



# (12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 114523109 A

(43) 申请公布日 2022. 05. 24

(21) 申请号 202210433068.3

(22) 申请日 2022.04.24

(71) 申请人 西部宝德科技股份有限公司  
地址 710201 陕西省西安市经济技术开发区泾渭新城渭华路北段12号

(72) 发明人 王昱 羿昌波 张静 刘静  
李来平 刘高建 雷雨

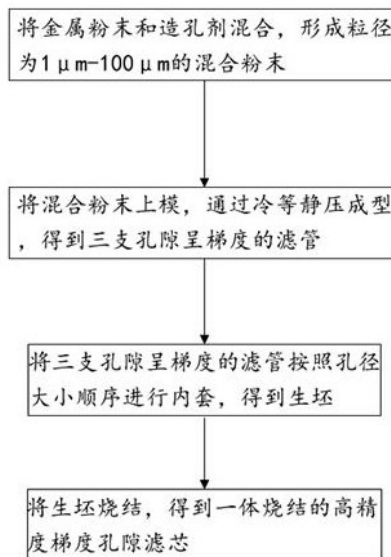
(74) 专利代理机构 广州三环专利商标代理有限公司 44202  
专利代理师 侯芳 郭永丽

(51) Int. Cl.  
B22F 3/11 (2006.01)  
B22F 3/04 (2006.01)  
B22F 3/10 (2006.01)  
B22F 5/10 (2006.01)

权利要求书1页 说明书8页 附图3页

(54) 发明名称  
高精度梯度孔隙滤芯的制备方法

(57) 摘要  
本发明属于粉末冶金技术领域,具体涉及到一种高精度梯度孔隙滤芯的制备方法,包括将金属粉末和造孔剂混合,形成粒径为 $1\ \mu\text{m}$ - $100\ \mu\text{m}$ 的混合粉末;将混合粉末上模,通过冷等静压成型,得到三支孔隙呈梯度的滤管;将三支孔隙呈梯度的滤管按照孔径大小顺序进行内套,得到生坯;将生坯烧结,得到一体烧结的高精度梯度孔隙滤芯。本发明提供的一种高精度梯度孔隙滤芯的制备方法,其通过简易的流程可以避免滤芯出现梯度层分层、脱落、孔隙密度不均匀的技术问题,使滤芯在同等过滤精度的前提下,过滤效率提高,滤芯强度增加。



1. 一种高精度梯度孔隙滤芯的制备方法,其特征在于,包括:  
将金属粉末和造孔剂混合,形成粒径为 $1\mu\text{m}$ - $100\mu\text{m}$ 的混合粉末;  
将混合粉末上模,通过冷等静压成型,得到三支孔隙呈梯度的滤管;  
将三支孔隙呈梯度的滤管按照孔径大小顺序进行内套,得到生坯;  
将生坯烧结,得到一体烧结的高精度梯度孔隙滤芯。
2. 如权利要求1所述的高精度梯度孔隙滤芯的制备方法,其特征在于,将金属粉末和造孔剂混合,形成粒径为 $1\mu\text{m}$ - $100\mu\text{m}$ 的混合粉末具体包括:  
将金属粉末分别和第一尿素、第二尿素、第三尿素混合,形成第一混合粉末、第二混合粉末和第三混合粉末;  
将粒径为 $1\mu\text{m}$ - $100\mu\text{m}$ 的第一混合粉末、第二混合粉末、第三混合粉末分别装入球磨机混合2-6h,备用。
3. 如权利要求2所述的高精度梯度孔隙滤芯的制备方法,其特征在于,所述第一尿素的质量分数和所述第二尿素的质量分数的差值/所述第二尿素的质量分数和所述第三尿素的质量分数的差值=1-3。
4. 如权利要求2所述的高精度梯度孔隙滤芯的制备方法,其特征在于,所述金属粉末的粒度范围为 $1\mu\text{m}$ - $20\mu\text{m}$ 。
5. 如权利要求2所述的高精度梯度孔隙滤芯的制备方法,其特征在于,将混合粉末上模,通过冷等静压成型,得到三支孔隙呈梯度的滤管具体包括:  
将所述第一混合粉末装入第一冷等静压模具,将第二混合粉末装入第二冷等静压模具,将第三混合粉末装入第三冷等静压模具后,分别在50-80MPa压力条件下,保压5-20min,得到第一滤管、第二滤管和第三滤管;  
其中,所述第一滤管、所述第二滤管、所述第三滤管的孔径按照从大到小方式呈梯度变化。
6. 如权利要求5所述的高精度梯度孔隙滤芯的制备方法,其特征在于,所述第一滤管的平均孔径和所述第二滤管的平均孔径的差值/所述第二滤管的平均孔径和所述第三滤管的平均孔径的差值=0.1-5。
7. 如权利要求5所述的高精度梯度孔隙滤芯的制备方法,其特征在于,将三支孔隙呈梯度的滤管按照孔径大小的顺序进行内套,得到生坯具体包括:  
将所述第三滤管套设在所述第二滤管的内部,将所述第二滤管套设在所述第一滤管的内部,得到生坯。
8. 如权利要求1所述的高精度梯度孔隙滤芯的制备方法,其特征在于,将生坯烧结,得到一体烧结的高精度梯度孔隙滤芯具体包括:  
在惰性环境中,将所述生坯进行烧结,得到一体烧结的高精度梯度孔隙滤芯。
9. 如权利要求8所述的高精度梯度孔隙滤芯的制备方法,其特征在于,所述金属粉末可选择镍粉;  
其中,烧结过程中,升温速率 $3^{\circ}\text{C}/\text{min}$ - $15^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ,升温至 $700^{\circ}\text{C}$ - $1100^{\circ}\text{C}$ ,保温1h-5h,随炉冷却。

