(1) Veröffentlichungsnummer:

**0 150 755** A2

12

## **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(21) Anmeldenummer: 85100339.2

1 lnt. Cl.4: B 22 F 9/08

(2) Anmeldetag: 15.01.85

30 Priorität: 25.01.84 DE 3402500

Anmelder: Nyby Uddeholm Powder AB, S-644 00 Torshälla (SE)

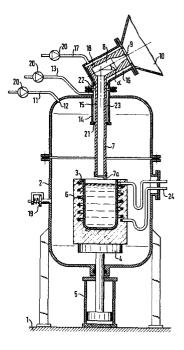
Weröffentlichungstag der Anmeldung: 07.08.85
Patentblatt 85/32

Erfinder: Wentzell, Joseph M., Ty Careg, Remsen New York 134 38 (US)

Benannte Vertragsstaaten: AT BE CH DE FR GB IT LI LU NL SE (4) Vertreter: Popp, Eugen, Dr. et al, MEISSNER, BOLTE & PARTNER Postfach 86 06 24, D-8000 München 86 (DE)

(54) Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung von Metalipulver.

Vorrichtung und Verfahren zur Herstellung von Metallpulver, wobei einer in einem Steigrohr (7) aufsteigenden Metallschmelze Inertgas, insbesondere Argon, zugemischt wird, wodurch Metallschaum gebildet wird, der in einer Pulverisierungskammer (8) ebenfalls mit Inertgas, insbesondere Argon, hohen Druckes beaufschlagt wird unter Ausbildung von Metalltröpfchen. Diese werden durch das in die Pulverisierungskammer (8) eingeblasene Gas aus dieser wieder herausgedrängt in einen Expansionsraum in Form eines Sammelbehälters (10), wobei die Metalltröpfchen unter Ausbildung feinsten Metallpulvers im Durchgang (9) von der Pulverisierungskammer (8) in den Sammelbehälter (10) eine Beschleunigung erfahren.



55 A

5 NYBY UDDEHOLM POWDER AB S-64 400 Torshälla Schweden M/ANR-68-EP
3. Januar 1985

10

20

25

30

#### Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung von Metallpulver

## 15 Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Herstellung von Metallpulver durch Zerstäuben einer Metallschmelze aus einem Steigrohr.

Die Bedeutung von Metallpulver zur Herstellung von Metallgegenständen, insbesondere von Gegenständen komplizierter Form, wird zunehmend größer. Aus diesem Grunde gibt es eine entsprechend große Anzahl von Vorschlägen für ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Herstellung von Metallpulver, wobei die bekannten Lösungen sowohl verfahrenstechnisch als auch vorrichtungsmäßig aufwendig und damit entsprechend teuer sind. Auch ist der Energiebedarf bei den bekannten Verfahren und Vorrichtungen relativ hoch. Insbesondere gewährleisten die bekannten Verfahren und Vorrichtungen keine gleichbleibende Metallpulver-Qualität.

Aus der DE-AS 1 285 098 ist ein Verfahren und eine Vorrichtung der eingangs genannten Art bekannt, und zwar in
erster Linie zur Herstellung von kleinen Metallkügelchen,
wie sie für Kugelschreiber, Kugellager oder dergleichen
benötigt werden. Bei der bekannten Lösung wird ein

