

(19)



(11)

**EP 1 373 585 B2**

(12)

**NEUE EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT**

Nach dem Einspruchsverfahren

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des Hinweises auf die Entscheidung über den Einspruch:  
**29.07.2009 Patentblatt 2009/31**

(51) Int Cl.:  
**C22C 1/05** (2006.01) **B22F 1/00** (2006.01)  
**B22F 9/04** (2006.01) **B22F 9/02** (2006.01)

(45) Hinweis auf die Patenterteilung:  
**18.05.2005 Patentblatt 2005/20**

(86) Internationale Anmeldenummer:  
**PCT/AT2002/000075**

(21) Anmeldenummer: **02703388.5**

(87) Internationale Veröffentlichungsnummer:  
**WO 2002/079531 (10.10.2002 Gazette 2002/41)**

(22) Anmeldetag: **08.03.2002**

(54) **VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG EINES HARTMETALLANSATZES**

METHOD FOR PRODUCING A HARD METAL PROJECTION

PROCEDE DE PRODUCTION D'UN ELEMENT SAILLANT EN METAL DUR

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
**AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU MC NL PT SE TR**

• **HARTLMAYR, Erwin**  
**A-6600 Breitenwang (AT)**

(30) Priorität: **29.03.2001 AT 2302001**

(74) Vertreter: **Kador & Partner**  
**Corneliusstrasse 15**  
**80469 München (DE)**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
**02.01.2004 Patentblatt 2004/01**

(56) Entgegenhaltungen:  
**US-A- 4 397 889** **US-A- 5 922 978**

(73) Patentinhaber: **CERATIZIT Austria Gesellschaft m.b.H.**  
**6600 Reutte /Tirol (AT)**

• "Pulvermetallurgie der Hartmetalle" 4. Vorlesung, Seiten 4.1 bis 4.9, 4.11 bis 4.17', 1992, FACHVERBAND PULVERMETALLURGIE, HAGEN Artikel H. KOASKA  
 • BEISS, RUTHARDT, WARLIMONT: ' Landolt-Börnstein Numerical Data and Functional Relationships, Group VIII:Advanced Materials and Technologies, Materials Subvolume A, Power Metallurgy Data: Part 2 Refractory, Hard and Intermetallic Materials, ISBN 1619-4208 Seiten 345 - 347', Bd. 2, 1999, SPRINGER VERLAG, TUNGSTEN, ISBN 0-306-45053-4 Artikel LEICHTFRIED, SAUTHOFF, SPRIGGS

(72) Erfinder:  
 • **KNÜNZ, Gerhard**  
**A-6600 Lechaschau (AT)**  
 • **BEIRER, Helmut**  
**A-6600 Pflach (AT)**  
 • **LACKNER, Andreas**  
**A-6600 Reutte (AT)**  
 • **GLÄTZLE, Wolfgang**  
**A-6600 Reutte (AT)**

**EP 1 373 585 B2**

## Beschreibung

**[0001]** Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines Hartmetallansatzes aus Hartstoffanteilen, Bindemetallanteilen und wasserunlöslichen Presshilfsmittelanteilen durch Trocknen eines die Bestandteile enthaltenden Nassschlammes mit reinem Wasser als Flüssigphase.

**[0002]** Formteile aus Hartmetalllegierungen werden durch Pressen und Sintern einer Mischung der pulverförmigen Ausgangsmaterialien, dem sogenannten Hartmetallansatz, hergestellt. Zur Herstellung des Hartmetallansatzes werden die einzelnen Hartstoff- und Bindemetallpulver zunächst durch Mahlung unter Zusatz von Flüssigkeit in feinst disperse Gemenge in Form eines Nassschlammes gebracht. Bei Verwendung von grobkörnigeren Ausgangspulvern ist dieser Schritt mit einer Zerkleinerung der Ausgangspulver verbunden, während bei feinkörnigen Ausgangspulvern hauptsächlich eine Homogenisierung des Nassschlammes erfolgt. Die Flüssigkeit soll einerseits das Zusammenbacken der Pulverteilchen und andererseits ihre Oxidation während des Mahlens verhindern.

Als geeignete Mahtaggregate werden heute praktisch ausschließlich Rührwerkskugelmühlen sogenannte Attritoren verwendet, in denen das Mahlgut in einem zylindrischen Behälter zusammen mit Hartmetallkugeln durch einen mehrflügeligen Rührarm in Bewegung versetzt wird. In den durch die Mahlung unter Flüssigkeitszugabe entstehenden Nassschlamm wird in den meisten Fällen ein Presshilfsmittel, z. B. in Form von Paraffin zugegeben. Die Zugabe eines Presshilfsmittels erleichtert das Verdichten des Hartmetallansatzes beim Pressvorgang und ergibt eine bessere Grünfestigkeit und damit verbessertes "handling" der gepressten Formteile. Der Nassschlamm wird dann getrocknet, wodurch der fertige durch Pressen und Sintern weiterverarbeitbare Hartmetallansatz gebildet wird.

**[0003]** Eine häufig angewandte Methode der Trocknung ist die Sprühtrocknung. Dazu wird der auf sprühfähige Konsistenz gebrachte Nassschlamm durch eine Düse, welche sich im Inneren eines Sprühturms befindet, versprüht. Ein heißer Gasstrom trocknet die versprühten Tröpfchen auf dem Flugweg und diese scheiden sich im unteren konischen Teil des Sprühturms in Form von kleinen Kügelchen als sogenanntes Hartmetallgranulat ab, wo es dann entnommen werden kann. Wenn der Hartmetallansatz in Granulatform vorliegt, hat das den großen Vorteil, dass die Rieselfähigkeit des Hartmetallansatzes deutlich verbessert ist, wodurch das Befüllen der Pressmatrizen erleichtert wird.

**[0004]** Die Sprühtürme von Sprühtrocknungsanlagen in der Hartmetallindustrie sind mit einem zylindrischen oberen Abschnitt und einem kegelförmig zulaufenden, unteren Abschnitt ausgeführt und arbeiten in der Regel im Gegenstrom nach dem Fontänenprinzip, d. h. im unteren Abschnitt des Sprühturms befindet sich zentral angeordnet die Sprühlanze die den Nassschlamm mit

Hochdruck von etwa 12 bis 24 bar in Form einer Fontäne nach oben versprüht. Der Gasstrom zum Trocknen der versprühten Tröpfchen wird von oben gegen die Sprührichtung der Tröpfchen geführt und verlässt den Sprühturm im oberen Drittel des kegelförmig zulaufenden Abschnittes unterhalb der Sprühlanze.

