



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 106660130 B

(45)授权公告日 2020.01.21

(21)申请号 201580031879.9

(22)申请日 2015.06.16

(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 106660130 A

(43)申请公布日 2017.05.10

(30)优先权数据
2014902291 2014.06.16 AU

(85)PCT国际申请进入国家阶段日
2016.12.14

(86)PCT国际申请的申请数据
PCT/AU2015/000353 2015.06.16

(87)PCT国际申请的公布数据
W02015/192166 EN 2015.12.23

(73)专利权人 联邦科学与工业研究组织
地址 澳大利亚澳大利亚首都特区阿克顿

(72)发明人 丘尔·埃·欧 斯蒂芬·古利齐亚

(74)专利代理机构 北京安信方达知识产权代理有限公司 11262
代理人 张华卿 郑霞

(51)Int.Cl.
B22F 9/04(2006.01)
B02C 7/00(2006.01)
G22C 14/00(2006.01)

(56)对比文件
CN 1223695 A,1999.07.21,
CN 1603035 A,2005.04.06,
US 2002/0030129 A1,2002.03.14,
US 2012/0006922 A1,2012.01.12,
GB 666200 A,1952.02.06,

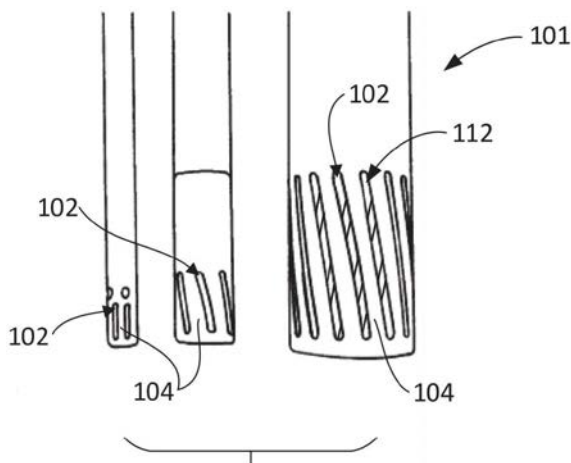
审查员 马丽娜
权利要求书2页 说明书13页 附图8页

(54)发明名称

产生粉末产品的方法

(57)摘要

一种从前体颗粒材料产生适合于增量制造和/或粉末冶金应用的粉末的方法,所述方法包括使前体颗粒材料经受至少一种高剪切碾磨工艺,从而产生具有减小的平均颗粒尺寸和选定的颗粒形态的粉末产品。



1. 一种从前体颗粒材料产生增量制造粉末和/或粉末冶金粉末的方法,所述前体颗粒材料包括不规则形状的Ti或Ti合金颗粒材料,所述方法包括:

使所述前体颗粒材料经受至少一种高剪切碾磨工艺,所述高剪切碾磨工艺包括用至少一个高剪切混合器碾磨所述前体颗粒材料,所述至少一个高剪切混合器包括被配置为用于接触并且粉碎所述前体颗粒材料的转子和实质上围绕所述转子延伸的定子,

从而产生具有减小的平均颗粒尺寸和颗粒形态的Ti或Ti合金粉末产品,所述颗粒形态包括实质上均匀形状的颗粒,所述实质上均匀形状的颗粒选自成角度的、球形的、杆状的或圆柱形形状的颗粒中的至少一种。

2. 根据权利要求1所述的方法,其中所述粉末产品具有其中至少90%的颗粒具有 $<300\mu\text{m}$ 的平均颗粒尺寸的颗粒尺寸范围。

3. 根据权利要求1所述的方法,其中所述粉末产品的所述颗粒形态包括实质上规则形状的颗粒。

4. 根据权利要求1所述的方法,其中所述粉末产品的所述颗粒形态能够通过改变高剪切碾磨工艺条件来控制,所述高剪切碾磨工艺条件包括高剪切碾磨转子速度、高剪切碾磨时间或前体颗粒材料的量中的至少一个。

5. 根据权利要求1所述的方法,其中所述粉末产品具有以下中的至少一个:高流动性;高的表观密度/振实密度;和低污染。

6. 根据权利要求5所述的方法,其中所述粉末产品的流动性是至多35秒/20cm³。

7. 根据权利要求5所述的方法,其中所述粉末产品的所述表观密度/振实密度在高剪切碾磨之后被改进至少100%。

8. 根据权利要求1所述的方法,其中所述前体颗粒材料包括粗粒颗粒材料。

9. 根据权利要求1所述的方法,其中所述前体颗粒材料包括从Kroll工艺、Armstrong工艺产生的Ti海绵状物或Ti颗粒,或从TIRO工艺产生的Ti颗粒或粉末。

10. 根据权利要求1所述的方法,其中所述前体颗粒材料能够经受至少一个预加工步骤,所述至少一个预加工步骤包括至少一种粉碎工艺。

11. 根据权利要求1所述的方法,其中在所述高剪切碾磨工艺中,所述前体颗粒材料被浸没在液体中。

12. 根据权利要求11所述的方法,其中所述液体包括水、醇或煤油中的至少一种。

13. 根据权利要求1所述的方法,其中所述转子具有转子直径,并且其中所述前体颗粒材料包括具有小于所述转子直径的平均颗粒尺寸的颗粒。

14. 根据权利要求1所述的方法,其中所述转子的圆周碾磨速度是至少700m/min。

15. 根据权利要求1所述的方法,其中所述Ti或Ti合金颗粒材料是多孔的,高剪切碾磨多孔的Ti/Ti合金颗粒材料以产生最大量的45-106 μm 颗粒尺寸范围的持续时间是至少15分钟。

16. 根据权利要求1所述的方法,其中所述定子被配置为在所述转子和所述定子的壳体的内表面之间具有小于5mm的间隙。

17. 根据权利要求1所述的方法,其中所述粉末产品具有其中至少90%的颗粒具有 $<250\mu\text{m}$ 的平均颗粒尺寸的颗粒尺寸范围。

18. 根据权利要求1所述的方法,其中所述粉末产品具有其中至少90%的颗粒具有 <150

μm 的平均颗粒尺寸的颗粒尺寸范围。

19. 根据权利要求1所述的方法,其中所述粉末产品具有其中至少95%的颗粒具有 $<300\mu\text{m}$ 的平均颗粒尺寸的颗粒尺寸范围。

20. 根据权利要求1所述的方法,其中所述粉末产品具有其中至少99%的颗粒具有 $<300\mu\text{m}$ 的平均颗粒尺寸的颗粒尺寸范围。

21. 根据权利要求5所述的方法,其中所述粉末产品的流动性是至多25秒/ 20cm^3 。

22. 根据权利要求5所述的方法,其中所述粉末产品的流动性是至多23秒/ 20cm^3 。

23. 根据权利要求5所述的方法,其中所述粉末产品的流动性在20秒/ 20cm^3 和23秒/ 20cm^3 之间。

24. 根据权利要求5所述的方法,其中所述粉末产品的所述表观密度/振实密度在高剪切碾磨之后被改进至少120%。

25. 根据权利要求1所述的方法,其中所述转子具有转子直径,并且其中所述前体颗粒材料包括具有小于80%所述转子直径的平均颗粒尺寸的颗粒。

26. 根据权利要求1所述的方法,其中所述转子具有转子直径,并且其中所述前体颗粒材料包括具有小于75%所述转子直径的平均颗粒尺寸的颗粒。

27. 根据权利要求1所述的方法,其中所述转子具有转子直径,并且其中所述前体颗粒材料包括具有小于50%所述转子直径的平均颗粒尺寸的颗粒。

28. 根据权利要求1所述的方法,其中所述转子的圆周碾磨速度是至少1200m/min。

29. 根据权利要求1所述的方法,其中所述转子的圆周碾磨速度是至少2500m/min。

30. 根据权利要求1所述的方法,其中所述Ti或Ti合金颗粒材料是多孔的,高剪切碾磨多孔的Ti/Ti合金颗粒材料以产生大量的45-106 μm 颗粒尺寸范围的持续时间是至少20分钟。

31. 根据权利要求1所述的方法,其中所述Ti或Ti合金颗粒材料是多孔的,高剪切碾磨多孔的Ti/Ti合金颗粒材料以产生大量的45-106 μm 颗粒尺寸范围的持续时间是至少30分钟。

32. 根据权利要求1所述的方法,其中所述定子被配置为在所述转子和所述定子的壳体的内表面之间具有小于2mm的间隙。

33. 根据权利要求1所述的方法,其中所述定子被配置为在所述转子和所述定子的壳体的内表面之间具有小于1mm的间隙。

34. 根据权利要求1所述的方法,其中所述定子被配置为在所述转子和所述定子的壳体的内表面之间具有小于0.8mm的间隙。

35. 根据权利要求1至34中任一项所述的方法,其中使所述前体颗粒材料经受至少两个高剪切混合器的碾磨。

产生粉末产品的方法

技术领域

[0001] 本发明大体涉及从前体材料产生粉末产品的方法。本发明特别适用于产生粉末产品,该粉末产品适合于增量制造工艺(additive manufacturing process)诸如电子(激光)束熔化或冷喷涂沉积,或适用于粉末冶金应用,并且在下文中公开与那些示例性应用有关的本发明将是便利的。然而,应理解,本发明不限于可以用于其中需要期望的粉末形态和尺寸的许多应用和产品的那种应用和粉末产品。

[0002] 发明背景

[0003] 本发明的以下背景讨论意图促进对本发明的理解。然而,应该理解,该讨论不是认可或承认,提到的任何材料在本申请的优先权日被公布、已知或是公知常识的一部分。

[0004] 具有特定颗粒尺寸和形态的金属粉末对于直接(增量)制造工艺诸如冷喷涂、电子(激光)束熔化或持续直接粉末轧制工艺(continuous direct powder rolling process)是需要的。例如,在电子(激光)束熔化中使用的钛/钛合金粉末优选地具有小于250 μm 的颗粒尺寸,具有窄的颗粒尺寸分布范围。为了提供高流动性,颗粒还需要具有规则的形态,诸如球形或圆柱形形状的粉末颗粒。

