

NETZSCH

Proven Excellence.



Vermahlung und Sichtung von Seltenerdpulvern
und dessen Einfluss auf die magnetischen
Eigenschaften von Seltenerdmagneten

Business Unit
GRINDING & DISPERSING

VERMAHLUNG UND SICHTUNG VON SELTENERDPULVERN UND DESSEN EINFLUSS AUF DIE MAGNETISCHEN EIGENSCHAFTEN VON SELTENERDMAGNETEN

Frank Winter | NETZSCH Trockenmahltechnik GmbH, Hanau

1. EINLEITUNG

Neodym-Eisen-Bor-Magnete (Nd-Fe-B) sind sogenannte Seltenerd-magnete, die sich durch sehr hohe Energiedichten auszeichnen. Damit gewinnen sie im Zeitalter der Elektromobilität und Miniaturisierung immer mehr an Bedeutung und sind interessant für Einsatzbereiche, in denen starke Magnetfelder bei kleinem Volumen und geringem Gewicht benötigt werden. Ressourcenschonung der Rohstoffe, Gewichtsreduktion der Antriebe und längere Lebensdauer der Dauermagnete stehen dabei immer mehr im Vordergrund. So werden mit Nd-Fe-B-Magneten z. B. Miniaturisierungen in der Sensortechnik möglich. Im Motorenbau führt der Einsatz dieser Magnete zu einer Reduzierung von Baugruppengrößen und damit von Volumen und Gewicht. So können beispielsweise durch Magnete mit höheren Energiedichten kleinere und/oder leistungsstärkere Elektromotoren mit höheren Wirkungsgraden hergestellt werden.

Die maximale Energiedichte $(BH)_{\max}$ ist ein Maß für die Arbeit, die ein Magnet verrichten kann und ergibt sich aus der remanenten Polarisierung und der reversiblen Permeabilität des Magneten.

$$(BH)_{\max} = \frac{J^2 r}{\mu_0 \mu_{\text{rev}}}$$

Dabei berücksichtigt die reversible Permeabilität die Steigung der Entmagnetisierungskurve und ist unter anderem auch vom Orientierungsgrad abhängig. Zusätzlich zur Abhängigkeit vom Orientierungsgrad hängt die remanente Polarisierung auch von der Dichte ρ des gesinterten Magneten, dem Anteil an magnetischer Grundphase und letztendlich von der Sättigungspolarisation der Grundphase ab. Je höher die maximale Energiedichte $(BH)_{\max}$ ist, umso kleiner kann ein Magnet bei gleicher Leistung im System sein. Die zurzeit erreichbaren Energiedichten für Seltenerd-magnete in der Produktion liegen bei 420 kJ/m^3 , während im Labormaßstab bereits Energiedichten bis 450 kJ/m^3 erreicht werden. Damit liegt man aber immer noch unter den theoretisch maximal erreichbaren Energiedichten für Neodym-Eisen-Bor-Magnete von etwa 510 kJ/m^3 .

Weitere Verbesserungen der zurzeit hergestellten Magnete sind durch den Einsatz von feinkörnigeren Gefügen möglich, um damit ein gleichmäßiges Kornwachstum während des Sinterns zu erreichen. Während feinkörnigere Gefüge die Koerzitivfeldstärke erhöhen, tragen gröbere Gefüge aufgrund ihres besseren Orientierungsverhaltens zum Erreichen einer hohen Remanenz bei. Das bedeutet, dass die eingesetzten Seltenerdpulver idealerweise eine möglichst enge Partikelgrößenverteilung mit einem möglichst geringen Anteil an feinsten ($< 2 \mu\text{m}$) und an groben Partikeln ($> 8 \mu\text{m}$) aufweisen müssen. Auch die Sinterbedingungen sind entscheidend für die Qualität der Magnete und müssen sorgfältig optimiert werden. Ebenso müssen Verunreinigungen durch die Verwendung von sauberen Rohstoffen und besten inertesten Bedingungen bei der Verarbeitung auf ein Minimum reduziert werden.

2. HERSTELLPROZESS VON SELTENERDMAGNETEN

Die Herstellung von Nd-Fe-B-Magneten beginnt mit der Legierung der verschiedenen Bestandteile. Hierbei liegt der Seltenerdanteil bei ca. 30 bis 31 %. Hauptbestandteil ist Neodym, dazu legiert werden je nach Anwendungsfall für den Magneten noch Praseodym (Pr), Dysprosium (Dy) und weitere Seltenerdelemente. Neben den Seltenerdmetallen sind als weitere Bestandteile Eisen (Fe), Bor (B), Kupfer (Cu), Aluminium (Al), Cobalt (Co), Gallium (Ga) u.a. in der Legierung enthalten.

Nach dem Abkühlen der Schmelze in einem so genannten Stripcaster erhält man Plättchen bzw. dünne Flakes (ca. 10x10 mm, Dicke 300 µm). Entscheidend hierbei ist die Geschwindigkeit des Abkühlvorganges, so dass möglichst wenig α -Eisen entsteht. α -Eisen ist weichmagnetisch und verschlechtert die dauermagnetischen Eigenschaften. Anschließend werden die erhaltenen Flakes hydriert (Verspröden in Wasserstoffatmosphäre). Dabei dringt Wasserstoff in das Gefüge der Flakes ein und sprengt dieses auf. Nach Abpumpen des Wasserstoffes erhält man ein Produkt (Grobpulver < 2 mm), das für eine effektive Vermahlung zu einem Feinpulver mit einer Partikelgröße im einstelligen µm-Bereich geeignet ist.

Die Vermahlung zu einem Feinpulver mit einer Partikelgröße im µm-Bereich, ist ein wesentlicher Schritt im Herstellprozess, denn die Teilchengröße im gesinterten Magneten ist letztendlich entscheidend für die Qualität und die Eigenschaften der aus dem Pulver hergestellten Magnete. Sie erfolgt unter inerten Bedingungen (N_2 oder Argon-Atmosphäre), um eine Oxidation des Pulvers zu vermeiden (Ziel ist eine Sauerstoffaufnahme unter 0,1 %). Der Anteil an Seltenerdoxid muss möglichst geringgehalten werden, da diese die magnetischen Eigenschaften in mehrfacher Hinsicht verschlechtern.

Durch das anschließende Pressen und Orientieren des Pulvers im Magnetfeld wird die Polarität des Magneten festgelegt. Damit sich eine hohe Remanenz und demzufolge hohe Energiedichte ausbilden kann sind möglichst hohe Orientierungsgrade anzustreben, welche bei der Verwendung von Pulsfeldern bis zu bei 99 % betragen können.

Der Orientierungsgrad (in Prozent) ist wie folgt definiert:

$$O_G = \left(\frac{M_r}{M_s} \right) \cdot 100$$

Mit M_r , der tatsächlich erreichten Remanenz, und M_s , der theoretisch erreichbaren Sättigungsmagnetisierung.

Wichtig ist auch das Erreichen einer möglichst hohen Sinterdichte. Durch moderne optimierte Fertigungsprozesse und -abläufe werden heute relative Dichten von bis zu 99,5% erreicht.

Für die Bildung eines homogenen und gleichmäßigen Gefüges sind Temperaturverläufe und Haltezeiten beim Sintern entscheidend. Damit sich optimale magnetische Eigenschaften ausbilden können und auch um „dichte“ Magnete zu erhalten, müssen die Sinterbedingungen produktabhängig angepasst werden. Nach dem Sintern sollte die Dichte zwischen 7,2 und 7,5 g/cm³ liegen. Der Sorgfalt des Materialhandlings unter inerter Atmosphäre kommt eine hohe Bedeutung zu, denn bei hohem Anteil an Verunreinigungen der Pulver durch Sauerstoff oder Stickstoff lassen sich ohne Zugabe von Nd-Hydrid die notwendigen Dichten nicht erreichen. Darunter leidet dann allerdings die Remanenz.

Im nachfolgenden Schritt werden die Magnete mechanisch bearbeitet und zuletzt wird noch ein Korrosionsschutz aufgebracht. Beim abschließenden Aufmagnetisieren wird der Magnet einem pulsartig ansteigenden Magnetfeld ausgesetzt und erhält dadurch seine magnetische Wirkung.

Die magnetischen Eigenschaften eines fertiggestellten Magneten werden in einem Permagraphen gemessen. Der Magnet wird einem magnetischen Gegenfeld ausgesetzt und die Entmagnetisierungskurve aufgenommen. Hierbei werden die Magnetisierung auf der Ordinate und die magnetische Feldstärke des Gegenfeldes auf der Abszisse aufgetragen. Daraus können schließlich magnetische Kennwerte wie Remanenz, Koerzitivfeldstärke, Kniefeldstärke, Rechteckigkeit der Entmagnetisierungskurve und die Energiedichte des Magneten abgelesen bzw. berechnet werden.

3. VERMAHLUNG VON SELTENERDPULVERN

3.1 Mühlensysteme – Aktueller Stand der Technik

Wie einleitend aufgezeigt, ist die mechanische Verfahrenstechnik und hier insbesondere die Vermahlung ein entscheidender Prozessschritt bei der Herstellung von Seltenerd-magneten. Aufgrund der hohen Affinität des Produktes zu Sauerstoff muss die Mahlung immer in kontrollierter inerter Atmosphäre stattfinden. Üblicherweise wird hier hochreiner Stickstoff oder auch Argon verwendet. Die Vermahlung zu einem feinen Pulver wird vorwiegend in Strahlmühlen wie Spiralstrahlmühlen, Fließbettgegenstrahlmühlen oder Targetmühlen durchgeführt.

3.1a Spiralstrahlmühlen

Klassische Spiralstrahlmühlen haben den Vorteil, dass nach der Mahlung keine Produktrückstände in der Mahlkammer zurückbleiben. Dennoch werden diese Mühlen so gut wie nicht eingesetzt, da sie nur mit einem statischen Sieb für die Oberkornbegrenzung ausgestattet sind. Diese Siebe reagieren stark belastungsabhängig und machen Einstellung und Reproduzierbarkeit der gewünschten Endfeinheit nur schwer möglich.

3.1b Fließbettgegenstrahlmühlen

Die für diese Anwendung üblicherweise eingesetzten Fließbettgegenstrahlmühlen sind zwar mit einem dynamischen Windsichter ausgerüstet, besitzen aber einige Nachteile, die der Anwender bisher aufgrund fehlender Alternativen in Kauf nehmen musste.

So können sich, abhängig von dem Schmelzprozess, bei der Vermahlung von Seltenerdlegierungen für die Herstellung von Magneten Rückstände von schwermahlbaren Bestandteilen bilden, die vorwiegend aus alpha-Eisen bestehen. Die Rückstände sind duktil und lassen sich in Strahlmühlen nicht zerkleinern, sondern reichern sich in der Mahlkammer an. Das hat zur Folge, dass die Durchsatzleistung im Laufe des Mahlprozesses sinkt.

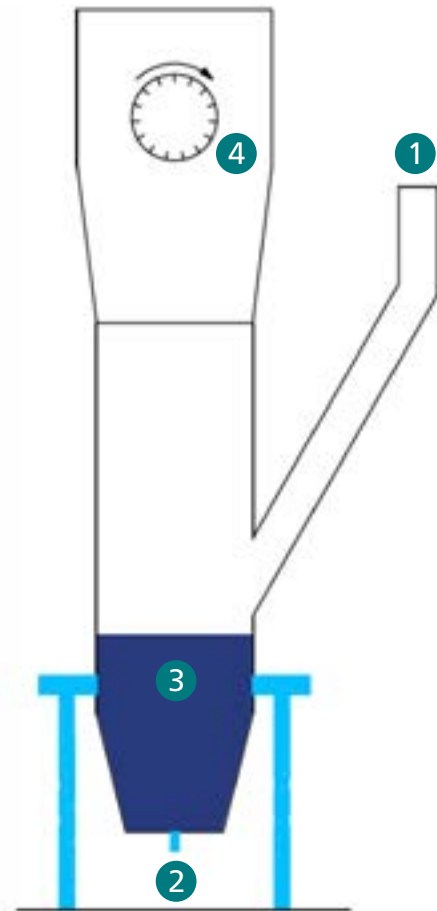


Abb. 1:

Schematische Darstellung einer Fließbettgegenstrahlmühle mit Bodendüse

Produktzufuhr (1), Bodendüse (2), Mahlkammer (3), Sieb mit Antrieb (4)

Diese schwermahlbaren Bestandteile können aus Fließbettgegenstrahlmühlen (Abb. 1) durch Reduktion der Siebdrehzahl oder Austragen aus der Bodenöffnung der Mühle ausgeschleust werden. Bei der Ausschleusung der schwermahlbaren Bestandteile durch Reduktion der Siebdrehzahl kommt meist eine Bodendüse (2) zum Einsatz, die jedoch sehr häufig während des Betriebes verstopft und damit unwirksam ist. Der große Nachteil bei der Reduktion der Siebdrehzahl ist eine komplette Kontamination der Anlage mit groben Partikeln

sowie die Tatsache, dass die Austragungszeit bis zur vollständigen Entleerung der Mühle mehrere Stunden dauern kann. Im Anschluss muss das Fließbett wieder neu befüllt werden, was zur Folge hat, dass es bis zum Erreichen des optimalen Füllstandes nicht nur zu Verschiebungen in der Partikelgrößenverteilung kommt, sondern auch niedrigere Durchsatzleistungen erreicht werden.

Weiterhin findet hierbei auch eine selektive Mahlung der einzelnen Legierungskomponenten statt, was eine Veränderung der Anteile der Legierungsbestandteile zur Folge hat.

3.1b Target Mill

Auch Mühlen mit Target (Abb. 2), die zur Vermahlung von Seltenerdpulvern eingesetzt werden, weisen Nachteile auf. Bei Mühlen dieser Bauart befindet sich im unteren Teil des Gehäuses die Düse (2), die auf ein Target (eine feststehende Prallplatte) (3) gerichtet ist. Die Materialzufuhr erfolgt von oben (1). Das Produkt gelangt so in den Gasstrahl und wird beschleunigt bis es auf die Prallplatte (Target) trifft. Die Zerkleinerung erfolgt im Gasstrahl, Partikel gegen Partikel und auf der Prallplatte. Das Mahlgas mit dem Produkt gelangt zu dem Sieb (4), welcher mittig im Maschinengehäuse installiert ist. Grobe Partikel werden abgewiesen und gelangen wieder in den Gasstrom und werden erneut beschleunigt. Beim Erreichen der Zielfeinheit verlässt das Produkt zusammen mit dem Mahlgas die Mühle durch das Sieb.

Das permanent beanspruchte Target führt über die Dauer des Mahlvorgangs zu Verschleiß und damit zur Verunreinigung des Seltenerdpulvers. Weiterhin ist bekannt, dass in einer Target Mill unerwünschtes α -Eisen so lange beansprucht wird, bis es durch den Sieb geht.

