



(10) **DE 10 2020 129 059 A1** 2022.05.05

(12) **Offenlegungsschrift**

(21) Aktenzeichen: **10 2020 129 059.4**

(22) Anmeldetag: **04.11.2020**

(43) Offenlegungstag: **05.05.2022**

(51) Int Cl.: **C22B 7/00 (2006.01)**

F27D 7/00 (2006.01)

C22C 1/06 (2006.01)

B01D 5/00 (2006.01)

(71) Anmelder:
Betek GmbH & Co. KG, 78733 Aichhalden, DE

(74) Vertreter:
Herrmann, Jochen, 70173 Stuttgart, DE

(72) Erfinder:
Philipp, Matthias, Dr., 78628 Rottweil, DE; Haller, Alexander, 72108 Rottenburg, DE; Hilgert, Tobias, 78713 Schramberg, DE; Much, Manuel, 78713 Schramberg, DE; Huber, David, 78713 Schramberg, DE

(56) Ermittelte Stand der Technik:

DE 31 44 284 C2
US 3 595 484 A

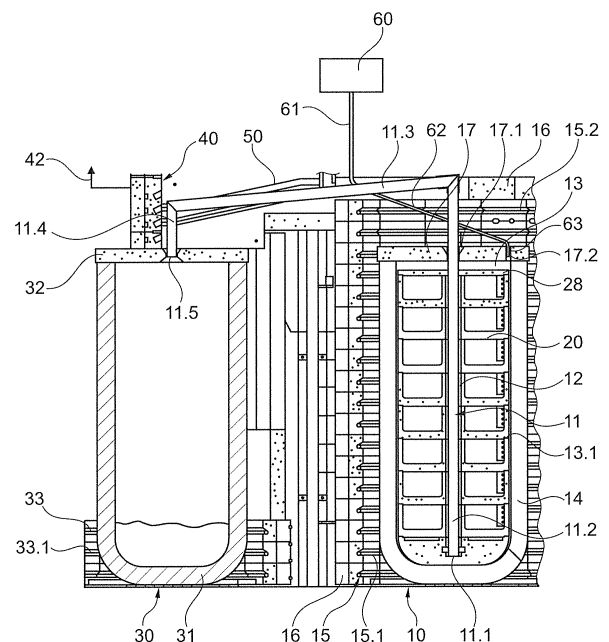
JANJUA, R. A.: Optimization of Electric Arc Furnace Dust Recycling and Zinc Recovery by Scrap De-Zincing, Diss. TU BA Freiberg, 2008

Prüfungsantrag gemäß § 44 PatG ist gestellt.

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen.

(54) Bezeichnung: **Verfahren zum Aufbereiten von Hartmetall**

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Aufbereiten von Hartmetall, insbesondere Hartmetallschrott, wobei das Hartmetall in einem Reaktionsraum eines Reaktors (10) unter Wärmezufuhr mit einem niedrig schmelzenden Legierungsmetall legiert wird, wobei dann das Legierungsmetall unter Anwesenheit von Inertgas in eine Dampfphase überführt wird, und wobei anschließend das Legierungsmetall in einem Kondensationsschritt zumindest teilweise kondensiert wird, und wobei im Reaktionsraum zumindest während der Kondensationsphase ein Überdruck gegenüber Umgebungsdruck vorliegt. Erfindungsgemäß ist es dabei insbesondere vorgesehen, dass das Inertgas dem Reaktionsraum zumindest temporär während der Kondensationsphase permanent von einer außerhalb des Reaktionsraums angeordneten Inertgasquelle (60) über eine Inertgaszuleitung (61) zugeleitet wird und dass das Inertgas zumindest phasenweise während der Kondensationsphase aus dem Kondensator (30) heraus in die Umgebung abgeleitet wird. Auf diese Weise kann der Anlagenaufwand gegenüber aus dem Stand der Technik bekannten Hartmetall-Aufschlussverfahren deutlich verringert werden.



Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Aufbereiten von Hartmetall, insbesondere Hartmetallschrott, wobei das Hartmetall in einem Reaktionsraum eines Reaktors unter Wärmezufuhr mit einem niedrig schmelzenden Legierungsmetall legiert wird, wobei dann das Legierungsmetall unter Anwesenheit von Inertgas in eine Dampfphase überführt wird, und wobei anschließend das Legierungsmetall in einem Kondensationsschritt kondensiert wird.

[0002] Ein derartiges Verfahren ist aus der DE 31 44 284 C2 bekannt. Hierbei sind in einem Aufnahmeraum mehrere Schmelztiegel übereinander angeordnet. In den Schmelztiegeln sind der zu bearbeitende Hartmetall-Schrott und Zinkmaterial gehalten. Der Aufnahmeraum ist gegenüber der Umgebung abgedichtet und an Vakuumleitungen angeschlossen, die zu Vakuumpumpen führen. Zur Bearbeitung des Hartmetall-Materials wird zunächst der Aufnahmeraum evakuiert, um den darin befindlichen Sauerstoff zu entfernen. Anschließend wird in den Aufnahmeraum Inertgas, beispielsweise Argon eingeblasen und dann der Aufnahmeraum beheizt, so dass das Zinkmaterial schmilzt und in die flüssige Phase übergeht. Das Zinkmaterial diffundiert in die Hartmetall-Matrix ein und reagiert mit dem Kobalt des Hartmetall-Materials. Auf diese Weise wird das Hartmetall legiert. Bei der Reaktion des Kobaltmaterials mit dem Zinkmaterial entsteht, unter erheblicher Volumenvergrößerung, ein Reaktionsprodukt. Durch die Volumenvergrößerung wird der Verbund zwischen karbidischer Hartstoffphase und dem metallischen Binder aufgebrochen. Anschließend kann das Zink in einer Kondensationsphase destilliert und in einem Kondensator abgeschieden werden. Hierfür wird die Temperatur im Aufnahmeraum soweit erhöht, dass das Zink verdampft. Das dampfförmige Zinkmaterial strömt zusammen mit dem Inertgas zu einem Kondensator. Im Kondensator wird das Zinkmaterial auskondensiert und das Inertgas strömt zurück zum Hartmetall. Es kann hier dann wieder Zinkdampf aufnehmen, sodass sich ein geschlossener Kreislauf ergibt. Um diese Kreislaufströmung aufrechterhalten zu können, wird zwischen dem Aufnahmeraum, in dem das Hartmetall aufgenommen ist, und dem Kondensator mittels der Vakuumpumpen ein empfindliches Druckgefälle eingestellt. Hierfür ist ein erheblicher Anlagenaufwand erforderlich. Insbesondere die Abdichtung des AufnahmeRaums und die Verwendung und Regelung der Vakuumpumpen beeinflussen den Kostenaufwand erheblich. Darüber hinaus ist eine aufwändige Anlagensteuerung notwendig.

