



(11)

EP 2 421 997 B1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:
08.04.2015 Patentblatt 2015/15

(21) Anmeldenummer: **10745842.4**(22) Anmeldetag: **25.02.2010**

(51) Int Cl.:
C22C 23/00 (2006.01)

(86) Internationale Anmeldenummer:
PCT/DE2010/000324

(87) Internationale Veröffentlichungsnummer:
WO 2010/097079 (02.09.2010 Gazette 2010/35)

(54) HERSTELLUNG VON RUNDLICHEN METALLPARTIKELN

PRODUCTION OF SPHEROIDAL METAL PARTICLES

PRODUCTION DE PARTICULES MÉTALLIQUES ARRONDIES

(84) Benannte Vertragsstaaten:
**AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR
HR HU IE IS IT LI LT LU LV MC MK MT NL NO PL
PT RO SE SI SK SM TR**

(30) Priorität: **25.02.2009 DE 102009010600**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
29.02.2012 Patentblatt 2012/09

(73) Patentinhaber: **Non Ferrum GmbH
5113 St. Georgen bei Salzburg (AT)**

(72) Erfinder:

- **EIBISCH, Harald
85113 Böhmfeld (DE)**
- **GRIMM, Michael
96155 Buttenheim (DE)**

- **GRUBER, Mathias
84552 Geratskirchen (DE)**
- **HARTMANN, Mark
87437 Kempten (DE)**
- **LOHMÜLLER, Andreas
90765 Fürth (DE)**
- **LOOS, Michael
90537 Feucht (DE)**

(74) Vertreter: **Neidl-Stippler, Cornelia
Neidl-Stippler
Patentanwaltskanzlei
Rauchstrasse 2
81679 München (DE)**

(56) Entgegenhaltungen:
**DE-C- 739 743 GB-A- 746 301
GB-A- 754 180 JP-A- 7 054 019**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents im Europäischen Patentblatt kann jedermann nach Maßgabe der Ausführungsordnung beim Europäischen Patentamt gegen dieses Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch gilt erst als eingereicht, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist. (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur Herstellung von rundlichen Metallpartikeln hoher Größen- und Form-Uniformität; Verfahren zur Herstellung von rundlichen Metallpartikeln hoher Größen- und Form Uniformität sowie die Verwendung des Verfahrens.

[0002] Die so hergestellten Granulatpartikel eignen sich insbesondere bspw. für Anwendungen, bei denen eine besondere Fließfähigkeit des Granulats möglichst ohne Ausbildung von Abrieb oder Teilchen kleinerer Korngröße erwünscht ist, wie beim Thixomolding.

[0003] Schmelzen von Metallen mit Verunreinigungen, wie Metalloxiden, Metallnitriden, Metallsiliciden, Mischverbindungen derselben oder Fremdmetallanteilen sowie üblichen Zusätzen sind übliche Roh-Ausgangsmaterialien zum Herstellen von Metallgranulaten. Dabei bilden sich insbesondere bei Magnesium und ähnlich unedlen Metallen durch Reaktionen mit der Atmosphäre im Schmelzeofen sowie dem Schmelztiegelmaterial, falls dieses durch die Schmelze angelöst wird oder Material desselben abplatzt, Oxide, Nitride, welche unter anderem die Auslässe für die Schmelze verstopfen. Ferner sind manche Verunreinigungen, bei Magnesium beispielsweise dessen Oxide, schwerer als das flüssige Metall, so dass diese in der Schmelze absinken und sich am Boden und an Flussrestriktionen, wie einem Auslaß, oder an kühleren Bereichen einer Anlage ablagern. Durch Reaktionen mit dem Tiegelmaterial des Schmelzofens kann es außerdem zur Bildung von intermetallischen Phasen kommen, die sich ebenfalls in diesem Sumpf ansammeln. Alle diese verstopfen Austrittsöffnungen, setzen Leitungen zu und führen zu einer ungleichmäßigen Zusammensetzung des Granulats.

[0004] Grundlegend bestehen zur Herstellung von Metallpulvern zwei Möglichkeiten:

- a) mechanische Verfahren, bei denen durch Zerspanung oder Granulierung von Gussteilen Partikel hergestellt werden, und
- b) Schmelzverfahren, bei denen Tröpfchen der Schmelze erstarrten und dann die Partikel bilden.

Mechanische Verfahren

[0005] Eine mechanische Granulierungs-Vorrichtung oder Zerspanungsvorrichtung kann Partikel feiner Struktur herstellen, wobei es aber an der Rundlichkeit, die eine geringe innere Reibung des Granulats beim Schütten, Fördern und Pressen bewirkt, mangelt. Derartige Partikel weisen häufig eine schlechte Uniformität der Korngröße und Korn-Form auf, und sind selbstverständlich nicht sphäroid. Ferner ist es aufwendig, wenn nicht unmöglich, durch mechanische Granulierung Granulate mit möglichst runden Körnern herzustellen. Schließlich ist das Verfahren selbst teuer, da die mechanische Zerspanung von Barren und dgl. aufwendig ist und viel unzerspantes Restmaterial verbleibt, das wieder in das Gießverfahren

zurückgeschleust werden muss. Metallgranulate, die über das Zerspanungsverfahren hergestellt werden, leiden ferner allgemein häufig an ungleichmäßiger Zusammensetzung, da Unregelmäßigkeiten, wie Einschlüsse aus dem Barren in das Pulver transferiert werden.

[0006] Insbesondere entsteht ein hoher Feinanteil (< 0,8 mm). Diese kleinen Teilchen können sich in der Spritzgießmaschine zwischen die Stege der Extruder-Schnecke und den Zylinder klemmen. Die Folge ist ungleichmäßiges Drehen der Schnecke aufgrund von Drehmomentschwankungen. Es kommt zum ungleichmäßigen Aufdosieren. Dadurch kann es zu Beeinträchtigungen bei der Prozessstabilität kommen. Außerdem besteht aufgrund des Feinanteils erhöhte Explosionsgefahr. Beim Transport des Granulats kann es zur Entmischung des Granulats kommen, so dass sich Feinanteil anreichert. Weiterer Feinanteil kann durch Reibung der eckig geformten Granulatkörper entstehen, was das oben genannte Problem verstärkt. Es entstehen auch große Körner, die größer sein können als die Gangtiefe der Schnecke im Einzugsbereich. Auch dies kann zum Verklemmen der Schnecke führen.