Auf diese Weise werden die Tröpfchen zuerst nach oben gedrückt und dann aufgrund der Schwerkraft und der entgegengesetzt gerichteten Gasströmung nach unten umgelenkt. Im Zuge des Durchlaufens dieses Trocknungsweges werden die Tröpfchen in ein kompaktes Granulat mit einer geringen Restfeuchte umgewandelt, welches dann nach Auftreffen auf dem Boden des Sprühturms durch dessen kegelförmig zulaufenden Verlauf automatisch zur zentralen Entnahmeöffnung rieselt.

Dadurch, dass die Flugbahn der versprühten Tröpfchen zuerst nach oben und dann nach unten verläuft, ergibt sich im Vergleich zu Sprühtürmen, die im Gleichstrom arbeiten eine kompakte Bauweise. Beim Gleichstromverfahren verlaufen sowohl die Versprühung des Nassschlammes, als auch der Strom der Trocknungsluft vom oberen Ende des Sprühturms aus nach unten. Beim Gegenstromverfahren ist der gleiche Trocknungsweg für die Trocknung der Tröpfchen mit etwa der halben Sprühturmhöhe erreicht.

**[0005]** Sprühtürme, die im Gegenstrom nach dem Fontänenprinzip arbeiten, sind in der Praxis mit einem zylindrischen Abschnitt mit einer Höhe im Bereich von etwa 2 bis 9 m bei einem Zahlenverhältnis von Höhe zu Durchmesser im Bereich von etwa 0,9 bis 1,7 ausgeführt, während Sprühtürme, die im Gleichstrom mit Zufuhr von oben arbeiten, mit einem zylindrischen Abschnitt mit einer Höhe im Bereich von etwa 5 bis 25 m bei einem Zahlenverhältnis von Höhe zu Durchmesser im Bereich von etwa 1 bis 5 ausgeführt sind.

**[0006]** In der Hartmetallindustrie werden bis heute als Lösungsmittel zum Mahlen und Ausbilden des Nassschlammes fast ausnahmslos nur organische Lösungsmittel wie Aceton, Alkohol, Hexan oder Heptan in konzentrierter oder bestenfalls nur geringfügig mit Wasser verdünnter Form verwendet.

In diesen Lösungsmitteln sind die in der Praxis häufig verwendeten Presshilfsmittel auf Wachsbasis wie Paraffin in der Regel gut löslich, so dass sich keine Probleme beim Mahlen und Versprühen des Hartmetallansatzes ergeben.

**[0007]** Der große Nachteil ist, dass alle diese Lösungsmittel leicht entflammbar und leicht verflüchtigbar sind. Daher müssen die Attritoren und die Sprühtrocknungsanlage explosionsgeschützt ausgeführt sein, was einen hohen konstruktiven Aufwand und damit hohe Investitionskosten mit sich bringt.

Zudem muss die Trocknung im Sprühturm unter Schutzgasatmosphäre, in der Regel Stickstoff, durchgeführt werden.

**[0008]** Alle genannten Lösungsmittel sind darüber hinaus umweltbelastend und führen aufgrund ihrer leichten Verflüchtigbarkeit trotz Durchführung von Recycling-

maßnahmen zu hohen Verdampfungsverlusten.

**[0009]** Aufgrund der schwerwiegenden Nachteile dieser organischen Lösungsmittel hat man versucht, die organischen Lösungsmittel durch Wasser zu ersetzen. Die Schwierigkeit dabei ist, dass die am häufigsten verwendeten Presshilfsmittel - beispielsweise wie Paraffin - in Wasser nicht löslich sind und zur Herstellung des Nassschlammes spezielle Maßnahmen getroffen werden müssen, um einen zufriedenstellenden Hartmetallansatz zu erhalten.

**[0010]** Zur Klarstellung sei hier insbesondere noch darauf hingewiesen, dass der allgemeine Begriff Hartmetall selbstverständlich auch sogenannte Cermets, eine spezielle Gruppe von Hartmetallen mit in der Regel stickstoffhaltigen Hartstoffen mit einschließt.

**[0011]** US-A- 5922978 offenbart ein Verfahren, wobei Hartstoffanteile, Bindemetallanteile und Presshilfsmittelanteile im Wasser zu einem Nassschlamm gemischt werden, z. B. durch Mahlen. Die Presshilfsmittelanteile werden vorzugsweise als Paraffin-Wasseremulsion zugegeben. Die Reihenfolge der Zugabe von Hartstoffanteilen, Bindemetallanteilen und Presshilfsmittelanteilen ist nicht festgelegt.

**[0012]** Die US 4 397 889 beschreibt ein Verfahren zur Herstellung eines Hartmetallansatzes bei dem ein im verwendeten flüssigen Mahlmedium unlösliches Presshilfsmittel eingesetzt wird. So sind beispielsweise auch Paraffin als Presshilfsmittel und Wasser als Mahlmedium genannt. Um trotz der Unlöslichkeit des Presshilfsmittels im Mahlmedium einen brauchbaren Hartmetallansatz mit gleichmäßig verteiltem Presshilfsmittel zu erhalten, wird gemäß der US Patentschrift vorgeschlagen, zuerst die Hartstoffpulveranteile mit oder ohne Bindemetallanteile auf eine Temperatur über den Schmelzpunkt des Presshilfsmittels zu erwärmen und dann mit dem Presshilfsmittel zu vermischen. Dann wird die Pulvermischung möglichst rasch abgekühlt um eine Oxidation des Pulvers in Grenzen zu halten. Um eine zu starke Verklumpung der Pulvermischung während der Abkühlung zu vermeiden, wird die Pulvermischung dabei geknetet. Nach der Abkühlung werden, falls noch nicht in der Pulvermischung vorhanden, die Bindemetallanteile zugesetzt und die Pulvermischung in Wasser gemahlen. Der so entstehende Nassschlamm wird dann z.B. in einer Sprühtrocknungsanlage versprüht und getrocknet.

