

# HERSTELLUNG VON METALLPULVERN MITTELS ELEKTROMAGNETISCHER ZERSTÄUBUNG

Von  
L. MÉSZÁROS und K. VARGA

Institut für Angewandte Chemie der Attila-József-Universität, Szeged

(Eingegangen am 21. März 1973)

Es werden die prinzipiellen Möglichkeiten der elektromagnetischen Zerstäubung von Metallschmelzen besprochen und gezeigt, unter welchen Bedingungen ein Metallschmelzenstrahl oder die Oberfläche gewisser Metallschmelzen sowie im elektrischen Bogen entstehender Metalldampf bzw. flüssiges Metall im elektromagnetischen Kraftfeld durch Lorentzsche Kräfte dispergiert werden kann. Es werden die zur Verwirklichung dieser drei Zerstäubungsmöglichkeiten entwickelten Einrichtungen beschrieben.

Unter Berücksichtigung der katalytischen Eigenschaften [1] verschiedener Metalle sowie ihrer Eignung zur Herstellung von Organometall-Verbindungen [2] konnten an unserem Lehrstuhl mittels pneumatischer Zerstäubung [3] verschiedene Metallpulver, Metallsinter, Metalloxyde und organische Metallverbindungen hergestellt werden [4]. Die Leistung der pneumatischen Einrichtungen erwies sich als befriedigend. Die Sicherung des entsprechenden Reinheitsgrades der in großen Mengen verwendeten Zerstäubungsgase ist leider sehr kostspielig und so ist auch das durch pneumatische Zerstäubung erhaltene Metallpulver selbst teuer. Die erhöhte Nachfrage nach hochreinen Metallpulvern veranlasste uns deshalb, eine neuartige Methode für diesen Zweck auszuarbeiten.

Die elektromagnetische Zerstäubung [5] beruht im wesentlichen auf der Erkenntnis, daß in einer durch ein magnetisches Feld strömenden Metallschmelze oder einem solchen Elektrolyten — wenn elektrischer Strom durchgeleitet wird — Abstoßkräfte entstehen. Wird also in einer geeigneten Einrichtung eine hinreichend starke magnetische Feldkraft erzeugt, so wird der Metallschmelzestrahler zu feinen Tröpfchen zerrissen; wodurch ein „Spray“, bzw. nach dessen Erkalten, Metallpulver entsteht.

Größe und Richtung der auf den Metallschmelzestrahler wirkenden Kraft lassen sich aufgrund des Lorentz'schen Gesetzes errechnen. Zur orientierenden Abschätzung eignet sich der Zusammenhang:  $F = kiB$  (wo  $i$  = die Intensität des durch den Metallschmelzefaden fließenden Stromes,  $l$  = die Länge des Fadens, und  $H$  die magnetische Induktion bedeutet). So wirkt z. B. auf einer 1 mm langen Strecke eines Metallschmelzefadens von  $1 \text{ mm}^2 \text{ } \varnothing$  im Falle eines Stromes von einigen A Intensität in einem homogenen magnetischen Feld von  $10^4$  Gauss auf  $1 \text{ mm}^3$  Metallschmelze eine Kraft, die die Teilchen mit einer Anfangsgeschwindigkeit von ca. 10 m/s senkrecht zur Strahloberfläche herausschleudert. Diese Schätzung ist natürlich eine sehr grobe, da ja zahlreiche Faktoren (wie Oberflächenspannung, Viskosität, u. a.) in dem

einfachen Modell unberücksichtigt blieben. Dennoch haben die Versuche diese Schätzung bestätigt; in unserer Einrichtung konnte die elektromagnetische Metallzerstäubung auch in der Praxis verwirklicht werden.

Die benutzte Einrichtung ist in Abb. 1 veranschaulicht. Nach Einschalten des magnetischen Feldes und Schließen des Stromkreises durch die niederrieselnde Metallschmelze wird die Flüssigkeit durch die zwischen den Magnetpolen wirkende Kräfte sozusagen „herausgeblasen“. Dadurch wird der Stromkreis vorübergehend

