



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 115194169 A

(43) 申请公布日 2022.10.18

(21) 申请号 202210975070.3

B33Y 70/00 (2020.01)

(22) 申请日 2022.08.15

(71) 申请人 贵研铂业股份有限公司

地址 650156 云南省昆明市高新技术产业
开发区科技路988号

(72) 发明人 魏燕 张茂 胡昌义 王献

张贵学 汪星强 蔡宏中 陈力

张翎翔 赵君 李新祺 黎玉盛

高勤琴 安盈志 恭恬洁

(74) 专利代理机构 北京高沃律师事务所 11569

专利代理师 王儒

(51) Int. Cl.

B22F 9/08 (2006.01)

B22F 1/065 (2022.01)

B33Y 40/10 (2020.01)

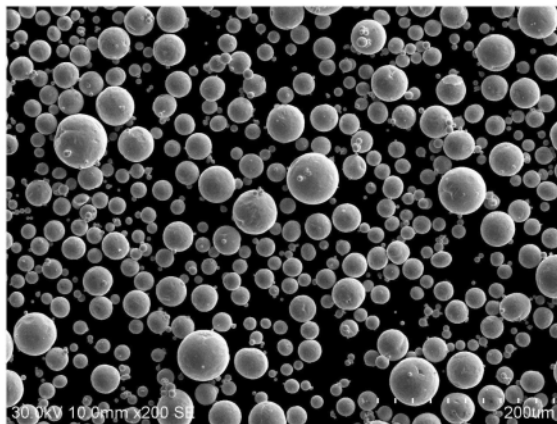
权利要求书1页 说明书7页 附图2页

(54) 发明名称

一种3D打印用铂或铂铑合金球形粉及其制备方法和应用

(57) 摘要

本发明提供了一种3D打印用铂或铂铑合金球形粉及其制备方法和应用,属于粉末冶金技术领域。本发明将金属棒在无坩埚电极感应气雾化制粉设备中进行雾化制粉,通过控制雾化制粉的各项工艺参数,制备得到的球形粉末具有流动性好、含氧量低、球形度高、不易空心 and 球形粉末粒度均匀的优点,实现了高球形度的铂及铂铑合金粉末在3D打印技术中的应用,解决了铂及铂铑合金材料在3D打印技术运用中原料限制问题,同时实现了产品质量稳定性的规模化生产,方法简便可行。



1. 一种3D打印用铂基球形粉的制备方法,包括以下步骤:

在氩气氛围中,将铂基金属棒在无坩埚电极感应气雾化制粉设备中进行熔炼雾化,筛分后,得到3D打印用铂基球形粉;所述熔炼雾化的熔炼电流为110~200A,雾化压力为4~8MPa;

所述3D打印用铂基球形粉为铂球形粉或铂铑合金球形粉。

2. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,所述铂基金属棒为铂棒或铂铑合金棒;所述铂基金属棒经过精加工处理。

3. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,所述铂基金属棒的长度为200~300mm,直径为20~50mm。

4. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,所述铂基金属棒的晶粒尺寸为20~50 μm ,所述铂基金属棒一端呈现45°锥角形状。

5. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,进行所述熔炼雾化前,当所述无坩埚电极感应气雾化制粉设备的压力为800~1000Pa时,进行喷粉。

6. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,所述熔炼雾化中,所述铂基金属棒的进给速度为50~100r/min。

7. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,所述无坩埚电极感应气雾化制粉设备的喷嘴表面覆盖铂涂层,所述铂涂层的厚度为1~5 μm 。

8. 权利要求1~7任一项所述制备方法制备得到的3D打印用铂基球形粉,所述3D打印用铂基球形粉的粒径 $\leq 53\mu\text{m}$,平均球形度为0.90~0.98。

9. 权利要求8所述3D打印用铂基球形粉在3D打印中的应用。

一种3D打印用铂或铂铑合金球形粉及其制备方法和应用

技术领域

[0001] 本发明涉及粉末冶金技术领域,尤其涉及一种3D打印用铂或铂铑合金球形粉及其制备方法和应用。

背景技术

[0002] 金属铂在人类发展历史中充当着各类角色,应用广泛,因其具有稳定的化学性能,高导电、导热率在生活、经济、国防、科研等各个方面发挥着重要作用,与社会进步有着密切关系。各种形式的铂材料不仅仅应用于装饰及工业中,也是现代军工国防技术的核心材料。为了得到适应各种环境且性能更加优异的铂基合金材料,国内外学者进行了大量的研究。铂作为贵金属,由于其含量较少、价格昂贵等原因,如何高效利用贵金属资源的研究从未停止,但进展相对缓慢,因此铂族金属的使用及制备一直以来都是人类科技发展的重要话题。