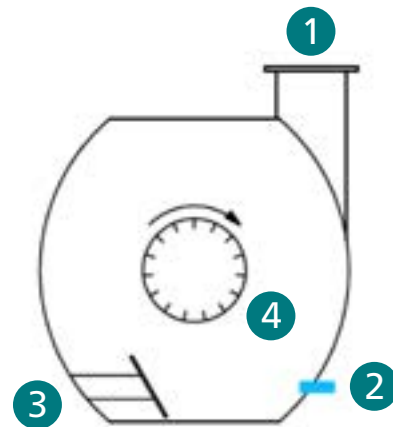


Abb. 2:

Schematische Darstellung einer Target Mill

Produktzufuhr (1), Düse (2), Target (3), Sieb mit Antrieb (4)

3.2 Die Lösungen von NETZSCH – Fließbettgegenstrahlmühlen und Spiralstrahlmühlen

3.2a Fließbettgegenstrahlmühle CGS

Die Fließbettgegenstrahlmühlen der NETZSCH Trockenmahltechnik GmbH umfassen ein gut aufeinander abgestimmtes Programm verschiedener Baugrößen: Von Labormaschinen für die Forschung oder zur Herstellung kleiner Produktionsmengen bis hin zu großen Maschinen für die Vermahlung von Seltenerdlegierungen im Produktionsmaßstab. Vorteile der Fließbettgegenstrahlmühlen von NETZSCH (Abb. 3) sind die exakte Einstellung und Reproduzierbarkeit des Oberkorns, sowie die zuverlässige und einfache Ausschleusung der schwer-mahlbaren Bestandteile.

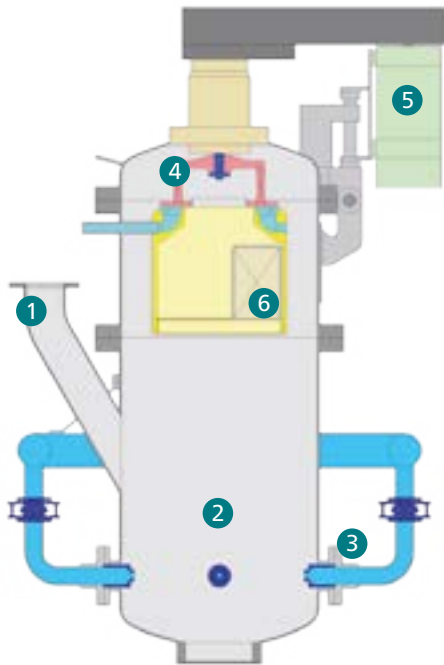


Abb. 3:

Schematische Darstellung der NETZSCH Fließbettgegenstrahlmühle CGS

Produktzufuhr (1), Mahlkammer (2), Düsen (3), Siebtrichter (4), Antrieb (5), Feingutaustritt (6)



Abb. 3a:

NETZSCH Fließbettgegenstrahlmühle CGS

Das Mahlgut wird über eine Taktschleuse am Stutzen (1) oberhalb der Mahldüsen aufgegeben. Im Mahlraum (2) bildet sich ein Produktfließbett, welches durch die aus den Mahlluftdüsen (3) austretenden Gasstrahlen fluidisiert wird. Aus diesem „Fließbett“ treten Mahlgutpartikel in die Gasstrahlen ein, wo sie auf hohe Geschwindigkeiten beschleunigt werden. Entlang der Gasstrahlen, sowie im Zentrum des Mahlraumes treffen die beschleunigten Partikel aufeinander und werden dabei zerkleinert. Das entspannte, mit Gutteilchen beladene Mahlgas steigt im Zentrum der Mühle zum Siebtrichter (4) auf, welches über einen Riementrieb vom drehzahlregelbaren Motor (5) angetrieben wird. Zu grobe Teilchen werden vom Siebtrichter abgewiesen und gelangen direkt zurück ins Fließbett; feine Teilchen verlassen zusammen mit dem Mahlgas die Fließbettstrahlmühle über den Feingutaustritt (6) und werden in einem geeigneten Abscheider oder Staubfilter vom Mahlgas getrennt.

Konstruktionsbedingt benötigen diese Maschinen ein Materialfließbett. Dieses kann bei Labormaschinen ca. 2 kg und bei Produktionsmaschinen bis zu 150 kg betragen. Erst bei einer guten Homogenisierung des Fließbettes stellen sich ein konstanter Durchsatz und eine konstante Feinheit ein. Speziell

beim An- und Abfahren (Befüllen und Entleeren des Fließbettes) ergeben sich Abweichungen zur gewünschten Partikelgrößenverteilung. Beim Leerfahren kommt hinzu, dass eine vollständige Restentleerung ohne weitere Maßnahmen nicht möglich ist. Dies betrifft auch die Ausschleusung von schwermahlbaren Bestandteilen.

Bei den Fließbettgegenstrahlmühlen von NETZSCH erfolgt die Fließbettentleerung und die Ausschleusung der schwermahlbaren Bestandteile über ein Schleusensystem im Mühlenboden (Abb. 4). Beim Austrag aus dem Mühlenboden, muss der pyrophore Fließbettinhalt in einem inertisierten Container oder Fass aufgefangen werden. Hierzu ist zwar ein zusätzliches Produkthandling nötig, ein Vorteil ist jedoch, dass die Entleerung relativ zügig durchgeführt werden kann und dass die Siehterdrehzahl bei der Pulverentnahme nicht reduziert werden muss. Damit wird eine Kontamination der Anlage mit groben Produktpartikeln und/oder schwermahlbaren Bestandteilen vermieden. Dieses System ist in jedem Fall der Variante mit der Bodendüse überlegen und deshalb zu bevorzugen.

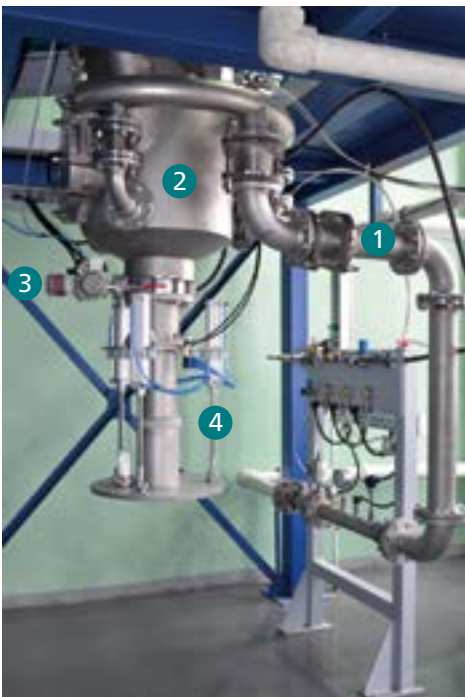


Abb. 4:

Fließbettgegenstrahlmühle Typ CGS 50 mit Austragsschleusensystem

Mahlgaszufuhr (1), Düsen (2), Austragsklappe Mahlkammer (3), Andockstation für inertierten Behälter (4)

3.2b Spiralstrahlmühle *M-JET* mit integriertem dynamischem Windsichter

NETZSCH hat speziell für die Vermahlung von seltenen Erdlegierungen eine neue Mühle entwickelt. Die *M-JET* (Abb. 5) verbindet dabei die Vorteile einer Fließbettgegenstrahlmühle mit denen einer Spiralstrahlmühle und ist somit die ideale Mühle für die Vermahlung von Seltenerdpuvern. Die Kombination aus Spiralstrahlmühle mit einem dynamischen Windsichter ermöglicht es, reproduzierbar höchste Feinheiten unabhängig von der Beladung der Gasstrahlen zu erzielen.

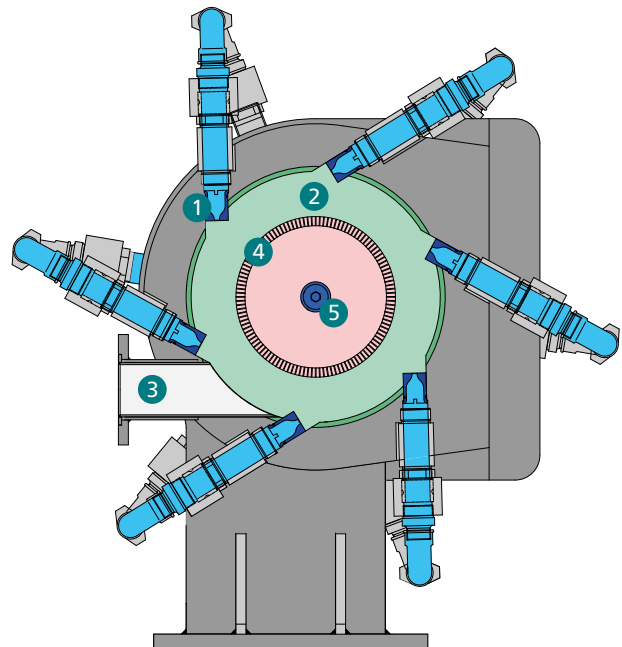


Abb. 5:

Schematische Darstellung der NETZSCH Dichtbettstrahlstrahlmühle *M-JET*

Düsen (1), Mahlraum (2), Produktzufuhr (3), Sichterrad (4), Feingutaustritt (5)

Das Mahlgas wird über die ringförmige Mahlgasverteilung und die Düsen (1) in den Mahlraum (2) geführt und entspannt, wobei sich Strahlen hoher Geschwindigkeit ausbilden. Das Mahlgut wird mittels eines Injektors oder gravimetrisch durch eine Schleuse über einen Stutzen (3) tangential in den Mahlraum (2) eingebracht, von den Gasstrahlen erfasst, beschleunigt und durch Teilchen-Teilchen-Stöße zerkleinert. Mit dem Mahlgas werden die beanspruchten Partikel zum Sichterrad (4) transportiert, welches über einen drehzahlregelbaren Motor

angetrieben wird. Den eingestellten Bedingungen entsprechendes Feingut wird zusammen mit dem entspannten Gas aus der Mühle ausgetragen (5); zu grobes Mahlgut gelangt zurück in den Bereich der Strahlen, um erneut beansprucht zu werden. Dabei unterstützt die im Mahlraum sich ausbildende kreisförmige Gutbewegung die Beladung der Strahlen mit Partikeln.

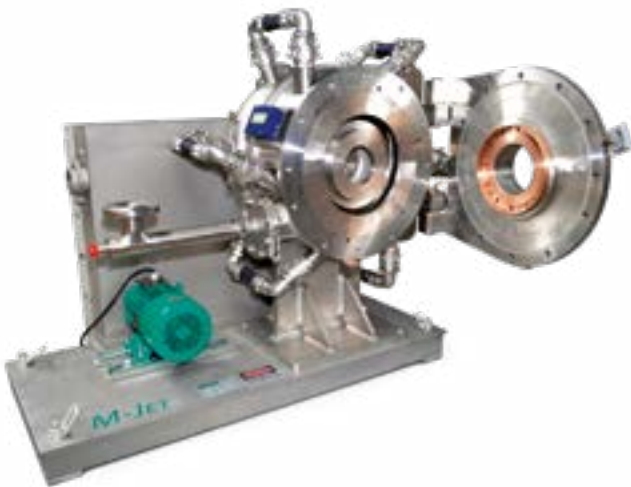


Abb. 5a:
NETZSCH Dichtbettstrahlstrahlmühle *M-JET*

3.2c Ausschleusen schwermahlbarer Bestandteile bei der Vermahlung von Seltenerdpulvern

Bei der Vermahlung von Seltenerdlegierungen für die Herstellung von Magneten (oder auch für andere Anwendungen) bilden sich häufig Rückstände von schwermahlbaren Bestandteilen. Sie bestehen bei den Nd-Fe-B-Legierungen vorwiegend aus Neodym, anderen Seltenerd-Anteilen oder Eisen. Diese Rückstände sind duktil, lassen sich in Strahlmühlen gewöhnlich nicht weiter zerkleinern und reichern sich somit in der Mahlkammer an. Dadurch sinkt zum einen die Durchsatzleistung der Mühle und die Produktivität der gesamten Anlage verschlechtert sich. Zum anderen wirken sich diese Bestandteile, sollten sie in das Endprodukt gelangen, negativ auf dessen magnetische Eigenschaften aus. Weiterhin kann die Anreicherung der schwermahlbaren Bestandteile auch die Produktqualität in Bezug auf Partikelgrößenverteilung verändern. Ebenfalls problematisch ist die Verschiebung der Legierungszusammensetzung der Seltenerdpulver durch selektive Mahlung im Fließbett.

In Abhängigkeit der Qualität der Seltenerdlegierungen ist es also notwendig, die schwermahlbaren Bestandteile in bestimmten Zeitintervallen aus dem Mahlraum zu entfernen.

Ausschleusung schwermahlbarer Bestandteile aus konventionellen Fließbettgegenstrahlmühlen

Bei konventionellen Strahlmühlen ist der Ausschleusvorgang häufig ein sehr zeitintensiver und umständlicher Prozess, der üblicherweise in Abhängigkeit der Durchsatzleistung der Mühle angestoßen wird – typischerweise bei Erreichen von 50 % der Normdurchsatzleistung.

Von Gegenstrahlmühlen ist bekannt, dass diese schwermahlbaren Bestandteile durch Reduktion der Siehdrehzahl ausgeschleust werden. Unterstützt wird dieser Vorgang häufig durch den Einsatz einer Bodendüse (Abb. 1), die durch die konstruktive Anordnung am Boden der Maschine jedoch sehr leicht verstopft.

Der komplette Ausschleusvorgang in einer konventionellen Strahlmühle kann mehrere Stunden in Anspruch nehmen, wobei zusätzlich – auch bedingt durch die Reduktion der Siehdrehzahl – die

komplette Anlage mit groben, schwermahlbaren Bestandteilen kontaminiert wird. Daher muss dem Ausschleusvorgang immer eine ausreichende Spülzeit nachgeschaltet werden. Die Produktion ist also für einen längeren Zeitraum unterbrochen.

Nach Beendigung des Ausschleusvorgangs muss das Flieβbett erneut mit Pulver gefüllt werden. Währenddessen kommt es zu einer Verschiebung der Partikelgrößenverteilung, der Durchsatzleistung (Abb. 8) und zu einer selektiven Mahlung, was zur Verschiebung der Legierungsbestandteile des gemahlene Pulvers führen kann. Durch das große Volumen des Mahlraumes (Flieβbett) von Flieβbettgegenstrahlmühlen, kann der Vorgang der Durchmischung und der Homogenisierung des Flieβbettes bis zu eine Stunde dauern. Erst danach liefern diese Mühlen wieder konstante Durchsatzleistungen und Partikelgrößenverteilungen.

Die beste Produktqualität wird in Flieβbettgegenstrahlmühlen immer dann erreicht, wenn sie ohne Unterbrechung mit konstanten Massen im Flieβbett betrieben werden – was allerdings immer nur über einen begrenzten Zeitraum möglich ist.

Die Lösung von NETZSCH: Ausschleusung schwermahlbarer Bestandteile aus der Spiralstrahlmühle *M-JET*

Aufgrund dieser Nachteile konventioneller Flieβbettgegenstrahlmühlen entwickelten die Ingenieure von NETZSCH die Spiralstrahlmühle *M-JET* mit integriertem dynamischen Windsichter. Sie verbindet die Vorteile einer Flieβbettgegenstrahlmühle mit denen einer Spiralstrahlmühle und ist somit die ideale Mühle für die Vermahlung von Seltenerdpulvern. Unabhängig von der Beladung der Gasstrahlen werden reproduzierbar höchste Feinheiten erzielt. Die Ausschleusung schwermahlbarer Bestandteile wurde von den Fachleuten elegant gelöst und erfolgt während des Betriebs der *M-JET* direkt aus der Mahlkammer.

Dieser Vorgang kann problemlos automatisiert werden. Durch Absinken der Einschaltdauer der Dosierung wird die Abnahme der Durchsatzleistung detektiert. Bei einem festgelegten Wert öffnet eine Klappe, die in der Rohrleitung zum Filter installiert ist, und durch den Überdruck in der Mahlkammer wird das Produkt aus der Mühle gedrückt. Dabei wird das Sichtrad im Bypass gefahren. Der Mühleninhalt wird nun direkt über eine separate Leitung, die nur für das Entleeren der Mühle genutzt wird,

in das nachgeschaltete Staubfilter geschleust. Da das Gutprodukt direkt aus dem Zyklon entnommen wird, entsteht hierbei keine Kontamination der Anlage. Abb. 6 zeigt die Anordnung der Ausschleusleitung an einer Laboranlage mit einer *M-JET* 10, in Abb. 7 wird dies schematisch dargestellt.



