



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 115178741 B

(45) 授权公告日 2024.06.04

(21) 申请号 202210689882.1

(22) 申请日 2022.06.17

(65) 同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 115178741 A

(43) 申请公布日 2022.10.14

(73) 专利权人 北京有研粉末新材料研究院有限
公司

地址 101407 北京市怀柔区雁栖经济开发
区雁栖路3号1幢

(72) 发明人 王林山 郑逢时 张爵灵 王蕊
梁雪冰 胡强 汪礼敏

(74) 专利代理机构 北京辰权知识产权代理有限
公司 11619

专利代理师 张晓玲

(51) Int. Cl.

B22F 7/08 (2006.01)

B22F 5/12 (2006.01)

B22F 3/02 (2006.01)

B22F 3/093 (2006.01)

B22F 3/11 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 105992661 A, 2016.10.05

CN 106641487 A, 2017.05.10

CN 108106464 A, 2018.06.01

CN 109014219 A, 2018.12.18

CN 110216277 A, 2019.09.10

CN 110280767 A, 2019.09.27

CN 210548085 U, 2020.05.19

审查员 邓进俊

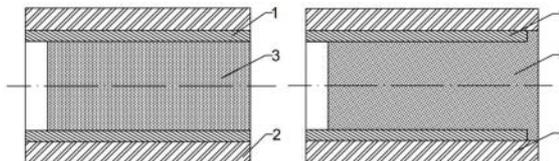
权利要求书1页 说明书5页 附图1页

(54) 发明名称

一种多孔复合管的制备方法

(57) 摘要

本发明涉及一种多孔复合管的制备方法,包括以下步骤:1) 选取粒度范围为 $0.1 \sim 100 \mu\text{m}$ 的金属粉末;2) 成形方式为以下两种方式中的任意一种:a. 将所述金属粉末装入金属管1中并使之成形,制得组合多孔复合管;b. 使所述金属粉末成形,制得粉末冶金多孔构件,然后将所述粉末冶金多孔构件装入金属管1中,制得组合多孔复合管;3) 将所述组合多孔金属管放入厚壁约束管2中,在防氧化环境中进行烧结,得到多孔复合管。本发明适合于采用较细金属粉末与金属管形成复合管,具有制备工艺简单、使用方便、可靠性高等优点,适合过滤、热管等领域。