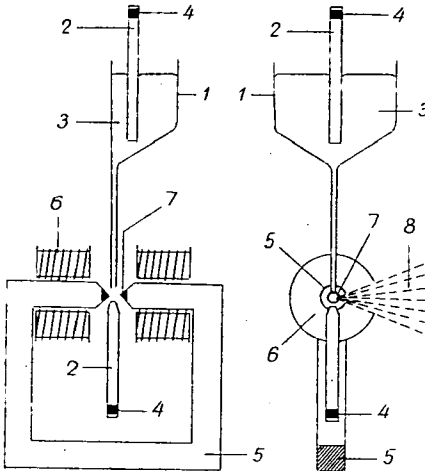


Abb. 1. Skizze des elektromagnetischen Zerstäubers. 1. Gefäß; 2. Graphitelektrode; 3. zu zerstäubendes Material; 4. Schellen der Stromzuleitung; 5. Eisenkern des Elektromagneten; 6. Magnetspule; 7. auswechselbare, konische Pole des Eisenkerns; 8. Flugrichtung der Teilchen, Streukegel.

unterbrochen, und die Wirkung der Lorentz-Kräfte hört auf; doch wird der Stromkreis durch die herabrieselnde Flüssigkeit wieder geschlossen und diese Erscheinung wiederholt sich periodisch. Bei großen Stromstärken werden die Perioden schneller, die Zerstäubung kann kontinuierlich gestaltet werden.

Durch Weiterentwicklung der ersten Versuchseinrichtung wurden die verschiedenen Modifikationen des Verfahrens ausgearbeitet und die später zu besprechenden Zieleinrichtungen entwickelt. Um das Wesentliche dieser Tätigkeit zusammenzufassen, seien im folgenden alle jene Parameter und Faktoren angeführt, deren entsprechende Einstellung im Laufe unserer Arbeit zu berücksichtigen war.

Zunächst mußte die Dosierung bzw. das Schmelzen des Metalles gelöst werden. Letzteres konnte in Kenntnis der thermischen Eigenschaften des zu schmelzenden Metalles mittels geeigneter Heizleistung gesichert werden. Wesentlich war es, die

Viskosität der Schmelze soweit herabzusetzen, daß sie durch die angewandte Fließkapillare mit entsprechender Geschwindigkeit ausfließt. Die Dosierungsgeschwindigkeit wird im übrigen durch die Abmessungen der Kapillare bestimmt. Daneben war die zweckmäßige geometrische Ausgestaltung des gesamten Zerstäubungsraumes eine grundlegende Bedingung für das erfolgreiche Frunktionieren der Einrichtung. Die optimale Ausflußgeschwindigkeit ließ sich durch Variieren der Länge und des Durchmessers der Kapillare erreichen.

Form und gegenseitiger Abstand der Magnetpole beeinflussen die resultierende Feldstärke und deren Homogenität in hohem Grade. Es soll mit einem möglichst kleinen Luftspalt gearbeitet werden; gleichzeitig ist aber zu sichern, daß der Flüssigkeitsstrahl mit den Magnetpolen nicht in Berührung kommt. Um dies mit Sicherheit zu verhüten, mußten die Magnetpole mit einer Isolierschicht versehen werden. Neben der guten elektrischen Isolierung schützte diese Schicht dank ihres guten Wärmeisolierungsvermögens den Magneten auch vor Überhitzung. Im allgemeinen mußte auch vermieden werden, daß beim Schmelzen aus dem Metall Metalloxyde entstehen.

Ferner war auch mit Nebenwirkungen des durch die Schmelze fließenden Stro-

mes zu rechnen. Die freiwerdende Joulesche Wärme kann gegebenenfalls nützlich sein, indem sie das vorzeitige Erkalten der Schmelze vor der Zerstäubung (Verstopfen der Kapillare) verhütet. Beim Zerreißen des Schmelzefadens kann ein elektrischer Bogen entstehen, was mitunter günstig sein kann, da es das Verdampfen eines bestimmten Metallanteiles bewirkt. Die Metaldämpfe — an den größeren Metallpartikeln kondensiert — vergrößern die spezifische Oberfläche des Metallpulvers (d. h. sie erhöhen bei Verwendung in chemischen Reaktionen die Aktivität). All dies ist jedoch nachteilig, wenn Pulver von gleichmäßiger Partikelgröße hergestellt werden sollen. Hierbei wird der Wirkungsgrad des Verfahrens auch durch den verständlicherweise steigenden Energiebedarf verschlechtert. Wie erwähnt, ist neben der Zerstäubung durch Lorentz-Kräfte auch mit der Entstehung eines elektrischen Bogens zu rechnen. Die dadurch erfolgende „Bogenzerstäubung“ geht nach einem ganz anderen Mechanismus vor sich; die Wirkung des magnetischen Feldes auf die zerstäubten Metalltröpfchen ist aber prinzipiell die gleiche. Einfach läßt sich das so vorstellen, daß die „Metaldampf Wolke“ sich in Richtung des magnetischen Feldes fortbewegt, an kühlere Stellen gelangend zu Tropfen kondensiert und nach Erkalting Körnchen bildet.