## 高精度梯度孔隙滤芯的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于粉末冶金技术领域,具体涉及到一种高精度梯度孔隙滤芯的制备方法。

### 背景技术

[0002] 过滤管是对混合的气体或液体进行分离、分级、提纯和富集的重要部件,广泛应用于化工、石油、冶金、电力等行业,要求高的通透性。目前的过滤器,尤其是粉尘过滤器,在过滤器工作过程中滤芯的外部均会逐渐累积粉尘,导致滤芯之间出现粉尘架桥现象。粉尘累积严重时甚至会堵塞滤芯膜面,使得过滤器的过滤效率降低。因此过滤器的滤芯需要经常检修以及更换,增加了使用成本。传统的滤芯由于是单层孔隙结构,单一的孔径范围易造成堵塞的情况。单一孔径的均质滤芯均会存在过滤精度过小的问题,而梯度孔隙的过滤滤芯可有效解决此类问题。

[0003] 现有技术中,利用冷等静压技术分别压制不同孔径的滤管,分别烧结后,再利用焊接工艺或其他连接件将两只单独滤管连接形成梯度管,但这种技术所得的滤管梯度层之间隙很大,对滤管内外压差的要求很高,且焊接过程或连接处会存在气泡,裂纹等缺陷,抗压强度很低。现有技术中,用粉末共注射成形技术制得形坯,脱脂脱盐、烧结后得梯度孔隙制品。但这种技术易出现裂纹、空隙、分层、粉末与粘接剂分离等诸多缺陷,且这些缺陷往往要在脱脂和烧结完成、注射应力被释放后才能发现,大大增大了工业成本。除此之外,此种技术所得的滤芯存在孔隙密度不均的问题,因此强度差,使用寿命短。现有技术中利用冷等静压预制支撑体,将支撑体表面涂覆一层浆料,干燥、浸渍,还利用气体喷枪将浆料喷涂在旋转的预制支撑体上,通过调节支撑体与喷枪之间相对位移速度控制膜层厚度,干燥后得到表面膜层。这种方式膜层和管体的结合度较差,制作工艺复杂,精度控制困难,会导致涂覆不均,易脱落的问题。

[0004] 为了解决上述问题,本发明提供了一种高精度梯度孔隙滤芯的制备方法。

### 发明内容

[0005] 本发明的一个目的是解决至少一个上述问题或缺陷,并提供至少一个后面将说明的优点。

[0006] 本发明提供了一种高精度梯度孔隙滤芯的制备方法,其通过简易的流程可以避免滤芯出现梯度层分层、脱落等缺陷、孔隙密度不均匀的技术问题,使滤芯在同等过滤精度的前提下,过滤效率提高,滤芯强度增加。

[0007] 为了实现根据发明的这些目的和其它优点,发明提供了一种高精度梯度孔隙滤芯的制备方法,包括:

- 将金属粉末和造孔剂混合,形成粒径为 $1\mu\text{m}$ - $100\mu\text{m}$ 的混合粉末;
- 将混合粉末上模,通过冷等静压成型,得到三支孔隙呈梯度的滤管;
- 将三支孔隙呈梯度的滤管按照孔径大小顺序进行内套,得到生坯;

将生坯烧结,得到一体烧结的高精度梯度孔隙滤芯。

[0008] 优选的是,将金属粉末和造孔剂混合,形成粒径为 $1\mu\text{m}$ - $100\mu\text{m}$ 的混合粉末具体包括:

将金属粉末分别和第一尿素、第二尿素、第三尿素混合,形成第一混合粉末、第二混合粉末和第三混合粉末;

将粒径为 $1\mu\text{m}$ - $100\mu\text{m}$ 的第一混合粉末、第二混合粉末、第三混合粉末分别装入球磨机混合2-6h,备用。

[0009] 优选的是,所述第一尿素的质量分数和所述第二尿素的质量分数的差值/所述第二尿素的质量分数和所述第三尿素的质量分数的差值=1-3。

[0010] 优选的是,所述金属粉末的粒度范围为 $1\mu\text{m}$ — $20\mu\text{m}$ 。

[0011] 优选的是,将混合粉末上模,通过冷等静压成型,得到三支孔隙呈梯度的滤管具体包括:

将所述第一混合粉末装入第一冷等静压模具,将第二混合粉末装入第二冷等静压模具,将第三混合粉末装入第三冷等静压模具后,分别在50-80MPa压力条件下,保压5-20min,得到第一滤管、第二滤管和第三滤管;

其中,所述第一滤管、所述第二滤管、所述第三滤管的孔径按照从大到小方式呈梯度变化。

[0012] 优选的是,所述第一滤管的平均孔径和所述第二滤管的平均孔径的差值/所述第二滤管的平均孔径和所述第三滤管的平均孔径的差值=0.1-5。

[0013] 优选的是,将三支孔隙呈梯度的滤管按照孔径大小的顺序进行内套,得到生坯具体包括:

将所述第三滤管套设在所述第二滤管的内部,将所述第二滤管套设在所述第一滤管的内部,得到生坯。

[0014] 优选的是,将生坯烧结,得到一体烧结的高精度梯度孔隙滤芯具体包括:

在惰性环境中,将所述生坯进行烧结,得到一体烧结的高精度梯度孔隙滤芯。

[0015] 优选的是,所述金属粉末可选择镍粉;

其中,烧结过程中,升温速率 $3\text{C}/\text{min}$ — $15\text{C}/\text{min}$ ,升温至 $700\text{C}$ - $1100\text{C}$ ,保温1h—5h,随炉冷却。

[0016] 本发明的有益效果

1、本发明提供了一种高精度梯度孔隙滤芯的制备方法,其能够提供一种在同等过滤精度的前提下,过滤效率高,抗压强度大、孔隙密度均匀的梯度孔隙镍滤芯。

[0017] 2、本发明提供了一种高精度梯度孔隙滤芯的制备方法,其采用将多个单层管先压,再内套,再结合烧结的工艺,可避免滤芯出现梯度层分层、脱落等缺陷、孔隙密度不均匀的技术问题,形成梯度孔隙一体滤芯。