[0003] Nach Beendigung der Kondensationsphase verbleibt eine poröse Hartmetall-Struktur im AufnahmeRaum, die zu feinem Pulver zermahlen und anschließend wieder verwendet werden kann.

Ebenso kann das auskondensierte Zinkmaterial für einen erneuten Recyclingprozess verwendet werden.

[0004] Es ist Aufgabe der Erfindung, ein Verfahren der eingangs erwähnten Art zu schaffen, mit dem der erforderliche Anlagenaufwand erheblich reduziert werden kann.

[0005] Diese Aufgabe wird dadurch gelöst, dass das Inertgas dem Reaktionsraum zumindest temporär während der Kondensationsphase permanent von einer außerhalb des Reaktionsraums angeordneten Inertgasquelle über eine Inertgaszuleitung zugeleitet wird, und dass das Inertgas zumindest phasenweise während der Kondensationsphase aus dem Kondensator heraus in die Umgebung abgeleitet wird.

[0006] Erfindungsgemäß wird mithin der Reaktionsraum während der Kondensationsphase mit von außen zugeführtem Inertgas permanent gespült. Im Sinne der Erfindung kann dabei die Spülung durchgängig über die gesamte Kondensationsphase vorgenommen werden. Denkbar ist es jedoch auch, dass eine Spülung in Intervallen durchgeführt wird. Wichtig ist es, dass während der Kondensationsphase von außen zugeführtes Inertgas über das zu behandelnde Hartmetall geleitet wird, wobei das Inertgas das dampfförmige Zinkmaterial aufnimmt. Das Zinkmaterial kann dann in Dampfform dem Kondensator zugeleitet und darin abgeschieden werden. Der durch den Temperaturgradient zwischen der Heiß- und Kaltseite entstehende Massenstrom wird so durch den Inertgasstrom unterstützt. Anschließend verlässt das von Zinkmaterial freie Inertgas den Kondensator. Das Inertgas kann außerhalb des Reaktors und außerhalb des Kondensators auf Umgebungsdruck entspannt und in die Umgebung abgegeben werden. Denkbar ist es auch, dass das Inertgas wieder in den Reaktionsraum zurückgeführt wird, wobei dann eine Druckerhöhung stattfindet. Dies kann beispielsweise mit einer geeigneten Pumpe erfolgen. Erfindungsgemäß wird eine kontinuierliche Spülung vorgenommen, die gegenüber Umgebungsdruck im Reaktionsraum mit Überdruck stattfindet. Auf diese Weise kann auf die Verwendung von Vakuumpumpen verzichtet werden. Auch müssen keine hohen Anforderungen an die Abdichtung des Reaktionsraums gegenüber der Umgebung erfüllt werden, da erfindungsgemäß auf Betriebszustände im Vakuum, also Betriebszustände, bei denen ein Unterdruck gegenüber der Umgebung vorherrschen muss, verzichtet werden kann. Mit der Erfindung kann insbesondere auf die beim Stand der Technik erforderliche initiale Vakuumbildung verzichtet werden, um den Sauerstoff aus dem Reaktionsraum abzuführen. Gemäß der Erfindung wird vielmehr die Luft aus dem Reaktionsraum unter Verwendung von Inertgas und unter Zuhilfenahme eines Druckgefälles zu Umgebungsdruck in einer ersten

Phase ausgespült. Dies kann beispielsweise mit einem Luftsensor, insbesondere einem Sauerstoffsensor überwacht werden. Ist der Reaktionsraum ausreichend frei von Sauerstoff, so kann dieser aufgeheizt werden und das Hartmetall mit dem Legierungsmaterial legiert werden.

[0007] Erfindungsgemäß kann es vorgesehen sein, dass der Überdruck gegenüber Umgebungsdruck im Bereich zwischen 1 bis 90 mbar beträgt. Bei diesem Druck ist ein sicherer Anlagenbetrieb möglich.

[0008] Wie dies vorstehend bereits erwähnt wurde, kann es erfindungsgemäß vorgesehen sein, dass in einer Spülphase Inertgas von der Inertgasquelle in den Reaktionsraum eingeleitet wird, wobei das Inertgas die im Reaktionsraum befindliche Luft austreibt und diese über eine verschließbare Öffnung in die Umgebung ausgeblasen wird, und dass anschließend die Öffnung wieder verschlossen wird. Die verschließbare Öffnung kann dabei von einem Druckventil gebildet werden. Insbesondere kann es sich um ein geregeltes Druckventil handeln, welches an eine Steuerungseinrichtung angeschlossen ist. Dabei kann es vorgesehen sein, dass an die Steuerungseinrichtung ein Luftsensor, beispielsweise ein Sauerstoffsensor angeschlossen ist, wobei vorzugsweise ein Signalaufnehmer des Luftsensors im Reaktionsraum oder im Kondensator oder in einem sonstigen gasführenden Bereich der Anlage angeordnet ist.

[0009] Gemäß einer besonders bevorzugten Erfindungsvariante kann es vorgesehen sein, dass das Dampfgemisch, aufweisend das Inertgas und den Zinkdampf, über eine Dampfleitung aus dem Reaktionsraum abgeleitet und über eine Heizleitung, der eine Heizung zugeordnet ist, in den Kondensator geleitet wird. Diese der Heizleitung zugeordnete Heizung kann dabei vorzugsweise separat von der Heizeinrichtung vorgesehen und betrieben sein, die den Reaktionsraum beheizt. Hierdurch lässt sich gezielt das Wärmeniveau in der Heizleitung beeinflussen, um eine Kondensation des Zinkes in der Heizleitung sicher zu verhindern.