- aufrechtes Steigrohr in eine Metallschmelze getaucht und um seine Längsachse in Drehung versetzt. Über am oberen Ende des Steigrohres sich von einem zentralen Steigkanal ausgehend etwa radial nach außen erstreckende Kanäle wird die im Steigrohr bzw. Steigkanal ansteigende Metallschmelze unter Ausbildung von sich verfestigenden Schmelztröpfchen abgeschleudert.
- Der vorliegenden Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren und eine Vorrichtung der eingangs genannten Art zu schaffen, durch das bzw. die mit minimalem konstruktiven, verfahrenstechnischen und Energie-Aufwand Metallpulver höchster gleichbleibender Qualität herstellbar ist.
- Diese Aufgabe wird verfahrensmäßig durch die kennzeichnenden Maßnahmen des Patentanspruches 1 und vorrichtungsmäßig durch die kennzeichnenden Merkmale des Patentanspruches 6 gelöst.
- 20 Erfindungsgemäß ist Ausgang der Herstellung von Metallpulver eine Metall- bzw. Metall-Legierung-Schmelze, wobei der gesamte Herstellungsprozeß in einem abgeschlossenen Raum, vorzugsweise in Inertgas, insbesondere in Argon, stattfindet. Das durch das erfindungsgemäße Verfahren bzw. durch die erfindungsgemäße Vorrichtung hergestellte Metallpulver zeichnet sich durch höchste Homogenität, und zwar sowohl bezüglich der Zusammensetzung, des Gefüges als auch der Form und Größe der Metallpartikel aus.
- Vorzugsweise erfolgt die Vermischung der Metallschmelze mit Gas, vorzugsweise Inertgas, unter Ausbildung eines Metallschaumes, der in einer Pulverisierungskammer durch Beaufschlagung mittels inertem Druckgas in feine, zum Teil noch hohle, Metalltröpfchen "gesprengt" bzw. zerteilt wird.

  Das inerte Druckgas, vorzugsweise Argon, dient gleichzeitig dazu, die Metalltröpfchen aus der Pulverisierungskammer in einen geschlossenen Expansionsraum, nämlich Sammelbehälter, durch ein in Strömungsrichtung vorzugsweise

konvergierendes Mundstück hindurchzupressen, wodurch eine sogenannte sekundäre Zerteilung der Metalltröpfchen in noch feinere, volldichte Partikel erfolgt. Die gegebenenfalls vorhandenen hohlen bzw. ausgehöhlten Metalltröpfchen platzen bei der sekundären Verteilung auf. Im übrigen werden die Metalltröpfchen durch die hohe Beschleunigung im konvergierenden Mundstück regelrecht auseinander gerissen. Im Expansionsraum bzw. Sammelbehälter, in dem ein wesentlich niedrigerer Druck als in der vorgeordneten Pulverisierungskammer herrscht, setzt sich also feinstes volldichtes Metallpulver ab. Aus diesem Metallpulver können Gegenstände höchster Formstabilität hergestellt werden.

Durch die Erfindung ist also auch sichergestellt, daß
keine Metallpartikel mit Hohlräumen entstehen. An dieser
Stelle sei vorsorglich erwähnt, daß der verwendete Begriff
"Metall" auch Metall-Legierungen umfaßt, insbesondere rostfreie Stahllegierungen und Superlegierungen.

Vorteilhafte Weiterbildungen des erfindungsgemäßen Verfah-20 rens und der erfindungsgemäßen Vorrichtung sind in den Verfahrens- und Vorrichtungs-Unteransprüchen beschrieben, auf die ausdrücklich hingewiesen wird. Besonders zu erwähnen wären an dieser Stelle jedoch noch die Maßnahmen nach Anspruch 4 bzw. Anspruch 8. Durch die äußere Druckgas-25 strömung im Bereich des Durchganges von der Pulverisierungskammer zum Expansionsraum bzw. Sammelbehälter erfahren die Metallpartikel eine hohe Beschleunigung ähnlich wie durch das sich konvergierend verengende Mundstück nach Anspruch 7, wobei beide Maßnahmen kombiniert werden kön-30 nen mit dem Vorteil, daß die Beschleunigung im Bereich des erwähnten Durchganges durch die äußere "Beschleunigungsströmung" abhängig von dem gewünschten Grad der sekundären Verteilung variierbar ist. Die äußere Druckgasströmung im Bereich des Durchganges von der Pulverisierungskammer zum 35 Sammelbehälter ist vorzugsweise eine über dem Umfang des Durchganges gleichmäßig starke, etwa wandparallele Strömung. Als Druckgas dient vorzugsweise ebenfalls Inertgas,

1 insbesondere Argon.