[0018] 3、本发明提供了一种高精度梯度孔隙滤芯的制备方法,其通过分别压制单层滤管,可实现高精度、均匀的孔径,内套组合后的滤芯保持稳定的梯度孔隙结构,过滤效率提高,滤芯强度增加。

[0019] 4、本发明提供了一种高精度梯度孔隙滤芯的制备方法,其工艺简单,成本低,市场竞争力强。

## 附图说明

- [0020] 图1是本发明所述高精度梯度孔隙滤芯的制备方法的流程图；  
图2是本发明所述高精度梯度孔隙滤芯的组合结构示意图；  
图3是本发明所述高精度梯度孔隙滤芯的内套的结构示意图；  
图4是本发明所述高精度梯度孔隙滤芯的结构侧视图；  
图5是本发明所述高精度梯度孔隙滤芯的结构截面图；  
其中,1-第一滤管,2-第二滤管,3-第三滤管。

## 具体实施方式

[0021] 下面结合附图对本发明做进一步的详细说明,以令本领域技术人员参照说明书文字能够据以实施。

[0022] 在本说明书中,应当理解,本文所使用的诸如“具有”、“包含”以及“包括”术语并不排除一个或者多个其它元件或其组合的存在或添加。

[0023] 如图1所示,本发明提供了一种高精度梯度孔隙滤芯的制备方法,包括:

步骤1、将金属粉末和造孔剂按照混合,形成粒径为 $1\mu\text{m}$ - $100\mu\text{m}$ 的混合粉末,混合粉末的具体准备包括以下步骤:

步骤101、最外层大孔隙滤芯的原料取金属粉末和造孔剂混合的第一混合粉末,其中造孔剂占第一混合粉末的质量分数为30w%-50w%;中间层中孔隙滤芯的原料取金属粉末和造孔剂混合的第二混合粉末,其中造孔剂占第二混合粉末的质量分数为20w%-40w%;最内层小孔隙滤芯的原料取金属粉末和造孔剂混合的第三混合粉末,其中造孔剂占第三混合粉末的质量分数为10w%-30w%;其中,保持金属粉末粒径为定值,调节造孔剂比例(见实施例1、实施例3、实施例4)。当然,也可以包括将金属粉末的粒径设定为定量,造孔剂的比例为定值(见实施例2),还可以包括将金属粉末的粒径为变量,造孔剂在混合粉末的质量分数也是变量(见实施例5),只要最后的结果是(所述第一滤管的平均孔径和所述第二滤管的平均孔径的差值):(所述第二滤管的平均孔径和所述第三滤管的平均孔径的差值)=0.1-5,那么金属粉末的粒径和造孔剂的比例就确定了。

[0024] 具体的,金属粉末选择镍粉,造孔剂选择尿素,造孔剂选择尿素,是为了配合后面的烧结步骤,在烧结的过程中可以直接脱除,不会二次加入杂质,省去繁琐的脱脂脱盐的工序,使工艺变得简单易操作。将第一尿素、第二尿素、第三尿素分别与镍粉混合,形成第一混合粉末、第二混合粉末和第三混合粉末,所述第一尿素、所述第二尿素和所述第三尿素在所述第一混合粉末、所述第二混合粉末及所述第三混合粉末中的质量分数分别为30w%-50w%、20w%-40w%、10w%-30w%;本发明通过控制造孔剂的添加量来调节每层滤芯的孔隙率,从而达到梯度孔隙结构,其中,最外层的大孔隙滤芯加入的第一尿素的质量分数为30w%-50w%;中间层的中孔隙滤芯加入的第二尿素的质量分数为20w%-40w%;最内层小孔隙滤芯加入的第三尿素的质量分数为10w%-30w%,这些比例的选择是通过添加较大比例的造孔剂使得最外层和中间层的滤芯孔隙率和透气度更大,在保证最内层滤管的过滤精度的前提下,提高梯度滤管的过滤效率。

[0025] 具体的是,(所述第一尿素的质量分数和所述第二尿素的质量分数的差值):(所述第二尿素的质量分数和所述第一尿素的质量分数的差值)=1-3。

[0026] 具体的是, (所述第一滤管的平均孔径和所述第二滤管的平均孔径的差值): (所述第二滤管的平均孔径和所述第三滤管的平均孔径的差值) $=0.1-5$ 。尿素的添加比例并不是越大越好, 三层滤管的孔径相差也不能过大, 否则会出现断层, 强度差的情况。因此尿素的添加比例需满足上述的比例, 且保证三种滤管的孔径相差满足上述比例, 从而使得三种梯度的滤管在烧结过程中能够紧密的烧结在一起保证高强度。这是经过多次科学实验才取得的成果。

[0027] 具体的是, 所述镍粉的粒度范围为 $1\mu\text{m}-20\mu\text{m}$ 。这样小粒度原料的选择是为了达到高精度的孔隙。

[0028] 步骤102、将粒径为 $1\mu\text{m}-100\mu\text{m}$ 的第一混合粉末、第二混合粉末、第三混合粉末分别装入球磨机混合2-6h, 备用。

[0029] 采用湿法加球磨的混合方式制备原料, 使得尿素在镍粉中分布的更加均匀。

[0030] 可以根据实际滤管的需求来确定金属粉末的种类, 本发明提供是镍粉作为实施例, 造孔剂除了尿素也可以适当选择其他造孔剂。

[0031] 步骤2、将所述第一混合粉末装入尺寸最大的第一冷等静压模具, 将第二混合粉末装入尺寸略小的第二冷等静压模具, 将第三混合粉末装入尺寸最小的第三冷等静压模具后, 等静压模具尺寸、结构按照所需的设计制备。然后, 装入冷等静压机中分别在40-80MPa压力条件下, 保压5-20min, 得到三种尺寸的第一滤管、第二滤管和第三滤管;

