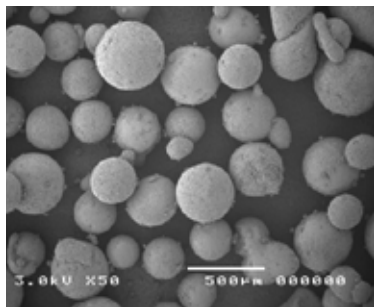


## Frysgranulering

### Homogena pulvergranuler med överlägsen prestanda

Vid tillverkning av keramiska komponenter genom pulverpressning krävs oftast granulering innan pressning kan genomföras. Syftet är att erhålla frilytande granuler som fyller pressverktyget på ett jämnt sätt och som lätt krossas vid pressningen. Vanligen sker granulering genom att först blanda pulvret med lämpliga presshjälpmedel (bindemedel, plasticerare) i en vätska. Sedan sprejtorkas (stor skala) suspensionen eller siktgranuleras (liten skala) med en del återstående fukt. Emellertid finns det nackdelar med dessa granuleringstekniker. Siktgranulering ger inte sfäriska granuler och uppvisar därför dålig flytbarhet. Båda teknikerna involverar torkning i luft vilket skapar betydande risk för segregering av presshjälpmedel (polymer) och mindre partiklar till granulernas periferi. Detta resulterar i inhomogena och hårda granuler som inte helt krossas vid pressningen med negativa konsekvenser för efterföljande sintring och de slutliga materialegenskaperna.



Granuler av ett kompositmaterial framtagna via frysgranulering.

Vi har vidareutvecklat en alternativ granuleringsteknik – frysgranulering (FG) – vilken möjliggör konservering av homogeniteten från suspension till torrt granulär. Genom att spreja en pulversuspension ner i flytande kväve sker en momentan frysning av dropparna (granulerna). I den efterföljande frystorkningen sublimeras isen utan risk för segregeringseffekter som lätt sker vid konventionell torkning i luft. Resultatet blir sfäriska och frilytande granuler med optimal homogenitet.

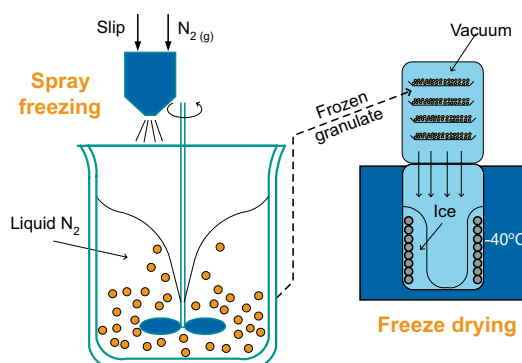
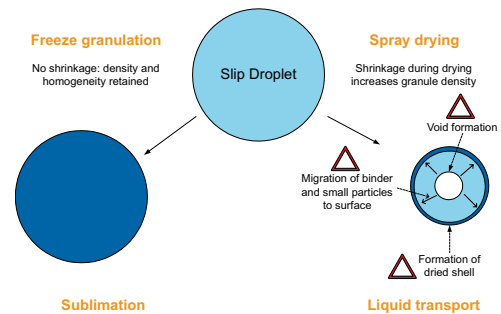


Illustration av processen vid frysgranulering.



Jämförelse sprejtorkning / frysgranulering avseende torkeffekter.

FG tillhandahåller optimerade betingelser för efterföljande processteg med erhållit granulär, t ex enkel krossning av granulerna till homogena och kompakta kroppar i en pressningsoperation. Hög grad av homogenitet kommer sedan att gynna en därpå följande sintring med minimal risk för granuldefekter. Förutom hög grad av granulhomogenitet ger FG ett antal andra fördelar:

- Kontroll av granuldensiteten genom torrhalten hos pulversuspensionen.
- Mild torkning förhindrar allvarlig oxidation av icke-oxidiska keramer och metaller.
- Inga kaviteter i granulerna.
- Lite spill (högt utbyte).
- Såväl små (50–100 ml suspension) som större kvantiteter granulär kan produceras till samma kvalitet.
- Lätt att rengöra granuleringstrustningen.
- Möjligt att recirkulera organiska lösningsmedel.

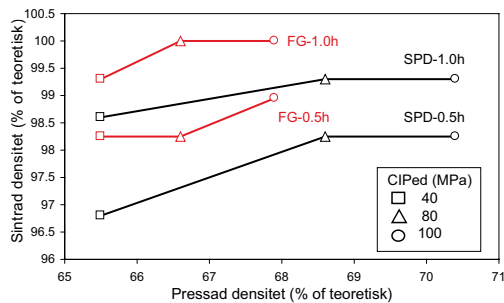
Granulstorleken vid FG påverkas av flytegenskaperna (reologin) hos pulversuspension och processparametrarna (pumpflöde och lufttryck). Normalt sett erhålls en granulstorleksfördelning med viss bredd och en typisk medelgranulstorlek av 100–200 µm. I en jämförelse mellan kompakterings- och sintringsegenskaperna hos granulär producerat med FG respektive sprejtorkning (SPD) illustreras effekten av granulhomogenitet på ett tydligt sätt. ----->

