



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103801704 A

(43) 申请公布日 2014. 05. 21

(21) 申请号 201410072789. 1

(22) 申请日 2014. 02. 28

(71) 申请人 昆山德泰新材料科技有限公司

地址 215321 江苏省苏州市昆山市张浦镇俱
巷路 118 号

(72) 发明人 朱胜利

(74) 专利代理机构 北京品源专利代理有限公司

11332

代理人 巩克栋 侯桂丽

(51) Int. Cl.

B22F 9/08 (2006. 01)

B22F 3/105 (2006. 01)

B22F 3/115 (2006. 01)

权利要求书1页 说明书4页

(54) 发明名称

一种适用于 3D 打印的成型铜粉、制备方法及其用途

(57) 摘要

本发明属于三维打印用材料领域,公开了一种 3D 打印用成型铜粉材料及其制备方法。该方法采用氩气保护炉熔炼 TU0 无氧铜至 1250 ~ 1400℃,通过炉底吹氩来去除熔融铜液内的夹杂,使铜液完全熔化并温度均匀。将熔融的铜液在氩气保护下注入漏包坩埚,在稳定微压下铜液通过漏包坩埚和导流嘴流经雾化喷嘴,被喷嘴射出的预热音速氩气流冲刷铜液表面产生剪切力和挤压力,使铜液变形、液流直径不断减小,并最终形成小液滴,然后在雾化室冷却制得球形金属粉末。该制备方法制得的 3D 打印铜粉得粉率高、球形度高、含氧量小于 500ppm、粒径小于 10 μ m 且分布窄。

1. 一种适用于 3D 打印的成型铜粉,其特征在于,所述铜粉含氧量小于 500ppm,粒径小于 $10\mu\text{m}$,粒径均一。

2. 一种如权利要求 1 所述的适用于 3D 打印的成型铜粉的制备方法,其特征在于,所述方法包括如下步骤:

(1) 将无氧铜放入中频感应炉内,在氩气保护下加热使无氧铜完全融化,然后通过中频感应炉底部的预埋式气体扩散器,向铜液内吹氩气;

(2) 将得到的铜液在氩气保护下注入漏包坩埚中,在漏包坩埚的下方设置有层流超声雾化喷嘴,当熔融的铜液通过导流嘴流经层流超声雾化喷嘴时,被从喷嘴射出的经过预处理的氩气破碎成小液滴,随后小液滴下落到雾化室内冷却凝固成粉末,得到适用于 3D 打印的成型铜粉。

3. 如权利要求 2 所述的方法,其特征在于,所述无氧铜为 TU0 无氧铜。

4. 如权利要求 2 或 3 所述的方法,其特征在于,步骤(1)加热温度为 $1250\sim 1400^{\circ}\text{C}$,优选 $1283\sim 1383^{\circ}\text{C}$ 。

5. 如权利要求 2-4 之一所述的方法,其特征在于,步骤(2)将得到的铜液在压力为 $1\sim 5\text{KPa}$ 的氩气保护下注入漏包坩埚,优选将得到的铜液在压力为 $1\sim 2\text{KPa}$ 的氩气保护下注入漏包坩埚。

6. 如权利要求 2-5 之一所述的方法,其特征在于,步骤(2)所述预处理的温度为 $200\sim 400^{\circ}\text{C}$,优选 $300\sim 400^{\circ}\text{C}$ 。

7. 如权利要求 2-6 之一所述的方法,其特征在于,步骤(2)氩气在 $7\sim 10\text{MPa}$ 的雾化压力下从喷嘴射出。

8. 如权利要求 2-7 之一所述的方法,其特征在于,所述雾化室先抽真空,再充入氩气使雾化室内压力 $300\sim 900\text{Pa}$,优选 $380\sim 820\text{Pa}$ 。

9. 如权利要求 2-8 之一所述的方法,其特征在于,所述方法包括如下步骤:

(1) 将无氧铜放入中频感应炉内,在氩气保护下加热至 $1250\sim 1400^{\circ}\text{C}$ 使无氧铜完全融化,然后通过中频感应炉底部的预埋式气体扩散器,向铜液内吹氩气;