Schmelzeverfahren

[0007] Konventionelle Vorrichtungen und Verfahren zur Herstellung von Granulat bzw. Pulver aus der Schmelze wenden entweder Verdüsen an, wobei geschmolzenes Metall - häufig in Mischung mit Gas - mit hoher Geschwindigkeit explosionsartig aus einer Düse zerstäubt wird, was zu eher spratzigen Teilen führt, oder liefern rundliche Körner durch das sog. Rotating-Disc Verfahren, wobei Metallschmelze aus einem Schmelzbehälter oder -ofen auf eine rotierende Scheibe tropft und dort unter Abkühlen weggeschleudert wird - bevorzugt gegen einen aufsteigenden Gasstrom, welcher die Fallgeschwindigkeit der Tröpfchen abbremst und so ihre längliche Tropfenform im Fall abflacht. Durch das Verfahren werden relativ rundliche Partikel erhalten. Es wurde auch festgestellt, dass die durch Schmelzen hergestellten Kugelchen gegenüber den aus pulverisierten Gußmasseln hergestellten Teilchen eine wesentlich feinere Kornstruktur ausbilden, die sich als vorteilhaft insbesondere beim Metallspritzguss erwiesen hat (Czerwinski F.; Materials Science and Engineering A 367, 2004, S. 261 - 271).

[0008] Metalle, die in der Schmelze sehr reaktiv sind, wie Magnesium und seine Legierungen, die als leichte Materialien immer erwünschter werden und die häufig aus Magnesiumdruckgußschrott gewonnen werden, sind insofern problematisch, als sie in Schmelze hochreaktiv sind. Bspw. ist problematisch, dass die Auslässe für flüssiges Magnesium aus Schmelzbehältern - sei es eine Düse oder aber ein einfaches Auslassrohr - leicht durch die aus der Schmelze gebildeten Oxide verstopfen und dann zu einer Unterbrechung der Produktion führen.

[0009] Konventionelle Drehteller-Vorrichtungen zur Herstellung von Metallkugelchen umfassen Mittel zum

Schmelzen des Metalls und Gießen des Metalls auf eine rotierende Basis, welche das geschmolzene Metall unter Ausbildung von sphäroiden Partikeln wegschleudert. S. bspw. JP 51-64456, JP 07-179912, JP 63-33508 JP 07054019 und JP 07-173510. Derartig typische Rotating Disc Vorrichtungen stellen sphäroide Pulver relativ schlechter Sphärität, begrenzter Mikrodimensionen und verbesserungsfähiger Uniformität der Zusammensetzung und der Form her.

[0010] Es ist daher Aufgabe der Erfindung, die Herstellung von sphäroiden Metallgranulaten, wie von Leichtmetall und insbesondere Erdalkalimetall, zu verbessern.

[0011] Die Aufgabe wird erfindungsgemäß durch eine Vorrichtung mit den Merkmalen des Patentanspruches 1 und ein Verfahren nach Patentanspruch 8 sowie die Verwendung nach Anspruch 13 gelöst.

Vorteilhafte Weiterbildungen ergeben sich aus den abhängigen Ansprüchen.

[0012] Erfindungsgemäß wird Metallschmelze aus einem Schmelzofen in einem Granulierrohr (5) zu Schmelzeaustrittsöffnungen (16) in eine Granulationskammer (20) gefördert. Ferner hat die Vorrichtung einen Granulier-Drehteller (1) unterhalb des Granulierrohrs (5), das mindestens einen Auslaß für einen Metallschmelzestrahl auf den Drehteller (1) aufweist, wobei der rotierende Drehteller (1) das aus dem mindestens einen Auslaß des Granulierrohrs (5) tropfende geschmolzene Metall in Form von rundlichen Tropfen auffängt. Die Schmelzetroppen erstarren auf der kalten Oberfläche des Drehtellers zu Granulatpartikeln (12). Eine Schutzgaszuführleinrichtung (15) führt speziell ausgewähltes Gas zu dem aus den Schmelzeaustrittsöffnungen (16) austretenden Metallschmelzestahl in eine Granulationskammer (20) in einer Weise, die einen Kontakt des Metallschmelzestrahles mit Luft und eine Oxidation des Metalls verhindert. Die Gaszuführung kann dazu im Gegenstrom, senkrecht zum Schmelzestrahl sowie schräg bis parallel zum Schmelzestrahl erfolgen. Ggf. kann eine pulsierende Auf- und Abwärtsbewegung des Granulierrohrs (5) zur Vereinzelung des Schmelzestrahles zu Tropfen vorsehen werden.

[0013] Vorteilhafterweise ist der Granulier- Drehteller (1) gekühlt. Zur Vermeidung von Niederschlägen im Granulierrohr (5) etc. kann es sinnvoll sein, dass das Granulierrohr (5) geheizt ist. Das Granulierrohr (5) weist bei einer Ausführungsform einen Blindflansch auf. Dadurch kann leicht ein hoher Druck aufgebaut werden und so schnell die Schmelze ausgebracht werden. Bei einer anderen Ausführungsform wird das Granulierrohr (5) in den Schmelzeofen (3) rückgeführt, wodurch eine regelmäßige Durchmischung der Schmelze und hohe Reproduzierbarkeit der Teilchenzusammensetzung gewährleistet wird. Häufig ist es sinnvoll, dass eine Förderpumpe im/am Schmelzeofen (3) zum Fördern der Metallschmelze zum/im Granulierrohr (5) vorgesehen ist.

[0014] Ein erfindungsgemäßes Verfahren zur Herstellung von rundlichen Metallpartikeln hoher Größen -und

Sphärität Uniformität weist folgende Schritte auf:

- Schmelzen des metallischen Ausgangsmaterials;
- Transportieren der Metallschmelze in ein Granulierrohr mit mindestens einem Schmelzeauslaß für einen Schmelzestrom;
- Dispergieren der Metallschmelze zu kleinen sphäroiden Tröpfchen durch Leiten mindestens eines Schmelzestroms aus dem Granulierrohr unter Schutzatmosphäre auf einen Drehteller;
- Abkühlen und Unterstützen der Vereinzelung des Metallstahles zu Metalltröpfchen durch Leiten eines kühlenden Inert-Gases in den Schmelzestrom gegebenenfalls unter pulsierender Auf- und Abwärtsbewegung des Granulierrohrs (5), und
- Abkühlen und dispergieren der Metalltröpfchen durch den rotierenden Drehteller unter Erstarren derselben zu diskreten Granulatpartikeln;

[0015] Typische Metalle, die nach dem erfindungsgemäß Granulierverfahren wegen hoher Reaktivität in der Schmelze verarbeitet werden, sind ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Al, Mg, Ca, Zn sowie deren Legierungen - das Verfahren kann aber auch für andere Metalle eingesetzt werden.

