

Vorrichtung zur Verdüsung eines Schmelzstromes mittels eines Gases

Die vorliegende Patentanmeldung nimmt die Priorität der deutschen Patentanmeldung DE 10 2019 214 555.8 in Anspruch, deren Inhalt durch Bezugnahme hierin aufgenommen wird.

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur Verdüsung eines metallischen, intermetallischen oder keramischen Schmelzstromes mittels eines Gases zu sphärischem Pulver mit den im Oberbegriff des Patentanspruches 1 angegebenen Merkmalen.

Zum Hintergrund der Erfindung ist auszuführen, dass Metallpulver in zahlreichen Bereichen der Technik im industriellen Maßstab zur Herstellung von Bauteilen oder funktionellen Schichten verwendet werden. Beispiele dafür sind Sinterstähle, Hartmetalle, Kontaktwerkstoffe, Permanentmagnete, Keramiken und thermisch gespritzte Schichten.

Insbesondere im Bereich des Additive Manufacturing und Metal Injection Molding werden besondere Anforderungen an die Sphärizität und Partikelgrößenverteilung der Pulver gestellt, da diese eine notwendige Voraussetzung für die prozessuale Weiterverarbeitbarkeit darstellen. Für die Herstellung von sphärischen Metallpulvern haben sich vier grundsätzliche Technologien durchgesetzt, die Plasma-gestützte Zerstäubung von Drähten - siehe WO 2011 054113 A1, die Plasma-Sphärodisierung von Pulvern mit unregelmäßiger Oberfläche - siehe EP 1 689 519 B1, der Plasma Rotating Electrode Prozess - siehe US 5 147 448 A, sowie die Gasverdüsung von flüssigen Schmelzen.

Letztere ist auch auf bestimmte Keramiken anwendbar und umfasst eine Vielzahl an verschiedenen Verfahren zur Herstellung der flüssigen Schmelzen:

- 5 • VIGA (Vacuum Induction Gas Atomization - Induktives Schmelzen in keramischen und kalten Tiegeln)
- EIGA (Electrode Induction Gas Atomization – Induktives tiegello-
ses Schmelzen von metallischen oder intermetallischen Stäben)
- PIGA (Plasma Inert Gas Atomization - Plasmaschmelzen im kalten
Tiegel

10

Die Erzeugung des zu verdüsenden Gießstrahls bei tiegelbasierten Schmelzverfahren kann dabei durch Kippen des Tiegels (Ausgießen), durch einen Bodenauslauf des Tiegels oder durch ein Abschmelzen eines Stabes (Elektrode) erfolgen. Die Auswahl des bevorzugten Schmelzverfahrens geschieht entsprechend spezifischer Eigenschaften des zu schmelzen-
15 den Materials. So können beispielsweise hochschmelzende sowie sauerstoffaffine Metalle oder Legierungen nicht in keramischen Tiegeln erschmolzen werden, da die Tiegelmaterien den Prozesstemperaturen nicht standhalten oder von der Schmelze reduziert werden.

20

Alle Verdüungsverfahren von frei fallenden flüssigen Schmelzen mittels eines Verdüsungsgases besitzen einen Einfluss auf die Sphärizität und die Gasporosität der entstehenden Pulverpartikel, wie dies aus dem Fachartikel Schulz G., „Laminar sonic and supersonic gas flow atomization – the
25 NANOVAL process“, World Congress on PM & Particulate Materials, Advances in PM, 1996, 1, S. 43-54 hervorgeht. Es ist bis heute nicht möglich, gasverdünste Pulver frei von Satelliten auf den Pulverteilchenoberflächen und ohne Gasporosität zu erzeugen, was mittels PREP oder Plas-

maverdüsung Stand der Technik ist. PREP und Plasmamaverdüsung besitzen ihrerseits jedoch gravierende Nachteile bezüglich der Wirtschaftlichkeit und sind dementsprechend deutlich teurer als gasverdüste Pulver.

- 5 Unter den gasgestützten Verdüsungsverfahren unterscheidet man grundsätzlich zwischen verschiedenen Auslegungen der Freifallverdüsung (free fall nozzle, close-coupled nozzle) und der gasstrahlgeführten Verdüsung mittels einer Laval-Düse.
- 10 Eine Vorrichtung zur Verdüsung eines Schmelzstroms mittels eines Gases zu sphärischem Pulver mit den im Oberbegriff des Patentanspruches 1 angegebenen Merkmalen mit einer solchen Laval-Düse ist aus der WO 2015/092008 A1 bekannt und umfasst eine Schmelzkammer, eine Pulverkammer, eine Induktionsspule in der Schmelzkammer und eine diese
- 15 beiden Kammern miteinander verbindende, in einer Düsenplatte angeordnete Laval-Zerstäubungsdüse mit konvergent-divergentem Düsenprofil.