Abb. 6:
Laboranlage *M-JET* 10 mit Ausschleusleitung in das Staubfilter

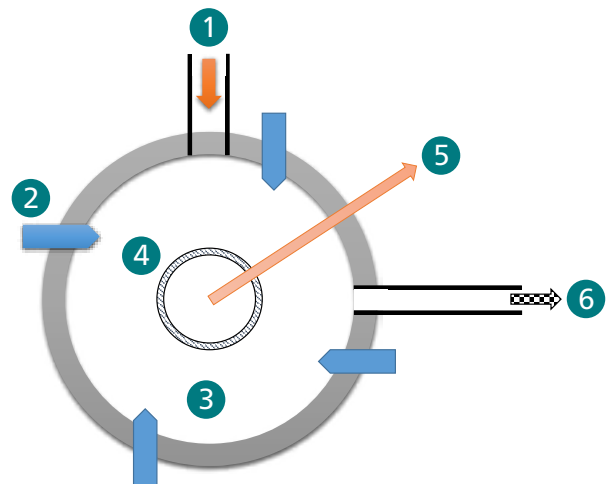


Abb.7:
Schematische Darstellung *M-JET* mit Austragsstutzen für schwermahlbare Bestandteile

Produktzufuhr (1), Düsen (2), Mahlkammer (3), Sichtrad (4), Feingutaustritt (5), Austrittstutzen für schwermahlbare Bestandteile (6)

Ein weiterer Anwendungsfall ist das schnelle und vollständige Entleeren der Mahlkammer bei einem Produktwechsel. Auch hier kann dieses System wirkungsvoll eingesetzt werden, wobei der Entleerungsvorgang der Mahlkammer hierzu natürlich manuell angestoßen werden kann.

Durch die kleinen Produktvolumina in der Spiralstrahlmühle *M-JET*, treten die Phänomene wie die Verschiebung der Partikelgrößenverteilung des gemahlten Pulvers und ein Absacken der Durchsatzleistung, wie das bei einer Fließbettgegenstrahlmühle immer der Fall ist, praktisch nicht auf. (Abb. 8).

Das Mahlkammervolumen der *M-JET*-Baureihe liegt im Vergleich zur klassischen Fließbettgegenstrahlmühle um den Faktor 25 bis 40 niedriger. So enthält eine *M-JET* 50 mit einem Gasdurchsatz von 1200 m³/h - 1500 m³/h eine aktive Füllung mit Pulver während des Mahlvorgangs von ca. 6 kg - 10 kg. Vergleichbare Strahlmühlen liegen hier bei 150 kg bis 250 kg für Nd-Fe-B-Legierungspulver.

Der Ausschleusvorgang bei der *M-JET* im Detail

Der Ausschleusvorgang der aktiven Pulverfüllung aus dem Mahlraum wird grafisch in Abb. 9 dargestellt: In festgelegten Zeitintervallen wurde der Mahlraum der Labormühle *M-JET* 10 entleert. Dabei ist das Abfallen des Sichterstromes während und nach dem Entleervorgang gut zu erkennen. Nach jedem Entleervorgang wurden die Feinheit des Zyklonproduktes und die Masse und Feinheit des ausgeschleusten Pulvers im Filter gemessen. Die Feinheiten (d_{50}) des Zyklonproduktes liegen im Bereich $d_{50} = 2,95 \mu\text{m}$ und sind über die Laufzeit nahezu konstant. Auch zeigt sich, dass die Feinheit d_{50} des Mühleninhaltes, der im Staubfilter aufgefangen wird, so gut wie keine Schwankungen aufweist. Die ausgeschleuste Masse liegt im Schnitt bei 330 g. Das ausgeschleuste Produkt verlässt den inerten Kreisgasprozess nicht. Damit besteht während des Ausschleusvorganges keine Gefahr von Pulverbränden und zusätzliche Staubfilter sind nicht notwendig, da hier der Staubfilter, der in jede Anlage installiert ist, genutzt wird.

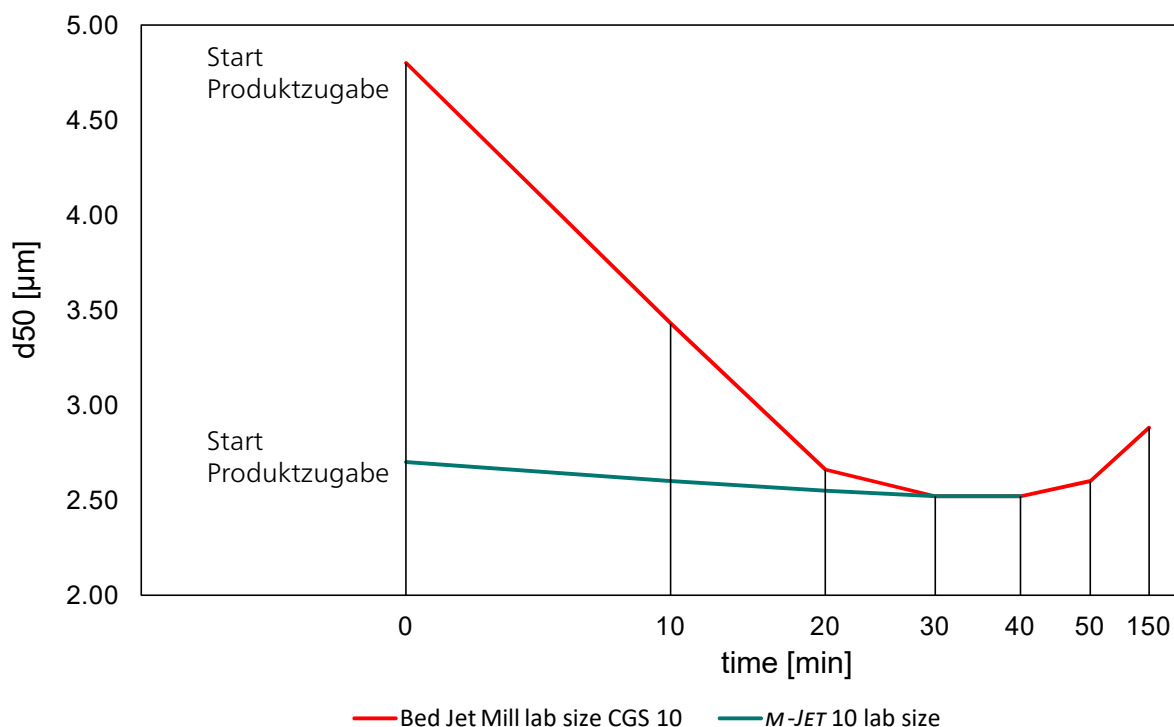


Abb. 8:

Anfahrvorgang einer Fließbettgegenstrahlmühle im Vergleich zur *M-JET*

Nach dem Ausschleusen des Mahlrauminhaltes liefert die Mühle innerhalb von 10 min wieder spezifikationsgerechtes Produkt – was im Vergleich zu konventionellen Fließbettgegenstrahlmühlen eine deutliche Zeitersparnis bedeutet. Die Zeiten für das

Ausschleusen des Produktes aus der Mahlkammer, sowie das Erreichen konstanter Produktqualität sind auf *M-JET* Mühlen im Produktionsmaßstab 1:1 übertragbar.

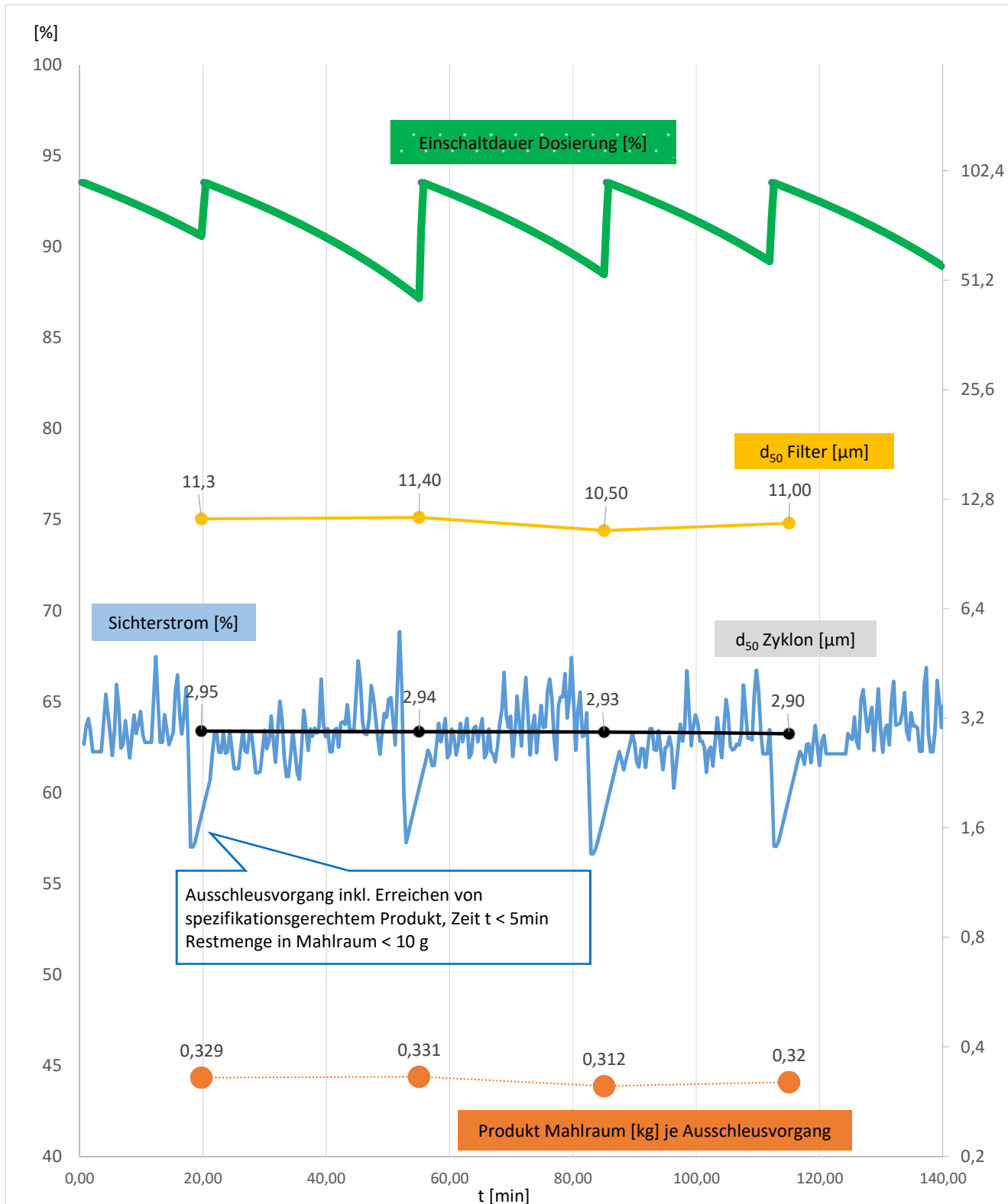


Abb. 9:

Ausschleusen schwermahlbarer Bestandteile aus der Spiralstrahlmühle *M-JET* 10

3.3 Einfluss der Partikelgrößenverteilung auf die Qualität von Seltenerdmagneten

Übliche Mahlfineinheiten für Seltenerdpulver liegen heutzutage zwischen $4,5\text{ }\mu\text{m}$ - $5\text{ }\mu\text{m}$ (d_{50}). In Zukunft geht die Tendenz jedoch zu feineren Pulvern mit mittleren Partikeldurchmessern (d_{50}) von $2,5\text{ }\mu\text{m}$ - $3,5\text{ }\mu\text{m}$. Mit solchen Pulvern erreicht man eine Verbesserung der Gegenfeldstabilität, d.h. eine Zunahme der Koerzitivfeldstärke H_{cJ}.

Durch das feinere Aufmahlen nimmt aber auch der Anteil der unerwünschten Feinstanteile $< 1\text{ }\mu\text{m}$ stark zu. Diese Partikel oxidieren leichter und lassen sich im Magnetfeld schlechter orientieren was zu niedrigeren Remanenzen führt und auch Pulverbrände begünstigt.

Um ein möglichst feinkörniges gleichmäßiges Kornwachstum und Gefüge bei dem Sinterprozess zu erhalten, wodurch die permanentmagnetischen Eigenschaften verbessert werden können, sollten Seltenerdpulver mit einer möglichst engen Korngrößenverteilung eingesetzt werden. Idealerweise sollten alle Körner dieselbe Größe aufweisen. Dadurch würden sich beste Remanenzen, Kniefeldstärken und Koerzitivfeldstärken verwirklichen lassen.

Im direkten Vergleich von Target Mill und Spiralstrahlmühle *M-JET* zeigen Messungen bei gleicher Mahlfinheit (d_{50}), dass die Feinstanteile unter $1\text{ }\mu\text{m}$ bei der Target Mill um ca. 50 % - 55 % höher liegen als bei der *M-JET* (Abb. 10). Ein weiterer bekannter Nachteil der Target Mill ist der, dass unerwünschtes α -Eisen so lange beansprucht wird, bis es durch den Siebter entweichen kann und somit die magnetischen Eigenschaften der Nd-Fe-B-Magnete erheblich negativ beeinflusst.

Ein Maß für die Steilheit der Partikelgrößenverteilung des gemahlene Pulvers und für die Breite des Kornbandes ist das d_{90}/d_{10} -Wert. Bei abnehmenden Werten ist die Partikelverteilung enger, bei zunehmenden Werten größer. Idealerweise wäre dieses Verhältnis 1.

Bei einem Vergleich der d_{90}/d_{10} -Werte bei gleichem d_{50} -Wert weist die Target Mill im Vergleich zur *M-JET* deutlich breitere Partikelverteilungen auf, was auf die erhöhte Anzahl von Feinstanteilen hinweist. Auch im Oberkorn läuft die Partikelgrößenverteilung der Target Mill deutlich flacher aus. So erreichen auf einer Target Mill gemahlene Pulver d_{90}/d_{10} -Verhältnisse von 4,5 bis 5. Pulver, die auf der *M-JET* gemahlen wurden, erreichen bei gleichem d_{50} -Wert ein Verhältnis von $d_{90}/d_{10} = 3,2 - 3,4$.