Was die Möglichkeit einer Umsetzung in die Praxis betrifft, sind aufgrund des Gesagten zwei Apparatetypen zu unterscheiden: „Schmelzerstäuber“ und „Bogenzerstäuber“. Im ersteren Typ (Abb. 1.) geschieht die Zerstäubung durch Rieseln der

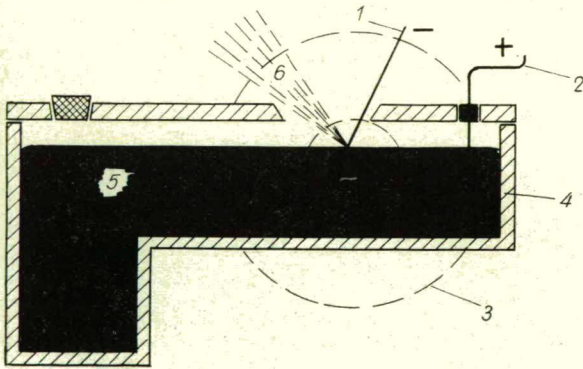


Abb. 2. Oberflächenzerstäubung der Metallschmelze. 1. Nadel-elektrode; 2. elektrischer Anschluss der Schmelze; 3. Magnetpole; 4. Gefäß; 5. Metallschmelze; 6. Spray.

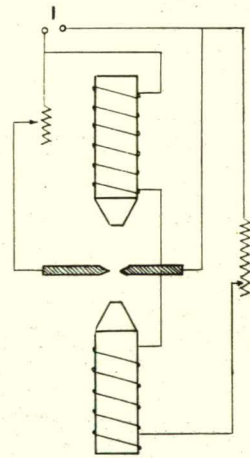


Abb. 3. Schaltungsskizze der Bogenlichtzerstäubereinrichtung.

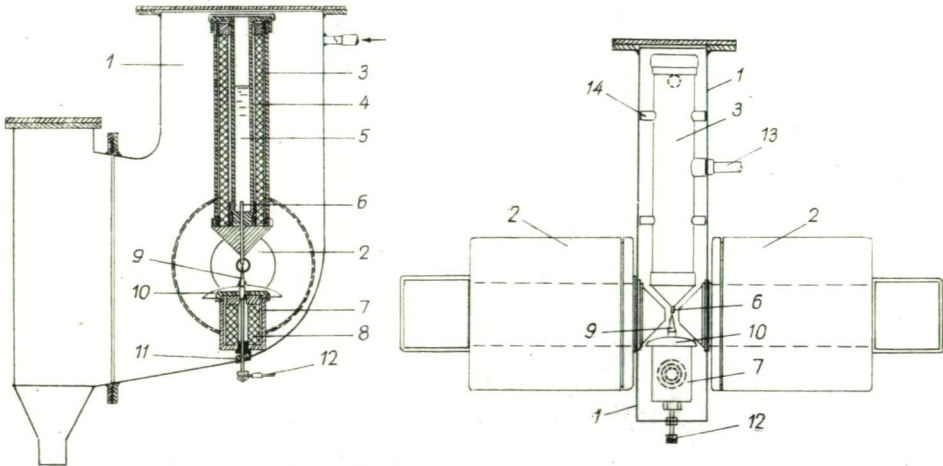
Schmelze. Die Zerstäubung von Metallschmelzen bzw. Elektrolyten kann in der gleichen Einrichtung erfolgen, lediglich in der Betriebstemperatur bestehen Unterschiede.

Zur Zerstäubung der Schmelze muß nicht unbedingt das „Rieseln“ angewandt werden. Wählt man nämlich die Richtung des magnetischen Feldes im Verhältnis zur Oberfläche der ruhenden Schmelze so, daß die Richtung der Lorentz-Kräfte mit der Normalen der Oberfläche einen spitzen Winkel bildet, so wird das Material durch

das elektromagnetische Feld „aus der Oberfläche herausgestäubt“. Eine Skizze der nach diesem Prinzip funktionierenden Einrichtung ist in Abb. 2 zu sehen. Eine Elektrode wird durch die Schmelze selbst, die andere durch eine die Oberfläche punktförmig berührende Nadelelektrode gebildet.

