



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 110193600 B

(45) 授权公告日 2021. 10. 08

(21) 申请号 201910382740.9

G23C 14/18 (2006.01)

(22) 申请日 2019.05.09

G23C 14/32 (2006.01)

(65) 同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 110193600 A

(56) 对比文件

(43) 申请公布日 2019.09.03

CN 103276265 A, 2013.09.04

(73) 专利权人 西安交通大学
地址 710049 陕西省西安市咸宁西路28号
专利权人 广西长城机械股份有限公司

CN 106916985 A, 2017.07.04

CN 104625077 A, 2015.05.20

JP 2012121765 A, 2012.06.28

JP S59110702 A, 1984.06.26

(72) 发明人 王怡然 高义民 李焯飞 李博
赵四勇

秦俊杰等.XY17020017-高导热鳞片石墨/
2024A1组织与性能研究.《稀有金属》.2017,第38
卷(第6期),第283-292页.

(74) 专利代理机构 西安通大专利代理有限责任
公司 61200

丁军等.熔盐介质中石墨表面碳化钛包覆的
研究.《功能材料》.2014,第45卷(第3期),第
03066-03074页.

代理人 高博

审查员 王俊

(51) Int. Cl.

B22F 1/02 (2006.01)

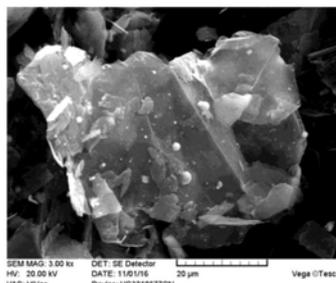
权利要求书1页 说明书4页 附图2页

(54) 发明名称

一种碳化钛增强钛包覆石墨粉末的制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种碳化钛增强钛包覆石墨粉末的制备方法,采用多弧离子镀真空物理气相沉积技术在石墨粉末表面获得纯钛镀层;同时在镀钛过程中钛镀层表面原位生长碳化钛纳米颗粒。相较于其他镀钛工艺,例如盐浴镀钛工艺,本技术镀覆钛镀层纯度高,操作工艺简便,生产效率高,生产量大;而且能在镀钛处理过程中原位生成弥散在镀层中的碳化钛纳米颗粒,提高了石墨粉末的强度;还可以在后续复合材料制备以及其他功能材料生产中极大发挥和提高石墨的减摩性和耐磨性,增加后续产品的服役寿命和使用性能。



1. 一种碳化钛增强钛包覆石墨粉末的制备方法,其特征在于,对粒径为20~40 μm ,粒度为325~625目,纯度为97.5%~99.5%的石墨粉末进行预处理,然后通过多弧离子镀工艺进行第一次镀钛处理;对镀覆后的粉末进行过筛处理后进行通过多弧离子镀工艺进行第二次镀钛处理,制备获得碳化钛纳米颗粒弥散增强钛包覆石墨粉末;

预处理具体为:

利用浓度15~20wt.%的NaOH溶液洗涤石墨粉末,再用蒸馏水将石墨粉末冲洗至中性,然后蒸发干燥,蒸发干燥的温度为90~120 $^{\circ}\text{C}$,时间为1~2小时;最后将干燥后的石墨粉末均匀平铺待用,石墨粉末平铺厚度为1~2mm,铺设面积小于等于20 cm^2 ;

第一次镀钛处理的镀覆时间为15~20分钟,镀覆气氛为氩气,气氛压强为 $2.5\sim 3.5\times 10^{-1}\text{Pa}$,镀覆温度为240~260 $^{\circ}\text{C}$,占空比55~65%,偏压25~35V,靶材为纯钛靶材的镀钛处理,处理完后进行过筛处理待用。

2. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,过筛处理采用100~200目的金属筛网,通过振筛机筛粉处理10~20分钟。

一种碳化钛增强钛包覆石墨粉末的制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于石墨自润滑复合材料和粉末冶金制备技术领域,具体涉及一种碳化钛增强钛包覆石墨粉末的制备方法。

