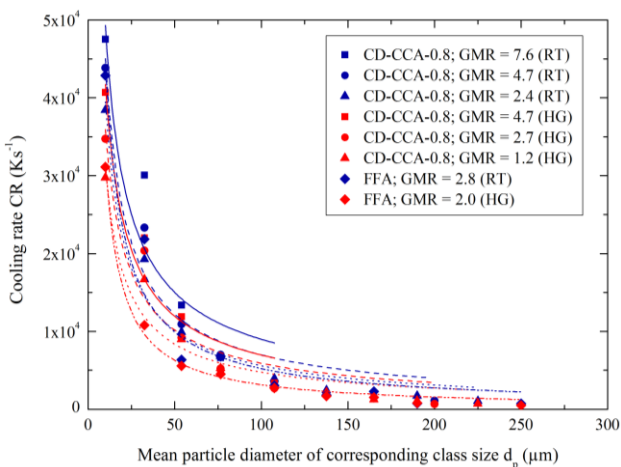
**Abbildung 2:** Darstellung des Massenmedianen in Abhängigkeit des GMR für drei verschiedene Legierungen. Die angegebenen Temperaturen für die Heißgaswerte (Dreiecke) wurden über die Zerstäubungszeit gemittelt.

Weiterhin konnte gezeigt werden, dass der Einsatz von Heißgas zu einer verringerten Zirkularität führte, da durch die Herstellung der erzeugten kleineren Partikeln die Wahrscheinlichkeit von Agglomerationen zwischen Satelliten (Partikelgröße  $\approx 1-3 \mu m$ ) und Primärpartikeln steigt (**Abbildung 3**). Grundsätzlich konnte für die Zr-Legierung die höchste Zirkularität gemessen werden ( $> 0,9$ ; der Wert 1 entspricht ideal runden Partikeln).



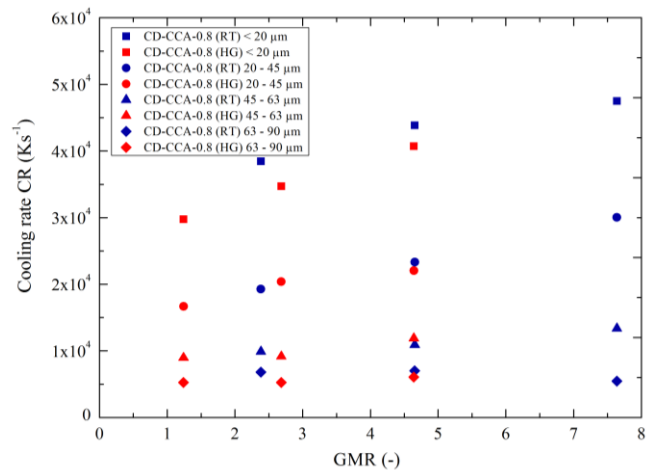
**Abbildung 3:** Zirkularität in Abhängigkeit des Partikeldurchmessers.

Die experimentelle Bestimmung der Abkühlraten wurde nach dem Ansatz der „Sekundären Dendritenarmabstände SDAS“ an einer CuSn6-Legierung durchgeführt. Es konnte nach dem Ansatz von Choi (empirische Korrelation zwischen SDAS und der Abkühlrate) gezeigt werden, dass die Abkühlraten für den CCA- und FFA-Zerstäuber in einem Bereich von  $10^3 - 5 \cdot 10^4 \text{ Ks}^{-1}$  (abhängig von der Partikelgröße) lagen (**Abbildung 4**).



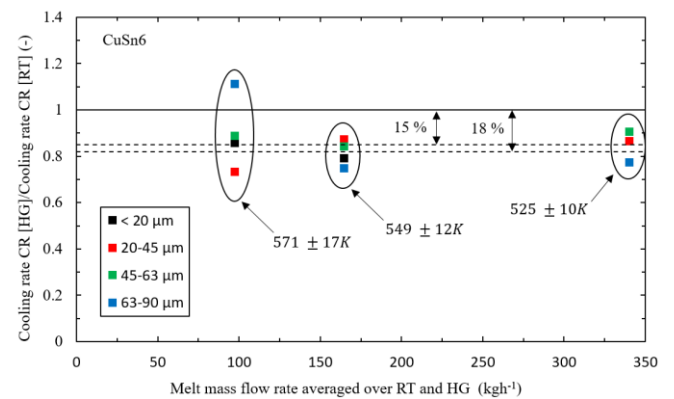
**Abbildung 4:** Darstellung der Abkühlrate als Funktion des Partikeldurchmessers (Klassenmitte der Siebfraktion) für CCA- und FFA zerstäubte CuSn6-Pulver. Die roten Datenpunkte entsprechen der Zerstäubung bei Heißgas (HG) bzw. die blauen Datenpunkte bei der Raumtemperatur-Zerstäubung (RT).

