



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 114289722 A

(43) 申请公布日 2022.04.08

(21) 申请号 202111494192.2

(22) 申请日 2021.12.08

(71) 申请人 北京科技大学

地址 100083 北京市海淀区学院路30号

(72) 发明人 秦明礼 吴昊阳 许贺彬 王杰

陈刚 贾宝瑞 曲选辉 陶麒鸢

(74) 专利代理机构 北京市广友专利事务所有限

责任公司 11237

代理人 张仲波

(51) Int. Cl.

B22F 9/04 (2006.01)

B22F 9/14 (2006.01)

B22F 1/065 (2022.01)

B22F 3/22 (2006.01)

B33Y 70/00 (2020.01)

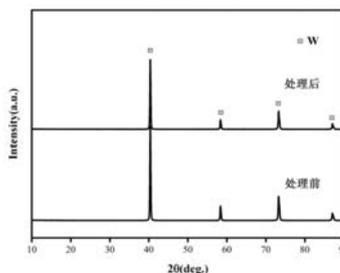
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54) 发明名称

一种细粒度球形钨粉的制备方法

(57) 摘要

一种细粒度球形钨粉的制备方法,属于粉末冶金技术领域。针对目前由于原料细粒度钨粉形貌不规则,且易团聚而导致球化过程球化后颗粒长大、粉末粒度分布宽、收得率低的问题,本发明首先采用流化床处理改善钨粉的粉末状态,提高粉末的分散性并改变其表面形貌。然后将处理后的粉末送入送粉装置,施加压力形成等离子炬,对粉末进行球化处理。最后得到了表面光滑,球化率高的球形钨粉。本发明采用对流化分散技术与等离子球化技术相结合来制备细粒度球形钨粉,球化后钨粉活性低,没有污染,球形度好,球化充分且收得率高。



1. 一种球形钨粉的制备方法,其特征在于采取对喷式气流磨分散技术与等离子球化技术相结合来制备球形钨粉;

具体步骤如下:

1) 原料粉末为纯度大于99.9%,粒度小于 $3\mu\text{m}$ 的钨粉;

2) 将原料粉末加入到流化床中,分散处理前应先自下而上地向设备中充入高纯惰性气体除去空气,为粉末提供气体保护环境,并对设备进行充气清洗;待流化床腔体内的空气排完之后,将其转移到加热装置中,在流化床处理过程中连续通入稳定流量的高纯氢气气体,在恒流恒温下流化处理一定时间;

3) 流化床分散处理之后,将流化床腔体从加热装置移出,并持续通入高纯惰性保护气体,待冷却至室温后,停止通保护气体,得到处理后的粉末;

4) 在纯度大于99.9%的高纯氢气为保护气氛下,将步骤3)处理后的粉末在 $200^{\circ}\text{C}\sim 450^{\circ}\text{C}$ 的温度范围内进行一次或者多次的煅烧处理;

5) 将处理后的粉末送入送粉装置,以氩气为工作气体,施加压力形成等离子炬,对粉末进行球化处理;

6) 将经过等离子球化后的粉末冷却后进行收集,得到处理后的粉末。

2. 如权利要求1所述球形钨粉的制备方法,其特征在于步骤2)所述氢气气流的流速为 $1.5\sim 5\text{L}/\text{min}$ ,加热温度为 $150\sim 280^{\circ}\text{C}$ ,在恒流恒温下流化处理 $100\sim 360\text{min}$ 。

3. 如权利要求1所述球形钨粉的制备方法,其特征在于步骤4)中的煅烧处理工艺为:升温速率为 $1\sim 2^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ,保温时间为 $60\sim 300\text{min}$ ,降温速率为 $2\sim 5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 。

4. 如权利要求1所述球形钨粉的制备方法,其特征在于步骤5)中所述球化处理,其中送粉速率为 $10\sim 18\text{g}/\text{min}$ ,处理功率为 $10\sim 35\text{kW}$ ,送粉气流量为 $8\sim 15\text{L}/\text{min}$ ,中气流量为 $35\sim 50\text{L}/\text{min}$ ,边气流量为 $30\sim 75\text{L}/\text{min}$ 。

## 一种细粒度球形钨粉的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于粉末冶金技术领域,具体涉及了一种细粒度球形钨粉的制备方法。

### 背景技术

[0002] 钨及其合金具有熔点高、高温强度高、耐热耐腐蚀性好等优良性能,广泛应用于航空航天、核电及医疗等领域。传统粉末冶金的方法难以制备结构复杂的钨及其合金制品。随着材料成形技术的不断发展,3D打印和粉末注射成形技术成为制备小型钨及其合金制品的有效方法。作为3D打印和粉末注射成形制备复杂结构钨制品件的原材料,球形钨粉的制备是新型钨及其合金制品开发的重要环节。制备球形钨粉的方法层出不穷,如卤化法、旋转电极法、部分优先氧化碱洗、仲钨酸铵循环氧化还原法、喷雾干燥法等,这些方法各有各的弊端,未能实现工业化。因此发展一种工艺简单,成本低的球形钨粉制备工艺十分必要。