Nachteilig bei diesem Verfahren ist, dass die Mischeinrichtungen in denen die Vermischung des Hartmetallpulvers mit dem Presshilfsmittel erfolgt, durch verklumpte, festhaftende Restmengen der Pulver-Presshilfsmittelmischung stark verunreinigt werden und mit großem, kostenintensiven Reinigungsaufwand vor jeder neuen Fertigung eines Hartmetallansatzes entfernt werden müssen.

**[0013]** Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es daher, ein Verfahren zur Herstellung eines Hartmetallansatzes zu schaffen, bei dem die zum Stand der Technik angeführten Nachteile vermieden werden.

Erfindungsgemäß wird dies durch das Verfahren gemäß

Anspruch 1 erreicht.

**[0014]** Durch diese Maßnahme wird auf einfache Weise eine gleichmäßige Verteilung des Presshilfsmittels im Hartmetallansatz erreicht. Die Herstellung der Emulsion erfolgt problemlos in einer handelsüblichen Emulgieranlage mit einem beheizbaren Doppetwandkessel mit einem Rührwerk und einem Hochdispergiergerät. Dabei wird nach Aufschmelzen des Presshilfsmittels und des Emulgators die gewünschte Menge Wasser zugesetzt. Erst wenn die Temperaturen der beiden unmischbaren Phasen (Presshilfsmittel und Wasser) angeglichen sind, wird mit Hilfe eines extrem schnell laufenden Hochdispergiergerät (beispielsweise ca. 6000 Upm) die Presshilfsmittelphase in Wasser dispergiert. Als Emulgatoren können in der Regel handelsübliche Emulgatoren, wie sie auch in der Lebensmittelindustrie verwendet werden, eingesetzt werden. Der Emulgator muss auf die spezielle Zusammensetzung des zu emulgierenden Presshilfsmittels abgestimmt werden. Wichtig dabei ist, dass der Emulgator keinerlei für die weitere Hartmetallherstellung schädliche Substanzen, wie beispielsweise Alkali-, Erdalkali-, oder Schwefelverbindungen enthält, die nach dem Sintern bruchauslösende Phasen bilden können. Außerdem sollten auch keine emulsionsstabilisierenden Zusätze, wie beispielsweise pH-Wert erhöhende Mittel, enthalten sein, da diese Zusätze beim Entwachsen unter Umständen nicht völlig rückstandsfrei ausdampfen und Probleme bei der anschließenden Sinterung des Hartmetallansatzes bereiten können. Auch ohne derartige stabilisierende Zusätze ist die Emulsion bei Lagerung unter Raumtemperatur mindestens 5 Tage stabil, wodurch ein problemloser Fertigungsablauf bei der Herstellung des Hartmetallansatzes gewährleistet ist.

**[0015]** Besonders vorteilhaft ist die Verwendung eines Emulgators der die Herstellung einer Emulsion mit Einzeltröpfchen mit einem mittleren Tröpfchendurchmesser von weniger als 1,5  $\mu\text{m}$  ermöglicht.

**[0016]** Ein besonders häufig verwendetes Presshilfsmittel für die Herstellung eines Hartmetallansatzes ist Paraffin.

**[0017]** Bei Verwendung von Paraffin hat sich als Emulgator zur Herstellung der Emulsion eine Mischung von Fettalkoholpolyglykoether mit Monodiglyzeriden bewährt.

**[0018]** Zur Herstellung des Hartmetallansatzes wird das Mahlen der Hartstoff- und Bindemetallanteile im Attritor mit einer Viskosität des Nassschlammes im Bereich zwischen 2.500 bis 8.000 mPas (gemessen in einem Rheometer der Type RC 20 der Firma Europhysics bei einer Schergeschwindigkeit von 5,2 [1/s]) bei einem mindestens 4- bis 8-maligen Volumsaustausch pro Stunde ausgeführt wird.

**[0019]** Auf diese Weise werden auch bei der Herstellung eines Nassschlammes mit Hartstoff- und Bindemetallteilchen sehr kleiner Komgrößen in der Größenordnung von deutlich weniger als 1  $\mu\text{m}$  so kurze Mahlzeiten erreicht, dass eine zu starke Oxidation der Teilchen vermieden.

**[0020]** Besonders interessant ist die Anwendung des erfindungsgemäßen Verfahrens zur Herstellung eines Hartmetallansatzes dann, wenn durch die Trocknung des Nassschlammes in einer Sprühtrocknungsanlage ein Hartmetallgranulat hergestellt wird. Zur Sprühtrocknung wird dabei vorteilhafterweise ein Sprühturm mit einem zylindrischen Abschnitt und einem kegelförmigen Abschnitt verwendet, bei welchem der Gasstrom zur Trocknung des Nassschlammes eine Eingangstemperatur im Bereich von 130 bis 195°C und eine Ausgangstemperatur im Bereich von 85 bis 117°C aufweist und wobei der Sprühturm so ausgelegt und betrieben wird, dass das Zahlenverhältnis der über den Nassschlamm zugeführten Wassermenge in Litern pro Stunde zum Turmvolumen in m<sup>3</sup> im Bereich zwischen 0,5 und 1,8 liegt und dass maximal 0,17 kg Nassschlamm pro m<sup>3</sup> zugeführtem Trocknungsgas zerstäubt werden, wobei der Nassschlamm einen Feststoffgehalt im Bereich von 65 bis 85 Gew.% aufweist.

**[0021]** Es ist selbstverständlich dabei, dass die zur Verfügung stehende Energiemenge resultierend aus Menge und Temperatur des zugeführten Gasstromes ausreichend sein muss, um die zugeführte Wassermenge problemlos zu verdampfen.

**[0022]** Das Wesentliche bei dieser speziellen Sprühtrocknung ist es also, die Menge des zugeführten Wassers im Verhältnis zum Turmvolumen deutlich kleiner zu halten als es bei Sprühtürmen normalerweise üblich ist und die zugeführte Luftmenge so auf den versprühten Nassschlamm abzustimmen, dass mindestens 1 m<sup>3</sup> Luft pro 0,17 kg Nassschlamm zur Verfügung steht. Dadurch wird unter den herrschenden Bedingungen einerseits eine schonende Trocknung und andererseits eine maximale Restfeuchte von 0,3 Gew.%, bezogen auf das fertige Granulatkom erreicht.