[0010] Ein erfindungsgemäßes Verfahren kann derart gestaltet sein, dass die Hauptmenge an Zink im Kondensator ausscheidet und aufgefangen wird. Eventuell verbliebene Restzinkgehalte im Inertgasstrom können über einen Abscheider abgesondert werden. Der Abscheider verhindert zuverlässig, dass Zinkmaterial in Dampfform aus dem Kondensator herausgeführt wird und in anschließenden Anlagenkomponenten kondensiert. Insbesondere kann der Abscheider dazu verwendet werden, die erfindungsgemäße, zumindest phasenweise Ableitung des Inertgasstroms während der Kondensationsphase aus dem Kondensator heraus in die Umgebung vorzunehmen. Das abgeschiedene Zinkmate-

rial kann entweder separat gesammelt oder vorzugsweise in den Kondensator zurückgeleitet und dem dort gesammelten, bereits auskondensierten Zinkmaterial zugeführt werden.

[0011] Gemäß einer weiteren Erfindungsvariante kann es vorgesehen sein, dass im Reaktionsraum ein oder mehrere Aufnahmebehälter angeordnet sind, die jeweils einen Aufnahmeraum zur Aufnahme des Hartmetalls aufweisen, dass die Aufnahmebehälter zumindest einen Strömungskanal aufweisen oder den Aufnahmebehältern zumindest ein Strömungskanal zugeordnet ist, dass der Strömungskanal eine räumliche Verbindung zwischen dem Aufnahmeraum und einem außerhalb des Aufnahmebereichs verlaufenden Gas-Führungsbereich des Reaktors bildet, und dass ein Ableitkanal vorgesehen ist, der aus dem Aufnahmebereich herausführt, so dass Inertgas über den zumindest einen Strömungskanal zugeführt und das Inertgas zusammen mit dem in der Dampfphase befindlichen Legierungsmaterial aus dem Aufnahmebereich abgeleitet wird. Gegenüber der aus dem Stand der Technik nach der DE 31 44 284 C2 bekannten Lösung stellt dies einen erheblichen Vorteil dar. Bei der DE 31 44 284 C2 sind keine Strömungskanäle sondern vielmehr nur Verbindungswege in Form von Kapillaren vorgesehen. Mit diesen Kapillaren soll verhindert werden, dass Zinkdampf aus dem Aufnahmebereich in den Gas-Führungsbereich gelangt. Die Erfinder haben erkannt, dass aufgrund der erfindungsgemäßen Strömungsführung des Inertgases, anstelle der Kapillaren nunmehr Strömungskanäle vorgesehen werden können, über die große Volumenströme in den Aufnahmebereich gelangen können. Hierdurch wird eine deutlich effektivere Anströmung des Aufnahmebereichs möglich. Die Strömungskanäle sind vorzugsweise so ausgebildet, dass eine Sichtverbindung vom Aufnahmebereich durch die Strömungskanäle hindurch in den Bereich des Gas-Führungsbereichs möglich ist, um der Strömung einen geringen Strömungswiderstand entgegensetzen zu können.

[0012] Im Rahmen der Erfindung kann es dabei insbesondere auch vorgesehen sein, dass der Querschnitt des Strömungskanals mindesten 1 - 30 mm² beträgt.

[0013] Die Aufnahmebehälter, der Tiegel, die Dampfleitung, und/oder der Sammelbehälter bestehen vorzugsweise aus einem, gegenüber Zinkdampf inertem Material, beispielsweise Graphit oder Keramik..

[0014] Die Aufnahmebehälter lassen sich dann einfach fertigen, wenn vorgesehen ist, dass sie einen Boden und eine davon aufsteigende umlaufende Wand aufweisen, und dass die Wand an ihrem dem Boden abgewandten Rand Aussparungen aufweist, die die Strömungskanäle bilden.

[0015] Erfindungsgemäß kann es weiterhin auch vorgesehen sein, dass mehrere Aufnahmebehälter derart übereinander angeordnet sind, dass die Ableitkanäle der Aufnahmebehälter miteinander fluchten, und dass durch die fluchtenden Ableitkanäle die Dampfleitung mit einem Leitungsabschnitt hindurch geführt ist, wobei zwischen der Außenwandung des Leitungsabschnitts und den Ableitkanälen ein Kanal belassen ist zum Ableiten der Dampfphase des Legierungsmetalls aus dem Aufnahmebereich des Aufnahmebehälters. Die Dampfleitung erleichtert die bauliche Zuordnung der einzelnen Aufnahmebehälter zueinander. Weiterhin ist es so, dass das im Kanal geführte Gemisch aus Inertgas und dampfförmigem Zink die Dampfleitung während der Kondensationsphase erwärmt und dadurch eine Kondensation innerhalb der Dampfleitung zuverlässig verhindert ist. Zudem wird durch die gewählte Anordnung eine kompakte Bauweise erreicht.

[0016] Wenn vorgesehen ist, dass ein Leitungsabschnitt der Inertgaszuleitung in dem oberen Bereich des Reaktionsraums mündet, und dass in geodätischer Höhe unterhalb der Mündung der Inertgaszuleitung ein Leitungseintritt der Dampfleitung im Reaktionsraum angeordnet ist, dann kann zu Beginn des Bearbeitungsprozesses durch die gezielte Gasführung die im Reaktionsraum befindliche Luft effektiv aus dem Reaktionsraum verdrängt werden.

[0017] Für den Kondensator ergibt sich dann ein einfacher Aufbau, wenn vorgesehen ist, dass er einen topfförmigen Sammelbehälter aufweist, der deckseitig mit einer abnehmbaren Abdeckung gasdicht verschlossen ist, und dass ein Endstück der Dampfleitung in eine Durchführung der Abdeckung eingeführt ist.

[0018] Die Erfindung wird im Folgenden anhand eines in den Zeichnungen dargestellten Ausführungsbeispiels näher erläutert. Es zeigen:

Fig. 1 in Seitenansicht und im Schnitt eine Anlage zum Aufbereiten von Hartmetall,

Fig. 2 einen Aufnahmebehälter in perspektivischer Ansicht,

Fig. 3 den Aufnahmebehälter gemäß **Fig. 2** in Seitenansicht und im Schnitt,

Fig. 4 ein in **Fig. 3** mit IV markiertes Detail und

Fig. 5 einen **Fig. 3** mit V markiertes Detail.