[0003] 等离子球化有能量密度高,加热强度大,且不存在污染等优点,在对钨等难熔金属粉末处理有着良好的效果,能得到球形度好,球化率高,纯度高的球形粉末。由于市售细粒度钨粉团聚严重,而经射频等离子球化处理后收得的粉末的粒度及粒度分布主要由喂料粉末的粒度及粒度分布决定,在这种情况下通过提高功率的来提高粉末的球化率,必然导致在这个过程中细粒度球形钨粉气化消失,粉末的中位径增大,表现为等离子球化处理得到的粉末粒度分布宽,粉末易聚集长大。而流化分散处理可实现对粉末的解团聚、破碎细化、表面整形,提高粉末的松装、振实密度等,且具有能耗低、磨损小等优点。中国专利(CN104070173B)公开了一种球形钨粉的制备方法,将粒度为5-27 $\mu\text{m}$ 原料钨粉末送入气流磨中研磨后通过氩等离子体炬球化后得到球形钨粉,其球化后的粉末粒度较大、分布不均匀且仍有团聚体的存在球化率过低。中国专利(CN104174862B)公开了一种供一种低成本、易于大规模生产,参数控制容易的球形钨粉的制备方法,但其制备的粉末粒度大小不均匀,球形度较差且易受到污染,很难得到细的球形钨粉。因此,本发明采用对流化分散技术与等离子球化技术相结合来制备细粒度球形钨粉,球化后钨粉活性低,没有污染,球形度好,球化充分且收得率高。

### 发明内容

[0004] 本发明的目的在于针对目前由于细粒度钨粉不规则且易团聚,而导致球化过程球化后颗粒长大、粉末粒度分布宽、收得率低的问题,采取流化分散技术与等离子球化技术相结合来制备球形钨粉。

[0005] 一种球形钨粉的制备方法,其特征在于采取对喷式气流磨分散技术与等离子球化技术相结合来制备球形钨粉;

[0006] 具体步骤如下:

[0007] 1) 原料粉末为纯度大于99.9%,粒度小于3 $\mu\text{m}$ 的钨粉;

[0008] 2) 将原料粉末加入到流化床中,分散处理前应先自下而上地向设备中充入高纯惰性气体除去空气,为粉末提供气体保护环境,并对设备进行充气清洗;待流化床腔体内的空

气排完之后,将其转移到加热装置中,在流化床处理过程中连续通入稳定流量的高纯氢气气体,在恒流恒温下流化处理一定时间;

[0009] 3) 流化床分散处理之后,将流化床腔体从加热装置移出,并持续通入高纯惰性保护气体,待冷却至室温后,停止通保护气体,得到处理后的粉末;

[0010] 4) 在纯度大于99.9%的高纯氢气为保护气氛下,将步骤3)处理后的粉末在200℃~450℃的温度范围内进行一次或者多次的煅烧处理;

[0011] 5) 将处理后的粉末送入送粉装置,以氩气为工作气体,施加压力形成等离子炬,对粉末进行球化处理;

[0012] 6) 将经过等离子球化后的粉末冷却后进行收集,得到处理后的粉末。

[0013] 进一步地,步骤2)所述氢气气流的流速为1.5~5L/min,加热温度为150~280℃,在恒流恒温下流化处理100~360min。

[0014] 进一步地,步骤4)中的煅烧处理工艺为:升温速率为1~2℃/min,保温时间为60~300min,降温速率为2~5℃/min。

[0015] 进一步地,步骤5)中所述球化处理,其中送粉速率为10~18g/min,处理功率为10~35kw,送粉气流量为8~15L/min,中气流量为35~50L/min,边气流量为30~75L/min。

[0016] 本发明的优点是:

[0017] (1) 在高纯惰性和氢气气氛下进行流化处理,由于气流的作用,粉末之间以及粉末与流化床腔体内壁发生碰撞和摩擦,使颗粒之间的团聚打开并改变其表面形貌,无污染;

[0018] (2) 经流化分散处理后,钨粉团聚打开,流动性变好,松装振实密度提高;

[0019] (3) 对流化处理后的粉末进行煅烧后,可以消除流化过程中产生的内应力,减小粉末活性,在后续等离子球化过程中可避免颗粒长大;

[0020] (4) 等离子球化过程的能量密度高,加热强度大,得到粉末纯度高,球化率高,球形度好,适合难熔金属粉末的处理;

[0021] (5) 经流化分散处理后的钨粉经射频等离子球化,由于钨粉的流动性更好,可有效避免了团聚体颗粒的聚集长大,球化后钨粉球形度好,球化充分,收得率高。

## 附图说明

[0022] 图1为流化-等离子球化处理前后钨粉的XRD图。

## 具体实施方式

[0023] 实施例1

[0024] 1) 原料粉末为市售钨粉,粒度为2 $\mu$ m,纯度大于99.9%;

[0025] 2) 将原料粉末加入到流化床中,分散处理前应先自下而上地向设备中充入高纯惰性气体除去空气,为粉末提供气体保护环境,并对设备进行充气清洗;待流化床腔体内的空气排完之后,将其转移到加热装置中,在流化床处理过程中连续通入稳定流量的高纯惰性气体,气流的流速为5L/min,加热温度为250℃,在恒流恒温下流化处理180min;