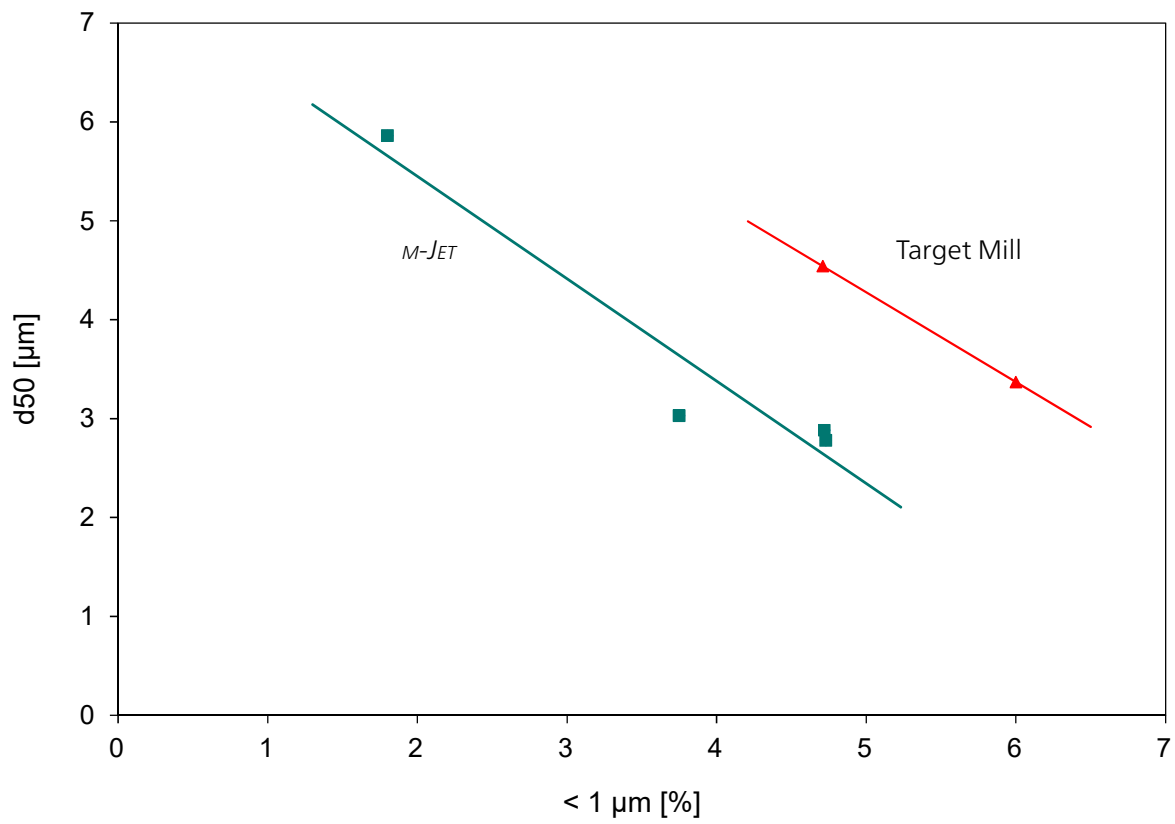


Abb. 10.

Vergleich der Feinstanteile in $\% < 1 \mu\text{m}$ zwischen *M-JET* und Target Mill

4. OPTIMIERUNG DER *M-JET*

Übliche Feinheiten, die mit akzeptablen Durchsatzleistung erreicht werden können, liegen im Bereich von $d_{50} = 1,5 \mu\text{m} - 6,0 \mu\text{m}$.

Dabei sind die erzielbaren Durchsatzleistungen und Partikelverteilungen von der Qualität der Hydrierung, Mikrostruktur, Vorbehandlung und chemischer Zusammensetzung des Aufgabematerials abhängig.

So lassen sich beispielsweise mit additiviertem Aufgabematerial die Durchsatzleistungen etwa um den Faktor 2,5 steigern (Abb. 11). Die Partikelgrößenverteilung wird allerdings etwas breiter. Insbesondere beim d_{90}/d_{10} werden hier größere Werte festgestellt. Die Zunahme des d_{90}/d_{10} -Werts bei gleichem d_{50} hängt vorwiegend mit den höheren d_{90} -Werten bei der Vermahlung mit Additiv zusammen.

Die Werte der Feinstanteile $< 1 \mu\text{m}$ bei der Vermahlung mit Additiv sind akzeptabel bis zu Feinheiten $d_{50} \geq 2,5 \mu\text{m}$. Hierbei ist tendenziell zu erkennen, dass bei größeren Qualitäten ($d_{50} > 3,5 \mu\text{m}$) mit additiviertem Pulver weniger Feinstanteile entstehen als bei nicht additiviertem Pulver.

Die Partikelgrößenverteilungen der *M-JET* sind durchweg enger als bei einer Gegenstrahlmühle, was die Eigenschaften der Magnete verbessert und eine sichere Weiterverarbeitung der SE-Legierungspulver fördert.

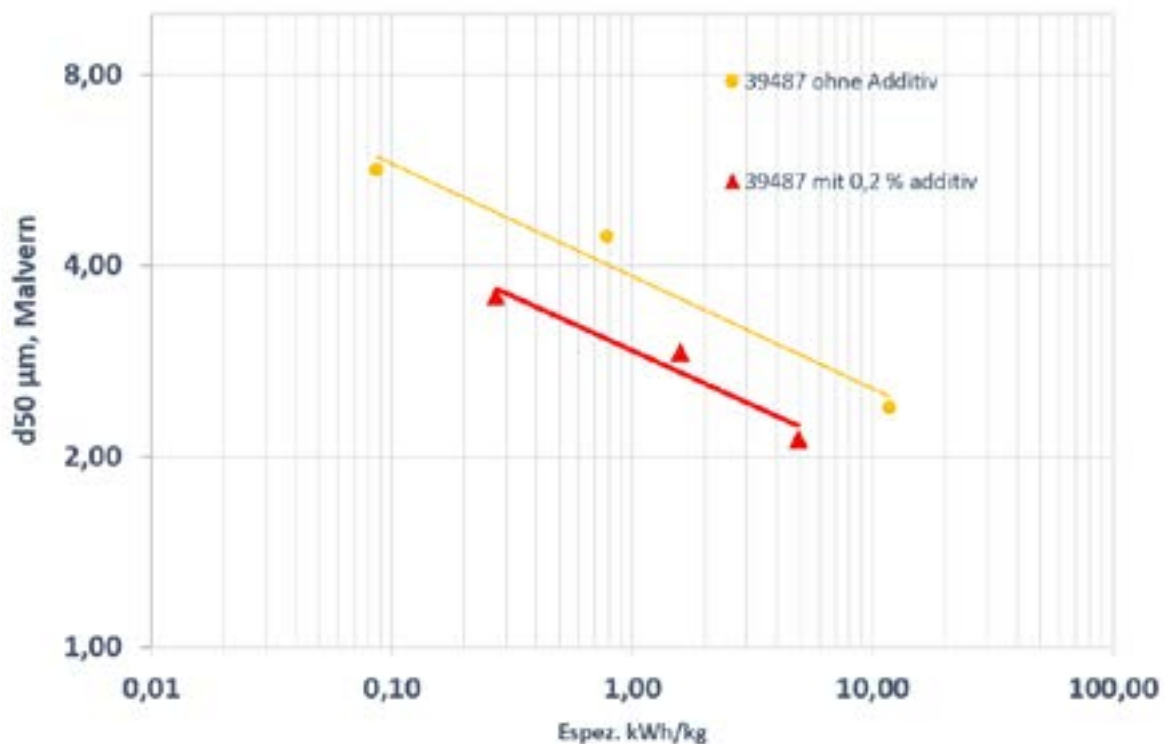


Abb. 11:

Steigerung der Durchsatzleistung um den Faktor 2,5

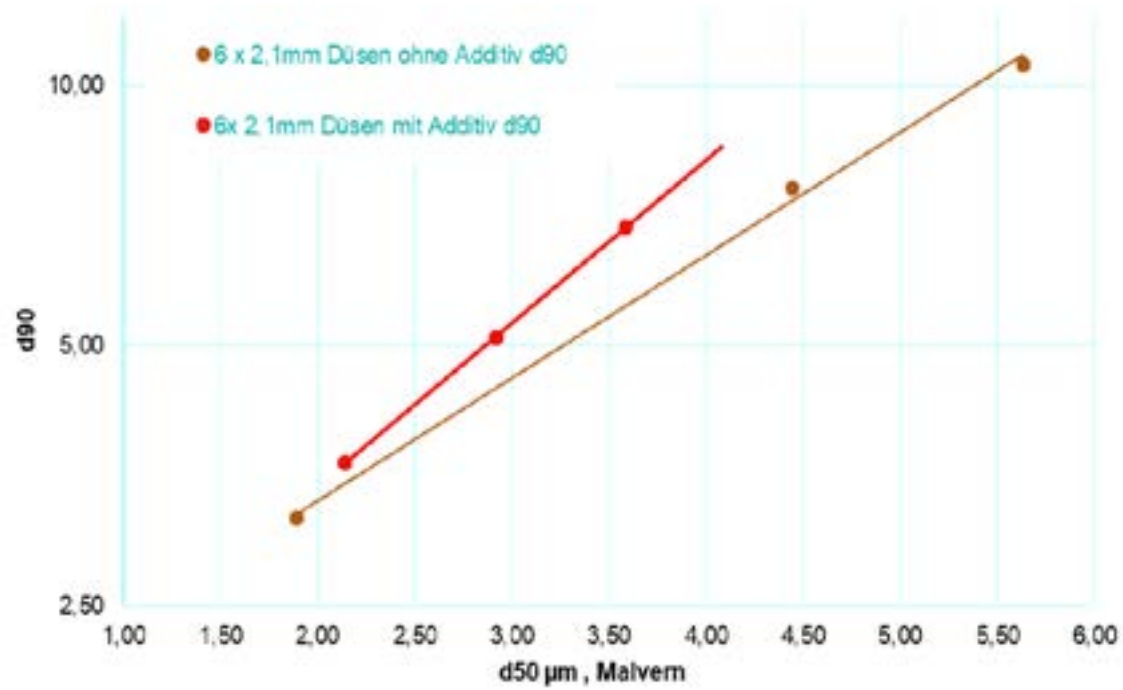


Abb. 12:
Einfluss der Additiv-Zugabe

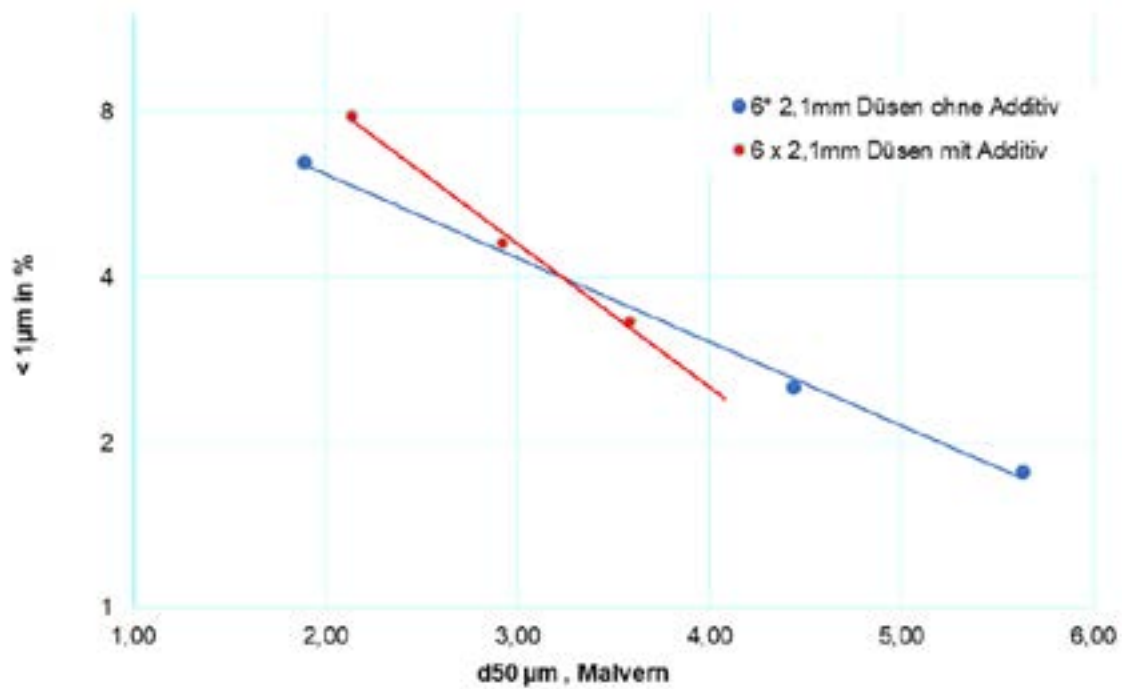


Abb. 13:
Einfluss der Additivzugabe auf den Anteil der Feinstanteile < 1 μm

5. FORTSCHRITTE IN DER HERSTELLUNG VON Nd-Fe-B-PULVERN DURCH SICHTEN

Die im gemahlenden Seltenerdpulver enthaltenen unerwünschten Feinstanteile lassen sich durch einen der Vermahlung folgenden Sichtprozess abtrennen. Die Sichtung unter inerten Bedingungen kann dabei offline oder inline durchgeführt werden, wofür zwei grundsätzliche Anlagen und Sichtersysteme zur Auswahl stehen. Offline- und Inline-Sichtung erfolgen mit dem für die Sichtung von Seltenerdpulvern optimierten NETZSCH Hochleistungsfeinstsichter *M-CLASS*. Dieses Verfahren der Vermahlung mit nachgeschalteter Sichtung der Seltenerdpulver wurde von NETZSCH zum Patent angemeldet.

Durch die nachträgliche Sichtung konnten erstmals Nd-Fe-B-Pulver hergestellt werden, die keine unerwünschten Feinstanteile mehr enthalten. So kann die Partikelgrößenverteilung des Pulvers exakt auf die jeweilige Anforderung angepasst werden.

5.1 Offline-Sichtung

Bei der Offline-Sichtung wird das Produkt über ein Dosiergerät und die Produktaufgabe (1) dem Sichter (Abb. 14) von oben zugeführt. Durch den Sichtgaseintritt (2) erfolgt die Zuführung des notwendigen Verfahrensgases, welches das Aufgabegut durch eine Vielzahl einstellbarer Leitschaufel-Spalte des statischen Leitschaufelkorbes (3) extrem gut dispergiert und dem Sichtrad (4) anbietet. Hier erfolgt die Trennung von Grob- und Feingut entsprechend der eingestellten (stufenlos regelbaren) Sichterraddrehzahl. Das "Feingut" verlässt die Maschine über das mit horizontaler Welle eingebaute Sichtrad im Zentrum des Sichters. "Grobe Partikel" werden vom Sichtrad abgewiesen, und durch das schraubenförmig ausgebildete, und mit einer Trennwand (5) versehene Maschinengehäuse rückseitig über den Grobgutaustritt (6) an der Gehäuseunterseite ausgetragen. Über die Stellung der sog. Grobgutklappe (7) kann der Austrag des Grobgutes bei schwierigen Trennaufgaben geregelt, und so die "Sauberkeit" des Grobgutes beeinflusst werden.

Produkte, die aufgrund ihres Reaktionsverhaltens mit Sauerstoff nicht mit normaler Sichtluft verarbeitet werden dürfen wie z.B. seltene Erden, können unter Verwendung eines anderen Verfahrensmediums wie z.B. Stickstoff oder Argon unter kontrollierter inerter Atmosphäre gesichtet werden. Eine Kreisgasführung im kompletten Anlagensystem reduziert die Betriebskosten.

