



Europäisches Patentamt

(19)

European Patent Office

Office européen des brevets

(11) Veröffentlichungsnummer:

0 167 914

A1

(12)

## EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: 85107797.4

(51) Int. Cl.: B 22 F 9/08

(22) Anmeldetag: 24.06.85

(30) Priorität: 27.06.84 DE 3423597

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
15.01.86 Patentblatt 86/3

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
AT BE CH DE FR GB IT LI LU NL SE

(71) Anmelder: Leybold-Heraeus GmbH  
Bonner Strasse 498 Postfach 51 07 60  
D-5000 Köln 51(DE)

(72) Erfinder: Amlinger, Heinrich  
Johann-Schmidt-Strasse 12  
D-6361 Niddatal 2(DE)

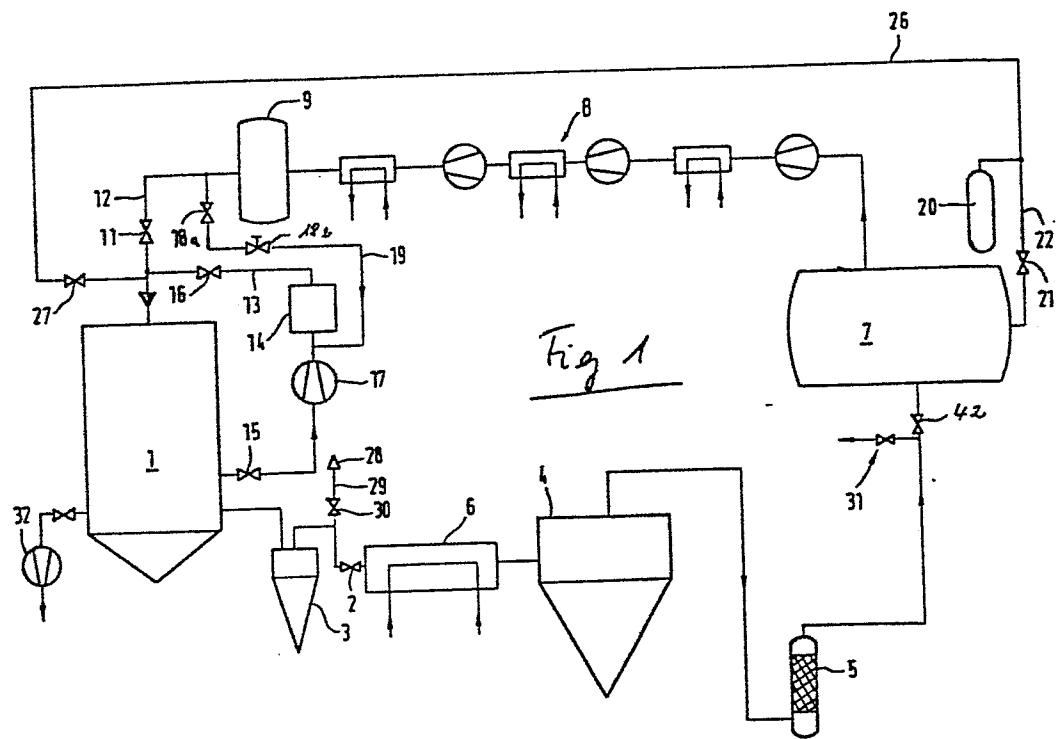
(74) Vertreter: Leineweber, Jürgen  
Am Heidstamm 78a  
D-5000 Köln 40(DE)

### (54) Anlage zur Metallpulver-Herstellung durch Edelgas- oder Stickstoffverdüsung.

(57) Um bei einer Anlage zur Metallpulver-Herstellung durch Edelgas- oder Stickstoffverdüsung mit einem Verdüstungsturm (1), einem Gas-Recyclingsystem und einer Gasreinigungseinrichtung (14) kürzere Inbetriebnahmezeiten ohne Erhöhung des Aufwandes für die Gasreinigung zu erzielen, wird vorgeschlagen, die Gasreinigungseinrichtung parallel zum Verdüstungsturm (1) anzubringen.

