



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 114558463 B

(45) 授权公告日 2022.07.15

(21) 申请号 202210454797.7

B01D 69/12 (2006.01)

(22) 申请日 2022.04.28

B01D 71/02 (2006.01)

B01D 69/02 (2006.01)

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 114558463 A

审查员 孙黎

(43) 申请公布日 2022.05.31

(73) 专利权人 江苏七禾新材料科技有限公司

地址 215124 江苏省苏州市工业园区金鸡

湖大道99号苏州纳米城西北区2幢210

室

(72) 发明人 杨佳辉 王莉莉 吴海涛

(74) 专利代理机构 苏州根号专利代理事务所

(普通合伙) 32276

专利代理师 仇波

(51) Int. Cl.

B01D 67/00 (2006.01)

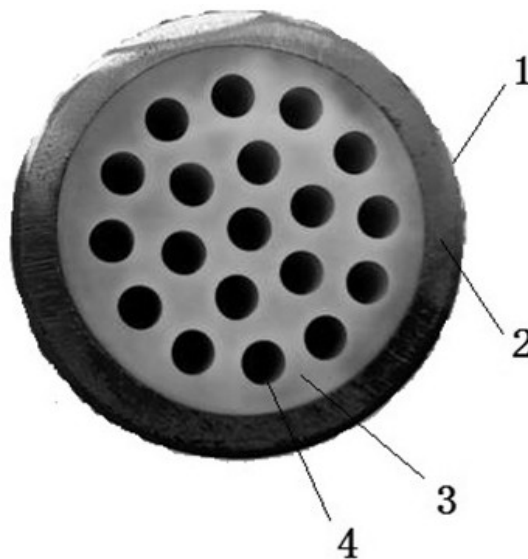
权利要求书1页 说明书8页 附图2页

(54) 发明名称

一种金属基多孔陶瓷复合膜的制备方法

(57) 摘要

本发明提供一种金属基多孔陶瓷复合膜的制备方法,包括步骤:S1获得含陶瓷粉体的悬浮液;将悬浮液涂在多孔陶瓷管的内表面,形成陶瓷内涂层;S2在多孔金属冲孔管外包裹金属丝网,将多孔陶瓷管塞入冲孔管,在冲孔管的一端设连接件,多孔陶瓷管外壁、丝网内壁和连接件间形成了腔体;S3在腔体内填充金属粉末,并在冲孔管的另一端封堵,形成组合件;S4将组合件进行烧结,陶瓷内涂层形成陶瓷膜层,金属粉末形成金属膜层,脱去金属丝网,得到金属基多孔陶瓷复合膜。金属丝网充当外模,高温下,金属粉末与冲孔管间发生相互扩散,冲孔管和丝网都对金属粉末起到定位作用;仅脱去金属丝网,带着冲孔管的复合膜具有更高的机械强度且膜层完整。



1. 一种金属基多孔陶瓷复合膜的制备方法,其特征在于,包括如下步骤:

S1、获得包含陶瓷粉体的悬浮液;将所述悬浮液涂覆在多孔陶瓷管的内表面,形成陶瓷内涂层,得到具有陶瓷内涂层的多孔陶瓷管;

S2、准备多孔金属冲孔管,在所述多孔金属冲孔管外包裹金属丝网,将所述具有陶瓷内涂层的多孔陶瓷管塞入所述多孔金属冲孔管,并在所述多孔金属冲孔管的一端部设置环形连接件,所述多孔陶瓷管的外壁、所述金属丝网的内壁和所述环形连接件之间形成了腔体;

S3、在S2步骤形成的所述腔体内填充金属粉末,并在所述多孔金属冲孔管的另一端部设置另一环形连接件进行封堵,从而形成组合件;

S4、将所述组合件置于高温炉中在真空或者惰性气氛中烧结,所述陶瓷内涂层形成陶瓷膜层,所述金属粉末形成金属膜层,脱去所述金属丝网,得到金属基多孔陶瓷复合膜。

2. 根据权利要求1所述金属基多孔陶瓷复合膜的制备方法,其特征在于:所述金属粉末的材料为不锈钢或钛,所述金属粉末的粒径为 $5 \sim 200 \mu\text{m}$ 。

3. 根据权利要求1所述金属基多孔陶瓷复合膜的制备方法,其特征在于:所述金属膜层的厚度为 $0.2 \sim 5 \text{ mm}$ 。

4. 根据权利要求1所述金属基多孔陶瓷复合膜的制备方法,其特征在于:所述陶瓷膜层的孔径范围为 $0.01 \sim 0.5 \mu\text{m}$ 、厚度为 $2 \sim 200 \mu\text{m}$ 。