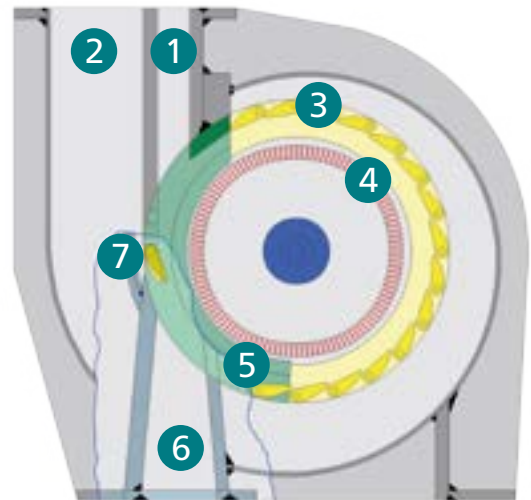


Abb. 14:

Schematische Darstellung des NETZSCH Hochleistungsfeinstsichters *M-CLASS*

Produkteintritt (1), Sichtgaseintritt (2), Leitschaufelkorb (3), Sichtrad (4), Trennwand (5), Grobgutaustritt (6), Grobgutklappe (7)



Abb.14a:

NETZSCH Hochleistungsfeinstsichters *M-CLASS*

5.2 Inline-Sichtung

Die Inline-Sichtung mit einem Feinstsichter an Stelle des Zyklonabscheiders in einer Mahlanlage bietet im Hinblick auf Verunreinigungen durch Sauerstoff im Produkt Vorteile im Vergleich zur Offline-Sichtung, da ein zusätzlicher Materialhandlungsschritt entfällt. In einem Prozess wird das Produkt gemahlen und die Feinstanteile werden gezielt ausgesichtet, ohne dass das Produkt aus der Anlage ausgeschleust werden muss. Die stufenlose Einstellung von Oberkorn und Feinstanteilen ist somit in einem einzigen Schritt möglich. Ein hochflexibles Mahl-/Sichtsystem im Labormaßstab ist die NETZSCH *LABPILOT* (Abb. 15). Sie eignet sich besonders für den flexiblen Einsatz im Labor und/oder für die Herstellung von

kleineren Probenmengen. Die kompakte Anlage besteht aus einem Betriebsmodul mit Dosierung, Zyklon, Filter, Gebläse und elektrischer Steuerung sowie zwei Positionen zur Feinstvermahlung und Sichtung, an denen die Dichtbettstrahlmühle *M-JET* und der Hochleistungsfeinstsichter *M-CLASS* installiert sind. Ebenso besteht die Möglichkeit, beide Maschinenmodule abwechselnd zu betreiben, was dem Betreiber oder Produktentwickler weitere Flexibilität bietet.



Abb. 15:

NETZSCH *LABPILOT* mit Dichtbettstrahlmühle *M-JET* und Hochleistungsfeinstsichter *M-CLASS*

5.3 Ergebnisse durch nachträgliches Sichten von Seltenerdpulvern und dessen Einflüsse auf die Eigenschaften von Nd-Fe-B-Magneten

Durch die nachträgliche Sichtung können gezielt unerwünschte Feinstanteile oder unerwünschte Grobanteile aus den gemahlten Produkten entfernt werden. Jede beliebige Menge von Feinstanteilen kann separiert werden, indem die Sichterzahl oder der Gasvolumenstrom durch den Siebter verändert wird. Entscheidend hierfür ist eine sehr gute Dispergierung des Produktes im Gasstrom. Nur so kann der Siebter die Partikel sauber selektieren und beste Ausbeuten und steile Partikelgrößenverteilungen werden erreicht.

Abb. 16 zeigt den Unterschied in der Partikelgrößenverteilung zwischen einem nur gemahlenem und einem nachträglich gesichteten Produkt. Der d_{10} -Wert steigt von 1,54 μm auf 2,03 μm . Der Anteil der Feinstanteile $< 1 \mu\text{m}$ liegt vor der Sichtung bei 2,8 % und nach der Sichtung bei nahezu 0,0 %.

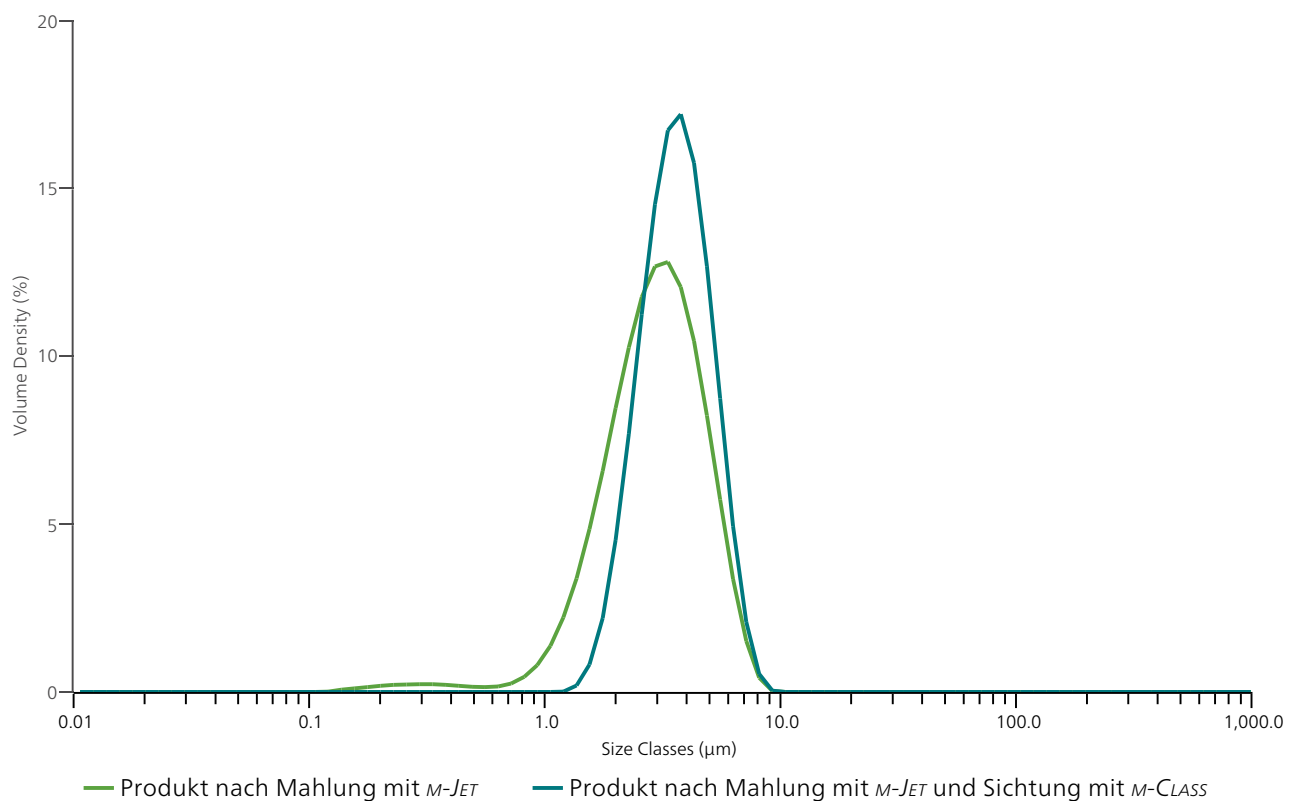


Abb. 16:

Vergleich der Partikelgrößenverteilung von Nd-Fe-B-Pulver nach Mahlung mit *M-JET* und nach zusätzlicher Sichtung mit *M-CLASS*

Deutlich zu erkennen ist der Unterschied in der Breite der Partikelgrößenverteilung zu einem konventionell hergestellten Produkt einer Target Mill und einer Probe, die auf einer *M-JET* gemahlen und nachträglich im Hochleistungsfeinstsichter *M-CLASS* gesichtet wurde (Abb. 17).

Zum Vergleich der d_{90}/d_{10} -Werte wurden Proben mit verschiedenen d_{50} -Werten gemahlen und anschließend einer Sichtung unterzogen. Hierbei zeigte sich, dass der d_{90}/d_{10} -Wert sich von der gemahlenen Probe zur gesichteten erheblich verbessern lässt. Bei einem $d_{50} = 3,0 \mu\text{m}$ werden Werte von 2,6 erreicht. Im Vergleich dazu wird beim ungesichteten Produkt

bei gleichem d_{50} ein Wert von 3,6 für eine *M-JET* oder klassische Fließbettgegenstrahlmühle erreicht. Die Target Mill liegt hier bei $d_{90}/d_{10} = 4,7$ und damit fast doppelt so hoch wie die gemahlen und gesichteten Pulver (Abb. 18).

Visuell verdeutlichen lässt sich dies auch durch den Unterschied in den REM-Aufnahmen (Abb. 19) von nur gemahlenem Nd-Fe-B-Pulver im Vergleich zu gemahlenem und gesichtetem Pulver. Links die Aufnahme des gemahlenen Pulvers mit deutlich erkennbaren Feinstanteilen, rechts die zusätzlich gesichtete Probe ohne messbare Feinstanteile.

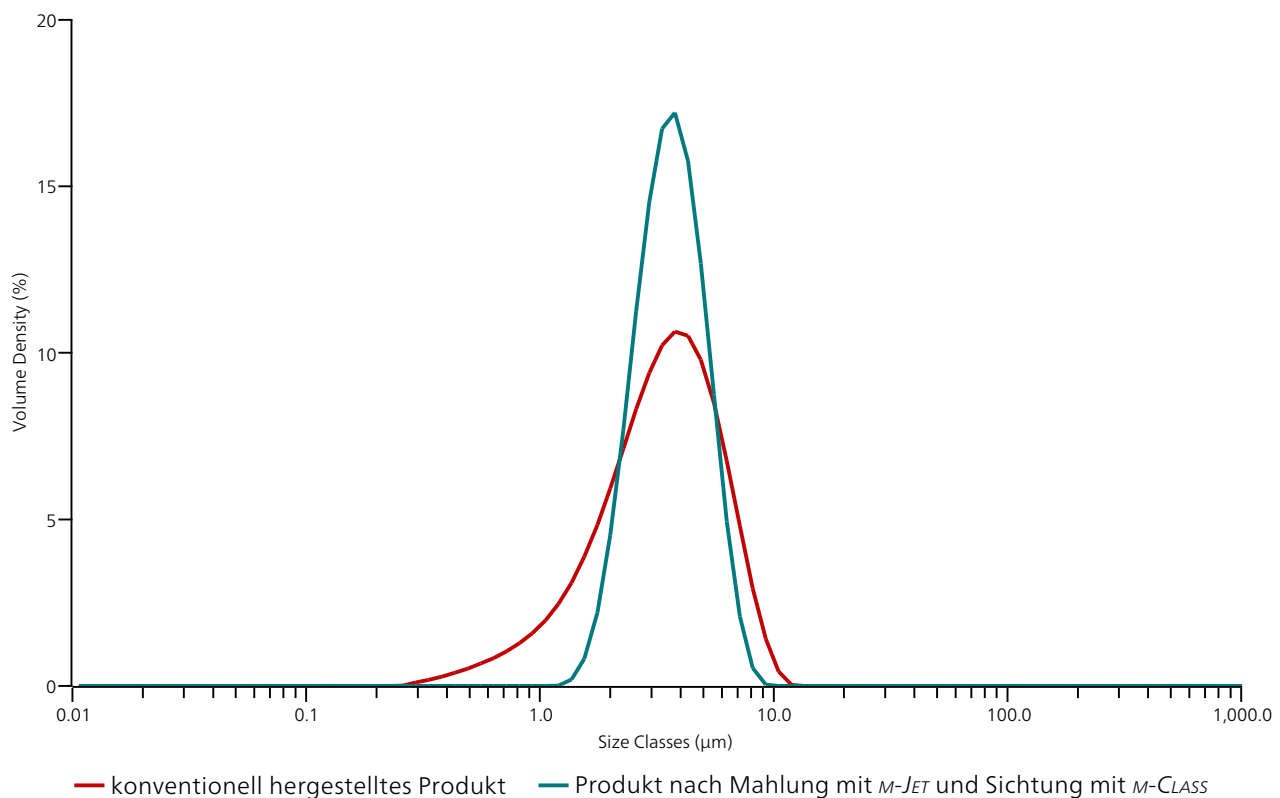


Abb. 17:

Partikelgrößenverteilung von Nd-Fe-B-Pulver nach Mahlung mit *M-JET* und Sichtung mit *M-CLASS* im Vergleich zu einem konventionell hergestellten Produkt

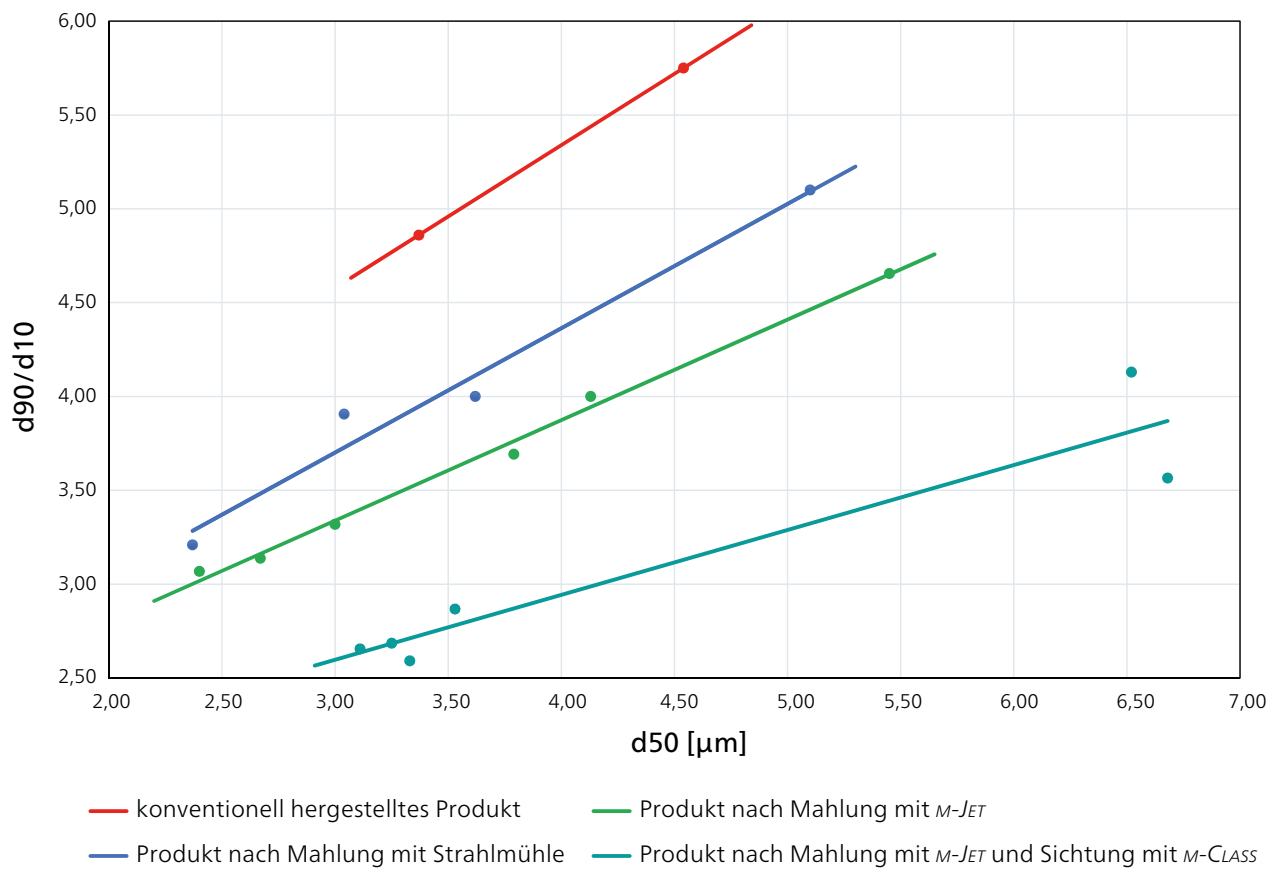


Abb. 18:

Vergleich d_{90}/d_{10} -Werte *M-JET*, Fließbettgegenstrahlmühle, Target Mill und *M-CLASS* über d_{50}

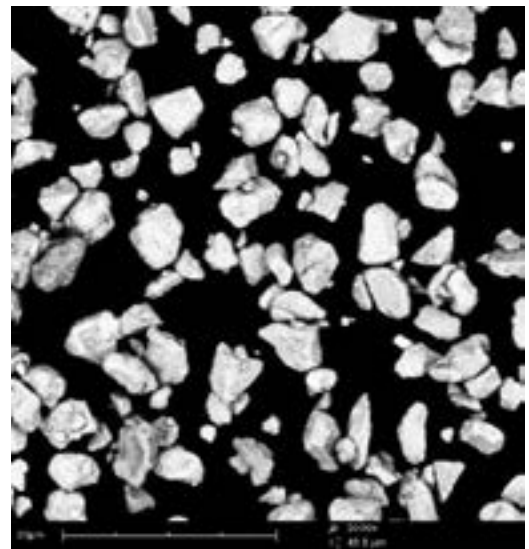
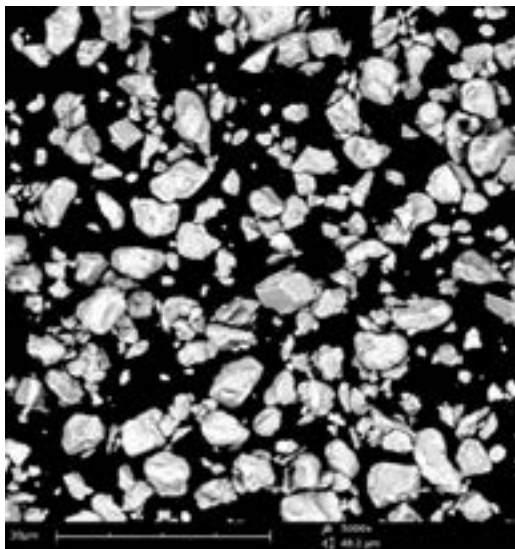


Abb. 19:

REM-Aufnahmen (5000 x)

Links: gemahlen auf *M-JET*; rechts: gemahlen auf *M-JET* und gesichtet mit *M-CLASS*

Um den Einfluss einer engeren Partikelgrößenverteilung auf die magnetischen Eigenschaften zu überprüfen, wurden Magnete mit unterschiedlichen Sinterbedingungen hergestellt. Die Auswertung der Ergebnisse zeigt, dass die Magnete aus den gesichteten Pulvern eine höhere Koerzitivfeldstärke aufweisen. Die Kniefeldstärke H_k und die Rechteckigkeit $R = H_k/H_{cj}$ haben sich ebenfalls deutlich verbessert (Abb.20).