Eine Oxidation auch extrem feinkörniger Ausgangspulver wird unter den genannten Verfahrensbedingungen weitgehend verhindert.

Selbstverständlich wird bei diesem Verfahren, wie bei der Herstellung von Hartmetallgranulat generell üblich, die Kohlenstoffbilanz, unter Berücksichtigung der chemischen Analyse der verwendeten Ausgangspulver und der Sauerstoffaufnahme beim Mahlen und Sprühtrocknen so eingestellt, unter Umständen durch Zugabe von Kohlenstoff vor dem Mahlen, dass mit dem Hartmetallgranulat die Herstellung eines fertiggesinterten Hartmetalles ohne eta-Phase und ohne freien Kohlenstoff gewährleistet ist.

**[0023]** Die mittlere Korngröße des durch die spezielle Sprühtrocknung hergestellten Granulats liegt im Regelfall zwischen 90 und 250 µm und kann durch die Größe der Sprühdüsenöffnung, die Viskosität des zu versprühenden Nassschlammes sowie den Sprühdruk eingestellt werden. Die mittlere Korngröße ist umso kleiner, je kleiner die Düsenöffnung, je niedriger die Viskosität und je höher der Sprühdruk ist. Die Menge des über die Sprühdüse zugeführten Nassschlammes wird wiederum über den Sprühdruk sowie über die Größe der Wirbel-

kammer und Düsenöffnung der Sprühdüse geregelt.

**[0024]** Obwohl die spezielle Sprühtrocknung sowohl bei Sprühtrocknungsanlagen, die im Gleichstromprinzip als auch bei solchen, die im Gegenstromprinzip arbeiten, anwendbar ist, hat sie sich insbesondere bei Anlagen die im Gegenstrom nach dem Fontänenprinzip arbeiten bewährt, wodurch die Sprühtrocknungsanlage in einer kompakten Bauweise hergestellt werden kann.

Dabei ist es von Vorteil, den zylindrischen, oberen Abschnitt des Sprühturmes mit etwa 6 m Höhe und etwa 4 - 5 m Durchmesser auszuführen. Für den daran anschließenden, kegelförmigen unteren Abschnitt hat sich ein Kegelwinkel von etwa 45° - 50° bewährt.

**[0025]** Ein besonderer Vorteil der speziellen Sprühtrocknung ist es auch, dass als Trocknungsgas Luft verwendet werden kann, was die Sprühtrocknung wiederum äußerst kostengünstig macht.

**[0026]** Wenn zur Sprühtrocknung eine Sprühtrocknungsanlage, welche im Gegenstrom nach dem Fontänenprinzip arbeitet, eingesetzt wird ist es von Vorteil, die Temperatur der eintretenden Trocknungsluft am oberen Ende des zylindrischen Abschnittes und die Temperatur der austretenden Trocknungsluft im Bereich des kegelförmigen Abschnittes des Sprühturmes innerhalb der angegebenen Bereiche so abzustimmen, dass sich im geometrischen Schwerpunkt des Sprühturmes eine Temperatur zwischen etwa 70 und 120°C einstellt. Unter diesen Bedingungen wird eine möglichst geringe Oxidation des Hartmetallgranulates erreicht.

**[0027]** Im folgenden wird die Erfindung an Hand einer Zeichnung und an Hand eines Herstellungsbeispiels näher erläutert.

**[0028]** Figur 1 zeigt die Prinzipdarstellung eines Sprühturmes zur besonders vorteilhaften Herstellung von Hartmetallgranulat aus einem erfindungsgemäß hergestellten Nassschlamm.

**[0029]** Der Sprühturm -1- besteht aus einem zylindrischen Abschnitt -2- sowie einem daran anschließenden, kegelförmig nach unten zulaufenden Abschnitt -3-. Der Sprühturm -1- arbeitet im Gegenstrom nach dem Fontänenprinzip, d.h. der Gasstrom zum Trocknen des Nassschlammes wird am oberen Ende -1- des zylindrischen Abschnittes -2- zugeführt und nach unten geblasen, während der zu zerstäubende Nassschlamm am unteren Ende des zylindrischen Abschnittes -2- über eine Sprühdüse -4- mit einer Düsenöffnung -5- nach dem Prinzip einer Fontäne nach oben gegen die Richtung des Gasstromes -6- versprüht wird.

Die versprühten Flüssigkeitströpfchen -7- sind also zuerst nach oben gerichtet und ändern dann aufgrund des entgegengerichteten Gasstromes und aufgrund der Schwerkraft ihre Richtung und fallen nach unten. Vor dem Auftreffen auf den Boden des Sprühturmes -1-, den kegelförmig zulaufende Abschnitt -3-, müssen die Flüssigkeitströpfchen -7- in das getrocknete Granulat umgewandelt sein.

Durch den kegelförmig zulaufenden Abschnitt -3- des Sprühturmes wird das Granulat zur Entnahmeöffnung -8-

geleitet. Der Gasstrom -6- hat eine Eintrittstemperatur im Bereich von 130 bis 195°C und eine Austrittstemperatur beim Verlassen des Sprühturmes durch das Austrittsrohr -9- unterhalb der Sprühlanze -4- im oberen Drittel des kegelförmigen Abschnittes -3-, im Bereich von 85 bis 117°C. Die Gaseintritts- und Gasaustrittstemperatur werden vorteilhafterweise so aufeinander abgestimmt, dass sich im geometrischen Schwerpunkt -S- des Sprühturmes eine Temperatur zwischen etwa 70 und 120°C einstellt. Wichtig dabei ist, dass das Verhältnis der über den Nassschlamm zugeführten Wassermenge in Litern pro Stunde, bezogen auf das Turmvolumen in m<sup>3</sup> im Bereich zwischen 0,5 und 1,8 liegt und dass pro m<sup>3</sup> zugeführtem Trocknungsgas maximal 0,17 kg Nassschlamm zerstäubt werden, wobei der Nassschlamm einen Feststoffgehalt im Bereich von 65 bis 85 Gew.% aufweist. Dabei muss natürlich gewährleistet sein, dass durch die Temperaturverhältnisse und die Menge des zugeführten Trocknungsgases die Energiemenge zur Verfügung gestellt wird, die zur problemlosen Verdampfung der über den Nassschlamm zugeführten Wassermenge ausreichend ist.

