



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 112795794 A

(43) 申请公布日 2021.05.14

(21) 申请号 202110364732.9

(22) 申请日 2021.04.06

(71) 申请人 西安斯瑞先进铜合金科技有限公司  
地址 710071 陕西省西安市雁塔区鱼化工业园纬一路60号

(72) 发明人 杨莉 聂红锋 闫利平 贺猛  
翟荣荣 孙刚刚

(74) 专利代理机构 北京栈桥知识产权代理事务所(普通合伙) 11670  
代理人 刘婷

(51) Int. Cl.  
C22B 34/32 (2006.01)  
C22B 5/10 (2006.01)  
B22F 3/10 (2006.01)

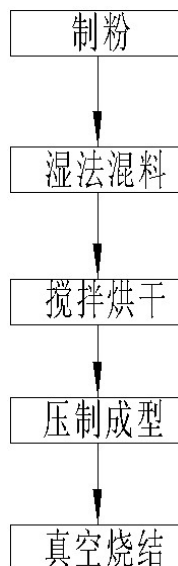
权利要求书2页 说明书5页 附图1页

(54) 发明名称

一种采用湿法混合金属粉末制备高纯度金属铬块的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种采用湿法混合金属粉末制备高纯度金属铬块的方法,涉及金属粉末制品制造技术领域,包括S1、制粉:机械制备一种粒度小于300 μ m的金属铬粉;S2、湿法混料:将制得的金属铬粉与有机还原剂前驱体湿法混合;S3、搅拌烘干:将混合后的粉末在真空干燥室中搅拌烘干;S4、压制成型:对烘干后的粉末进行压制成型;S5、真空烧结:对铬坯进行真空烧结,在一定温度及压力下实现提纯。本发明可制备纯度高、气体含量低、杂质含量低、化学成分均匀一致、外观精美的高纯金属铬,可满足高温合金、高纯靶材等行业对高纯金属原材料的需求。



1. 一种采用湿法混合金属粉末制备高纯度金属铬块的方法,其特征在于,包括以下步骤:

S1:制粉

选用铝热法制备的铬块作为原料,将铬块先置于破碎机中进行预破碎,得到粒度小于10mm的铬颗粒,再将得到的铬颗粒置入研磨机中进行制粉,得到粒度小于300 $\mu$ m的金属铬粉;

S2:湿法混料

将制得的金属铬粉与有机还原剂前驱体置入混料机中进行湿法混合,混合时以蒸馏水为分散剂,不断搅拌至金属铬粉、有机还原剂前驱体、蒸馏水三者混合均匀;

S3:搅拌烘干

将混合后的粉末在110-120 $^{\circ}$ C真空干燥室中搅拌烘干,烘干至粉末无粘接即可;

S4:压制成型

将烘干后的粉末置入模具中,压制压力控制在6-7Mpa,压制成为块状铬坯;

S5:真空烧结

将铬坯置入真空烧结炉中对铬坯进行真空烧结,在300 $^{\circ}$ C保温碳化,然后升温至1400 $^{\circ}$ C进行还原反应。

2. 如权利要求1所述的一种采用湿法混合金属粉末制备高纯度金属铬块的方法,其特征在于,所述步骤S2中的有机还原剂前驱体为蔗糖或葡萄糖。

3. 如权利要求1所述的一种采用湿法混合金属粉末制备高纯度金属铬块的方法,其特征在于,所述步骤S2中分散剂的添加量按与金属铬粉体积比1:1进行添加,搅拌速度为100-120r/min。

4. 如权利要求1所述的一种采用湿法混合金属粉末制备高纯度金属铬块的方法,其特征在于,所述步骤S3中真空干燥室的真空度小于1000Pa,搅拌速度为20-30r/min,烘干时长为1-1.5h。

5. 如权利要求1所述的一种采用湿法混合金属粉末制备高纯度金属铬块的方法,其特征在于,所述步骤S1中研磨机中的研磨珠采用直径为25-30mm的不锈钢制成,研磨时加入乙醇作为保护剂,保护剂与铬块按质量比1:2加入,研磨完成后,通过筛网将粒度小于10mm的铬颗粒筛出,粒度大于10mm的铬颗粒继续进行研磨,将小于10mm的铬颗粒置入研磨机中进行制粉。

6. 如权利要求1所述的一种采用湿法混合金属粉末制备高纯度金属铬块的方法,其特征在于,所述湿法混合时蒸馏水匀速喷射进入混料机,蒸馏水喷射速度为50ml/s,混料机内温度为25-50 $^{\circ}$ C。

7. 如权利要求1所述的一种采用湿法混合金属粉末制备高纯度金属铬块的方法,其特征在于,所述真空烧结时300 $^{\circ}$ C保温碳化1-1.5h,升温至1400 $^{\circ}$ C过程中的升温速度为10-15 $^{\circ}$ C/min,在1400 $^{\circ}$ C时烧结时长3-5h。