其中, 所述第一滤管、所述第二滤管、所述第三滤管的孔径按照从大到小方式呈梯度。

[0032] 通过冷等静压技术制备出的坯体纵向孔隙分布均匀, 通过分别压制单层滤管, 可实现更均匀的孔隙密度, 内套组合后的滤芯保持稳定的孔隙结构, 工艺简单, 可重复使用。

[0033] 步骤3、如图2所示, 将所述第三滤管套设在所述第二滤管的内部, 将所述第二滤管套设在所述第一滤管的内部, 得到生坯, 待下一步烧结。

[0034] 本发明采用内套方式, 将三支单层滤管套设在一起, 一是为了在下一步烧结工艺中, 梯度层间的结合更加紧密牢固, 从而提高滤芯的强度; 二是可保证在同等过滤精度的前提下, 一体烧结后的滤芯孔隙呈梯度变化, 透气度相比于单一孔隙滤管更大, 过滤效率更高。

[0035] 步骤4、在氢气、氩气等惰性气体的保护气氛中, 将所述生坯进行烧结, 烧结过程中, 升温速率为 $3^{\circ}\text{C}/\text{min}-15^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , 升温至 $700^{\circ}\text{C}-1100^{\circ}\text{C}$ , 保温1h-5h, 得到一体烧结的高精度梯度孔隙滤芯;

将内套方式和烧结结合起来, 无需后续焊接加工或其他连接工艺, 就可直接得到梯度层孔隙的一体滤芯, 且梯度层之间连接紧密, 缺陷少, 提高滤芯的使用寿命。

[0036] 最终, 本发明所制备的高精度梯度孔隙滤芯的平均孔径 $\leq 1.5\mu\text{m}$ , 孔隙率 $\geq 70\%$ , 透气度( $20\text{Kpa}$ ) $\geq 15\text{ m}^3/\text{h} \cdot \text{kPa} \cdot \text{m}^2$ , 抗压强度 $\geq 70\text{Mpa}$ , 性能良好。

[0037] 为了更好地说明本发明提供的制备方法, 本发明提供了下列实施例。

[0038] 实施例1

下面混合粉末原料选择粒度为 $5\mu\text{m}$ 的羰基镍粉, 调节尿素的添加量进行孔隙的梯度变化, 制备方法如下:

步骤1: 混合粉末原料的准备: 原料取 $5\mu\text{m}$ 羰基镍粉和尿素, 其中最外层第一滤管尿

素的添加量为30t%；中间层第二滤管尿素的添加量为20w%，最内层第三滤管尿素的添加量为10w%。分别将羰基镍粉和尿素用去离子水混合做成混合液并装罐，然后将其置于滚筒式球磨机上混合3h，使得粉末混合均匀。混合完成后在电炉中进行烘干，烘干过程中进行搅拌，直至粉料完全烘干。然后将混合干料用粉碎机粉碎，用筛网筛出粒径为100 $\mu\text{m}$ 的混合粉末。将筛出的混合粉末装入球磨机混合2h，混合完成后，等待后续压制。按照上述步骤分别准备好三种滤管的混合粉末原料。

[0039] 步骤2:装料压制:将上述混合均匀的第一滤管混合粉末原料装入胶套内径尺寸为 $\phi$  65mm,松装壁厚为6mm的冷等静压模具,将混合均匀的第二滤管混合粉末原料装入胶套内径尺寸为 $\phi$  55mm,松装壁厚为5mm的冷等静压模具,将混合均匀的第三滤管混合粉末原料装入胶套内径尺寸为 $\phi$  50mm,松装壁厚为5mm的冷等静压模具,所有模具的长度为1000mm。然后装入冷等静压机中加压压力为60MPa,保压时间为15min,分别进行三种尺寸的冷等静压成型、脱模后得到三支尺寸梯形变化的单层滤管。

[0040] 步骤3:组合内套烧结:如图2所示,将三支单层滤管按照图2所示的方式进行内套,组合成最终生坯进行下一步烧结。

[0041] 步骤4:烧结:将步骤3中的最终生坯在真空、氩气等惰性气体的保护气氛中进行烧结,升温速率为5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ,升温至最高温度800 $^{\circ}\text{C}$ ,保温3h,最终得到高精度梯度孔隙镍滤芯。

[0042] 按照上述1-3步骤再制作三根滤管,将不内套的三根滤管进行烧结,作为对比参照进行测试,经测试,所得第一滤管的平均孔径为1.57 $\mu\text{m}$ ,第二滤管的平均孔径为1.25 $\mu\text{m}$ ,第三滤管的平均孔径为0.84 $\mu\text{m}$ ,经检测,内套烧结后的一体滤管的平均孔径为0.94 $\mu\text{m}$ ,孔隙率70%,透气度(20kp) 19.68  $\text{m}^3/\text{h} \cdot \text{kPa} \cdot \text{m}^2$ ,抗压强度263Mpa。

#### [0043] 实施例2

下面混合粉末原料选择粒度为5 $\mu\text{m}$ 、10 $\mu\text{m}$ 、15 $\mu\text{m}$ 的羰基镍粉,调节尿素的添加量为15%,进行孔隙的梯度变化,制备方法如下:

步骤1:混合粉末原料的准备:最外层第一滤管的原料取15 $\mu\text{m}$ 羰基镍粉添加15w%尿素;中间层第二滤管的原料取10 $\mu\text{m}$ 羰基镍粉添加15w%尿素,最内层第三滤管的原料取5 $\mu\text{m}$ 羰基镍粉添加15w%尿素。混合烘干方式同实施例1,用筛网筛出粒径为50 $\mu\text{m}$ 的混合粉末。将筛出的混合粉末装入球磨机混合3h,混合完成后,等待后续压制。按照上述步骤分别准备好三种滤管的混合粉末原料。