[0003] 随着制造业发展水平逐渐提高,航天航空、核能和医疗等重大领域中各类金属和合金部件结构越来越复杂,尺寸要求也更加精密,3D打印技术是高效制备各种金属合金部件的热门趋势。3D打印技术也称为增材技术,只需要根据计算机软件中的数据,通过扫射液体、粉末或者薄片材料,逐层叠加成任何形状的产品。与传统的机械加工相比,缩短了产品的研制周期、提高了生产效率。尤其适用于结构复杂、大规模制造的产品,具有巨大的开发潜力。3D打印的特点主要在于打印设备和材料,目前与装备相匹配使用的材料种类十分有限,性能也不稳定,成为了限制3D打印技术应用和发展的关键问题。当用于3D打印的粉末原料粒径过大时,粉末颗粒之间间隙较大,导致打印成品密度降低;粉末粒径过小时,粉末流动性会较差,易发生团聚,打印过程中出现粘刀现象,导致铺粉不均匀,打印得到的成品金属部件致密度和力学性能差。而且过小的粒径会使粉末表面能较高,容易发生氧化,对打印成品性能也有明显的影响。因此,制备具有高比表面积、高流动性和低氧含量的小粒径球形粉末成为3D成形用金属粉末制备领域的发展趋势。

[0004] 目前,涉及贵金属的3D打印仅限于金、银等低熔点贵金属及在首饰领域的应用,有关高熔点贵金属合金的3D打印鲜有涉及。以铂铑30合金为例,熔点1860℃,高温力学性能优异,产品形态包括丝、板、带材等,涉及尺寸小、形状复杂的器件一般采用熔炼-铸造-车加工的方法完成,贵金属的投料多(加工200g左右的材料投料需要500~1000g),车加工导致的贵金属损耗高(5~6%),由于3D打印的个性化和小批量特点、特别适用于复杂结构的快速制备。由于铂类贵金属熔点高、价格昂贵,球形粉的研制基础薄弱,贵金属合金球形粉的制备和收率已成为贵金属合金3D打印的瓶颈技术。

[0005] 目前,高熔点的贵金属-铂及铂铑合金球形粉末的制备主要采用化学还原法,化学还原法是在含有金属铂的盐或酸中加入还原剂、通过化学反应还原得到铂单质,经过洗涤、烘干、煅烧后得到铂粉,还原过程中需要加入还原剂、稳定剂、分散剂等,在后续处理过程中难以清除,存在形成杂质污染,得到的铂粉粒度不均匀、纯度低的问题。然而,化学法制备的铂和铂铑合金球形粉是无定型态的纳米粉,尺寸更细,无法满足3D打印铺粉的要求。随着铂铑合金在航空航天、医疗器械和汽车等行业的应用快速发展,迫切需要高球形度的铂及铂

铑合金球形粉末应用于3D打印技术中。

发明内容

[0006] 本发明的目的在于提供一种3D打印用铂或铂铑合金球形粉及其制备方法和应用,所制备的铂或铂铑合金球形粉球形度高,能够用于3D打印。

[0007] 为了实现上述发明目的,本发明提供以下技术方案:

[0008] 本发明提供了一种3D打印用铂基球形粉的制备方法,包括以下步骤:

[0009] 在氩气氛围中,将铂基金属棒在无坩埚电极感应气雾化制粉设备中进行熔炼雾化,筛分后,得到3D打印用铂基球形粉;所述熔炼雾化的熔炼电流为110~200A,雾化压力为4~8MPa;

[0010] 所述3D打印用铂基球形粉为铂球形粉或铂铑合金球形粉。

[0011] 优选的,所述铂基金属棒为铂棒或铂铑合金棒;所述铂基金属棒经过精加工处理。

[0012] 优选的,所述铂基金属棒的长度为200~300mm,直径为20~50mm。

[0013] 优选的,所述铂基金属棒的晶粒尺寸为20~50 μm ,所述铂基金属棒一端呈现45°锥角形状。

[0014] 优选的,进行所述熔炼雾化前,当所述无坩埚电极感应气雾化制粉设备的压力为800~1000Pa时,进行喷粉。

[0015] 优选的,所述熔炼雾化中,所述铂基金属棒的进给速度为50~100r/min。

[0016] 优选的,所述无坩埚电极感应气雾化制粉设备的喷嘴表面覆盖铂涂层,所述铂涂层的厚度为1~5 μm 。

[0017] 本发明提供了上述技术方案所述制备方法制备得到的3D打印用铂基球形粉,所述3D打印用铂基球形粉的粒径 $\leq 53\mu\text{m}$,平均球形度为0.90~0.98。