8. 如权利要求1所述的一种采用湿法混合金属粉末制备高纯度金属铬块的方法,其特征在于,所述真空烧结炉采用的是中频感应加热的真空感应烧结炉,真空烧结时炉内真空度为0.5-10Pa。

9. 如权利要求1所述的一种采用湿法混合金属粉末制备高纯度金属铬块的方法,其特

征在于,真空烧结完成后对真空烧结炉内进行冷风降温,降温速度为10-20°C/min,降温至铬坯表面温度至70°C以下,取出铬坯在室温下自然冷却。

## 一种采用湿法混合金属粉末制备高纯度金属铬块的方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及金属粉末制品制造技术领域,具体是涉及一种采用湿法混合金属粉末制备高纯度金属铬块的方法。

### 背景技术

[0002] 当前工艺发展对高纯金属及金属合金要求极高,可用于制造航空航天、交通运输、输变电等行业的精密金属部件和表面涂层。其中,高纯金属铬当前被广泛应用于高温合金中,在高温合金中占有较大的比例,铬在基体中与碳结合,形成骨架状碳化物组织,在一定程度上起到沉淀强化和晶界强化的作用,同时可以提高合金高温抗氧化性和耐腐蚀性。

[0003] 从原矿提纯制备的金属原材料通常具备大量的金属氧化物夹杂,而氧含量对金属材料的化学性能和力学性能影响很大。低的氧含量是防止材料的氧化和锈蚀的基本因素,如果氧含量增加,高温合金的抗冲击值大大降低、抗疲劳性能恶化,材料的使用寿命会大大降低。

[0004] 因此,采用一种方法,均匀地还原金属原材料中的非金属夹杂,降低材料氧含量至关重要。

[0005] 目前国内外提纯金属的方法主要有石墨粉干法混料真空还原、石墨粉添加粘接剂造粒真空还原、氢气气氛还原。

[0006] 其中石墨粉干法混料真空还原的方法为:采用铬粉与石墨粉按照0.1%~1%的比例混合,再进行压制烧结。其中石墨粉与铬粉的比重差异大,有可能导致混料不均匀,最终导致烧结质量有较大波动,会导致提纯效果一致性低;石墨粉添加粘接剂造粒真空还原时,真空度及温度高,金属粒易粘接成为不规则块状,降低了烧结整体的孔隙度,降低脱气效率,且还原完成后还需二次加工,提高了生产成本;氢气气氛还原成本高,氢气不易保存,成本大,且生产效率低。

### 发明内容

[0007] 为解决上述技术问题,本发明提供了一种采用湿法混合金属粉末制备高纯度金属铬块的方法。

[0008] 本发明的技术方案是:一种采用湿法混合金属粉末制备高纯度金属铬块的方法,包括以下步骤:

#### S1:制粉

选用铝热法制备的铬块作为原料,将铬块先置于破碎机中进行预破碎,得到粒度小于10mm的铬颗粒,再将得到的铬颗粒置入磨机中进行制粉,得到粒度小于300 $\mu\text{m}$ 的金属铬粉;

#### S2:湿法混料

将制得的金属铬粉与有机还原剂前驱体置入混料机中进行湿法混合,混合时以蒸馏水为分散剂,不断搅拌至金属铬粉、有机还原剂前驱体、蒸馏水三者混合均匀;

**S3: 搅拌烘干**

将混合后的粉末在110-120℃真空干燥室中搅拌烘干,烘干至粉末无粘接即可;

**S4: 压制成型**

将烘干后的粉末置入模具中,压制压力控制在6-7Mpa,压制成为块状铬坯;

**S5: 真空烧结**

将铬坯置入真空烧结炉中对铬坯进行真空烧结,在300℃保温碳化,然后升温至1400℃进行还原反应。

[0009] 进一步地,所述步骤S2中的有机还原剂前驱体为蔗糖或葡萄糖,蔗糖、葡萄糖无毒无害,容易碳化且原料成本低。

[0010] 进一步地,所述步骤S2中分散剂的添加量按与金属铬粉体积比1:1进行添加,搅拌速度为100-120r/min,搅拌效率高。

[0011] 进一步地,所述步骤S3中真空干燥室的真空度小于1000Pa,搅拌速度为20-30r/min,烘干时长为1-1.5h,避免了静置烘干时,糖类物质与容器产生的粘接,提高原材料的利用率。

[0012] 进一步地,所述步骤S1中研磨机中的研磨珠采用直径为25-30mm的不锈钢制成,研磨时加入乙醇作为保护剂,保护剂与铬块按质量比1:2加入,研磨完成后,通过筛网将粒度小于10mm的铬颗粒筛出,粒度大于10mm的铬颗粒继续进行研磨,将小于10mm的铬颗粒置入研磨机中进行制粉,通过机械研磨对铬块进行粗磨以提高整体研磨效率。

