(19) Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11) Veröffentlichungsnummer: **0 209 179**
A1

(12) EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: **86201163.2**

(22) Anmeldetag: **02.07.86**

(51) Int. Cl.⁴: **B 22 F 9/04**, B 02 C 17/14

(30) Priorität: **13.07.85 DE 3525056**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung: **21.01.87**
Patentblatt 87/4

(84) Benannte Vertragsstaaten: **CH DE FR GB IT LI SE**

(71) Anmelder: **METALLGESELLSCHAFT AG,**
Reuterweg 14 Postfach 3724, D-6000 Frankfurt/M.1 (DE)

(72) Erfinder: **Rühle, Manfred, Dr., Münchener Strasse 19,**
D-6053 Obertshausen (DE)
Erfinder: **Winclerz, Peter, Prof. Dr.,**
Hohenwaldstrasse 29, D-6374 Steinbach (Taunus) (DE)

(74) Vertreter: **Rieger, Harald, Dr., Reuterweg 14,**
D-6000 Frankfurt am Main (DE)

(54) Verfahren zur Herstellung eines mechanisch legierten Verbundpulvers.

(57) Bei einem Verfahren zur Herstellung mechanisch legierter Verbundpulver werden wenigstens ein metallisches Pulver mit wenigstens einem nichtmetallischen Pulver in einer Trommelmühle mit hoher Energieeinbringung vermahlen.

Zur Erzielung reproduzierbarer mechanisch-technologischer Eigenschaften ist vorgesehen, die Vermahlung der Pulver in einer Zentrifugalmühle mit zylinderförmiger Mahltrommel, die um ihre Achse und gleichzeitig auf einem Rotationskreis mit konstantem Drehverhältnis um eine feststehende und zu der Trommelachse parallelen Rotationsachse rotiert, durchzuführen.

EP 0 209 179 A1

0 209 179

METALLGESELLSCHAFT AG
Reuterweg 14

6000 Frankfurt/Main

12. Juli 1985
DRQ/USCW (2233 P)

Prov. Nr. 9347 M

Verfahren zur Herstellung eines mechanisch legierten Verbundpulvers

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines mechanisch legierten Verbundpulvers durch Vermahlen von wenigstens einem metallischen Pulver mit wenigstens einem nichtmetallischen Pulver oder von metallischen Pulvern, deren Komponenten im flüssigen Zustand unvollkommen bzw. gar nicht ineinander löslich sind, in einer Trommelmühle mit hoher Energieeinbringung in das Mahlgut, ggf. unter Steuerung der atmosphärischen und/oder Temperatur-Bedingungen.

Das Verfahren des mechanischen Legierens erlaubt die Herstellung von Verbundpulvern, die aus einer Dispersion feinster metallischer oder nichtmetallischer Teilchen mit niedrigem Teilchenabstand in einer metallischen Grundmasse bestehen. Das Verfahren wird zur Herstellung solcher Legierungen benutzt, deren Komponenten im schmelzflüssigen Zustand nicht hinreichend ineinander löslich sind und/oder die bei der Erstarrung einem unerwünschten Ausseigern unterliegen. Beim mechanischen Legieren werden metallische Pulver und ein oder mehrere Bestandteile, wie z.B. hochschmelzendes Oxidpulver oder ein anderes Metallpulver in einer Trommelmühle mit hoher Energieeinbringung vermahlen.