[0044] 步骤2:装料压制:将上述混合均匀的第一滤管混合粉末原料装入胶套内径尺寸为 $\phi$  65mm,松装壁厚为6mm的冷等静压模具,将混合均匀的第二滤管混合粉末原料装入胶套内径尺寸为 $\phi$  55mm,松装壁厚为5mm的冷等静压模具,将混合均匀的第三滤管混合粉末原料装入胶套内径尺寸为 $\phi$  50mm,松装壁厚为5mm的冷等静压模具,所有模具的长度为1000mm。然后装入冷等静压机中加压压力为80MPa,保压时间为5min,分别进行三种尺寸的冷等静压成型、脱模后得到三支尺寸梯形变化的单层滤芯。

[0045] 步骤3:组合内套烧结:如图2所示,将三支单层滤管按照图2所示的方式进行内套,组合成最终生坯进行下一步烧结。

[0046] 步骤4:烧结:将步骤3中的最终生坯在真空、氩气等惰性气体的保护气氛中进行烧结,升温速率为10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ,升温至最高温度800 $^{\circ}\text{C}$ ,保温2h,最终得到高精度梯度孔隙镍滤芯。

[0047] 按照上述1-3步骤再制作三根滤管,将不内套的三根滤管进行烧结,作为对比参照进行测试,经测试,所得第一滤管的平均孔径为 $2.15\mu\text{m}$ ,第二滤管的平均孔径为 $1.75\mu\text{m}$ ,第三滤管的平均孔径为 $1.23\mu\text{m}$ ,经检测,内套烧结后的一体滤管的平均孔径为 $1.14\mu\text{m}$ ,孔隙率73%,透气度(20kp)  $27.35\text{ m}^3/\text{h} \cdot \text{kPa} \cdot \text{m}^2$ ,抗压强度248Mpa。

#### [0048] 实施例3

下面混合粉末原料选择粒度为 $10\mu\text{m}$ 的羰基镍粉,调节尿素的添加量进行孔隙的梯度变化,制备方法如下:

步骤1:混合粉末原料的准备:原料取 $10\mu\text{m}$ 羰基镍粉和尿素,其中最外层第一滤管尿素的添加量为40t%;中间层第二滤管尿素的添加量为20w%,最内层第三滤管尿素的添加量为10w%。混合烘干方式同实施例1,用筛网筛出粒径为 $0.02\text{mm}$ 的混合粉末。将筛出的混合粉末装入球磨机混合2h,混合完成后,等待后续压制。按照上述步骤分别准备好大孔隙、中孔隙和小孔隙的混合粉末原料。

[0049] 步骤2:装料压制:将上述混合均匀的第一滤管混合粉末原料装入胶套内径尺寸为 $\phi 65\text{mm}$ ,松装壁厚为6mm的冷等静压模具,将混合均匀的第二滤管混合粉末原料装入胶套内径尺寸为 $\phi 55\text{mm}$ ,松装壁厚为5mm的冷等静压模具,将混合均匀的第三滤管混合粉末原料装入胶套内径尺寸为 $\phi 50\text{mm}$ ,松装壁厚为5mm的冷等静压模具,所有模具的长度为1000mm。然后装入冷等静压机中加压压力为60MPa,保压时间为15min,分别进行三种尺寸的冷等静压成型、脱模后得到三支尺寸梯形变化的单层滤芯。

[0050] 步骤3:组合内套烧结:如图2所示,将三支单层滤芯按照图2所示的方式进行内套,组合成最终生坯进行下一步烧结。

[0051] 步骤4:烧结:将步骤3中的最终生坯在真空、氩气等惰性气体的保护气氛中进行烧结,升温速率为 $5^\circ\text{C}/\text{min}$ ,升温至最高温度 $900^\circ\text{C}$ ,保温3h,最终得到高精度梯度孔隙镍滤芯。

[0052] 按照上述1-3步骤再制作三根滤管,将不内套的三根滤管进行烧结,作为对比参照进行测试,经测试,所得第一滤管的平均孔径为 $1.82\mu\text{m}$ ,第二滤管的平均孔径为 $1.31\mu\text{m}$ ,第三滤管的平均孔径为 $1.21\mu\text{m}$ ,经检测,内套烧结后的一体滤管的平均孔径为 $1.03\mu\text{m}$ ,孔隙率76%,透气度(20kp)  $22.48\text{ m}^3/\text{h} \cdot \text{kPa} \cdot \text{m}^2$ ,抗压强度244Mpa。

#### [0053] 实施例4

下面混合粉末原料选择粒度为 $1\mu\text{m}$ 的羰基镍粉,调节尿素的添加量进行孔隙的梯度变化,制备方法如下:

步骤1:混合粉末原料的准备:最外层大孔隙滤芯的原料取 $1\mu\text{m}$ 羰基镍粉和尿素,其中尿素的添加量为35w%;中间层中孔隙滤芯尿素的添加量为25w%,最内层小孔隙滤芯尿素的添加量为10w%。混合烘干方式同实施例1,用筛网筛出粒径为 $20\mu\text{m}$ 的混合粉末。将筛出的混合粉末装入球磨机混合2h,混合完成后,等待后续压制。按照上述步骤分别准备好大孔隙、中孔隙和小孔隙的混合粉末原料。

[0054] 步骤2:装料压制:将上述混合均匀的大孔隙滤芯混合粉末原料装入胶套内径尺寸为 $\phi 65\text{mm}$ ,松装壁厚为6mm的冷等静压模具,将混合均匀的中孔隙滤芯混合粉末原料装入胶套内径尺寸为 $\phi 55\text{mm}$ ,松装壁厚为5mm的冷等静压模具,将混合均匀的小孔隙滤芯混合粉末原料装入胶套内径尺寸为 $\phi 50\text{mm}$ ,松装壁厚为5mm的冷等静压模具,所有模具的长度为1000mm。然后装入冷等静压机中加压压力为80MPa,保压时间为20min,分别进行三种尺寸的