Klar zu erkennen ist auch ein Zusammenhang zwischen der Steilheit der Partikelgrößenverteilung (d_{90}/d_{10}) und der Rechteckigkeit der Entmagnetisierungskurve. Die Rechteckigkeit verhält sich umgekehrt proportional zum d_{90}/d_{10} -Wert. Engere Partikelgrößenverteilungen erhöhen demnach die Rechteckigkeit der Entmagnetisierungskurve (Abb. 21).

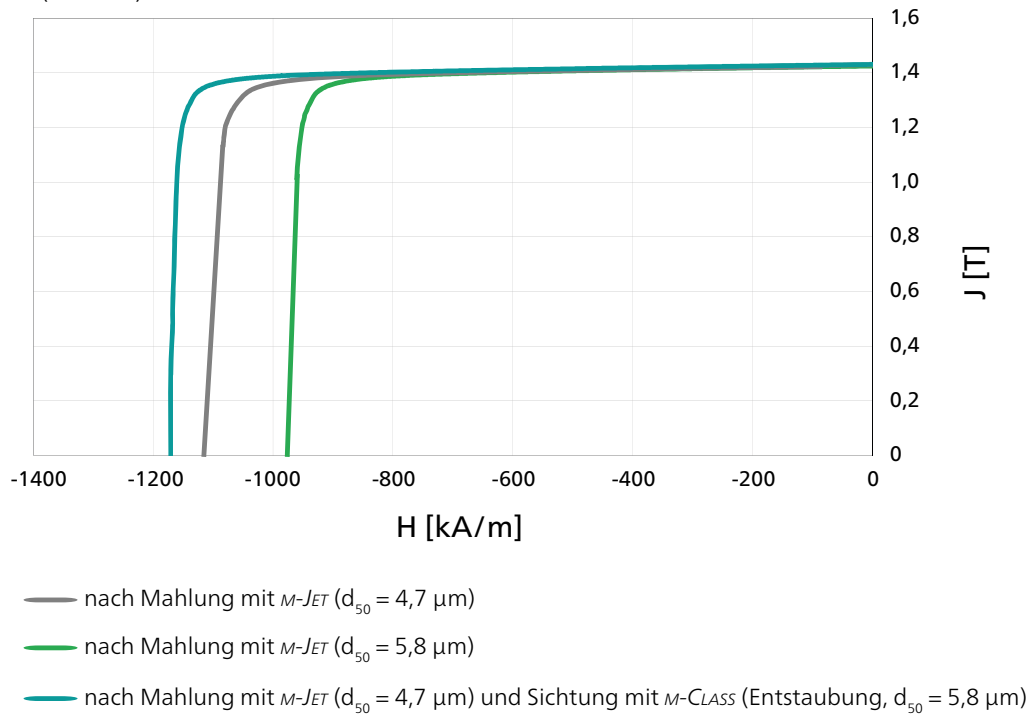


Abb. 20:

Vergleich der Entmagnetisierungskurve gemahlen auf *M-JET* mit der Entmagnetisierungskurve gemahlen auf *M-JET* und gesichtet mit *M-CLASS*

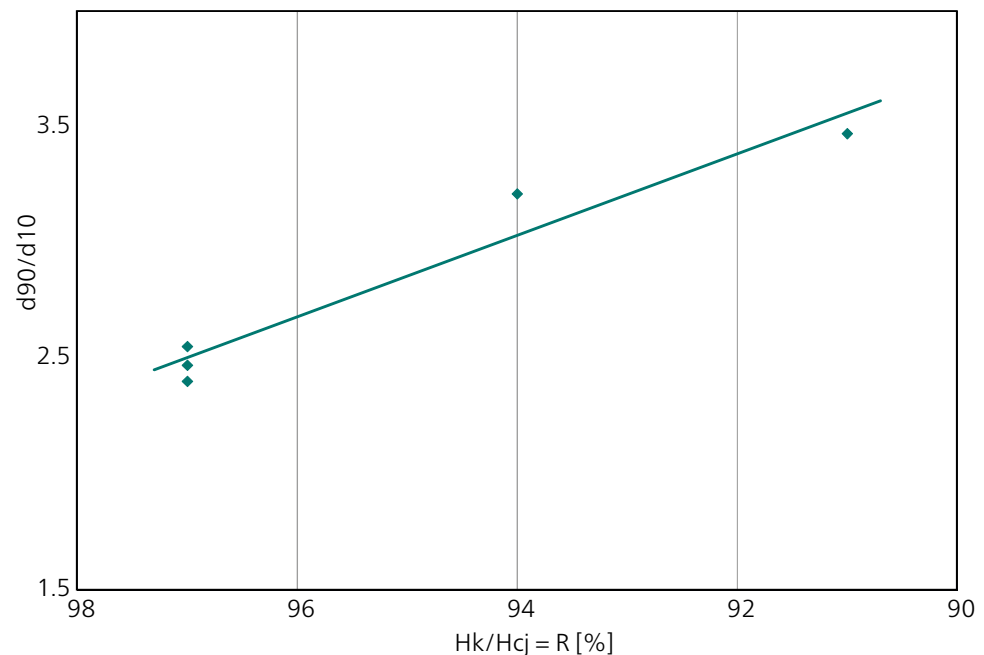


Abb. 21:

Rechteckigkeit $R \text{ [%]}$ über d_{90}/d_{10}

6. PARTIKELDESIGN – VERRUNDEN VON SELTENERDPARTIKELN

In vielen Fällen bringt eine sphärische Partikelform deutliche Vorteile in nachgeschalteten Prozessen mit sich und verbessert außerdem oftmals die Materialeigenschaften erheblich. So ist beispielsweise sphärischer Graphit (SG) für die Anwendung als Anodenmaterial ideal. Dessen glatte, kleine Oberfläche verhindert ein Abblättern und führt zu einem geringeren irreversiblen Kapazitätsverlust und damit zu einer hohen Lebensdauer. Dank der hohen Stampfdichte erreicht man eine hohe Beladung und damit höhere Energiedichte. Die Verrundung von Graphit erreicht man mit der von NETZSCH modifizierten Sichtermühle *GyRHO* in einem Faltungs- und Rundungsprozess.

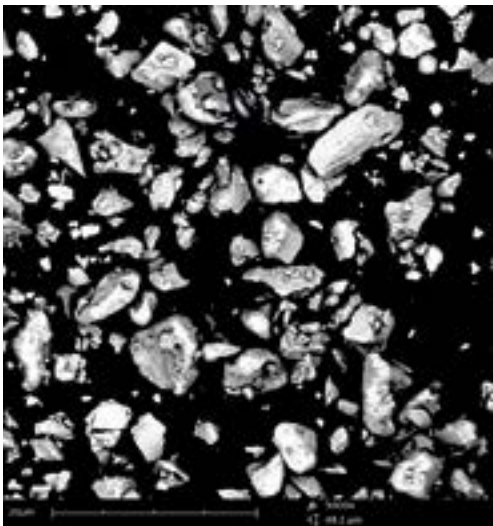


Fig. 22:

REM-Aufnahme des Aufgabematerials

Bei der Ansicht der REM-Aufnahmen von Seltenerdpartikeln (Abb.22) kann man deutlich deren eckige Form erkennen. Sowohl Sphärizität als auch Kantenrundung sind hier als niedrig einzustufen. Bei Orientierung im Magnetfeld ist dies hinderlich, da sich die Partikel gegenseitig verhaken können. Das führt zu einer schlechteren Orientierung und damit niedrigeren Remanenz, da sich der Orientierungsgrad direkt proportional zur Remanenz verhält. Übliche Orientierungsgrade liegen bei 95 %. Verbessern kann man diesen Wert durch das Orientieren der

Magnetpulver im freien Fall. So werden Orientierungsgrade bis 98 % erreicht, was u.a. bei der Herstellung großer Magnetblöcke eingesetzt wird.

Mit runden Seltenerdpartikeln ohne Ecken und Kanten werden höhere Orientierungsgrade in den hergestellten Magneten erreicht. Daneben erhöhen sich auch Remanenz, die Kniefeldstärke und die Koerzitivfeldstärke. Der Einsatz verrundeter Seltenerdpartikel in der Herstellung der Magnete bringt also deutliche Vorteile mit sich.

Allerdings wird bei sehr harten Produkten wie Seltenerdpartikel ein zur Graphitverrundung analoger Prozess nicht funktionieren und man müsste stattdessen versuchen, die eckigen Bruchkanten/-flächen abzuschlagen oder abzuschleifen.

Hier haben die NETZSCH-Ingenieure eine Lösung gefunden, bei der die Reduktion der Feinstanteile und das Runden der Partikel in einem Schritt gelingt. In einer für diese Anwendung entwickelten Rundungseinheit werden die Partikel durch ein klar definiertes schonendes Verfahren gegeneinander beansprucht und abgeschliffen. Erreicht wird dies in der *M-JET 10* mit einem modifizierten Düsenring.

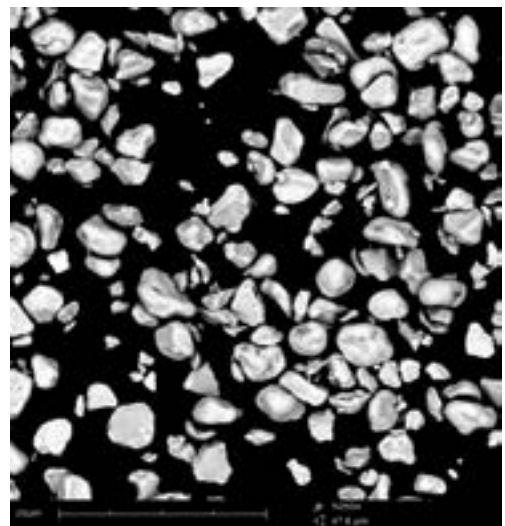


Abb. 23:

Partikeldesign – REM-Aufnahme des verrundeten Produkts

Partikeldesign	Vor der Verrundung (Abb. 22)	Nach der Verrundung (Abb. 23)
Feinstanteil < 1 µm	4,1 %	0,0 %
d_{90}/d_{10} -Wert	3,54	2,46

7. KUNSTSTOFFGEBUNDENE MAGNETE

Kunststoffgebundene Magnete werden durch ein Pressverfahren hergestellt, in dem die Legierungspulver mit Kunstharz gemischt, verpresst und dann bei ca. 150°C ausgehärtet werden. Durch ein spezielles Verfahren werden hohe Füllgrade bei guter mechanischer Festigkeit trotz geringster Kunststoffanteile erzielt.

Eine andere Möglichkeit der Herstellung kunststoffgebundener Magnete ist das Compoundieren der Pulver mit Kunststoffen und das nachfolgende Verspritzen. Bei diesem Verfahren wird der Wärmebehandlungsprozess übersprungen. Beim Spritzgießen wird das Magnetpulver in ein Gebinde gemischt und auf gleiche Weise wie Kunststoff spritzgegossen. Für diesen Herstellungsprozess können hohe Werkzeugkosten entstehen, erlaubt aber komplizierte Formen und enge Toleranzen. Verglichen mit gesinterten Magneten sind die magnetischen Werte bei diesem Prozess niedriger. In beiden Verfahren kann abschließend eine Beschichtung als Korrosionsschutz angebracht werden.

Das Strangpressen ermöglicht unbegrenzte Magnetlängen. Allerdings liegt das Energieprodukt flexibler Magnete unter dem gesinterten Magnete.

Magnetformen

Bei gepressten Magneten können alle presstechnisch herstellbaren Formen realisiert werden: Quader, Zylinder, Ringe, Segmente und andere Formteile sind lieferbar. Auch Bohrungen, Vertiefungen, Nuten usw. lassen sich, wenn sie parallel zur Pressrichtung verlaufen, ausführen.

Für gespritzte Magnete lassen sich alle Formen herstellen, die spritztechnisch formbar sind. Die hierbei erreichbaren Abmessungstoleranzen sind sehr eng, so dass ein Nacharbeiten entfallen kann. So können zum Beispiel in eng tolerierten Bohrungen Wellen eingedrückt werden. Bei diesem Magnetformgebungsverfahren ist es auch möglich, Fremdteile wie magnetische Rückschlussteile usw. mit einzuarbeiten.

Beispiele für Anwendungsmöglichkeiten kunststoffgebundener Magnete:

- Dichtlippen, beispielsweise für Kühlschränke und Duschen
- Magnettafeln/Anzeigetafeln
- Werbefolien, magnetische Schilder
- Spielzeug, Elektronik und Sensortechnik
- Automobilfertigung
- Automation
- Kommunikationstechnik
- in Werkzeugmaschinen für die Ansteuerung magnetempfindlicher Schalter
- Positionserfassung, Winkel- oder Weglängenmessungen
- Haushaltsgeräte
- Elektroindustrie

Herstellung von Pulvern ohne Feinstanteile mit **CONDUX®** und **M-CLASS**

Bei der Herstellung kunststoffgebundener Magnete werden hauptsächlich Stripcast Pulver eingesetzt. Infolgedessen sind kunststoffgebundene Magnete isotrop. Die einzelnen Pulverteilchen bestehen aus einer Vielzahl von nanokristallinen Partikeln, die für die Koerzitivfeldstärke des Pulvers verantwortlich sind.

Die Herstellung der Magnete besteht im Wesentlichen darin, dass Magnetpulver mit einem Kunststoff vermischt wird. Dabei erfolgt häufig eine Reaktion der Feinstanteile mit dem Kunststoff, was zu einer Verschlechterung der Magnetwerte führt. Daher sollten Pulver für kunststoffgebundene Magnete möglichst wenig Feinstanteile (< 20 µm) enthalten.