[0019] **Fig. 1** zeigt eine erfindungsgemäße Aufbereitungsanlage, mit der Hartmetall, insbesondere Hartmetall-Schrott aufbereitet werden kann. Die Aufbereitungsanlage weist einen Reaktor 10 mit einem Tiegel 14 auf. Der Tiegel 14 kann topfförmig ausgebildet sein. Er weist einen unteren Boden auf, von dem eine Wandung aufsteigt. An seinem oberen Ende bildet der Tiegel 14 eine Öffnung, die mit

einer Abdeckung 17 verschlossen werden kann. Bei abgenommener Abdeckung 17 kann der Tiegel 14 mit Aufnahmebehältern 20 beschickt werden, wie dies später näher erläutert wird.

[0020] Der Tiegel 14 ist von einer Heizeinrichtung 15 mit Heizelementen 15.1 zumindest bereichsweise umgeben. Die Heizelemente 15.1 können von bekannten Widerstandsheizungen gebildet werden.

[0021] Die Abdeckung 17 weist eine Durchführung 17.1 auf, durch die eine Dampfleitung 11 in den von dem Tiegel 14 umschlossenen Reaktionsraum eingeführt ist. Weiterhin besitzt die Abdeckung 17 eine zweite Durchführung 17.2. Im Bereich dieser zweiten Durchführung 17.2 mündet eine Inertgaszuleitung 61. Seitlich der Heizeinrichtung 15 ist eine Isolierung 16 vorgesehen, die aus Schamottsteinen bestehen kann. Oberhalb der Abdeckung 17 sind weitere Heizelemente 15.2 angeordnet. Über diesen weiteren Heizelementen 15.2 ist eine Isolierung 16, bestehend aus beispielsweise Schamottstein, angeordnet.

[0022] Die Inertgaszuleitung 61 ist zu einer Inertgasquelle 60 geführt und an diese angeschlossen. Die Inertgasquelle 60 kann beispielsweise ein unter hohem Druck stehendes Inertgas-Reservoir sein, wobei das Inertgas vorzugsweise von Argon gebildet ist.

[0023] Über eine in **Fig. 1** nicht dargestellte Regelungseinrichtung kann der von der Inertgasquelle 60 abgegebene Inertgasstrom in der Inertgaszuleitung 61 geregelt werden. Insbesondere weist diese Regelungseinrichtung einen Druckminderer und einen Volumenstromregler auf.

[0024] Die Inertgasleitung 61 führt mit einem Leitungsabschnitt 62 in den von dem Tiegel 14 umschlossenen Reaktionsraum. Vorzugsweise ist, wie **Fig. 1** dies zeigt, der Leitungsabschnitt 62 mit einem Endabschnitt 63 durch die Durchführung 17.2 in der Abdeckung 17 geführt.

[0025] Die Dampfleitung 11 besitzt einen Leitungseintritt 11.1, der im Bereich des Bodens des Tiegels 14 angeordnet ist. Von diesem Leitungseintritt 11.1 führt ein Leitungsabschnitt 11.2 vertikal nach oben durch die Abdeckung 17 hindurch aus dem Reaktionsraum. Der Leitungsabschnitt 11.2 geht in eine Heizleitung 11.3 über. Die Heizleitung 11.3 führt zu einem Endstück 11.4 der Dampfleitung 11. Das Endstück 11.4 besitzt eine Austrittsöffnung 11.5. Diese Austrittsöffnung 11.5 mündet in einen Kondensator 30.

[0026] Der Kondensator 30 ist vorzugsweise in Form eines Sammelbehälters 31 topfförmig ausgebildet. Der Sammelbehälter 31 besitzt einen Boden, von dem eine Wand aufsteigt. In seinem oberen

Bereich ist der Sammelbehälter 31 mit einer Abdeckung 32 verschlossen. Durch diese Abdeckung 32 hindurch ist die Dampfleitung 11 mit ihrem Endstück 11.4 geführt.

[0027] Wie **Fig. 1** erkennen lässt, ist dem Sammelbehälter 30 eine Heizeinrichtung 33 mit einem oder mehreren Heizelementen 33.1 zugeordnet. Die Heizelemente 33.1 sind als Widerstandsheizungen ausgebildet. Seitlich sind die Heizelemente 33.1 mittels einer Isolierung, beispielsweise bestehend aus Schamottsteinen, abgedeckt.

[0028] Der Heizleitung 11.3 ist eine Heizung 50 zugeordnet. Diese Heizung 50 umgibt die Heizleitung 11.3 zumindest bereichsweise und ist zumindest über einen Teil der Länge der Heizleitung 11.3 angeordnet. Mittels der Heizung 50 kann Wärme erzeugt und in die Heizleitung 11.3 übertragen werden.

[0029] **Fig. 1** zeigt weiterhin, dass der Reaktor 10 einen Abscheider 40 aufweisen kann. Dieser Abscheider 40 ist vorzugsweise dem Kondensator 30 zugeordnet. Der Abscheider 40 steht in räumlicher Verbindung mit dem von dem Sammelbehälter 31 umschlossenen Sammelraum. Er weist Kondensationsflächen auf, die in der Zeichnung nicht näher dargestellt sind. Diese Kondensationsflächen sind Teil eines Führungsbereichs des Abscheiders 40. Weiterhin weist der Abscheider 40 eine Inertgas-Ableitung 42 auf.

[0030] Wie dies vorstehend beschrieben wurde, können im Reaktionsraum des Tiegels 14 Aufnahmebehälter 20 übereinandergestapelt angeordnet werden. Dabei sind die Aufnahmebehälter 20 so dimensioniert, dass sie bei abgenommener Abdeckung 17 in den Reaktionsraum eingesetzt werden können. Vorzugsweise sind alle Aufnahmebehälter 20 baugleich ausgebildet, um den Teileaufwand zu verringern.