[0016] Aufgrund der hohen Reaktivität der Metallschmelze ist es sinnvoll, dass das Schmelzen des Metalls und die Handhabung der Schmelze unter einer kontrollierten Gasatmosphäre stattfindet. Auch das Abkühlen der dispergierten Tröpfchen durch Gas erfolgt vorteilhafterweise mittels eines vorherbestimmten Abkühl-Gases aus einem oder mehreren inerten Gasen in einer offenen oder geschlossenen Granulationskammer 20, welche die kontrollierte Atmosphäre bietet.

[0017] Durch das erfindungsgemäße Verfahren ist die Herstellung von sphäroiden Partikeln feiner Kornstruktur hoher Form- und Größen-Uniformität aus der Schmelze möglich. Derartige Partikel mit feiner Kornstruktur eignen sich besonders für Anwendungen wie Thixomolding, Sintern, Metal injection molding und ähnliche pulvermetallurgische Verfahren.

[0018] Das erfindungsgemäße Verfahren eignet sich in besonders vorteilhafter Weise für die Herstellung von Granulat aus Magnesium oder Magnesiumlegierungen.

45 Definitionen:

[0019] Unter Metall werden nachfolgend auch dessen jeweilige Legierungen sowie das Metall mit geringfügigen Verunreinigungen verstanden.

[0020] Unter sphäroid wird jegliche runde Form verstanden, wie bspw. Kugeln, Linsenformen, elliptische Formen etc., die keine scharfen oder eckigen Kanten aufweist.

[0021] Dadurch, dass nun die Herstellung von Granulat direkt aus der Schmelze durch Abtropfen der Schmelze aus Öffnungen auf einen Drehteller erfolgt, kann die zusätzliche Zerspanung eingespart und dadurch Auf-

wand vermieden werden. Ferner kann eine sehr enge Kornverteilung bei einer runden bis linsenförmigen Kornform erreicht werden, wozu bisher aufwendige Trennverfahren notwendig waren und auch viel Ausschuss produziert wurde. Somit kann erfahrungsgemäß Abfall vermieden und Verfahrensschritte eingespart werden.

[0022] Im Falle von sehr unedlen Erdalkalimetallen, wie Magnesium oder Calcium, bzw. deren Legierungen können bekannte rotating disc Verfahren nicht einfach auf diese Metalle übertragen werden, sondern es müssen auch besondere Maßnahmen zum Schutz der hochreaktiven Metallschmelze, besonders bei Schmelztiegeln mit großer Oberfläche, getroffen werden.

[0023] Erfahrungsgemäß wird der Zutritt von mit der Schmelze reagierenden Gasen, wie Wasserdampf, Sauerstoff, Stickstoff möglichst vermieden. Dazu erfolgt das Schmelzen unter einer Schutzdecke oder Schutzatmosphäre und der Transport der Schmelze über ein geschlossenes Rohrsystem zu den Austrittsöffnungen oder Düsen.

[0024] Nachfolgend wird die Erfindung anhand von Magnesiumlegierungen näher erläutert, sie eignet sich aber auch für andere in der Schmelze hochreaktive Metalle.

[0025] Als Gas im Schmelzeofen selbst eignen sich verschiedenste Gase, entweder Inertgas oder aber auch Reaktivgas, wie Mischungen aus trockener Luft, Stickstoff oder Kohlendioxid mit Schwefeldioxid, Schwefelhexafluorid oder R134a, über der Schmelze, was zum Entstehen einer Schutzschicht auf der Schmelzbadoberfläche führt. Das Transportrohr, das flüssiges Metall aus dem Schmelzeofen zur Zerstäubungsstation fördert, ist geheizt, um Ablagerung von Magnesium bzw. von dessen Verbindungen durch Wärmekonvektion im Transportrohr zu verhindern, wobei auf eine möglichst gleichmäßige Wärmeverteilung in Längsrichtung des Rohrs zu achten ist. Entsprechende Maßnahmen sind dem Fachmann geläufig. Dabei kann die Schmelze im Kreis geführt werden, wodurch ein ständiger Rücklauf nicht auf den Drehteller ausgebrachter Schmelze in den Schmelzofen erfolgt und somit eine permanente Durchmischung des Schmelzvolumens unter Erhalt einer hohen Homogenität des Produkts und einer homogenen Temperaturverteilung erzielt wird. Vorteilhaft ist die hohe Strömungsgeschwindigkeit im Rohr, so dass Verunreinigungen (z.B. Oxide) permanent transportiert werden, nicht im Rohr abgelagert werden und dieses von innen verstopfen.

[0026] Es ist aber auch möglich, mit einem Granulationsrohr ohne Rücklauf zu arbeiten, was zum Aufbau höherer Drücke im Rohr mit schnellerem Durchsatz führt.

[0027] Ebenfalls möglich sind Mischformen, bei denen der Rücklauf der Schmelze in den Schmelzofen durch ein Ventil abgebremst und so der Druck im Granulierrohr an den Ausbringöffnungen bzw. Düsen geregelt werden kann. Der Druck an den Ausbringöffnungen kann so auch dynamisch während des Granulievorganges verändert werden, wodurch ein Verstopfen der Austrittöffnungen

verhindert bzw. ein bereits gebildeter Niederschlag wieder gelöst werden kann. Beim Einsatz einer Metallpumpe kann eine derartige Druckregelung nicht nur über ein Ventil am Rücklauf sondern auch durch eine Regelung der Förderleitung der Pumpe realisiert werden.

[0028] Das Rohr selbst kann vollflächig oder aber nur teilflächig geheizt werden, bspw. nur im unteren Bereich, um gerade dort die Konvektion zu erhöhen und das Absetzen von Reaktionsprodukten der Schmelze zu vermeiden.

[0029] Zum Formen der entstehenden Partikel ist eine Betrachtung der Geschwindigkeitsunterschiede zwischen dem Tropfen und dem ihm umgebenden Gas unerlässlich. Ferner wird Form und Größe der Partikel unter anderem durch Dichte, Viskosität, Oberflächenspannung und Durchmesser des aus der Ausbringöffnung austretenden Strahls (Düsendurchmesser, Düsenmaterial) beeinflusst.

