



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 108213441 A

(43)申请公布日 2018.06.29

(21)申请号 201711424632.0

(22)申请日 2017.12.25

(71)申请人 安泰天龙钨钼科技有限公司

地址 101117 北京市通州区潞城镇胡各庄
召里工业区内

申请人 安泰科技股份有限公司

(72)发明人 王广达 刘国辉 熊宁

(74)专利代理机构 北京五洲洋和知识产权代理
事务所(普通合伙) 11387

代理人 刘春成 荣红颖

(51)Int.Cl.

B22F 5/12(2006.01)

B22F 3/04(2006.01)

B22F 3/10(2006.01)

B22F 3/15(2006.01)

权利要求书1页 说明书5页 附图1页

(54)发明名称

一种纯铼管的制备方法

(57)摘要

本发明公开了一种纯铼管的制备方法,该制备方法包括如下步骤:原料粉末预处理制备、压制成型处理、脱粘结剂处理、预烧结处理、包套处理、热等静压处理、去包套处理、高温烧结处理。该方法可以制备出大尺寸、多种壁厚的纯铼管产品,具有形状规整、致密度高和晶粒细小均匀的优点。

1. 一种纯铼管的制备方法,其特征在于,包括如下步骤:

步骤一,原料粉末预处理制备:在纯铼粉末中添加粘结剂,并混合均匀,得到预处理后原料粉末;

步骤二,压制成型处理:将所述预处理后原料粉末放入模具中,进行压制成型处理,得到管状压坯;

步骤三,脱粘结剂处理:将所述管状压坯进行脱粘结剂处理;

步骤四,预烧结处理:将步骤三所得管状坯料在还原性气氛或真空环境下进行预烧结处理,得到预烧结管坯;

步骤五,包套处理:将所述预烧结管坯进行包套处理,并抽真空;

步骤六,热等静压处理:将包套后坯料进行热等静压处理;

步骤七,去包套处理:将步骤六处理后的管坯外部的包套材料去除;

步骤八,高温烧结处理:在真空条件下对步骤七处理后的管坯进行高温烧结处理,得到所述纯铼管制品。

2. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,所述制备方法还包括机加工步骤,对所述纯铼管制品进行机械加工,得到纯铼管成品;

优选地,步骤一中,所述纯铼粉的粒度为-200~-325目,所述粘结剂为石蜡,所述石蜡的添加量为所述纯铼粉质量的2%~5%。

3. 根据权利要求1-3任一项所述的制备方法,其特征在于,步骤二中,所述压制成型处理采用冷等静压,优选地,所述冷等静压的压制压力为100~250MPa,保压时间为0~50s;更优选地,所述压坯的相对密度为55~75%。

4. 根据权利要求1-4任一项所述的制备方法,其特征在于,步骤三中,所述脱粘结剂处理的温度为800℃~1000℃,保温时间为2h~6h。

5. 根据权利要求1-4任一项所述的制备方法,其特征在于,步骤四中,所述预烧结处理的温度为1000℃~1350℃,保温时间为1h~5h,优选地,所述还原性气氛为氢气气氛,或所述真空环境下的真空度为 10^{-1} Pa- 10^{-4} Pa。

6. 根据权利要求1-5任一项所述的制备方法,其特征在于,步骤五中,所述包套处理所使用的包套材料为钛板和钼棒。

7. 根据权利要求1-6任一项所述的制备方法,其特征在于,步骤六中,所述热等静压处理的温度为1350℃~1700℃,压力为120~180Mpa,保压保温时间为1~4h;优选地,步骤六中,所述热等静压处理后的管坯的致密度为85%~92%。

8. 根据权利要求1-7任一项所述的制备方法,其特征在于,步骤七中,还包括使用机加工去除所述热等静压处理后的管坯表面层,所述表面层的厚度为0.1-0.5mm。

9. 根据权利要求1-8任一项所述的制备方法,其特征在于,步骤八中,所述高温烧结处理的烧结温度为2150℃~2400℃,保温时间为2~6h;优选地,所述纯铼管制品的致密度为97%及以上。