[0031] **Fig. 2** zeigt, dass ein Aufnahmebehälter 20 einen Boden 21 aufweist, von dem eine umlaufende Wand 22 aufsteigt. Die Wand 22 weist, dem Boden 21 abgewandt, einen Rand 22.1 auf. In den Rand 22.1 sind Aussparungen eingebracht, die Strömungskanäle 23 bilden. Denkbar ist es auch, dass in der Wand 22 Durchbrüche vorhanden sind, die Strömungskanäle 23 bilden.

[0032] Der Boden 21 weist einen Leitungsabschnitt 24 auf, der in die gleiche Richtung vom Boden 21 absteht, wie die Wand 22. Der Leitungsabschnitt 24 bildet einen Ableitkanal 25, der den Aufnahmebehälter 20 durchsetzt, wie **Fig. 3** veranschaulicht. Somit bildet der Ableitkanal 25 an seinem oberen, dem Boden 21 abgewandten Ende eine Kanalöffnung

25.1. Im Bereich des Bodens 21 ist eine weitere Kanalöffnung 25.2 des Ableitkanals 25 vorgesehen.

[0033] **Fig. 4** zeigt, dass die Kanalöffnung 25.1 in Richtung zum Boden 21 gegenüber dem Rand 22.1 zurückversetzt angeordnet ist. **Fig. 4** zeigt weiterhin, dass der obere Rand des Leitungsabschnitts 24 mit Ausnehmungen 27 versehen sein kann.

[0034] In **Fig. 5** ist der Querschnitt der Strömungskanäle 23 gezeigt. Wie diese Darstellung veranschaulicht, sind die Strömungskanäle 23 vorzugsweise in Form von rechteckförmigen Aussparungen oder Durchbrüchen ausgebildet. Sie weisen eine Breite B und eine Tiefe T auf.

[0035] Der Strömungsquerschnitt der Strömungskanäle 23 beträgt im Bereich von 1 bis einschließlich 30 mm²

[0036] Die Aufnahmebehälter 20 bestehen vorzugsweise aus Graphit.

[0037] Der Aufnahmebehälter 20 besitzt eine umlaufende Innenfläche 21.1 und eine umlaufende Außenfläche 26. Die Innenfläche 21.1 und die Außenfläche 26 sind zueinander beabstandet angeordnet, sodass sich ein oberer ringförmiger Rand ergibt.

[0038] Der Boden 21 begrenzt zusammen mit der Innenfläche 21.1 und der Außenseite des Leitungsabschnitts 24 einen Aufnahmeraum.

[0039] Die Unterseite 21.2 des Bodens 21 besitzt randseitig einen Absatz 21.3. Dieser Absatz 21.3 kann genutzt werden, um die Aufnahmebehälter 20 zueinander ausgerichtet übereinander zu stapeln. Entsprechend wird ein oberer Aufnahmebehälter 20 mit dem Absatz 21.3 auf den Rand 22.1 eines darunterliegenden Aufnahmebehälters 20 aufgesetzt. Damit sind die Aufnahmebehälter 20 in Richtung der Ebene des Bodens 21 gegeneinander formschlüssig fixiert.

[0040] Der Aufnahmebehälter 20 wird mit einem darüber gestellten Aufnahmebehälter 20 abgedichtet, wobei der Boden 21 des oberen Aufnahmebehälters 20 abgedichtet auf dem Rand 22.1 des darunterliegenden Aufnahmebehälters 20 aufsitzt. Somit bildet sich an dem unten liegenden Aufnahmebehälter 20 ein Aufnahmeraum, der über die Strömungskanäle 23 mit dem an die Außenfläche 26 anschließenden Bereich in räumlicher Verbindung steht. Weiterhin steht dieser Aufnahmeraum über den Ableitkanal 25 mit einem darüber angeordneten Ableitkanal 25 eines oberen Aufnahmebehälters 20 und einem darunter angeordneten Ableitkanal 25 eines unteren Aufnahmebehälters 20 in räumlicher Verbindung. Dies wird insbesondere deswegen möglich, weil,

wie **Fig. 4** dies erkennen lässt, der obere Rand des Leitungsabschnitts 24 leicht zurückversetzt ist und/oder weil am Leitungsabschnitt 24 Ausnehmungen 27 vorhanden sind.

[0041] Wie **Fig. 1** zeigt, können in der vorstehend erläuterten Weise eine Vielzahl von Aufnahmebehältern 20 im Reaktionsraum übereinander gestapelt werden, wobei die Ableitkanäle 25 der einzelnen Aufnahmebehälter 20 miteinander fluchten. Der unterste Aufnahmebehälter 20 ist dabei mit seinem Boden 21 an einer Stützfläche des Tiegels 14 abgestützt. Unterhalb des Bodens 21 des unteren Aufnahmebehälters 20 ist ein Sammelbereich im Tiegel gebildet, in dem der Leitungseintritt 11.1 angeordnet ist. Der obere Aufnahmebehälter 20 kann mit einem Deckel 28 verschlossen werden.

[0042] Die Dampfleitung 11 ist durch die zueinander fluchtenden Ableitkanäle 25 hindurchgeführt, wie dies **Fig. 1** zeigt. Dabei ist es so, dass zwischen der Außenseite der Dampfleitung 11 und den Leitungsabschnitten 24, welche den Ableitkanal 25 bilden, ein verbleibender Querschnitt als Kanal 12 ausgebildet ist.

[0043] Nachfolgend wird die Funktion des Reaktors 10 näher erläutert. Zunächst werden die einzelnen Aufnahmebehälter 20 mit dem zu bearbeitenden Hartmetall-Material und mit Zink-Material befüllt. Dann werden die Aufnahmebehälter 20 in dem Reaktionsraum des Tiegels 14 übereinander gestellt. Anschließend wird die Dampfleitung 11 in die fluchtenden Ableitkanäle 25 eingesetzt, bis der Leitungseintritt 11.1 im Bereich des Bodens des Tiegels 14 steht. Der Tiegel 14 kann dann mit der Abdeckung 17 verschlossen werden.