[0026] 3) 流化床分散处理之后,将流化床腔体从加热装置移出,并持续通入高纯惰性保护气体,待冷却至室温后,停止通保护气体,得到处理后的粉末;

[0027] 4) 在纯度大于99.9%的高纯氢气为保护气氛下,将流化处理后的粉末以1℃/min

升温到400℃,保温60min进行两次煅烧处理,降温速率为3℃/min;

[0028] 5) 将处理后的粉末送入送粉装置,以氩气为工作气体,施加压力形成等离子炬,对粉末进行球化处理,其中送粉速率为15g/min,处理功率为30kw,送粉气流量为15L/min,中气流量为50L/min,边气流量为75L/min;

[0029] 6) 将经过等离子化后的粉末冷却后进行收集,得到粒度分布集中在2μm左右、球化率接近100%、球形度好的球形钨粉。

[0030] 实施例2

[0031] 1) 原料粉末为市售钨粉,粒度为1μm,纯度大于99.9%;

[0032] 2) 将原料粉末加入到流化床中,分散处理前应先自下而上地向设备中充入高纯惰性气体除去空气,为粉末提供气体保护环境,并对设备进行充气清洗;待流化床腔体内的空气排完之后,将其转移到加热装置中,在流化床处理过程中连续通入稳定流量的高纯氢气气体,气流的流速为4L/min,加热温度为200℃,在恒流恒温下流化处理120min;

[0033] 3) 流化分散处理之后,将流化床腔体从加热装置移出,并持续通入高纯惰性保护气体,待冷却至室温后,停止通保护气体,得到处理后的粉末。

[0034] 4) 在纯度大于99.9%的高纯氢气为保护气氛下,将流化处理后的粉末以2℃/min升温到300℃,保温90min进行一次煅烧处理,降温速率为4℃/min;

[0035] 5) 将处理后的粉末送入送粉装置,以氩气为工作气体,施加压力形成等离子炬,对粉末进行球化处理,其中送粉速率为12g/min,处理功率为25kw,送粉气流量为10L/min,中气流量为45L/min,边气流量为65L/min;

[0036] 6) 将经过等离子球化后的粉末冷却后进行收集,得到粒度分布集中在1μm左右、球化率接近100%、球形度好的球形钨粉。

[0037] 实施例3

[0038] 1) 原料粉末为市售钨粉,粒度为0.8μm,纯度大于99.9%;

[0039] 2) 将原料粉末加入到流化床中,分散处理前应先自下而上地向设备中充入高纯惰性气体除去空气,为粉末提供气体保护环境,并对设备进行充气清洗;待流化床腔体内的空气排完之后,将其转移到加热装置中,在流化床处理过程中连续通入稳定流量的高纯氢气气体,气流的流速为3L/min,加热温度为180℃,在恒流恒温下流化处理100min。

[0040] 3) 流化分散处理之后,将流化床腔体从加热装置移出,并持续通入高纯惰性保护气体,待冷却至室温后,停止通保护气体,得到处理后的粉末。

[0041] 4) 在纯度大于99.9%的高纯氢气为保护气氛下,将流化处理后的粉末以1℃/min升温到250℃,保温120min进行一次煅烧处理,降温速率为2℃/min;

[0042] 5) 将处理后的粉末送入送粉装置,以氩气为工作气体,施加压力形成等离子炬,对粉末进行球化处理,其中送粉速率为10g/min,处理功率为25kw,送粉气流量为8L/min,中气流量为40L/min,边气流量为60L/min;

[0043] 6) 球化处理后:将经过等离子球化后的粉末冷却后进行收集,得到粒度分布集中在0.8μm左右、球化率接近100%、球形度好的球形钨粉。

[0044] 以上所述,仅是本发明的较佳实施例而已,并非对本发明作任何形式上的限制,虽然本发明已以较佳实施例揭露如上,然而并非用以限定本发明,任何熟悉本专业的技术人员,在不脱离本发明技术方案范围内,当可利用上述揭示的方法及技术内容作出些许的更

动或修饰为等同变化的等效实施例,但凡是未脱离本发明技术方案的内容,依据本发明的技术实质对以上实施例所作的任何简单修改、等同变化与修饰,均仍属于本发明技术方案的范围内。

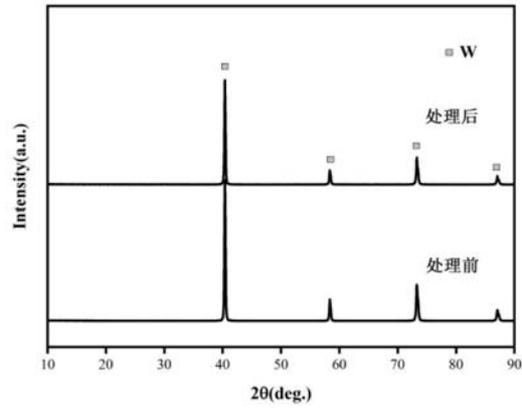


图1