背景技术

[0002] 石墨由于其优异的摩擦学性能、电学性能和热学性能,通过多年的研究已成为各个领域的热门材料,目前已经得到广泛的使用,在未来的众多领域仍具有有着巨大的应用潜力。由于石墨的优良性能,广大科研人员把石墨作为增强体或者润滑相加入到基体材料中,制备复合材料,从而改善和提高了材料性能。但由于石墨化学性质稳定,不与基体材料发生反应,且极易发生团聚,使得石墨在基体中的均匀分散带来了困难,同时由于石墨与大多数基体材料之间的润湿性较差,导致界面结合的作用力也比较弱。采用石墨表面金属化工艺,可以有效改善以上问题。但是,由于工艺限制,目前为止只有少量实验室及公司可以制备金属改性石墨粉末。因此,实现改性石墨粉末材料的工业化制备及其商业应用仍面临巨大挑战。

发明内容

[0003] 本发明所要解决的技术问题在于针对上述现有技术中的不足,提供一种碳化钛增强钛包覆石墨粉末的制备方法,采用多弧离子镀真空物理气相沉积技术,在石墨表面镀覆的纯度高钛镀层,同时在镀覆过程中原位生成碳化钛纳米颗粒,增强了石墨粉末强度。

[0004] 本发明采用以下技术方案:

[0005] 一种碳化钛增强钛包覆石墨粉末的制备方法,对石墨粉末进行预处理,然后通过多弧离子镀工艺进行第一次镀钛处理;对镀覆后的粉末进行过筛处理后进行通过多弧离子镀工艺进行第二次镀钛处理,制备获得碳化钛增强钛包覆石墨粉末。

[0006] 具体的,预处理具体为:

[0007] 利用浓度15~20wt.%的NaOH溶液洗涤石墨粉末,再用蒸馏水将石墨粉末冲洗至中性,然后蒸发干燥;最后将干燥后的石墨粉末均匀平铺待用。

[0008] 进一步的,蒸发干燥的温度为90~120℃,时间为1~2小时。

[0009] 进一步的,石墨粉末平铺厚度为1~2mm,铺设面积小于等于20cm²。

[0010] 具体的,第一次镀钛处理的镀覆时间为15~20分钟,镀覆气氛为氩气,气氛压强为2.5~3.5×10⁻¹Pa,镀覆温度为240~260℃,占空比55~65%,偏压25~35V,靶材为纯钛靶材的镀钛处理,处理完后进行过筛处理待用。

[0011] 具体的,过筛处理采用100~200目的金属筛网,通过振筛机筛粉处理10~20分钟。

[0012] 具体的,石墨粉末的粒径为20~40μm,粒度为325~625目,纯度为97.5~99.5%。

[0013] 与现有技术相比,本发明至少具有以下有益效果:

[0014] 本发明一种碳化钛增强钛包覆石墨粉末的制备方法,采用多弧离子镀真空物理气相沉积技术在石墨粉末表面获得纯钛镀层;同时在镀覆过程中镀层表面原位生长碳化钛纳

米颗粒。相较于其他镀钛工艺,例如盐浴镀钛工艺,本技术镀覆钛镀层纯度高,操作工艺简便,生产效率高,生产量大;而且能在镀钛过程中原位生成弥散在钛镀层里的碳化钛纳米颗粒,提高了石墨粉末的强度;还可以在后续复合材料制备以及其他功能材料生产中极大发挥和提高石墨的减摩性和耐磨性,增加后续产品的服役寿命和使用性能。

[0015] 进一步的,通过洗涤干燥可以有效去除石墨粉末表面污染物与氧化物,使钛镀层在石墨表面更加有效沉积。

[0016] 进一步的,通过铺均匀放置在样品台,可以保证每一个石墨粉末可以最大面积化的进行镀覆,保证了有效镀覆面积,而且还能提高镀覆产量,增加镀覆效率。

[0017] 进一步的,多弧离子镀钛在以上参数设定下进行镀覆,可以有效保证纯钛靶材在镀钛过程中不发生断弧,且保证钛镀层在石墨粉末的均匀性。多弧离子镀工艺可以高效的在石墨粉末表面镀覆高纯度钛层,无杂质和其他相沉积。

[0018] 进一步的,通过镀钛处理后的振筛机筛粉工艺可以保证石墨粉末在镀钛处理之后不发生团聚、结块等现象。

[0019] 进一步的,在筛粉后再次进行多弧离子镀镀钛处理步骤可以保证石墨粉末获得均匀的纯钛镀层,避免了出现未镀覆区域等现象,同时保证了大量碳化钛纳米颗粒有效弥散在钛镀层之中。