Die Verwirklichung der anderen grundlegenden Möglichkeit, der „Bogenzerstäubung“ ist in Abb. 3 dargestellt. In diesem Fall ist es nicht nötig, das Metall zu schmelzen. Aus dem zu zerstäubenden Metall werden stab- oder drahtförmige Elektroden hergestellt, und durch Anschalten einer elektrischen Spannung an die Elektroden ein Bogen gezogen. Bei der Temperatur dieses Bogens verdampft bzw. schmilzt ein Teil des Metalls. Die Metalldämpfe und Metalltröpfchen fliegen auf Einwirkung eines geeignet geformten magnetischen Feldes aus dem Bogen, und ergeben nach dem Erkalten das Metallpulver. Die Konkreten Ausführungsformen der in Prinzip geschilderten Einrichtungen ermöglichen die Zerstäubung von Metallen in beliebiger Gasatmosphären (Luft, inerte Gase), wie auch im Vakuum und unter Flüssigkeiten.

Die Skizze der zur Verwirklichung der Schmelzerstäubung dienenden universalen Einrichtung zeigt Abb. 4. In dieser Einrichtung haben wir Quecksilber-, Zink-



**Abb. 4.** Betriebseinrichtung zur elektromagnetischen Zerstäubung von Metallschmelzen. 1. Mantel; 2. Elektromagnet; 3. Isoliertes Schmelzereservoir als obere Elektrode; 4. Wärmeisolierung; 5. Schmelze; 6. Kapillare; 7. untere Elektrode mit Isolierung; 8. Wärmeisolierung; 9. Nadelelektrode; 10. Schutzschild; 11. elektrische Isolierung; 12. elektrischer Anschluß; 13. Stelle des elektrischen Anschlusses; 14. Isolierungs-Distanzhalter.

Zinn-, Blei- und Kadmiumschmelzen an der Luft zwecks Herstellung von Metall-Metalloxyd-Pulvergemischen zerstäubt, und mittels Zerstäubung unter Flüssigkeiten verschiedene Metallsuspensionen hergestellt. So wurde neben Quecksilberzerstäubung auch die Herstellung einer Natriummetsuspension in Toluol und Paraffin durchgeführt. Eine elektronenmikroskopische Aufnahme der Natrium-Paraffin-„Emulsion“ ist in Abb. 5 zu sehen.

In der in Abb. 2 dargestellten Einrichtung wurde eine Zinnschmelze an der Luft, und Natrium unter Toluol zerstäubt. Die Eigenschaften der mittels „Ober-



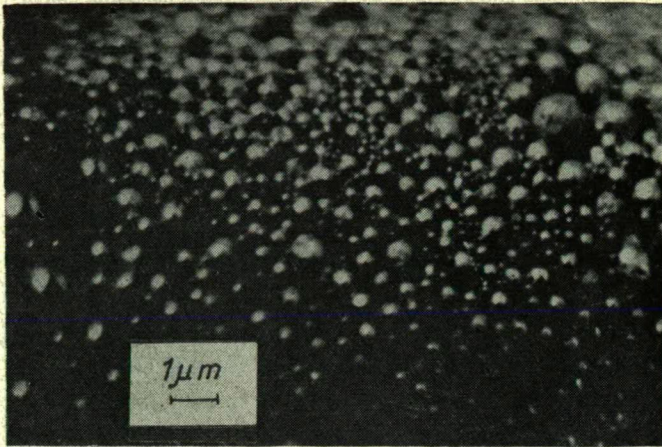


Abb. 5. Elektronenmikroskopische Aufnahme einer durch elektromagnetisches Zerstäuben von der Oberflächenzerstäubung hergestellten Natrium-Toluol-Emulsion.