(2) 将得到的铜液在氩气保护下注入漏包坩埚中,在漏包坩埚的下方设置有层流超声雾化喷嘴,当熔融的铜液通过导流嘴流经层流超声雾化喷嘴时,被从喷嘴射出的经过 $200\sim 400^{\circ}\text{C}$ 预处理的氩气破碎成小液滴,随后小液滴下落到雾化室内冷却凝固成粉末,得到适用于 3D 打印的成型铜粉,其中所述雾化室先抽真空,再充入氩气使雾化室内压力 $300\sim 900\text{Pa}$ 。

10. 一种如权利要求 1 所述的适用于 3D 打印的成型铜粉的用途,其特征在于,其用于 3D 打印。

一种适用于 3D 打印的成型铜粉、制备方法及其用途

技术领域

[0001] 本发明属于 3D 打印用材料领域,涉及一种 3D 打印用高性能成型铜粉材料、制备方法及其用途,该铜粉材料适用于激光烧结。

背景技术

[0002] 3D 打印被称为“第三次工业革命的引擎”,目前激光烧结和选择性激光烧结将 3D 打印带入了“金属时代”。有专家指出,3D 打印的核心是它对传统制造模式的颠覆,因此,从某种意义上说,3D 打印最关键的不是机械制造,而是材料研发。材料将成为 3D 打印的技术制高点。一方面,高性能金属构件直接制造技术与适宜的材料配合可以显著提高材料利用率,降低制造成本,避免材料浪费,缩短生产周期;另一方面,高性能金属构件直接制造技术可以制造出用传统制造方法无法获得的构件形状,力学性能也较好,还能实现多材料复合成型。与此同时,用于高性能的金属零件直接制造的特种粉体材料将是该技术发展的基础与保障。只有提升材料工艺,利用 3D 打印技术生产高性能、难加工的大型复杂整体构件才能成为可能。因此,研发适用于金属零件激光直接制造的粉体材料是 3D 打印技术的重要发展方向和主要动力之一,它不仅可以帮助解决我国一些工业大型设备构件直接制造的技术瓶颈问题,而且也将是我国未来抢占 3D 打印增材制造技术战略制高点的重要手段。

[0003] 现阶段,我国 3D 打印用材料大都由快速成型厂家直接提供,尚未实现第三方供应通用材料的模式,导致材料的成本非常高。同时,国内尚无针对专用于 3D 打印的粉末。有些单位采用常规的喷涂粉末替代使用,存在着很多的不适用性。在 3D 打印快速成型方面,研发和生产通用性更强的材料是技术提升的关键。解决好材料的性能和成本问题,将更好地推动我国的快速成型技术的发展。国内受制粉技术所限,细粒径粉末制备困难,粉末收得率低、氧及其他杂质含量高等,在 3D 打印过程中易出现粉末熔化状态不均匀,导致制品中氧化物夹杂含量高、致密性差、强度低、结构不均匀等问题,国内粉末存在的主要问题集中在产品质量和批次稳定性等方面,包括:①粉末成分的稳定性(夹杂数量、含氧量、成分均匀性);②粉末物理性能的稳定性(粒度分布、粉末形貌、流动性、松装比等);③成品率问题(窄粒度段粉末成品率低)等。

[0004] 目前,我国 3D 打印快速成型技术使用的材料大多需从国外进口,或设备厂家自己投入巨大精力和经费研制,价格昂贵,致使生产成本提高,而国内相应使用的材料制成品其强度、精度都较低,3D 打印材料国产化已势在必行。

发明内容

[0005] 针对已有技术的问题,本发明的目的之一在于提供一种适用于 3D 打印的成型铜粉,所述铜粉含氧量小于 500ppm,粒径小于 10 μm,粒径分布窄且球形度高。

[0006] 所述铜粉含氧量例如为 20ppm、40ppm、60ppm、80ppm、100ppm、120ppm、140ppm、160ppm、180ppm、200ppm、220ppm、240ppm、260ppm、280ppm、300ppm、320ppm、340ppm、360ppm、380ppm、400ppm、420ppm、440ppm、460ppm 或 480ppm。