Es zeigte sich außerdem, dass die Abkühlrate gleicher Partikelgrößenklassen durch das GMR (Gas-Metall-Massenstrom-Verhältnis) verändert werden kann. Ein höheres GMR führt demnach für Partikelgrößen  $< 45 \mu\text{m}$  zu einer erhöhten Abkühlrate (**Abbildung 5**).



**Abbildung 5:** Darstellung der Abkühlrate als Funktion des GMR. Die roten Datenpunkte entsprechen der Zerstäubung bei erhöhter Zerstäubergastemperatur (HG) bzw. die blauen Datenpunkte der Raumtemperatur-Zerstäubung (RT).

Der Einsatz von Heißgas (bei Temperaturen um  $300 \text{ }^\circ\text{C}$ ) führte hingegen zu verringerten Abkühlraten, die in etwa 15–20 % unterhalb der Abkühlraten bei Raumtemperatur lagen (**Abbildung 6**).



**Abbildung 6:** Quotient der Abkühlrate für die Zerstäubung bei Raumtemperatur (RT) bzw. beim Einsatz des Heißgases (HG) in Abhängigkeit des Schmelzmassenstroms. Die aufgelisteten Temperaturen entsprechen der Zerstäubergastemperatur beim Einsatz des Heißgases (HG).

**Zusammenfassung**

Die Herstellung und Charakterisierung von amorphen Metallpulvern konnte im Verlauf des Projektes erfolgreich durchgeführt werden. Es konnten funktionale Zusammenhänge zwischen den Prozessparametern und den sich daraus ableitenden Zielgrößen wie z.B. die Abkühlrate und der amorphe Anteil bestimmt werden. Im bewilligten Folgeprojekt soll ein Modell entwickelt

werden, dass eine Voraussage über den amorphen Anteil erlaubt.

Die Realisierbarkeit der erzielten Forschungsergebnisse wird für die KMU als sehr hoch eingeschätzt, weil die diskutierten wissenschaftlichen und technischen Themen wie z.B. der Einsatz von erhöhten Zerstäubertemperaturen eine schnelle Umsetzung in die Praxis ermöglichen. Die KMU konnten insgesamt sehr gut erreicht werden, weil bisher nur wenig über amorph erstarrende Metallpulver und deren Einfluss auf unterschiedliche Prozessparameter bei der Zerstäubung bekannt ist. Aus den Berichterstattungen und Diskussionen mit den Unternehmen wurde deutlich, dass die Anforderungen an die Qualität (kugelförmiger)

Metallpulver in den vergangenen Jahren – besonders geprägt durch die additive Fertigung – erheblich zunimmt. Das Projekt „Amorphe Metallpulver“ deckt gerade durch die Betrachtung der Pulverherstellungsrouten einschließlich verschiedenerer Zerstäubungskonzepte sowie der Wahl neuartiger glasbildender Legierungen viele Facetten bei der dynamischen Entwicklung neuartiger Weiterverarbeitungsschritte ab, sodass kleine- und mittelständische Unternehmen aufgrund ihrer hohen Flexibilität hier verbesserte Wettbewerbschancen erhalten.

### **Danksagung**

Das IGF-Vorhaben Nr. 18219 N der Arbeitsgemeinschaft Wärmebehandlung und Werkstofftechnik e. V. wurde über die AiF im Rahmen des Programms zur Förderung der Industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF) vom Bundesministerium für Wirtschaft und Energie aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert.

*Es wurde vom Fachausschuss 22 (Sprühkompaktieren) der AWT betreut.*

### **Kontakt:**

Dr.-Ing. Volker Uhlenwinkel  
Stiftung Institut für Werkstofftechnik  
Badgasteiner Straße 1-3  
28359 Bremen  
Tel.: +49 421 218 64506  
Fax: +49 421 218 7505

Gefördert durch:



**Bundesministerium  
für Wirtschaft  
und Energie**

aufgrund eines Beschlusses  
des Deutschen Bundestages