Von Vorteil ist es, wenn der kegelförmig zulaufende Abschnitt -3- des Sprühturmes doppelwandig zum Durchleiten einer Kühlflüssigkeit, z.B. Wasser, ausgeführt wird. Mit dieser Maßnahme wird das Granulat in diesem Bereich auf mindestens 75°C abgekühlt.

Nach dem Verlassen des Sprühturmes -1- durch die Auslassöffnung -8- gelangt das Granulat auf eine Kühlrinne -10- wo es dann bis auf Raumtemperatur abgekühlt wird.

**[0030]** Im folgenden wird die Erfindung an Hand eines Herstellungsbeispiels näher erläutert.

#### Beispiel

**[0031]** Zur Herstellung eines bewachsenen Hartmetallgranulates mit einer mittleren Korngröße von 125 µm, bestehend aus, abgesehen vom 2 % Wachsanteil (Paraffin), 6 Gew.% Kobalt, 0,4 Gew.% Vanadiumkarbid, Rest Wolframkarbid, wurden 36 kg Kobaltpulver mit einer mittleren Korngröße von etwa 0,8 µm FSSS und einem Sauerstoffgehalt von 0,56 Gew.%, 2,4 kg Vanadiumkarbidpulver mit einer mittleren Korngröße von etwa 1,2 µm FSSS und einem Sauerstoffgehalt von 0,25 Gew.% sowie 561,6 kg Wolframkarbidpulver mit einer BET-Oberfläche von 1,78 m<sup>2</sup>/g, was einer mittleren Korngröße von etwa 0,6 µm entspricht und einem Sauerstoffgehalt von 0,28 Gew.% mit 148 Liter Wasser in einem Attritor 5 Stunden lang gemahlen. Als Mahlkörper wurden 2000 kg Hartmetallkugeln mit 9 mm Durchmesser verwendet, die Attritorzahl betrug 78 U/min, die Umpumpleistung des Nassschlammes 1000 Liter / Stunde. Die Temperatur des Nassschlammes während der Mahlung wurde konstant auf etwa 40°C gehalten. Der fertig gemahlene Nassschlamm wurde auf 30,6 °C abgekühlt und mit 24 kg einer Paraffinemulsion (48,8 Gew.% Wasser, 48,8 Gew.% Paraffin, Rest Emulgator) homogen vermischt, durch weitere Wasserzugabe auf einen Feststoffgehalt

von 75 % mit einer Viskosität von 3000 mPas eingestellt. Die Herstellung der Emulsion erfolgte in einer handelsüblichen Emulgieranlage der Fa. IKA, Deutschland. Dabei wurden 40 kg Paraffinwachs mit 2 kg eines handelsüblichen Emulgators, im wesentlichen einer Mischung aus Fettalkoholpolyglykoether und Monodiglycerid versetzt und bei 85°C aufgeschmolzen. (Die genaue Zusammensetzung des Emulgators ist dabei empirisch auf die genaue Zusammensetzung des verwendeten Paraffinwachses abzustimmen). Nach dem Aufschmelzen wurden 40 kg Wasser zugegeben und auf gleiche Temperatur gebracht. Dann wurde zur Emulsionsherstellung für 60 Minuten das Hochdispersiergerät zugeschaltet. Danach erfolgte eine kontrollierte Abkühlung der Emulsion mit 2°C pro Minute auf Raumtemperatur unter Zuhilfenahme eines Rührwerkes. Eine Überprüfung der Tröpfchengrößenverteilung in einem Lasergranulometer ergab einen mittleren Durchmesser d<sub>50</sub> von 1,16 µm. Figur 2 zeigt eine KRYO-REM Aufnahme der fertigen Emulsion in 7.500-facher Vergrößerung.

**[0032]** Zum Granulieren des derart hergestellten Nassschlammes wurde ein Sprühturm -1- mit einem zylindrischen Abschnitt -2- mit einer Höhe von 6 m und einem Durchmesser von 4 m und mit einem kegelförmig zulaufenden Abschnitt -3- mit einem Kegelwinkel von 50° verwendet, was einem Turmvolumen von 93 m<sup>3</sup> entspricht. Der Sprühturm war auf eine Arbeitsweise im Gegenstrom nach dem Fontänenprinzip ausgelegt. Als Gas zum Trocknen des Nassschlammes wurde Luft verwendet, die dem Sprühturm mit 4000 m<sup>3</sup>/h zugeführt wurde. Der Nassschlamm wurde dem Sprühturm über eine Sprühlanze -4-, mit einer Einstößdüse -5- mit einer Austrittsöffnung von 1,12 mm Durchmesser, mit einem Druck von 15 bar zugeführt, wodurch sich eine Nassschlammbeschickung von 0,08 kg Nassschlamm pro m<sup>3</sup> Trocknungsluft ergab. Die Luftaustrittstemperatur wurde auf einen konstanten Wert von 88°C eingestellt, was unter den gegebenen Verhältnissen durch eine Lufteingangstemperatur von 145°C erreicht wurde. Die Zerstäubung von 0,08 kg Nassschlamm pro m<sup>3</sup> zugeführter Trocknungsluft bedeutet, dass bei einer Luftzufuhr von 4000 m<sup>3</sup> pro Stunde 320 kg Nassschlamm pro Stunde versprüht wurden. Da der Nassschlamm auf 75 % Feststoffgehalt eingestellt wurde, entsprechen die 320 kg Nassschlamm pro Stunde einer stündlich zugeführten Wassermenge von 80 Litern.

Das Verhältnis der zugeführten Wassermenge in Litern pro Stunde, bezogen auf das Turmvolumen, lag daher

$$\text{bei } \frac{80 \text{ l/h}}{93 \text{ m}^3} = 0,86 \frac{\text{l}}{\text{m}^3 \cdot \text{h}} .$$

**[0033]** Der Sauerstoffgehalt des hergestellten Granulates lag bei 0,51 Gew.%. .

**[0034]** Figur 3 zeigt eine Aufnahme des nach dem Beispiel hergestellten Hartmetallgranulates mit einer mittleren Korngröße von 125 µm in 50-facher Vergrößerung.

## Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines Hartmetallansatzes aus Hartstoffanteilen, Bindemetallanteilen und wasserunlöslichen Presshilfsmittelanteilen durch Trocknen eines die Bestandteile enthaltenden Nassschlammes mit reinem Wasser als Flüssigphase, **dadurch gekennzeichnet, dass** zuerst die Hartstoff- und Bindemetallanteile mit Wasser unter Bildung eines Nassschlammes vermahlen werden und dass dem Nassschlamm nach dem Mahlen die Presshilfsmittelanteile in Form einer Emulsion, welche mit Hilfe eines Emulgators unter Zugabe von Wasser hergestellt wird, zugemischt werden, und dass das Mahlen im Attritor mit einer Viskosität des Nassschlammes im Bereich zwischen 2.500 bis 8.000 mPas bei einem mindestens 4- bis 8-maligen Volumsaustausch pro Stunde ausgeführt wird.
2. Verfahren zur Herstellung eines Hartmetallansatzes nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** ein Emulgator verwendet wird, der die Herstellung einer Emulsion mit Einzeltröpfchen mit einem mittleren Tröpfchendurchmesser von weniger als 1,5 µm ermöglicht.
3. Verfahren zur Herstellung eines Hartmetallansatzes nach einem der Ansprüche 1 bis 2, **dadurch gekennzeichnet, dass** als Presshilfsmittel Paraffin verwendet wird.
4. Verfahren zur Herstellung eines Hartmetallansatzes nach Anspruch 3, **dadurch gekennzeichnet, dass** als Emulgator eine Mischung von Fettalkoholpolyglykolether mit Monodiglyzeriden verwendet wird.
5. Verfahren zur Herstellung eines Hartmetallansatzes nach einem der Ansprüche 1 bis 4, in Form eines Hartmetallgranulates **dadurch gekennzeichnet, dass** der Nassschlamm in einer Sprühtrocknungsanlage getrocknet wird.
6. Verfahren zur Herstellung eines Hartmetallgranulates nach Anspruch 5, **dadurch gekennzeichnet, dass** zur Sprühtrocknung ein Sprühturm -1- mit einem zylindrischen Abschnitt -2- und einem kegelförmigen Abschnitt -3- verwendet wird, bei dem der Gasstrom zur Trocknung des Nassschlammes eine Eingangstemperatur im Bereich von 130 - 195°C und eine Ausgangstemperatur im Bereich von 85 - 117°C aufweist und wobei der Sprühturm -1- so ausgelegt und betrieben wird, dass das Zahlenverhältnis der über den Nassschlamm zugeführten Wassermenge in Litern pro Stunde zum Turmvolumen in m<sup>3</sup> im Bereich zwischen 0,5 und 1,8 liegt und dass maximal 0,17 kg Nassschlamm pro m<sup>3</sup> zugeführtem Trock-

nungsgas zerstäubt werden, wobei der Nassschlamm einen Feststoffgehalt im Bereich von 65 bis 85 Gew.% aufweist.

7. Verfahren zur Herstellung eines Hartmetallgranulates nach Anspruch 6, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Sprühtrocknen im Gegenstrom nach dem Fontänenprinzip erfolgt und dass als Trocknungsgas Luft verwendet wird.
8. Verfahren zur Herstellung eines Hartmetallgranulates nach Anspruch 7, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Gaseintritts- und Gasaustrittstemperatur so aufeinander abgestimmt werden, dass sich im geometrischen Schwerpunkt -S- des Sprühturmes -1- eine Temperatur zwischen etwa 70 und 120°C einstellt.

## 20 Claims

1. Method for producing a hard metal grade powder from hard material components, binding metal components and water-insoluble pressing aid components by drying a slurry containing said components with pure water as a liquid phase, **characterised in that** the hard material components and binding metal components are first milled with water to form a slurry and **in that** after milling the pressing aid components, in the form of an emulsion which is produced with the aid of an emulsifying agent with the addition of water, are admixed to the slurry, and **in that** the milling is carried out in the attritor with a viscosity of the slurry within the range from 2500 to 8000 mPas and with at least a four-fold to eight-fold volume exchange per hour.
2. Method for producing a hard metal grade powder according to claim 1, **characterised in that** an emulsifying agent is used which makes possible the production of an emulsion with individual droplets having a mean diameter of less than 1.5 µm.
3. Method for producing a hard metal grade powder according to either of claims 1 and 2, **characterised in that** paraffin is used as the pressing aid.
4. Method for producing a hard metal grade powder according to claim 3, **characterised in that** a mixture of fatty alcohol polyglycoether with monodiglycerides is used as the emulsifying agent.
5. Method for producing a hard metal grade powder according to any one of claims 1 to 4 in the form of a hard metal granulate, **characterised in that** the slurry is dried in a spray-drying apparatus.
6. Method for producing a hard metal granulate accord-

ing to claim 5, **characterised in that** for the spray drying a spray tower -1- having a cylindrical segment -2- and a conical segment -3- is used in which the gas stream for drying the slurry has an inlet temperature within the range from 130 to 195°C and an exit temperature within the range from 85 to 117°C, the spray tower (1) being so designed and operated that the ratio of the quantity of water supplied via the slurry in litres per hour to the volume of the tower in cubic metres is within the range from 0.5:1 to 1.8:1, and **in that** not more than 0.17 kg of slurry per cubic metre of incoming drying gas is atomised, the slurry having a solid content within the range from 65 to 85 wt.%.

7. Method for producing a hard metal granulate according to claim 6, **characterised in that** the spray drying takes place in the countercurrent on the fountain principle and **in that** air is used as the drying gas.
8. Method for producing a hard metal granulate according to claim 7, **characterised in that** the gas inlet and gas exit temperatures are so coordinated that a temperature from approximately 70 to 120°C is established at the geometrical centre of gravity - S- of the spray tower -1-.

#### Revendications

1. Procédé d'élaboration d'une préparation pour métal dur par séchage d'une barbotine humide qui contient de l'eau pure comme phase liquide et, comme autres ingrédients, des teneurs en substances dures, des teneurs en métaux liants et des teneurs en adjuvants de compression insolubles dans l'eau, **caractérisé en ce que** les teneurs en substances dures et en métaux liants sont d'abord broyées avec l'eau en formant une barbotine humide, et **en ce que** les teneurs en adjuvants de compression sont ajoutées à la barbotine humide, après le broyage, sous la forme d'une émulsion, qui est élaborée à l'aide d'un émulsifiant en ajoutant de l'eau, et **en ce que** le broyage est exécuté dans l'attriteur où la viscosité de barbotine humide est comprise dans une plage de 2500 à 8000 mPas, et l'échange volumique est au moins de 4 à 8 fois par heure.
2. Procédé d'élaboration d'une préparation pour métal dur selon la revendication 1, **caractérisé par** l'utilisation d'un émulsifiant qui permet l'élaboration d'une émulsion formée de gouttelettes individuelles d'un diamètre moyen de gouttelette inférieur à 1,5 µm.
3. Procédé d'élaboration d'une préparation pour métal dur selon l'une des revendications 1 ou 2, **caractérisé par** l'utilisation de paraffine comme adjuvant de compression.