Durch die Zerstäubungsdüse wird der von einem unter Druck stehenden Verdüsungsgas radial umhüllte und in der Schmelzkammer von der Induktionsspule induktiv aus dem Schmelzmaterial erzeugte Schmelzstrom aufgrund der Wirkung der Schwerkraft in die Düse eingeführt sowie in und

20 nach der Zerstäubungsdüse zu feinen Tröpfchen aufgespalten. Diese erstarrten zu den herzustellenden Pulverpartikeln.

- 25 Es hat sich in diesem Zusammenhang gezeigt, dass die damit hergestellten Pulverpartikel bezüglich der Satellitenbildung und Entstehung von Gasporosität verbesserungsbedürftig sind.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, eine Verdüsungsvorrichtung für die Gasverdüsung von flüssigen Metall- und Keramikschnmelzen zu schaffen, die bei höchster Wirtschaftlichkeit die Satellitenbildung und die Entstehung von Gasporosität weitgehend vermeidet.

5

Diese Aufgabe wird laut Kennzeichnungsteil des Anspruches 1 durch die Verwendung einer neuartigen gasstrahlgeführten Zerstäubungsdüse mit einem ausschließlich konvergenten Düsenprofil mit im Querschnitt kreisbogenförmigen Düsenflanken gelöst, sodass sowohl das Verdüsungsgas als auch der Schmelzstrom und die daraus erzeugten Tröpfchen eine Geschwindigkeit maximal, vorzugsweise unter der Schallgeschwindigkeit des Verdüsungsgases erreichen. Die Gasgeschwindigkeit des Verdüsungsgases übersteigt damit im Gegensatz zur bekannten Laval-Verdüsung während des Verdünungsprozesses die Schallgeschwindigkeit nicht.

15

Es hat sich herausgestellt, dass mit einem derartigen Düsenprofil qualitativ verbesserte Pulverpartikel bei höchster Wirtschaftlichkeit unter weitest gehender Vermeidung von Satellitenbildung und Gasporosität hergestellt werden können.

20

In den abhängigen Ansprüchen sind bevorzugte Weiterbildungen der Erfindung angegeben. So kann die Oberfläche der Düsenplatte auf der Düsenauslassseite eben und senkrecht zur Fließrichtung des Schmelzstromes ausgerichtet sein. Auf der Düsenauslassseite bildet sich damit eine ausgeprägte Kante, von der ein zusätzlicher, die Partikelbildung aus dem Schmelzstrom unterstützender Verwirbelungseffekt ausgeht.

25

Gemäß einer weiteren bevorzugten Ausführungsform kann die Induktionsspule höhenverstellbar ausgebildet sein.

In vorteilhafter Weise kann durch diese Höhenverstellbarkeit der Spule die freie Fallhöhe des den Schmelzstrom bildenden Gießstrahles bis zur Düse variiert werden kann. Da sich die Schmelzetemperatur insbesondere durch
5 die Abgabe von Strahlungsleistung mit steigender Fallhöhe verringert, kann die Viskosität der Schmelze beim Eintritt in die Düse verändert und somit die entstehende Partikelgrößenverteilung gezielt gesteuert werden.

Es ist darauf hinzuweisen, dass die Höhenverstellbarkeit der Spule losge-
10 löst von der sonstigen vorliegenden Erfindung in Verdüsungsvorrichtungen mit anderen Typen von Zerstäubungsdüsen unter Erzielung der geschilderten Vorteile eingesetzt werden kann.

Gemäß einer weiteren bevorzugten Ausführungsform kann die Induktions-
15 spule sich in Richtung der Zerstäubungsdüse konisch verengend ausgebildet sein, wobei koaxial in der Induktionsspule ein zylindrischer Stab des zu verdüsenden Materials zur Erzeugung des Schmelzstroms angeordnet ist.

Weitere abhängige Ansprüche beziehen sich auf Parameter für die Gestal-
20 tung und Dimensionierung des Düsenprofils, mit denen sich qualitativ besonders gute Ergebnisse bei den hergestellten Pulverpartikeln ergeben. Zur Vermeidung von Wiederholungen wird auf das Ausführungsbeispiel verwiesen.

25 Um die erfindungsgemäße Verdüsungsvorrichtung möglichst rationell und rasch an unterschiedliche Einsatzzwecke anpassen zu können, kann in einer weiteren bevorzugten Ausführungsform die Zerstäubungsdüse in einem gesonderten, lösbar in der Düsenplatte sitzenden Düseneinsatz angeordnet sein.