[0005] 现有的商业钛/钛合金粉末生产工艺包括氢化-去-氢化(HDH)工艺、气体雾化(GA)工艺、等离子体旋转电极和等离子体雾化(PREP)工艺。这些工艺中的每一种需要产生固体Ti或Ti合金原料产品,诸如线、棒、杆或坯料,随后使用脆性断裂、雾化、电弧或类似方法来加工该固体Ti或Ti合金原料产品以产生粉末。

[0006] 在氢化-去-氢化工艺中,固体Ti或Ti合金原料被加工以除去污染物,被氢化以产生脆性材料,并且然后在振动球磨机中在氩气下研磨。得到的颗粒是成角度的且测量在50 μm 和300 μm 之间。该工艺是耗时的,可能引入污染物,且产生具有尖角形状的形态的颗粒,该颗粒不利于增量制造工艺。相比之下,通过等离子体旋转电极和等离子体雾化方法或气体雾化方法产生的细粉末是球形形状的,但相比于氢化-去-氢化加工的金属粉末或金属合金粉末,生产这些细粉末是极其昂贵的,这是由于在这些工艺中用于使金属雾化的高温。显著的金属损失还可能由这类工艺条件造成。

[0007] 因此,将是合意的是,提供生产粉末、优选地具有期望的形态和尺寸、适合于增量制造应用的粉末的可选的方法。

[0008] 发明概述

[0009] 本发明在第一方面中提供从前体颗粒材料产生增量制造粉末和/或粉末冶金粉末的方法,所述前体颗粒材料包括不规则形状的颗粒材料,所述方法包括:

[0010] 使所述前体颗粒材料经受至少一种高剪切碾磨工艺,

[0011] 从而产生具有减小的平均颗粒尺寸和颗粒形态的粉末产品,所述颗粒形态包括实质上均匀形状的颗粒,所述实质上均匀形状的颗粒选自成角度的、小片的、球形的、杆状或圆柱形形状的颗粒中的至少一种。

[0012] 本发明提供用于从前体颗粒材料产生粉末的新颖的粉末操作方法。使前体颗粒材料经受高剪切碾磨工艺以产生具有选定的性质的粉末。该方法产生具有合意的粉末形态、

颗粒尺寸和颗粒尺寸分布 (PSD) 的粉末、优选地金属粉末, 而不需要等离子体旋转电极和等离子体雾化、气体雾化或氢化-去-氢化途径。粉末产品优选地被加工成合适的形态和颗粒尺寸, 以用作原料用于增量制造 (AM) 工艺, 诸如 (但不限于) Acram&冷喷涂, 或用于其他固结工艺 (consolidation process) 诸如粉末冶金 (PM)。

[0013] 本发明的方法已被开发主要用于钛粉末/钛合金粉末。然而, 应该理解的是, 本发明的方法可以用于为其他金属粉末设定形状和尺寸, 以用于增量制造和粉末冶金应用。其他合适的颗粒和粉末的实例包括延展性的 (例如铝、镁、铜、锌等) 或多孔性的金属颗粒/金属合金颗粒。

[0014] 粉末产品通过本发明的方法来加工, 以优选地产生具有以下性质中的至少一种以及优选地这些性质中的每一种的粉末产品: 高流动性、高表观密度/振实密度; 和低污染。

[0015] 关于流动性, 优选的是, 粉末产品并且特别是 Ti/Ti 合金粉末的流动性从不可流动的被改进为至多 35 秒/20cm³, 优选地至多 25 秒/20cm³, 更优选地至多 23 秒/20cm³, 还更优选地在 20 秒/20cm³ 和 23 秒/20cm³ 之间。类似地, 在某些实施方案中, 粉末产品的表观密度/振实密度被改进至少 100%, 优选地 >120%。

[0016] 关于污染, 优选的是, 粉末产品不被区别于/不同于期望的金属或金属合金 (或其组合) 的化合物或元素污染。在某些实施方案中, 粉末产品是至少 99% 纯, 更优选地至少 99.5% 纯。

[0017] 在示例性应用中, 工艺用于产生具有合适的形态和颗粒尺寸的粉末产品, 以用作原料, 用于增量制造 (AM) 工艺或用于其他固结工艺诸如粉末冶金 (PM)。在此类应用中, 本发明的工艺将前体颗粒材料碾磨成粉末, 以优化以下粉末特性: 产生的粉末中的期望的颗粒尺寸的高产率; 具有高流动性; 和具有高表观密度/振实密度。对于粉末产品还优选的是具有低污染。应该理解, 这些因素的范围优选地落入上文定义的值内。

[0018] 前体颗粒材料的形态和物理性质, 包括材料的孔隙度和硬度, 影响具有期望的颗粒尺寸产品的粉末的形态、颗粒尺寸的减小和收率。通过高剪切碾磨较硬且较致密的颗粒的细粉末产率低于较软且较多孔的颗粒的细粉末产率。因此, 在前体颗粒材料是致密的且硬的情况下, 相比于多孔的或软的颗粒材料, 碾磨收率可能被显著降低。

[0019] 尽管有上述, 但前体颗粒材料可以包含任何合适的起始材料。在某些实施方案中, 前体颗粒材料包含粗粒颗粒材料。在某些情况下, 前体材料包括可以是多孔的不规则形状的颗粒。前体材料优选地是金属、金属合金或其混合物。前体材料的实例包括从 Ti 制造工艺产生的 Ti 颗粒, 诸如从 Kroll 工艺或 Armstrong 工艺产生的 Ti 海绵状物或颗粒。另一个合适的前体颗粒材料是从 TIR0 工艺产生的颗粒或粉末产品, 如在国际专利公布第 W02006/042360A1 号和国际专利公布第 W02011/137489A1 号中详述的, 这两个国际专利公布各自的内容通过上文的引用应被看作并入本说明书中。

[0020] 在某些实施方案中, 前体颗粒材料包括多孔的或软的颗粒材料。例如, CP 级钛比大多数钛合金 (例如 TiAl₆V₄) 软。因此, 高剪切碾磨 CP 级钛海绵状物相比于高剪切碾磨大多数钛合金通常将产生更细且球形形状的粉末。

[0021] 前体颗粒材料通常具有不适合于增量制造工艺或不适合于粉末冶金应用的颗粒尺寸分布。本发明的工艺因此被用于减小前体颗粒材料的平均颗粒尺寸。在某些实施方案中, 减小的颗粒具有其中至少 80%、优选地 90% 的颗粒具有 <500μm 的平均颗粒尺寸的颗粒

尺寸分布。在某些实施方案中,前体颗粒材料具有其中至少80%、优选地90%的颗粒具有<250 μm 的平均颗粒尺寸的颗粒尺寸分布。在某些实施方案中,至少90%、优选地至少95%、更优选地至少99%的颗粒具有<300 μm 、优选地<250 μm 以及更优选地<150 μm 的平均颗粒尺寸。在某些实施方案中,以上平均颗粒尺寸导致将本发明的工艺应用于8mm前体颗粒。

[0022] 应该理解,可以经受高剪切碾磨工艺的前体颗粒材料的尺寸取决于多个因素。颗粒的最大尺寸与以下有关:在高剪切碾磨工艺中使用的转子的尺寸以及还有颗粒的形态和物理性质,包括孔隙度、硬度和延展性。例如,在具有带有15mm直径转子的高剪切碾磨装置的高剪切碾磨工艺中可加工的最大颗粒尺寸将是约10mm直径,其中该前体颗粒材料是相对多孔的颗粒材料。然而,在该材料具有适当高的孔隙度的情况下,加工>10mm颗粒可以是可能的。辅助高剪切碾磨的前体颗粒的示例性孔隙度优选地将是>10%。

[0023] 如果颗粒的尺寸对于高剪切碾磨是太大的,那么颗粒可以在高剪切碾磨工艺之前通过另一种粉碎工艺破碎成较小的片。在此类实施方案中,前体颗粒材料在经历高剪切碾磨工艺之前,可以经受一个或更多个预加工阶段。这些预加工阶段包括一个或更多个粉碎工艺,包括压碎(crushing)、研磨(grinding)、碾磨(milling)或类似工艺。在某些实施方案中,预加工阶段包括使用以下中的至少一种:颚式压碎机、圆锥压碎机、锤式压碎机、球磨机、立式环磨机、辊磨机、锤磨机、辊压机、振动磨机、喷射磨机、压机或类似物。

[0024] 本发明的高剪切碾磨工艺将前体颗粒材料的颗粒形态从不规则形状修改为具有实质上均匀的形状的颗粒诸如(但不限于)成角度的、小片、球形的、杆状的或圆柱形形状的颗粒的粉末产品。在某些实施方案中,粉末产品的颗粒形态包括实质上规则的形状的颗粒,诸如(但不限于)球形、杆状或圆柱形形状的颗粒。

[0025] 应该理解,粉末产品的形态取决于剪切碾磨工艺条件,并且可以通过改变剪切碾磨工艺条件来控制,剪切碾磨工艺条件包括剪切碾磨转子速度、剪切碾磨时间或前体粉末的量中的至少一个。例如,相比于另一高剪切碾磨工艺,经受具有较高碾磨速度和/或较长碾磨时间的高剪切碾磨工艺的前体颗粒材料,通常将包括较高比例的球形形状的形态。

[0026] 此外,粉末的临界质量还有助于在高剪切碾磨期间将粉末形态改变为球形形状,因为在碾磨工艺期间,在粉末颗粒之间和/或在粉末颗粒和定子之间的碰撞有助于加工的粉末的形态改变。