[0020] 综上所述,本发明可以获得钛镀层成分均匀,无杂质的碳化钛增强钛包覆石墨粉末,该技术镀覆钛镀层纯度高,操作工艺简便,生产效率高,生产量大;不但提高了石墨粉末的强度,还可以在后续复合材料制备以及其他功能材料生产中极大发挥和提高石墨的减摩性和耐磨性,增加后续产品的服役寿命和使用性能。

[0021] 下面通过附图和实施例,对本发明的技术方案做进一步的详细描述。

附图说明

[0022] 图1为碳化钛增强钛包覆石墨扫描电子显微镜微观组织低倍形貌;

[0023] 图2为碳化钛增强钛包覆石墨扫描电子显微镜微观组织高倍形貌;

[0024] 图3为碳化钛增强钛包覆石墨界面扫描电子显微镜微观组织高倍形貌;

[0025] 图4为碳化钛增强钛包覆石墨界面线扫描图,其中,(a)为线扫描所示位置,(b)为线扫描谱峰;

[0026] 图5为碳化钛增强钛包覆石墨XRD扫描谱图。

具体实施方式

[0027] 本发明提供了一种碳化钛增强钛包覆石墨粉末的制备方法,采用多弧离子镀真空物理气相沉积技术在石墨粉末表面获得纯钛镀层;同时在镀覆过程中镀层表面原位生长碳化钛纳米颗粒。相较于其他镀钛工艺,例如盐浴镀钛工艺,本技术镀覆钛镀层纯度高,操作工艺简便,生产效率高,生产量大;而且能在镀覆过程中原位生成弥散在镀层中的碳化钛纳米颗粒,提高了石墨粉末的强度;还可以在后续复合材料制备以及其他功能材料生产中极大发挥和提高石墨的减摩性和耐磨性,增加后续产品的服役寿命和使用性能。

[0028] 本发明一种碳化钛增强钛包覆石墨粉末的制备方法,包括以下步骤:

[0029] S1、先利用浓度15~20wt.%的NaOH溶液充分洗涤石墨粉末,再用蒸馏水将石墨粉

末冲洗至中性,然后蒸发干燥;

[0030] 蒸发干燥的温度为90~120℃,时间为1~2小时;

[0031] 石墨粉末为粒径20~40μm、粒度325~625目、纯度97.5~99.5%的石墨粉末,粉末形状无具体限制。

[0032] S2、将干燥后的石墨粉末平铺均匀放置在样品台上;

[0033] 石墨粉末平铺厚度为1~2mm,铺设面积不超过20cm²。

[0034] S3、将铺设完成的石墨粉末进行多弧离子镀镀钛处理

[0035] 多弧离子镀镀钛处理是指镀覆时间为15~20分钟,镀覆气氛为氩气,气氛压强为2.5~3.5×10⁻¹Pa,镀覆温度为240~260℃,占空比55~65%,偏压25~35V,靶材为纯钛靶材的镀钛处理。

[0036] S4、对多弧离子镀钛完成后石墨粉末过筛处理,然后重新平铺放置样品台再进行多弧离子镀镀钛处理1次,即可获得碳化钛增强钛包覆石墨粉末。

[0037] 过筛处理是指采用100~200目金属筛网,通过振筛机筛粉处理10~20分钟的工艺。

[0038] 为使本发明实施例的目的、技术方案和优点更加清楚,下面将结合本发明实施例中的附图,对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施例是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。通常在此处附图中的描述和所示的本发明实施例的组件可以通过各种不同的配置来布置和设计。因此,以下对在附图中提供的本发明的实施例的详细描述并非旨在限制要求保护的本发明的范围,而是仅仅表示本发明的选定实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有作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。

[0039] 实施例1

[0040] 碳化钛增强钛包覆鳞片石墨粉末

[0041] 1) 首先,先利用浓度15wt.%的NaOH溶液充分洗涤粒径40μm、粒度325目、纯度98.5%的鳞片石墨粉末。再用蒸馏水将鳞片石墨粉末冲洗至中性,然后蒸发干燥,干燥温度90℃,干燥时间2小时。

[0042] 2) 将干燥后的鳞片石墨粉末平铺均匀放置在样品台上,粉末平铺厚度为1.5mm,铺设面积20cm²。

[0043] 3) 将铺设完成的鳞片石墨粉末进行多弧离子镀镀钛处理。具体镀覆参数为镀覆时间为15分钟,镀覆气氛为氩气,气氛压强为2.5×10⁻¹Pa,镀覆温度为250℃,占空比55%,偏压25V,靶材为纯钛靶。