[0030] Mit steigender Geschwindigkeit treten auf: Abtropfen, Rayleigh Zerfall, Wellenzerfall, Zerstäuben (diese Begriffe sind in Schubert, Handbuch der mechanischen Verfahrenstechnik, Band 1, Verlag Wiley VCH, 2001 erläutert, auf das vollinhaltlich zur Vermeidung von Wiederholungen bezug genommen wird). Die Abhängigkeit der Tropfengröße wurde bereits von Schmidt (Schmidt, P.: "Zerstäuben von Flüssigkeiten" - Übersichtsvortrag Apparatechnik, Universität Essen 1984, auf den ebenfalls vollinhaltlich bezug genommen wird), berechnet. Der maximale statische Druck, den ein Tropfen vor Zerfall aushält, wurde von Schmidt 1984 und Vauck 2000 (Vauck, W.R.A.: Grundoperationen chemischer Verfahrenstechnik, DVG Verlag, 11. Auflage, 2000, auf das vollinhaltlich bezug genommen wird) berechnet. Sobald der dynamische Druck den statischen Druck übersteigt, tritt Rayleigh Zerfall auf. Somit lässt sich die Tropfchengröße für bestimmte Legierungen und Anlagenparameter berechnen und darüber die Partikelgröße zum Teil steuern.

[0031] Problematisch ist, dass auch beobachtet wurde, dass sich die Austrittsdüsen von außen verstopfen, sich also beim Austritt der Metallschmelze aus der Düse Ablagerungen bilden. Daher muss die Ausbildung von Oxiden, Nitriden etc. vermieden werden. Dies kann dadurch erzielt werden, dass unter Schutzgas gearbeitet wird.

Bei einer vollständig gekapselten Anlage ist jegliches Schutzgas möglich, bei (teilweise) offenen Anlagen ist es sinnvoll, dass das Schutzgas leichter als Luft ist und so gegen die fallenden Tropfen geleitet wird, so dass Zutritt von unerwünschten Gasen wie Sauerstoff/Stickstoff zu den Düsen, was zur Ausbildung der unerwünschten Ablagerungen führt, verhindert wird. Dies kann bei offenen Kammern, in denen das Metall in das leichte Schutzgas tropft, bspw. durch Leitbleche am Granulationsrohr erreicht werden.

[0032] Es ist aber auch wichtig, die Bildung von unerwünschten Verbindungen bereits im Schmelzeofen zu vermeiden - entweder durch Auswahl eines geeigneten Tiegelmaterials, wie es dem Fachmann bekannt ist, das

sich nicht durch die Schmelze anlösen lässt oder aber auch durch Filtermaßnahmen vor der Schmelzenförderpumpe, welche grobe Teilchen zurückhalten.

[0033] Es ist insbesondere überraschend, dass die Korngrößenvariation beim erfindungsgemäßen Verfahren gering ist, was bei Zerspanungsverfahren nur über aufwendige weitere Sieben/Sichten Betriebsschritte erzielt werden kann.

[0034] Bei der erfindungsgemäßen Herstellung sphäroider Partikel wurde beobachtet, dass das Verfahren bei geringerem Herstellungsaufwand Partikel gleicher und besserer Eigenschaften beim Thixomolding wie herkömmlich durch Zerspanen und Kornfraktionierung hergestellte Granulate lieferten.

[0035] Durch das erfindungsgemäße Verfahren werden unter anderem die nachfolgenden Vorteile erzielt:

- 1) niedrigere Herstellungskosten durch Einsparen des Zerspanens
- 2) weniger Rückstand gegenüber Zerspanen (die Barren können nicht vollständig zerspant werden)
- 3) Einsparung von Fraktionierungsstufen
- 4) Reduktion von das Förderverhalten und Reaktionsverhalten der Partikel änderndem Abrieb, der bei Transport des durch Zerspanen hergestellten scharfkantigen Granulats entsteht, durch runde Form
- 5) feinere Mikrostruktur der Granulatpartikel mit entsprechend besseren Eigenschaften von mit dem Granulat herstellten Bauteilen.

[0036] Einstellen der Zusammenhänge zwischen Vorrhrichtungen und Verfahren gemäß der Erfindung ermöglicht die Herstellung relativ runder, sphäroider, elliptischer oder linsenförmiger Partikel verschiedener Größe und vielfältiger Anwendbarkeit, wie beim Sintern, Thixomolding (Metallspritzgießen), Pressen etc.

[0037] Die Erfindung schafft Verfahren, Vorrichtungen und Systeme zur Herstellung von Granulatpartikeln gleichmäßiger sphäroider Form und hoher Sphärität, bestehend aus Metall und dessen Legierungen durch Einsatz einer verbesserten Rotating-Disc Anlage.

[0038] Nachfolgend wird die Erfindung im Einzelnen anhand von Ausführungsbeispielen, die lediglich der Erläuterung dienen und keinesfalls einschränkend sind, näher erläutert. Darin zeigt:

FIG. 1 eine Ausführungsform der erfindungsgemäßen Anlage mit der Granulationsvorrichtung;

Fig. 2A und 2B Gefüge eines mechanischen Granulates und eines schmelzmetallurgisch hergestellten Granulates (AZ 91).

FIGS. 3A und 3B schematisch verschiedene Ausführungsformen des Transportrohrs

Fig. 4 erfindungsgemäß hergestelltes Granulat der

Magnesiumlegierung AZ 91.

[0039] In Fig. 1 ist schematisch die erfindungsgemäße Anlage dargestellt. Aus einem Schmelzeofen 3 wird mittels einer Förderpumpe 2 Schmelze 6 in das Granulierrohr 5 mit Düsen 16 geführt. Die Schmelze tritt aus den Düsen 16 aus in die Schutzgasgefüllte Granulationskammer 20 und bildet Tropfen 8. Die Tropfen fallen auf den Drehteller 1, erstarren zu Partikeln 12 und werden durch einen Abstreifer 13 in einen Behälter 2 geleitet. Inertgas 14 wird durch Leitungen 15 an die aus den Düsen 16 austretende Schmelze geleitet, welches das Entstehen von Oxiden, Nitriden und dergleichen an den Düsen 16 des Granulierrohrs 5 und an den Granulatpartikeln verhindert, sowie den Zerfall des Schmelzestrahles zu Tropfen 8 fördert.

[0040] Fig. 3 zeigt schematisch verschiedene Ausgestaltungen des Verlaufs des Granulierrohrs 5. In Fig. 3a ist schematisch eine Granulieranlage mit Rücklauf 7 dargestellt. Innerhalb des Rohrverlaufs ist eine Pumpe P angeordnet, die für regelmäßige Förderung der Schmelze sorgt. Die Rückführung nicht abgegebener Schmelze durch das Rücklaufrohr 7 in den Schmelzeofen ist ersichtlich. In Fig. 3b ist eine Ausführungsform ohne Rückführung, bei der das Granulierrohr 5 in einem Blindflansch endet, gezeigt. Auch hier besteht eine Pumpe P, welche Druck im Granulierrohr 5 für schnelleres Ausbringen der Schmelze aufbauen kann und auch Druckstöße, bspw. zum Freiblasen der Düsen 16, ausüben kann.

