

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11)

Veröffentlichungsnummer:

0 245 744
A2

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21)

Anmeldenummer: 87106418.4

(51)

Int. Cl.4: **B03D 3/00**

(22)

Anmeldetag: 04.05.87

(30)

Priorität: 14.05.86 DE 3616300

(43)

Veröffentlichungstag der Anmeldung:
19.11.87 Patentblatt 87/47

(84)

Benannte Vertragsstaaten:
DE FR GB IT

(71)

Anmelder: Alfred Hempel GmbH & Co. KG
Cecilienallee 36
D-4000 Düsseldorf 30(DE)

(72)

Erfinder: Volz, Otto
Saarstrasse 10
D-6393 Wehrheim 1(DE)
Erfinder: Mechau, Enrique
Sudetenstrasse 5
D-6382 Friedrichsdorf 4(DE)
Erfinder: Lohfink, Werner
Lindenstrasse 5
D-6467 Hasselroth(DE)

(74)

Vertreter: Finck, Dieter et al
Patentanwälte v. Fünser, Ebbinghaus, Finck
Mariahilfplatz 2 & 3
D-8000 München 90(DE)

(54)

Verfahren und Vorrichtung zum Trennen von Feststoff-Feinpulvern in Korngrößenfraktionen.

(57)

Zum Trennen von Feststoff-Feinpulvern in Korngrößenfraktionen wird das Feinpulver in einer Flüssigkeit suspendiert. Die Suspension wird in einem säulenförmigen Suspensionsbehälter(1) sedimentieren gelassen. Der Suspensionsbehälter (1) hat in der Höhe gestaffelt von Schiebern (5,7) verschließbare Entnahmeöffnungen (4,6) für die jeweilige Suspensionsfraktion. Abhängig von der Art des zu klassierenden Feinpulvers wird nach einer jeweils vorher festgelegten Sedimentationszeit zunächst an der höchsten Entnahmeöffnung (4) eine Suspensionsfraktion entnommen, aus der dann das darin enthaltene Feinpulver gewonnen wird, dessen mittlere Korngröße erheblich kleiner ist als die des Ausgangspulvers. Anschließend wird nach Ablauf einer weiteren, jeweils vorher festgelegten Sedimentationszeit, über die in der Höhe weiter unten liegenden Auslässe nacheinander die entsprechenden Suspensionsfraktionen entnommen und entsprechend gröbere Feinpulver gewonnen.

EP 0 245 744 A2

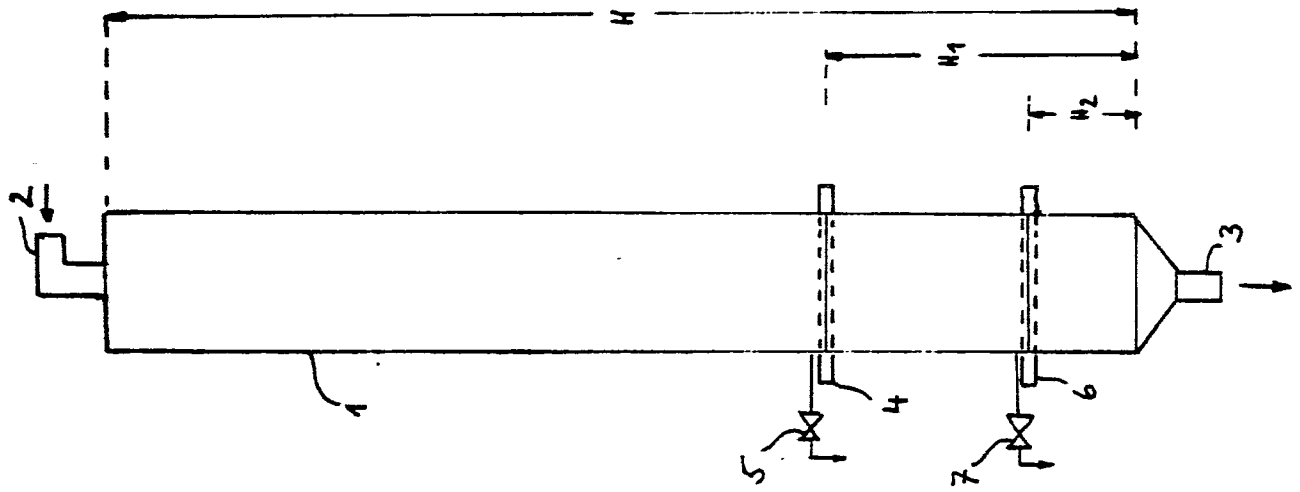


Fig.1

VERFAHREN UND VORRICHTUNG ZUM TRENNEN VON FESTSTOFF-FEINPULVERN IN KORNGRÖSSENFRAKTIONEN

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zum Trennen von Feststoff-Feinpulvern in Korngrößenfraktionen.

Zur Herstellung von sogenannten "Modern Ceramics" werden zur Zeit Mikrokörnungen aus Siliciumcarbid und Elektrokorund im Bereich von 0 μm bis 1 μm verwendet. Die Gewinnung solcher Kornklassen durch Absiebung oder die Zentrifugalkraft nutzende Prozesse ist äußerst aufwendig. Außerdem ist eine solche Korngrößenverteilung für die gewünschten Zwecke noch nicht optimal, denn man braucht innerhalb dieses Bereichs nochmals unterteilte Kornklassen, beispielsweise mit Korngrößen von 0 μm bis 0,5 μm und 0,5 μm bis 1 μm .

Die der Erfindung zugrundeliegende Aufgabe besteht deshalb darin, ein Verfahren und eine Vorrichtung zu schaffen, mit denen sich in wirtschaftlicher Weise große Mengen von nach Kornklassen getrenntem Sub-Mikrokorn aus pulverförmigen Feststoff-Feinpulvern herstellen lassen.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß das Feinpulver in einer Flüssigkeit suspendiert wird, die Suspension in einer Suspensionssäule sedimentieren gelassen wird, Suspensionsfraktionen nacheinander von oben nach unten auf bestimmten Höhen der Suspensionssäule nach bestimmten Sedimentationszeiten abgezogen und das in jeder Suspensionsfraktion enthaltene Feinpulver gewonnen wird.

Dieses Verfahren wird mit einer Vorrichtung durchgeführt, die einen säulenförmigen Suspensionsbehälter aufweist, der auf seiner Oberseite einen Anschluß für die Suspensionszuführung und in der Höhe gestaffelt von Schiebern verschließbare Entnahmeöffnungen für die jeweilige Suspensionsfraktion aufweist.

Zur Bestimmung der Teilchengröße disperser Teilchen im Größenbereich von etwa 1 bis 100 μm ist es zwar bereits bekannt, in einem geeigneten Dispersionsmittel eine gleichmäßige Aufschlämmung einer kleinen Menge des zu untersuchenden Pulvers herzustellen und diese dann sedimentieren zu lassen. Da nach dem Stokes'schen Gesetz ein eindeutiger Zusammenhang zwischen Größe und Dichte von kugelförmig gedachten Teilchen und ihrer Sinkgeschwindigkeit besteht, wird aus dem zeitlichen Verlauf der Sedimentation auf die prozentuale Verteilung der Korngrößen geschlossen (Römpf's Chemielexikon, 7. Auflage, Seiten 3151 und 3152). Mit dieser sogenannten Sedimentationsanalyse lassen sich zwar die

Korngrößen von Pulvern mit Hilfe der Sedimentation bestimmen, die Gewinnung von Korngrößenfraktionen nach der Erfindung ist daraus jedoch nicht in naheliegender Weise herleitbar.

Erfindungsgemäß kann in wirtschaftlicher Weise nach Kornklassenfraktionen getrenntes Sub-Mikrokorn aus pulverförmigen keramischen Feinpulvern mit vertretbarem Aufwand in großen Mengen gewonnen werden. So lassen sich beispielsweise Mikropulver aus Siliciumcarbid, Elektrokorund und Tetranatriumdiphosphat mit einer Korngrößenverteilung von 0 bis 1,5 μm in Korngrößenfraktionen von 0 bis 0,5 μm , 0,5 bis 1,0 μm und 1,0 bis 1,5 μm trennen.

Anhand von Zeichnungen werden Ausführungsbeispiele der Erfindung näher erläutert. Es zeigt:

Fig. 1 eine Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens und

Fig. 2 im Fließschema die Gewinnung von Korngrößenfraktionen aus Elektrokorund-Feinstaub.

Der in Fig. 1 gezeigte säulenförmige Sedimentationsbehälter 1 hat in der Höhe H auf seiner Oberseite einen Zulauf 2, auf seiner Unterseite einen Ablauf 3, auf der Höhe H_1 einen durch einen Schieber 5 verschließbaren Ablauf 4 und auf der Höhe H_2 einen durch einen Schieber 7 abschließbaren Ablauf 6.

Der säulenförmige Sedimentationsbehälter 1 wird über den Zulauf 2 über seiner gesamten Höhe H mit einer Suspension gefüllt, die aus einer Flüssigkeit und einem Feststoff-Feinpulver oder -Feinpulvergemisch bekannter Korngrößenverteilung, beispielsweise in dem Bereich von 0 bis 1,5 μm hergestellt worden ist.

Nach einer für das jeweilige Pulvergemisch in einem Vorversuch ermittelten Sedimentationszeit t_1 wird der Schieber 5 am Ablauf 4 auf der Höhe H_1 geöffnet und die sich auf der Höhe $H - H_1$ befindliche Suspensionsfraktion ablaufen gelassen. Das aus dieser Suspensionsfraktion gewonnene Sub-Mikrokorn enthält im wesentlichen Körner mit einer Größe von 0 bis 0,5 μm .

Nach Ablauf einer Gesamtsedimentationszeit $t_1 + t_2$, die ebenfalls im Vorversuch bestimmt worden ist, wird die über dem Ablauf 6 befindliche Suspensionssäule mit der Höhe $H_1 - H_2$ durch Öffnen des Schiebers 7 ablaufen gelassen und weiterbehandelt. Man gewinnt ein Feinpulver mit einer Körnung im Größenbereich von 0,5 bis 1,0 μm . Die sich im Sedimentationsbereich unter dem Ablauf 6 über der Höhe H_2 befindliche Suspension, die die Grobanteile der Körner enthält, wird durch den Auslaß 3 abgezogen.

In Fig. 2 ist schematisch die Trennung von Edelkorund-Feinststaub in Korngrößenfraktionen gezeigt. Der in einem Behälter 10 gespeicherte Edelkorund-Feinststaub wird in einem Hochgeschwindigkeitsmischer 12 mit einer Suspensionsflüssigkeit emulgiert, die aus einem Behälter 11 zugeführt wird und aus Wasser mit Zusätzen bestehen kann. Solche Zusätze sind beispielsweise 0,5 % eines Emulgators in Form eines Natriumsalzes einer Polyalkylnaphthalinsulfonsäure und 0,2 % eines Sequestrierungsmittels. Die aus dem Mischer 12 abgegebene Emulsion bzw. Suspension gelangt über den Zulauf 2 in den säulenförmigen Sedimentationsbehälter 1. Nach einer Sedimentationszeit t_1 wird über den Ablauf 4 die Suspensionssäule $H - H_1$ von Fig. 1 in eine Zentrifuge 16 abgeführt, der noch Wasser und Trocknungsmittel von einem Behälter 13 zugeführt werden können. Das beim Zentrifugieren abgehende Filtrat gelangt in einen Behälter 14 und wird für das Recycling über eine Leitung 15 in den Behälter 11 zurückgeführt. Der in der Zentrifuge 16 angefallene Teilchenschlamm wird in einem Ofen 17 getrocknet und zerfällt dort in ein körniges Pulver, das in der Station 18 unter Beachtung der Sicherheitsvorschriften für inerte Stäube in geeignete Gebinde abgepackt wird.

Die nach der Sedimentationszeit $t_1 + t_2$ am Ablauf 6 durch Öffnen des Schiebers 7 abgeführte Suspensionsfraktion mit der Flüssigkeitshöhe $H_1 - H_2$ wird dann in der gleichen Weise in der Zentrifuge 16 behandelt und der gewonnene Teilchenschlamm im Ofen 17 getrocknet und an Stelle einer Station 18 nach Bestimmen der Korngrößenverteilung abgepackt. Das aus dem Ablauf 3 abgezogene Überkorn gelangt in einen Behälter 13 zur Weiterverarbeitung.

Bei der Herstellung der Suspension aus Flüssigkeit und Feinpulver sowie bei der Pulvergewinnung nach dem Trocknen kann erforderlichenfalls Ultraschall eingesetzt werden.

Anhand des nachstehenden Beispiels wird die Erfindung näher erläutert.

Es soll Edelkorund-Feinststaub in Korngrößenfraktionen getrennt werden, der aus 40 % mit einer Korngröße von 0,1 bis 0,5 μm , 35 % von 0,5 bis 1 μm , 20 % von 1 bis 2 μm , 3 % von 2 bis 3 μm und 2 % von über 3 μm aufweist. Verwendet wird ein säulenförmiger Sedimentationsbehälter 1 mit einer Höhe H von 3 m. Der Ablauf 4 befindet sich auf einer Höhe H_1 von 92 cm, der Ablauf 6 auf einer Höhe H_2 von 33 cm. Die Suspensionssäule $H - H_1$ wird nach einer Sedimentationszeit von 30 Minuten durch Öffnen des Schiebers 5 wirbelfrei ablaufen gelassen. Das gemäß der Behandlung von Fig. 2 gewonnene Feinpulver aus Edelkorund enthält 75 % Teilchen mit einer Größe von 0,1 bis 0,5 μm , 15 % mit einer

Größe von 0,5 bis 1 μm , 9 % mit einer Größe von 1 bis 2 μm , 1 % mit einer Größe von 2 bis 3 μm und kein Teilchen mit einer Größe über 3 μm . Der Schieber 7 des Auslasses 6 bleibt geschlossen. Nach einer weiteren Sedimentationszeit von 10 Minuten wird am Auslaß 3 diese Sedimentationszeit mit der Höhe H_1 entnommen, die 5 % Teilchen mit einer Korngröße von 0,1 bis 0,5 μm , 15 % mit einer Größe von 0,5 bis 1 μm , 40 % mit einer Größe von 1 bis 2 μm , 30 % mit einer Größe von 2 bis 3 μm und 10 % mit einer Größe über 3 μm enthält, wobei die Prozentangaben die jeweilige Häufigkeit betreffen.

Ansprüche

1. Verfahren zum Trennen von Feststoff-Feinpulvern in Korngrößenfraktionen, dadurch **gekennzeichnet**, daß das Feinpulver in einer Flüssigkeit suspendiert wird, die Suspension in einer Suspensionssäule sedimentieren gelassen wird, Suspensionsfraktionen nacheinander von oben nach unten auf bestimmten Höhen der Suspensionssäule nach bestimmten Sedimentationszeiten abgezogen und das in jeder Suspensionsfraktion enthaltene Feinpulver gewonnen wird.

2. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach Anspruch 1, **gekennzeichnet** durch einen säulenförmigen Suspensionsbehälter (1), der auf seiner Oberseite einen Anschluß (2) für die Suspensionszuführung und in der Höhe gestaffelt von Schiebern (5, 7) verschließbare Entnahmeöffnungen (4, 6) für die jeweilige Suspensionsfraktion aufweist.

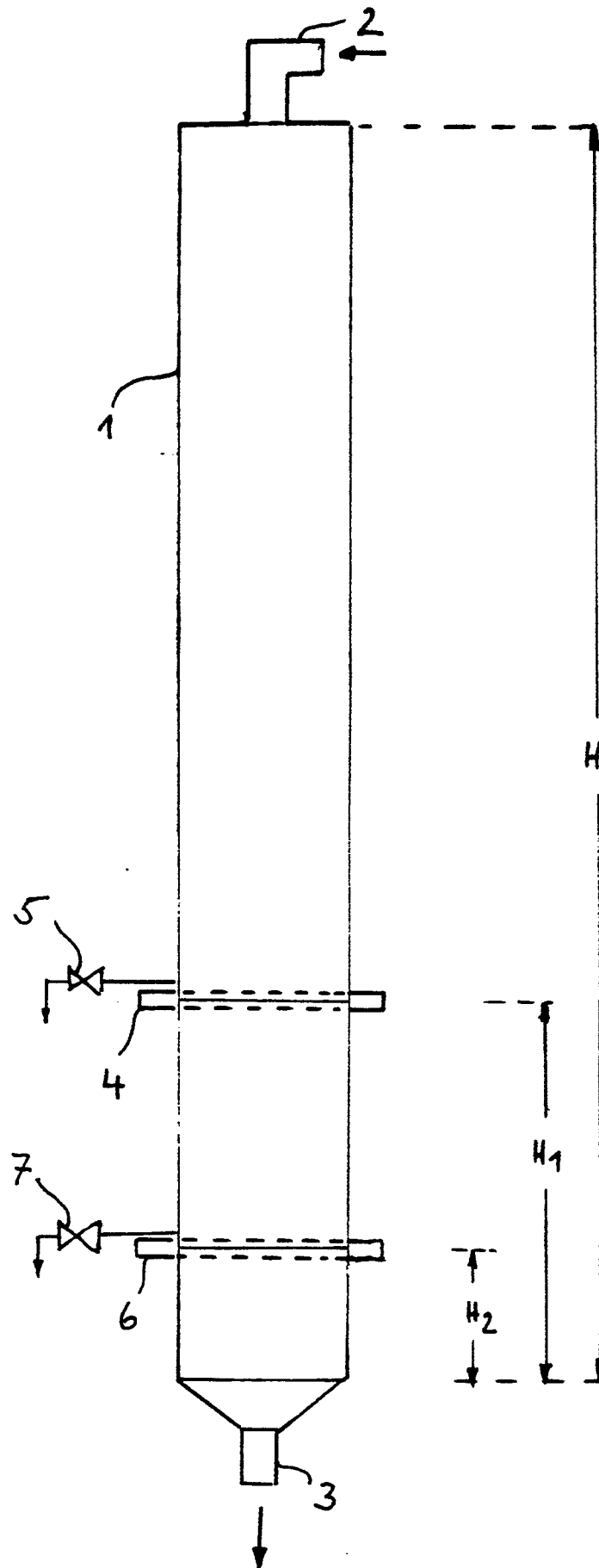


Fig. 1

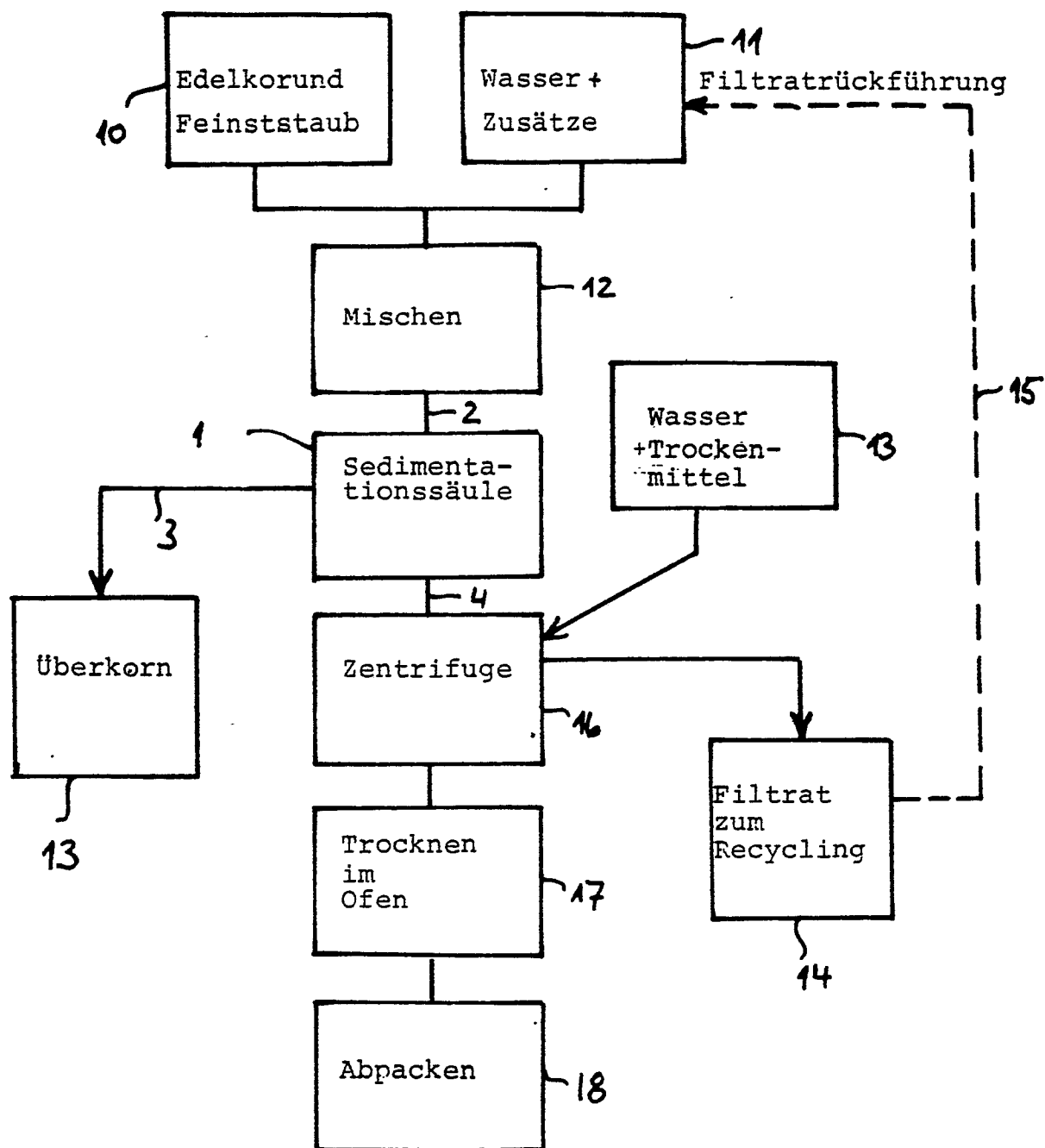


Fig. 2