



(12) Ausschließungspatent

(11) DD 292 396 A5

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1
Patentgesetz der DDR
vom 27.10.1983
in Übereinstimmung mit den entsprechenden
Festlegungen im Einigungsvertrag

5(51) B 22 F 9/08

DEUTSCHES PATENTAMT

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21)	DD B 22 F / 338 413 5	(22)	06.03.90	(44)	01.08.91
(71)	siehe (73)				
(72)	Jeschke, Dietmar; Kammer, Ulrich, Dipl.-Ing., DE				
(73)	VEB Mansfeld Kombinat Wilhelm Pieck, Forschungsinstitut für NE-Metalle, Lessingstraße 41, O - 9200 Freiberg, DE				

(54) Verfahren zur Herstellung von Metallpulver

(55) Verfahren; Herstellung von Metallpulver; Metallschmelze; Aluminium und Aluminiumlegierungen; Zerstäuben; gasförmiges Zerstäubungsmittel; flüssiges Kühlmittel; Verdampfungskühlung; schnellerstarre übersättigte Metallpulver

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Metallpulver, insbesondere hochreiner feinkörniger definierter kugelförmiger und spratziger schnellerstarrer übersättigter Metallpulvermischungen aus Aluminium und Aluminiumlegierungen durch Zerstäuben des flüssigen Metalls und Abkühlen der entstehenden Partikel. Erfindungsgemäß wird die Aluminiumschmelze in einen vertikal auslaufenden Gießstrahl überführt, der Gießstrahl wird durch einen mit hoher Geschwindigkeit auftreffenden Strahl eines inerten Zerstäubungsmittels in schmelzflüssige Tröpfchen zerteilt und dieses Gemisch wird unmittelbar während der Tröpfchenbildung durch einen Strahl eines schnellströmenden Kühlmittels umschlossen. Es wurde gefunden, daß der Anteil der sphärischen und spratzigen Kornform am Kornspektrum des Pulvers vom Verhältnis gasförmiges Zerstäubungsmittel zu flüssigem Kühlmittel bestimmt wird.

Patentanspruch:

1. Verfahren zur Herstellung von Metallpulver, insbesondere hochreiner feinkörniger definierter kugelförmiger und spratziger Metallpulvermischungen aus Aluminium und Aluminiumlegierungen durch Zerstäuben des flüssigen Metalls und Abkühlen der entstehenden Partikel, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Aluminiumschmelze in einen vertikal auslaufenden Gießstrahl überführt wird, der Gießstrahl durch einen mit hoher Geschwindigkeit auftreffenden Strahl eines gasförmigen inerten Zerstäubungsmittels in schmelzflüssige Tröpfchen zerteilt wird und dieses Gemisch unmittelbar während der Tröpfchenbildung durch einen Strahl eines schnellströmenden flüssigen inerten Kühlmittels umschlossen und schnell gekühlt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß als Zerstäubungsmittel Stickstoff mit erhöhtem Druck eingesetzt wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß als Kühlmittel flüssiger Stickstoff mit erhöhtem Druck eingesetzt wird.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Metallpulver als vordefiniertes feinkörniges Gemisch kugelförmiger und spratziger Kornformen.
Vorzugsweise dient das Verfahren der Pulverisierung von Aluminium und Aluminiumlegierungen.

Charakteristik des bekannten Standes der Technik

Eine allgemein bekannte Verfahrenskonzeption der Herstellung von feinen und reinen Metallpulvern ist die Zerstäubung mit Inertgasen z. B. mit Argon oder Stickstoff. Dabei entstehen ausnahmslos kugelförmige Pulver mit einer hohen Rieselfähigkeit und guter Mischbarkeit, die außerdem eine hohe Schüttdichte aufweisen. (DE 3311343 A1, DE 3533964 C1). Sie eignen sich sehr gut zur Verwendung in automatischen Dosiereinrichtungen, da ihr Schüttvolumen gering und damit der zum Verdichten notwendige Pressenhub gering ist. Aus diesem Pulver erzeugte Preßlinge besitzen jedoch den Nachteil einer relativ geringen Festigkeit, da ein Verhaken der glattflächigen Kugeln nicht erfolgt. Von weiterem Nachteil ist, daß der angestrebte übersättigte Charakter des Pulvers durch die mit gasförmigen Zerstäubungsmitteln erreichbaren Abkühlgeschwindigkeiten (10^2 bis 10^3 K/s) nicht erreicht wird.