### Kontaktpersoner

Ola Lyckfeldt  
[ola.lyckfeldt@swerea.se](mailto:ola.lyckfeldt@swerea.se)  
 Martin Sjöstedt  
[martin.sjostedt@swerea.se](mailto:martin.sjostedt@swerea.se)

Swerea IVF AB, 031-706 60 00

# Frysgranulering

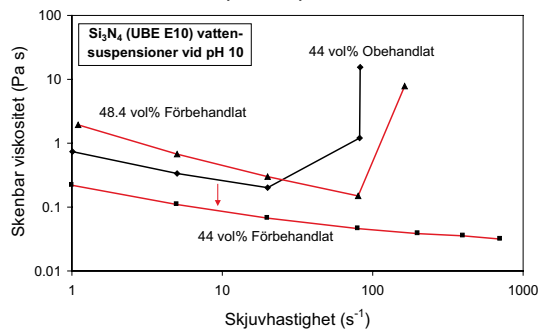


CIPade och sintrade Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-prover utifrån sprejtorkat (SPD) resp frysgranulerat (FG) pulver.

Lågt isostatiskt presstryck resulterar i samma kompaktionsgrad men signifikant högre sintrade densitet för FG-prover. Lättkrossade granuler och hög grad av homogenitet förklarar detta. Högre presstryck ger klart högre pressad densitet för SPD-prover vilket gynnar sintrade densitet men fortfarande uppvisar FG sin överlägsna kapacitet med lika eller högre grad av densifiering.

## Annan användning av högkvalitativa pulvergranuler

Även om det huvudsakliga syftet med frysgranulering av olika pulversystem har varit att producera granulat för pressning, finns det andra intressanta användningsområden där FG har visat sig mycket användbart. Ett sådant exempel är produktion av sfäriska



Suspensionsviskositet med förbehandlat (frysgranulerat/frystorkat) resp obehandlat Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> pulver.

## Referenser

Prochazka S., *Investigation of Ceramics for High Temperature Turbine Components*, U.S. N.T.I.S. AD/A Report No. 022901 (1975)

Nyberg B, Carlström E and Carlsson R, *Granulation of Ceramic Powders for Pressing by Spray-Freezing and Freeze-Drying*, pp. 447-451 in Euro-Ceramics II, Vol. 1 *Basic Science and Processing of Ceramics*, ed. by G. Ziegler and H. Hausner, Deutsche Keramische Gesellschaft, 1993.

Nyberg B, Carlström E and Carlsson R, *Freeze Granulation of Liquid Phase Sintered Silicon Carbide*, pp. 107-113 in *Ceramic Transactions, Vol. 42 Silicon-Based Structural Ceramics*, ed. by B.W. Sheldon and S.C. Danforth, American Ceramic Society, 1994.

metalloxidpartiklar som katalytiskt material i förbränningsanläggningar.

Frysgranulering i kombination med frystorkning kan också med fördel användas för framtagning av "lågdammande" pulver som lätt kan återdispigeras i en vätska. Detta är av särskilt intresse när mycket finpartikulära material, t ex nanopulver skall processas. Genom att granulerna lätt bryts ner blir det lättare att nå höga partikelkoncentrationer med lite energiåtgång.

## Service och utrustning

Vi har byggt upp betydande erfarenhet och kunskap avseende frysgranulering av många olika keramer, metaller och kompositmaterial. Det industriella intresset för FG har kontinuerligt växt och intensifierats under senare tid. Baserat på lovande försök och utveckling vid institutet har lyckosamma kommersiella applikationer realiserats. Detta har också blivit möjligt då utrustning för frysgranulering blivit kommersiellt tillgängligt.

Vi tillhandahåller hjälp med optimering av suspensionsegenskaper och granuleringsförloppet liksom med karakterisering av granulat och presstudier. Små mängder granulat för initiala tester/utvärdering och mindre produktionsvolymen kan produceras. Vi hjälper också till med anskaffning av utrustning och etablering av produktionslinjer.



Frysgranulator av labbskalemodell (LS-2, Powderpro AB).

Carlinger L and Carlström E, *The Influence of the Granule Structure on the Strength of Pressed and Sintered Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>*, pp. 43-44 in Sixth ECerS Conference & Exhibition of the European Ceramic Society, Extended Abstracts Volume 2, British Ceramic Proceedings No. 60, IOM Communications Ltd, 1999.

Rundgren K. and Lyckfeldt O., *Development of Water Based Processing of Silicon Nitride Materials*, Ceram. Eng. Sci. Proc., 23(3) 3-10, 2002.

Rundgren K., Lyckfeldt O. and Sjöstedt M., *Improving Powders with Freeze Granulation*, Ceramic Industry, pp 40-44, April 2003.

Lyckfeldt O. and Rundgren K, *Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Powders Applied for Water-Based DCT*, Ceramic Transactions Vol 142, pp 47-62, 2003.