[0044] Zwischen den Außenflächen 26 der Aufnahmebehälter 20 und der Innenwandung des Tiegels 14 bildet sich ein Gas-Führungsbereich 13.1. Dieser Gas-Führungsbereich 13.1 steht in räumlicher Verbindung mit einem deckseitigen Zuführbereich 13 in den auch die Inertgaszuleitung 61 mündet. Nachdem die Abdeckung 17 aufgesetzt und die deckseitige Isolierung 16 aufgebracht wurde, wird die Inertgasquelle 60 geöffnet. Dann strömt Inertgas von der Inertgasquelle 60 durch die Inertgaszuleitung 61 in den Reaktionsraum.

[0045] Die im Reaktionsraum befindliche Luft wird von oben nach unten verdrängt, wobei das Inertgas durch den Gas-Führungsbereich 13 und die Strömungskanäle 23 in die Aufnahmeräume der Aufnahmebehälter 20 strömt. Die Luft wird dabei aus den Aufnahmeräumen verdrängt und durch den Kanal 12 in Richtung zum Leitungseintritt 11.1 der Dampfleitung 11 geführt. Weiterhin wird die Luft im Bereich des Gas-Führungsbereich 13.1 in Richtung zum Lei-

tungseintritt 11.1 verdrängt. Die Luft fließt dann über die Dampfleitung 11 in den Kondensator 30.

[0046] Der Abscheider 40 besitzt ein Ventil, welches geöffnet ist. Dann kann die Luft aus dem Kondensator 30 heraus verdrängt werden. Die Luft fließt über die Inertgas-Ableitung 42 oder eine sonstige Ableitung aus dem Abscheider 40 heraus in die Umgebung.

[0047] Sobald die Luft aus der Anlage ausgetrieben ist, wird das Ventil wieder geschlossen. Anschließend beginnt die Aufheizphase in einer ersten Heizphase. Mittels der Heizeinrichtung 15 wird der Reaktionsraum auf eine Temperatur oberhalb der Solidustemperatur des Zink-Materials gebracht. Das Zink-Material verflüssigt sich und diffundiert in die Hartmetall-Matrix hinein. Dabei reagiert das Zink-Material mit Kobalt des Hartmetall-Materials. Bei der Reaktion des Kobaltmaterials mit dem Zinkmaterial entsteht, unter erheblicher Volumenvergrößerung, ein Reaktionsprodukt. Durch die Volumenvergrößerung wird der Verbund zwischen karbidischer Hartstoffphase und dem metallischen Binder aufgebrochen. Dieser Legierungsprozess kann mehrere Stunden dauern. Nach Abschluss des Legierungsprozesses, wenn vorzugsweise sämtliches Kobalt mit dem Zinkmaterial reagiert hat, erfolgt die zweite Aufheizphase. In der zweiten Aufheizphase wird die Temperatur im Reaktionsraum des Tiegels 14 weiter erhöht, auf eine Temperatur, die das Zinkmaterial verdampft. Wird Inertgas von der Inertgasquelle 60 über die Inertgaszuleitung 61 in den Reaktionsraum geführt so strömt das Inertgas durch die Strömungskanäle 23 in die Aufnahmeräume der Aufnahmebehälter 20. Der Gas-Führungsbereich 13.1 sorgt dafür, dass alle Aufnahmeräume möglichst gleichmäßig mit Inertgas bestimmt werden. Zu diesem Zweck ist vorzugsweise die Summe der Querschnitte der Strömungskanäle 23 kleiner oder gleich dimensioniert, wie der Querschnitt der Inertgaszuleitung 61. Das Inertgas nimmt Zinkmaterial in der Dampfphase in den Aufnahmeräumen der Aufnahmebehälter 20 mit und führt dieses in die Ableitkanäle 25. In den Ableitkanälen 25 wird das Gemisch aus Inertgas und Zinkdampf durch den Kanal 12 in Richtung zum Boden des Tiegels 14 transportiert. Infolge des permanenten Zustroms von Inertgas aus der Inertgasquelle 60 entsteht gegenüber dem Druck in dem Sammelbehälter 31 des Kondensators 30 ein Überdruck. Dieser unterstützt, dass das Gasgemisch durch die Dampfleitung 11 aus dem Reaktionsraum herausgedrückt wird.

[0048] Das Dampfgemisch fließt über die Heizleitung 11.3 in den Sammelbehälter 31. Die Heizeinrichtung 15 verhindert, dass Zinkmaterial aus dem Zinkdampf im Bereich der Heizleitung 11.3 kondensiert. Somit ist zuverlässig sichergestellt, dass das

Zinkmaterial in der Dampfphase in den Sammelbehälter 31 gelangt.

[0049] Mittels der Heizeinrichtung 33 des Kondensators 30 wird das Temperaturniveau so eingestellt, dass das Zink-Material ausfällt und sich im Sammelbehälter 31 sammelt. Die Heizeinrichtung 33 steuert die Temperatur dabei so, dass das Zinkmaterial möglichst in flüssiger Form im Kondensator 30 gesammelt wird.

[0050] Durch den permanenten Zustrom von Inertgas in den Reaktionsraum erhöht sich auch der Druck im Kondensator 30. Um zu verhindern, dass sich im Sammelbehälter 31 ein zu hoher Gegendruck aufbaut, ist ein Druckventil vorgesehen. Bei Erreichen eines oberen Schwellwerts öffnet dieses Druckventil, sodass Inertgas aus dem Sammelbehälter 31 in die Umgebung abgeleitet werden kann. Vorzugsweise ist das Druckventil Teil des Abscheiders 40. Wenn der Druck im Sammelbehälter 31 wieder auf einen unteren Schwellwert absinkt, so wird das Druckventil wieder geschlossen. Ist das Druckventil in den Abscheider 40 integriert, so kann eventuell noch mit dem Inertgas mitgeführtes Zink-Material in Dampfform an den Kondensationsflächen des Abscheiders 40 abgeschieden werden.

[0051] Das Inertgas verlässt den Abscheider 40 über die Inertgas-Ableitung 42.