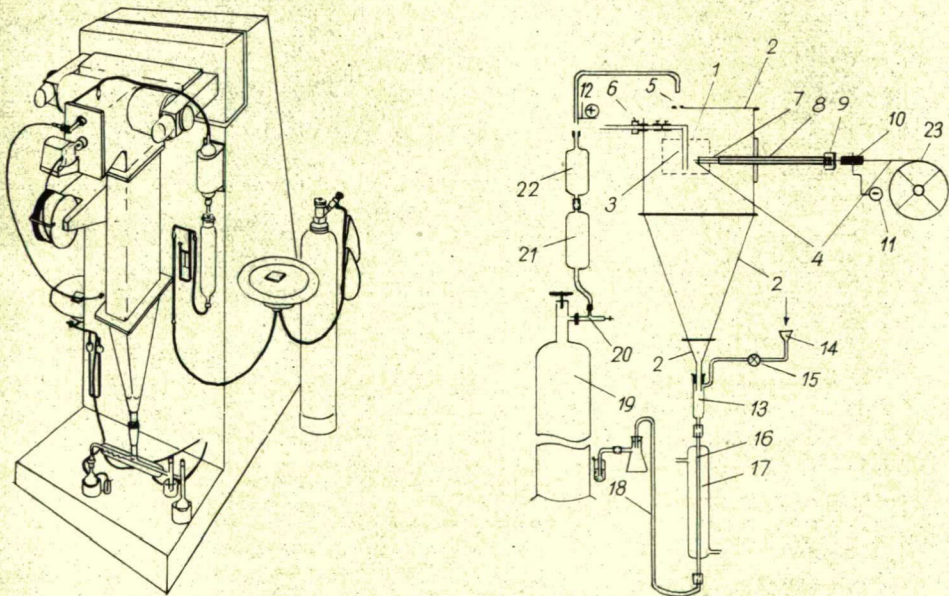


Abb. 6. Perspektivische Ansicht und Skizze einer kompletten Bogenzerstäubungseinrichtung 1. Schnitt durch die abgestumpfte Pyramide des Magneten; 2. Aluminiumplattenschrank; 3. Austauschbare Elektrode; 4. der zu zerstäubende Draht; 5. Einführöffnung für das inerte Gas; 6. Dichtung der Elektrode; 7. Keramikrohr zur Drahtführung; 8. Kupferrohr zur Befestigung des Keramikrohrs; 9. Drahteinführung mit Gummidichtung; 10. Drahtvorschubeinrichtung; 11. und 12. elektrische Anschlüsse; 13.—22. Armaturen aus Glas; 23. Drahtspule.



flächenzerstäubung" gewonnenen Metallpulver (bzw. Suspensionen) stimmten mit jenen der mittels der Rieselmethode erhaltenen Produkte überein.

Die Skizze einer ziemlich universal verwendbaren Ausführung der verschiedenen Bogenzerstäubungseinrichtungen zeigt Abb. 6. Diese wurde zum Zerstäuben

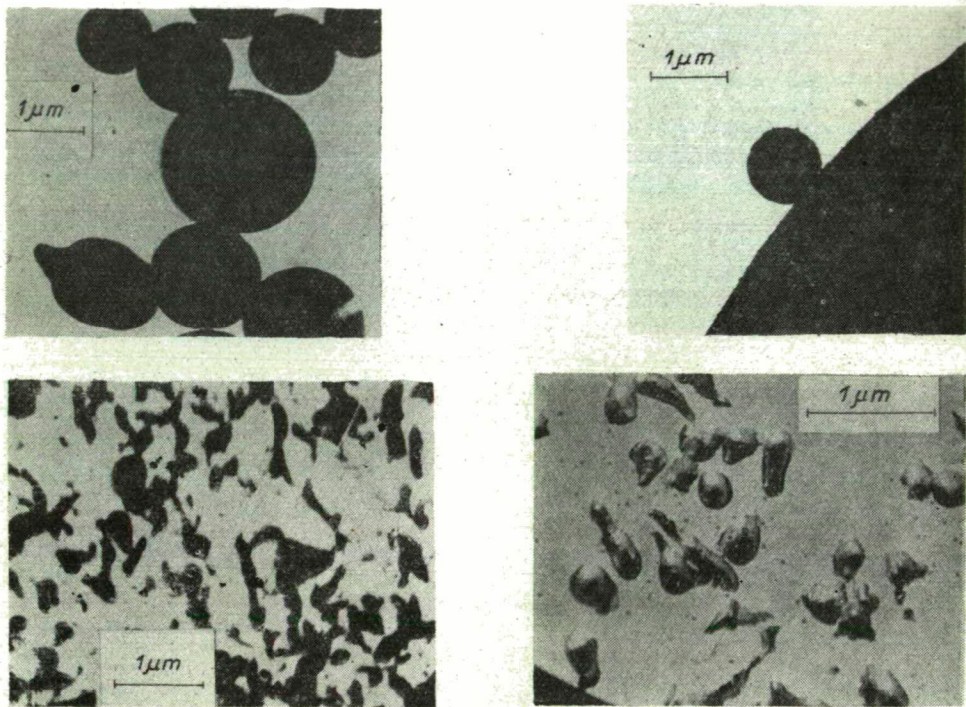


Abb. 7. Elektronenmikroskopische Aufnahmen der mittels elektromagnetischer Bogenzerstäubung hergestellten Metallpulver (400 A, 0.1 T). (a) Einige feinere Nickelkörnchen; (b) einem größeren Korn aufgelagertes Nickelstaubkörnchen von etwa  $1\ \mu\text{m}$  Durchmesser; (c) Eisenpulver; (d) Aluminiumpulver.