10. 根据权利要求1-9任一项所述的制备方法,其特征在于,所述纯铼管制品或纯铼管成品的规格为:长度250~700mm、壁厚0.5~4mm。

一种纯铼管的制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于稀有难熔金属领域,具体涉及一种纯铼管的制备方法,本发明的方法特别适合制备大尺寸纯铼管,尤其适合制备长径比大的纯铼管。

背景技术

[0002] 金属铼具有高熔点、高密度和良好的室温韧性以及高温性能,在军工、航空航天、半导体、微电子等行业应用广泛。纯铼粉末的压制性能较差,尤其对于大尺寸的纯铼产品的制备,通过常规的粉末冶金工艺方法,容易造成坯料无法成型、烧结开裂等问题,严重影响纯铼制品的生产效率和质量,又由于铼的资源含量非常稀少,成本很高,所以对于大尺寸纯铼管的制备需要根据实际需要进行开发。

[0003] 专利CN201610687814.6公开了一种高密度纯铼试管的制造方法,该方法首先要对铼粉进行球化处理和时效处理,再进行压制成型、烧结和机加工,制造出纯铼试管;该方法对铼粉的特殊处理工序复杂、操作不易控制,会严重影响铼管产品的成材合格率。

发明内容

[0004] 本发明目的在于提供一种纯铼管的制备方法,通过在纯铼粉中添加粘结剂,依次经过压型、脱蜡、预烧结、包套、热等静压、去包套、高温烧结,制备出大尺寸、多种壁厚的纯铼管产品,具有形状规整、致密度高和晶粒细小均匀的优点。

[0005] 为了实现上述目的,本发明采用了以下技术方案:

[0006] 一种纯铼管的制备方法,包括如下步骤:

[0007] 步骤一,原料粉末预处理制备:在纯铼粉末中添加粘结剂,并混合均匀,得到预处理后原料粉末;

[0008] 步骤二,压制成型处理:将所述预处理后原料粉末放入模具中,进行压制成型处理,得到管状压坯;

[0009] 步骤三,脱粘结剂处理:将所述管状压坯进行脱粘结剂处理;

[0010] 步骤四,预烧结处理:将步骤三所得管状坯料在还原性气氛或真空环境下进行预烧结处理,得到预烧结管坯;

[0011] 步骤五,包套处理:将所述预烧结管坯进行包套处理,并抽真空;

[0012] 步骤六,热等静压处理:将包套后坯料进行热等静压处理;

[0013] 步骤七,去包套处理:将步骤六处理后的管坯外部的包套材料去除;

[0014] 步骤八,高温烧结处理:在真空条件下对步骤七处理后的管坯进行高温烧结处理,得到所述纯铼管制品。

[0015] 上述制备方法中,作为一种优选实施方式,所述制备方法还包括机加工步骤,对所述纯铼管制品进行机械加工,得到纯铼管成品。

[0016] 上述制备方法中,作为一种优选实施方式,步骤一中,所述纯铼粉的粒度为-200~-325目(比如-230目、-250目、-230目、-270目、-300目),所述粘结剂为石蜡,所述石蜡的

添加量为所述纯铯粉质量的2%~5% (比如2.5%、3%、3.5%、4%、4.5%) ;

[0017] 上述制备方法中,作为一种优选实施方式,步骤二中,所述压制成型处理采用冷等静压,优选地,所述冷等静压的压制压力为100~250MPa (比如110MPa、120MPa、130MPa、140MPa、150MPa、155MPa、165MPa、180MPa、200MPa、220MPa、240MPa、245MPa),保压时间为0~50s (比如2s、5s、10s、15s、20s、30s、40s、45s) ;

[0018] 上述制备方法中,作为一种优选实施方式,步骤二中,所述压坯的相对密度为55~75% (比如56%、58%、60%、65%、68%、70%、72%、74%) 。

[0019] 上述制备方法中,作为一种优选实施方式,步骤三中,所述脱粘结剂处理的温度为800℃~1000℃ (比如805℃、815℃、850℃、880℃、900℃、920℃、950℃、980℃、990℃),保温时间为2h~6h (比如2.2h、2.5h、3h、3.5h、4h、4.5h、5h、5.5h、5.8h) ;