PATENTANMELDUNG

/...



5 LEYBOLD-HERAEUS GMBH  
Köln-Bayental

Anlage zur Metallpulver-Herstellung durch Edelgas- oder  
Stickstoffverdüsung

- 10 Die Erfindung bezieht sich auf eine Anlage zur Metallpulver-Herstellung durch Gasverdüsung mit einem Verdüsungsturm, einem Gas-Recyclingsystem und einer Gasreinigungseinrichtung.
- 15 Üblicherweise werden nach dem Prinzip der Gasverdüsung arbeitende Metallpulver-Erzeugungsanlagen ohne Gasrückführungssystem betrieben. Der wesentliche Grund dafür ist die Auffassung, daß die Reinigung des im Kreislauf geführten Gases von dampf- und/oder gasförmigen Verunreinigungen sowie von mitgeführten Metallpulverteilchen schwierig durchführbar ist und hohe Investitionskosten erfordert.
- 20 Da die Metallverdüsung insbesondere für die Herstellung von Superlegierungen für Flugtriebwerksteile angewendet wird und jede chemische und mechanische Verunreinigung im Gas zu erheblichen Qualitätseinbußen dieser Teile führt, verzichtet man in der Regel auf das Gas-Recycling und nimmt höhere Gaskosten bei der Produktion des Pulvers in Kauf.
- 25
- 30 Bei einer bereits vorgeschlagenen Anlage zur Metallpulverherstellung durch Gasverdüsung mit einem Gas-Recycling-system ist es bekannt, daß den Verdüsungsturm verlassende Gas zunächst in mehreren Filtern von mechanischen Verunreinigungen zu befreien, danach im Teilstrom über eine Reinigungseinrichtung zu führen und das dadurch von gasförmigen Verunreinigungen befreite Gas unter erhöhtem Druck dem Verdüsungsturm wieder zuzuführen. Nachteilig an der vorbe-kannten Anlage ist, daß es nach jeder Öffnung des

- 5 Gaskreislaufs, insbesondere des Verdüsungsturmes selbst (z. B. nach jeder Charge), relativ lange dauert, bis das zwecks Reinigung im Kreislauf geführte Gas wieder die notwendige Reinheit hat, die für den Beginn mit der nächsten Verdüsungscharge erforderlich ist. Es wäre denkbar, die
- 10 Inbetriebnahmezeit dadurch zu verkürzen, daß die Gasreinigungsanlage nicht im Teilstrom, sondern im Vollstrom betrieben wird. Das würde aber eine wesentliche Vergrößerung des ohnehin schon komplizierten Gasreinigungssystems und damit eine weitere Erhöhung der Investitionskosten erfordern.
- 15
- Der vorliegenden Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, eine Anlage der eingangs genannten Art derart zu verbessern, daß kürzere Inbetriebnahmezeiten ohne Erhöhung des Aufwandes für die Gasreinigung möglich sind.
- 20
- Erfindungsgemäß wird diese Aufgabe dadurch gelöst, daß die Gasreinigungseinrichtung parallel zum Verdüsungsturm geschaltet ist. Diese Maßnahme ermöglicht es, zumindest dann, wenn nur der Verdüsungsturm geöffnet worden ist, die
- 25 nach seinem Schließen darin enthaltenen Gase unabhängig vom Recyclingsystem über die Reinigungseinrichtung im Kreislauf zu führen und dadurch sehr schnell zu reinigen. Das Recyclingsystem selbst ist durch Ventile vor dem Eindringen von störenden Gasen geschützt, so daß unmittelbar
- 30 nach der Reinigung des im Turm vorhandenen Gases der Betrieb der Metallverdüsung wieder aufgenommen werden kann.
- 35 Zweckmäßigerweise sind dem Verdüsungsturm Mittel zum Evakuieren und/oder Spülen mit Gas zugeordnet. Dadurch kann vor dem eigentlichen Reinigungskreislauf der Hauptanteil der Verunreinigungen durch Evakuieren oder Spülen entfernt werden mit der vorteilhaften Folge, daß aufwendige Reinigungseinrichtungen mit großer Kapazität nicht mehr erforderlich sind.