Im Gegensatz dazu eignen sich Pulver mit hoher Oberfläche und unregelmäßigen Formen, die ein Verhaken der Teilchen miteinander fördern, sehr gut zur Herstellung fester Preßlinge. Diese sogenannten spratzigen Pulver besitzen wiederum Nachteile in bezug auf ihre Rieselfähigkeit und Mischbarkeit. Solche spratzigen Pulver werden bei der Metallverdüsung erreicht, wenn das Zerstäubungsmittel reaktiv auf die Oberfläche des flüssigen Metalltröpfchens einwirkt, wie z. B. die Oxidation bei der Luftzerstäubung, oder bei der Verwendung von flüssigen Zerstäubermedien wie Wasser, Öl oder Flüssiggas (DE 3732365 C2). Bei der ausschließlichen Verwendung von flüssigen Zerstäubungsmitteln, insbesondere Flüssiggas, sind amorphe Pulver, Pulver ohne dendritisches Gefüge mit hochübersättigten Lösungen infolge der erreichbaren Abkühlgeschwindigkeiten von über 10^4 K/s herstellbar.

Von erheblichem Nachteil der oben genannten Pulvererzeugungsverfahren ist, daß mit diesen Verfahren keine Pulverqualität erzeugt werden kann, die sowohl eine gute Rieselfähigkeit (für das automatische Füllen der Matrizen mit Pulver) und damit ein gleichmäßiges Ausfüllen der Matrize als auch eine gute Mischbarkeit und insbesondere eine gute Formstabilität der Preßlinge für die Weiterverarbeitung besitzen.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, ein Verfahren zur Herstellung von Metallpulver, insbesondere für Aluminium und Aluminiumlegierungen, zu entwickeln, mit dem eine feinkörnige, schnellerstarre, übersättigte, vordefinierte Pulvermischung aus kugelförmigen und spratzigen Pulverkornformen in einem Verfahrensschritt erzielbar ist.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Herstellung von Pulver, insbesondere aus Aluminium und Aluminiumlegierungen, durch Zerstäuben einer schmelzflüssigen Phase und Erzeugung eines festen Produktes aus definierten kugelförmigen und spratzigen Pulverkornmischungen durch Abkühlen der Partikel unter Verwendung definierter Zerstäuber- und Kühlmittelmengen zu entwickeln.

Die Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß die Aluminiumschmelze in einen vertikal auslaufenden Gießstrahl überführt wird, der Gießstrahl durch einen mit hoher Geschwindigkeit auftreffenden Strahl eines gasförmigen inerten Zerstäubungsmittels, insbesondere Stickstoff, in schmelzflüssige Tröpfchen zerteilt wird und dieses Gemisch unmittelbar während der Tröpfchenbildung durch einen Strahl eines schnell strömenden Kühlmittels, insbesondere flüssigen Stickstoff, umschlossen wird.

Es wurde gefunden, daß der Anteil der sphärischen und spratzigen Kornform am Kornspektrum des Pulvers vom Verhältnis gasförmiges Zerstäubungsmittel zu flüssigem Kühlmittel bestimmt wird. Ein hoher Anteil an gasförmigem Zerstäubungsmittel bedingt einen hohen Anteil an kugelförmigem Pulver. Eine Minimierung des Zerstäubungsmittels führt zur Erhöhung des Anteils an spratzigem Pulver. Die Menge des Kühlmittels ist so bemessen, daß ein definierter Anteil an schnellerstartem spratzigem Pulver entsteht, der wesentlich die Ausbildung des übersättigten Charakters des Gesamtpulverspektrums bestimmt und die abzuführende Wärme durch Verdampfung des Kühlmittels aufgenommen wird. Es ist erfindungsgemäß auch möglich, dem Zerstäubungsmittel einen Anteil des benötigten Kühlmittels zuzusetzen, wobei dieser Anteil die für die Umsetzung der Verdampfungsenergie erforderliche Kühlmittelmenge nicht übersteigen sollte. Die Kühlmittelmenge ist zweckmäßigerweise so zu bemessen, daß sie durch Verdampfung im wesentlichen verbraucht wird und ein relativ trockenes Pulver in inerter Atmosphäre aufgefangen wird.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung wird nachstehend anhand eines Beispiels erläutert. Eine Aluminiumschmelze (99,999% Al) wird in einem Schmelzaggregat induktiv im Vakuum (0,7 l Gefäßinhalt, Betriebsvakuum ca. 1 mbar) hergestellt. Die Schmelze wird auf 750°C überhitzt.