冷等静压成型、脱模后得到三支尺寸梯形变化的单层滤芯。

[0055] 步骤3:组合内套烧结:如图2所示,将三支单层滤芯按照图2所示的方式进行内套,组合成最终生坯进行下一步烧结。

[0056] 步骤4:烧结:将步骤3中的最终生坯在真空、氩气等惰性气体的保护气氛中进行烧结,升温速率为 $3^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ,升温至最高温度 $700^{\circ}\text{C}$ ,保温1h,最终得到高精度梯度孔隙镍滤芯。

[0057] 按照上述1-3步骤再制作三根滤管,将不内套的三根滤管进行烧结,作为对比参照进行测试,经测试,所得第一滤管的平均孔径为 $1.32\mu\text{m}$ ,第二滤管的平均孔径为 $1.16\mu\text{m}$ ,第三滤管的平均孔径为 $0.95\mu\text{m}$ ,经检测,内套烧结后的一体滤管的平均孔径为 $0.83\mu\text{m}$ ,孔隙率76%,透气度(20kp)  $32.67\text{ m}^3/\text{h} \cdot \text{kPa} \cdot \text{m}^2$ ,抗压强度231Mpa。

[0058] 实施例5

下面混合粉末原料选择在保证所述第一滤管的平均孔径和所述第二滤管的平均孔径的差值):(所述第二滤管的平均孔径和所述第三滤管的平均孔径的差值)=3.4的条件下,选择粒度为 $20\mu\text{m}$ 、 $10\mu\text{m}$ 和 $5\mu\text{m}$ 的羰基镍粉,尿素的添加量分别为50%、10%和5%进行孔隙的梯度变化,制备方法如下:

步骤1:混合粉末原料的准备:最外层大孔隙滤芯的原料取 $20\mu\text{m}$ 羰基镍粉和尿素,其中尿素的添加量为50w%;中间层中孔隙滤芯的原料取 $10\mu\text{m}$ 羰基镍粉和尿素,其中尿素的添加量为10w%,最内层小孔隙滤芯的原料取 $5\mu\text{m}$ 羰基镍粉和尿素,其中尿素的添加量为5w%。混合烘干方式同实施例1,用筛网筛出粒径为 $80\mu\text{m}$ 的混合粉末。将筛出的混合粉末装入球磨机混合2h,混合完成后,等待后续压制。按照上述步骤分别准备好大孔隙、中孔隙和小孔隙的混合粉末原料。

[0059] 步骤2:装料压制:将上述混合均匀的大孔隙滤芯混合粉末原料装入胶套内径尺寸为 $\phi 65\text{mm}$ ,松装壁厚为6mm的冷等静压模具,将混合均匀的中孔隙滤芯混合粉末原料装入胶套内径尺寸为 $\phi 55\text{mm}$ ,松装壁厚为5mm的冷等静压模具,将混合均匀的小孔隙滤芯混合粉末原料装入胶套内径尺寸为 $\phi 50\text{mm}$ ,松装壁厚为5mm的冷等静压模具,所有模具的长度为1000mm。然后装入冷等静压机中加压压力为20MPa,保压时间为20min,分别进行三种尺寸的冷等静压成型、脱模后得到三支尺寸梯形变化的单层滤芯。

[0060] 步骤3:组合内套烧结:如图2所示,将三支单层滤芯按照图2所示的方式进行内套,组合成最终生坯进行下一步烧结。

[0061] 步骤4:烧结:将步骤3中的最终生坯在真空、氩气等惰性气体的保护气氛中进行烧结,升温速率为 $15^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ,升温至最高温度 $1100^{\circ}\text{C}$ ,保温5h,最终得到高精度梯度孔隙镍滤芯。

[0062] 按照上述1-3步骤再制作三根滤管,将不内套的三根滤管进行烧结,作为对比参照进行测试,经检测,所得第一滤管的平均孔径为 $4.32\mu\text{m}$ ,第二滤管的平均孔径为 $2.89\mu\text{m}$ ,第三滤管的平均孔径为 $2.47\mu\text{m}$ ,经检测,内套烧结后的一体滤管的平均孔径为 $1.47\mu\text{m}$ ,孔隙率70.43%,透气度(20kp)  $15.63\text{ m}^3/\text{h} \cdot \text{kPa} \cdot \text{m}^2$ ,抗压强度283Mpa。

[0063] 本发明还提供了两个对比试验,对比试验A和实施例3的步骤大部分相同,只是步骤3中的内套流程,在烧结时不采用内套后烧结,而是三只滤管单独烧结,利用现有技术中的焊接连接,将三只烧结后的单管采用连接环焊接的方式焊接在一起,经检测,所得制品的技术指标为平均孔径 $2.58\mu\text{m}$ ,孔隙率64%,透气度(20kp)  $13.34\text{ m}^3/\text{h} \cdot \text{kPa} \cdot \text{m}^2$ ,抗压强度

105Mpa。

[0064] 对比试验B和实施例3的步骤大部分相同,只是步骤3中不同孔径改成单一孔径,进行单一孔径的三层滤管实验,经检测,所得制品的技术指标为平均孔径 $1.27\mu\text{m}$ ,孔隙率37%,透气度(20kpa)  $4.75 \text{ m}^3/\text{h} \cdot \text{kPa} \cdot \text{m}^2$ ,抗压强度232Mpa。

[0065] 本发明实施例1至实施例5,对比试验A和对比试验B中所制备的高精度梯度孔隙滤芯的平均孔径和孔隙率如表1;