5. 根据权利要求1所述金属基多孔陶瓷复合膜的制备方法,其特征在于:所述多孔陶瓷管为单通道或多通道,其管壁上多孔的平均孔径为 $0.05 \sim 5 \mu\text{m}$,所述单通道多孔陶瓷管的外径 $4 \sim 50 \text{ mm}$,壁厚 $0.2 \sim 2 \text{ mm}$;所述多通道多孔陶瓷管的外径 $4 \sim 50 \text{ mm}$,横截面开孔面积占比 $35 \sim 75 \%$ 。

6. 根据权利要求1所述金属基多孔陶瓷复合膜的制备方法,其特征在于:所述环形连接件的材质为陶瓷或金属。

7. 根据权利要求1所述金属基多孔陶瓷复合膜的制备方法,其特征在于:所述烧结的温度为 $700 \sim 1350 \text{ }^\circ\text{C}$,保温时间 $0.5 \sim 5 \text{ h}$ 。

8. 根据权利要求1所述金属基多孔陶瓷复合膜的制备方法,其特征在于:所述金属丝网的网孔的目数为 $80 \sim 1000$ 目。

9. 根据权利要求1所述金属基多孔陶瓷复合膜的制备方法,其特征在于:所述多孔金属冲孔管的材料为不锈钢或钛。

10. 根据权利要求1所述金属基多孔陶瓷复合膜的制备方法,其特征在于:所述多孔金属冲孔管的内径为 $5 \sim 60 \text{ mm}$ 、壁厚为 $0.5 \sim 3 \text{ mm}$,其管壁上的多孔孔径为 $0.3 \sim 5 \text{ mm}$ 。

一种金属基多孔陶瓷复合膜的制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于粉末冶金多孔材料制备技术领域,具体涉及一种金属基多孔陶瓷复合膜的制备方法和金属基多孔陶瓷复合膜。

背景技术

[0002] 膜分离设备中使用的膜按其材料可以分为有机膜和无机膜两大类,其中,无机膜又可分为陶瓷膜和金属膜两种。

[0003] 有机膜在使用过程中较易发生被有机溶剂腐蚀、不耐强酸强碱腐蚀、不耐温、寿命短;相对于有机膜来说,陶瓷膜作为目前常用的一种膜材料,具有化学稳定性好、机械强度大、耐高温、分离效率高等优点。但是陶瓷膜导热率低、抗热震性能较差,在高温条件下使用容易发生断裂;而金属膜虽具有强度高、可焊接、抗腐蚀等优点,但其过滤精度较低,无法用来分离微小颗粒。金属陶瓷复合膜可以结合陶瓷膜和金属膜的优点,成为一种新型的膜材料。

[0004] 金属陶瓷复合膜材料最常用的方法是在多孔金属材料表面制备陶瓷层,如公开号为CN102154675A、CN104437112A和CN107297151A等,采用电脉沉积、喷涂等工艺在多孔金属表面制备涂层,再通过热处理获得。此技术制备的膜材料膜层优劣与多孔金属的孔径、均匀性有直接关系;采用小孔径多孔金属或抛光处理的基体可制得的膜层均匀性较好,但正是由于金属表面平整或光洁,与陶瓷的结合度有限。专利CN108144457A为提高结合力,将金属粉末与陶瓷粉末配置成不同的混合涂层材料,分次分层制备于多孔金属表面。此法虽然提高结合强度,但此工艺工序复杂成本高,并且由于各涂层粉末粒径不同,烧结收缩情况不一样,烧结后容易产生裂纹,导致成品率低,生产成本高。专利CN102836642A和CN103585897A采用的技术是将金属粉末与陶瓷粉末一次成型,再采用共烧结技术将其烧结,形成高强度的复合膜材料。此工艺生产的膜材料金属与陶瓷层之间的结合力提高,但膜层均匀性有待提高,性能与陶瓷膜材料相比仍然有较大差距。