1. 一种多孔复合管的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:
 - 1) 选取粒度范围为 $0.1 \sim 100\mu\text{m}$ 的金属粉末;
 - 2) 成形方式为以下两种方式中的任意一种:
 - a. 将所述金属粉末装入金属管(1)中并使之成形,制得组合多孔复合管;
 - b. 使所述金属粉末成形,制得粉末冶金多孔构件,然后将所述粉末冶金多孔构件装入金属管(1)中,制得组合多孔复合管;
 - 3) 将所述组合多孔金属管放入厚壁约束管(2)中,在防氧化环境中进行烧结,得到多孔复合管。
2. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,
 - 步骤a中,所述成形包括振实成形或压制成形;
 - 步骤b中,所述成形包括模压成形;
 - 步骤b中,在所述成形之后,进行烧结,烧结温度为金属粉末熔点的 $30\% \sim 70\%$,烧结时间为 $1 \sim 480\text{min}$ 。
3. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,烧结温度为所述金属粉末熔点的 $30\% \sim 70\%$;烧结时间为 $1 \sim 480\text{min}$;防氧化环境为真空、还原性气氛或惰性保护气氛。
4. 根据权利要求1-3中任一项所述的制备方法,其特征在于,所述金属粉末的材质为铝、铝合金、镍、镍合金、铜、铜合金、钛、钛合金、铁、铁合金、锌、锌合金、铅、铅合金、锡、锡合金、钴、钴合金中的任意一种。
5. 根据权利要求1-3中任一项所述的制备方法,其特征在于,步骤b中,所述粉末冶金多孔构件的尺寸较金属管(1)内径小 $0.01 \sim 0.10\text{mm}$ 。
6. 根据权利要求1-3中任一项所述的制备方法,其特征在于,金属管(1)的材质为铝、铝合金、镍、镍合金、铜、铜合金、钛、钛合金、铁、铁合金、锌、锌合金、铅、铅合金、锡、锡合金、钴和钴合金中的任意一种。
7. 根据权利要求1-3中任一项所述的制备方法,其特征在于,
 - 金属管(1)为单层或双层金属管;所述双层金属管包括内层金属管和外层金属管,所述外层金属管的膨胀系数小于所述内层金属管的膨胀系数;
 - 厚壁约束管(2)的材质为石墨、硬质合金、钨、钨合金、钼、钼合金、可伐合金中的一种;
 - 厚壁约束管(2)的内径较金属管(1)的外径大 $-0.10 \sim 0.10\text{mm}$ 。
8. 根据权利要求1-3中任一项所述的制备方法,其特征在于,所述粉末冶金多孔构件为粉末冶金多孔棒(3)、粉末冶金通孔管(4)或粉末冶金盲孔管(5)。
9. 一种多孔复合管,其特征在于,通过权利要求1-8中任一项所述的制备方法获得。
10. 根据权利要求9所述的多孔复合管,其特征在于,所述粉末冶金多孔构件的最大孔径为 $0.1 \sim 15\mu\text{m}$,渗透率为 $1 \times 10^{-18} \sim 1 \times 10^{-10}\text{m}^2$;
 - 所述粉末冶金多孔构件与金属管(1)的界面结合强度 $\geq 5\text{MPa}$;
 - 所述粉末冶金多孔构件的孔隙率为 $25 \sim 75\%$,所述粉末冶金多孔构件的高度与直径的比值为 ≥ 2 ;
 - 金属管(1)的壁厚为 $0.1 \sim 5\text{mm}$,且金属管(1)的直径与壁厚的比值为 ≥ 10 。

一种多孔复合管的制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于粉末冶金技术领域,具体涉及一种多孔复合管的制备方法。

背景技术

[0002] 多孔复合管通常由金属管和粉末多孔构件组合制备,在热管、过滤等方面具有广泛的应用。其中粉末冶金多孔构件的形状主要有管状、片状、棒状、盲孔管等形状,可以在金属管的内壁和一端。多孔复合管的制备方法主要有热装、金属管变形和烧结等工艺。

[0003] 热装工艺是通过加热金属管,将粉末冶金多孔构件装入到金属管中,冷却后金属管和粉末冶金多孔构件贴合紧密。也可以将粉末冶金多孔构件进行冷冻,装入到金属管中,恢复到室温后金属管和粉末冶金多孔构件贴合紧密。粉末冶金多孔构件的形状可以是管状、片状、棒状、盲孔管。但是这种方法存在加工精度要求非常高、粉末冶金多孔构件与金属管的贴合不全和结合强度低等问题。

[0004] 金属管变形工艺是将粉末冶金多孔构件放入到金属管中,再将金属管变形,与粉末冶金多孔构件贴合在一起。粉末冶金多孔构件料的形状可以是管状、片状、棒状、盲孔管。这种方法要求粉末冶金多孔构件的强度较高、尺寸精度较高,并且存在粉末冶金多孔构件与金属管的贴合不全和结合强度低等问题。