[0020] 上述制备方法中,作为一种优选实施方式,步骤四中,所述预烧结处理的温度为1000℃~1350℃ (比如1020℃、1050℃、1100℃、1150℃、1200℃、1250℃、1300℃、1335℃),保温时间为1h~5h (比如1.5h、2h、3h、4h、4.5h),更优选地,所述还原性气氛为氢气气氛,或,所述真空环境下的真空度为 10^{-1} Pa- 10^{-4} Pa;预烧结处理可以固化坯料的强度,保证坯料外形的完整性,方便于后续坯料的进一步处理。

[0021] 上述制备方法中,作为一种优选实施方式,步骤五中,所述包套处理所使用的包套材料为钛板和钼棒,以保证最终得到的铯管的纯度。

[0022] 上述制备方法中,作为一种优选实施方式,步骤六中,所述热等静压处理的温度为1350℃~1700℃ (比如1360℃、1380℃、1400℃、1450℃、1500℃、1520℃、1540℃、1600℃、1650℃、1690℃),压力为120~180Mpa (比如125MPa、130MPa、140MPa、150MPa、160MPa、170MPa、175MPa),保压保温时间为1~4h (比如1.5h、2h、2.5h、3h、3.5h) ;

[0023] 上述制备方法中,作为一种优选实施方式,步骤六中,所述热等静压处理后的管坯的致密度为85%~92% (比如86%、88%、90%、91%) 。

[0024] 上述制备方法中,作为一种优选实施方式,步骤七中,还包括使用机加工去除所述热等静压处理后的管坯表面层,所述表面层的厚度为0.1-0.5mm (比如0.12mm、0.2mm、0.3mm、0.4mm、0.45mm) 。

[0025] 上述制备方法中,作为一种优选实施方式,步骤八中,所述高温烧结处理的烧结温度为2150℃~2400℃ (比如2160℃、2180℃、2200℃、2250℃、2350℃、2380℃、2390℃),保温时间为2~6h (比如2.2h、2.5h、3h、4h、5h、5.5h) ;

[0026] 上述制备方法中,作为一种优选实施方式,步骤八中,所述纯铯管制品的致密度为97%及以上 (比如97.5%、98%、98.5%、99%) 。

[0027] 上述制备方法中,作为一种优选实施方式,所述纯铯管制品或纯铯管成品的规格为:长度250~700mm (比如260mm、300mm、350mm、400mm、450mm、500mm、550mm、600mm、650mm、690mm)、壁厚0.5~4mm (0.6mm、1mm、1.5mm、2mm、2.5mm、3mm、3.5mm、3.9mm) 。

[0028] 与现有技术相比,本发明具有如下有益效果为:

[0029] 本发明提供的制备方法中,通过对铯粉添加适量的石蜡进行预处理,方便了大尺寸铯坯的压制成型;通过预烧结,强化了坯料的强度,保证了坯料在后续制备过程中的完整性;运用热等静压,有效的提高了致密度和均匀性,并克服了大尺寸纯铯管坯在烧结过程中的断裂、开裂等难题;最后通过真空高温烧结进一步提高大尺寸纯铯管的纯度和致密度,达

到97%及以上的相对密度。本发明的制备方法得到的大尺寸纯铯管具有尺寸大、壁厚可调、致密度高、形状规则和晶粒细小均匀的优点,比如本发明方法可以制备长度250~700mm、壁厚0.5~4mm的铯管材;另外,本发明方法技术思路新颖,工艺操作相对简便。

附图说明

[0030] 图1为利用本发明提供的制备方法制备的管材的金相组织照片。

具体实施方式

[0031] 下面结合附图和实施例对本发明的纯铯管的制备方法进行说明。应理解,这些实施例仅用于解释本发明而不适用于限制本发明的范围。对外应理解,在阅读了本发明的内容之后,本领域技术人员对本发明作各种改动或修改,这些等价形式同样落于本申请所附权利要求书所限定的范围。

