DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK

PATENTSCHRIFT

(12) **Wirtschaftspatent**

(19) **DD** (11) **205 632 B1**

Teilweise bestätigt gemäß § 18 Absatz 1 Patentgesetz

4(51) ~~B 22 F 9/02~~
C 22 C 29/00

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

(21)	WP B 22 F / 240 816 1	(22)	17.06.82	(45)	05.11.86
				(44)	04.01.84

(71) VEB Keramische Werke Hermsdorf, 6530 Hermsdorf, Friedrich-Engels-Straße 79, DD
(72) Beyerlein, Lothar; May, Siegfried, Dipl.-Ing.; Klier, Helmut; Däsch, Götz, Dipl.-Ing., DD

(54) Verfahren zur Herstellung von Titannitridpulver

ISSN 0433-6461

2 Seiten

Erfindungsanspruch:

Verfahren zur Herstellung von Titannitridpulver durch Flamm- oder thermisches Plasmaspritzen von pulvrigem Titanhydrid, das im aufgeheizten Schwebezustand mit gasförmigem Stickstoff umgesetzt wird, wobei der umgesetzte Teilchenstrahl in eine Flüssigkeit gerichtet wird, die von physikalisch gelöstem Sauerstoff befreit ist und deren Zersetzungstemperatur von den Teilchen bereits unterschritten ist, **gekennzeichnet dadurch,** daß die Flüssigkeit abgekochtes Wasser mit bis zu 10 Vol.-% gelöstem Ammoniak ist.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Anwendungsgebiet der Erfindung ist die Herstellung von Titannitridpulver zur Herstellung von Sinterteilen daraus bzw. zur Dekoration von Keramikteilen, wobei die typische Goldfarbe ausgenutzt wird.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Seit langem sind verschiedene thermische Reaktionen zur Herstellung von Titannitrid bekannt (Gmelins Handbuch der anorganischen Chemie, 8. Auflage, Nr. 41 „Titan", Weinheim 1951, S. 272 ff.), denen aber der Mangel anhaftet, daß die Reaktionen teilweise unvollständig verlaufen und daß ein Konglomerat entsteht, das bei der bekannten Härte dieses Stoffes schwer zu Pulver der gewünschten Körnung umzuwandeln ist.
Es ist weiter allgemein bekannt, geschmolzenes Metall zur Erzeugung von Metallpulver in Wasser zu zerstäuben (DE 2757410). Angewandt auf Titannitrid mit einem Schmelzpunkt von etwa 3200 °C würde diese technische Lehre praktisch unüberwindliche Werkstoffprobleme bei Schmelztiegel, Heizkörper und Zerstäubungsdüse aufwerfen.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist die Herstellung von Titannitridpulver mit gewünschter Zusammensetzung und Körnung.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, mit gasförmigem Stickstoff im aufgeheizten Schmelzzustand umgesetztes Titanhydrid als feinkörniges Titannitridpulver unter Anwendung der aus der Metallpulverherstellung bekannten Verfahren auf diese chemische Verbindung herzustellen.
Erfindungsgemäß wird diese Aufgabe bei einem thermischen Plasmaspritzverfahren, wobei der mit gasförmigem Stickstoff umgesetzte Teilchenstrahl in eine Flüssigkeit gerichtet wird, die von physikalisch gelöstem Sauerstoff befreit ist und deren Zersetzungstemperatur von den Teilchen bereits unterschritten ist, dadurch gelöst, daß die Flüssigkeit abgekochtes Wasser mit bis zu 10 Vol.-% gelöstem Ammoniak ist.

Ausführungsbeispiel

Eine Plasmaspritzanlage wird mit pulverisiertem Titanhydrid der Körnung 40 μm und einem tangential ringförmig um den Titanhydridstrom geführten Strom technischen Stickstoffs beschickt und der Strahl des Reaktionsproduktes auf einen Behälter mit abgekochtem Wasser gerichtet, in dem Ammoniak gelöst ist, was nach den Löslichkeitsgesetzen die Wiederaufnahme von Sauerstoff sehr unwahrscheinlich macht. Der Behälter ist mindestens 100 mm von der Öffnung der dem Plasmastrom vorgeschalteten Reaktionstrommel entfernt, so daß die in das Wasser eintretenden Teilchen auf jeden Fall die thermische Zersetzungstemperatur des Wassers von etwa 1000 °C unterschritten haben. Man erhält ein Pulver, das für die Herstellung der Dekorationen von „Gold"-Rand-Porzellan geeignet ist.
Das erfindungsgemäße Verfahren kann sehr vielfältig variiert werden. Nimmt man ein Titanhydridpulver der Körnung 10 μm, so erhält man Titannitridsphäroide der Körnung 8 μm. Das Reaktionsprodukt Wasserstoff übt die sehr vorteilhafte Wirkung eines Schutzgases aus, da die Anwesenheit von Sauerstoff, wie schon mehrfach angedeutet, die Nitridbildungsreaktion sehr stören würde.
Bei einer Ausführungsform mit einer Polytetrafluoräthylenplatte kann man die Aufprallkinetik der Titannitridtröpfchen so steuern, daß sogenannte Sekundärtröpfchen entstehen, die wesentlich kleiner sind als diejenigen, die direkt im Flüssigkeitsbad erhalten wurden. Es lassen sich auch Pulverteilchen erzeugen, die von der Sphäroidform abweichen. Die Aufprallplatte wird ständig mit einem Flüssigkeitsfilm der o. g. Art benetzt.
Es kann vorteilhaft sein, das Ausgangsprodukt Titanhydrid längere Zeit an Luft bei etwas erhöhten Temperaturen (bis 60 °C) zu lagern, so daß überstöchiometrischer, d. h. physikalisch gelöster Wasserstoff durch Diffusion entweicht.