4. Procédé d'élaboration d'une préparation pour métal dur selon la revendication 3, **caractérisé en ce que** l'émulsifiant consiste en un mélange de polyglycoléthers d'alcools gras avec des monodiglycérides

5. Procédé d'élaboration d'une préparation pour métal dur selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, sous la forme d'un granulat de métal dur **caractérisé en ce que** la barbotine humide est séchée dans une installation de vaporisation.

6. Procédé d'élaboration d'un granulat de métal dur selon la revendication 5, **caractérisé en ce que** le séchage par vaporisation est exécuté dans une tour de vaporisation (1) qui inclut une partie cylindrique (2) et une partie conique (3), dans lequel la température d'entrée du flux gazeux de séchage de la barbotine humide est dans une plage de 130 à 195°C et sa température de sortie dans une plage de 85 à 117 °C et dans lequel la tour de vaporisation (1) est construite et mise en oeuvre d'une manière telle que le rapport entre la quantité d'eau amenée par la barbotine humide, en litres par heure, et le volume de la tour, en m<sup>3</sup>, est dans une plage de 0,5 à 1,8 et que la quantité de barbotine humide vaporisée est au plus de 0,17 kg par m<sup>3</sup> de gaz de séchage introduit, la teneur en solides de la barbotine humide étant dans une plage de 65 à 85% en poids.

7. Procédé d'élaboration d'un granulat de métal dur selon la revendication 6, **caractérisé en ce que** le séchage par vaporisation est exécuté à contre courant selon le principe des jets ascendants, et **en ce que** le gaz de séchage utilisé est l'air.

8. Procédé d'élaboration d'un granulat de métal dur selon la revendication 7, **caractérisé en ce que** les températures d'entrée de gaz et de sortie de gaz sont adaptées l'une à l'autre de manière à établir une température comprise entre environ 70 et 120°C au centre de gravité géométrique (S) de la tour de vaporisation (1).