[0032] 以下实施例中所用铯粉原料为市售纯度为99.99%的高纯铯粉,所用到的其他原料都可以从市场上购得。

[0033] 实施例1

[0034] 1) 铯粉预处理:称取5Kg纯铯粉末,按质量百分比添加3.5%的石蜡(即石蜡的添加量为铯粉质量的3.5%)作为粘结剂,并混合均匀,所述铯粉的粒度为-300目;

[0035] 2) 压型:将掺蜡粉末放入模具中,进行冷等静压压制成型,压制压力150MPa,保压时间为40s,得到相对密度为66%的管状压坯;

[0036] 3) 脱蜡:使用脱蜡炉对管状压坯进行脱蜡处理,脱蜡温度950℃,保温时间4h;

[0037] 4) 预烧结:将步骤3)得到的坯料在真空条件进行预烧结处理,预烧结温度1300℃,保温时间3h,真空度为 10^{-2} Pa,得到预烧结管坯;

[0038] 5) 包套:使用钛板和钼棒作为包套材料将预烧结管坯包套并抽真空,其中钛板用于包覆管坯外表面,钼棒插入管坯的中空腔体内;

[0039] 6) 热等静压:将包套后坯料进行高温高压的热等静压处理,热等静压温度1550℃,热等静压压力150MPa,保温保压时间3h;得到致密度为90%的纯铯管坯;

[0040] 7) 去包套:使用机加工去除铯管外包套材料和铯管中间的钼棒,并去除铯管表面厚度为0.2mm的金属层,以保证铯制品的高纯度;

[0041] 8) 高温烧结:将步骤7)得到的纯铯管在真空条件下进行高温烧结处理,真空度为 10^{-3} Pa,烧结温度2300℃,保温时间5h,所得纯铯管制品的致密度为98.5%,纯度达到99.99%;铯管制品尺寸为:外径30mm,内径16mm,长度450mm。

[0042] 生产实践证明,该实施例工艺制备出的铯管不容易出现裂纹。

[0043] 图1是本实施例制备的铯管制品的金相组织照片,从图1中可以看出,管材的晶粒细小、均匀,平均晶粒尺寸为30 μ m。

[0044] 实施例2

[0045] 1) 铯粉预处理:称取5Kg纯铯粉末,按质量百分比添加2.5%的石蜡(即石蜡的添加量为铯粉质量的2.5%)作为粘结剂,并混合均匀,所述铯粉的粒度为-200目;

[0046] 2) 压型:将掺蜡粉末放入模具中,进行冷等静压压制成型,压制压力250MPa,保压时间为10s,得到相对密度为70%的管状压坯;