[0018] 本发明提供了上述技术方案所述3D打印用铂基球形粉在3D打印中的应用。

[0019] 本发明提供了一种3D打印用铂基球形粉的制备方法,本发明采用无坩埚电极感应熔炼气雾化法制备铂或铂铑合金球形粉,通过控制雾化制粉的各项工艺参数,制备得到的球形粉末具有流动性好、含氧量低、球形度高、不易空心 and 球形粉末粒度均匀的优点,保证了铂或铂铑合金球形粉末的质量,实现了高球形度的铂及铂铑合金粉末在3D打印技术中的应用,解决了高熔点铂及铂铑合金材料在3D打印技术运用中原料限制问题,为3D打印航空航天、汽车等民用工业稀贵金属材料提供了原料。本发明制备的铂或铂铑合金球形粉末,平均球形度0.90~0.98,霍尔流速 $\leq 24\text{s}/50\text{g}$,金属棒氧含量0.005~0.02%,喷粉后粉末氧含量0.005%~0.02%。

[0020] 进一步的,目前气雾化制粉存在细粉($< 53\mu\text{m}$)收得率低的问题,导致制备粒度在15~45 μm 范围内满足激光3D打印合金粉末成本较高,无法大批量工业化生产,本发明通过对精加工进行改进,同时控制铂基金属棒料直径为20~50mm、晶粒尺寸为20~50 μm 、雾化压力为4~8MPa,喷粉时腔内负压(800~1000Pa),喷嘴表面铂涂层保护提高了粉末的收得率,粒度不大于250 μm 的收得率达88~96%,氧含量为0.005%~0.02%、碳含量 $< 0.001\%$,粉末粒径 $\leq 53\mu\text{m}$ 的收得率达到40.05~61.22%,实现了产品质量稳定性的规模化生产,方法简便可行。

[0021] 进一步的,本发明通过控制铂、铂铑合金棒的直径不但降低了粉末粒度,而且增加

了生产能力,也增加了产量,提高了生产效率。

附图说明

- [0022] 图1为实施例1制备的筛分后3D打印用纯铂球形粉的SEM图；
[0023] 图2为实施例2制备的筛分前3D打印用铂铑合金球形粉的SEM图；
[0024] 图3为实施例2制备的筛分后3D打印用铂铑合金球形粉的SEM图；
[0025] 图4为实施例2制备的筛分后3D打印用铂铑合金球形粉的200倍扫描电镜视场下粉末横截面SEM图。

具体实施方式

- [0026] 本发明提供了一种3D打印用铂基球形粉的制备方法,包括以下步骤:
- [0027] 在氩气氛围中,将铂基金属棒在无坩埚电极感应气雾化制粉设备中进行熔炼雾化,筛分后,得到3D打印用铂基球形粉;所述熔炼雾化的熔炼电流为110~200A,雾化压力为4~8MPa;
- [0028] 所述3D打印用铂基球形粉为铂球形粉或铂铑合金球形粉。
- [0029] 在本发明中,若无特殊说明,所需制备原料均为本领域技术人员熟知的市售商品。
- [0030] 在本发明中,所述铂基金属棒优选为铂棒或铂铑合金棒;所述铂基金属棒的长度优选为200~300mm,直径优选为20~50mm;所述铂基金属棒的晶粒尺寸为20~50 μm ,所述铂基金属棒一端呈现45°锥角形状。本发明通过控制金属棒的直径和长度,保证金属棒熔滴流速的均匀性,提高生产效率,棒料的尺寸设计取决于无坩埚电极感应气雾化制粉设备的情况,特别是感应线圈电流和进料给进速率,本发明限定金属棒的直径为20mm~50mm,匹配50mm直径以内的感应线圈,提高加载功率,有利于熔化高熔点金属,在增加棒料直径的同时加大感应线圈电流,制粉的生产效率明显提高,使得球形粉末细化,同时增加产量,提高生产效率。
- [0031] 在本发明中,所述铂基金属棒的制备方法优选包括:将铂或铂铑合金进行熔炼,将所得棒料进行精加工,得到符合要求的铂基金属棒。
- [0032] 在本发明中,所述铂铑合金中Rh的质量百分含量优选为5~40%,更优选为30%;所述铂或铂铑合金所用铂、铑的纯度独立优选 $\geq 99.99\%$ 。
- [0033] 在本发明中,所述熔炼的过程优选为将合金原料置于高温陶瓷坩埚中,采用中频真空进行熔炼,底漏浇铸,得到所需尺寸的圆柱形锭坯,置于高温真空钨丝炉中进行热处理,将所得合金锭坯进行热锻加工,将所得棒料采用酸洗和车加工方法进行表面处理,去除棒材表面杂质。当所述铂基金属棒为铂棒时,本发明优选不进行热处理和热锻加工。
- [0034] 在本发明中,所述热处理的真空度优选小于 $5 \times 10^{-3} \text{Pa}$,热处理温度优选为1000~1200 $^{\circ}\text{C}$,时间优选为2~4h;所述热锻加工的始锻温度优选为1000 $^{\circ}\text{C}$,终锻温度优选为1200 $^{\circ}\text{C}$,总加工变形量优选不低于30%,更优选为40%。本发明通过热处理和锻炼加工保证合金棒料的成分更加均匀,去除表面杂质。铂和铂铑合金加工易粘刀,本发明通过加工锻造、热处理提高硬度,车加工后表面加工精度Ra为0.1,棒料加工出的锥尖与设备的感应线圈和喷嘴对中,保证棒料感应融化时液滴流下匀速,气雾化时液滴能够充分被均打散,粒径为53 μm 以下的粉末得率提高。