[0005] 为进一步提高复合膜性能,专利CN111229058B公开了一种带金属保护层的陶瓷复合膜制备工艺,包括陶瓷膜、刚性外模及封头。将制备陶瓷膜保护层的放入由陶瓷膜、耐高温刚性外模及封头组成的模具内,在真空或还原气氛下高温烧结,卸去外模形成带有金属保护层的陶瓷复合膜材料,此法可在保证陶瓷膜层性能的同时获得金属的高强度。但该方法中,如果采用金属外模,那么金属粉末容易模具烧结在一起,脱模困难;而采用陶瓷模具,在烧结过程中粉末烧结收缩,会产生轴向的拉伸应力,金属膜层容易开裂,不仅无法对陶瓷膜产生有效的保护作用,还会产生内应力,更容易发生陶瓷管断裂的风险;即便没有发生上述两个问题,模具在高温条件下会产生蠕变,也将导致模具无法再利用,生产成本居高不下。

[0006] 专利CN110899703A公布了一种高空隙率金属膜的制备方法,该方法将填装在金属中,烧结完成后利用酸溶液将金属模具腐蚀掉制得金属膜,该方法虽然适用于金属膜的制备,但为了提高模具的强度,其金属外模的壁厚较大,并且由于其结构的密闭性,腐蚀将会

从外模的外层和内膜的内侧开始,若要得到完整的金属膜,势必需要将模具完全腐蚀尽,这势必会需要大量的酸进行腐蚀。

[0007] 鉴于以上的技术存在的问题,我们急需寻求一种工艺简单且节约成本的复合膜的制备方法和强度高的复合膜。

发明内容

[0008] 鉴于此,本发明的目的是提供一种工艺简单,节约成本的金属基多孔陶瓷复合膜的制备方法,制备得到的金属基多孔陶瓷复合膜的强度高,可直接焊接连接,膜层精度高、性能好,完全适用于石油化工领域的高温、高压、高粘度等恶劣体系下分离工艺。

[0009] 本发明的目的在于提供一种金属基多孔陶瓷复合膜的制备方法,包括如下步骤:

[0010] S1、获得包含陶瓷粉体的悬浮液;将所述悬浮液涂覆在多孔陶瓷管的内表面,形成陶瓷内涂层,得到具有陶瓷内涂层的多孔陶瓷管;

[0011] S2、准备多孔金属冲孔管,在所述多孔金属冲孔管外包裹金属丝网,将所述具有陶瓷内涂层的多孔陶瓷管塞入所述多孔金属冲孔管,并在所述多孔金属冲孔管的一端部设置环形连接件,所述多孔陶瓷管的外壁、所述金属丝网的内壁和所述环形连接件之间形成了腔体;

[0012] S3、在S2步骤形成的所述腔体内填充金属粉末,并在所述多孔金属冲孔管的另一端部设置另一环形连接件进行封堵,从而形成组合件;

[0013] S4、将所述组合件置于高温炉中在真空或者惰性气氛中烧结,所述陶瓷内涂层形成陶瓷膜层,所述金属粉末形成所述金属膜层,脱去所述金属丝网,得到金属基多孔陶瓷复合膜。

[0014] 具体的,所述金属粉末的材料为不锈钢或钛,所述金属粉末的粒径为 $5 \sim 200 \mu\text{m}$ 。

[0015] 具体的,所述金属膜层的厚度为 $0.2 \sim 5 \text{ mm}$ 。本发明中所述金属膜层的厚度是指冲孔管与陶瓷管之间金属粉末烧结后的厚度,不包括冲孔管的厚度。

[0016] 具体的,所述陶瓷膜层的孔径范围为 $0.01 \sim 0.5 \mu\text{m}$ 、厚度为 $2 \sim 200 \mu\text{m}$ 。

[0017] 具体的,所述多孔陶瓷管为单通道或多通道,其管壁上多孔的平均孔径为 $0.05 \sim 5 \mu\text{m}$,所述单通道多孔陶瓷管的外径 $4 \sim 50 \text{ mm}$,壁厚 $0.2 \sim 2 \text{ mm}$;所述多通道多孔陶瓷管的外径 $4 \sim 50 \text{ mm}$,横截面开孔面积占比 $35 \sim 75 \%$ 。本发明工艺主要是依靠金属膜层提供强度与可焊接特性,因此多孔陶瓷管的壁厚可比常规陶瓷膜的壁厚小,单通道多孔陶瓷管厚度可降低 75% 以上(比如常规多孔陶瓷管壁厚为 2 mm ,可以降至 0.5 mm 以下)。目前商业的多通道多孔陶瓷膜管横截面开孔面积占比为 30% ,本发明可以通过减小孔间距,将横截面开孔面积占比提升至 75% 。

[0018] 具体的,所述环形连接件的材质为陶瓷或金属,所述烧结的温度为 $700 \sim 1350 \text{ }^\circ\text{C}$,保温时间 $0.5 \sim 5 \text{ h}$ 。