- [0047] 3) 脱蜡:使用脱蜡炉对管状压坯进行脱蜡处理,脱蜡温度800℃,保温时间6h;
- [0048] 4) 预烧结:将步骤3)得到的坯料在真空条件进行预烧结处理,真空度为 10^{-2} Pa,预烧结温度1000℃,保温时间5h,真空度为 10^{-2} Pa,得到预烧结管坯;
- [0049] 5) 包套:使用钛板和钼棒作为包套材料将预烧结管坯包套并抽真空,其中钛板用于包覆管坯外表面,钼棒插入管坯的中空腔体内;
- [0050] 6) 热等静压:将包套后坯料进行高温高压的热等静压处理,热等静压温度1350℃,热等静压压力180MPa,保温保压时间1.5h;得到致密度为86%的纯铯管坯;
- [0051] 7) 去包套:使用机加工去除铯管外包套材料和铯管中间的钼棒,并去除铯管表面厚度为0.4mm的金属层,以保证铯制品的高纯度;
- [0052] 8) 高温烧结:将步骤7)得到的纯铯管在真空条件下进行高温烧结处理,烧结温度2150℃,保温时间6h,所得纯铯管制品的致密度为97.5%,纯度达到99.99%;铯管制品尺寸为:外径25mm,内径21mm,长度550mm,管材的晶粒细小、均匀,平均晶粒尺寸为25 μ m。
- [0053] 生产实践证明,该实施例工艺制备出的铯管不容易出现裂纹。
- [0054] 实施例3
- [0055] 1) 铯粉预处理:称取5Kg纯铯粉末,按质量百分比添加5%的石蜡(即石蜡的添加量为铯粉质量的5%)作为粘结剂,并混合均匀,所述铯粉的粒度为-325目;
- [0056] 2) 压型:将掺蜡粉末放入模具中,进行冷等静压压制成型,压制压力100MPa,保压时间为50s,得到相对密度为58%的管状压坯;
- [0057] 3) 脱蜡:使用脱蜡炉对管状压坯进行脱蜡处理,脱蜡温度1000℃,保温时间2.5h;
- [0058] 4) 预烧结:将步骤3)得到的坯料在真空条件进行预烧结处理,真空度为 10^{-4} Pa,预烧结温度1200℃,保温时间2h,得到预烧结管坯;
- [0059] 5) 包套:使用钛板和钼棒作为包套材料将预烧结坯包套并抽真空,其中钛板用于包覆管坯外表面,钼棒插入管坯的中空腔体内;
- [0060] 6) 热等静压:将包套后坯料进行高温高压的热等静压处理,热等静压温度1450℃,热等静压压力125MPa,保压时间2.5h;得到致密度为88%的纯铯管坯;
- [0061] 7) 去包套:使用机加工去除铯管外包套材料和铯管中间的钼棒,并去除铯管表面厚度为0.2mm的金属层,以保证铯制品的高纯度;
- [0062] 8) 高温烧结:将步骤7)得到的纯铯管在真空条件下进行高温烧结处理,烧结温度2400℃,保温时间3h,所得纯铯管制品的致密度为97%,纯度达到99.99%;铯管制品尺寸为:外径20mm,内径18mm,长度650mm,管材的晶粒细小、均匀,平均晶粒尺寸为40 μ m。
- [0063] 生产实践证明,该实施例工艺制备出的铯管不容易出现裂纹。
- [0064] 对比例1
- [0065] 1) 铯粉预处理:称取5Kg纯铯粉末,按质量百分比添加3.5%的石蜡(即石蜡的添加量为铯粉质量的3.5%)作为粘结剂,并混合均匀,所述铯粉的粒度为-300目;
- [0066] 2) 压型:将掺蜡粉末放入模具中,进行冷等静压压制成型,压制压力150MPa,保压时间为40s,得到相对密度为66%的管状压坯,管状压坯尺寸:外径30mm,内径16mm,长度450mm;
- [0067] 3) 脱蜡:使用脱蜡炉对管状压坯进行脱蜡处理,脱蜡温度950℃,保温时间4h;
- [0068] 4) 高温烧结:将步骤3)得到的铯管坯在真空条件下进行高温烧结处理,真空度为

10^{-3} Pa, 烧结温度2300℃, 保温时间5h。

[0069] 在高温烧结过程中, 大多数管坯发生开裂, 成品率极低。

[0070] 实施例4-7

[0071] 除热等静压处理步骤的参数不同于实施例1以外, 其他操作步骤和参数同实施例1。实施例4-7的热等静压处理参数如下表1, 制得的铈管制品尺寸同实施例1, 铈管制品的致密度参见表1。

[0072] 表1实施例4-7热等静压处理参数以及铈管制品致密度

[0073]

编号	热等静压处理温度/℃	压力/MPa	保温时间/h	管材致密度/%	平均晶粒尺寸/ μm
实施例 4	1700	150	3	98	45
实施例 5	1250	150	3	80	65
实施例 6	1500	170	3	97	55
实施例 7	1500	100	4	85	60

[0074] 生产实践证明, 实施例4和6工艺制备出的铈管不容易出现裂纹, 产品合格率极高, 实施例5和7的工艺制备出的铈管易出现裂纹, 产品合格率偏低。

[0075] 对比例2

[0076] 1) 铈粉预处理: 称取5Kg纯铈粉末, 按质量百分比添加3.5%的石蜡(即石蜡的添加量为铈粉质量的3.5%)作为粘结剂, 并混合均匀, 所述铈粉的粒度为-300目;

[0077] 2) 压型: 将掺蜡粉末放入模具中, 进行冷等静压压制成型, 压制压力150MPa, 保压时间为40s, 得到相对密度为66%的管状压坯;