[0027] 粉末产品的减小的平均颗粒尺寸是前体颗粒材料通过高剪切碾磨工艺粉碎的结果。通过高剪切碾磨产生的颗粒尺寸范围,取决于碾磨条件和颗粒的性质。通过高剪切碾磨工艺产生的细粉末优选地具有其中至少90%、优选地至少95%、更优选地至少99%的颗粒具有<250 μm 的平均颗粒尺寸的颗粒尺寸范围。在某些实施方案中,通过高剪切碾磨工艺产生的细粉末具有其中至少90%、优选地至少95%、更优选地至少99%的颗粒具有<250 μm 、以及优选地<150 μm 的平均颗粒尺寸的颗粒尺寸范围。在某些实施方案中,<250 μm 的颗粒尺寸范围优选地>90%、以及更优选地>95%。在某些实施方案中,在45 μm 和106 μm 之间的颗粒尺寸范围将是>40%,并且优选地>80%。金属粉末的碾磨收率取决于前体颗粒的物理性质。例如,从Kroll工艺、Armsrong工艺和TIRO工艺产生的高度多孔的钛海绵状物的高剪切碾磨,在某些实施方案中,可以产生>95%产率的亚-30微米粉末。

[0028] 本发明的高剪切碾磨工艺优选地包括至少一个高剪切碾磨装置。高剪切碾磨装置通常包括碾磨头,碾磨头包括可旋转的转子或容纳在定子内的叶轮。定子包括固定的盖或

笼,优选地具有环绕和封闭转子的一系列斜狭槽。狭槽优选地向定子的中心纵向轴线/从定子的中心纵向轴线成在5度和30度之间、更优选地在5度和20度之间、还更优选地在7度和12度之间的角度,并且在某些实施方案中,向定子的中心纵向轴线成约10度的角度。狭槽可以具有任何合适的尺寸。在一个实施方案中,狭槽是3mm宽和50mm长。在操作中,使碾磨头与前体颗粒接触,并且转子(与定子组合)通过剪切力和其他机械力接触并且粉碎前体颗粒材料。在某些实施方案中,在高剪切碾磨工艺期间,前体颗粒材料被浸没在液体中。这减少了在高剪切碾磨工艺期间产生的尘埃,改进了安全性,并且降低了尘埃相关的爆炸的风险。液体优选地包括以下中的至少一种:水、醇、煤油或其他液体。

[0029] 发明人检验许多高剪切碾磨条件以优化期望的粉末特性。尽管不希望受限于任何一个参数,但发现,影响高剪切碾磨工艺的某些重要的参数包括:

[0030] • 碾磨速度,即转子的圆周速度(m/min,转子的周长 \times 旋转速度(RPM))。较高的碾磨速度产生更细的颗粒。在某些实施方案中,碾磨速度(转子的圆周速度)是至少700m/min,优选地至少1200m/min,且更优选地至少2500m/min。

[0031] • 碾磨的持续时间:较长的碾磨时间产生更细的颗粒。在某些实施方案中,通过Kroll工艺、Armsrong工艺或TIRO工艺(以产生最大量的45-150 μ m的碾磨的粉末)产生的前体的高剪切碾磨的持续时间是至少5分钟,更优选地至少20分钟,且还更优选地至少30分钟。为了产生最大量的 $<45\mu$ m的碾磨的粉末,更优选地将需要长于30分钟。

[0032] • 批量:碾磨较小的批次质量产生更细的颗粒。

[0033] • 转子尺寸:较大的转子尺寸产生更细的颗粒,这是因于对于给定的碾磨速度(RPM)的较高的圆周速度。在某些实施方案中,转子具有转子直径,并且前体颗粒材料包括具有小于转子直径、优选地小于80%转子直径、优选地小于75%转子直径、并且还更优选地小于50%的转子直径的平均颗粒尺寸的颗粒。

[0034] • 碾磨中高剪切磨机的数目:较大数目的高剪切磨机产生更细的粉末(例如用两个或更多高剪切磨机高剪切碾磨钛粉末相比于当用一个高剪切磨机碾磨时产生更细的粉末)。在某些实施方案中,高剪切碾磨工艺包括至少两个高剪切磨机以产生更细的粉末。

[0035] • 转子和定子的内壁之间的间距:转子和碾磨定子壳体之间的较小的间距产生更细的颗粒。在某些实施方案中,剪切磨机包括实质上围绕转子延伸的定子,定子被配置为在转子(优选地转子刀片的远端)和定子壳体的内表面之间具有小于5.0mm的间隙、优选地小于2.0mm的间隙、更优选地小于1.0mm的间隙且还更优选地小于0.8mm的间隙。在某些实施方案中,间隙是在0.2mm和0.8mm之间,优选地在0.4mm和0.6mm之间,更优选地约0.4mm。

[0036] • 颗粒的形态和物理性质,如上文讨论的。

[0037] 在第二方面中,本发明提供从前体颗粒材料产生用于增量制造和/或粉末冶金应用的粉末的方法,所述方法包括:

[0038] 使前体颗粒材料经受至少一种高剪切碾磨工艺,

[0039] 从而产生具有减小的平均颗粒尺寸和适合于增量制造和/或粉末冶金应用的颗粒形态的粉末产品,该粉末产品包括选自以下中的至少一种的实质上均匀形状的颗粒:成角度的、小片的、球形的、杆状的或圆柱形形状的颗粒。

[0040] 应该理解,本发明的该第二方面可以包括本发明的第一方面的上文定义的特征。

[0041] 在第三方面中,本发明提供从根据本发明的第一方面的方法产生的颗粒材料的粉

末。

[0042] 附图简述

[0043] 现在将参考附图中的图描述本发明,附图中的图图示本发明的特别优选的实施方案,其中:

[0044] 图1A和图1B图示在根据本发明的实施方案的剪切碾磨工艺中使用的两个剪切碾磨装置,其中该装置包括(A) 7.4mm直径转子和10mm直径定子; (B) 15mm直径转子和20mm直径定子;以及(C) 35.2mm直径转子和40mm直径定子。

[0045] 图1C图示图1A和图1B中示出的剪切碾磨装置的转子构型,该剪切碾磨装置包括(A) 7.4mm直径转子和10mm直径定子; (B) 15mm直径转子和20mm直径定子;以及(C) 35.2mm直径转子和40mm直径定子。

[0046] 图1D和图1E图示可以在图1A和图1B中示出的剪切碾磨装置中使用的两个可选的转子构型。

[0047] 图1F提供可以在图1A和图1B中示出的剪切碾磨装置中使用的转子构型的等距视图,该剪切碾磨装置包括(A) 35.2mm直径转子和40mm直径定子;以及(B) 95.2mm直径转子和100mm直径定子。

[0048] 图1G提供在根据本发明的实施方案的剪切碾磨工艺中使用的两个剪切碾磨装置的横截面视图,该剪切碾磨装置包括(A) 35.2mm直径转子和40mm直径定子;以及(B) 95.2mm直径转子和100mm直径定子。

[0049] 图1H提供在图1G中示出的两个剪切碾磨装置的定子的前视图,该定子包括(A) 40mm直径定子,以及(B) 100mm直径定子。

[0050] 图2图示根据本发明的实施方案的一种剪切碾磨工艺的实验设置,该实验设置并入图1A和图1B中示出的剪切碾磨装置中的至少一个。

[0051] 图3图示作为转子和壳体之间的间距的函数的高剪切碾磨的Ti-5钛粉末的颗粒尺寸分布。

[0052] 图4提供在本发明的工艺的一个实施方案中使用的Ti前体颗粒(Ti-6a)的光学显微照片。

[0053] 图5提供根据本发明的工艺的一个实施方案、在高剪切碾磨如图4中示出的前体Ti颗粒之后产生的一种产品Ti粉末颗粒的光学显微照片。

[0054] 详述

[0055] 本发明涉及用于从前体颗粒材料产生粉末的粉末操作方法。本发明通过操作具有大颗粒尺寸和不规则形状的颗粒的粗粒颗粒前体材料,优选地用于产生具有最小污染的成本有效的、细的且高度可流动的金属粉末。

[0056] 在本发明的工艺中,使前体颗粒材料经受高剪切碾磨工艺以产生具有选定的性质的粉末。在一个示例性应用中,粉末产品被加工成合适的形态和颗粒尺寸,以用作原材料,用于增量制造(AM)工艺或用于其他固结工艺诸如粉末冶金(PM)。

[0057] 应该理解,本发明的发明人考虑到大量的粉碎工艺,用于将粗粒颗粒前体材料粉碎成具有期望的颗粒尺寸和形态的粉末产品,该颗粒尺寸和形态适合于增量制造和其他粉末冶金应用。高剪切碾磨的钛粉末的性质是:

[0058] • <150 μ m尺寸粉末的高产率;

- [0059] • 23秒/20cm³至35秒/20cm³的高流动性(从不可流动的前体颗粒)；
- [0060] • 高剪切碾磨的粉末的表观密度/振实密度被改进至少多于100%；和
- [0061] • 小于1%的低污染,产生至少99%的产品粉末纯度。

[0062] 发明人考虑到许多压碎工艺、研磨工艺和压制 (pressing) 工艺以从前体颗粒材料提供上文期望的粉末性质。发现这些工艺中没有一个是提供需要的粉末产品性质。尽管这些工艺和其他类似的粉碎工艺的缺点,本发明人发现,将高剪切碾磨工艺应用到相同的前体颗粒材料提供了具有期望的性质的粉末产品。然后研究了高剪切碾磨工艺和条件,以便优化工艺,以产生对于增量制造 (AM) 工艺和其他粉末固结工艺诸如粉末冶金 (PM) 所需要的粉末产品及形态和平均颗粒尺寸特性。