表1

项目	平均孔径( $\mu\text{m}$ )	孔隙率(%)	透气度(20KPa) ( $\text{m}^3/\text{h} \cdot \text{kPa} \cdot \text{m}^2$ )	抗压强度(Mpa)
实施例1	0.94	70	19.68	263
实施例2	1.14	73	27.35	248
实施例3	1.03	74	22.48	244
实施例4	0.83	76	32.67	231
实施例5	1.47	70.43	15.63	283
对比试验A	2.58	64	13.34	105
对比试验B	1.27	37	4.75	232

实施例1至实施例5中的数据说明本发明提供高精度梯度孔隙滤芯的制备方法制备的滤芯的平均孔径 $\leq 1.5\mu\text{m}$ ,孔隙率 $\geq 70\%$ ,透气度(20Kpa)  $\geq 15 \text{ m}^3/\text{h} \cdot \text{kPa} \cdot \text{m}^2$ ,抗压强度 $\geq 70\text{Mpa}$ 。相比现有技术,梯度层之间连接紧密,没有分层、脱落等缺陷,孔隙密度均匀;在同等过滤精度的前提下,透气度增大使得过滤效率提高,滤芯强度增加,增加了滤芯的使用寿命。

[0066] 而对比试验A、采用内套和烧结技术结合起来,相比于现有技术后续焊接加工或其他连接工艺,使得滤芯梯度层之间连接紧密,缺陷少,滤芯强度大大提高,且工序简单,大大节约了制作成本。对比试验B的数据,相比于现有单一孔径的滤芯,在同等过滤精度的前提利用此技术制得的高精度梯度滤芯,其透气度提高,孔隙率增大,增加了滤芯的过滤效率,同时该滤芯在后续的反吹使用也相比于单一孔径的更不容易出现孔径堵塞的情况,延长了使用寿命。

[0067] 本发明提供的高精度梯度孔隙滤芯有较大长径比、梯度层厚度均一、孔隙密度均匀,其结构侧视图如图3所示,结构截面图如图4所示。

[0068] 本发明提供的一种内套式烧结镍滤芯成型的方法,采用冷等静压模具压制后内套式组合制成梯度孔隙不同孔隙度的空心滤管,有以下优势:通过冷等静压技术制备出的坯体纵向孔隙分布均匀;通过分别压制单层滤管,可实现高精度、均匀的孔径,内套组合后的滤芯保持稳定的梯度孔隙结构,过滤效率提高,滤芯强度增加,工艺简单,可重复使用。

[0069] 本发明还有其他供选择的实施例,这里就不再做详细说明。

[0070] 尽管本发明的实施方案已公开如上,但其并不仅仅限于说明书和实施方式中所列运用,它完全可以被适用于各种适合本发明的领域,对于熟悉本领域的人员而言,可容易地实现另外的修改,因此在不背离权利要求及等同范围所限定的一般概念下,本发明并不限于特定的细节和这里示出与描述的图例。