Dabei werden die Pulverteilchen von den Mahlkörpern zu dünnen Folien ausgewalzt und/oder zerkleinert und gleichzeitig die dünnen Folien immer wieder miteinander verschweißt. Wegen der hohen energetischen Bedingungen stellt sich sehr schnell ein Gleichgewicht zwischen Verschweißen der Pulverteilchen und Zerkleinern ein, so daß im allgemeinen ein Verbundpulver gleichmäßiger Korngröße und sehr homogener Dispersion erzielt wird. Während der Vermahlung entstehen Verbundpulverteilchen identischer Zusammensetzung mit einem meist schichtenförmigen Aufbau, wobei die Dicke der einzelnen Schichten mit zunehmender Vermahlungsdauer immer mehr ab- und die Anzahl der Schichten je Pulverteilchen immer mehr zunimmt. Durch mechanisches Legieren lassen sich nicht nur duktile Metalle miteinander legieren, sondern auch spröde und/oder nicht-metallische Komponenten in einer feinen Verteilung in eine metallische Matrix einbringen. Die Vermahlung erfolgt in konventionellen Kugelmühlen oder in Attritoren, ggf. unter Steuerung der atmosphärischen und/oder der Temperatur-Bedingungen. Um die gewünschte Homogenisierung des legierten Verbundpulvers zu erzielen, wird bei Einsatz einer Kugelmühle eine vergleichsweise sehr viel längere Behandlungsdauer als bei Einsatz eines Attritors benötigt. Beiden Mahlaggregaten ist jedoch gemein, daß es praktisch unmöglich ist, die mechanisch-technologischen Eigenschaften der mechanisch legierten Verbundpulverteilchen zu reproduzieren. Darüber hinaus unterliegen die Bauteile der genannten Mahlaggregate einem nicht unbeachtlichen Verschleiß.

Es ist die Aufgabe der vorliegenden Erfindung, einen Weg zu zeigen, der die Herstellung mechanisch legierter Verbundpulver in reproduzierbarer Art und Weise ermöglicht, mit dem eine kürzere Behandlungsdauer der Pulver bis zum Erreichen der gleichmäßigen Zusammensetzung des Verbundpulvers erreicht werden kann und durch den sich eine deutliche

Senkung des Verschleisses der Bauteile der Mühle und der Mahlkörper erzielen läßt.

Die Lösung dieser Aufgabe besteht in der Verwendung einer Zentrifugalmühle mit zylinderförmiger Mahltrommel, die um ihre eigene Achse rotiert und gleichzeitig auf einem Rotationskreis mit konstantem Drehverhältnis um eine feststehende und zu der Achse der Mahltrommel parallele Rotationsachse rotiert und mit einem Antriebsmechanismus für die Rotation der Mahltrommel um die Trommelachse und für die Rotation auf dem Rotationskreis der Achse der Mahltrommel versehen ist.

Das Rotationszentrum liegt innerhalb des Mahlgefäßquerschnittes. Das Mahlgefäß selbst führt keine Rotationsbewegung um die eigene Achse aus.

Eine solche keine kritische Drehzahl besitzende aus der DE-OS 26 31 826 bekannte Zentrifugalmühle nutzt im Gegensatz zu den vorstehend zum Stand der Technik beschriebenen Mühlen das bis zu 30-fache der Erdbeschleunigung für die Mahlung aus. Dies führt zu einer wesentlich höheren Energiedichte in der Mühle und damit zu einer wesentlich kleineren Bauweise. Die Zentrifugalmühle ist bisher eingesetzt worden für die Vermahlung von mineralischen Rohstoffen und sonstigen Produkten auf hohe Feinheit und spezifische Oberflächen aufgrund des hohen Wirkungsgrades sowie zur Feinmahlung von Kohle in Kohle/Wasser- bzw. Kohle/Öl-Suspensionen. Hier wirkt sich der sehr gute Mischeffekt aufgrund der hohen wirksamen Zentrifugalkräfte positiv aus. Da komplizierte Zahnkränze und Ritzel fehlen, ist der Verschleiß entsprechend geringer. Verglichen mit einem Attritor wird eine Energieeinsparung bis zu 30 % erreicht und gleichzeitig die Behandlungsdauer gegenüber Kugelmühlen um 95 % gegenüber Rührwerksattritoren um über 50 % erniedrigt.

Da die Mahltrommel ihre Orientierung im Raum beibehält, ist es relativ einfach, eine direkte oder indirekte Kühlung zu realisieren.