[0063] 在本发明的工艺中使用的一种类型的高剪切碾磨装置在图1A至图1H中示出。图1A至图1C中图示了三个不同尺寸的剪切碾磨装置,包括 (A) 7.4mm直径转子和10mm直径定子(或碾磨轴); (B) 15mm直径转子和20mm直径定子;以及 (C) 35.2mm直径转子和40mm直径定子。在本发明中使用的高剪切碾磨装置可以来源于多个制造商。然而,在特定图示的实施方案中,在图1A和图1B中示出三个装置,即 (A) 小装置 (10mm直径定子) 和 (B) 中等装置 (20mm直径定子) 高剪切碾磨装置是来自Ystral GmbH, 1020型 (220V, 1.25A, 50Hz, 260W, 最大值: 25000rpm) 的高剪切混合装置/高剪切碾磨装置。此外, (C) 大装置 (40mm直径) 是来自Ystral GmbH的、包括40/38E3型 (230V, 8.2A, 50-60Hz, 1800W, 最大值: 23500rpm) 的高剪切混合装置/高剪切碾磨装置。

[0064] 图示的高剪切碾磨装置100包括碾磨轴100A和碾磨头101,碾磨头101具有定子104和封闭在定子104内的可旋转地驱动的转子或叶轮102。如在图1A和图1B中最佳图示的,每个定子104包括具有一系列斜的薄的狭槽的笼,笼位于旋转的转子周围,材料通过旋转的转子被拖动,并且通过转子102的接触力和旋转力接合。对于在图1A (C) 和图1B (C) 中示出的图示的实施方案,定子104具有40mm的直径,约36mm的内径,并且包括16个3mm宽和50mm长的等间隔的狭槽112,狭槽112包括穿透定子104的壁的孔。使每个狭槽112与贯穿定子104的长度的轴线成角度约10度。定子104的36mm内径提供在转子102的外边缘和定子104的内壁之间的约0.4mm间隙。定子104优选地由高抗拉钢例如4340高抗拉钢构建。转子102由马达106驱动,在图示的情况中,马达是电动机,然而应该理解,任何合适的驱动器或马达可以被使用。高剪切碾磨装置100通常浸没在含有待被碾磨的材料的罐或其他容器210中,如图2中示出的。

[0065] 转子102可以具有多种多样的合适的构型。图1C和图1G详细示出了转子102的构型。在该图中,这些转子102中的每一个具有设置在驱动盘102B上的两个或四个间隔开的转子刀片102A。参考图1A和图1B中示出的高剪切碾磨装置,对于这些实施方案中的每一个,转子102具有两个刀片102A (转子102具有直径7.4mm、15mm、35.2mm)。四刀片式转子102优选地在较大直径的转子上使用,例如具有95.2mm直径的转子,诸如在图1G (B) 中示出的。应该理解,转子刀片102A通过驱动盘102B的旋转来旋转,冲击被拖动到定子104中的材料。

[0066] 在图1C和图1D中示出了在图1A和图1B中示出的高剪切碾磨装置的碾磨头101中使用的两种可选的构型。这些转子102中的每一个具有设置在驱动盘102B上的四个间隔开的转子刀片102A。应该再次理解,转子刀片102A通过驱动盘102B的旋转来旋转,冲击被拖动到定子104中的材料。应该理解,可以使用具有不同数目的转子刀片、刀片构型和类似物的其

他转子构型。

[0067] 图1G和图1H提供了在根据本发明的实施方案的剪切碾磨工艺中使用的剪切碾磨装置的两个实施方案的横截面视图。如图1F中示出的,这些实施方案具有(A) 35.2mm直径转子102和40mm直径定子104,以及(B) 95.2mm直径转子102和100mm直径定子104。这些装置的特定的转子102在图1G中图示。如上文描述的,转子102包括设置在驱动盘102B上的两个或四个间隔开的转子刀片102A。图1F(A)中的转子102包括二刀片式转子102,其中刀片102A被定位成隔开180度。每个刀片102A相对于中心轴线在R8mm和R17.6mm(即转子102的外半径)之间延伸。每个刀片102A是10mm宽和60mm长(从驱动盘102B的基底侧测量)。然而,应该理解,任何合适的尺寸可以用于特定的应用,并且本发明不应被限制于该特定的例示的构型。图1F(B)中的转子102包括四刀片式转子102,其中刀片102A被定位成隔开90度。每个刀片102A相对于中心轴线在R26mm和R47.6mm(即转子102的外半径)之间延伸。每个刀片102A是20mm宽和60mm长(从驱动盘102B的基底侧测定)。然而,应该理解,任何合适的尺寸可以用于特定的应用,并且本发明不应被限制于该特定的例示的构型。每个转子102可操作地连接到驱动轴110,驱动轴110进而连接到轴连接器112,轴连接器112(尽管未图示)可操作地连接到马达。操作马达驱动驱动轴110的旋转,驱动轴110进而旋转在定子104内的转子102。

[0068] 此外,如图1H中示出的,这些实施方案中的每一个的定子104包括具有以下构型的圆柱形笼:

[0069] (A) 图1H(A)示出具有100mm直径的定子104,该定子104具有16个3mm宽和50mm长的等间隔的狭槽112,狭槽112包括穿透壁的孔。每个狭槽112与贯穿定子的长度的轴线成约10度的角度。该定子104具有36mm内径,该36mm内径提供在转子102的外边缘和定子104的内壁之间的约0.4mm间隙。图示的定子104是130mm长(沿着轴长度)。然而应该理解,只要转子102被封闭在定子104内,该长度可以是任何长度。

[0070] (B) 图1H(B)示出具有100mm直径的定子104,定子104具有36个3mm宽和50mm长的等间隔的狭槽112,狭槽112包括穿透壁的孔。每个狭槽112与贯穿定子的长度的轴线成约10度的角度。该定子104具有96mm内径,该96mm内径提供在转子102的外边缘和定子104的内壁之间的约0.4mm间隙。图示的定子104是96mm长(沿着轴长度)。再次,应该理解,只要转子102被封闭在定子104内,该长度可以是任何长度。

[0071] 此外,每个定子104优选地由高抗拉钢例如4340高抗拉钢构建。

[0072] 不希望受限于任何一种理论,流体(在该情况下,具有前体颗粒)流入定子104的底部开口中并且通过狭槽112流出,并且当该流体的一个区域以相对于相邻区域不同的速度行进时经历剪切。高剪切碾磨装置100因此使用高速转子102以产生流动和剪切,导致流经且围绕转子102和定子104的颗粒的粉碎和变形。尖端速度(tip velocity)或流体在转子102的外部直径处的速度高于在转子102的中心处的速度,并且该速度差产生剪切。定子104产生在转子102和其自身之间的狭窄间隙,并且当其离开转子102时形成极其高剪切的区域以用于材料。

[0073] 如图2中示出的,高剪切碾磨设备200(在该情况中,实验性的实验室设备)包括高剪切碾磨装置100,高剪切碾磨装置100被安装且夹持在稳定支架120上合适的位置,其中碾磨头101插入混合容器中,该混合容器在图示的情况中是罐(jar)210。罐210包括盖212以将前体颗粒和粉末产品密封在罐210内。当本发明的工艺涉及将颗粒材料碾磨成粉末时,前体

颗粒当在罐210内被碾磨时被浸没在流体中,通常是水、醇或煤油中的一种,以减少碾磨期间细尘埃的产生。这减少了在高剪切碾磨工艺期间产生的尘埃,改进了安全性,并且降低了尘埃相关的爆炸的风险。

[0074] 在操作中,使碾磨头101与前体颗粒接触,并且与碾磨头101的定子104组合的转子102通过如上文描述的剪切力和其他机械力接触并且粉碎前体颗粒材料。

[0075] 应该理解,本领域技术人员将理解的是,在图1A、图1B和图2中示出的实验室规模装置100和设备200可以被放大到工业规模,使用例如较大的高剪切碾磨装置和许多平行或串联布置的装置。

[0076] 如可以被理解的,许多设计因素可以影响高剪切碾磨工艺,包括转子的直径和其旋转速度、转子和定子之间的距离、碾磨的持续时间以及所使用的高剪切碾磨装置的数目。这些因素和本发明的工艺的其他性质将在以下实施例中证实:

实施例

[0077] 本发明的方法主要被开发用于钛粉末/钛合金粉末,并且因此,以下实施例证实该特定的应用。然而,应该理解,本发明的方法不应被限于可以用于为其他金属粉末设定形状和尺寸以用于增量制造和粉末冶金应用的该应用。

[0078] 实施例1-作为碾磨速度(rpm)的函数的高剪切碾磨结果

[0079] 高剪切碾磨收率作为混合速度(混合器rpm)的函数被检验以确定混合速度对颗粒尺寸减小和颗粒尺寸分布的影响。

[0080] 方法

[0081] 使用实验室规模、台式高剪切碾磨设备200(如图2中示出的)来碾磨30g批次的Ti颗粒。用于Ti-1钛粉末实验运行的样品的细节被提供在表1中。

[0082] 表1:批次的细节

碾磨条件	碾磨速度(rpm)	碾磨时间(分钟)	样品命名
[0083] 批次: 30 g Ti 颗粒(<8 mm) 碾磨液体: 水, 300 g 碾磨时间: 15 分钟	如接纳的(碾磨之前)	0	Ti-1
	24,000	15	Ti-1a
	16,000	15	Ti-1b
	12,000	15	Ti-1c

[0084] 如图2中示出的,高剪切碾磨设备200包括高剪切碾磨装置100,该高剪切碾磨装置100具有碾磨头101,碾磨头101包括定子104和封闭的转子102。转子的旋转由电动机106经由驱动驱动轴(图2中未示出)来驱动。高剪切碾磨装置100被安装在稳定台120上。碾磨头被设计成被接纳在容器(在此情况中是碾磨罐210)内。罐210包括盖212以将前体颗粒和粉末产品密封在罐210内。在使用中,指定量的碾磨液体(如在各个实施例运行中指定的)和待被碾磨的前体颗粒被放置在罐中。理想地,混合物的总量小于罐高度的一半,以防止在碾磨期间过度溢出。高剪切碾磨装置100的碾磨头101被降低至碾磨罐210,其中转子102的末端与碾磨罐210的底部间隔开10mm。然后,高剪切碾磨装置100被操作持续指定的时期,之后关闭装置100,并且将得到的碾磨颗粒浆料和碾磨液体从罐210中除去,并且在真空烘箱中在110℃下干燥持续至少10小时。