[0005] 烧结工艺是烧结过程中粉末冶金多孔构件向金属管膨胀接触,从而与金属管形成一体,具体包括有粉末冶金多孔构件内部放置芯棒烧结(包括金属、陶瓷和有机物等)、管内壁粘粉、管内离心涂覆和烧结膨胀(如Ti粉中添加铝粉)等方法。粉末冶金多孔构件内部放置芯棒烧结法是在芯棒和金属管之间填充粉末,一起进行烧结制备多孔复合管,该方法适合于 $\geq 50\mu\text{m}$ 的较粗粉末、 $\leq 3\text{mm}$ 粉末冶金层较薄的粉末冶金多孔复合管,存在芯棒不易抽取或寿命短等问题,不能制备粉末冶金棒或盲孔管。管内壁粘粉法是金属管内涂覆一层聚乙烯醇溶液,然后将铜粉灌入再倒出,使得管内壁挂上一层铜粉进行烧结制备多孔复合管,该方法存在粉末厚度较薄、产品一致性较差等问题。管内离心涂覆法是将膜层粉末配制成料浆,用塑料包覆盖支撑管外壁、密封一段,将配好的料浆从另一端装入多孔金属支撑管中并密封,然后固定在离心桶内,开启离心分级沉降机,在多孔管内壁沉积一层膜,干燥烧结制备成品膜管。采用该制备方法存在制备工艺复杂、成本高、难以制备管内径较小、厚度较大的内壁粉末冶金多孔材料等缺点,不能制备粉末冶金棒或盲孔管。烧结膨胀法是通过添加其它金属粉改变成分使粉末冶金多孔材料烧结过程中膨胀,从而与金属管形成接触,制备多孔复合管。但是这种方法烧结后粉末冶金多孔材料收缩较大、内部或与金属管之间出现裂纹,导致孔径较大,且只适用于烧结过程中膨胀的金属粉末体系,具有较大的局限性。

[0006] 由于细粉烧结过程中收缩较大,对于粉末冶金多孔材料为棒状或盲孔管的多孔金属管,采用上述烧结工艺导致粉末冶金多孔材料与金属管之间形成间隙、甚至直接脱离,无法制备内部为粉末冶金棒状或盲孔管的多孔复合管。

发明内容

[0007] 针对上述存在的问题和内部粉末冶金多孔材料性能的要求,本 发明提出了一种工艺简单、使用方便、可靠性高的多孔复合管的制 备方法。所制备的多孔复合管具有孔隙率高、最大孔径小、渗透率 大,内部粉末冶金多孔材料与金属管1界面结合强度高优点。本发明方法适合于采用较细粉末和金属管制备多孔复合管,该多孔复 合管可应用于过滤、热管等领域。

[0008] 一种多孔复合管的制备方法,包括以下步骤:

[0009] 1) 选取粒度范围为 $0.1 \sim 100\mu\text{m}$ 的金属粉末;

[0010] 2) 成形方式为以下两种方式中的任意一种:

[0011] a. 将所述金属粉末装入金属管1并使之成形,制得组合多孔复 合管;

[0012] b. 使所述金属粉末成形,制得粉末冶金多孔构件,然后将所述 粉末冶金多孔构件装入金属管1中,制得组合多孔复合管;

[0013] 3) 将所述组合多孔金属管放入厚壁约束管2中,在防氧化环境 中进行烧结,得到多孔复合管。

[0014] 在烧结过程中,所述粉末冶金多孔构件向内收缩,金属管1由 于受厚壁约束管2的限制,由向外膨胀转为向内膨胀,金属管1内 壁与所述粉末冶金多孔构件接触形成冶金结 合,提高粉末多孔材料 和金属管内壁的界面结合强度,冷却后制得多孔复合管。

[0015] 优选地,烧结温度可为所述金属粉末熔点的 $30\% \sim 70\%$,选择该 温度范围可以保证材料具有较高的孔隙率和强度。

[0016] 优选地,烧结时间可为 $1 \sim 480\text{min}$,优选 $20 \sim 100\text{min}$ 。

[0017] 优选地,所述防氧化环境可为真空、还原性气氛或惰性保护气 氛。所述还原性气 氛可为氢气、一氧化碳、氮氢混合气中的一种。所述惰性保护气氛可为氮气、氩气、氦气气 氛中的一种。