von Aluminium, Eisen, Nickel und Kupfer benützt. Einige hergestellte elektronenmikroskopische Aufnahmen von diesen Metallpulvern enthält Abb. 7. Durch Zerstäubung an der Luft können oxydhaltige, in Stickstoff reine homodisperse Metallpulver erzeugt werden.

Die erhaltenen Metallpulver sind vielseitig verwendbar, so u.a. für pulvermetallurgische Zwecke, Wurtz'sche [6] Reaktionen, usw. Besonders zu erwähnen ist die Herstellung von Raney-Nickel, wobei als eine Elektrode Nickel und als die andere Aluminium verwendet wurde.

Ein selbständiges Kapitel auf dem Gebiete der Anwendung von Metallpulvern bedeutet die Herstellung von organischen Metallverbindungen. Die klassischen Methoden sind nicht kontinuierlich. Ein großes Problem bedeutet die im allgemeinen kleine spezifische Oberfläche des verwendeten Metalls, die noch durch Inaktivierung während der Aufbewahrung (Oberflächenoxydation) weiter verringert wird; mitunter

bildet sich im Laufe der Reaktion eine inaktive Schicht an der Oberfläche der Metallstücke. Alle diese Probleme lassen sich mit unserer, auf dem Prinzip der elektromagnetischen Zerstäubung aufgebauten Einrichtung beseitigen. In Abb. 6 ist ein zur Aluminiumzerstäubung in Stickstoffatmosphäre benützter Apparat dargestellt. Das entstandene Pulver wurde unmittelbar in das Reagens geleitet und so Al-Alkyle im kontinuierlichen Verfahren erzeugt.

Über die neuartigen Methoden der Metallzerstäubung, d.h. über die in der vorliegenden Mitteilung erörterte elektromagnetische Zerstäubung und die früher bekanntgegebene Metallzerstäubung mittels elektrischer Erosion ist eine ausführliche Zusammenfassung mit weiteren Ergebnissen [7] in Vorbereitung.

#### Literatur

- [1] *Mészáros, L.*: Verfahren zur Herstellung von Grundstoffen zur Elektrodenbereitung für Brennstoffelemente. II. Internationale Tagung für das Studium der Brennstoffzellenbatterien, Bruxelles, 16—20. Juni 1969.
- [2] *Mészáros, L.*: Continuous production and consumption of super-pure and super-fine metal powders. V. International Conference on Organometallic Chemistry. Moscow, 16—21 August, 1971.; Abstracts, Vol. 2. 567 (1971).
- [3] *Mészáros, L., S. A. Gilde*: Durchführung chemischer Reaktionen mit einem pneumatischen Spaltzerstäuber. XXXVII. Congrès International de Chimie Industrielle. Madrid, 4—12. novembre, 1967; *Chim. Ind. Génie Chimique* **98**, 161 (1967).
- [4] *Mészáros, L., F. Sirokmán, S. A. Gilde*: unveröffentlichte Ergebnisse.
- [5] *Mészáros, L.*: Hung. Pat. 153.851 (20. März 1965). Französisches Pat. 1.480.209 (18. März 1966). Brit. Pat. 1.146.462 (23. Juli 1969).
- [6] *Mészáros, L.*: *Tetrahedron Letters* **1967**, 4951; *Magy. Kém. Foly.* **73**, 91 (1967).
- [7] *Mészáros, L., K. Varga*: unveröffentlichte Ergebnisse.

#### ПОЛУЧЕНИЕ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПОРОШКОВ ЭЛЕКТРОМАГНИТНЫМ РАСПЫЛЕНИЕМ

*Л. Месарош, К. Варга*

Описаны принципиальные основы электромагнитного диспергирования расплавов металлов. Показано, при каких условиях возможно проведение распыления струи или поверхности расплавленного металла в электромагнитном поле за счет сил Лорентца, а также образующегося в электрической дуге жидкого или парообразного металла. Описан прибор для осуществления рассмотренных способов распыления металлов.