[0044] 4) 多弧离子镀镀钛处理完成后鳞片石墨粉末放置在振筛机,采用100目金属筛网筛粉10分钟进行筛粉处理,然后重新平铺放置样品台再进行多弧离子镀镀钛处理1次,即可获得碳化钛增强钛包覆鳞片石墨粉末。

[0045] 实施例2

[0046] 碳化钛增强钛包覆石墨烯

[0047] 1) 首先,先利用浓度15wt.%的NaOH溶液充分洗涤粒径20μm、粒度625目、纯度99%的石墨烯。再用蒸馏水将石墨烯冲洗至中性,然后蒸发干燥,干燥温度120℃,干燥时间1小时。

[0048] 2) 将干燥后的石墨烯平铺均匀放置在样品台上,粉末平铺厚度为1mm,铺设面积 15cm^2 。

[0049] 3) 将铺设完成的石墨烯进行多弧离子镀镀钛处理。具体镀覆参数为镀覆时间为12分钟,镀覆气氛为氩气,气氛压强为 $3.5 \times 10^{-1}\text{Pa}$,镀覆温度为 260°C ,占空比65%,偏压35V,靶材为纯钛靶。

[0050] 4) 对多弧离子镀镀钛处理完成后石墨烯放置在振筛机,采用200目金属筛网筛粉20分钟进行筛粉处理,然后重新平铺放置样品台再进行多弧离子镀镀钛处理1次,即可获得碳化钛增强钛包覆石墨烯。

[0051] 实施例3

[0052] 碳化钛增强钛包覆短切碳纤维

[0053] 1) 首先,先利用浓度15wt.%的NaOH溶液充分洗涤直径 $7\mu\text{m}$,长度 $50\mu\text{m}$ 的日本东丽T700短切碳纤维。再用蒸馏水将短切碳纤维冲洗至中性,然后蒸发干燥,干燥温度 100°C ,干燥时间1.5小时。

[0054] 2) 将干燥后的短切碳纤维平铺均匀放置在样品台上,粉末平铺厚度为2mm,铺设面积 10cm^2 。

[0055] 3) 将铺设完成的短切碳纤维进行多弧离子镀镀覆处理。具体镀覆参数为镀覆时间为20分钟,镀覆气氛为氩气,气氛压强为 $3 \times 10^{-1}\text{Pa}$,镀覆温度为 240°C ,占空比60%,偏压30V,靶材为纯钛靶。

[0056] 4) 对多弧离子镀镀钛处理完成后短切碳纤维放置在振筛机,采用200目金属筛网筛粉20分钟进行筛粉处理,然后重新平铺放置样品台再进行多弧离子镀镀钛处理1次,即可获得碳化钛增强钛包覆短切碳纤维。

[0057] 请参阅图1,石墨颗粒表面镀覆均匀钛镀层,镀层厚度均匀,白色碳化钛纳米颗粒弥散分布在镀层中。

[0058] 请参阅图2,碳化钛纳米颗粒呈规则的球形,均匀弥散在钛镀层上,有效增强了石墨粉末的强度。

[0059] 请参阅图3,碳化钛纳米颗粒是在镀覆过程中原位反应生成,避免了无需在复合材料制备过程中单独添加碳化钛增强相。

[0060] 请参阅图4,钛镀层与石墨基体之间具有良好的界面结合性,避免发生镀层脱落、破损等问题。

[0061] 请参阅图5,通过本工艺制备出来的钛镀层与碳化钛纳米颗粒的纯度高,无杂质,操作工艺简便,生产效率高,生产量大。

[0062] 综上所述,本发明制备工艺可控性强,适用范围广泛,可在石墨等碳材料粉末及其复合材料大范围推广应用,有效提高石墨等碳材料及其复合材料的性能和使用寿命,推动我国经济建设发展。

[0063] 以上内容仅为说明本发明的技术思想,不能以此限定本发明的保护范围,凡是按照本发明提出的技术思想,在技术方案基础上所做的任何改动,均落入本发明权利要求书的保护范围之内。