[0013] 进一步地,所述湿法混合时蒸馏水匀速喷射进入混料机,蒸馏水喷射速度为50ml/s,混料机内温度为25-50℃,提高了混料的均匀性,减少了传统石墨干法混料对人工的损耗。

[0014] 进一步地,所述真空烧结时300℃保温碳化1-1.5h,对含碳量高的有机物前驱体进行碳化,凭借有机物碳化残留碳骨架,为铬坯创造脱气空隙,该空隙可以完成制粉时产生的极细粉末的脱气提纯,材料利用率高,成本低,碳化完成后,升温至1400℃过程中的升温速度为10-15℃/min,在1400℃时烧结时长3-5h,对氧化铬进行氧化还原反应,提高铬的纯度。

[0015] 进一步地,所述真空烧结炉采用的是中频感应加热的真空感应烧结炉,真空烧结时炉内真空度为0.5-10Pa,真空烧结减少氧气进入,防止铬氧化。

[0016] 进一步地,真空烧结完成后对真空烧结炉内进行冷风降温,降温速度为10-20℃/min,降温至铬坯表面温度至70℃以下,取出铬坯在室温下自然冷却。

[0017] 本发明的有益效果是:

1、本发明采用湿法混料的方式,以蔗糖作为还原剂,采用最常见的水为分散剂,浸泡式混料,将有机物包覆在金属粉末中,提高了混料的均匀性,减少了传统石墨干法混料对人工的损耗,避免了混料粒度差异带来的还原剂分散不均匀的情况。

[0018] 2、本发明利用有机物在中温段碳化残余的碳骨架进行还原,极大提高还原的均匀性,同时,碳化过程会在坯块中产生大量的空隙,提高了还原过程的脱气速率。

[0019] 3、本发明采用真空搅拌式烘干的方法,避免了静置烘干时,糖类物质与容器产生的粘接,提高原材料的利用率。

[0020] 4、本发明采用的原材料为粒度小于300μm的金属粉末,凭借碳骨架创造的脱气空隙,可以完成制粉时产生的极细粉末的脱气提纯,材料利用率高,成本低。

## 附图说明

[0021] 图1是本发明的工艺流程图。

## 具体实施方式

[0022] 实施例1:

如图1所示,一种采用湿法混合金属粉末制备高纯度金属铬块的方法,包括以下步骤:

### S1:制粉

选用铝热法制备的铬块作为原料,将铬块先置于破碎机中进行预破碎,研磨机中的研磨珠采用直径为25mm的不锈钢制成,研磨时加入乙醇作为保护剂,保护剂与铬块按质量比1:2加入,研磨完成后,通过筛网将粒度小于10mm的铬颗粒筛出,粒度大于10mm的铬颗粒继续进行研磨,将小于10mm的铬颗粒置入研磨机中进行制粉,得到粒度小于300 $\mu\text{m}$ 的金属铬粉,先通过破碎再进行研磨可以提高整体制粉效率;

### S2:湿法混料

将制得的金属铬粉与有机还原剂前驱体置入混料机中进行湿法混合,有机还原剂前驱体采用蔗糖,将蔗糖研磨成粒度小于325 $\mu\text{m}$ 的粉末与金属铬粉进行混合,蔗糖含碳量高,容易碳化且原料成本低;

混合时以蒸馏水为分散剂,分散剂的添加量按与金属铬粉体积比1:1进行添加,搅拌速度为100r/min,搅拌效率高,不断搅拌至金属铬粉、有机还原剂前驱体、蒸馏水三者混合均匀;

湿法混合时蒸馏水匀速喷射进入混料机,蒸馏水喷射速度为50ml/s,混料机内温度为25 $^{\circ}\text{C}$ ,提高了混料的均匀性,减少了传统石墨干法混料对人工的损耗;

### S3:搅拌烘干

将混合后的粉末在110 $^{\circ}\text{C}$ 真空干燥室中搅拌烘干,烘干至粉末无粘接即可,真空干燥室的真空度为3Pa,搅拌速度为20r/min,烘干时长为1h,避免了静置烘干时,糖类物质与容器产生的粘接,提高原材料的利用率;

### S4:压制成型

将烘干后的粉末置入模具中,压制压力控制在6Mpa,压制成为块状铬坯;

### S5:真空烧结

将铬坯置入真空烧结炉中对铬坯进行真空烧结,在300 $^{\circ}\text{C}$ 保温碳化1h,然后升温至1400 $^{\circ}\text{C}$ 进行还原反应,升温至1400 $^{\circ}\text{C}$ 过程中的升温速度为10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ,在1400 $^{\circ}\text{C}$ 时烧结时长3h,先对含碳量高的有机物进行碳化,再通过对氧化铬进行氧化还原反应,提高铬的纯度,真空烧结炉采用的是中频感应加热的真空感应烧结炉,真空烧结时炉内真空度为0.5Pa,真空烧结减少氧气进入,防止铬氧化;