[0019] 具体的,所述金属丝网的网孔的目数为 $80 \sim 1000$ 目。设置金属丝网的目的是防止金属粉末从多孔金属冲孔管的孔流出。

[0020] 具体的,所述多孔金属冲孔管的材料与金属粉末的材料相同,为不锈钢或钛,以有利于与多孔金属冲孔管烧结连接。

[0021] 具体的,所述多孔金属冲孔管的内径为 $5 \sim 60 \text{ mm}$ 、壁厚为 $0.5 \sim 3 \text{ mm}$,其管壁上

的多孔孔径为0.3 ~ 5 mm;多孔金属冲孔管的孔径要远大于金属粉末的粒径,使得金属粉末能顺利存于多孔金属冲孔管的孔道内,在烧结过程中与多孔金属冲孔管发生金属间扩散实现烧结。

[0022] 众所周知,金属粉末烧结会发生烧结收缩,而通过上述烧结实验发现,通过上述工艺烧结能使金属粉末的位置保持相对固定,因此,可保留松装条件下的孔隙率,使复合膜材料的金属膜层有更好的渗透性。本发明克服了现有技术中使用外模成本高的缺点,通过引入冲孔管提高复合膜的机械强度,提出了新的制备工艺,具有如下优点:

[0023] 1、本发明将金属丝网包裹在多孔金属冲孔管外,金属丝网充当外模的作用,在高温条件下,金属粉末与多孔金属冲孔管之间发生相互扩散,多孔金属冲孔管和金属丝网都对金属粉末起到很好的定位作用,有利于均匀金属膜层的形成;最终仅脱去金属丝网,带着多孔金属冲孔管的复合膜具有更高的机械强度且膜层完整;

[0024] 2、无需现有技术中的最外层的模具,工艺简单,通过此共烧技术实现陶瓷膜层与金属膜层的共烧,节约了成本。

[0025] 3、使用多孔金属冲孔管取代了金属膜层的厚度,在强度方面相同厚度下多孔金属冲孔管强度更高,在原材料成本方面,多孔金属冲孔管成本比金属粉末成本更具优势。

附图说明

[0026] 附图1为实施例1金属基多孔陶瓷复合膜的截面图;

[0027] 附图2为实施例1金属基多孔陶瓷复合膜的侧视图;

[0028] 附图3为对比例3多次热震测试后陶瓷膜侧视图;

[0029] 附图4为对比例4烧结后金属陶瓷复合膜侧视图;

[0030] 其中,1-金属丝网;2-多孔金属冲孔管;3-多孔陶瓷管;4-陶瓷膜层;5-金属膜层。

具体实施方式

[0031] 为了能够解决现有技术中上述问题,研发出一种工艺简单,节约成本的金属陶瓷复合膜的制备方法是迫在眉睫的,并且希望制备得到金属基多孔陶瓷复合膜的强度高,膜层完整。本发明提供一种金属基多孔陶瓷复合膜的制备方法,包括如下步骤:

[0032] S1、获得包含陶瓷粉体的悬浮液(一般由陶瓷粉体、粘结剂、分散剂、溶剂按比例配置而成;包含陶瓷粉体的悬浮液采用现有技术的配方即可);将所述悬浮液涂覆在多孔陶瓷管3(单通道或多通道,多孔陶瓷管3管壁上多孔的平均孔径为0.05 ~ 5 μm ;单通道多孔陶瓷管的外径4 ~ 50 mm,壁厚0.2 ~ 2 mm;多通道多孔陶瓷管的外径4 ~ 50 mm,横截面开孔面积占比35~75 %)的内表面,形成陶瓷内涂层,得到具有陶瓷内涂层的多孔陶瓷管3;

[0033] S2、准备多孔金属冲孔管2(材料为不锈钢或钛、内径为5 ~ 60 mm、壁厚为0.5 ~ 3 mm,多孔金属冲孔管2管壁上的多孔孔径为0.3 ~ 5 mm),在所述多孔金属冲孔管2外包裹金属丝网1(材料为不锈钢或钛、金属丝网1网孔的目数为80 ~ 1000目),将所述具有陶瓷内涂层的多孔陶瓷管3塞入所述多孔金属冲孔管2,并在所述多孔金属冲孔管2的一端部设置环形连接件(材质为陶瓷或金属),所述多孔陶瓷管3的外壁、所述金属丝网1的内壁和所述环形连接件之间形成了腔体;