[0085] 在干燥之后,得到的粉末被放置在(颗粒分级筛布置的)一堆分级筛(sizing sieve)中,该一堆分级筛被安装在振动台上并且在振动台上振动持续0.5小时以将粉末分离成各个尺寸级分。

[0086] 结果

[0087] 得到的高剪切碾磨粉末的颗粒尺寸分布在表2中示出。

[0088] 表2:以不同的碾磨速度的高剪切碾磨的Ti-1粉末的颗粒尺寸分布

颗粒尺寸(μm)	(Wt%)			
	如接纳的 Ti-1 (碾磨之前)	Ti-1a (24000 rpm/15min)	Ti-1b (16000 rpm/15min)	Ti-1c (12000 rpm/15min)
>250	37	0	0.1	0.1
150-250	21	0.1	0.1	1.0
106-150	16	0.1	0.6	4.8
75-106	16	1.1	5.7	16.5
45-75	7	16.5	32.5	38.1
25-45	3	53.3	36.1	25.1
<25	0	28.9	24.9	14.5

[0090] 以上得到的颗粒尺寸分布的比较指明,更细的粉末使用较高的碾磨速度来产生。

[0091] 实施例2-作为碾磨时间的函数的高剪切碾磨结果

[0092] 高剪切碾磨收率作为碾磨时间的函数被检验以确定混合速度对颗粒尺寸减小和颗粒尺寸分布的影响。

[0093] 方法

[0094] 使用实验室规模、台式高剪切碾磨设备200(如图2中示出的)来碾磨30g批次的Ti颗粒。下文提供用于Ti-2钛粉末实验运行的高剪切碾磨条件:

[0095] ●批次:30g Ti颗粒(<8mm)

[0096] ●碾磨液体:水,360g;

[0097] ●碾磨速度:25,000rpm;

[0098] ●碾磨时间:持续15分钟(Ti-2a)、30分钟(Ti-2b)和45分钟(Ti-2c)。

[0099] 使用与在实施例1中描述和操作的相同的高剪切碾磨装置。在高剪切碾磨之后,得到的颗粒浆料和碾磨液体在真空烘箱中在110°C下被干燥持续至少10小时。

[0100] 结果

[0101] Ti-2a、Ti-2b和Ti-2c实验运行的颗粒尺寸分布在表3中示出。

[0102] 表3:持续不同碾磨时间的高剪切碾磨的Ti-2钛粉末以wt%的颗粒尺寸分布

样品	>250 μm	250-150	150-106	106-75	75-45	45-25	<25 μm
Ti-2(如接纳的)	64.39	31.27	4.06	0.28	0.00	0.00	0.00
Ti-2a	0.74	33.86	29.14	15.70	9.14	3.74	7.69
Ti-2b	0.08	0.11	2.78	21.84	37.12	17.3	20.77
Ti-2c	0.29	0.33	0.45	5.72	30.58	27.77	34.87

[0104] 从Ti-2在高剪切碾磨之后的颗粒尺寸分布的分析确定的是,高剪切碾磨的时期越

长,产生的细颗粒的部分越高。

[0105] 在高剪切碾磨45分钟之后,产生~36wt%的106 μ m至45 μ m粉末和~63wt%的<45 μ m粉末(总共~99wt%粉末<106 μ m)。

[0106] 实施例3-作为圆周速度(转子尺寸)的函数的高剪切碾磨结果

[0107] 以两种不同的圆周速度(分别地7.4mm和15mm直径的转子,10mm和20mm直径的定子,以21,000rpm,见图1A和图1B及上文的相应描述)进行钛颗粒的高剪切碾磨以确定转子尺寸和定子尺寸对颗粒尺寸减小和颗粒尺寸分布的影响。

[0108] 方法

[0109] 使用实验室规模、台式高剪切碾磨设备200(如图2中示出的)来碾磨50g批次的Ti颗粒。下文提供用于Ti-3钛粉末实验运行的高剪切碾磨条件:

[0110] ●批次:50g Ti颗粒(<8mm)

[0111] ●碾磨液体:异丙醇,700g;

[0112] ●碾磨速度:25000rpm;

[0113] ●转子尺寸:

[0114] ○Ti-3a和Ti-3b:7.5mm直径;

[0115] ○Ti-3c和Ti-3d:15mm直径;

[0116] ●碾磨时间:

[0117] ○Ti-3a和Ti-3c:1小时

[0118] ○Ti-3b和Ti-3d:2小时。

[0119] 使用与实施例1中描述和操作的相同的高剪切碾磨装置。在该情况中,Ti粉末和异丙醇的混合物被放置在塑料碾磨罐中。在通风橱中进行碾磨,其中压缩空气在容器的顶部上方吹过,以分散醇烟气(alcohol fume)。混合器还被接地。

[0120] 在将高剪切磨机操作持续指定的时间(1小时和2小时)之后,得到的颗粒浆料和碾磨液体在真空烘箱中在80 $^{\circ}$ C下被干燥持续至少10小时。然后,得到的干燥的粉末被放置在筛分级设备中,该筛分级设备被放置在振动台中持续0.5小时以将粉末分离成各个尺寸级分。

[0121] 结果

[0122] 在筛分之后的结果在表4中示出:

[0123] 表4:以不同的圆周速度(7.4mm和15mm直径的转子)的高剪切碾磨的Ti-3钛颗粒的颗粒尺寸分布

	Wt%				
	>300 μ m	300>>100	100>>32	<32 μ m	总共
[0124] Ti-3a	0.05	42.73	42.07	15.19	100.00
Ti-3b	0.08	11.05	68.31	20.64	100.00
Ti-3c	0.03	0.65	69.44	29.87	100.00
Ti-3d	0.01	0.36	51.74	47.89	100.00

[0125] 在用7.5mm直径的转子高剪切碾磨之后,从粗粒钛颗粒产生的<32 μ mTi粉末的收率是用15mm直径的转子高剪切碾磨之后产生的收率的一半。这指明,高剪切碾磨实验运行在

较高的圆周速度下产生更细的粉末。

[0126] 实施例4-作为批量的函数的高剪切碾磨结果

[0127] 高剪切碾磨收率作为批量的函数被检验以确定混合速度对颗粒尺寸减小和颗粒尺寸分布的影响。

[0128] 方法

[0129] 使用实验室规模、台式高剪切碾磨设备200(如图2中示出的)来碾磨两种不同批次大小的Ti颗粒。下文提供用于Ti-4钛粉末实验运行的碾磨条件:

[0130] ●批次:

[0131] ○Ti-4a:50g Ti颗粒(<8mm)

[0132] ○Ti-4b:130g Ti颗粒(<8mm)

[0133] ●碾磨液体:异丙醇,800g;

[0134] ●碾磨速度:25,000rpm;

[0135] ●转子尺寸(cm):15mm直径;

[0136] ●在高剪切碾磨中使用的高剪切混合器的数目:各自2个;

[0137] ●碾磨时间:2小时。

[0138] 碾磨工艺与实施例3中描述的相同。

[0139] 结果

[0140] 筛分之后的结果在表5中示出:

[0141] 表5:高剪切碾磨的Ti-4钛颗粒的颗粒尺寸分布

	wt%				
	>300 μm	300>>100	100>>32	<32μm	总共
[0142] Ti-4a	0.04	0.30	33.81	65.86	100.00
Ti-4b	0.03	0.42	50.16	49.39	100.00

[0143] 在相同的碾磨条件下,来自碾磨较大量的Ti粉末(130g,Ti-4b)的<32μm Ti粉末的产率显著低于来自碾磨Ti-4a的产率。这指明,碾磨批次大小可以影响颗粒尺寸分布,并且特别地,对于指定颗粒尺寸粉末的期望的产率,较小的批次优选于较大的批次。

[0144] 实施例5-在转子和定子内壁之间的间距

[0145] 高剪切碾磨收率作为转子和定子内壁之间的间距的函数被检验以确定间距对颗粒尺寸减小和颗粒尺寸分布的影响。

[0146] 从钛颗粒的各种高剪切碾磨确定的是,转子和定子之间的间距是获得高收率的细粉末的重要的参数。因此,检验两个不同的间距L1和L2(在下文详述的),其中L1<L2。

[0147] 方法

[0148] 使用实验室规模、台式高剪切碾磨设备200(如图2中示出的)来碾磨30g批次的Ti颗粒。下文提供Ti-5钛粉末实验运行的碾磨条件:

[0149] ●批次:30g Ti颗粒(<8mm)

[0150] ●碾磨液体:水,300g;

[0151] ●碾磨速度:21000rpm;

[0152] ●转子尺寸(cm):15.0mm直径;

[0153] ●间距:

[0154] ○Ti-5a:L1 (<1mm)

[0155] ○Ti-5a:L2 (<2mm), L2>L1;

[0156] ●碾磨时间:30分钟。

[0157] 使用与在实施例1中描述和操作的相同的高剪切碾磨装置。在碾磨之后,得到的颗粒浆料和碾磨液体被干燥并且筛分,如在实施例1中描述的。

[0158] 结果

[0159] 结果在表6和图3中示出,表6和图3示出高剪切碾磨的Ti-5钛粉末的颗粒尺寸分布作为转子和壳体之间的间距的函数。

[0160] 如在表6和图3中看到的,小的间隙(T-5a)产生更多的细粉末。

[0161] 表6具有不同的间距的HS碾磨的Ti-5粉末的颗粒尺寸分布

样品	>250 μm	250-150	150-106	106-75	75-45	45-25	<25 μm
Ti-5a	0.5wt%	5.4	18.0	27.9	27.2	10.9	10.1
Ti-5b	6.2wt%	42.7	19.0	9.4	12.5	4.6	5.5