Zweckmäßigerweise beträgt der Füllungsgrad 30 bis 90 % bei einer Durchsatzleistung von 0,01 bis 1,5 t/h.

Die Erfindung ist im folgenden anhand eines Ausführungsbeispiels näher erläutert:

Als Ausgangspulver wurden folgende handelsübliche Pulver eingesetzt:

	Korngröße
NiCr 20 Al 5	0,3 - 0,6 mm
NiCr 80	0,3 - 0,6 mm
NiTi 35	< 0,1 mm
Al_2O_3	ca. 0,06 um

Als Mahlkörper wurden Stahlkugeln mit einem Gewicht von 2,5 kg und einem Durchmesser von 10 mm verwendet, die Mahlgutmenge betrug 2,0 kg. Das Volumen des Mahlgefäßes betrug 8 l. Als Frequenz des Mahlgefäßes wurden 450 U/min gewählt. Die im Deckel des Mahlgefäßes gemessene Temperatur stieg innerhalb 15 min auf 110 bis 130 °C an und blieb danach konstant. Anschließend wurde noch 15 min weitergemahlen. Nach dem Mahlen hat das Pulver gemäß der Siebanalyse eine Korngröße von 88 % unter 0,5 mm. Die Härte der Pulverpartikel betrug zwischen 782 und 888 HV. Die Schichten der einzelnen Komponenten waren so dünn, daß sie lichtmikroskopisch nicht mehr aufzulösen waren.

Für die in der Zentrifugalmühle erzeugten mechanisch legierten Verbundpulver ist die hohe plastische Verformung

von vorherrschender Bedeutung, wodurch die hohe Härte der Pulverteilchen entsteht. Die Verbundpulver können durch Strangpressen verdichtet und ggf. anschließend wärmebehandelt werden.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines mechanisch legierten Verbundpulvers durch Vermahlen von wenigstens einem metallischen Pulver mit wenigstens einem nichtmetallischen Pulver oder von metallischen Pulvern, deren Komponenten im flüssigen Zustand unvollkommen bzw. gar nicht ineinander löslich sind, in einer Trommelmühle mit hoher Energieeinbringung in das Mahlgut, ggf. unter Steuerung der atmosphärischen und/oder Temperatur-Bedingungen, dadurch gekennzeichnet, daß eine Zentrifugalmühle mit zylinderförmiger Mahltrommel, die um ihre eigene Achse und gleichzeitig auf einem Rotationskreis mit konstantem Drehverhältnis um eine feststehende und zu der Trommelachse parallelen Rotationsachse rotiert und einen Antriebsmechanismus für die Rotationsmahltrommel um die Trommelachse und für die Rotation auf dem Rotationskreis der Achse der Mahltrommel aufweist, verwendet wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Füllungsgrad 30 bis 90 % beträgt.

3. Verfahren nach den Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Durchsatzleistung 0,01 bis 1,5 t/h beträgt.

Europäisches Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

0 209 179

EP 86 20 1163

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE

Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl.4)
X	US-A-3 723 092 (J.S. BENJAMIN) * Spalte 3, Zeile 31 - Spalte 6, Zeile 8 *	1-3	B 22 F 9/04 B 02 C 17/14
A	US-A-2 995 780 (H.W. DE WITT) * Spalte 2, Zeilen 11-58 *	1-3	
A	DE-A-1 151 665 (THE INTERNATIONAL NICKEL CO.)	1-3	

RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl.4)

B 22 F 9/04
B 02 C 17/14

Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt.

Recherchenort	Abschlußdatum der Recherche	Prüfer
DEN HAAG	30-09-1986	SCHRUERS H.J.

KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE

X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet
Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie
A : technologischer Hintergrund
O : nichtschriftliche Offenbarung
P : Zwischenliteratur
T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze

E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist
D : in der Anmeldung angeführtes Dokument
L : aus andern Gründen angeführtes Dokument

& : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument