



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) Veröffentlichungsnummer : **0 250 813 B1**

(12)

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag der Patentschrift :
13.03.91 Patentblatt 91/11

(51) Int. Cl.⁵ : **B22F 9/24, B22F 9/08,
C22C 1/10**

(21) Anmeldenummer : **87107065.2**

(22) Anmeldetag : **15.05.87**

(54) Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung von Verbundpulvern.

(30) Priorität : **02.07.86 DE 3622123**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung :
07.01.88 Patentblatt 88/01

(45) Bekanntmachung des Hinweises auf die
Patenterteilung :
13.03.91 Patentblatt 91/11

(84) Benannte Vertragsstaaten :
CH FR GB LI NL SE

(56) Entgegenhaltungen :
**EP-A- 0 012 202
DE-A- 1 960 471
DE-A- 2 506 547
DE-C- 2 929 630**

(73) Patentinhaber : **DORNIER GMBH**
Postfach 1420
W-7990 Friedrichshafen 1 (DE)

(72) Erfinder : **Wulf, Kock, Dr. Dipl.-Chem.**
Azenbergstrasse 7
W-7778 Markdorf (DE)
Erfinder : **Michael, Laboreur, Dipl.-Ing.**
Aeschenweg 19
W-7750 Konstanz (DE)

(74) Vertreter : **Landsmann, Ralf, Dipl.-Ing.**
c/o DORNIER GMBH Postfach 1420
W-7990 Friedrichshafen 1 (DE)

EP 0 250 813 B1

Anmerkung : Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Herstellung von Verbundpulvern aus Edelmetallen und Unedelmetalloxiden durch Zerstäuben einer aus Edel- und Unedelmetallsalzen bestehenden wässrigen Lösung in einen heissen Reaktor.

Aus der DE-PS 29 29 630 ist ein Verfahren zur Herstellung von Silberpulver bekannt, bei dem Silberpulver der Zusammensetzung Ag/CdO für elektrische Kontakte durch Einsprühen einer wässrigen Lösung von Silber- und Cadmiumsalzen in einen heissen Reaktor hergestellt und die entstehenden Pulverteilchen nach Reaktion mit der Reaktoratmosphäre in einem Zentrifugalabscheider aus dem heissen Gasstrom abgetrennt und gesammelt werden. Dabei wird die wässrige Lösung mit einer Zweistoffdüse, beispielsweise unter Zuhilfenahme von Preßluft in den Reaktor zerstäubt.

Nachteilig ist hierbei, dass für Edelmetallpulver mit geringen Gehalten an Unedelmetalloxiden eine starke Neigung zur Ausbildung festhaftender Wandbeläge besteht, die durch die hohen Relativgeschwindigkeiten zwischen den Pulverteilchen und der Zentrifugenwand entstehen.

Aufgabe der Erfindung ist es, hohe Gasgeschwindigkeiten im pulverbeladenen Strom zu vermeiden und dadurch einen unerwünschten Belag an den Wänden der Sammelkammern auszuschliessen.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäss durch ein Verfahren mit den in den Ansprüchen 1-5 angegebenen Merkmalen gelöst.

Eine Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens ist Gegenstand der Ansprüche 6-14.

Für die Zerstäubung der wässrigen Lösung ist es wichtig, dass einmal ein feines Tropfenspektrum entsteht, damit über ein ausreichendes Verhältnis von Tropfenoberfläche zu Volumen die Verdampfung des Lösungsmittels sowie die anschliessende Reaktion mit der Reaktoratmosphäre ausreichend rasch verläuft. Zum anderen muss die Lösung in der Zerstäuberdüse und ihren Zuleitungen vor unzulässiger Erwärmung bewahrt werden, da eine Reihe von Salzen bei erhöhter Temperatur durch z.B. Hydrolyseeffekte weniger löslich werden und aus konzentrierten Lösungen ausfallen. Ein Sieden der Lösung ist unter allen Umständen zu vermeiden, da die dabei entstehende Zweiphasenströmung die Düse praktisch verstopft. Dies liegt daran, dass die maximale Austrittsgeschwindigkeit der Strömung aus der Düse (Schallgeschwindigkeit) für eine Zweiphasenströmung niedriger ist, als für jede der beiden Phasen, die sie enthält und daran, dass der Massestrom, der vom gasförmigen Volumenstrom der Zweiphasenströmung repräsentiert wird, um drei Grössenordnungen kleiner ist, als der eines gleich grossen flüssigen Volumenstromes. Ferner ist eine weitere wichtige Anforderung an den Zerstäuberteil, dass alle mit der

Reaktoratmosphäre in Kontakt kommenden Flächen, auf Temperaturen oberhalb des Taupunktes gehalten werden (was auch für die Oberfläche der Düse gilt), und dass alle vom Sprühnebel erreichten Flächen, eine so hohe Temperatur aufweisen, dass auftreffende Tropfen aufgrund des Leidenfrosteffektes (zwischen Flüssigkeit und heisser Unterlage Bildung einer Dampfschicht, welche die Benetzung verhindert) sofort wieder von der Fläche abgeschleudert werden.

Als Zerstäuberdüsen für die Zerstäubung der Lösung sind so- wohl Einstoff- als auch Zweistoffdüsen verwendbar. Der Vorteil der Einstoffdüsen ist, dass kein Treibmedium (üblicherweise Luft) die Strömungsgeschwindigkeit im Reaktorrohr erhöht und damit die Aufenthaltszeit der Pulverteilchen in der heissen Zone verkürzt. Ausserdem ergeben sich bei Wegfall eines Treibmediums keine Probleme hinsichtlich der Forderungen an die Gaszusammensetzung und -geschwindigkeit im Gaswäscher. Zweistoffdüsen haben den Vorteil der feineren Zerstäubung und weisen damit einen positiven Effekt auf die Kinetik der Partikelbildung auf.

Ein typisches Kennzeichen für Edelmetallpulver mit relativ geringen Gehalten an Unedelmetalloxiden ist die bereits erwähnte starke Neigung zur Ausbildung festhaftender Wandbeläge. Dieser Nachteil wird durch niedrige Strömungsgeschwindigkeiten und Reduzierung unnötiger Richtungsänderungen des pulverbeladenen Stromes vermieden. Entscheidend ist die Verwirklichung dieser Voraussetzung im Bereich der Abtrennung der Edelmetallteilchen (Partikel) aus der Reaktoratmosphäre. Die erwähnten konventionellen Zentrifugenabscheider arbeiten zugunsten einer kompakten Bauweise und guten Abscheidegraden mit hohen Gasgeschwindigkeiten und hohen Zentrifugalbeschleunigungen, was im Falle heisser Edelmetallpulver zu unausweichlichen Verstopfungsproblemen führt.

Diese Nachteile werden vermieden durch die Pulverabtrennung in einer Sedimentationskammer, in welcher eine Umlenkung der Gasströmung von abwärts nach aufwärts bei einer Geschwindigkeit erfolgt, die für den größten Teil der Partikel unterhalb der Stokes'schen Sinkgeschwindigkeit liegt und der Restgehalt an Edelmetallteilchen an mehreren Filterelementen abgefangen wird. Als Filterelemente haben sich hierbei besonders gut gesinterte Metallfilze bewährt, während keramische Filter dazu neigen, das Edelmetallpulver durch ihren Abrieb zu verunreinigen. Die Metallfilze zeigen einen geringen Druckverlust auch bei relativ hoher Pulverbeladung und lassen sich sehr leicht durch einen Druckluftpuls automatisch in Abhängigkeit vom Druckverlust an den Filterelementen reinigen. Die leichte Reinigung ist bei der hier gewählten metallischen Reaktorkammer besonders wichtig. Ein kleines Gasvolumen des abreinigenden Preßluftpulses verändert den Druck in der Reaktorkammer nur unwesentlich und erlaubt

damit eine dünnwandige Ausführung der Reaktorkammer.

Neben dem Ort der Pulverabscheidung ist als charakteristische Zone die Wand der Reaktorkammer durch eine Ablagerung bzw. Aufwachsungen von Pulver gefährdet. Diese Zone befindet sich etwa dort, wo der Sprühkegel der Düse die Wand schneidet. Verstärkt wird die Bewegung der Pulverteilchen in Richtung auf die Wand durch eine Konvektionsbewegung aufgrund der hohen Wärmeflüsse im Einsprühteil. Die Belegung der Reaktorwand an dieser Stelle kann mit einer mechanischen Abreiniguvorrichtung entfernt werden. Eine solche Vorrichtung kann ein Schaber oder ähnliches sein; einfacher sind Unwuchtmotoren oder elektropneumatische Klopfer. Die beste Wirkung wird mit letzteren erzielt, die in axialer Richtung des Reaktorrohres arbeiten.

Bei Ausführung der Reaktorkammer aus dünnen Blechen muss unter allen Umständen ein Auftreten von Differenzdrücken zwischen dem Reaktorinneren und der Aussenatmosphäre vermieden werden, da aufgrund der geringen Festigkeit der metallischen Werkstoffe bei den erforderlichen hohen Temperaturen von ca. 1000°C bereits bei geringen Differenzdrücken eine Deformation der Reaktorkammer auftritt. Solche Differenzdrücke entstehen beispielsweise dann, wenn bei vorgegebener Einsprühleistung die Gaserzeugungsrate konstant bleibt, während aufgrund sich ändernder Strömungswiderstände in der Filtereinheit sich die Absaugrate ändert. Besonders problematisch sind auch plötzliche Ausfälle bei der Lösungsförderung aufgrund von Leitungsverstopfung, Überschreiten der maximal zulässigen Förderdrücke oder andere, die zu einer plötzlichen Druckschwankung führen und über eine Regelung der Förderleistung des Differenzdruckerzeugers nur sehr schwer ausgeglichen werden können. Um die Wirksamkeit der Gaswäsche nicht zu mindern, darf der Druckausgleich nicht direkt mit der Aussenatmosphäre erfolgen, sondern die Rohrleitung zum Druckausgleich muss mit dem Volumen in Verbindung stehen, das annähernd Atmosphärendruck aufweist, aber frei von Fremdgas ist. Wird ein Gaswäscher mit geringem Druckverlust gewählt, so erfüllt das Volumen nach dem Differenzdruckerzeuger und vor dem Gaswäscher diese Anforderungen.

Für die Reinigung der Abgase eignet sich unter bestimmten Bedingungen eine Gaswäsche. Bei Verwendung von Silber als Edelmetallkomponente wird praktisch immer von Lösungen des Silbernitrats ausgegangen, die aufgrund der Eigenschaften des Ag-Ions vollständig chloridfrei sind. Somit kann der Gaswäscher aus Chromnickelstahl bestehen. Bekanntlich tritt bei der thermischen Zersetzung von Nitraten NO (Stickstoffmonoxid) auf, das wegen seiner geringen Löslichkeit in Wasser nur unzureichend ausgewaschen werden kann. Dieses Problem wird hierbei dadurch gelöst, dass die Zersetzung der

Lösung und der gelösten Salze in dem vollständig geschlossenen Reaktor erfolgt, in welchem die durch den Nitraterfall in stöchiometrischer Menge entstehenden Gase NO_x und O₂ (Sauerstoff) bei niedriger Temperatur wieder zum wasserlöslichen NO₂ (Stickstoffdioxid) rekombinieren können. Ausser den genannten Gasen befindet sich im Abgas nur noch Wasserdampf, der durch Kondensation leicht daraus entfernt werden kann. Somit tritt durch die Eintrittsebene des Gaswäschers nur NO und NO₂ und etwas Wasserdampf. Diese Gasmenge ist sehr gering und hat daher eine hohe Verweilzeit im Gaswäscher. Während dieser Verweilzeit tritt Absorption des NO₂ in der Waschflüssigkeit auf. Dabei werden aus drei Molen NO₂ zwei Mole HNO₃ (Salpetersäure) und ein Mol NO, das heisst der Volumenstrom und damit die Strömungsgeschwindigkeit wird in jeder Absorptionsstufe stark reduziert. Damit steht in der folgenden Absorptionsstufe für die Reaktion des NO mit dem restlichen O₂ wesentlich mehr Zeit zur Verfügung. Als Grenzwert geht die Strömungsgeschwindigkeit der Abgase bei nahezu vollständiger Absorption gegen Null. Das heisst, es tritt kein Abgas mehr aus dem Auslaßquerschnitt des Gaswäschers aus. Für die dort noch vorhandenen Spuren an NO geht die Verweilzeit gegen unendlich, so dass diese Spuren noch ausreichend Zeit zur Oxidation und zur Absorption haben. Von entscheidender Bedeutung für oxidative Absorption ist dabei der Umstand, dass die Oxidationsreaktion des NO mit O₂ zweiter Ordnung bezüglich der NO-Konzentration ist und damit in Gegenwart von Fremdgasen aufgrund der Konzentrationsabnahme im Verlauf der Wäsche sich stark verlangsamt. Bei einer Versuchsführung haben sich die Konzentration des NO bei ausschliesslichem Vorliegen von Zersetzungsprodukten der Nitate nicht geändert, so dass die Umsetzungsrate bis zur vollständigen Oxidation des NO konstant blieb.

In Fällen, in denen aufgrund technischer Erfordernisse, wie beispielsweise Verwendung einer Zweistoffdüse, grosser Luftbedarf zur Reinigung der Filterkerzen oder Auftreten nichtkondensierbarer Gase wie CO₂ (Kohlendioxid) aus Hilfsstoffen zur Lösungsbereitung eine so grosse Gasmenge den Gaswäscher verlässt, dass die Verweilzeit darin für eine ausreichende Entfernung des NO nicht genügt, kann die Gasreinigung in anderer Weise erfolgen. Kernpunkt dieser Gasreinigung ist die Zugabe von NO₂ oder einer seiner Vorläuferverbindungen wie z.B. gasförmiges HNO₃, das wasserlöslich ist und in einer schnellen Gasreaktion mit NO zu HNO₂ (salpetrige Säure) weiterreagiert. In Gegenwart eines Oxidationsmittels wie z.B. H₂O₂ (Wasserstoffperoxid) läuft die Reaktion rasch weiter zur HNO₃, das auf diese Weise in beträchtlicher Konzentration aufgefangen werden kann und in einem Teilstrom zur Anreicherung des Abgastromes mit der je nach Oxidationsgrad des Abgases optimalen NO₂-Menge eingesetzt wird,

während der Hauptstrom beispielsweise zur Auflösung der einzusprühenden Verbindungen (Metalle oder Oxide) verwendet wird.

Vorteilhaft ist hierbei, dass die aufgefangene Menge an Salpetersäure (HNO_3) gerade so groß ist wie die zur Lösungsbereitung erforderliche. Dadurch entstehen keine Probleme hinsichtlich der Entsorgung bei der Herstellung von Verbundpulvern.

Folgend ist ein Ausführungsbeispiel eines Reaktors beschrieben und durch eine Skizze erläutert:

Die Figur zeigt einen Reaktor mit einer gasdichten Reaktorkammer 5, 6 die in einem nicht näher gezeigten Gestell angeordnet ist. Die Reaktorkammer 5, 6 ist oben mit einem Deckel 17 nach aussen gasdicht verschlossen, in dessen Mitte eine Zerstäuberdüse 3 angeordnet ist und die durch eine Leitung 18 über eine Pumpe 2 mit einem, eine aus Edel- und Unedelmetallsalzen bestehenden wässrigen Lösung enthaltenden Behälter 1 verbunden ist. Auf dem Deckel 17 sind elektromagnetisch betätigbare Klopfer 14 angeordnet, welche bei deren Auslösung die an den Wänden von Reaktorkammer 5, 6 und Deckel 17 abgeschiedenen Pulverteilchen durch die Klopfimpulse löst und entfernt. Die Reaktorkammer 5, 6 mit ihrem Deckel 17 bestehen aus einer hochwarmfesten Legierung und ist auf ihrer Aussenseite mit einer elektrischen Heizung 4 versehen. Zur Kühlung ist die Zerstäuberdüse 3 von Wasser umströmt (siehe Pfeil). Zum Ausgleich eventuell auftretender Differenzdrücke zwischen dem Inneren der Reaktorkammer 5, 6 und der Aussenatmosphäre sind darin Druckausgleichs- oder Rückschlagklappen 13 vorgesehen.

An der Reaktorkammer 5, 6 ist unten ein Heißgasfilter 7 angeflanscht, in dessen Inneren eine Sedimentationskammer 15 und Filterkerzen 8 angeordnet sind. Am daran angeflanschten kegelförmigen Sammelteil 19 sind seitliche Klopfer 14 und ein zur Aufnahme der Pulverpartikel vorgesehener Auffangbehälter 9 angeordnet. Das über dem im Sammelteil 19 vorgesehenen ringförmigen Auslaß 16 zu den Filterkerzen 18 strömende Abgas, gelangt über mit Rückschlagklappen 13 und Wasserstrahlpumpe 10 versehene Leitungen 20 in einen Gaswäscher 12 und wird nach erfolgter Reinigung über ein Abluftrohr 11 abgeführt.

Ansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Verbundpulvern aus Edelmetallen und Unedelmetalloxiden durch Zerstäuben einer aus Edel- und Unedelmetallsalzen bestehenden wässrigen Lösung in einen heißen Reaktor für die Verwendung bei elektrischen Kontakten mit guter Funkenlöschung, geringer Schweißneigung und geringem Abbrand, **dadurch gekennzeichnet**, dass das Zerstäuben mit einer Ein-

stoffdüse (3) ohne Fremdgas und die Abtrennung der entstehenden Verbundpulver in einem Heißgasfilter (7) oberhalb des Taupunktes des Abgases erfolgt, die entstandenen Pulverpartikel direkt in einen Auffangbehälter (9) gelangen, ein zur Förderung der Reaktoratmosphäre benötigter Differenzdruck zwischen dem Reaktorinneren und der Aussenatmosphäre erzeugt wird und die Reinigung des Abgases nach Auskondensation des Wasserdampfes in einem Gaswäscher (12) erfolgt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Lösung mit einer Einstoffdüse (3) zerstäubt wird, deren mittlerer Tropfendurchmesser ca. 40 μm ist.

3. Verfahren nach den Ansprüchen 1 und 2, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Druck für die Zerstäubung der Lösung durch eine oszillierende Verdrängerpumpe (2) und einen Pulsationsdämpfer erzeugt wird.

4. Verfahren nach den Ansprüchen 1 und 2, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Druck für die Zerstäubung der Lösung durch ein druckbeaufschlagtes Gaspolster über dem Lösungsvorrat erzeugt wird.

5. Verfahren zur Herstellung von Verbundpulvern aus Edelmetallen und Unedelmetalloxiden durch Zerstäuben einer aus Edel- und Unedelmetallsalzen bestehenden wässrigen Lösung in einen heißen Reaktor mit einer Zweistoffdüse mit Fremdgas für die Verwendung bei elektrischen Kontakten mit guter Funkenlöschung, geringer Schweißneigung und geringem Abbrand, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Abtrennung der entstehenden Verbundpulver in einem Heißgasfilter (7) oberhalb des Taupunktes des Abgases erfolgt, die entstandenen Pulverpartikel direkt in einen Auffangbehälter (9) gelangen ein zur Förderung der Reaktoratmosphäre benötigter Differenzdruck zwischen dem Reaktorinneren und der Aussenatmosphäre erzeugt wird und die Reinigung des Abgases nach Auskondensation des Wasserdampfes in einem Gaswäscher (12) erfolgt.

6. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach den Ansprüchen 1 bis 5, bestehend aus einer gasdichten Reaktorkammer aus hochwarmfesten Legierungen, welche durch eine Rohrleitung mit einem Differenzdruckerzeuger und dem Gaswäscher verbunden ist, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Reaktorkammer (5, 6) auf dem Heißgasfilter (7) angeflanscht ist, so dass die entstandenen Pulverpartikel schwerkraftunterstützt direkt in einen Auffangbehälter (9) gelangen und dass die Reaktorkammer (5, 6) über Rückschlagklappen (13) mit dem Gaswäscher (12) verbunden ist.

7. Vorrichtung nach Anspruch 6, **dadurch gekennzeichnet**, dass am oberen Ende der Reaktorkammer (5, 6) und am unteren Ende des Heißgasfilters (7) wenigstens ein elektropneumatisch betätigbarer Klopfer (14) angeordnet ist.

8. Vorrichtung nach den Ansprüchen 6 und 7,

dadurch gekennzeichnet, dass die Rückschlagklappen (13) eine Abweichung des Druckes in der Reaktorkammer (5, 6) von der Aussenatmosphäre auf ± 10 mbar begrenzen.

9. Vorrichtung nach den Ansprüchen 6 bis 8, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Temperatur der Wand einer im Heißgasfilter (7) angeordneten Sedimentationskammer (15) zwischen 100° und 400°C gehalten wird, wobei der Gasstrom aus der Reaktorkammer (5, 6) ohne Umlenkung von oben in die Sedimentationskammer (15) und von dort nach einer Umlenkung von 180° über einen torusförmigen Auslaß (16) zur den Filterelementen (8) des Heißgasfilters (7) geführt wird.

10. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche 6-9, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Filterelemente (8) des Heißgasfilters (7) im torusförmigen Auslaß (16) der Sedimentationskammer (15) angeordnet sind.

11. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche 6-10, **dadurch gekennzeichnet**, dass als Filterelemente (8) Filterkerzen oder Filtertüllen aus Metallfilz, Sintermetall oder poröser Keramikmasse verwendet werden.

12. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche 6-11, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Filterelemente (8) durch Druckluftpulse von der Reingasseite her abgereinigt werden, wobei die Abreinigung bedarfsgesteuert in Abhängigkeit vom Filtrationswiderstand erfolgt.

13. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche 6-12, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Erzeugung des Differenzdruckes durch einen temperaturfesten Ventilator, Verdichter oder eine Wasserstrahlpumpe (10) mit geschlossenem Kreislauf im feuchten Abgasstrom oberhalb des Taupunktes oder nach Auskondensation des Wasserdampfes oder durch einen druckluftbetriebenen Ejektor nach dem Gaswäscher (12) oder durch den bei der Verdampfung der Sprühlösung in der Verdampfungszone (5) erzeugten Überdruck erfolgt.

14. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche 6-13, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Gaswäscher (12) ein mit niedrigem Druckverlust arbeitender Sprühturm mit im Kreislauf geführtem Wasser ist.

Claims

1. Process for producing composite powders from precious metals and base metal oxides by reducing to a powder an aqueous solution consisting of precious and base metal salts in a hot reactor for use with electrical contacts with good spark extinction, low inclination to fusion and low consumption, characterized in that the solution is reduced to a powder by means of a unary nozzle (3) without foreign gas and the resultant composite powders are separated in a hot gas filter (7) above the point of condensation of the waste gas, the resultant powder particles pass directly into a collector container (9), a differential pressure, required to promote the reactor atmosphere, is produced between the reactor interior and the outer atmosphere, and the waste gas is cleaned in a gas scrubber (12) after condensing out the water vapour.

2. Process according to claim 1, characterized in that the solution is reduced to a powder by means of a unary nozzle (3) of which the average droplet diameter is approximately 40 μm .

3. Process according to claims 1 and 2, characterized in that the pressure for reducing the solution to a powder is generated by an oscillating positive displacement pump (2) and a pulse damper.

4. Process according to claims 1 and 2, characterized in that the pressure for reducing the solution to a powder is generated by a pressurized gas pad by means of the solution supply.

5. Process for producing composite powders from precious metals and base metal oxides by reducing to a powder an aqueous solution consisting of precious and base metal salts in a hot reactor with a binary nozzle with foreign gas for use in the case of electrical contacts with good spark extinction, low inclination to fusion and low consumption, characterized in that the resultant composite powders are separated in a hot gas filter (7) above the point of condensation of the waste gas, the resultant powder particles pass directly into a collector container (9), a differential pressure required to promote the reactor atmosphere is produced between the reactor interior and the outer atmosphere, and the waste gas is cleaned in a gas scrubber (12) after condensing out the water vapour.

6. Device for performing the process according to claims 1 to 5, consisting of a gas-tight reactor chamber of high temperature alloys which is connected by a pipeline to a differential pressure generator and the gas scrubber, characterized in that the reactor chamber (5, 6) is flanged on the hot gas filter (7) such that the resultant powder particles pass directly into a collector container (9) in a manner such that they are supported by gravity; and in that the reactor chamber (5, 6) is connected to the gas scrubber (12) by means of non-return flaps (13).

7. Device according to claim 6, characterized in that at least one sounder (14) which can be electropneumatically activated is disposed at the upper end of the reactor chamber (5, 6) and at the lower end of the hot gas filter (7).

8. Device according to claims 6 and 7, characterized in that the non-return flaps (13) limit a variation of the pressure in the reactor chamber (5, 6) from the outer atmosphere to ± 10 mbars.

9. Device according to claims 6 to 8, characterized in that the wall temperature of a sedimentation chamber (15) disposed in the hot gas filter (7) is main-

tained between 100° and 400°C, the gas stream being guided out of the reactor chamber (5, 6) without deflecting from above into the sedimentation chamber (15) and from there after a deflection of 180°C via a toroidal outlet (16) to the filter elements (8) of the hot gas filter (7).

10. Device according to one of the preceding claims 6 to 9, characterized in that the filter elements (8) of the hot gas filter (7) are disposed in a toroidal outlet (16) of the sedimentation chamber (15).

11. Device according to one of the preceding claims 6 to 10, characterized in that filter cartridges or filter nozzles of metal felt, sintered metal or porous ceramic mass are used as filter elements (8).

12. Device according to one of the preceding claims 6 to 11, characterized in that the filter elements (8) are dedusted by compressed air pulses from the pure gas side, the dedusting process being performed as required in dependence upon the filtration resistance.

13. Device according to one of the preceding claims 6 to 12, characterized in that the differential pressure is generated by means of a fixed temperature ventilator, compressor or a water jet pump (10) with a closed circuit in the moist gas stream above the point of condensation or after the condensing out of the water vapour or by means of an ejector driven by compressed air after the gas scrubber (12) or by means of the over pressure produced when the spray solution is vaporized in the vaporization zone (5).

14. Device according to one of preceding claims 6 to 13, characterized in that the gas scrubber (12) is a spraying tower operating with low pressure losses with water guided in the circuit.

Revendications

1. Procédé pour la préparation de poudres composites à partir de métaux précieux et d'oxydes métalliques communs par pulvérisation d'une solution aqueuse de sels métalliques précieux et communs dans un réacteur chaud pour l'utilisation pour des contacts électriques permettant une bonne extinction des étincelles et présentant une faible tendance au soudage et une faible usure, caractérisé en ce que la pulvérisation est réalisée à l'aide d'une buse à un seul constituant (3) sans gaz étranger et que la séparation des poudres composites produites se fait dans un filtre de gaz chaud (7) au-dessus du point de rosée des gaz perdus ; que les particules de poudre obtenues parviennent directement dans un collecteur (9) ; qu'une pression différentielle nécessaire pour le refoulement de l'atmosphère du réacteur est créée entre l'intérieur du réacteur et l'atmosphère extérieure ; et que l'épuration des gaz perdus est effectuée dans un épurateur de gaz (12) après la condensation complète de la vapeur d'eau.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la solution est pulvérisée au moyen d'une buse à un seul constituant (3) dont le diamètre moyen des gouttes est d'environ 40 µm.

3. Procédé selon les revendications 1 et 2, caractérisé en ce que la pression pour la pulvérisation de la solution est créée par une pompe volumétrique oscillante (2) et un amortisseur de pulsations.

4. Procédé selon les revendications 1 et 2, caractérisé en ce que la pression pour la pulvérisation de la solution est créée par un matelas de gaz sous pression au-dessus de la réserve de solution.

5. Procédé pour la préparation de poudres composites à partir de métaux précieux et d'oxydes métalliques communs par pulvérisation d'une solution aqueuse de sels métalliques précieux et communs dans un réacteur chaud avec une buse à deux constituants avec gaz étranger, pour l'utilisation pour des contacts électriques permettant une bonne extinction des étincelles et présentant une faible tendance au soudage et une faible usure, caractérisé en ce que la séparation des poudres composites produites se fait dans un filtre de gaz chaud (7) au-dessus du point de rosée des gaz perdus ; que les particules de poudre obtenues parviennent directement dans un collecteur (9) ; qu'une pression différentielle nécessaire pour le refoulement de l'atmosphère du réacteur est créée entre l'intérieur du réacteur et l'atmosphère extérieure ; et que l'épuration des gaz perdus est effectuée dans un épurateur de gaz (12) après la condensation complète de la vapeur d'eau.

6. Dispositif pour la mise en oeuvre du procédé selon les revendications 1 à 5, comprenant une chambre de réacteur étanche aux gaz réalisée à partir de superalliages, qui est reliée par une canalisation à un générateur de pression différentielle et à l'épurateur de gaz, caractérisé en ce que la chambre de réacteur (5, 6) est bridée sur le filtre de gaz chaud (7) de manière que les particules de poudre produites parviennent directement, sous l'effet de la pesanteur, dans un collecteur (9) ; et que la chambre de réacteur (5, 6) communique par l'intermédiaire de clapets antiretour (13) avec l'épurateur de gaz (12).

7. Dispositif selon la revendication 6, caractérisé en ce qu'à l'extrémité supérieure de la chambre de réacteur (5, 6) et à l'extrémité inférieure du filtre de gaz chaud (7) est disposé au moins un tasseur (14) à commande électropneumatique.

8. Dispositif selon les revendications 6 et 7, caractérisé en ce que les clapets antiretour (13) limitent un écart de la pression à l'intérieur de la chambre de réacteur (5, 6) par rapport à l'atmosphère extérieure à ± 10 mbar.

9. Dispositif selon les revendications 6 à 8, caractérisé en ce que la température de la paroi d'une chambre de sédimentation (15) placée dans le filtre de gaz chaud (7) est maintenue entre 100° et 400°C, le courant de gaz venant de la chambre de réacteur

(5, 6) étant dirigé, sans déviation, par le haut dans la chambre de sédimentation (15) et amené de celle-ci, après une déviation de 180°, par l'intermédiaire d'une sortie toroïdale (16), aux éléments filtrants (8) du filtre de gaz chaud (7).

5

10. Dispositif selon l'une des revendications 6 à 9, caractérisé en ce que les éléments filtrants (8) du filtre de gaz chaud (7) sont disposés dans la sortie toroïdale (16) de la chambre de sédimentation (15).

11. Dispositif selon l'une des revendications 6 à 10, caractérisé en ce que l'on utilise comme éléments filtrants (8) des filtres en forme de bougie ou des douilles filtrantes en feutre métallique, métal fritté ou matière céramique.

10

12. Dispositif selon l'une des revendications 6 à 11, caractérisé en ce que les éléments filtrants (8) sont nettoyés à partir du côté du gaz épuré par des impulsions d'air comprimé, le nettoyage s'effectuant selon les besoins en fonction de la résistance du filtre.

15

13. Dispositif selon l'une des revendications 6 à 12, caractérisé en ce que la génération de la pression différentielle est réalisée par un ventilateur résistant aux températures élevées, un compresseur ou un éjecteur à eau (10) à circuit fermé, dans le courant de gaz perdus humide, au-dessus du point de rosée ou après la condensation complète de la vapeur d'eau, ou par un éjecteur à air comprimé en aval de l'épurateur de gaz (12), ou par la surpression créée lors de l'évaporation de la solution de pulvérisation dans la zone d'évaporation (5).

20

25

30

14. Dispositif selon l'une des revendications 6 à 13, caractérisé en ce que l'épurateur de gaz (12) est une colonne de lavage par pulvérisation fonctionnant avec une faible chute de pression, avec recyclage de l'eau.

35

40

45

50

55

7