5 Je nach Art des verwendeten Gases (Argon, Helium, Stickstoff) kann die Gasreinigung durch Gettern (z. B. in einem Titanadsorber) durch Chemiesorption (in einem Cu-Bett) oder dergleichen erfolgen.

10 Einzelheiten der Erfindung sollen anhand von in den Figuren 1 und 2 schematisch dargestellten Ausführungsbeispielen erläutert werden.

15 Bei den dargestellten Ausführungsbeispielen findet die Metallverdüsung in dem mit 1 bezeichneten Turm statt. Das flüssige Metall wird mit dem auf hohen Druck (zwischen 8 und 160 bar) gebrachten Gas in den Turm 1 von oben eingesprüh. Die Schmelzwärme des Metalls wird dabei an das Gas abgegeben. Einzelheiten der Zufuhr des flüssigen Metalls und des Austrags des Metallpulvers sind nicht dargestellt.

20 Das heiße und mit Metallstaub beladene, den Turm 1 verlassende Gas strömt in ein Filtersystem, das aus zwei Zyklen 3 und 4 sowie einem Feinfilter 5 besteht. Hinter dem ersten Zyklon 3 sind sowohl das Ventil 2 als auch ein Gaskühler 6 angeordnet. Über einen als Pulsationsdämpfer wirkenden Tank 7, einen mehrstufigen, jeweils zwischengekühlten Kompressor 8, einen weiteren als Pulsationsdämpfer wirkenden Tank 9 und die mit dem Ventil 11 ausgerüstete Leitung 12 gelangt das Gas wieder in den Verdüsingsturm.

35 In einem parallel zum Verdüsingsturm 1 geschalteten Leitungszweig 13 befindet sich die allgemein als Block dargestellte Gasreinigungseinrichtung 14. Diese kann als Titan-Ofen bzw. -Adsorber oder als Cu-Adsorber mit Molekularsieb-Filter ausgebildet sein. Im Leitungszweig 13 sind weiterhin die Ventile 15 und 16 sowie das Fördergebläse 17 angeordnet. Die Leitung 13 ist mit ihrem einen

Ende (Ventil 15) am unteren Teil des Turmes 1 (Fig. 1) bzw. an den Leitungsabschnitt zwischen Zyklon 3 und Ventil 2 5 (Fig. 2) angeschlossen und mündet in die Zuführungsleitung 12, so daß das Gas im Kreislauf durch den Turm und die Reinigungseinrichtung 14 geführt werden kann. Schließlich ist noch eine mit dem Ventil 18 ausgerüstete Verbindungsleitung 19 vorgesehen, die die Leitung 12 mit der 10 Leitung 13 verbindet, und zwar derart, daß sie zwischen dem Gebläse 17 und der Gasreinigungseinrichtung 14 in den Leitungszweig 13 mündet.

Mit 20 ist noch ein Gas-Vorratsbehälter bezeichnet, der 15 über die mit dem Ventil 21 ausgerüstete Leitung 22 mit dem Tank 7 verbunden ist. Vom Vorratsbehälter 20 führt eine weitere Leitung 26 mit einem Ventil 27 zum Turm 1, über die dem Turm 1 Spülgase zugeführt werden. Der Spülgasaustritt 28 ist dem Zyklon 3 nachgeordnet und umfaßt den vor dem 20 Ventil 2 angeordneten Leitungsabschnitt 29 mit dem Ventil 30. Schließlich ist vor dem Tank 7 noch das Ventil 42 angeordnet.