[0035] 在本发明中,所述精加工的过程优选为:将所述棒料依次进行前后公母螺纹加工、表面精车、精磨和校直,得到所需尺寸和形状的铂基金属棒;本发明对所述螺纹加工、表面精车、精磨和校直的过程没有特殊的限定,按照本领域熟知的过程进行即可。本发明优选将所述棒料的一端进行前后公母螺纹加工,使棒料直接固定在送料夹具上,未使用陶瓷坩埚,避免了异相陶瓷夹杂的污染,同时通过精加工降低了棒料的粗糙度,使精加工后的棒料的轮廓算术平均偏差Ra为0.1,降低了摩擦力,提高了球形粉末的质量。

[0036] 完成所述精加工后,本发明优选对所得棒料进行酒精擦拭,根据棒料表面洁净度,根据实际需求进行喷砂或打磨,提高洁净度。

[0037] 本发明对所述无坩埚电极感应气雾化制粉设备(EIGA)没有特殊的限定,本领域熟知的相应设备均可;在本发明的实施例中,具体为EIGA-25。

[0038] 在本发明中,所述无坩埚电极感应气雾化制粉设备的喷嘴表面优选覆盖铂涂层,所述铂涂层的厚度优选为1~5 μm ,更优选为2 μm 。在本发明中,所述覆盖铂涂层的方法优选为以乙酰丙酮铂为沉积源物质,采用金属有机化合物化学气相沉积(MOCVD)法在喷嘴基体上制备Pt薄膜;所述乙酰丙酮铂的加热温度优选为180 $^{\circ}\text{C}$,氩气流量优选为50mL/min,基体加热温度优选为450~700 $^{\circ}\text{C}$,更优选为550 $^{\circ}\text{C}$ 。本发明优选采用MOCVD(金属有机化学气相沉积)方法制备铂涂层,提高喷嘴的耐高温能力,减少铂或铂铑合金熔融液滴挂喷嘴及杂质掺入的问题。

[0039] 本发明优选将所述铂基金属棒通过公母螺纹置于EIGA的夹具上,铂棒锥面一端对准喷嘴中心位置,对EIGA的熔炼室、炉体及料仓进行抽真空,首先启动“机械泵”,当熔炼室、炉体及料仓压阻真空计显示小于800Pa时,再启动“罗茨泵”进行抽极限真空,极限真空度优选 $\leq 2\text{Pa}$;当真空度达到制粉参数要求(真空度 $\leq 2\text{Pa}$)后,按照“罗茨泵”-“机械泵”的先后顺序关闭相应真空泵,分别对雾化室、熔炼室和料仓充氩气,当压阻器显示读数 $8 \times 10^4\text{Pa}$ 时,关闭充气阀(置换氩气步骤)。

[0040] 本发明先将无坩埚电极感应气雾化制粉设备内抽真空,然后向无坩埚电极感应气雾化制粉设备内通入氩气,将无坩埚电极感应气雾化制粉设备内的气氛进行置换,保证了等电极感应气雾化制粉过程中不受其他气体的影响。本发明通过“机械泵”和“罗茨泵”两级抽真空并控制真空度,保证了无坩埚感应电极气雾化制粉设备内的气体能够被有效置换,保证了雾化制粉不受其他气体影响,提高了铂及铂铑合金球形粉末的质量。