[0034] S3、在S2步骤形成的所述腔体内填充金属粉末(材料为不锈钢或钛、粒径为5 ~

200 μm),并在所述多孔金属冲孔管2的另一端部设置另一环形连接件进行封堵,从而形成组合件;

[0035] S4、将所述组合件置于高温炉中在真空或者惰性气氛中烧结(烧结温度为700 ~ 1350 $^{\circ}\text{C}$,保温时间0.5 ~ 5 h),所述陶瓷内涂层形成陶瓷膜层4(孔径范围为0.01 ~ 0.5 μm 、厚度为2 ~ 200 μm),所述金属粉末形成所述金属膜层5(厚度为0.2 ~ 5 mm),脱去所述金属丝网1,得到金属基多孔陶瓷复合膜。

[0036] 如附图1的截面图所示,多通道即陶瓷基体中有多个流通通道,类似于蜂窝煤,多通道能够增加流过的面积。

[0037] 本发明中的多孔陶瓷管3为单层或多层结构。本发明工艺主要是依靠金属膜层提供强度与可焊接特性,因此多孔陶瓷管3的壁厚可比常规陶瓷膜的壁厚小。

[0038] 本发明中的环形连接件的材质为陶瓷或金属。当环形连接件为陶瓷时,需要选择耐高温的陶瓷,以确保与金属粉末层的厚度保持均匀;当环形连接件为金属时,需要选用与金属粉末的金属材料相同或相近的金属环形连接件,可以与金属粉末烧结形成一体,以方便后期与其他金属件焊接连接。

[0039] 本发明中的高温烧结温度与金属粉末的粒径大小有关。一般情况下,粒径较大的金属粉末比粒径较小的金属粉末的烧结温度要高,保温时间要更长。如果小粒径的金属粉末使用很高温度烧结会过于致密,从而影响过滤效果。

[0040] 在烧结过程中金属粉末与多孔金属冲孔管2发生金属间扩散实现烧结。多孔金属冲孔管2的孔径一般都比较大,基本均大于0.3 mm,而金属粉末则比较小,如本申请中选用平均粒径5 ~ 200 μm 的金属粉末,此时金属粉末会从多孔金属冲孔管2中漏出来而无法成型。为了防止金属粉末从多孔金属冲孔管2的孔流出,在多孔金属冲孔管2外包覆了金属丝网1。本发明还可以根据实际需要通过对包裹多层金属丝网1实现对多孔金属冲孔管2的包裹。

[0041] 众所周知,金属粉末烧结会发生烧结收缩,而通过上述烧结实验发现,通过上述工艺烧结能使金属粉末的位置保持相对固定,因此可保留松装条件下的孔隙率,使复合膜材料的金属膜层有更好的渗透性。

[0042] 本发明还提供一种金属基多孔陶瓷复合膜,由上述制备方法制备得到。

[0043] 下面结合具体实施例对本发明做进一步详细的说明,但本发明并不限于以下实施例。实施例中采用的实施条件可以根据具体使用的不同要求做进一步调整,未注明的实施条件为本行业中的常规条件。

[0044] 实施例1

[0045] 本实施例提供一种金属基多孔陶瓷复合膜的制备方法,包括如下步骤:

[0046] S1、获得包含陶瓷粉体的悬浮液;将悬浮液涂覆在多孔陶瓷管3(19通道,外径31 mm,横截面开孔占比59.8%;多孔陶瓷管3管壁上的多孔平均孔径为5 μm)的内表面,形成陶瓷内涂层,得到具有陶瓷内涂层的多孔陶瓷管3;

[0047] S2、准备多孔金属冲孔管2(不锈钢,内径为36 mm,壁厚为2 mm,多孔金属冲孔管2管壁上的孔径为3 mm),在多孔金属冲孔管2外包裹金属丝网1(不锈钢,孔的目数为200目),将具有陶瓷内涂层的多孔陶瓷管3塞入多孔金属冲孔管2,并在多孔金属冲孔管2的一端部设置环形连接件(金属),多孔陶瓷管3的外壁、金属丝网1的内壁和环形连接件之间形成了腔体;

[0048] S3、在S2步骤形成的腔体内填充金属粉末(不锈钢,粒径为100 μm),并在多孔金属冲孔管2的另一端部设置另一环形连接件进行封堵,从而形成组合件;

[0049] S4、将组合件置于高温炉(烧结温度为1300 $^{\circ}\text{C}$)中在真空或者惰性气氛中烧结(保温时间3 h),陶瓷内涂层形成陶瓷膜层4(厚度为100 μm 、孔径0.2 μm),金属粉末形成金属膜层5(厚度为2.5 mm),脱去金属丝网1,得到金属基多孔陶瓷复合膜。