Vor der Inbetriebnahme wird die gesamte Anlage bei geschlossenen Ventilen 15, 16, 18, 27, 30 und 42 mit Gas aus dem Behälter 20 geflutet und gespült, und zwar über Tank 7, Kompressor 8, Leitung 12, Turm 1 sowie Abscheider 3, 4 und 5. Diesem Schritt kann eine Evakuierung z. B. des Turmes 1 vorhergehen, um den Inbetriebnahmeprozeß abzukürzen. Der Recycling-Spülgas-Austritt ist allgemein mit 31 bezeichnet. Danach werden das Ventil 11 geschlossen und die Ventile 16 und 18 geöffnet, so daß das im Kreislauf über den Kompressor 8 strömende Gas über den Zweig 19 und die Reinigungseinrichtung 14 strömt und dabei von den restlichen Verunreinigungen befreit wird. Dieser Betrieb kann auch im Teilstrom erfolgen; das bedeutet, daß den Ventilen 11 und 18 noch ein Dosierventil zugeordnet ist, um beim Öffnen von Ventil 11 und 18 einen Teilstrombetrieb der Gasreinigung zu ermöglichen.

Als besonders zweckmäßig hat sich ein Titanofen als Reinigungseinrichtung 14 erwiesen. Er enthält auf 700 bis 5 1000°C erhitztes Titan, mit dem die gründliche Entfernung des besonders schädlichen Sauerstoffs und Stickstoffs bei Ar als Inertgas erfolgen kann. Hat das Gas den notwendigen Reinheitsgrad, dann werden die Ventile 16 und 18 wieder geschlossen und das Ventil 11 geöffnet. Mit der Metall-10 verdüsing kann nun begonnen werden.

In der Regel ist es nach den verschiedenen Verdüsungs-chargeen erforderlich, nur den Turm zu öffnen, In dieser Zeit sind die Ventile 2, 11, 15, 16 und 27 geschlossen, 15 so daß Luft oder andere Gasverunreinigungen nicht in den Gaskreislauf eindringen können. Nach dem Schließen des Turms werden zunächst nur die Ventile 15 und 16 geöffnet und das im Turm enthaltene Gas mit Hilfe des Gebläses 17 über die Reinigungseinrichtung 14 im Kreislauf geführt. 20 Vorher ist es zweckmäßig, den Verdüsungsturm selbst mit Inertgas zu fluten. Vorteilhaft ist es, den Turm 7 vorab zu evakuieren (Vakuumpumpe 32) und anschließend mit Inertgas zu fluten, so daß dadurch bereits ein großer Teil der Verunreinigungen entfernt wird. Das kann über die 25 Leitung 26 (bei geschlossenen Ventilen 2, 11 und 16 und geöffnetem Ventil 27) oder mit Hilfe eines dem Turm selbst zugeordneten, dem Behälter 20 ähnlichen Gas-Vorratsbehälter geschehen. Dabei wird der Spülgasaustritt 28, 30 verwendet. 30 Das Ausführungsbeispiel nach Fig. 2 unterscheidet sich in mehreren Punkten vom Ausführungsbeispiel nach Fig. 1. Zunächst ist die dem Turm parallel geschaltete Leitung 13 mit der Gasreinigungseinrichtung 14 nicht unmittelbar am unteren Bereich des Turmes 1, sondern zwischen dem 35 Zyklon 3 und dem Ventil 2 angeschlossen. Zusätzlich ist in der Leitung 13 ein Feinfilter 33 angeordnet. Insgesamt wird dadurch die Reinigungseinrichtung 14 wesentlich von mechanischen Verunreinigungen entlastet.

- Ein weiterer Unterschied besteht darin, daß dem mehrstufigen Kompressor 8 eine Bypass-Leitung 34 mit dem Ventil 35 zugeordnet ist. Dieser Bypass dient dazu, einen zu hohen Druckanstieg im Tank 9 zu verhindern. Mit Hilfe des Meßinstrumentes 36 wird der Druck überwacht. Übersteigt er einen zulässigen Wert, dann öffnet das Ventil 35.
- 10 Weiterhin ist beim Ausführungsbeispiel nach Fig. 2 die Leitung 13 zwischen Reinigungseinrichtung 14 und Ventil 16 über die Leitung 37 mit dem Ventil 38 unmittelbar mit dem Tank 7 verbunden. Dieser Leitungszweig ermöglicht den folgenden Teil-Reinigungskreislauf: Tank 7, Kompressor 8, 15 Leitungsabschnitt 19, Reinigungseinrichtung 14, Leitungsabschnitt 37. Zusätzlich muß für diesen Fall das Ventil 39 in der Leitung 13 zwischen dem Gebläse 17 und der Mündung 19 in die Leitung 13 vorgesehen sein. Es kann als Rückschlagklappe ausgebildet sein. Der beschriebene Teil- 20 Reinigungskreislauf ist für die Inbetriebnahme zweckmäßig und auch nach einer Öffnung des Systems.