Die Anforderungen an kunststoffgebundenen Magnete sind demnach völlig anders als bei herkömmlichen Sinterpulvern. Wenn die Pulverteilchen zu groß sind, kann dies zu einem Verstopfen der Spritzdüsen führen. Die Obergrenze sollte daher ca. 350 µm nicht überschreiten.

Diese Anforderungen stellen andere Ansprüche an das Mahlverfahren. Die Pulver enthalten keine mechanisch weichen Bestandteile und bestehen nahezu 100% aus reiner Phi-Phase. Das Fehlen der weichen Bestandteile hat zur Folge, dass diese Pulver ausreichend spröde sind und ohne Wasserstoffversprödung aufgemahlen werden können.

Das Fehlen des chemisch reaktiven Nd hat zur Folge, dass die Korrosionsstabilität dieser Pulver deutlich besser ist als die von gesinterten Magneten.

Für die Vermahlung solcher Pulver werden üblicherweise klassische Prallmühlen eingesetzt. Diese erzeugen prozessbedingt Feinstanteile beim Vermahlen. Hier kann durch die Variation der

Werkzeuge und Siebeinsätze versucht werden, diese Anteile auf ein Minimum zu reduzieren. Qualitativ hochwertige Pulver ohne Feinstanteile lassen sich jedoch zuverlässig durch einen der Prallzerkleinerung nachgelagerten Inline-Sichtung herstellen. Hierzu wird beispielsweise in einer NETZSCH *LABPILOT* Anlage der Feinprallmühle *CONDUX*® ein Hochleistungssichter *M-CLASS* inline nachgeschaltet (Abb. 24). Dies hat den Vorteil, dass kein weiteres Materialhandling notwendig ist und die gewünschten Feinheiten über die Änderung der Sichterzahl stufenlos eingestellt werden können.



Abb. 24:
NETZSCH *LABPILOT* mit Feinprallmühle *CONDUX*® und Hochleistungssichter *M-CLASS*

Result	
Concentration	0,0226 %
Uniformity	0,563
Span	1,837
Dv (95)	274 µm
Volume Below (1) µm	0,00 %
Dv (3)	13,7 µm
Dv (20)	56,5 µm

Result	
Dv (5)	20,8 µm
Dv (10)	36,3 µm
Dv (50)	105 µm
Dv (90)	229 µm
Dv (97)	306 µm
Dv (98)	330 µm
Dv (99)	366 µm

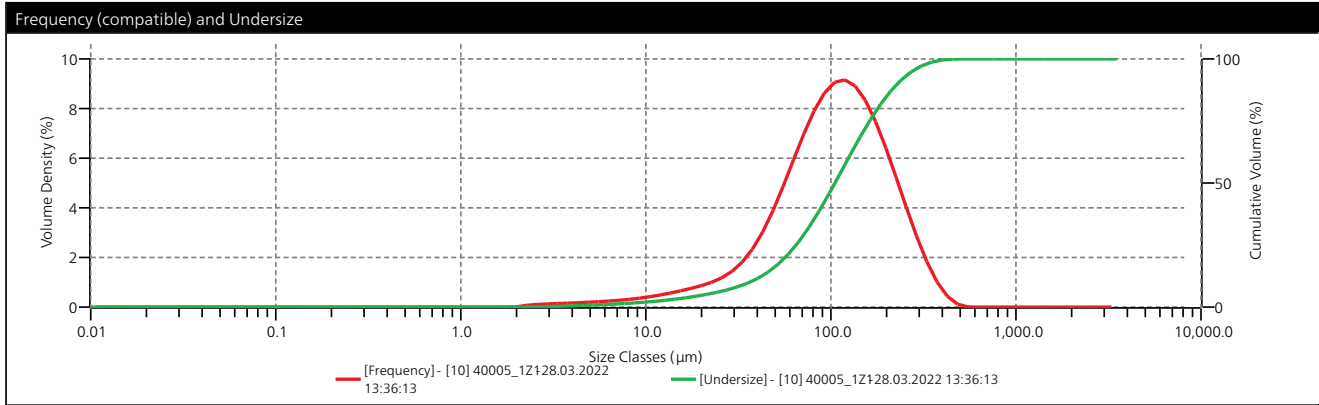


Abb. 25:
Partikelgrößenverteilung ohne Sichtung

Result	
Concentration	0,0347 %
Uniformity	0,492
Span	1,597
Dv (95)	258 µm
Volume Below (1) µm	0,00 %
Dv (20)	63,1 µm
Dv (1)	21,4 µm

Result	
Dv (5)	37,8 µm
Dv (10)	48,0 µm
Dv (50)	105 µm
Dv (90)	216 µm
Dv (97)	285 µm
Dv (98)	304 µm
Dv (99)	337 µm

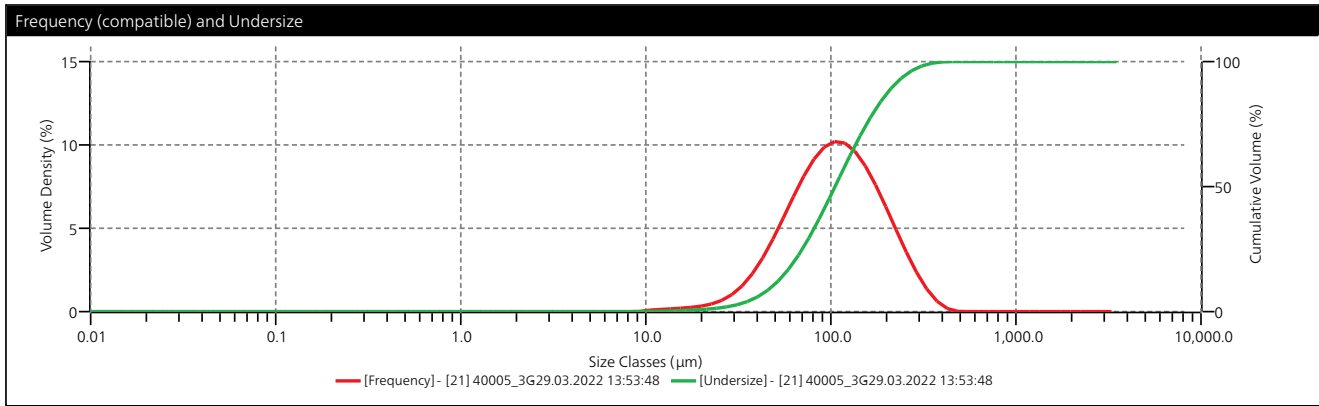


Abb. 26:
Gleiches Pulver inline nachgesichtet

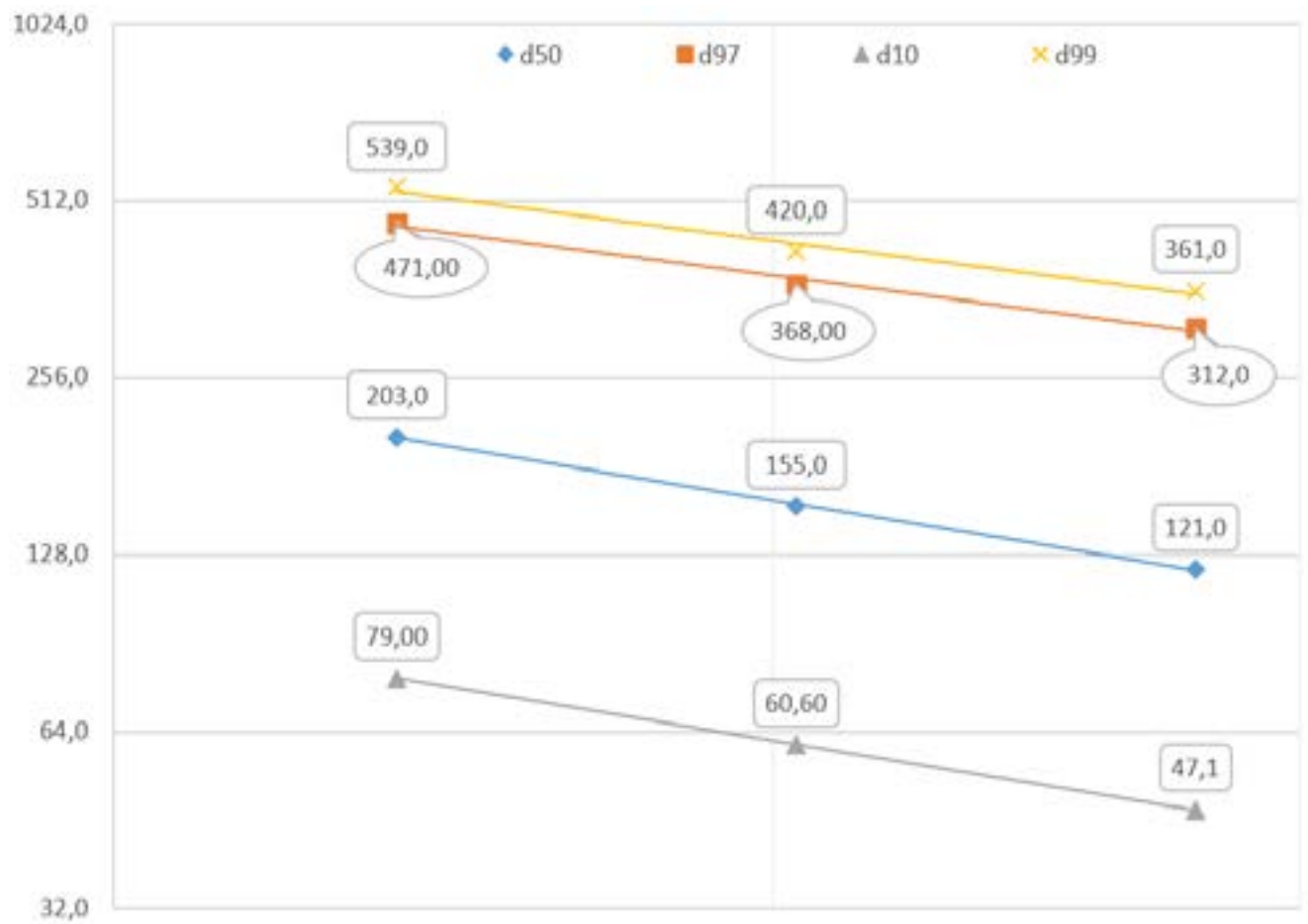


Abb. 27:

Variation der Feinheit nach Vermahlung mit der Feinprallmühle CONDUX® bei unterschiedlichen Umfangsgeschwindigkeiten

8. AUFBEREITUNG VON MAGNETREZYKLAT

Wenn wir von Recycling-Magneten sprechen müssen wir zwischen Magnetabfällen, die in der Magnetproduktion anfallen, und klassischen Rückläufern beispielsweise aus Elektromotoren, Generatoren oder von Magneten aus der Rüstungstechnik unterscheiden.

Die Magnetabfälle aus der Produktion entstehen meist durch Schneidabfälle, die während der mechanischen Bearbeitung anfallen. Hier gilt es, die entstandenen Oxide und Carbide zu entfernen, damit die so aufbereiteten Schneidabfälle der Produktion wieder beigemischt werden können.

Magnete in Elektromotoren oder Generatoren haben eine Lebensdauer von ca. 10 Jahren. Damit fällt heute schon eine beträchtliche Menge an Altmagneten an. So werden in einer Windkraftanlage pro MW ca. 600 kg Seltenerd-magnete verwendet. Und nicht nur hier ist Recycling ein wichtiges Thema, denn so können wertvolle Rohstoffe aufbereitet und wiederverwendet werden, was zum Schutz der Umwelt beiträgt und die natürlichen Ressourcen effizienter nutzt.

Im Magnetrezyklat ist allerdings ein hoher Anteil an Verunreinigungen mit Sauerstoff, Stickstoff oder Kohlenstoff enthalten, die sich vor allem an den Feinstanteilen anreichern. Diese beeinflussen die Magneteigenschaften negativ und müssen daher vor der Wiederverwendung entfernt werden. Um eine effektive Minderung des Sauerstoffgehaltes zu erreichen, muss das wasserstoffversprödete Pulver zunächst einer Mahlung unterzogen werden. Im Anschluss werden die Feinstanteile und damit die Verunreinigungen mit dem Hochleistungsfeinstsichter *M-CLASS* zuverlässig aus dem recycelten Magnetpulver abgetrennt und man erhält ein wiederverwendbares Magnetpulver.

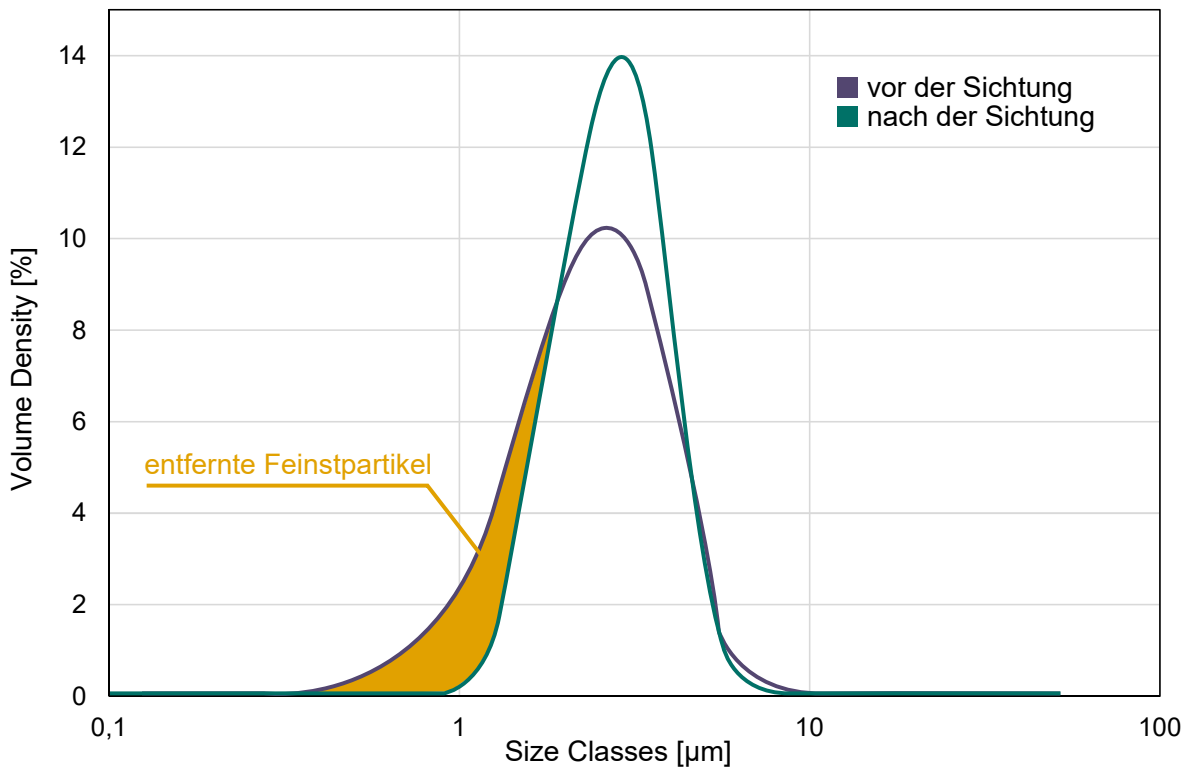


Abb. 28:

Durch die Entfernung feinsten Partikel unter 1 µm wird ein großer Teil der Verunreinigungen beseitigt.