Nachstehend wird die Erfindung anhand einer bevorzugten Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung näher beschrieben, die in der anliegenden Zeichnung schematisch dargestellt ist.

In einem allseitig gasdichten, verschlossenen Aufnahmebehälter 2 , der auf einer stabilen Unterlage einsteht, ist ein Schmelztiegel 3 zur Aufnahme einer Metall-bzw. 10 Metall-Legierung-Schmelze angeordnet. Über dem Schmelztiegel 3 befindet sich ein aus dem Aufnahmebehälter 2 herausgeführtes Steigrohr 7. Mittels einer hydraulisch oder hydro-pneumatisch oder auch mechanisch angetriebenen Einrichtung kann der Schmelztiegel 3 innerhalb des Auf-15 nahmebehälters 2 so weit angehoben werden, daß das Steigrohr 7 in die Metallschmelze eintaucht. Die Hubeinrichtung 5 ist mit einem Hubtisch 4 verbunden, auf dem der Schmelztiegel 3 befestigt ist. Am unteren, der Metallschmelze zugewandten Ende ist das Steigrohr 7 mit einer 20 kappenartigen Abdeckung 7a' verschlossen, die beim Eintauchen des Steigrohres 7 in die Metallschmelze zerstört wird. Dem Schmelztiegel 3 ist eine Einrichtung 6 Erzeugung der erforderlichen Schmelzwärme zugeordnet; bei dem dargestellten Ausführungsbeispiel eine Induktionsspule 25 bekannter Bauart, deren elektrische Anschlüsse aus dem Aufnahmebehälter 2 herausgeführt sind (Steckanschluß 21 . In den Aufnahmebehälter 2 mündet eine Gasdruckleitung 11, wobei die Mündungsöffnung mit der Bezugsziffer 12 gekennzeichnet ist. Durch die Gasdruckleitung 11 30 in den Aufnahmebehälter Gas, insbesondere Inertgas, zum Beispiel Argon, einleitbar, unter Ausbildung eines Behälterinnendruckes, der die Metallschmelze im Steigrohr 7 nach oben drückt, wenn dieses in die Metallschmelze eingetaucht ist. Der Gasdruck im Inneren des Aufnahmebehäl-35 ters 2 wirkt auf die freie Oberfläche der Metallschmelze. Um sicherzustellen, daß im Inneren des Aufnahmebehälters kein unzulässig hoher Gasdruck ausgebildet wird,

1 ist der Aufnahmebehälter 2 mit einem Sicherheitsventil
19 versehen.

Das Steigrohr 7 ist durch eine im Deckel des Aufnahmebehälters 2 angeordnete Hülse 14 hindurch aus dem Aufnahmebehälter 2 herausgeführt, wobei der Innendurchmesser der Hülse 14 größer ist als der Außendurchmesser des Steigrohres 7 und der dabei entstehenden Ringraum 23 zwischen Steigrohr 7 und Hülse 14 gegenüber dem Innenraum des Aufnahmebehälters 2 einerseits (Ringdichtung 21) und der äußeren Umgebung andererseits (Ringdichtung 22) abgedichtet ist. In den Ringraum 23 mündet eine Gasdruckleitung 13, durch die in den Ringraum 23 und von diesem durch eine Öffnung 15 im Steigrohr 7 der im Steigrohr ansteigenden Metallschmelze (bei entsprechend hohem Gasdruck im Inneren des Aufnahmebehälters 2) ein Inertgas, vorzugsweise Argon, zumischbar ist, so daß die Metallschmelze das Steigrohr als Metallschaum verläßt. Der Ringraum 23 dient als Gas-Beruhigungszone.