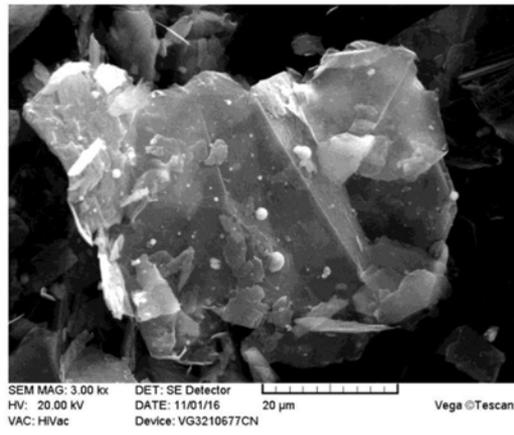


图1

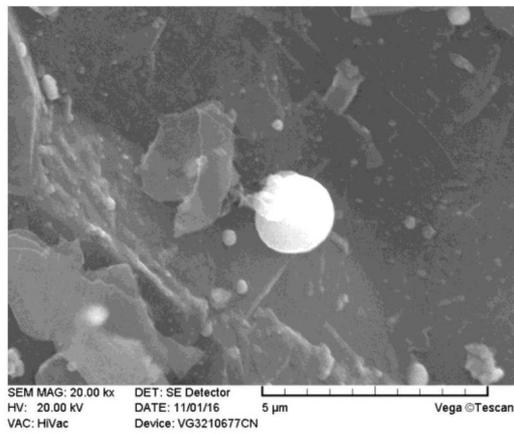


图2

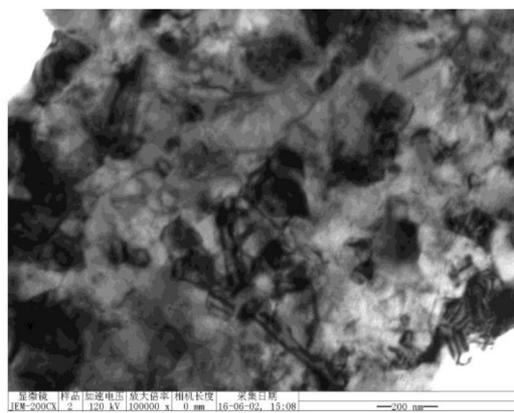
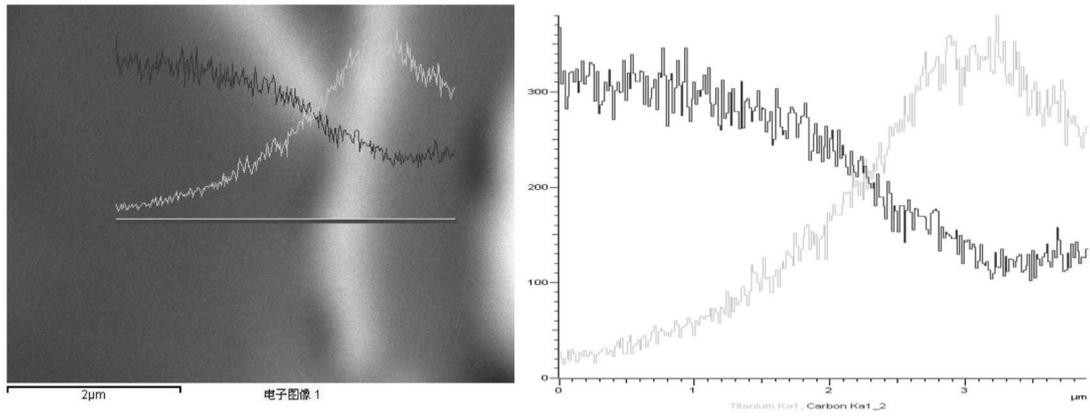


图3



(a)

(b)

图4

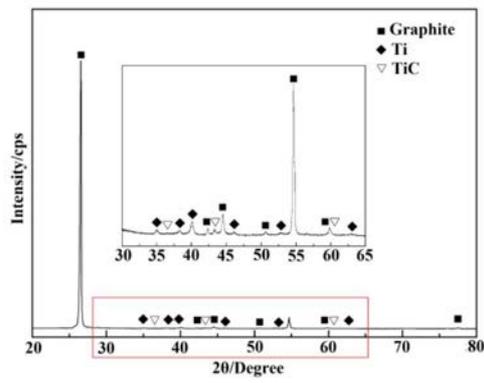


图5