[0078] 3) 脱蜡: 使用脱蜡炉对管状压坯进行脱蜡处理, 脱蜡温度950℃, 保温时间4h;

[0079] 4) 包套: 使用钛板和钼棒作为包套材料将脱蜡后的管坯包套并抽真空, 其中钛板用于包覆管坯外表面, 钼棒插入管坯的中空腔体内;

[0080] 5) 热等静压: 将包套后坯料进行高温高压的热等静压处理, 热等静压温度1550℃, 热等静压压力150MPa, 保温保压时间3h;

[0081] 6) 去包套: 使用机加工去除铈管外包套材料和铈管中间的钼棒, 并去除铈管表面厚度为0.3mm的金属层, 以保证铈制品的高纯度;

[0082] 7) 高温烧结: 将步骤6)得到的纯铈管在真空条件下进行高温烧结处理, 真空度为 10^{-3} Pa, 烧结温度2300℃, 保温时间5h, 所得纯铈管制品的致密度为93%; 铈管制品尺寸为: 外径30mm, 内径16mm, 长度450mm。

[0083] 本实施例得到管材的平均晶粒尺寸为60 μm 。

[0084] 生产实践证明, 该对比例在省略了预处理步骤后, 制备出的铈管极易出现开裂, 产品合格率非常低。

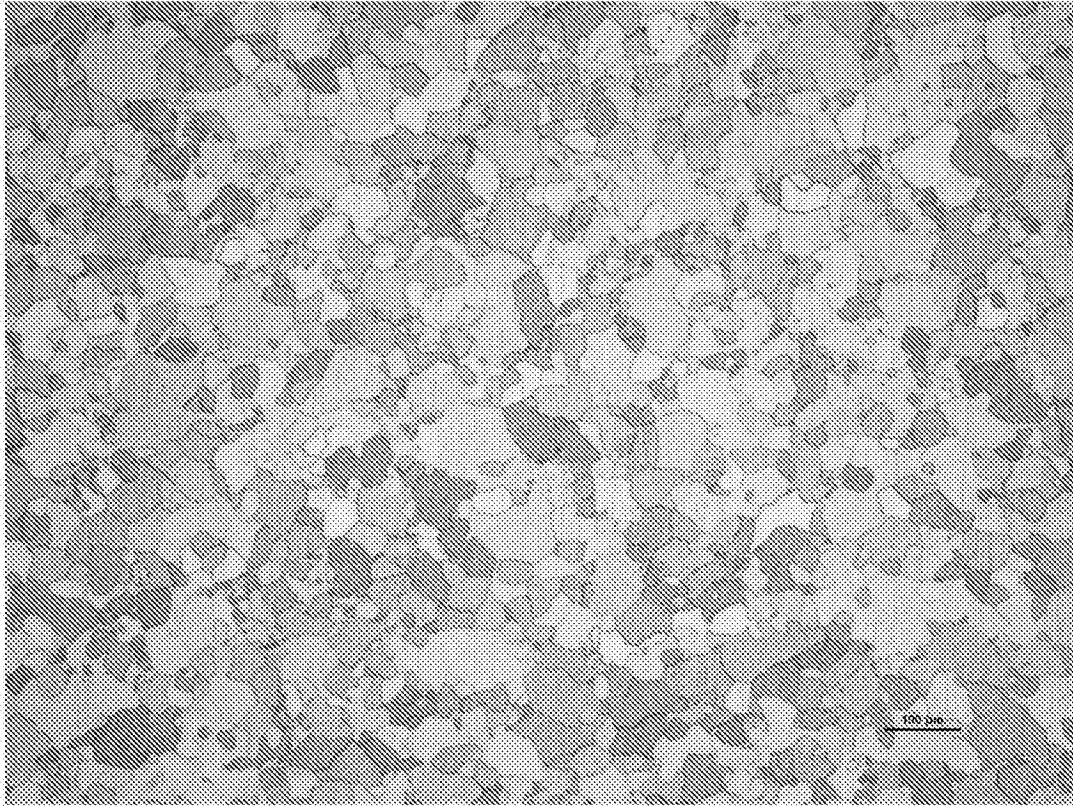


图1