[0041] 完成上述置换氩气后,本发明优选启动无坩埚电极感应气雾化制粉设备中的感应电源和旋转电机,调节所述铂基合金棒的锥尖顶部与无坩埚电极感应雾化制粉设备中感应线圈第二匝底部平齐,设定送料速度,开启风机,开启粉末收集系统的排气阀,实现雾化室气体排空形成微负压后,开启感应电源,启动棒料下降程序,调节氩气雾化压力,充氩气置换空气达到雾化压力后,喷粉,对铂基合金棒进行熔炼雾化,得到雾化粉末。本发明控制所述棒料锥尖顶部同无坩埚电极感应雾化制粉设备中感应线圈底部平齐,以保证获得最佳棒尖熔化滴落效果,即棒尖熔炼汇聚成液滴,雾化室窗中可观察到雾化区的雾化锥较为光亮,面积较大且均匀,无明显倾斜及存在大尺寸液滴现象。

[0042] 本发明将金属棒的另外一端螺纹连接处与旋转电机进行连接,通过控制雾化制粉中的各项工艺参数,增大了电极棒熔化液滴的表面张力,制备得到的球形粉末流动性好、含氧量低、球形度高、不易空心 and 球形粉末粒度均匀,保证了球形粉末的质量。

[0043] 在本发明中,所述微负压的压力优选为800~1000Pa。铂及铂铑合金内添加的合金元素少,熔化时,铂几乎没有固液相线,到熔点即熔化成液滴,铂铑合金固溶体具有固液相线,可在一定温度区间内熔化,但是熔化时熔体以液滴形式滴落,气雾化时需要加大的气体流量才能吹散液滴支撑粉末。气雾化时需要材料熔化后成为细流状,本发明通过金属棒的熔炼、锻造,减小棒料的晶粒尺寸,熔化时形成连续液滴,喷粉时先抽真空,再充气至 8×10^4 Pa,充气结束后打开排风机,控制排风机频率,腔体内形成微负压(800~1000Pa),提高粉末的收得粉率,降低损耗率。

[0044] 在本发明中,所述熔炼雾化的熔炼电流为110~200A,优选为125~150A;雾化压力为4~8MPa,更优选为5~6MPa;所述熔炼雾化过程中,所述铂基金属棒的进给速度优选为50~100r/min,更优选为80r/min,雾化速度优选为40~50g/min,排风机频率优选为6~10HZ,更优选为7~8HZ。本发明通过控制氩气的风机频率,使氩气对产生的熔滴起到冷却的作用,保证了铂合金球形粉末的球形度,提高了铂合金球形粉末的质量。

[0045] 在所述熔炼雾化过程中,将按照特定进给速度旋转的金属棒降低至一个环形的感应线圈中进行感应熔化,所形成的熔滴落入无坩埚电极感应气雾化制粉设备的喷嘴系统,利用高压惰性氩气气体进行雾化,从而形成金属粉末。

[0046] 得到雾化粉末后,本发明优选将所述雾化粉末经过循环水冷却后收集,按照不同3D打印技术对粒度的要求进行震动筛分,将筛分后粉末在真空条件下进行封装,得到所需粒度要求的铂基球形粉末。本发明对所述震动筛分的过程没有特殊的限定,按照本领域熟知的过程得到所需粒度的粉末即可。本发明对所述封装的过程没有特殊的限定,按照本领域熟知的过程进行即可。

[0047] 本发明提供了上述技术方案所述制备方法制备得到的3D打印用铂基球形粉,所述3D打印用铂基球形粉的粒径 $\leq 53\mu\text{m}$,平均球形度为0.90~0.98。

[0048] 本发明提供了上述技术方案所述3D打印用铂基球形粉在3D打印中的应用。本发明对所述应用的具体方法没有特殊的限定,按照本领域熟知的方法将所述3D打印用铂基球形粉用于3D打印即可。

[0049] 下面将结合本发明中的实施例,对本发明中的技术方案进行清楚、完整地描述。显然,所描述的实施例仅仅是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

[0050] 以下实施例中,纯铂的熔点1760℃,铂铑30的熔点1860℃。

[0051] 以下实施例中,所述无坩埚电极感应气雾化制粉设备的喷嘴表面覆盖铂涂层的方法为:以乙酰丙酮铂为沉积源物质,采用金属有机化合物化学气相沉积(MOCVD)法在喷嘴基体上制备Pt薄膜;所述乙酰丙酮铂的加热温度为180℃,氩气流量为50mL/min,基体加热温度为550℃,所述铂涂层的厚度为2 μm 。

[0052] 实施例1

[0053] 将纯度 $\geq 99.99\%$ 的纯铂片置于高温陶瓷坩埚中,采用中频真空进行熔炼,底漏浇铸,得到所需尺寸的圆柱形锭坯,总加工变形量40%,将所得棒料依次进行酸洗和车加工,将所得铂棒进行精加工,精加工的过程为:将铂棒依次进行前后公母螺纹加工、表面精车、精磨和校直,使棒材长度为200mm,直径为20mm,一端成45°锥角,使得铂棒的轮廓算术平均