[0052] Der Dampfleitung 11 ist vorzugsweise ein Temperaturfühler zugeordnet. Dieser Temperaturfühler misst direkt oder indirekt die Temperatur des in der Dampfleitung 11 geführten Gasgemischs. Solange mit dem Inertgasstrom Zinkdampf durch die Dampfleitung 11 mitgeführt wird, ergibt sich eine hohe Temperatur in der Heizleitung 11.3. Wird der mit dem Inertgasstrom mitgeführte Zinkgehalt kleiner, so fällt die Temperatur in der Heizleitung 11.3. Sinkt die Temperatur ab, so wird mit der Heizung 50 zusätzlich Wärme in die Heizleitung 11.3 eingebracht, um eine Kondensation des Zinkes zu verhindern. Über den Temperaturabfall kann ein Rückschluss dahingehend getroffen werden, ob noch Zinkmaterial aus den Aufnahmebehältern 20 abtransportiert wird. Wird kein Zinkmaterial mehr abtransportiert, so kann vorzugsweise eine Spülung mit Inertgas erfolgen und danach der Prozess geregelt zu Ende gefahren werden.

[0053] Abschließend lässt sich das aufgespaltene Hartmetall aus den Aufnahmebehältern 20 entnehmen und einer weiteren Behandlung zuführen. Beispielsweise kann das Hartmetall dann in einer geeigneten Mühle gemahlen werden. Es lässt sich dann wieder für die Fertigung neuer Hartmetallkörper einsetzen. Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren lässt sich Hartmetall mit einem Restgehalt an Zink kleiner 50 ppm recyceln.

[0054] Erfindungsgemäß wird ein Verfahren zum Aufbereiten von Hartmetallschrott bereitgestellt, wobei das Hartmetall in dem Reaktionsraum des Reaktors 10 unter Wärmezufuhr mit einem niedrig schmelzenden Legierungsmetall, beispielsweise Zink, legiert wird. Das dabei entstehende Legierungsmetall wird dann unter Anwesenheit von Inertgas in eine Dampfphase überführt, und anschließend das Legierungsmetall in einem Kondensationsschritt zumindest teilweise kondensiert. Die Verfahrensführung ist dabei so, dass im Reaktionsraum zumindest während der Kondensationsphase ein Überdruck gegenüber Umgebungsdruck vorliegt. Während der Kondensationsphase wird Inertgas dem Reaktionsraum zumindest temporär von der außerhalb des Reaktionsraums angeordneten Inertgasquelle 60 über die Inertgaszuleitung 61 zugeleitet. Zusätzlich wird dabei das Inertgas zumindest phasenweise während der Kondensationsphase aus dem Kondensator 30 heraus in die Umgebung abgeleitet.

ZITATE ENTHALTEN IN DER BESCHREIBUNG

Zitierte Patentliteratur

- DE 3144284 C2 [0002, 0011]

Patentansprüche

1. Verfahren zum Aufbereiten von Hartmetall, insbesondere Hartmetallschrott, wobei das Hartmetall in einem Reaktionsraum eines Reaktors (10) unter Wärmezufuhr mit einem niedrig schmelzenden Legierungsmetall, legiert wird, wobei dann das Legierungsmetall unter Anwesenheit von Inertgas in eine Dampfphase überführt wird, und wobei anschließend das Legierungsmetall in einem Kondensationsschritt zumindest teilweise kondensiert wird, und wobei im Reaktionsraum zumindest während der Kondensationsphase ein Überdruck gegenüber Umgebungsdruck vorliegt, **dadurch gekennzeichnet**, dass das Inertgas dem Reaktionsraum zumindest temporär während der Kondensationsphase permanent von einer außerhalb des Reaktionsraums angeordneten Inertgasquelle (60) über eine Inertgaszuleitung (61) zugeleitet wird und dass das Inertgas zumindest phasenweise während der Kondensationsphase aus dem Kondensator (30) heraus in die Umgebung abgeleitet wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Überdruck gegenüber Umgebungsdruck im Bereich zwischen 1 und 90 mbar beträgt.

3. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet**, dass in einer Spülphase Inertgas von der Inertgasquelle in den Reaktionsraum eingeleitet wird, wobei das Inertgas die im Reaktionsraum befindliche Luft austreibt und diese über eine verschließbare Öffnung in die Umgebung ausgeblasen wird, und dass anschließend die Öffnung wieder verschlossen wird.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet**, dass das Dampfgemisch, aufweisend das Inertgas und den Zinkdampf, über eine Dampfleitung (11) aus dem Reaktionsraum abgeleitet und über eine Heizleitung, der eine Heizung zugeordnet ist, in den Kondensator (30) geleitet wird.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet**, dass das aus dem Kondensator (30) herausgeleitete Inertgas auf Umgebungsdruck entspannt wird oder dass das aus dem Kondensator (30) herausgeleitete Inertgas mittels eines Verdichters verdichtet und dem Reaktionsraum im Kreislauf wieder zugeführt wird.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet**, dass das Inertgas aus dem Kondensator (30) heraus zu einem Abscheider (40) geführt wird, und dass das Inertgas in dem Abscheider (40) an Kondensationsflächen des Kondensators (40) vorbeiströmt, um verbliebene Restmengen an Zink aus dem Inertgas abzuscheiden.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet**, dass im Reaktionsraum ein oder mehrere Aufnahmebehälter (20) angeordnet sind, die jeweils einen Aufnahmeraum zur Aufnahme des Hartmetalls aufweisen, dass die Aufnahmebehälter (20) zumindest einen Strömungskanal (23) aufweisen oder den Aufnahmebehältern (20) zumindest ein Strömungskanal (23) zugeordnet ist, dass der Strömungskanal (23) eine räumliche Verbindung zwischen dem Aufnahmeraum und einem außerhalb des Aufnahmeraums verlaufenden Gas-Führungsbereich (13.1) des Reaktors (10) bildet, und dass ein Ableitkanal (25) vorgesehen ist, der aus dem Aufnahmeraum herausführt, so dass Inertgas über den zumindest einen Strömungskanal (23) zugeführt und das Inertgas zusammen mit dem in der Dampfphase befindlichen Legierungsmetall aus dem Aufnahmeraum abgeleitet wird.

8. Verfahren nach Anspruch 7, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Aufnahmebehälter (20) einen Boden (21) und eine davon aufsteigende umlaufende Wand (22) aufweisen, und dass die Wand (22) an ihrem dem Boden (21) abgewandten Rand (22.1) Aussparungen aufweist, die die Strömungskanäle (23) bilden.