Ein weiterer Unterschied besteht darin, daß dem Tank 7 ein vorzugsweise als Schraubenkompressor oder Rootsgebläse ausgebildeter Kompressor 23 einer Kühleinrichtung 24 zur Verhinderung einer starken Erwärmung der Gase vorgelagert ist. Diese Einrichtung ist dann zweckmäßig, wenn die Metallverdüsung und damit auch der Gasanfall diskontinuierlich erfolgen. Der Tank 7 dient in diesem Fall als Gasspeicher. Ein weiterer Vorteil dieser Lösung liegt darin, daß der Kompressor 8 wesentlich kleiner dimensioniert sein kann. Dem Kompressor 23 und der Kühleinrichtung 24 ist wieder ein Bypass (Leitung 40, Ventil 41, Druckmeßeinrichtung 43) zugeordnet, mit dem ein zu hoher Druckanstieg im Tank 7 verhindert wird.

35 Schließlich ist noch ein Leitungsabschnitt 44 mit dem Ventil 45 vorgesehen, der den Ausgang der Vakuumpumpe 32 mit dem Tank 7 verbindet, und zwar entweder über den Kompressor 23 und seine Kühleinrichtung 24

(diskontinuierlicher Betrieb) oder direkt über die gestrichelt dargestellte Leitung 46 (kontinuierlicher Betrieb).

5 Über diese Leitung 44 kann aus dem Turm 1 abgepumptes Inertgas (vorzugsweise Argon) zurückgewonnen werden. Während dieses Zurückgewinnungsprozesses ist der zur Atmosphäre hin führende Ausgang der Vakuumpumpe 32 mit Hilfe des Ventils 47 geschlossen.

10

Die vorliegende Erfindung ermöglicht das Recycling des Verdüngungsgases und verbessert die Qualität des produzierten Metallpulvers bei relativ niedrigen Investitionskosten.

Die besondere Zuordnung der Gasreinigungseinrichtung zum

15 Verdüngungsturm verkürzt die Inbetriebnahmezeiten zwischen den einzelnen Chargen und ermöglicht erst das Gasrecycling.

Beim Ausführungsbeispiel nach Fig. 2 ist der Tank 9 noch mit einem in die Atmosphäre führenden Anschluß mit einem

20 Ventil 48 ausgerüstet. Auch dieser Auslaß kann im Falle des Spülens eines Teiles des Recycling-Kreislaufs als Auslaß verwendet werden, und zwar Tank 7, Kompressor 8 und Tank 9.

25

30

35

5

Anlage zur Metallpulver-Herstellung durch Edelgas- oder  
Stickstoffverdüsung

10 ANSPRÜCHE

1. Anlage zur Metallpulver-Herstellung durch Edelgas- oder  
Stickstoffverdüsung mit einem Verdüsungsturm, einem  
Gas-Recyclingsystem und einer Gasreinigungseinrichtung,  
dadurch gekennzeichnet, daß die  
Gasreinigungseinrichtung (14) parallel zum Verdüsungs-  
turm (1) geschaltet ist.
2. Anlage nach Anspruch 1, dadurch gekenn-  
zeichnet, daß dem Verdüsungsturm (1) Mittel  
zum Evakuieren und/oder Spülen mit Edelgas oder Stickstoff  
zugeordnet sind.
3. Anlage nach Anspruch 1 oder 2, dadurch  
gekennzeichnet, daß die Gasreinigungs-  
einrichtung (14) als Titanadsorber oder Cu-Bett  
(Chemiesorption) mit Molekularsieb-Adsorber ausgebildet  
ist.
4. Anlage nach einem der vorhergehenden Ansprüche,  
dadurch gekennzeichnet, daß die  
Gasreinigungseinrichtung (14) gemeinsam mit einem  
Fördergebläse (17) in einem parallel zum Verdüsungs-  
turm geschalteten Leitungszweig (13) angeordnet ist.
- 35 5. Anlage nach einem der vorhergehenden Ansprüche,  
dadurch gekennzeichnet, daß die  
den Turm (1) mit Gas versorgende Zuführungsleitung (12)