[0007] 所述粒径例如为 $1\mu\text{m}$ 、 $2\mu\text{m}$ 、 $3\mu\text{m}$ 、 $4\mu\text{m}$ 、 $5\mu\text{m}$ 、 $6\mu\text{m}$ 、 $7\mu\text{m}$ 、 $8\mu\text{m}$ 、 $9\mu\text{m}$ 或 $10\mu\text{m}$ 。

[0008] 将所述成型铜粉应用于 3D 打印制品中,所述粉末熔化均匀,结构均匀,氧化物夹杂少,致密性好,强度高,同时较小的粒径增加了粉末的堆积密度,并且增加了在成型期间对光束的吸收率,因此,不仅可以增加成型密度,而且可以降低表面粗糙度。

[0009] 本发明的目的之二在于提供一种如上所述的适用于 3D 打印的成型铜粉的制备方法,所述方法包括如下步骤:

[0010] (1) 将无氧铜放入中频感应炉内,在氩气保护下加热使无氧铜完全融化,然后通过中频感应炉底部的预埋式气体扩散器,向铜液内吹氩气;

[0011] (2) 将得到的铜液在氩气保护下注入漏包坩埚中,在漏包坩埚的下方设置有层流超声雾化喷嘴,当熔融的铜液通过导流嘴流经层流超声雾化喷嘴时,被从喷嘴射出的经过预热处理的氩气破碎成小液滴,随后小液滴下落到雾化室内冷却凝固成粉末,得到适用于 3D 打印的成型铜粉。

[0012] 本发明选用无氧铜作为原料,优选 TU0 无氧铜作为原料,其铜纯度高达 99.99%,氧含量小于 5ppm。本发明首先从原料上控制熔炼与熔液的纯度,减少熔液的夹杂。

[0013] 步骤(1) 加热温度为 $1250\sim 1400\text{ }^{\circ}\text{C}$,例如 $1260\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $1270\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $1280\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $1290\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $1300\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $1310\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $1320\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $1330\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $1340\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $1350\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $1360\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $1370\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $1380\text{ }^{\circ}\text{C}$ 或 $1390\text{ }^{\circ}\text{C}$,优选 $1283\sim 1383\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。在氩气气氛保护下,加热至该温度,使无氧铜原料完全融化,得到铜液。在该加热温度下,即过热度为 $150\sim 300\text{ }^{\circ}\text{C}$,优选 $200\sim 250\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

[0014] 步骤(2)将得到的铜液在压力为 $1\sim 5\text{KPa}$ 的氩气保护下注入漏包坩埚,优选将得到的铜液在压力为 $1\sim 2\text{KPa}$ 的氩气保护下注入漏包坩埚

[0015] 步骤(2)所述预热处理的温度为 $200\sim 400\text{ }^{\circ}\text{C}$,例如 $210\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $220\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $230\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $240\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $260\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $270\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $280\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $290\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $310\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $320\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $330\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $340\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $350\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $360\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $370\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $380\text{ }^{\circ}\text{C}$ 或 $390\text{ }^{\circ}\text{C}$,优选 $300\sim 400\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。预热处理温度提高到 $300\sim 400\text{ }^{\circ}\text{C}$,升温后的气流速度会提升一倍左右,将显著增加其动能。

[0016] 步骤(2)氩气在 $7\sim 10\text{MPa}$ 的雾化压力下从喷嘴射出,所述压力例如为 7.2MPa 、 7.4MPa 、 7.6MPa 、 7.8MPa 、 8MPa 、 8.2MPa 、 8.4MPa 、 8.6MPa 、 8.8MPa 、 9MPa 、 9.2MPa 、 9.4MPa 、 9.6MPa 或 9.8MPa 。