9. Verfahren nach Anspruch 7 oder 8, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Querschnitt des Strömungskanals (23) im Bereich von 1 - 30 mm² beträgt.

10. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, dass mehrere Aufnahmebehälter (20) derart übereinander angeordnet sind, dass die Ableitkanäle (25) der Aufnahmebehälter (20) miteinander fluchten, und dass durch die fluchtenden Ableitkanäle (25) die Dampfleitung (11) mit einem Leitungsabschnitt (11.2) hindurch geführt ist, wobei zwischen der Außenwandung des Leitungsabschnitts (11.2) und den Ableitkanälen ein Kanal (12) belassen ist, zum Ableiten der Dampfphase des Legierungsmetalls aus dem Aufnahmeraum des Aufnahmebehälters (20).

11. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche **dadurch gekennzeichnet**, dass ein Leitungsabschnitt (62) der Inertgaszuleitung (61) in dem oberen Bereich des Reaktionsraums mündet, und dass in geodätischer Höhe unterhalb der Mündung der Inertgaszuleitung (61) ein Leitungseintritt (11.1) der Dampfleitung (11) im Reaktionsraum angeordnet ist.

12. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 11, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Kondensator (30) einen topfförmigen Sammelbehälter (31) aufweist, dass ein Endstück (11.4) der Dampfleitung (11) in den Reaktionsraum mündet und dass in geodätischer Höhe unterhalb der Mündung der Dampf-

leitung (11) ein Leitungseintritt (11.1) der Dampfleitung im Reaktionsraum angeordnet ist.

13. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 12, **dadurch gekennzeichnet** dass ein Druckventil vorgesehen ist, das eine Verbindung zwischen einem gasführenden Bereich und der Umgebung oder einer Kreislaufleitung herstellt, dass bei Erreichen eines Druck-Schwellwertes im gasführenden Bereich das Druckventil öffnet und Inertgas in die Umgebung oder in die Kreislaufleitung abgeleitet wird, wobei das Druckventil vorzugsweise im Strömungsrichtung nach dem Abscheider (40) angeordnet ist.

14. Vorrichtung zur Durchführung eines Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 13.

Es folgen 2 Seiten Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

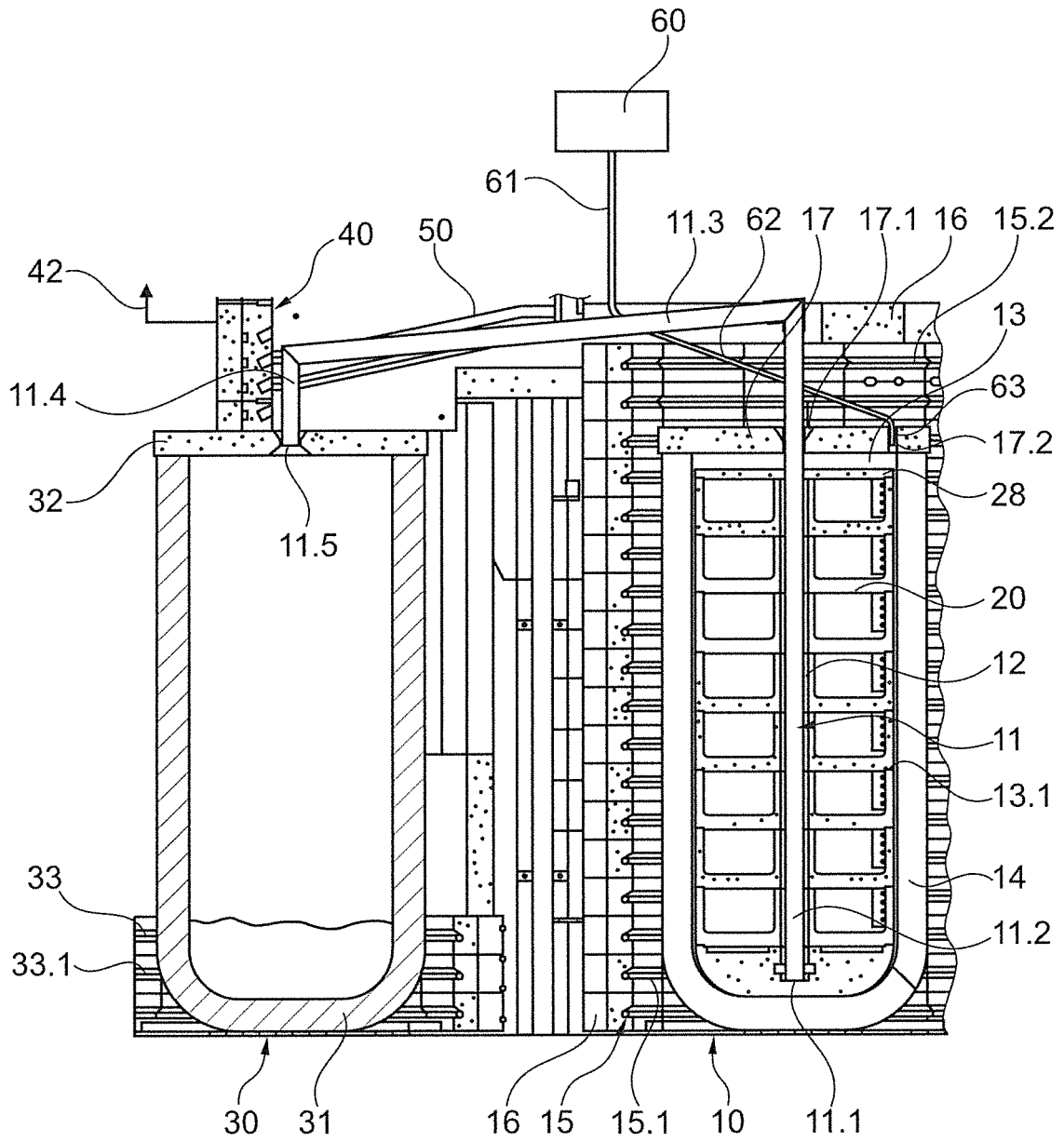


Fig. 1