Nach Beendigung des Schmelzvorganges wird der Ofenraum mit Stickstoff geflutet, gleiches trifft für den dem Schmelzaggregat nachgeschalteten horizontalen Zerstäuberraum zu, und ein Betriebsdruck von 1 bar eingestellt.

Die Aluminiumschmelze wird direkt oder über ein Zwischengefäß in einen Gießstrahl definierter Abmessung (Strahldurchmesser 4 mm; Gießgeschwindigkeit etwa 120 kg/h) überführt.

Der Gießstrahl fällt senkrecht nach unten in einen horizontalen Stickstoffstrahl (etwa 3,5 m³ i. N. Stickstoff/kg Schmelze, Druck etwa 0,4 MPa) und wird von diesem in freie schmelzflüssige Tröpfchen zerstäubt. Die Tröpfchen werden zusammen mit dem Zerstäubergas Stickstoff in einem parallel den Zerstäuberstrahl umgebenden schnell strömenden Flüssiggas (etwa 0,1 l Flüssigstickstoff/kg Schmelze, Druck etwa 0,4 MPa) auf eine Mischtemperatur von 100°C gekühlt bzw. aufgeheizt, so daß ein relativ trockenes Pulver durch die völlige Verdampfung des Flüssigstickstoffs herstellbar ist.

Die vom gasförmigen Stickstoff fein zerstäubten Tröpfchen nehmen rasch eine sphärische Form an, in der sie sich noch in der Gasströmung verfestigen. Die größeren Tröpfchen werden in die Randzone des Zerstäuberstrahles geschleudert, wo sie vom Flüssiggasstrom zerkleinert und dabei schlagartig gekühlt werden. Im Kontakt der Schmelztröpfchen mit dem Flüssiggasstrom entstehen spratzige Partikel. Der Anteil der sphärischen und spratzigen Kornform am gesamten Kornspektrum des Pulvers wird vom Verhältnis des gasförmigen zum flüssigen Gas, bei Beibehaltung einer konstanten Pulverendtemperatur, bestimmt. Ein hoher Anteil an gasförmigem Zerstäubungsmittel bedingt einen hohen Anteil an kugelförmigem Pulver. Eine Minimierung des Zerstäubungsmittels führt zur Erhöhung des Anteils des spratzigen Pulvers.

Die Kühlung endet mit dem Austritt der verfestigten Pulverteilchen durch Schwerkraft aus der horizontalen, etwa 3 m langen Wurfbahn.

Das hergestellte Aluminiumpulver ist in seiner chemischen Zusammensetzung unverändert, es hat eine Kornzusammensetzung von etwa 80% kleiner 0,08 mm. Das Verhältnis sphärischer zu spratziger Kornform beträgt 3:1. Die Abkühlgeschwindigkeit von 10⁵ bis 10⁶ K/s über das gesamte Kornspektrum wurde nach der Methode der Ermittlung des mittleren Dendritenarmabstandes bestimmt.

Das erfindungsgemäße Verfahren gewährleistet die Herstellung eines gut förderfähigen, insbesondere gut rieselfähigen, Aluminiumpulvers, und es ist weiterhin von Vorteil, daß ein definierter Pulverhabitus, das Verhältnis von kugelförmigen zu spratzigen Pulverkörnern, bei einer hohen Abkühlrate der Metallschmelze hergestellt werden kann.

Das Verfahren gewährleistet die Bildung von sphärischen Kornformen durch die Zerstäubung des Schmelzstrahles in inerter Stickstoffatmosphäre, wie auch die Bildung spratziger Kornformen durch den innigen Kontakt der aus dem Zerstäuberstrahl ausgetriebenen schmelzflüssigen Tröpfchen mit dem Flüssigstickstoffgasstrom.

Das Verfahren hat den Vorteil, daß ohne ein nachträgliches Pulvermischen die ausgewogenen Pulvereigenschaften wie gute Rieselfähigkeit verbunden mit einem gleichmäßigen Ausfüllen der Matrizen auch eine gute Mischbarkeit und insbesondere eine gute Formstabilität der Preßlinge für deren Weiterverarbeitung bei niedrigen Produktionskosten erzielt werden.