Weitere Merkmale, Einzelheiten und Vorteile der Erfindung ergeben sich aus der nachfolgenden Beschreibung eines Ausführungsbeispiels anhand der beigefügten Zeichnung. Es zeigt diese:

5

Fig. 1 einen schematischen Axialschnitt einer Verdüsungsvorrichtung.

Die in der Zeichnung dargestellten Hauptbestandteile der Verdüsungsvorrichtung sind eine Schmelzkammer 1, eine Pulverkammer 2 (auch Verdüsungskammer genannt), eine in der Schmelzkammer 1 angeordnete Induktionsspule 3 und eine zwischen den beiden Kammern 1, 2 angeordnete Düsenplatte 4, in der eine Zerstäubungsdüse 5 zur Verbindung dieser beiden Kammern 1, 2 dient. Die Düsenplatte 4 ist auf der Auslassseite 16 eben und senkrecht zur Fließrichtung eines Schmelzstromes 8 ausgerichtet.

In der unter einem Argondruck p_1 stehenden Schmelzkammer 1 wird das zu verdüsende Material in Form eines mit einer 45°-Spitze 6 versehenen zylindrischen Stabes 7 in die konische Induktionsspule 3 mit drei Windungen teilweise eingeführt, wie dies beispielsweise grundsätzlich aus der DE 41 02 101 A1 bekannt ist. Die Konizität der Induktionsspule 3 entspricht der Konizität der Spitze 6 des zu verdüsenden Stabes 7. Die Spitze 6 und insbesondere die Oberfläche der Spitze 6 wird durch mittelfrequenten, die Induktionsspule 3 durchfließenden Strom induktiv erwärmt, bis an der Oberfläche eine schmelzflüssige Phase entsteht. Dieser Schmelzstrom 8 läuft an der konischen Fläche nach unten und tropft von der Spitze 6 in Form eines kontinuierlichen Gießstrahles ab. Der Massenfluss des den Schmelzstrom 8 bildenden Gießstrahles kann über die induktiv eingekoppelte elektrische Leistung in einem breiten Bereich zwischen 0,4 kg/min

und 2,5 kg/min variiert werden. Als für die Verdüsung besonders geeignet wird ein Schmelzstrom zwischen 0,8 und 1,5 kg/min angesehen. Während der Verdüsung rotiert der Stab 7 langsam um seine Symmetrieachse S und fährt kontinuierlich nach unten. Aus dem Durchmesser D des Stabes 7, der
5 zwischen 30 und 200 mm liegen kann, und der eingestellten Absenkgeschwindigkeit ergibt sich die jeweilige Schmelzrate. Als prozesstechnisch besonders günstig haben sich Stabdurchmesser D zwischen 80 und 150 mm erwiesen.

10 Durch eine in der Zeichnung lediglich schematisch dargestellte lineare Aufhängung 9 ist die Höhenverstellbarkeit ΔH der Induktion Spule 3 realisiert, durch die die freie Fallhöhe des Gießstrahles bis zur Düse und damit, wie oben erwähnt, die Viskosität der Schmelze beim Eintritt in die Düse variiert werden kann. Als technisch sinnvoll haben sich Abstände zwischen
15 Zerstäubungsdüse 5 und Induktionsspule 3 von 3 bis 100 mm erwiesen. Bei kleineren Spulenabständen besteht die Gefahr von Spannungsüberschlägen von der Spule auf die Düse, bei größeren Abständen besteht die Gefahr der Aufspaltung des Gießstrahles vor dem Eintritt in die Düsenöffnung. Als weiterhin besonders vorteilhaft haben sich horizontale Spulenwindungen
20 herausgestellt, da hiermit ein Auslenken des Gießstrahles durch elektromagnetische Kräfte bei Verlassen des Spulenmagnetfeldes im Gegensatz zu steigenden Spulenwindungen vermieden werden kann.

Die rotationssymmetrische Zerstäubungsdüse 5 befindet sich mit ihrem
25 Mittelpunkt in der Symmetrieachse S von Stab 7 und Spule 3 mit dem Abstand H unterhalb der untersten Windung in der Induktionsspule 3. Sie ist in einem gesonderten, lösbar in der Düsenplatte 4 sitzenden Düseneinsatz 11 angeordnet, der durch das Anpressen mit dem Druck p_1 auf die wasser-

gekühlte Düsenplatte 4 indirekt gekühlt. Der Schmelzstrom 8 wird von dem aus der Schmelzkammer 1 in die Pulverkammer 2 strömenden Gas radial umhüllt, eingeschnürt und durch die kreisförmige Öffnung der Zerstäubungsdüse 5 bis höchstens auf Schallgeschwindigkeit am Düsenausgang beschleunigt. Triebkraft hierfür ist die positive Druckdifferenz zwischen dem Gasdruck in der Schmelzkammer p_1 und dem Gasdruck p_2 in der Pulverkammer 2. Diese Druckdifferenz beträgt mindestens 0,2 bar, höchstens 25 bar. Technisch besonders vorteilhafte Druckdifferenzen liegen im Bereich zwischen 2 bar und 10 bar.