20

5

10

15

Am oberen, bereits außerhalb des Aufnahmebehälters 2 befindlichen Ende des Steigrohres 7 ist eine sogenannte Pulverisierungskammer 8 angeschlossen, in die ebenfalls über eine öffnung 18 Inertgas, nämlich Argon, unter hohem Druck einblasbar ist. Die Pulverisierungskammer 8 ist ähnlich wie 25 der obere Teil des Steigrohres 7 von einem gegenüber der äußeren Umgebung abgedichteten Ringraum 16 umgeben, in den eine Gasdruckleitung 17 mündet. Der Ringraum 16 dient ebenso wie der Ringraum 23 als Gasberuhigungszone. Die Gasdruckleitungen 11, 13 und 17 weisen jeweils Gasdruck-30 Regulierventile 20 auf, so daß der Druck des durch diese Leitungen eingeleiteten Gases individuell aufeinander abgestimmt werden kann. Durch die Einleitung von nichtreaktivem bzw. inertem Druckgas in die Pulverisierungskammer 8 erfolgt eine Zerstäubung bzw. Zerteilung des Metall-35 schaumes in - zu einem geringen Teil mitunter auch hohle -Metalltröpfchen, die noch relativ großvolumig sind. Das in die Pulverisierungskammer 8 eingeleitete Druckgas dient

zugleich dazu, die Metalltröpfchen durch einen sich konvergierend verengenden Durchgang 9 hindurch in einen Expansionsraum, das heißt Raum niedrigen Druckes, nämlich geschlossenen Sammelbehälter 10, unter Ausbildung feinstem volldichten Metallpulvers zu blasen. Von ganz wesentlicher Bedeutung ist die konvergierende Verengung des Durchganges 9 und die dabei erzielte Beschleunigung der Gas-Metalltröpfchen-Strömung von der Pulverisierungskammer 8 in den Sammelbehälter 10. Wie oben ausgeführt worden ist, kann diese Beschleunigung auch durch eine äußere Ringströmung erzielt werden.

Die durch die Beschleunigung im Durchgang 9 verursachten, auf die Metalltröpfchen einwirkenden hohen Beschleunigungskräfte, reißen diese regelrecht auseinander, wodurch extrem feines Metallpulver entsteht.

Bei der dargestellten Ausführungsform ist der sich konvergierend verengende Durchgang 9 in einem Winkel & von etwa 45° gegenüber der Horizontalen schräg nach oben gerichtet. 20 Die Längsachse des Durchganges 9 deckt sich dabei mit der Längsachse der Pulverisierungskammer 8. Der sich konvergierend verengende Durchgang 9 kann als auswechselbares Mundstück ausgebildet sein, so daß abhängig von den gewählten Gasdrücken und der verwendeten Metall-Legierung 25 unterschiedlich stark konvergierende Durchgänge 9 als Einsatz eines entsprechenden Mundstückes gewählt werden können. Erfolgt die Beschleunigung im Durchgang 9 durch die erwähnte äußere Ringströmung, kann der Beschleuniqungsgrad durch entsprechende Einwirkung auf diese Ringströmung 30 verändert werden. Vorzugsweise werden dann beide Maßnahmen angewendet, nämlich eine äußere Ringströmung und ein konvergierendes Mundstück, wodurch ein Auswechseln des Mundstückes bei entsprechender Änderung der äußeren Ringströmung entbehrlich sein kann. 35

Das Mundstück kann auch verschwenkbar angeordnet sein, so daß der optimale Winkel  $\alpha$  individuell einstellbar ist.