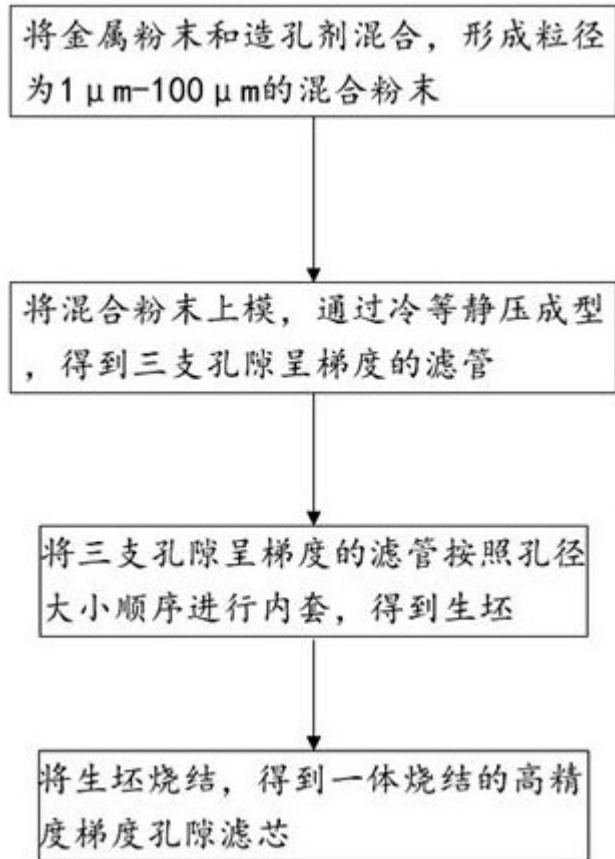


图1

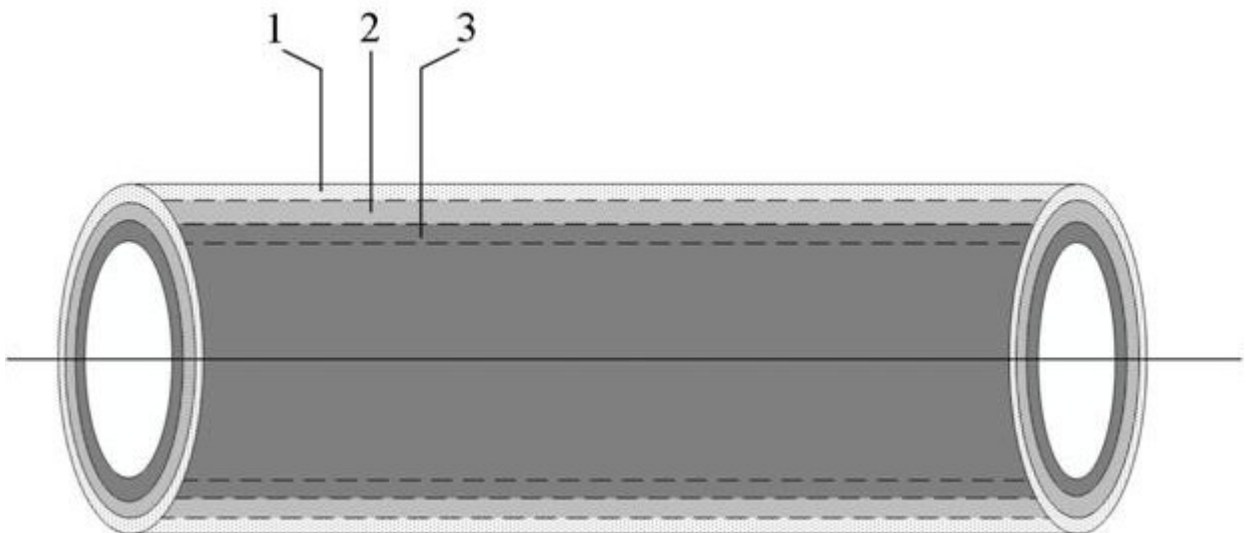


图2

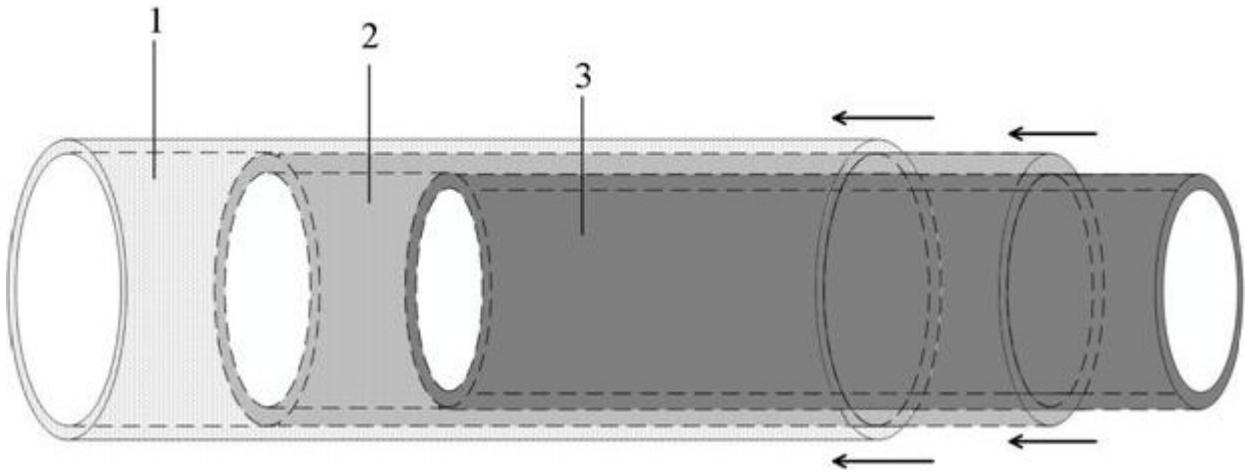


图3

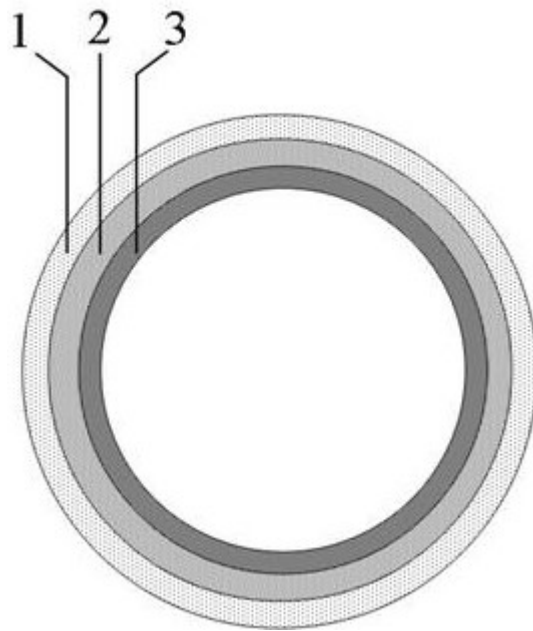


图4

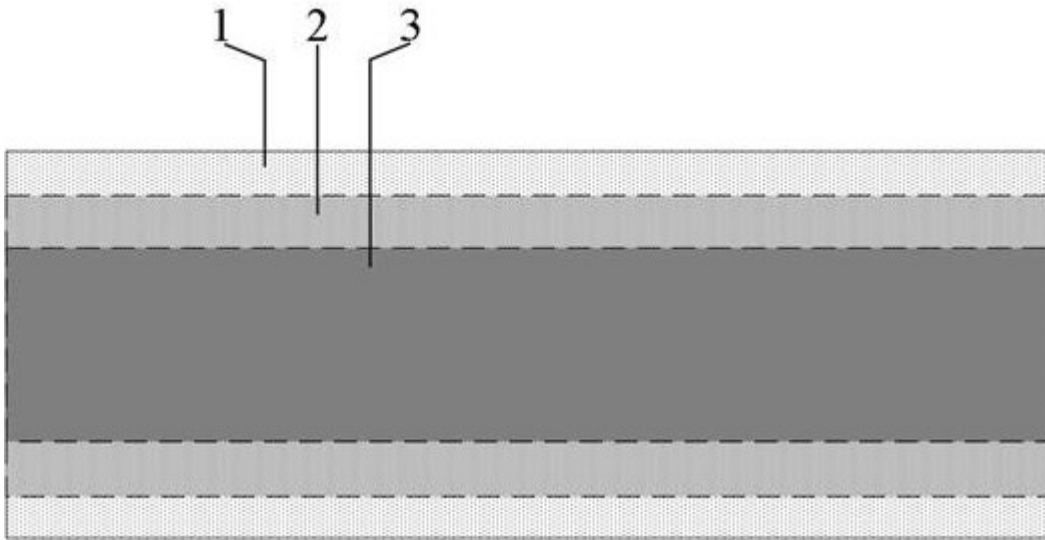


图5