[0163] 实施例6-高剪切碾磨期间颗粒形态的变化

[0164] 来自高剪切碾磨工艺的粉末产品的颗粒形态被检验以确定高剪切碾磨工艺对颗粒形态的影响。

[0165] 方法

[0166] 使用实验室规模、台式高剪切碾磨设备200(如图2中示出的)来碾磨30g批次的Ti颗粒。下文提供用于Ti-6钛粉末实验运行的高剪切碾磨条件:

[0167] ●批次:30g的Ti海绵状物颗粒/Ti合金海绵状物颗粒(<8mm)

[0168] ●碾磨液体:水,360g;

[0169] ●碾磨速度:25,000rpm;

[0170] ●碾磨时间:30min(Ti-6)。

[0171] 使用与在实施例1中描述和操作的相同的高剪切碾磨装置。在高剪切碾磨之后,得到的颗粒浆料和碾磨液体在真空烘箱中在110 $^{\circ}\text{C}$ 下被干燥持续至少10小时。

[0172] 使用光学显微镜来研究在高剪切碾磨之前(Ti-6a)和在高剪切碾磨之后(Ti-6b)颗粒的形态。还使用ASTM B8555-06、ASTM B703和ASTM B527来研究在高剪切碾磨之前和在高剪切碾磨之后粉末的流动性、表观密度和振实密度。

[0173] 结果

[0174] 图4和图5示出了在高剪切碾磨之前(Ti-6a)和在高剪切碾磨之后(Ti-6b)颗粒形态的比较。如可以观察到的,高剪切碾磨工艺将粉末的形态从不规则形状修改为球形形状。

[0175] 在多达45微米尺寸粉末中注意到,在高剪切碾磨之后,粉末形态从不规则形状改变成球形形状。被高剪切碾磨的小于45微米的粉末具有成角度的形状形态。这指明,粉末的临界质量(具有足够的冲击能来修改颗粒的表面)将是在于液体中高剪切碾磨期间使其形态改变为球形形状的重要因素,因为在碾磨工艺期间,粉末的形态改变将由粉末颗粒之间的碰撞、以及颗粒与转子/定子之间的碰撞引起。以较高的碾磨速度和较长的碾磨时间高剪切碾磨的钛粉末含有较高比例的球形形状形态。

[0176] 两种类似颗粒尺寸范围的钛粉末(在高剪切碾磨之前(如接纳的)和在高剪切碾磨

之后)的流动性测量发现,高剪切碾磨的钛粉末的流动性从不可流动(如接纳的粉末)增加到多达23秒/20cm³。作为比较,商业球形形状Ti粉末/Ti合金粉末(通过气体雾化方法产生)的流动性对于EBM是21秒/20cm³。高剪切碾磨之后的表观密度以及还有振实密度也被改进多于100%(例如,表观密度:从0.3g/cm³到>0.6g/cm³,振实密度:从0.4g/cm³到>0.9g/cm³)。

[0177] 本领域技术人员将理解,本文描述的发明容许不同于具体描述的那些的变型和修改。应该理解,本发明包括落入本发明的精神和范围内的所有此类变型和修改。

[0178] 在本说明书(包括权利要求书)中使用术语“包括(comprise)”、“包括(comprises)”、“被包括(comprised)”或“包括(comprising)”的情况下,它们应被解释为指定陈述的特征、整数、步骤或组分的存在,但不排除一种或更多种其他的特征、整数、步骤、组分或其组的存在。