Zur Herstellung von Metallpulver mittels der dargestell-1 ten und beschriebenen Vorrichtung wird zunächst der mit Metallschmelze gefüllte Schmelztiegel 3 auf dem Hubtisch 4 innerhalb der Induktionsspule 6 angeordnet. Durch die Induktionsspule 6 wird gewährleistet, daß das Metall im 5 Schmelztiegel 3 im geschmolzenen Zustand verbleibt. Der Aufnahmebehälter 2 wird dann gasdicht abgeschlossen und über die Gasdruckleitung 11 und Öffnung 12 mit Argon gefüllt. Dann wird mittels der Hubeinrichtung 5 der Hubtisch 4 und damit der Schmelztiegel 3 mit der Schmelze 10 so weit angehoben, daß das Steigrohr 7 mit seinem unteren Ende in die Metallschmelze eintaucht, wodurch die Abdeckkappe 7a zerstört wird. Durch den Gasdruck im Inneren des Aufnahmebehälters 2, der auf die freie Oberfläche der Schmelze wirkt, wird diese durch das Steigrohr 7 nach oben 15 gedrückt. Gleichzeitig wird über die Leitung 13, den Ringraum 23 und die Öffnung 15 im oberen Bereich des Steigrohres 7 der aufsteigenden Metallschmelze ein nicht-reaktives Gas, wie Argon, zugemischt, wodurch Metallschaum entsteht. Dieser tritt in die Pulverisierungskammer 8 ein, 20 in die durch die Öffnung 18 ebenfalls Gas unter Druck eingeblasen wird derart, daß eine Zerstäubung bzw. Zerteilung des Metallschaumes in Metalltröpfchen erfolgt. Durch das in die Pulverisierungskammer 8 eingeblasene Gas werden die Metalltröpfchen gleichzeitig durch den sich konver-25 gierend verengenden Durchgang 9 hindurch in einen Sammelbehälter 10 unter Ausbildung feinster volldichter Metallpartikel geblasen. Die gegebenenfalls in der Kammer 8 entstehenden hohlen bzw. ausgehöhlten Metalltröpfchen platzen im Durchgang 9 regelrecht auf und zerfallen in feinste 30 Metallpartikel bedingt durch Partialdruck-Unterschiede innerhalb und außerhalb der Metalltröpfchen-Hohlräume. Der Sammelbehälter 10 ist gegenüber der Umgebung gasdicht verschlossen.

35

Wie bereits dargelegt worden ist, ist der sich konvergierend verengende Durchgang für die Feinzerstäubung von ganz wesentlicher Bedeutung. Durch den konvergierenden Durchgang 1 kann auch der Gasverbrauch erheblich reduziert werden.

Durch den sich konvergierend verengenden Durchgang 9 erfolgt also eine weitere bzw. sekundäre Zerteilung der in der Pulverisierungskammer 8 ausgebildeten Metalltröpfchen, und zwar aufgrund der Beschleunigung und Beschleunigungskräfte, die auf die Metalltröpfchen im Durchgang 9 einwirken. Dadurch entstehen im Bereich des sich konvergierend verengenden Durchganges 9 auch die erwähnten Partialdruck-Unterschiede, die ein Aufplatzen von gegebenenfalls vorhandenen hohlen Metalltröpfchen sowie eine weitere Zerkleinerung desselben bewirken. Dieser Effekt wird zudem bei vergleichsweise geringem Gasverbrauch erzielt. Durch die Konvergenz des Durchganges 9 werden der Druck in der Pulverisierungskammer 8 sowie die Beschleunigung der Metalltröpfchen und die dadurch bedingten Aufbrechkräfte bestimmt, wobei der Konvergenzgrad von dem zu pulverisierenden Metall (Metall-Legierung) und der gewünschten Partikelgröße abhängt.

20

5

10

15

25

5 NYBY UDDEHOLM POWDER AB
S-64 400 Torshälla
Schweden

M/ANR-68-EP

3. Januar 1985

10

15

25

30

35

#### Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung von Metallpulver

4 2

# Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Metallpulver durch Zer-

gekennzeichnet durch folgende Verfahrensschritte:

stäuben einer Metallschmelze aus einem Steigrohr,

- a) Vermischen der Metallschmelze mit Gas, vorzugsweise Inertgas,
- b) Beaufschlagen der mit Gas versetztem Metallschmelze mit einem - vorzugsweise inertem - Druckgas unter Ausbildung von - zum Teil hohlen - Metalltröpfchen, wobei das Druckgas zugleich dazu dient,
- c) die Metalltröpfchen unter Ausbildung feinsten, volldichten Metallpulvers unter erhöhter Geschwindigkeit bzw. beschleunigt in einen Expansionsraum zu blasen.
- 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Metallschmelze unter Ausbildung eines Metallschaumes mit Gas, insbesondere Inertgas, vorzugsweise Argon, vermischt wird.