偏差Ra为0.1,对精加工后的铂棒料进行酒精擦拭清洁处理;

[0054] 将精加工后的铂棒通过公母螺纹固定在无坩埚电极感应雾化制粉设备EIGA-25的夹具上,铂棒锥面一端对准喷嘴中心位置,对EIGA的熔炼室、炉体及料仓进行抽真空,首先启动“机械泵”,当熔炼室、炉体及料仓压阻真空计显示小于800Pa时,再启动“罗茨泵”进行抽极限真空,直至真空度 $\leq 2\text{Pa}$;当真空度达到制粉参数要求(真空度 $\leq 2\text{Pa}$)后,按照“罗茨泵”-“机械泵”的先后顺序关闭相应真空泵,分别对雾化室、熔炼室和料仓充氩气,当压阻器显示读数 $8 \times 10^4\text{Pa}$ 时,关闭充气阀;

[0055] 氩气置换完成后,启动无坩埚电极感应雾化制粉设备中的感应电源和旋转电机,调节所述铂基合金棒的锥尖顶部与无坩埚电极感应雾化制粉设备中感应线圈第二匝底部平齐,设定送料速度,开启风机,开启粉末收集系统的排气阀,实现雾化室气体排空形成微负压(800Pa)后,开启感应电源,启动棒料下降程序,调节氩气雾化压力为4MPa,充氩气达到雾化压力后,喷粉,对铂基合金棒进行熔炼雾化,熔炼电流为125A,铂棒进给速度为50r/min,棒料的雾化速度为50g/min,排风机频率为7HZ,得到雾化粉末;

[0056] 将所述雾化粉末经过循环水冷却后进行收集,通过振动筛分,在真空条件下进行封装,得到纯铂球形粉。

[0057] 实施例2

[0058] 将纯度 $\geq 99.99\%$ 的铂片和铑粉(铂片原料表面无杂质,纯度 ≥ 99.9 ,铑粉粒度均匀,没有明显团聚现象,纯度 $\geq 99.95\%$)置于高温陶瓷坩埚中,采用中频真空进行熔炼,底漏浇铸,得到所需尺寸的圆柱形锭坯,置于高温真空钨丝炉中进行热处理,热处理的真空度为 $5 \times 10^{-3}\text{Pa}$,热处理温度为 1200°C ,时间为4h;将所得合金锭坯进行热锻加工,热锻加工的始锻温度为 1000°C ,终锻温度为 1200°C ,总加工变形量40%,将所得棒料依次进行酸洗和车加工,将所得棒料进行精加工,精加工的过程为:将棒料依次进行前后公母螺纹加工、表面精车、精磨和校直,使棒材长度为200mm,直径为22mm,一端成 45° 锥角,使得棒料的轮廓算术平均偏差Ra为0.1,对精加工后的棒料进行酒精擦拭清洁处理,得到铂铑合金棒料,成分为Pt-30Rh(质量百分含量);

[0059] 将精加工后的铂铑合金棒料通过公母螺纹固定在无坩埚电极感应雾化制粉设备EIGA-25的夹具上,铂棒锥面一端对准喷嘴中心位置,对EIGA的熔炼室、炉体及料仓进行抽真空,首先启动“机械泵”,当熔炼室、炉体及料仓压阻真空计显示小于800Pa时,再启动“罗茨泵”进行抽极限真空,直至真空度为1.5Pa,按照“罗茨泵”-“机械泵”的先后顺序关闭相应真空泵,分别对雾化室、熔炼室和料仓充氩气,当压阻器显示读数 $8 \times 10^4\text{Pa}$ 时,关闭充气阀;

[0060] 氩气置换完成后,启动无坩埚电极感应雾化制粉设备中的感应电源和旋转电机,调节所述铂基合金棒的锥尖顶部与无坩埚电极感应雾化制粉设备中感应线圈第二匝底部平齐,设定送料速度,开启风机,开启粉末收集系统的排气阀,实现雾化室气体排空形成微负压(1000Pa)后,开启感应电源,启动棒料下降程序,调节氩气雾化压力为5MPa,充氩气达到雾化压力后,喷粉,对铂基合金棒进行熔炼雾化,熔炼电流为150A,铂棒进给速度为80r/min,棒料的雾化速度为40g/min,排风机频率为8HZ,得到雾化粉末;

[0061] 将所述雾化粉末经过循环水冷却后进行收集,通过振动筛分,然后在真空条件下进行封装,得到铂铑合金球形粉末。

[0062] 表征

[0063] 1) 对实施例1筛分后制备的纯铂球形粉和实施例2筛分前后制备的铂铑合金球形粉进行SEM表征,结果见图1~4。

[0064] 图1为筛分后纯铂球形粉的SEM图,由图1可知,纯铂球形粉的粒径 $\leq 53\mu\text{m}$,计算可知,粒度不大于 $250\mu\text{m}$ 的得率可达95%。