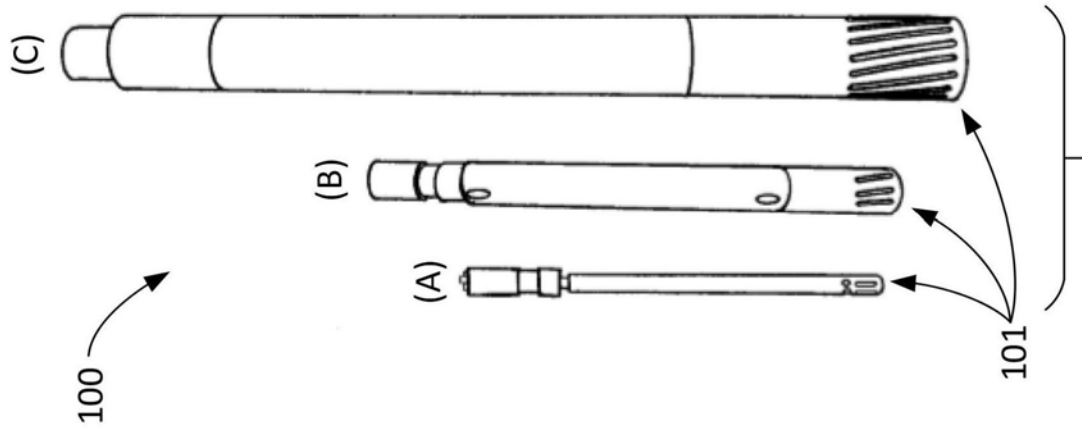


图1A

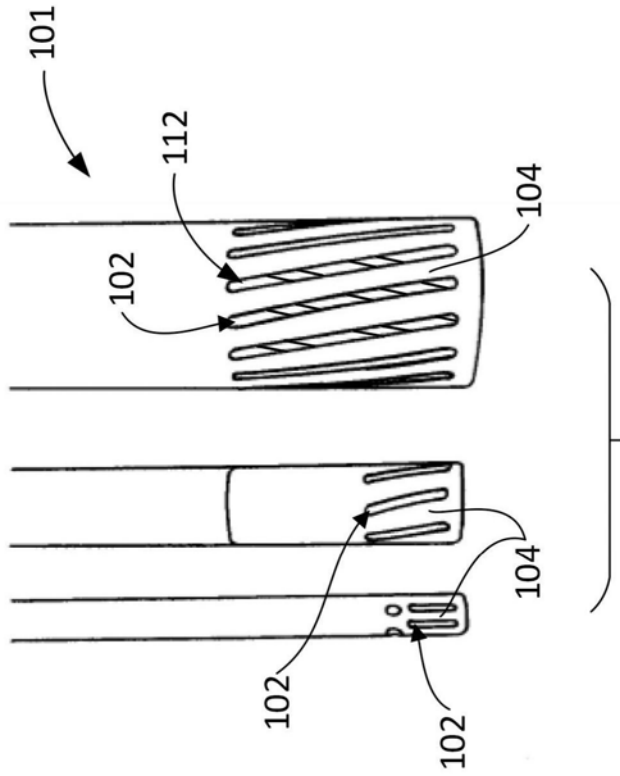


图1B

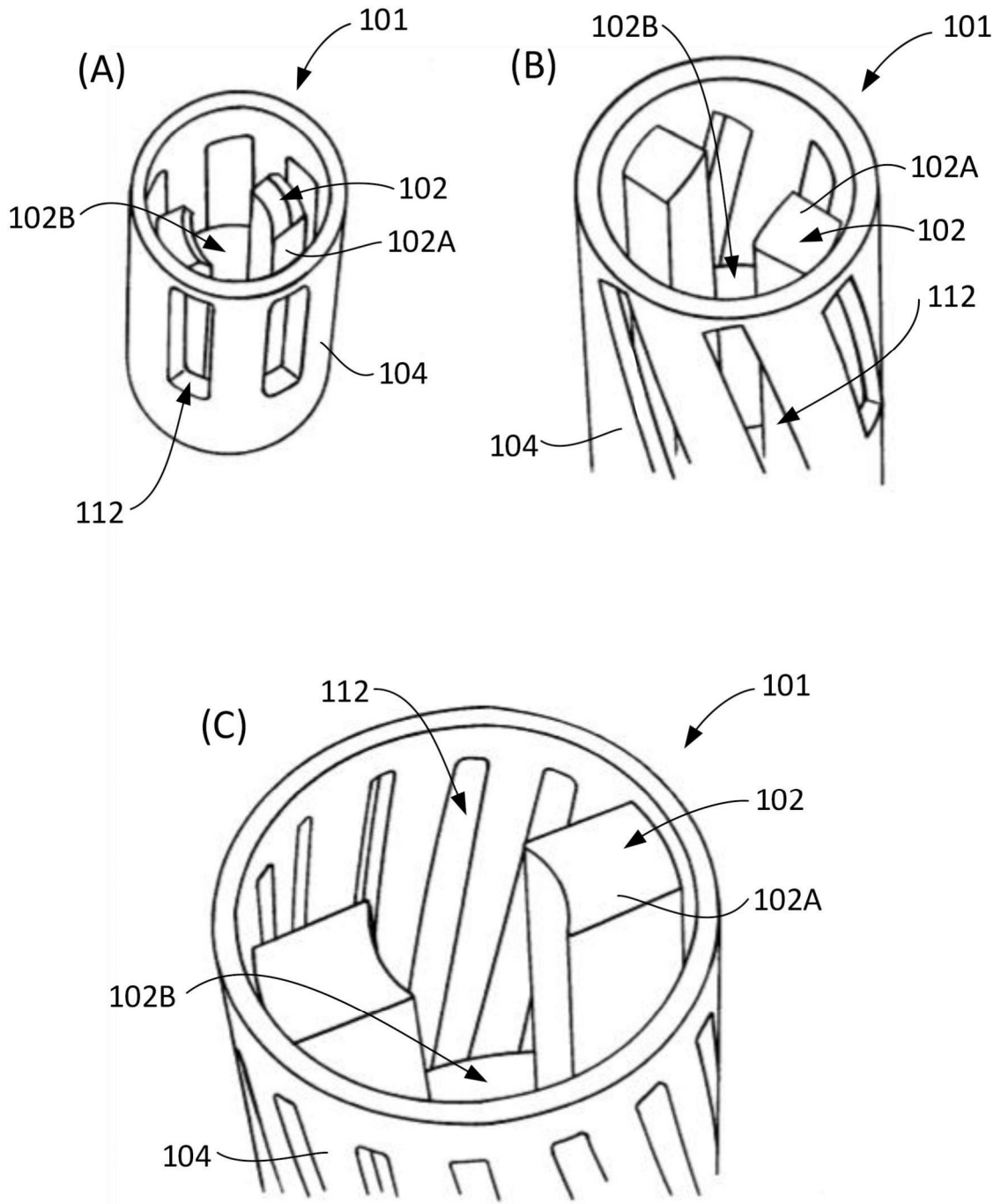


图1C

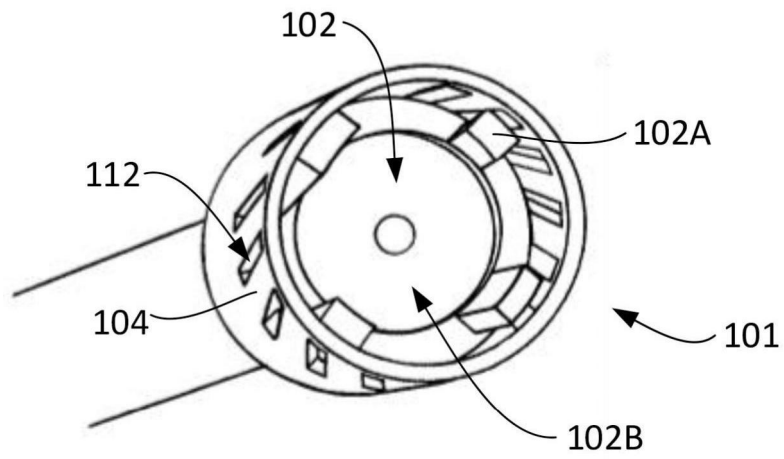


图1D

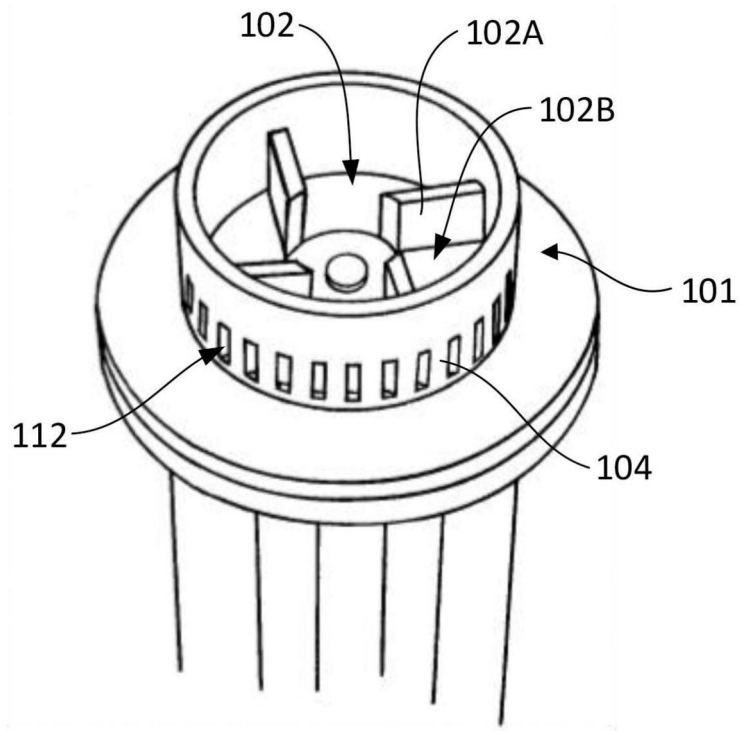
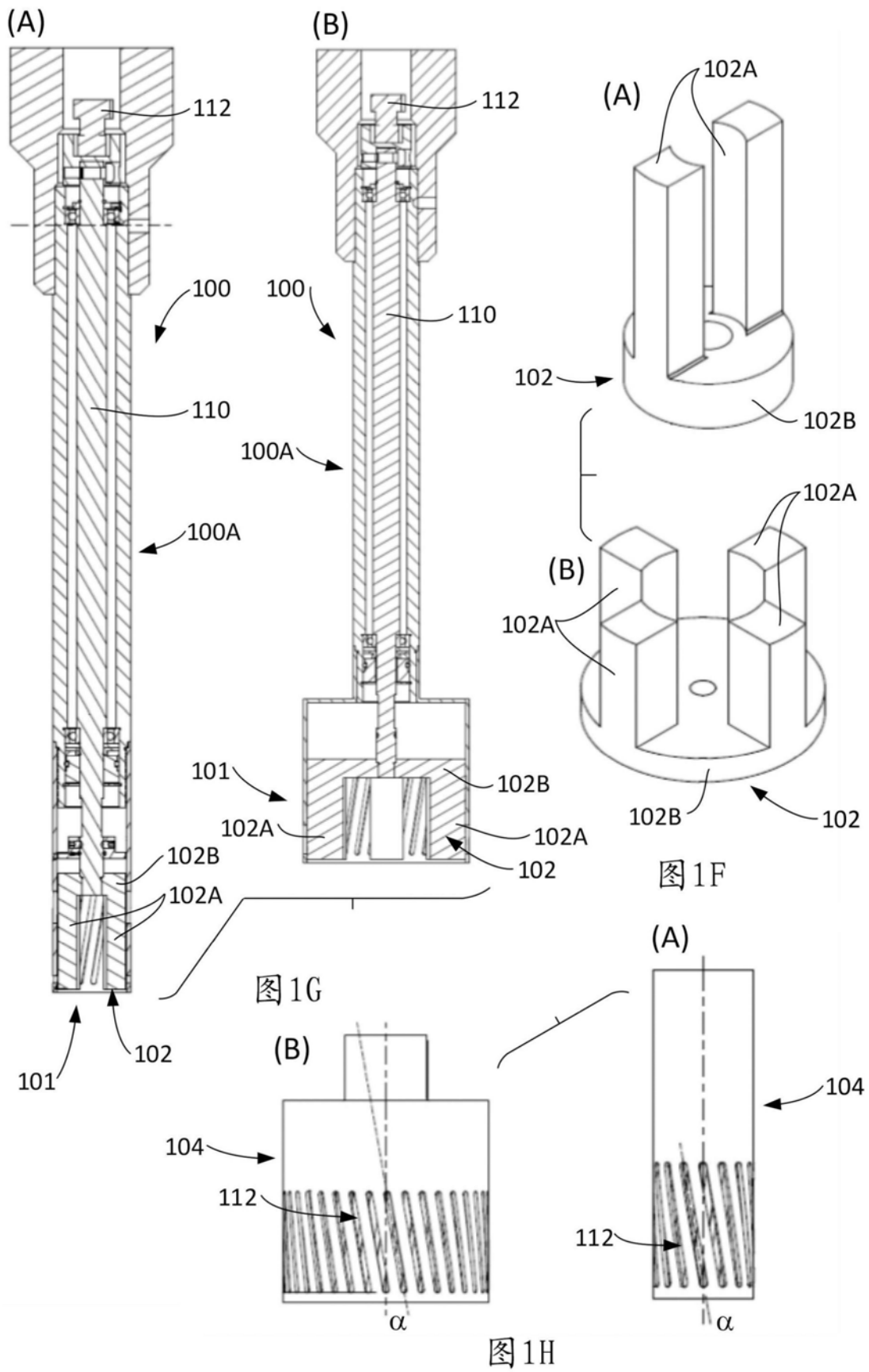