5 über eine mit einem Ventil (18) ausgerüstete Verbindungsleitung (19) mit dem Leitungszweig (13) derart verbunden ist, daß die Verbindungsleitung (19) zwischen dem Gebläse (17) und der Reinigungseinrichtung (14) mündet.

10

6. Anlage nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der Gasreinigungseinrichtung (14) ein Zyklonabscheider (3) vorgeschaltet ist.

15

7. Anlage nach einem der vorhergehenden Ansprüche, bei der der Recycling-Kreislauf nacheinander Einrichtungen (3, 4, 5) zur Abscheidung mechanischer Verunreinigungen, einen Tank (7) und einen Kompressor (8) umfaßt, dadurch gekennzeichnet, daß dem Tank (7) ein weiterer, vorzugsweise als Rootsgebläse ausgebildeter Kompressor (23) vorgeschaltet ist.

25

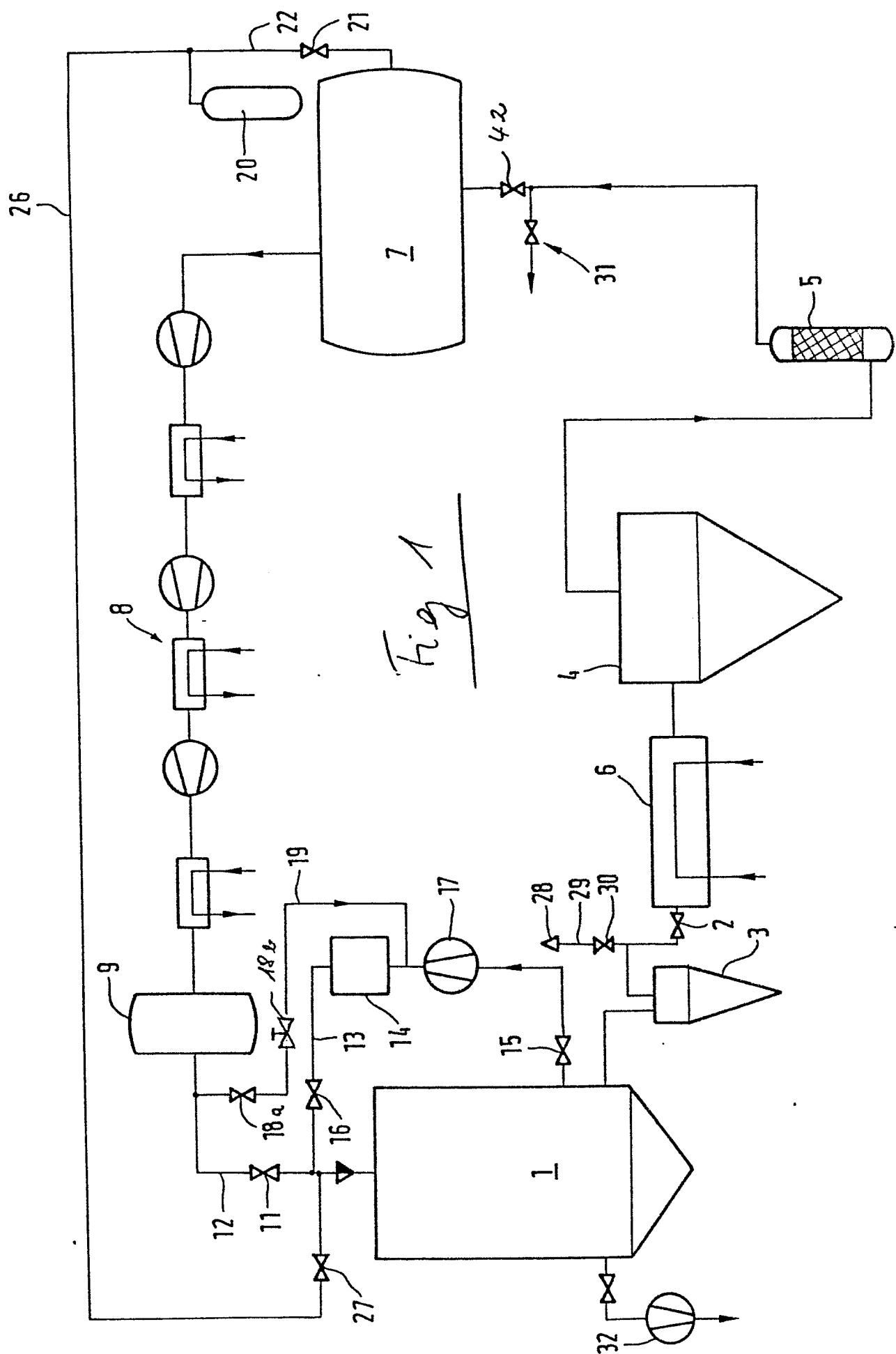
8. Anlage nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß den Kompressoren (8 und 23) jeweils ein Tank (9 bzw. 7) nachgeschaltet und jeweils ein Bypass (34 bzw. 40) zugeordnet ist.