[0041] Fig. 4 zeigt verschiedene Granulate aus einer erfindungsgemäßen Anlage. Deutlich ist hier eine runde Linsenform des erfindungsgemäß aus der Schmelze hergestellten Mg-Granulats ersichtlich.

[0042] FIG. 2a zeigt eine lichtmikroskopische Aufnahme der Mikrostruktur eines Schrittes durch ein erfindungsgemäß aus der Schmelze hergestelltes Partikel der Magnesiumlegierung AZ91 und Fig. 2b die Mikrostruktur eines zerspanend aus Gußmasseln hergestellten Partikel aus der gleichen Legierung. Deutlich ist ersichtlich, daß die aus der Schmelze hergestellten Partikel schnell erstarren und dadurch gemäß der Erfindung ein auffällig feines Korn haben, wodurch ihre mechanischen Eigenschaften günstig beeinflusst werden.

[0043] Die Erfindung schafft Verfahren, Vorrichtungen und Systeme zur Herstellung von Metall-Granulat wobei die Partikel gleichmäßig sphäroider Form haben - wie aus Fig. 4 ersichtlich.

[0044] Dazu wird mindestens ein zu Tröpfchen zerfallener Strahl des geschmolzenen Metalls auf einen rotierenden Teller gerichtet. Der Schmelzestahl wird mit Schutzgas, hier überwiegend Helium, angeströmt. Eine Glocke aus Leitblechen unterhalb des Granulierrohrs verhindert als Granulationskammer ein Abströmen des Schutzgases und hält eine Atmosphäre, die eine Oxidation der aus den Düsen austretenden Schmelze verhindert, aufrecht. Die Tröpfchen treffen auf den kalten, bevorzugt gekühlten Drehteller. Der Drehteller entzieht dem Schmelztröpfchen so schnell Wärme, dass es zu einer

raschen Erstarrung der Schmelze zu einem Granulatpartikel mit feinkörniger Mikrostruktur kommt. Die Drehbewegung des Tellers verhindert ein Aufeinandertreffen/Koaleszenz der Schmelztröpfchen und stellt so eine Erstarrung der Tropfen zu diskreten Partikeln sicher. Die Partikel werden hier durch den hier als eine Leiste ausgebildeten Abstreifer über den Tellerrand in einen Behälter geschoben. Denkbar sind auch andere Einrichtungen zur Entfernung der erstarrten Partikel wie Bürsten, Gebläse, usw.

[0045] Der Druck im Granulierrohr 5 wird bei dieser Ausführungsform durch eine Kreiselpumpe erzeugt. Generell sind alle bekannten Pumpverfahren und -Systeme zum Aufbau des Schmelzdruckes bzw. der Schmelzeströmung im Gießrohr geeignet, wie beispielsweise Kolbenpumpen, Induktionspumpen, pneumatische Pumpensysteme, aber auch zur Druckbeaufschlagung des Ofenraumes sowie pumpenfreie Fördersysteme, welche zum Beispiel nach dem Prinzip der kommunizierenden Röhren funktionieren, können eingesetzt werden.

[0046] Form und Größe der Granulatpartikel sind durch verschiedene Anlagenparameter beeinflussbar. Dazu gehören unter anderem der Abstand des Gießrohres zum Drehsteller also die Fallhöhe der aus den Düsen austretenden Schmelze; der Düsendurchmesser, der Schmelzedruck, die Schmelztemperatur sowie die Ausführung des Granulierohres (mit bzw. ohne Rücklauf). Darüber hinaus bestimmen Temperatur, Strömungsgeschwindigkeit, Zusammensetzung und Anströmwinkel des Schutzgases sowie die Temperatur des Drehstellers die Form und Größe der Granulatpartikel. Je nach Parameterkombination ist die Partikelform unterschiedlich sphäroid z. B. plättchen-, linsen-, kugel- bzw. zylindrförmig. Z. B. bewirkt Erhöhung der Drehgeschwindigkeit des Tellers eine länglichere Form des gebildeten Partikel.

[0047] Vor dem Granulieren werden die metallischen Ausgangsmaterialien, bspw. Magnesium-Druckgußschrott, unter einer schützenden Gasatmosphäre ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Edelgasen wie Argon, Neon und Helium oder Stickstoff, Kohlendioxid bzw. trockener Luft mit Zusätzen von Schwefelhexafluorid oder r-134a oder Mischungen derselben im Schmelzeofen 3 geschmolzen. Es ist aber auch möglich, das Schmelzen unter Zugabe von Salzen durchzuführen, was zur Ausbildung einer Schutzschicht aus flüssigem Salz auf der Schmelzbadoberfläche führt und so eine Reaktion der Schmelze mit der Luft verhindert. Für diesen Prozessschritt sind alle bekannten Schutzmaßnahmen für Schmelzen aus dem jeweiligen Metall bei diesem Beispiel von Magnesium bzw. Magnesiumlegierungen geeignet.

[0048] Ein Verfahren der Erfindung zur Herstellung kleiner sphäroider Partikel mit feinkristalliner Zusammensetzung und hoch-uniformer Größe und Form, umfaßt die nachfolgenden Schritte:

- Schmelzen des metallischen Ausgangsmaterials;

- Leiten des geschmolzenen Metalls in einem beheizten Granulierrohr über einen Drehsteller.
- Austritt des geschmolzenen Metalls aus Düsen im Granulierrohr auf den Drehsteller.
- Erstarren des Metalls auf einem Drehsteller zu sphäroiden Partikeln.

[0049] Ausführungsformen können bspw. umfassen:

- 10 1) Vereinzeln des als Strahl aus den Düsen im Granulierrohr austretenden geschmolzenen Metalls durch Strahlzerfall in Tröpfchen.
- 15 2) Austreten des geschmolzenen Metalls aus den Düsen unter Schutzgasanströmung.
- 3) Rückführung des Schmelzestromes im Granulierrohr in den Ofen
- 4) Kühlung des Drehstellers von unten z. B. mit Wasser

- 20 **[0050]** Metallpulver, die über das Zerspanungsverfahren hergestellt werden, leiden ferner allgemein häufig an ungleichmäßiger Zusammensetzung. Beim Dispergieren des geschmolzenen Metalls ist der äußere Gasdruck auf den Umfang der verteilten Tröpfchen bevorzugt atmosphärischer Druck.
- 25 **[0051]** Dadurch werden kleine sphäroide Partikel feinkristalliner Kornstruktur und hoch uniformer Größe und hoher Sphärität erhalten, deren Größe und Form durch die Geschwindigkeit des Austritts der Metallschmelze aus den Austrittsöffnungen, die Schmelztemperatur am Austritt, die Rotationsgeschwindigkeit des Drehstellers und die Form des Drehstellers gesteuert werden kann.