[0050] 实施例2

[0051] 本实施例提供一种金属基多孔陶瓷复合膜的制备方法,包括如下步骤:

[0052] S1、获得包含陶瓷粉体的悬浮液;将悬浮液涂覆在多孔陶瓷管3(61通道,外径50 mm,横截面开孔占比73.8%,多孔陶瓷管3管壁上的多孔平均孔径为3 μm)的内表面,形成陶瓷内涂层,得到具有陶瓷内涂层的多孔陶瓷管3;

[0053] S2、准备多孔金属冲孔管2(不锈钢,内径为60 mm,壁厚为2 mm,多孔金属冲孔管2管壁上的孔径为3 mm),在多孔金属冲孔管2外包裹金属丝网1(不锈钢,孔的目数为200目),将具有陶瓷内涂层的多孔陶瓷管3塞入多孔金属冲孔管2,并在多孔金属冲孔管2的一端部设置环形连接件(金属),多孔陶瓷管3的外壁、金属丝网1的内壁和环形连接件之间形成了腔体;

[0054] S3、在S2步骤形成的腔体内填充金属粉末(不锈钢,粒径为200 μm),并在多孔金属冲孔管2的另一端部设置另一环形连接件进行封堵,从而形成组合件;

[0055] S4、将组合件置于高温炉(烧结温度为1350 $^{\circ}\text{C}$)中在真空或者惰性气氛中烧结(保温时间5 h),陶瓷内涂层形成陶瓷膜层4(厚度为200 μm 、孔径0.5 μm),金属粉末形成金属膜层5(厚度为5 mm),脱去金属丝网1,得到金属基多孔陶瓷复合膜。

[0056] 实施例3

[0057] 本实施例提供一种金属基多孔陶瓷复合膜的制备方法,包括如下步骤:

[0058] S1、获得包含陶瓷粉体的悬浮液;将悬浮液涂覆在多孔陶瓷管3(单通道,外径4 mm,壁厚0.2 mm,多孔陶瓷管3管壁上的多孔平均孔径为1 μm)的内表面,形成陶瓷内涂层,得到具有陶瓷内涂层的多孔陶瓷管3;

[0059] S2、准备多孔金属冲孔管2(不锈钢,内径为5 mm,壁厚为0.5 mm,多孔金属冲孔管2管壁上的孔径为0.3 mm),在多孔金属冲孔管2外包裹金属丝网1(不锈钢,孔的目数为300目),将具有陶瓷内涂层的多孔陶瓷管3塞入多孔金属冲孔管2,并在多孔金属冲孔管2的一端部设置环形连接件(金属),多孔陶瓷管3的外壁、金属丝网1的内壁和环形连接件之间形成了腔体;

[0060] S3、在S2步骤形成的腔体内填充金属粉末(不锈钢,粒径为50 μm),并在多孔金属冲孔管2的另一端部设置另一环形连接件进行封堵,从而形成组合件;

[0061] S4、将组合件置于高温炉(烧结温度为850 $^{\circ}\text{C}$)中在真空或者惰性气氛中烧结(保温时间3h),陶瓷内涂层形成陶瓷膜层4(厚度为40 μm 、孔径0.1 μm),金属粉末形成金属膜层5(厚度为0.5 mm),脱去金属丝网1,得到金属基多孔陶瓷复合膜。

[0062] 实施例4

[0063] 本实施例提供一种金属基多孔陶瓷复合膜的制备方法,其与实施例1基本相同,不同之处在于:横截面开孔占比35%,金属丝网1孔的目数为800目,金属粉末的粒径为20 μm ,烧结温度800 $^{\circ}\text{C}$,保温时间2.5 h,制得的陶瓷膜层平均孔径0.03 μm 。

[0064] 实施例5

[0065] 本实施例提供一种金属基多孔陶瓷复合膜的制备方法,其与实施例1基本相同,不同之处在于:横截面开孔占比45%,金属丝网1孔的目数为1000目,金属粉末的粒径为5 μm ,烧结温度700 $^{\circ}\text{C}$,保温时间0.5 h,制得的陶瓷膜层平均孔径0.01 μm 。

[0066] 实施例6

[0067] 本实施例提供一种金属基多孔陶瓷复合膜的制备方法,其与实施例1基本相同,不同之处在于:横截面开孔占比60%,金属丝网1孔的目数为1000目,金属粉末的粒径为10 μm ,烧结温度750 $^{\circ}\text{C}$,保温时间1 h,制得的陶瓷膜层平均孔径0.05 μm 。

[0068] 实施例7

[0069] 本实施例提供一种金属基多孔陶瓷复合膜的制备方法,其与实施例1基本相同,不同之处在于:横截面开孔占比75%,金属丝网1孔的目数为100目,金属粉末的粒径为150 μm ,烧结温度1300 $^{\circ}\text{C}$,保温时间5 h,制得的陶瓷膜层平均孔径0.4 μm 。

[0070] 对比例1

[0071] 本对比例提供一种金属基多孔陶瓷复合膜的制备方法,其与实施例1基本相同,不同之处在于:S2中,没有添加金属丝网的步骤,由于金属粉末会从多孔金属冲孔管的孔中漏出,因此无法完成复合膜的制备。

[0072] 对比例2

[0073] 本对比例提供一种金属基多孔陶瓷复合膜的制备方法,其与实施例1基本相同,不同之处在于:S2中,没有添加多孔金属冲孔管的步骤,则无法完成复合膜的制备。

[0074] 对比例3

[0075] 本对比例提供一种陶瓷膜的制备方法,其与实施例1基本相同,不同之处在于:没有S2和S3步骤,即没有采用多孔金属冲孔管、金属丝网和添加金属粉末的步骤,仅保留具有陶瓷膜层4的多孔陶瓷管3。如图3所示,经过抗热震性能测试,对比例3制备得到的陶瓷膜出现了断裂。

[0076] 对比例4

[0077] 本对比例提供一种现有技术中金属基多孔陶瓷复合膜的制备方法,包括如下步骤:

[0078] S1、获得包含陶瓷粉体的悬浮液;将悬浮液涂覆在多孔陶瓷管(同实施例1)的内表面,得到具有陶瓷涂层的多孔陶瓷管;

[0079] S2、将具有陶瓷膜层的多孔陶瓷管穿过S2步骤形成的圆柱体模具的中空部位,并在圆柱体模具的一端部设置环形连接件,多孔陶瓷管的外壁、圆柱体模具内壁和环形连接件之间形成了腔体;

[0080] S3、在S2步骤形成的腔体内填充金属粉末(同实施例1),并在圆柱体模具的另一端部设置另一环形连接件进行封堵,从而形成组合件;

[0081] S4、将组合件在真空气氛的烧结炉中进行烧结热处理(同实施例1),陶瓷涂层形成陶瓷膜层,金属粉末形成金属膜层,脱去圆柱体模具,得到金属基多孔陶瓷复合膜,金属膜层开裂,参照图4。

[0082] 将上述实施例1-7和对比例1-4样品采用泡点法的孔径分析仪测试孔径、阿基米德原理法测试孔隙率、测试抗热震性能(方法如下:将样品加热到500度,保温30 min,然后放

入凉水中进行快速冷却,观察多个周期后样品表面是否出现裂纹或者断裂),得到的数据如下:

[0083]

编号	金属膜层 孔隙率 %	陶瓷膜层 平均孔径 μm	抗热震性能
实施例1	62	0.2	不开裂
实施例2	65	0.5	不开裂
实施例3	55	0.1	不开裂
实施例4	51	0.03	不开裂
实施例5	46	0.01	不开裂
实施例6	49	0.05	不开裂
实施例7	64	0.4	不开裂
对比例1	无	无	无
对比例2	无	无	无
对比例3	无	0.27	3个周期后 陶瓷膜断裂
对比例4	62	0.2	金属层有裂 纹,裂纹处 更容易

[0084] 将实施例1-7与对比例1相比,我们可以看出,对比例1由于没有添加金属丝网的步骤,金属粉末会从多孔金属冲孔管的孔中漏出,因此无法完成复合膜的制备。

[0085] 将实施例1-7与对比例2相比,我们可以看出,对比例2由于没有添加多孔金属冲孔管的步骤,则无法完成复合膜的制备。

[0086] 将实施例1-7与对比例3相比,我们可以看出,对比例3由于没有添加金属粉末、多孔金属冲孔管和金属丝网,只有多孔陶瓷管,对比例3的抗热震性均较差,在3个周期的测试后,陶瓷膜层的表面出现了裂纹。

[0087] 将实施例1-7与对比例4相比,我们可以看出,对比例4的最外层是金属层,无多孔金属冲孔管的设置烧结完后金属膜层表面有开裂。

[0088] 从上述实施例和对比例测试的结果可以看出:

[0089] 1、本发明将金属丝网包裹在多孔金属冲孔管外,金属丝网充当外模的作用,在高温条件下,金属粉末与多孔金属冲孔管之间发生相互扩散,多孔金属冲孔管和金属丝网都对金属粉末起到很好的定位作用,有利于均匀金属膜层的形成;最终仅脱去金属丝网,带着

多孔金属冲孔管的复合膜具有更高的机械强度且膜层完整；

[0090] 2、无需现有技术中的最外层的模具，工艺简单，节约了成本；

[0091] 3、使用多孔金属冲孔管取代了金属膜层的厚度，在强度方面相同厚度下多孔金属冲孔管强度更高，在原材料成本方面，多孔金属冲孔管成本比金属粉末成本更具优势；

[0092] 4、丝网还可以重复利用，即便剥离后有破损也可以修补后重复利用。

[0093] 显然，本领域的技术人员可以对本发明进行各种改动和变型而不脱离本发明的精神和范围。这样，倘若本发明的这些修改和变型属于本发明权利要求及其等同技术的范围之内，则本发明也意图包含这些改动和变型在内。

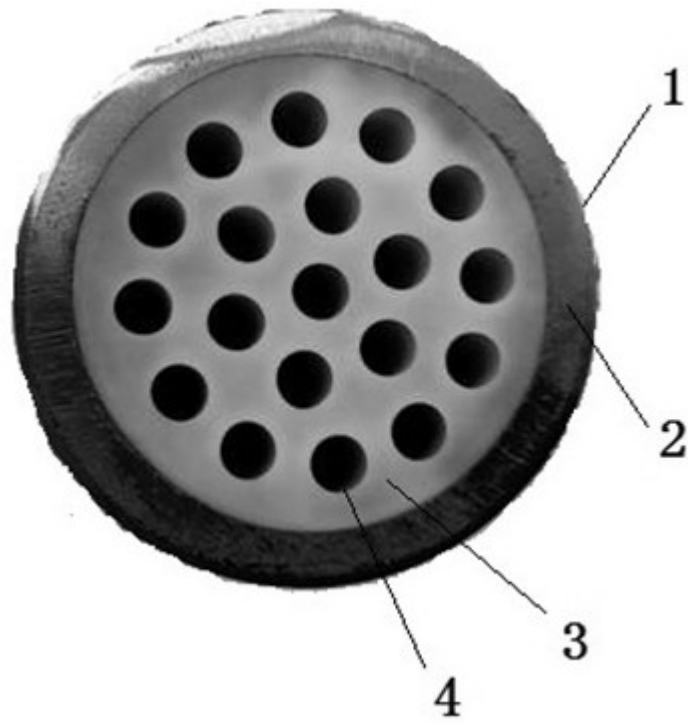


图1

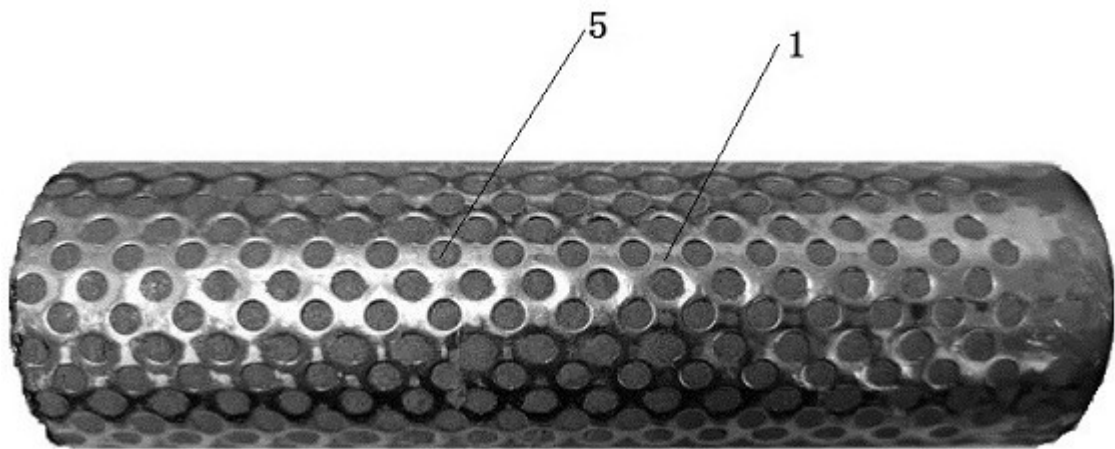


图2



图3



图4