[0065] 按照公式计算球形度(粉末颗粒的最大截面面积等效直径和最大截面周长等效直径的比值): $Q=2\sqrt{\pi S}/L$,其中,S-粉末颗粒的最大截面的面积,L-粉末颗粒的最大截面的周长,实施例1筛分后纯铂球形粉的球形度为0.93。图2为实施例2制备的筛分前铂铑合金球形粉的SEM图,铂铑合金球形粉的粒径 $\leq 250\mu\text{m}$,由图2计算可知,铂铑合金粉末球形度为0.95,粒度不大于 $250\mu\text{m}$ 的粉末得率可达91%。

[0066] 图3为实施例2制备的筛分后粒径为 $0\sim 53\mu\text{m}$ 的粉末的SEM图。由图3可知,筛分后($< 53\mu\text{m}$)的球形粉末粒径均匀,粒径分布较窄。

[0067] 图4为实施例2制备的筛分后3D打印用铂铑合金球形粉的200倍扫描电镜视场下粉末横截面,由图4可知,200倍视场内无空心球, $D_{50}=20\mu\text{m}$, $D_{90}=70\mu\text{m}$ 。

[0068] 2) 采用GB/T 14265金属材料中氢、氧、氮、碳和硫分析方法通则记载的方法测试氧含量和碳含量;采用GB/T 1482金属粉末流动性记载的方法测试粉末的霍尔流速;

[0069] 结果表明,实施例1制备的铂棒氧含量为0.02%,喷粉后粉末的氧含量为0.0079%、碳含量 $< 0.001\%$;筛分后粉末的霍尔流速为20s,说明所制备的铂铑合金粉末适用于3D打印。

[0070] 实施例2制备的铂铑合金棒料氧含量为0.02%,喷粉后粉末氧含量为0.0053%、碳含量 $< 0.001\%$;筛分后粉末的霍尔流速为18s,说明所制备的铂铑合金粉末适用于3D打印。

[0071] 以上所述仅是本发明的优选实施方式,应当指出,对于本技术领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明原理的前提下,还可以做出若干改进和润饰,这些改进和润饰也应视为本发明的保护范围。