Beispiel

- 35 Herstellung und Charakteristika sphäroider Mg-Partikel mit generell feinkristallinem Charakter:
- 40 **[0052]** Magnesiumdruckgusschrott der Legierung AZ91 wird in einem elektrisch beheizten Schmelzeofen unter Stickstoff mit 0,20 % r-134 a bei 680 °C geschmolzen. Im Schmelzeofen befindet sich eine Kreiselpumpe, welche mit 5500 Umdrehungen pro Minute die Magnesiumschmelze in ein aus dem Schmelzeofen führendes, blind endendes, geschlossenes, geheiztes Granulierrohr mit 16 Ausbringdüsen fördert. Unter den Ausbringdüsen läuft ein wassergekühlter Drehsteller. Beim Austreten der Schmelze aus den Düsen bildet sich ein Schmelzestrahl, der in einer Fallhöhe von 120 mm zu Tropfen zerfällt.
- 45 Helium wird als Schutzgas gegen den Schmelzestrahl geführt. Leitbleche um das Granulierrohr bilden eine Glocke, die ein Entweichen des Heliums nach oben verhindern und zwischen Granulierrohr und Drehsteller eine Granulierkammer 20 und eine Heliumatmosphäre zum Schutz der Schmelze vor Oxidation bildet. Beim Auftreffen der Schmelztröpfchen auf den Teller erstarren diese zu Partikeln, bevor sie durch die Drehbewegung des Tellers die durch die Leitbleche gebildete offene Granulations-
- 50
- 55

kammer 20 verlassen. Die Drehung des Tellers erfolgt entsprechend den Anforderungen an die Partikelform mit einer Geschwindigkeit von 4-10 Umdrehungen pro Minute. Es entstehen linsenförmige Partikel hoher Formuniformität. Die Partikel werden mit einem Abstreifer von dem Drehsteller in einen Behälter geleitet. Durch nachfolgende Siebungen können große, zum Teil nicht maßhaltige Partikel getrennt werden. Fig. 4 zeigt 3 Siebfraktionen so hergestellter Granulate aus der Magnesiumlegierung AZ91.

[0053] Ein lichtmikroskopisches Bild eines Querschnitts der so hergestellten Partikel ist in Fig. 2a im Vergleich mit einem Querschnitt durch Partikel aus dem konventionellen Zerspanungsverfahren gezeigt. Auffällig ist, dass der Schnitt durch das durch Zerspanen hergestellte Partikel erheblich größere Körner und Übergangszonen zeigt, als die feinkristalline Struktur der über das Granulierverfahren aus der Schmelze hergestellten Gusspartikel.

[0054] Somit sind die erfindungsgemäß hergestellten Mg-Partikel sowohl hinsichtlich ihrer Mikrostruktur, als auch in ihrer äußeren Gestalt den durch Zerspanungsverfahren hergestellten Partikeln überlegen.

[0055] Während die Erfindung anhand eines Ausführungsbeispiels näher erläutert wurde, ist dem Fachmann offensichtlich, dass verschiedenste Abwandlungen dieser Lehre im Rahmen des Schutzmfangs der Erfindung offensichtlich sind. Der Schutzmfang ist daher nur durch die beiliegenden Ansprüche begrenzt.

Bezugszeichenliste

[0056]

- | | |
|----|-----------------------------------|
| 1 | Drehsteller |
| 2 | Schmelzepumpe |
| 3 | Schmelzeofen |
| 5 | Granulierrohr |
| 6 | Schmelze |
| 7 | Rücklaufrohr |
| 8 | Tröpfchen |
| 12 | weggeschleuderte Partikel |
| 14 | Inertgasstrom |
| 16 | Austrittsöffnung im Granulierrohr |
| 20 | Granulationskammer |

Patentansprüche

1. Vorrichtung zur Herstellung von rundlichen Metallpartikeln hoher Größen- und Form-Uniformität aus einer Schmelze mit:

- einer im wesentlichen mit Inertgas gefüllten Granulationskammer (20) mit einem geschlossenen Granulierrohr (5) mit mindestens einer Schmelzeaustrittsöffnung (16), welches die Schmelze zu den Austrittsöffnungen leitet;

- einem Drehsteller (1) mit Abstand unterhalb der Schmelzeaustrittsöffnungen (16) des Granulierrohrs (5), der mit einer ausgewählten Geschwindigkeit antreibbar ist, so dass das aus den Schmelzeaustrittsöffnungen (16) tropfende geschmolzene Metall in diskreten Partikeln auf der Telleroberfläche erstarrt und

- einer Gaseinbringvorrichtung zum gesteuerten Anströmen von Schutzgas im Gegenstrom gegen die aus den Austrittsöffnungen austretende Schmelze und Aufbau einer Schutzgasatmosphäre in der Granulationskammer (20).

2. Vorrichtung nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Granulier-Drehsteller (1) gekühlt ist.
3. Vorrichtung nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Granulierrohr (5) geheizt ist.
4. Vorrichtung nach einem der vorangehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Granulierrohr (5) einen Blindflansch aufweist.
5. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 - 3, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Granulierrohr (5) in den Schmelzeofen (3) rückgeführt wird.
6. Vorrichtung nach Anspruch 5, **dadurch gekennzeichnet, dass** im Granulierrohr eine Ventileinrichtung zum Steuern des Durchflusses vorgesehen ist.
7. Vorrichtung nach einem der vorangehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** eine Förderpumpe im/am Schmelzeofen (3) zum Fördern der Metallschmelze zum/im Granulierrohr (5) vorgesehen ist
8. Verfahren zur Herstellung von rundlichen Metallpartikeln aus einer hochreaktiven Metallschmelze hoher Größen -und Form-Uniformität mit folgenden Schritten:
 - Schmelzen des metallischen Ausgangsmaterials unter einer Luftabschluss;
 - Transportieren der Metallschmelze in einem geschlossenen Granulierrohr aus dem Schmelzeofen zu mindestens einem Schmelzeauslass
 - Austritt der Schmelze aus dem Schmelzeauslass über einem Drehsteller in Form von diskreten Tropfen bis als Schmelzestrahl, der bis zum Auftreffen auf den Drehsteller zu Tropfen zerfällt
 - Leiten eines Schutzgasstroms gegen die aus dem Schmelzeauslass austretenden Schmelze,
 - Auffangen der Schmelze auf dem Drehsteller in Form von diskreten Schmelztröpfchen,
 - Erstarren der Schmelztröpfchen zu Granulat-