[0018] 优选地,所述金属粉末的粒度范围为 $0.1 \sim 100\mu\text{m}$,优选 $0.1 \sim 38\mu\text{m}$ 。

[0019] 优选地,步骤a中,所述成形包括振实成形或压制成形。在一 些具体实施例中,步 骤a包括:将所述金属粉末装入金属管1中并 振实成形,制得组合多孔复合管。在另一些具 体实施例中,步骤a 包括:将所述金属粉末装入金属管1中并压制成形,制得组合多孔 复合 管。

[0020] 优选地,步骤b中,所述成形包括模压成形。

[0021] 优选地,步骤b中,在所述成形之后,任选地包括进行烧结, 烧结温度为金属粉末 熔点的 $30\% \sim 70\%$,烧结时间为 $1 \sim 480\text{min}$ 。

[0022] 在一些具体实施例中,步骤b包括:将所述金属粉末模压成形, 制得粉末冶金多孔 构件,然后装入金属管1中,制得组合多孔复合 管。在另一些具体实施例中,步骤b包括:将 所述金属粉末模压成 形后再进行烧结,制得粉末冶金多孔构件,然后装入金属管1中,制得 组合多孔复合管。

[0023] 优选地,在步骤a中,所述压制成形的方法包括:在垂直状态 的金属管1底部放置 一个下冲头,再将所述金属粉末填充至金属管1 内,然后再将上冲头放置金属管1顶部,向 下压制成形。

[0024] 优选地,如图1-3所示,所述粉末冶金多孔构件为粉末冶金多 孔棒3、粉末冶金通

孔管4或粉末冶金盲孔管5。所述粉末冶金多孔构件的端部与金属管1的端部存在多种位置关系,包括但不限于齐平、凸出和凹陷,并且所述粉末冶金多孔构件的两个端部的多种位置关系可自由组合。

[0025] 优选地,所述金属粉末的材质为铝、铝合金、镍、镍合金、铜、铜合金、钛、钛合金、铁、铁合金、锌、锌合金、铅、铅合金、锡、锡合金、钴、钴合金中的任意一种。

[0026] 优选地,步骤b中,所述粉末冶金多孔构件的尺寸较金属管1内径小0.01~0.10mm,例如较金属管1内径小0.01mm、0.02mm、0.03mm、0.04mm、0.05mm、0.06mm、0.07mm、0.08mm、0.09mm或0.10mm。

[0027] 优选地,金属管1的材质可为铝、铝合金、镍、镍合金、铜、铜合金、钛、钛合金、铁、铁合金、锌、锌合金、铅、铅合金、锡、锡合金、钴、钴合金中任意一种。

[0028] 优选地,金属管1可为单层或双层金属管。优选地,所述双层金属管包括内层金属管和外层金属管。优选地,所述外层金属管的膨胀系数小于所述内层金属管的膨胀系数。

[0029] 优选地,厚壁约束管2的材质可为石墨、硬质合金、钨、钨合金、钼、钼合金、可伐合金等中的一种。优选地,厚壁约束管2的内径较金属管1的外径大-0.10~0.10mm,例如较金属管1的外径大-0.10mm、-0.09mm、-0.08mm、-0.07mm、-0.06mm、-0.05mm、-0.04mm、-0.03mm、-0.02mm、-0.01mm、0mm、0.01mm、0.02mm、0.03mm、0.04mm、0.05mm、0.06mm、0.07mm、0.08mm、0.09mm或0.10mm。

[0030] 当厚壁约束管2的内径较金属管1的外径大-0.10~0.02mm时,可将金属管1在液氮、液氩或干冰中冷冻,或将厚壁约束管2加热,然后再将金属管1装入厚壁约束管2中。当厚壁约束管2的内径较金属管1的外径大0.02~0.10mm时,可将金属管1装入厚壁约束管2中。