- 3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Metalltröpfchen unter Ausbildung feinsten Metallpulvers durch einen sich konvergierend verengenden Durchgang hindurch in einen Expansionsraum geblasen werden.
  - 4. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Metalltröpfchen unter Ausbildung feinsten Metallpulvers durch eine äußere, in den Expansionsraum gerichtete Druckgasströmung beschleunigt werden.
  - 5. Verfahren nach Anspruch 3 oder 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Metalltröpfchen unter Ausbildung feinsten Metallpulvers in einem Winkel von etwa 10 bis 80°, insbesondere etwa 40 bis 50°, gegenüber der Horizontalen schräg nach oben gerichtet in den Expansionsraum geblasen werden.
- 6. Vorrichtung zur Herstellung von Metallpulver, insbeson-20 dere zur Durchführung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 5,
  - qekennzeichnet durch

10

15

30

- a) einen einen Schmelztiegel (3) umschließenden Aufnahmebehälter (2);
- b) ein über dem Schmelztiegel (3) angeordnetes und aus dem Aufnahmeraum (2) herausgeführtes Steigrohr (7);
  - c) eine Einrichtung (5) zum Anheben des Schmelztiegels (3) innerhalb des Aufnahmebehälters (2) und/oder zum Absenken des Steigrohres (7) derart, daß dieses in die Metallschmelze eintauchbar ist;
  - d) eine in den Aufnahmebehälter (2) mündende Gasdruckleitung (11, 12), durch die nicht-reaktives bzw. inertes Gas in den Aufnahmebehälter (2) einleitbar ist unter Ausbildung eines Behälterinnendruckes, der die Metallschmelze bei eingetauchtem Steigrohr (7) in diesem nach oben drückt;
  - e) eine in das Steigrohr (7) mündende Gasdruckleitung (13, 14, 15), durch die der im Steigrohr (7)

5

- ansteigenden Metallschmelze ein inertes Gas, vorzugsweise Argon, zumischbar ist, insbesondere unter Ausbildung von Metallschaum;
  - f) eine in das obere Ende des Steigrohres (7) angeschlossene Pulverisierungskammer (8), in die ebenfalls eine Gasdruckleitung (17, 18) mündet, durch die Gas, vorzugsweise Inertgas, unter hohem Druck einblasbar ist; und
- g) einen in die Pulverisierungskammer (8) angeschlossenen Sammelbehälter (10), wobei der Durchgang (9) von
  der Pulverisierungskammer (8) zum Sammelbehälter (10)
  Mittel zur Beschleunigung der Metallpartikel aufweist.
- 7. Vorrichtung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß der Durchgang (9) von der Pulverisierungskammer (8) zum Sammelbehälter (10) konvergierend ausgebildet ist.
- 8. Vorrichtung nach Anspruch 6 oder 7, dadurch gekennzeichnet, daß in den Durchgang (9) von der Pulverisierungskammer (8) zum Sammelbehälter (10) über den Umfang des Durchgangs (9) etwa gleichmäßig verteilt angeordnete Öffnungen münden, durch die eine zum Sammelbehälter (10) gerichtete Druckerströmung zur Beschleunigung der Metallpartikel im Durchgang (9) blasbar ist.
  - 9. Vorrichtung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß am unteren, der Metallschmelze zugewandten Ende des Steigrohres (7) eine durch die Metallschmelze zerstörbare Abdeckung (Kappe 7a) angeordnet ist.
- 10. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 6 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß der Durchgang (9) von der Pulverisierungskammer (8) zum Sammelbehälter (10) etwa 10 bis 80°, insbesondere etwa 40 bis 50°, gegenüber der Horizontalen schräg nach oben gerichtet ist.

- 1 11. Vorrichtung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Gasdruckleitungen (11; 13; 17) jeweils Gasdruck-Regulierventile (20) aufweisen.
- 5 12. Vorrichtung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß der Aufnahmebehälter (2) ein Überdruckventil (19) oder dergleichen aufweist.

10

15

20

25

30