- artikeln durch Kontakt mit der kälteren Oberfläche des Drehtellers, und
- Leiten der Granulatpartikel zur Verpackung/Weiterverarbeitung vom Drehteller.
9. Verfahren nach Anspruch 8, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Ausgangsmaterial des Verfahrens ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus Al, Mg, Ca, Zn sowie deren Legierungen.
10. Verfahren nach Anspruch 8 oder 9, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Schmelzen des Metalls unter einer kontrollierten Gasatmosphäre durchgeführt wird
11. Verfahren nach Anspruch 8 - 10, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Schutzgasstrom für die aus dem Schmelzeauslass austretenden Schmelze Helium aufweist.
12. Verfahren nach Ansprüchen 8 - 11 **dadurch gekennzeichnet, dass** der Zerfall eines aus der Schmelzeaustrittsöffnung austretenden Schmelzestrahles durch eine pulsierende Auf und Abwärtsbewegung des Granulierrohres unterstützt wird.
13. Verwendung des Verfahrens nach Anspruch 8 - 12 zur Herstellung von sphärischen Partikeln feiner Mikrostruktur sowie hoher Form- und Größen-Uniformität aus der Schmelze.
- the granulating rotary disc (1) is cooled.
3. Device according to claim 1 or 2, **characterized in that** the granulation tube (5) is heated.
4. Device according to one of the preceding claims, **characterized in that** the granulation tube (5) comprises a blank flange.
5. Device according to one of the claims 1 - 3, **characterized in that** the granulation tube (5) is guided back into the melting furnace (3).
10. 15. 6. Device according to claim 5, **characterized in that** a valve device for controlling the throughflow is provided inside the granulation tube.
7. Device according to one of the preceding claims, **characterized in that** a feed pump is provided in/at the melting furnace (3) for the purpose of feeding the molten metal mass to/into the granulation tube (5).
20. 25. 8. Device for manufacturing rounded metal particles from a highly reactive molten metal mass that have a high uniformity with regard to their size and shape, comprising the following steps:
- melting the metallic source material under the exclusion of air;
 - transporting the molten metal mass in a closed granulation tube from the melting furnace to at least one molten mass exit
 - exit of the molten mass from the molten mass exit above a rotary disc in the form of discrete droplets as a molten mass jet, which breaks up into droplets by the time it impinges on the rotary disc
 - guiding a stream of protective gas against the molten mass which is exiting from the molten mass exit,
 - collecting the molten mass in the form of discrete molten mass drops on the rotary disc,
 - solidifying of the molten mass drops into granulate particles through their contact with the colder surface of the rotary disc, and
 - guiding of the granulate particles from the rotary disc for packaging/further processing.
1. Device for manufacturing rounded metal particles having a high uniformity in size and shape from a molten mass, comprising:
- a granulation chamber (20) which is substantially filled with inert gas and which has a closed granulation tube (5) with at least one molten mass exit opening (16), with the granulation tube (5) guiding the molten mass to the exit openings;
 - a rotary disc (1) which is located at a distance below the molten mass exit opening (16) of the granulation tube (5) and which can be operated with a selected speed, so that the molten metal that is dripping from the molten mass exit opening (16) solidifies in discrete particles on the surface of the disc, and
 - a gas introducing device for creating a controlled incident flow of protective gas within the counter flow that is impinging on the molten mass which exits from the exit opening and for creating a protective atmosphere in the granulation chamber (20).
9. 50. 55. 10. 11. Device according to claim 8, **characterized in that** the source material of the method is chosen from the group that consists of Al, Mg, Ca, Zn as well as their alloys.
- Device according to claim 8 or 9, **characterized in that** melting of the metal is carried out under a controlled gas atmosphere.
- Device according to the claims 8 - 10, **characterized**

in that the stream of protective gas for the molten mass which is exiting from the molten mass exit includes helium.

12. Device according to claims 8 - 11, **characterized in that** the breaking up of the melt jet which is exiting from the molten mass exit opening is supported by a pulsating up-and-down movement of the granulation tube.
13. Use of the method according to claim 8 - 12 for the purpose of manufacturing spheric particles having a fine micro structure as well as a high uniformity with regard to their shape and size from the molten mass.

Revendications

1. Dispositif de production de particules métalliques arrondies à uniformité de taille et de forme provenant d'une fonte avec
- une chambre de granulation (20) remplie pour l'essentiel de gaz inerte avec un tube de granulation (5), ayant au moins un orifice de sortie de la fonte (16), qui guide la fonte vers les orifices de sortie ;
 - un plateau tournant (1), placé à une distance sous les orifices de sortie de la fonte (16) du tube de granulation (5), qui est peut être entraîné à une vitesse choisie de façon que le métal fondu s'égouttant par les orifices de sortie de la fonte (16) se solidifie en particules discrètes à la surface du plateau et
 - un dispositif d'alimentation en gaz pour flux commandé de gaz de protection dans le contre-courant de la fonte qui sort des orifices de sortie et constitution d'une atmosphère de protection dans la chambre de granulation (20).
2. Dispositif selon la revendication 1 **caractérisé en ce que** le plateau tournant (1) de granulation est refroidi.
3. Dispositif selon la revendication 1 ou 2 **caractérisé en ce que** le tube de granulation (5) est chauffé.
4. Dispositif selon l'une des revendications précédentes **caractérisé en ce que** le tube de granulation (5) présente une bride aveugle.
5. Dispositif selon l'une des revendications 1 à 3 **caractérisé en ce que** le tube de granulation (5) est renvoyé dans le four de fusion (3).
6. Dispositif selon la revendication 5 **caractérisé en ce qu'un** système de clapets est prévu dans le tube de granulation pour commander le débit.
- 5
- 10
- 15
- 20
- 25
- 30
- 35
- 40
- 45
- 50
- 55
7. Dispositif selon l'une des revendications précédentes **caractérisé en ce qu'une** pompe de refoulement est prévue dans/sur le four de fusion (3) pour transporter la fonte métallique vers/dans le tube de granulation (5).
8. Procédé de production de particules métalliques arrondies à partir d'une fonte métallique hautement réactive à uniformité de taille et de forme comprenant les opérations suivantes :
- fusion du matériaux primaires métalliques sous exclusion d'air ;
 - transport de la fonte métallique dans un tube de granulation fermé hors du four à fusion vers au moins une évacuation de fonte ;
 - sortie de la fonte de l'évacuation au-dessus d'un plateau tournant sous la forme de gouttes discrètes pour devenir un jet de fonte qui se décompose en gouttes jusqu'à l'arrivée sur le plateau tournant ;
 - guidage d'un courant de gaz de protection dans le sens inverse de la fonte sortant de l'évacuation de fonte ;
 - récupération de la fonte sur le plateau tournant sous la forme de gouttes de fonte discrètes ;
 - solidification des gouttes de fonte en particules granulées par contact avec la surface du plateau tournant plus froid et ;
 - guidage par le plateau tournant des particules granulées pour l'emballage/la poursuite de traitement.
9. Procédé selon la revendication 8 **caractérisé en ce que** le matériau primaire du procédé est choisi à partir du groupe composé de Al, Mg, Ca, Zn ainsi que de leurs alliages.
10. Procédé selon la revendication 8 ou 9 **caractérisé en ce que** la fusion du métal s'effectue sous une atmosphère gazeuse contrôlée.
11. Procédé selon les revendications 8 à 10 **caractérisé en ce que** le courant de gaz de protection pour la fonte sortant de l'évacuation de fonte présente de l'hélium.
12. Procédé selon les revendications 8 à 11 **caractérisé en ce que** la décomposition d'un jet de fonte sortant de l'orifice de sortie de fonte est assisté par un mouvement de montée et de descente pulsatoire du tube de granulation.
13. Utilisation du procédé selon les revendications 8 à 12 pour la production de particules arrondies de fine microstructure ainsi que d'une uniformité de forme et de taille à partir de la fonte.