[0031] 本发明还提供一种通过所述制备方法获得的多孔复合管,所述多孔复合管包括:金属管1;以及粉末冶金多孔构件,设置在金属管1的内部。

[0032] 优选地,所述粉末冶金多孔构件的最大孔径为0.1~15 μm ,优选0.5~12 μm ;渗透率为 $1\times 10^{-18}\sim 1\times 10^{-11}\text{m}^2$,优选 $4.5\times 10^{-16}\sim 2\times 10^{-11}\text{m}^2$ 。

[0033] 优选地,所述粉末冶金多孔构件与金属管1的界面结合强度 $\geq 5\text{MPa}$,优选5~15MPa。

[0034] 优选地,所述粉末冶金多孔构件的孔隙率为25~75%,优选35%-50%。

[0035] 优选地,所述粉末冶金多孔构件的高度与直径的比值为 ≥ 2 。

[0036] 优选地,金属管1的壁厚为0.5~2mm。

[0037] 优选地,金属管1的直径与壁厚的比值为 ≥ 10 。

[0038] 相比现有技术,本发明的有益效果:

[0039] 本发明提出了一种工艺简单、使用方便、可靠性高的多孔复合管的制备方法。所制备的多孔复合管具有孔隙率高、最大孔径小、渗透率大,内部粉末冶金多孔材料与金属管1界面结合强度高等优点。本发明方法适合于采用较细粉末和金属管制备多孔复合管,该多孔复合管可应用于过滤、热管等领域。

附图说明

[0040] 图1为多孔复合管装入厚壁约束管2的示意图,由金属管1、粉末冶金多孔棒3和厚

壁约束管2等部件构成。

[0041] 图2为粉末冶金多孔通孔管复合管的示意图,由金属管1、粉末冶金通孔管4等部件构成。

[0042] 图3为粉末冶金多孔盲孔管复合管的示意图,由金属管1、粉末冶金盲孔管5等部件构成。

具体实施方式

[0043] 本发明提出了一种粉末冶金多孔复合管及制备方法,下面结合附图和实施例对本发明作进一步的详细说明。可以理解的是,此处所描述的具体实施例仅用于解释本发明,而非对本发明的限定。另外还需要说明的是,为了便于描述,附图中仅示出了与本发明相关的部分而非全部。

[0044] 对比例1

[0045] 利用费氏粒度为 $2.2\mu\text{m}$ 的羰基镍粉,采用冷等静压成形,85MPa 保压5分钟,制备出密度为 $4.5\text{g}/\text{cm}^3$ 的棒,600℃真空烧结1小时后 密度约为 $5.4\text{g}/\text{cm}^3$,然后加工成 $\phi 25.00\pm 0.01\times 100\pm 0.2\text{mm}$ 的粉末冶金多孔棒,采用干净的6061铝合金管 $\phi 28.00\pm 0.02\times \phi 25.10\pm 0.02\times 120\text{mm}$,将粉末冶金多孔棒放入到铝合金管中间。

[0046] 将组合后的铝合金管(即,组合多孔复合管)在氮气气氛下、600℃烧结1小时,冷却后羰基镍粉烧结收缩形成多孔材料,与6061铝合金管存在间隙。

[0047] 实施例1

[0048] 本实施例1与对比例1的不同之处仅在于:采用石墨管作为厚壁约束管2。

[0049] 将组合后的铝合金管放入到石墨管 $\phi 60.00\times \phi 28.05\pm 0.02\times 125\text{mm}$ 中,在氮气气氛下、600℃烧结1小时,冷却后粉末冶金多孔棒与铝合金管形成一体,得到多孔复合管。铝合金管的外径 $\phi 27.5\pm 0.1\text{mm}$ (烧结过程中由于石墨管对铝合金管有约束作用,因此烧结后铝合金管的直径会变小),可从石墨管中轻松取出。

[0050] 将多孔复合管进行多孔性能测试,多孔复合管中的粉末冶金多孔构件的最大孔径为 $0.5\mu\text{m}$,渗透率为 $4.5\times 10^{-16}\text{m}^2$,孔隙率约38%,界面剪切强度为10MPa。