[0017] 所述雾化室先抽真空,再充入氩气使雾化室内压力 $300\sim 900\text{Pa}$,即所述雾化室的压力为 $300\sim 900\text{Pa}$,例如 350Pa 、 400Pa 、 450Pa 、 500Pa 、 550Pa 、 600Pa 、 650Pa 、 700Pa 、 750Pa 、 800Pa 或 850Pa ,优选 $380\sim 820\text{Pa}$ 。

[0018] 待无氧铜完全融化后,通过预埋在中频感应炉底部的气体扩散器向铜液内吹氩气,氩气经过预埋式气体扩散器后会形成穿透性小气泡,向铜液上穿透,在铜液中穿越的小气泡会带走 H_2 、 O_2 以及 Al_2O_3 等夹杂,去除铜液内的杂质,提高铜液的纯净度,减少铜液内的气体含量,同时使铜液温度更均匀。

[0019] 将步骤(1)得到的铜液在氩气保护氛围下注入漏包坩埚,在漏包坩埚的下方设置有层流超声雾化喷嘴,当熔融的铜液通过导流嘴流经层流超声雾化喷嘴时,经过预热处理的氩气会从喷嘴射出,突破环内外压差临界值形成音速超声气流在铜液表面产生剪切力和挤压力,使铜液变形、液流直径不断减小,发生层流纤维化并加速。当表面张力不再平衡金属流内的压力和气流压力时,失去稳定性并且破裂为“刷子状”的多个纤维丝而后进一步破碎

成小液滴。随后小液滴下落到雾化室内冷却凝固成粉末,得到适用于 3D 打印的成型铜粉。在雾化室内,预热过的氩气充当雾化介质,还降低了对铜液的冷却速率,使铜液滴能有足够的时间在表面张力的作用下形成球形。这一过程在一个稳定的气流和金属流场中进行。

[0020] 示例性的一种如上所述的适用于 3D 打印的成型铜粉的制备方法,所述方法包括如下步骤:

[0021] (1)将无氧铜放入中频感应炉内,在氩气保护下加热至 1250 ~ 1400℃使无氧铜完全融化,然后通过中频感应炉底部的预埋式气体扩散器,向铜液内吹氩气;

[0022] (2)将得到的铜液在氩气保护下注入漏包坩埚中,在漏包坩埚的下方设置有层流超声雾化喷嘴,当熔融的铜液通过导流嘴流经层流超声雾化喷嘴时,被从喷嘴射出的经过 200 ~ 400℃预热处理的氩气破碎成小液滴,随后小液滴下落到雾化室内冷却凝固成粉末,得到适用于 3D 打印的成型铜粉,其中所述雾化室先抽真空,再充入氩气使雾化室内压力 300 ~ 900Pa。

[0023] 本发明的目的之三在于提供一种如上所述的适用于 3D 打印的成型铜粉的用途,其用于 3D 打印。

[0024] 与已有技术相比,本发明具有如下有益效果:

[0025] 本发明所述方法采用无氧铜优选 TU0 无氧铜为原料,氩气保护熔炼,炉底吹氩除杂、除氧,氩气保护浇炉及氩气为雾化介质雾化来保证该 3D 打印铜粉含氧量小于 500ppm。同时使用预热氩气配合层流超声雾化喷嘴来构建雾化系统,保证该 3D 打印铜粉粒径小于 10 μ m,粒径分布窄且球形度高。此外,所述方法得到的适用于 3D 打印的成型铜粉的得粉率高。

具体实施方式

[0026] 下面通过具体实施方式来进一步说明本发明的技术方案。

[0027] 实施例 1

[0028] 一种适用于 3D 打印的成型铜粉的制备方法,所述方法包括如下步骤:

[0029] (1)将 TU0 无氧铜放入中频感应炉内,在氩气保护下加热至 1250℃使无氧铜完全融化,然后通过中频感应炉底部的预埋式气体扩散器,向铜液内吹氩气;

[0030] (2)将得到的铜液在压力为 1KPa 的氩气保护下注入漏包坩埚中,在漏包坩埚的下方设置有层流超声雾化喷嘴,当熔融的铜液通过导流嘴流经层流超声雾化喷嘴时,被在 7MPa 的雾化压力下从喷嘴射出的经过 200℃预热处理的氩气破碎成小液滴,随后小液滴下落到雾化室内冷却凝固成粉末,得到适用于 3D 打印的成型铜粉,其中所述雾化室先抽真空,再充入氩气使雾化室内压力 300Pa。