10

Auch bei hohen Druckdifferenzen $p_1 - p_2$ wird das Verdüsungsgas V in der Zerstäubungsdüse 5 aufgrund der ausschließlich konvergenten Düsenform höchstens bis Schallgeschwindigkeit beschleunigt, da im Überschallbereich ein konvergentes Düsenprofil als Diffusor wirkt und das Gas wieder abbremst. Je höher die Druckdifferenz $p_1 - p_2$ ist, desto eher wird die Grenze der Schallgeschwindigkeit im Düsenprofil erreicht. Als Konsequenz ist die Gasströmung nicht laminar, da der Gasdruck unmittelbar am Düsenausgang eine Funktion der Druckdifferenz und signifikant höher als der Umgebungsdruck p_2 in der Pulverkammer ist.

20

Das Verdüsungsgas verursacht Druck- und Scherspannungen im strahlförmigen Schmelzstrom 8, wodurch dieser eingeschnürt und beschleunigt wird. Die Schmelzengeschwindigkeit im Schmelzstrahl nimmt dabei radial von außen nach innen ab. Nach Verlassen der Zerstäubungsdüse 5 bauen sich die Druck- und Scherspannungen augenblicklich durch das Aufreißen des Schmelzstrahlfilaments 12 in einzelne Tröpfchen ab, die in der Verdüsungskammer zu sphärischen Pulverteilchen erstarren. Überraschenderweise sind dafür weder eine laminare Gasströmung oder Gasgeschwindigkeiten größer als die Schallgeschwindigkeit erforderlich. Im Gegenteil,

25

durch das Verdüsen ausschließlich im Unterschallbereich werden gegenüber der bekannten LAVAL-Verdüsung die Sphärizität der Pulverteilchen verbessert und die Gasporosität verringert. Dies wird erreicht durch ein ausschließlich konvergentes Düsenprofil, bei dem die Düsenflanken 13 im

5 Querschnitt kreisbogenförmig in Form eines Teilkreises mit einem Radius R von 2 bis 15 mm, vorzugsweise von 5 mm und einer Höhe h der Zerstäubungsdüse 5 ausgebildet sind, die kleiner als der Konvergenzradius R ist. Eine Tangente T am Düsenaustritt weist einen Winkel W von

10 $< 90^\circ$ bezüglich der Düsenauslassseite auf. Im konkreten Ausführungsbeispiel beträgt die Höhe h 4,5 mm bei einem Konvergenzradius R von 5 mm. Der Durchmesser der Düse d kann von 2 bis 20 mm variieren. Im Ausführungsbeispiel beträgt der Düsendurchmesser d 10 mm. Mit diesen Parametern wird in einem Ti-Legierungspulver bei einem Druck von $p_1 = 4,5$ bar und $p_2 = 930$ mbar ein d_{50} – Wert von 50 μm erreicht.

15 Der Düseneinsatz 11 ist im Übrigen aus einem arteigenen Material hergestellt, das verdüst werden soll, also beispielsweise aus TiAl oder Titan. Sein Durchmesser E kann zwischen 20 und 200 mm, vorzugsweise bei 140 mm liegen.

20 Der Stab 7 kann beispielsweise eine sogenannte EIGA- Elektrode mit einem Durchmesser D bis zu 150 mm sein. Im gezeigten Ausführungsbeispiel ist an Durchmesser D von 115 mm gewählt.

25 Für die Induktionsspule 3 in Form einer innengekühlten, konischen Spule aus Kupfer mit einer Steigung von 45° kann der Innendurchmesser I der obersten Windung 14 bis zu 170 mm, konkret beispielsweise 130 mm betragen und der vertikale Abstand G der obersten, mittleren und untersten Spulenwindungen 14, 15, 10 eine Dimension von 3 bis 20 mm, vorzugs-

- 10 -

weise 8 mm aufweisen. Der Durchmesser F des Spulenrohres kann 10 bis 30 mm, vorzugsweise 16 mm betragen. Es ist auch ein rechteckiger Querschnitt möglich.

- 5 Der Abstand H zwischen der Unterseite der Induktionsspule 3 und Düse 5 beträgt 10 mm.