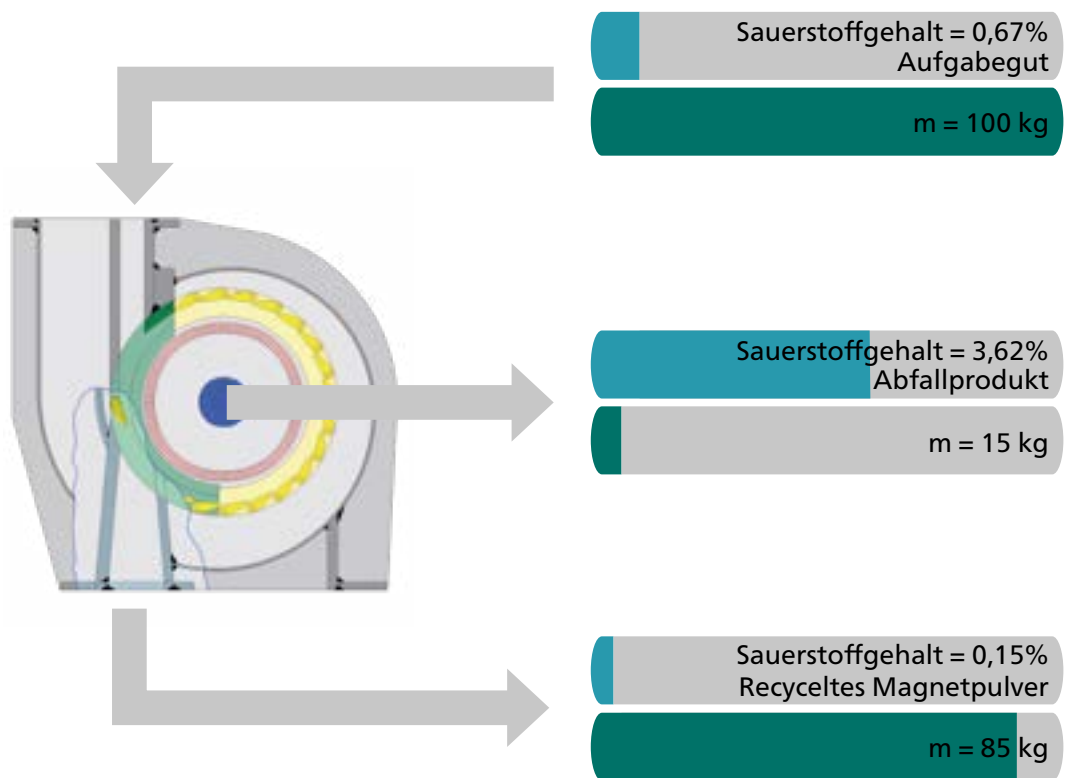


Abb. 29:
Beispiel für die Verringerung der Sauerstoffverunreinigung durch Klassierung

Theoretische Abnahme der Sauerstoffverunreinigungen im Rezyklat in Abhängigkeit des d_{90} im Feingut und des Grobgut-Anteils in Gew.-%

Mit dem dargestellten Diagramm (Abb. 30) lässt sich eine Abschätzung über die zu erwartende Abnahme des Sauerstoffgehalts im Rezyklat ableiten. Um eine effektive Minderung des Sauerstoffgehalts zu erreichen, muss das wasserstoffversprödete Pulver zunächst einer Mahlung unterzogen werden. Hierbei muss ein etwas feinerer d_{50} -Wert als die gewünschte Zielfeinheit erzielt werden, da sich der Wert beim nachträglichen Sichten wieder leicht ins Grobe verschiebt.

Um eine möglichst effektive Reduktion der Verunreinigungen bei maximaler Ausbeute zu erreichen, sollte der anzustrebende d_{90} im Feingut zwischen $3\text{ }\mu\text{m}$ und $3,5\text{ }\mu\text{m}$ liegen. Um beispielsweise ein Gutprodukt (= Grobgut) mit einem $d_{50} = 3,5\text{ }\mu\text{m}$

zu erhalten, sollte im Aufgabegut ein d_{50} von $3,0\text{ }\mu\text{m}$ angestrebt werden. Um eine möglichst effektive Reduktion der Verunreinigungen zu erreichen, muss das Aufgabegut einen hohen Anteil an Partikeln $< 1\text{--}2\text{ }\mu\text{m}$ enthalten. Dafür ist es notwendig, die Vormahlung mit Drücken zwischen 8 bar(g) und 9 bar(g) durchzuführen.

Der Grad der Entfernung der Sauerstoffverunreinigungen nach dem Sichtprozess im Rezyklat ist abhängig von der Grobgutausbeute. Das folgende in Abb. 30 eingezeichnete Anwendungsbeispiel verdeutlicht dies: Um den Sauerstoffgehalt, ausgehend von einer Konzentration von $0,65\text{ Gew.-%}$ im Aufgabegut, um $0,55\text{ Gew.-%}$ zu reduzieren würde sich eine Grobgutausbeute von etwa $85\text{ }\%$ einstellen.

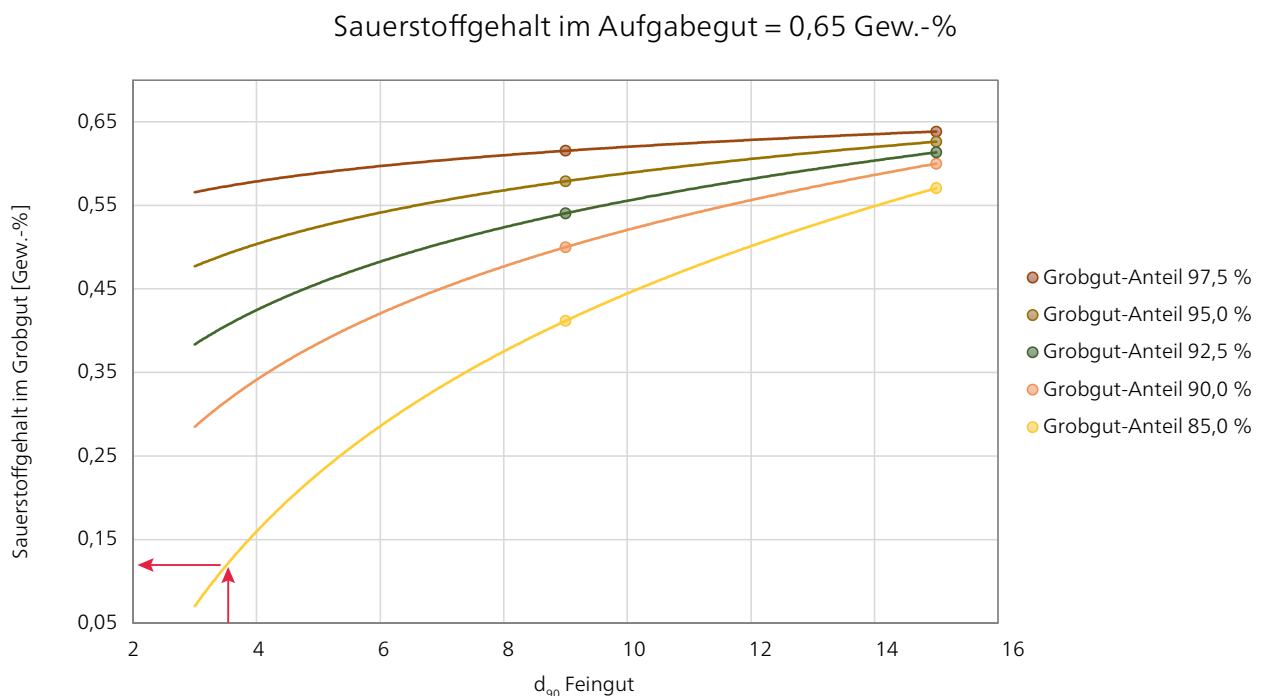


Abb. 30:

Abschätzung der Abnahme des Sauerstoffanteils im Grobgut bei einem d_{90} im Feingut von $3,5\text{ }\mu\text{m}$

9. ZUSAMMENFASSUNG

In den Sinterversuchen konnte zum einen gezeigt werden, dass aus Nd-Fe-B Pulvern, die auf der Dichtbettstrahlmühle *M-JET* gemahlen wurden, Magnete mit guten magnetischen Eigenschaften hergestellt werden können. Damit kann die *M-JET* als echte Alternative zu den bislang fast ausschließlich eingesetzten Gegenstrahlmühlen betrachtet werden. Des Weiteren konnte gezeigt werden, dass aus nachträglich gesichteten Nd-Fe-B-Feinpulvern auf dem üblichen Sinterweg anisotrope Magnete mit guten bis sehr guten magnetischen Eigenschaften erhalten werden können. Die höhere Koerzitivfeldstärke und die bessere Rechteckigkeit der Entmagnetisierungskurve deuten darauf hin, dass diese Magnete ein homogeneres Gefüge aufweisen als übliche Vergleichsmagnete.

Die NETZSCH Trockenmahltechnik verfügt in Hanau über ein gut ausgestattetes Technikum für Versuche mit Seltenerdpulvern. Mahlungen auf Fließbettgegenstrahlmühlen vom Typ CGS sowie auf Spiralstrahlmühlen mit integriertem Sieher Typ *M-JET* und Sichtungen auf dem Hochleistungsfeinrichter *M-CLASS* in inerter Atmosphäre (Stickstoff) sind ebenso möglich wie die Durchführung verschiedenster Analysen wie z.B. Partikelgrößenbestimmung mit Laserbeugung (Malvern), REM und in Zusammenarbeit mit einem namhaften Institut auch ONH, OCN, ICP.



Abb. 31:

NETZSCH *LabPilot* mit Dichtbettstrahlmühle *M-JET* und Hochleistungsfeinrichter *M-CLASS*

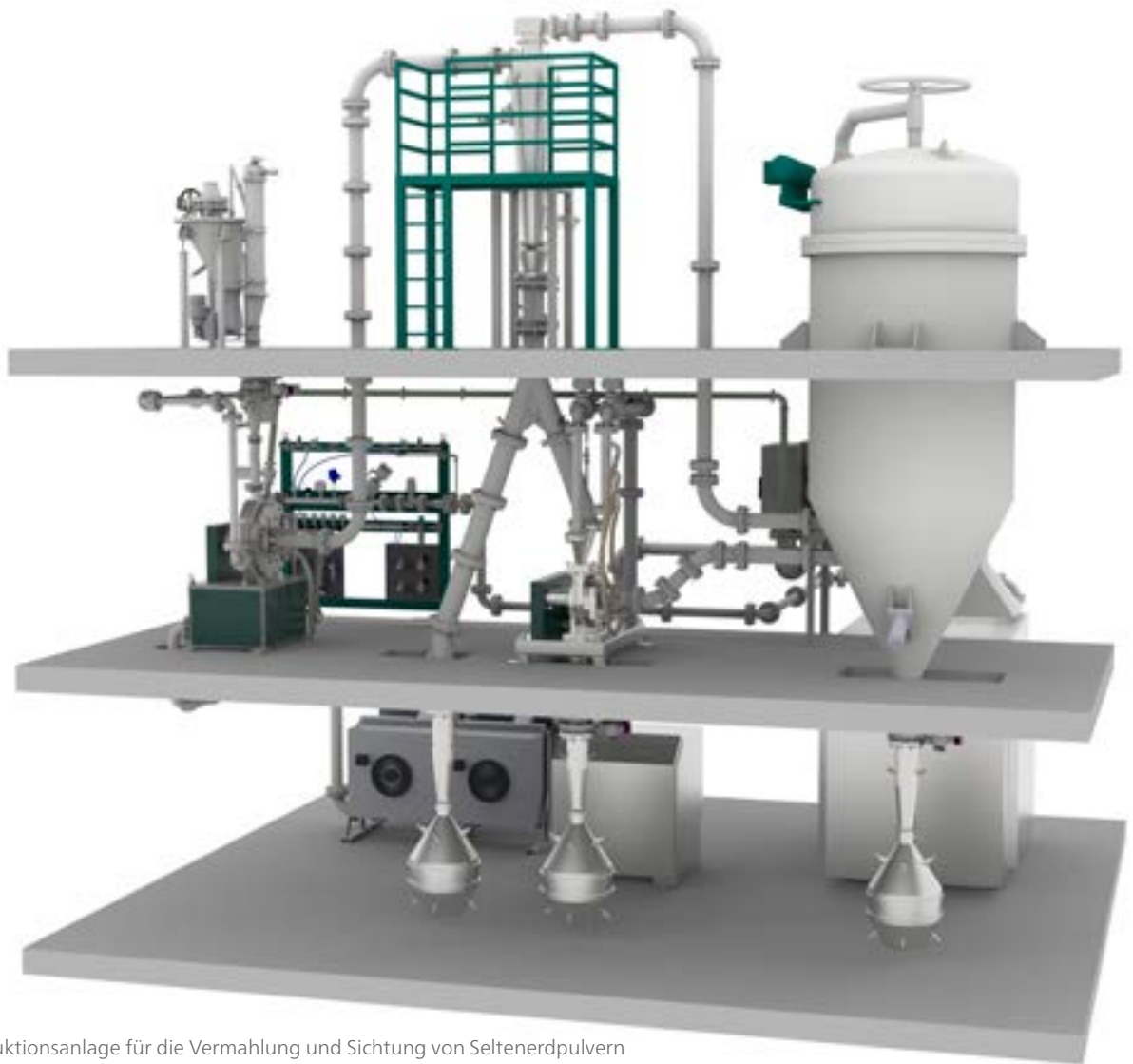


Abb. 32:

Beispiel einer Produktionsanlage für die Vermahlung und Sichtung von Seltenerdpulvern

HEAD OF R&D DRY TECHNOLOGIES

FRANK WINTER

NETZSCH
Trockenmahltechnik GmbH
Rodenbacher Chaussee 1
63457 Hanau

Tel.: +49 6181 506 269
Fax: +49 6181 571 270
Mobil: +49 172 8647 653
frank.winter@netzsch.com
www.netzsch.com



Die NETZSCH Gruppe ist ein inhabergeführtes, international tätiges Technologieunternehmen mit Hauptsitz in Deutschland. Die Geschäftsbereiche Analysieren & Prüfen, Mahlen & Dispergieren sowie Pumpen & Systeme stehen für individuelle Lösungen auf höchstem Niveau. Ein weltweites Vertriebs- und Servicenetz gewährleisten Kundennähe und kompetenten Service.

Dabei ist unser Leistungsanspruch hoch. Wir versprechen unseren Kunden Proven Excellence – herausragende Leistungen in allen Bereichen. Dass wir das können, beweisen wir immer wieder seit 1873.

Proven Excellence.■

Geschäftsbereich Mahlen & Dispergieren – weltweit führende Mahltechnologie

NETZSCH-Feinmahltechnik | Deutschland
NETZSCH Trockenmahltechnik | Deutschland
NETZSCH Vakumix | Deutschland
NETZSCH Lohnmahltechnik | Deutschland
NETZSCH Mastermix | Großbritannien
NETZSCH FRÈRES | Frankreich
NETZSCH España | Spanien

NETZSCH Machinery and Instruments | China
NETZSCH India Grinding & Dispersing | Indien
NETZSCH Tula | Russland
NETZSCH Makine Sanayi ve Ticaret | Türkei
NETZSCH Korea | Korea
NETZSCH Premier Technologies | USA
NETZSCH Equipamentos de Moagem | Brasilien

NETZSCH Trockenmahltechnik GmbH
Rodenbacher Chaussee 1
63457 Hanau
Deutschland
Tel.: +49 6181 506 01
Fax: +49 6181 571 270
info.ntt@netzsch.com



NETZSCH®

www.netzsch.com