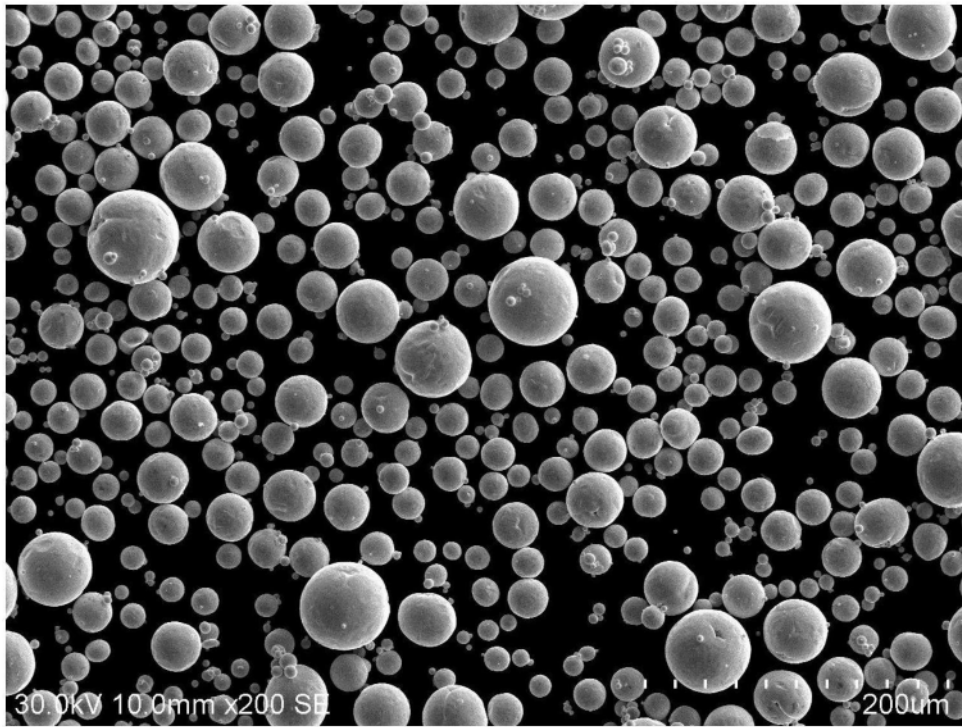


图1



图2

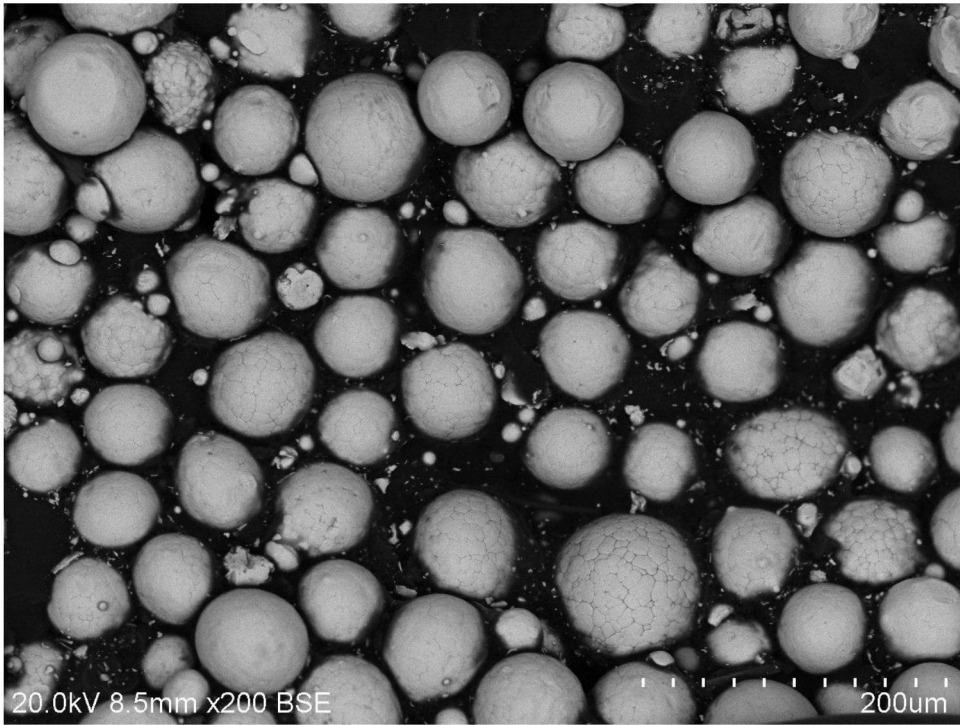


图3

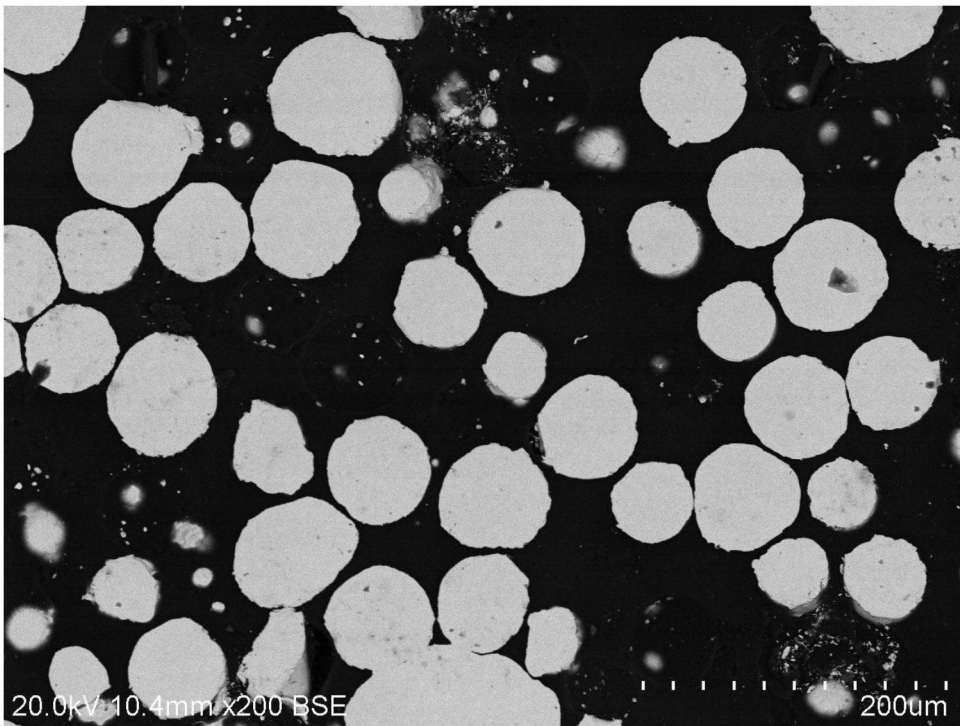


图4