[0051] 实施例2

[0052] 本实施例2与实施例1的不同之处仅在于:将6061铝合金管替换为内孔镀镍的316L不锈钢管,管的尺寸为 $\phi 27.00\pm 0.02\times \phi 25.10\pm 0.02\times 120\text{mm}$,厚壁约束管2采用硬质合金管,其尺寸为 $\phi 60.00\times \phi 27.05\pm 0.02\times 125\text{mm}$ 。

[0053] 在真空度约 $2\times 10^{-2}\text{Pa}$ 的条件下,600℃烧结1小时,冷却后粉末冶金多孔棒与不锈钢管形成一体,得到多孔复合管,不锈钢管的外径 $\phi 26.7\pm 0.1\text{mm}$ (烧结过程中由于硬质合金管对不锈钢管有约束作用,因此烧结后不锈钢管的直径会变小),可从硬质合金管中轻松取出。

[0054] 将多孔复合管进行多孔性能测试,多孔复合管中的粉末冶金多孔构件的最大孔径为 $0.7\mu\text{m}$,渗透率为 $8.2\times 10^{-16}\text{m}^2$,孔隙率约39.2%,界面剪切强度为11MPa。

[0055] 实施例3

[0056] 本实施例3与实施例2的不同之处仅在于:将 $\phi 25.00 \pm 0.01 \times 100 \pm 0.2 \text{mm}$ 的粉末冶金多孔棒中心打一个 $\phi 10.00 \pm 0.01 \times 80 \text{mm}$ 的孔。烧结后的不锈钢管可从硬质合金管中轻松取出。

[0057] 将多孔复合管进行多孔性能测试,多孔复合管中的粉末冶金多孔构件的最大孔径为 $0.72 \mu\text{m}$,渗透率为 $9.5 \times 10^{-16} \text{m}^2$,孔隙率约39.8%,界面剪切强度为10MPa。

[0058] 对比例2

[0059] 采用粉末粒径 $\leq 75 \mu\text{m}$ 的铝合金粉,将铝合金粉装入到 $\phi 20.00 \pm 0.02 \times \phi 16.00 \pm 0.02 \times 80 \pm 0.2 \text{mm}$ 的干净6061铝合金管中,采用0.2KN的力轻轻压平铝合金管中的混合粉末。将组合后的铝合金管在高纯氮气气氛中,600℃烧结60分钟,冷却后,铝合金粉末烧结收缩成多孔材料,与铝合金管存在间隙。

[0060] 实施例4

[0061] 本实施例4与对比例2的不同之处仅在于:采用石墨管作为厚壁约束管2,将组合后的铝合金管放入到石墨管 $\phi 60.00 \times \phi 20.08 \pm 0.02 \times 125 \text{mm}$ 中,采用高纯氮气烧结,600℃烧结60分钟,冷却后粉末冶金多孔棒与铝合金管形成一体,得到多孔复合管,铝合金管的外径 $\phi 19.7 \pm 0.1 \text{mm}$ (烧结过程中由于石墨管对铝合金管有约束作用,因此烧结后铝合金管的直径会变小),轻松从石墨管中取出。

[0062] 将多孔复合管进行多孔性能测试,多孔复合管中的粉末冶金多孔构件的最大孔径为 $12 \mu\text{m}$,渗透率为 $2 \times 10^{-11} \text{m}^2$,孔隙率约46%,界面脱除剪切强度为6MPa。