图1E



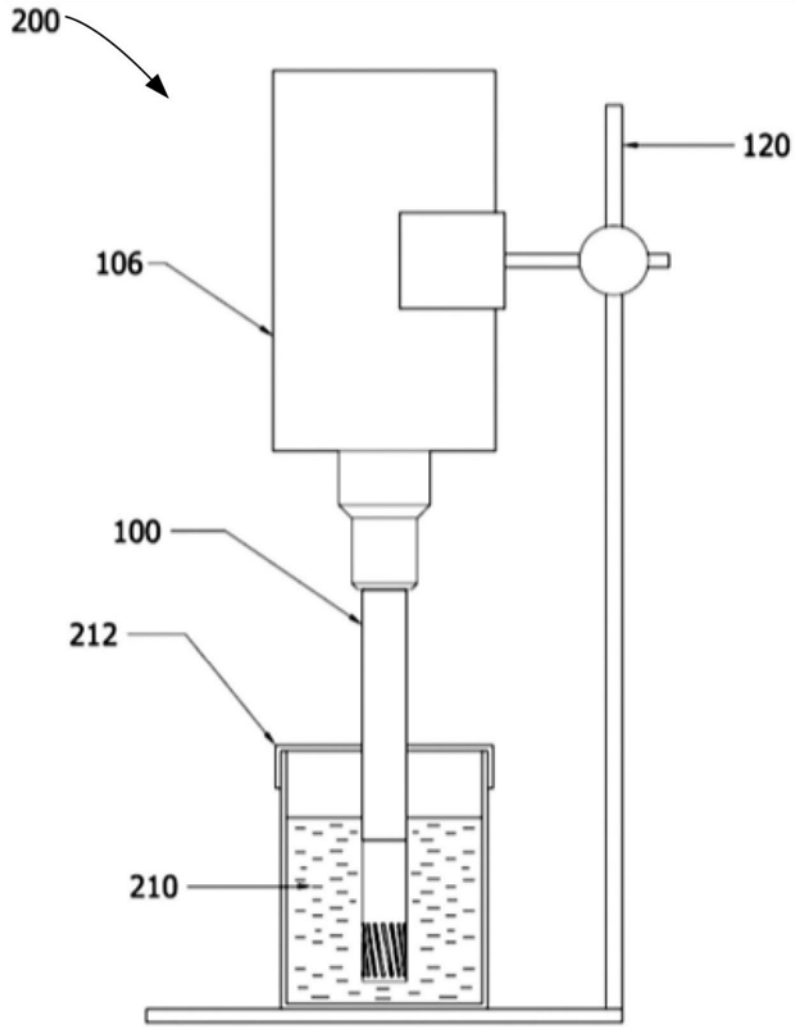


图2

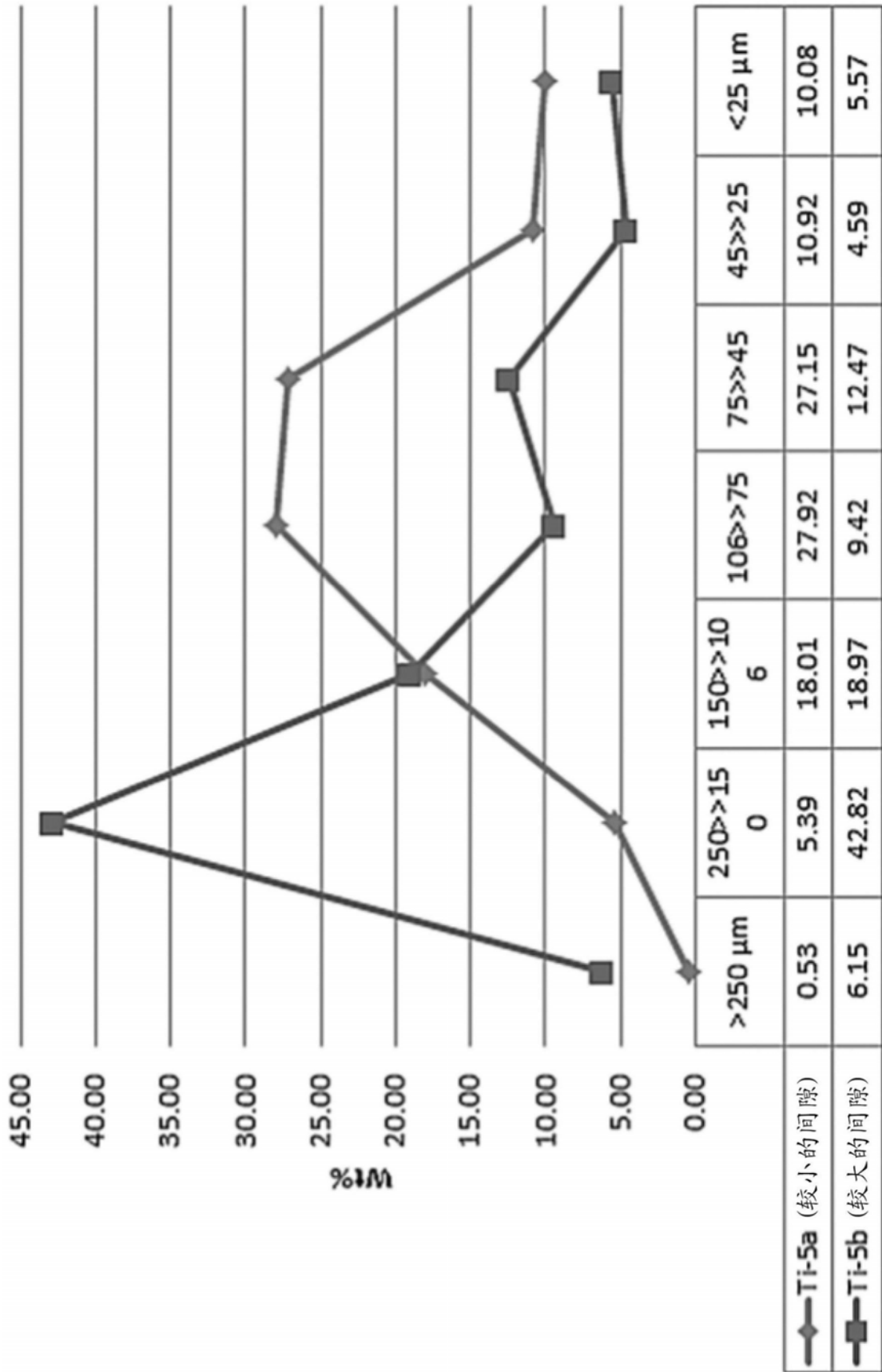


图3

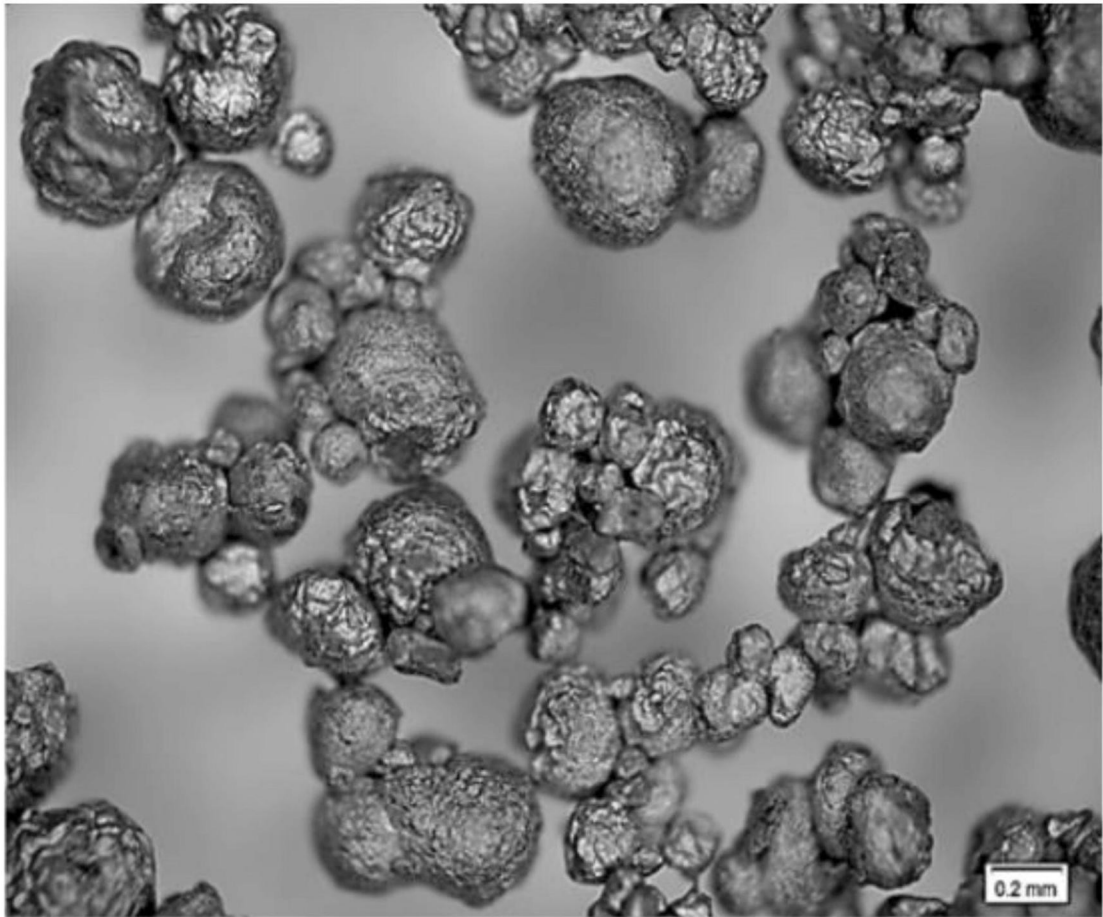


图4

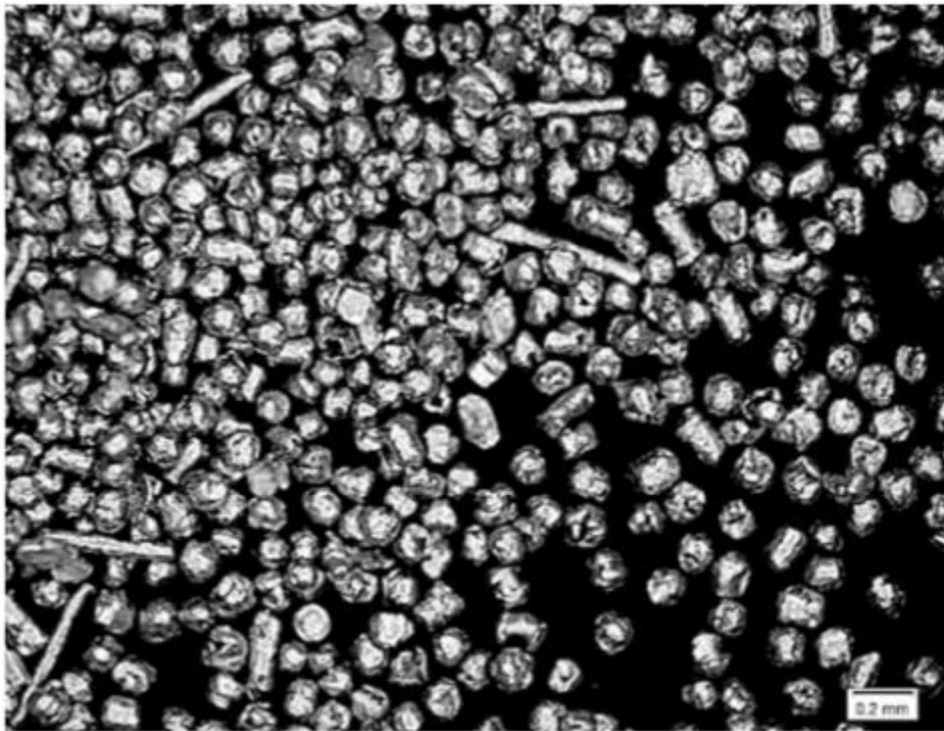


图5