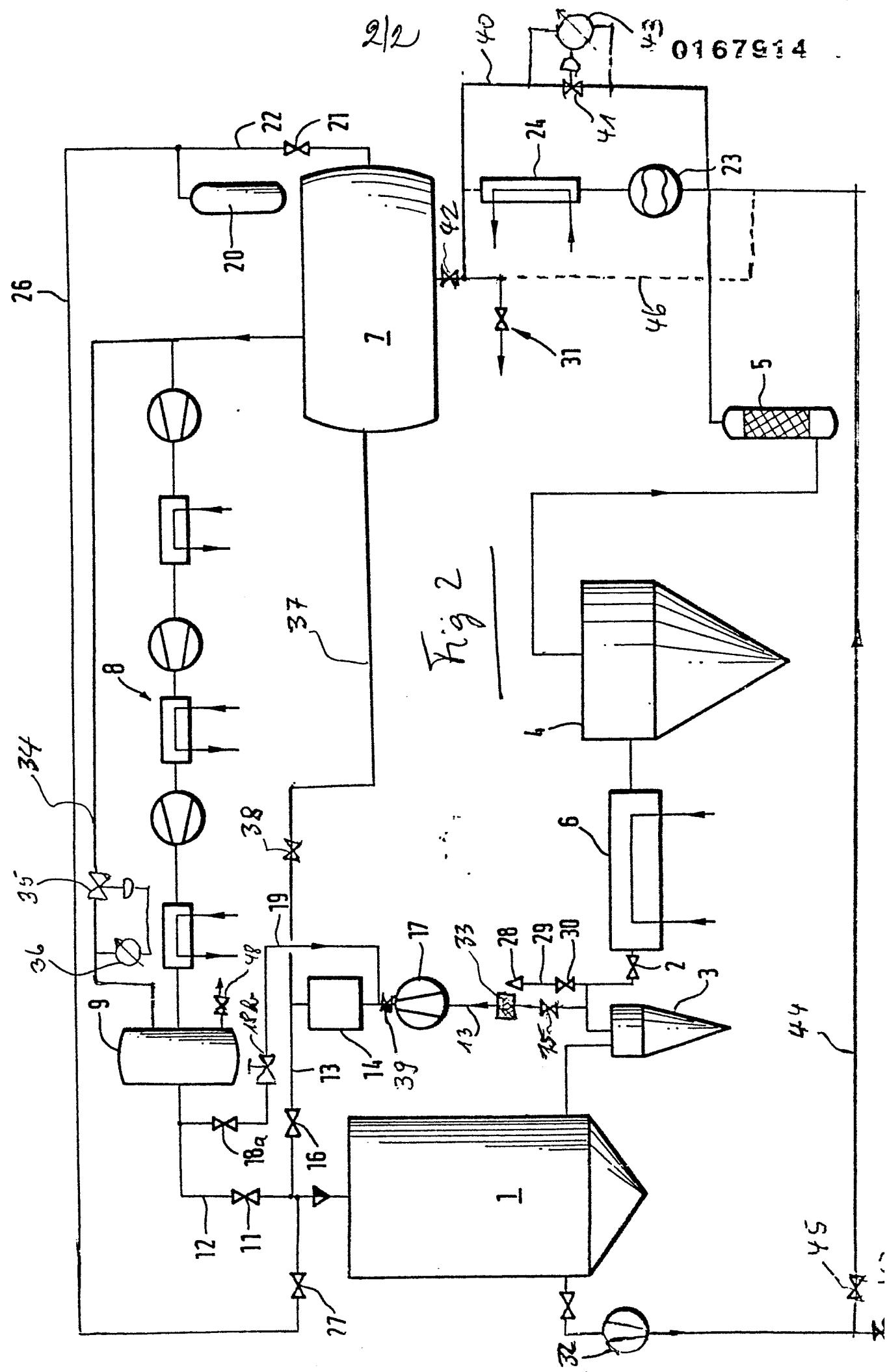
30

9. Anlage nach Anspruch 7 oder 8, dadurch gekennzeichnet, daß eine den Ausgang der Reinigungseinrichtung (14) mit dem Tank (7) verbindende Leitung (37) mit einem Ventil (38) vorgesehen ist, die eine Teilreinigung des Recycling-Kreislaufs über den Kompressor (8), Tank (9), Leitung (19), Reinigungseinrichtung (14) und Tank (7) erlaubt.

35

10. Anlage nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß an den Turm (1) eine Vakuumpumpe (32) angeschlossen ist, deren Ausgang zur Rückgewinnung abgesaugten Inertgases über eine Leitung (44) mit dem Recycling-Kreislauf verbindbar ist.







| EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE  |   |  |  |
|---|---|--|--|
| Kategorie   | Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile | Betreff<br>Anspruch  | KLASSIFIKATION DER<br>ANMELDUNG (Int. Cl. 4) |
| A   | FR-A-2 366 077 (CREUSOT-LOIRE)<br>* Seite 2, Zeilen 32-39 *                         | 1  | B 22 F 9/08                                  |
| A   | ---   |  |  |
| A   | US-A-2 787 534 (H.A. GOLWYNNE)<br>* Spalte 6, Zeile 29 - Spalte 7,<br>Zeile 44 *    | 2-5  |  |
| A   | ---   |  |  |
| A   | US-A-4 343 750 (P.R. HOLIDAY)<br>* Spalte 4, Zeile 37 - Spalte 5,<br>Zeile 5 *      | 10   |  |
|   | -----   |  |  |
|   |   |  | RECHERCHIERTE<br>SACHGEBiete (Int. Cl. 4)    |
|   |   |  | B 22 F 9/08                                  |
| <p>Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt.</p>   |   |  |  |
| Recherchenort<br>DEN HAAG   | Abschlußdatum der Recherche<br>04-10-1985   | Prüfer<br>SCHRUERS H. J.   |  |
| <b>KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTEN</b><br>X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet<br>Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie<br>A : technologischer Hintergrund<br>O : nichtschriftliche Offenbarung<br>P : Zwischenliteratur<br>T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze |   | E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist<br>D : in der Anmeldung angeführtes Dokument<br>L : aus andern Gründen angeführtes Dokument<br><br>& : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument |  |
| EPA Form 1503 03 82   |   |  |  |