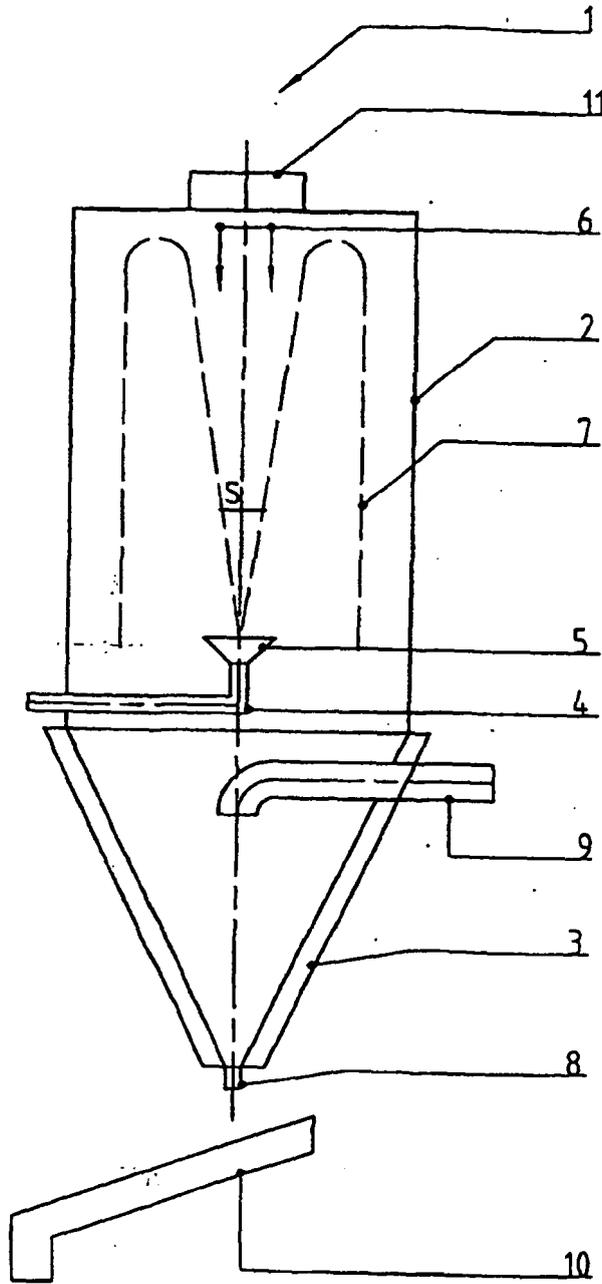


Fig. 1

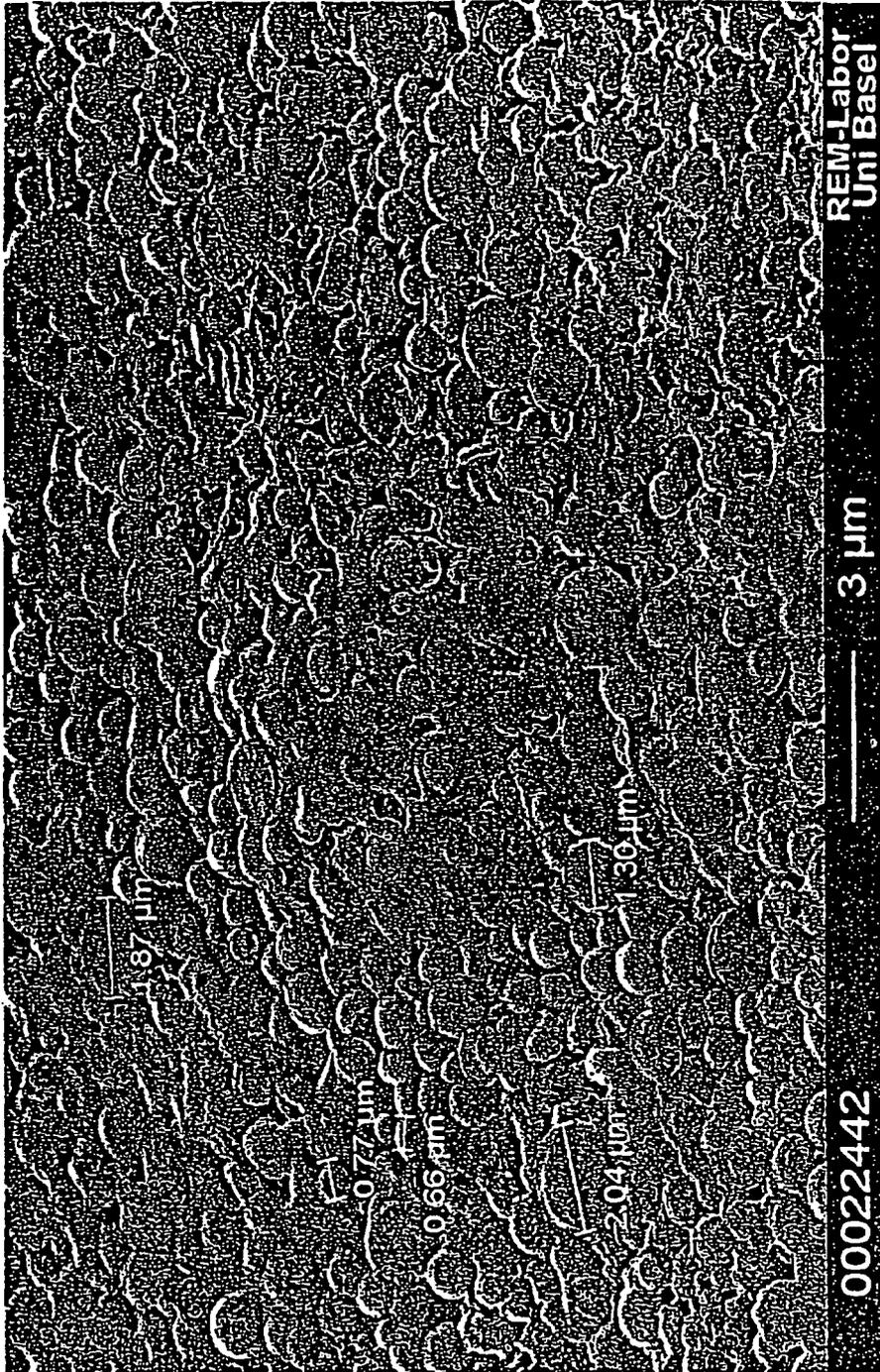


Fig.2

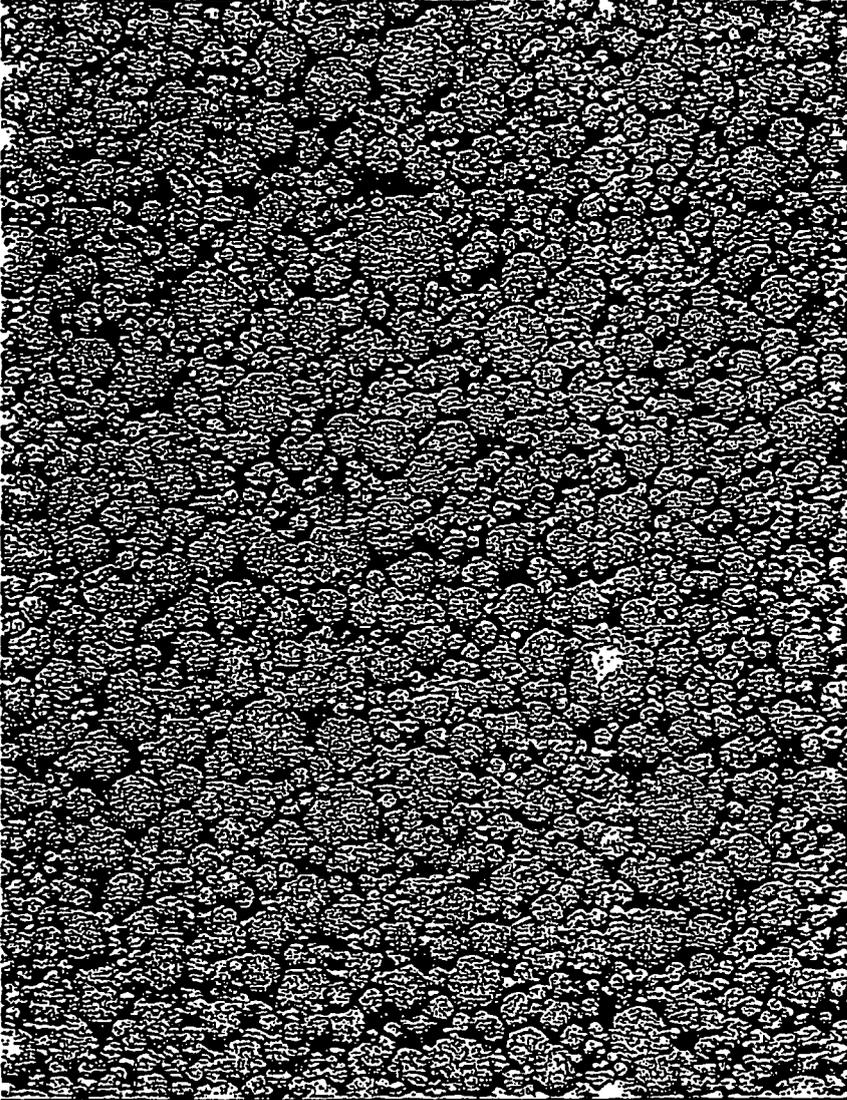


Fig.3

**IN DER BESCHREIBUNG AUFGEFÜHRTE DOKUMENTE**

*Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde ausschließlich zur Information des Lesers aufgenommen und ist nicht Bestandteil des europäischen Patentdokumentes. Sie wurde mit größter Sorgfalt zusammengestellt; das EPA übernimmt jedoch keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.*

**In der Beschreibung aufgeführte Patentdokumente**

- US 5922978 A [0011]
- US 4397889 A [0012]