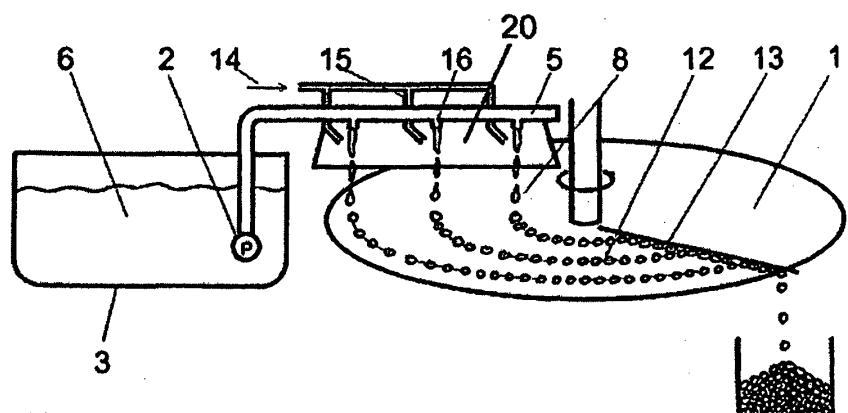


Fig. 1

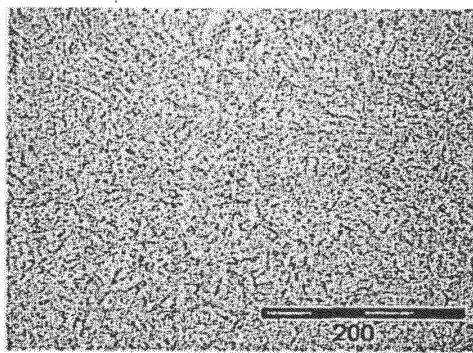


Fig. 2a

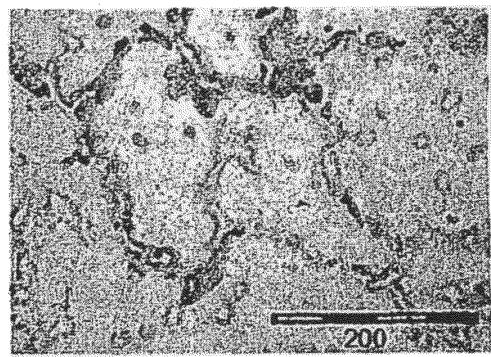


Fig. 2b

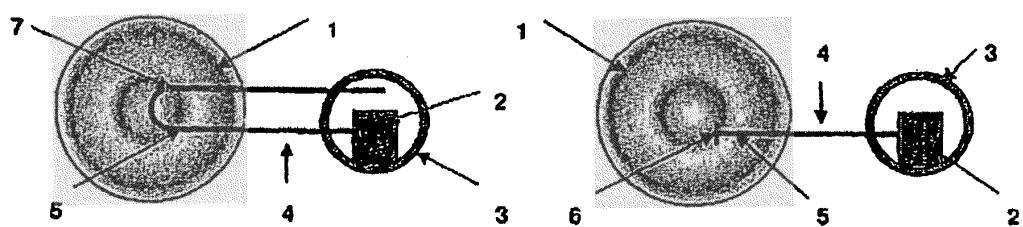


Fig. 3a

Fig. 3b

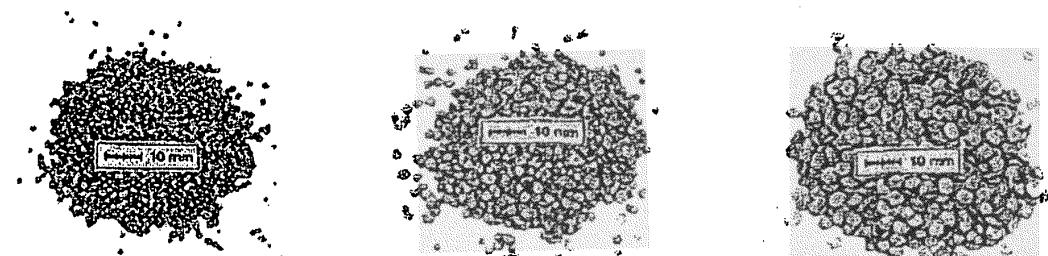


Fig. 4

IN DER BESCHREIBUNG AUFGEFÜHRTE DOKUMENTE

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde ausschließlich zur Information des Lesers aufgenommen und ist nicht Bestandteil des europäischen Patentdokumentes. Sie wurde mit größter Sorgfalt zusammengestellt; das EPA übernimmt jedoch keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

In der Beschreibung aufgeführte Patentdokumente

- JP 51064456 A [0009]
- JP 7179912 A [0009]
- JP 63033508 A [0009]
- JP 07054019 B [0009]
- JP 7173510 A [0009]

In der Beschreibung aufgeführte Nicht-Patentliteratur

- **CZERWINSKI F.** *Materials Science and Engineering* A, 2004, vol. 367, 261-271 [0007]
- **SCHUBERT.** Handbuch der mechanischen Verfahrenstechnik. Verlag Wiley VCH, 2001, vol. 1 [0030]
- Zerstäuben von Flüssigkeiten. **SCHMIDT, P.** Übersichtsvortrag Apparatechnik. 1984 [0030]
- **VAUCK, W.R.A.** Grundoperationen chemischer Verfahrenstechnik. DVG Verlag, 2000 [0030]