[0031] 所述铜粉含氧量小于 500ppm,粒径小于 10 μ m,粒径分布窄且球形度高。

[0032] 实施例 2

[0033] 一种适用于 3D 打印的成型铜粉的制备方法,所述方法包括如下步骤:

[0034] (1)将 TU0 无氧铜放入中频感应炉内,在氩气保护下加热至 1400℃使无氧铜完全融化,然后通过中频感应炉底部的预埋式气体扩散器,向铜液内吹氩气;

[0035] (2)将得到的铜液在压力为 5KPa 的氩气保护下注入漏包坩埚中,在漏包坩埚的下方设置有层流超声雾化喷嘴,当熔融的铜液通过导流嘴流经层流超声雾化喷嘴时,被在

10MPa 的雾化压力下从喷嘴射出的经过 400℃ 预热处理的氩气破碎成小液滴, 随后小液滴下落到雾化室内冷却凝固成粉末, 得到适用于 3D 打印的成型铜粉, 其中所述雾化室先抽真空, 再充入氩气使雾化室内压力 900Pa。

[0036] 所述铜粉含氧量小于 500ppm, 粒径小于 10 μ m, 粒径分布窄且球形度高。

[0037] 实施例 3

[0038] 一种适用于 3D 打印的成型铜粉的制备方法, 所述方法包括如下步骤:

[0039] (1) 将 TU0 无氧铜放入中频感应炉内, 在氩气保护下加热至 1283℃ 使无氧铜完全融化, 然后通过中频感应炉底部的预埋式气体扩散器, 向铜液内吹氩气;

[0040] (2) 将得到的铜液在压力为 2KPa 的氩气保护下注入漏包坩埚中, 在漏包坩埚的下方设置有层流超声雾化喷嘴, 当熔融的铜液通过导流嘴流经层流超声雾化喷嘴时, 被在 8MPa 的雾化压力下从喷嘴射出的经过 300℃ 预热处理的氩气破碎成小液滴, 随后小液滴下落到雾化室内冷却凝固成粉末, 得到适用于 3D 打印的成型铜粉, 其中所述雾化室先抽真空, 再充入氩气使雾化室内压力 500Pa。

[0041] 所述铜粉含氧量小于 500ppm, 粒径小于 10 μ m, 粒径分布窄且球形度高。

[0042] 实施例 4

[0043] 一种适用于 3D 打印的成型铜粉的制备方法, 所述方法包括如下步骤:

[0044] (1) 将 TU0 无氧铜放入中频感应炉内, 在氩气保护下加热至 1383℃ 使无氧铜完全融化, 然后通过中频感应炉底部的预埋式气体扩散器, 向铜液内吹氩气;

[0045] (2) 将得到的铜液在压力为 3KPa 的氩气保护下注入漏包坩埚中, 在漏包坩埚的下方设置有层流超声雾化喷嘴, 当熔融的铜液通过导流嘴流经层流超声雾化喷嘴时, 被在 9MPa 的雾化压力下从喷嘴射出的经过 350℃ 预热处理的氩气破碎成小液滴, 随后小液滴下落到雾化室内冷却凝固成粉末, 得到适用于 3D 打印的成型铜粉, 其中所述雾化室先抽真空, 再充入氩气使雾化室内压力 700Pa。

[0046] 所述铜粉含氧量小于 500ppm, 粒径小于 10 μ m, 粒径分布窄且球形度高。

[0047] 申请人声明, 本发明通过上述实施例来说明本发明的详细方法, 但本发明并不局限于上述详细方法, 即不意味着本发明必须依赖上述详细方法才能实施。所属技术领域的技术人员应该明了, 对本发明的任何改进, 对本发明产品各原料的等效替换及辅助成分的添加、具体方式的选择等, 均落在本发明的保护范围和公开范围之内。