[0063] 实施例5

[0064] 将粉末粒度 $\leq 30 \mu\text{m}$ 的还原铜粉装入到 $\phi 20.00 \pm 0.02 \times \phi 18.00 \pm 0.02 \times 120 \pm 0.2 \text{mm}$ 的干净铜管中,采用分段压制方式压制出 $\phi 17.00 \times 100 \text{mm}$ 、中间有一个 $\phi 8.00 \times 80 \text{mm}$ 的盲孔的粉末冶金多孔管,压制密度约为 $4.2 \text{g}/\text{cm}^3$ 。将组合好的铜管放入石墨管 $\phi 60.00 \times \phi 20.08 \pm 0.02 \times 125 \text{mm}$ (即厚壁约束管2)中,在氢气气氛中,800℃烧结30分钟,冷却后粉末冶金多孔管与铜管形成一体,得到多孔复合管,铜管的外径 $\phi 19.8 \pm 0.1 \text{mm}$ (烧结过程中由于石墨管对铜管有约束作用,因此烧结后铜管的直径会变小),轻松从石墨管中取出。

[0065] 将多孔复合管进行多孔性能测试,多孔复合管中的粉末冶金多孔构件的最大孔径为 $2.5 \mu\text{m}$,渗透率为 $3 \times 10^{-12} \text{m}^2$,孔隙率约50%,界面脱除剪切强度为12MPa。

[0066] 注意,上述仅为本发明的较佳实施例及所运用技术原理。本领域技术人员会理解,本发明不限于这里所述的特定实施例,对本领域技术人员来说能够进行各种明显的变化、重新调整和替代而不会脱离本发明的保护范围。因此,虽然通过以上实施例对本发明进行了较为详细的说明,但是本发明不仅仅限于以上实施例,在不脱离本发明构思的情况下,还可以包括更多其他等效实施例,而本发明的范围由所附的权利要求范围决定。

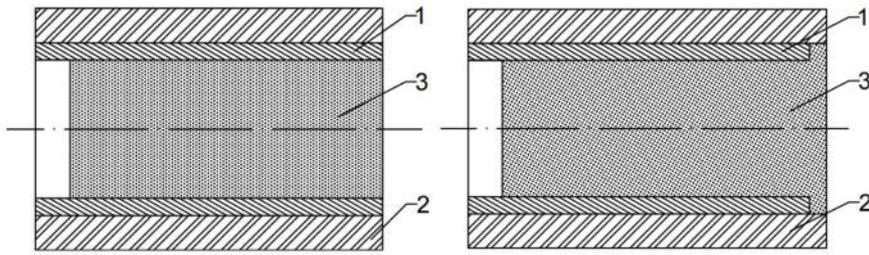


图1

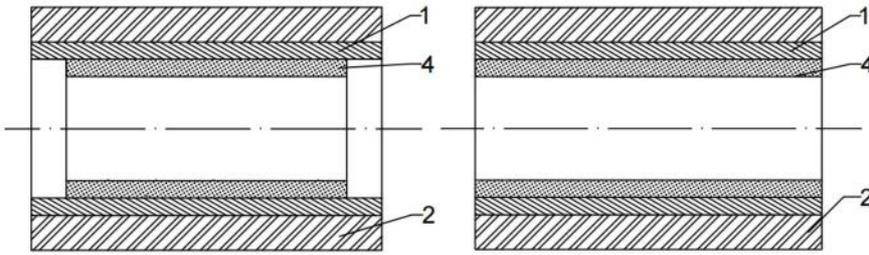


图2

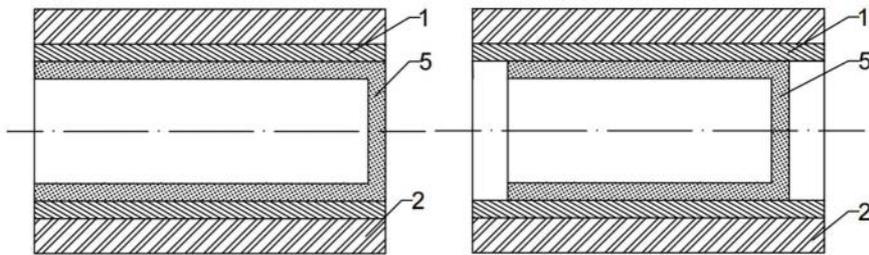


图3