真空烧结完成后对真空烧结炉内进行冷风降温,降温速度为10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ,降温至铬坯表面温度至70 $^{\circ}\text{C}$ ,取出铬坯在室温下自然冷却。

[0023] 通过本实施例制备三个样品,并对三个样品的O含量(%)和C含量(%)进行检测,其中O含量(%)的检测结果显示分别为:0.0310%、0.0280%、0.0320%,O含量(%)均值为0.0303%;C含量(%)的检测结果显示分别为:0.0024%、0.0012%、0.0027%,C含量(%)均值为0.0021。

**[0024] 实施例2:**

如图1所示,一种采用湿法混合金属粉末制备高纯度金属铬块的方法,包括以下步骤:

**S1:制粉**

选用铝热法制备的铬块作为原料,将铬块先置于破碎机中进行预破碎,研磨机中的研磨珠采用直径为28mm的不锈钢制成,研磨时加入乙醇作为保护剂,保护剂与铬块按质量比1:2加入,研磨完成后,通过筛网将粒度小于10mm的铬颗粒筛出,粒度大于10mm的铬颗粒继续进行研磨,将小于10mm的铬颗粒置入研磨机中进行制粉,得到粒度小于300 $\mu\text{m}$ 的金属铬粉,先通过破碎再进行研磨可以提高整体制粉效率;

**S2:湿法混料**

将制得的金属铬粉与有机还原剂前驱体置入混料机中进行湿法混合,有机还原剂前驱体采用葡萄糖,葡萄糖颗粒度小于355 $\mu\text{m}$ ,葡萄糖碳量高、易碳化且原料成本低;

混合时以蒸馏水为分散剂,分散剂的添加量按与金属铬粉体积比1:1进行添加,搅拌速度为110r/min,搅拌效率高,不断搅拌至金属铬粉、有机还原剂前驱体、蒸馏水三者混合均匀;

湿法混合时蒸馏水匀速喷射进入混料机,蒸馏水喷射速度为50ml/s,混料机内温度为40 $^{\circ}\text{C}$ ,提高了混料的均匀性,减少了传统石墨干法混料对人工的损耗;

**S3:搅拌烘干**

将混合后的粉末在115 $^{\circ}\text{C}$ 真空干燥室中搅拌烘干,烘干至粉末无粘接即可,真空干燥室的真空度为500Pa,搅拌速度为25r/min,烘干时长为1.2h,避免了静置烘干时,糖类物质与容器产生的粘接,提高原材料的利用率;

**S4:压制成型**

将烘干后的粉末置入模具中,压制压力控制在6.5Mpa,压制成为块状铬坯;

**S5:真空烧结**

将铬坯置入真空烧结炉中对铬坯进行真空烧结,在300 $^{\circ}\text{C}$ 保温碳化1.2h,然后升温至1400 $^{\circ}\text{C}$ 进行还原反应,升温至1400 $^{\circ}\text{C}$ 过程中的升温速度为13 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ,在1400 $^{\circ}\text{C}$ 时烧结时长4h,先对含碳量高的有机物进行碳化,再通过对氧化铬进行氧化还原反应,提高铬的纯度,真空烧结炉采用的是中频感应加热的是真空感应烧结炉,真空烧结时炉内真空度为5Pa,真空烧结减少氧气进入,防止铬氧化;

真空烧结完成后对真空烧结炉内进行冷风降温,降温速度为15 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ,降温至铬坯表面温度至50 $^{\circ}\text{C}$ ,取出铬坯在室温下自然冷却。

**[0025]** 通过本实施例制备三个样品,并对三个样品的O含量(%)和C含量(%)进行检测,其中O含量(%)的检测结果显示分别为:0.0270%、0.0320%、0.0290%,O含量(%)均值为0.0293%;C含量(%)的检测结果显示分别为:0.0012%、0.0014%、0.0008%,C含量(%)均值为0.0011。

**[0026] 实施例3:**

如图1所示,一种采用湿法混合金属粉末制备高纯度金属铬块的方法,包括以下步骤:

**S1:制粉**

选用铝热法制备的铬块作为原料,将铬块先置于破碎机中进行预破碎,研磨机中

的研磨珠采用直径为30mm的不锈钢制成,研磨时加入乙醇作为保护剂,保护剂与铬块按质量比1:2加入,研磨完成后,通过筛网将粒度小于10mm的铬颗粒筛出,粒度大于10mm的铬颗粒继续进行研磨,将小于10mm的铬颗粒置入研磨机中进行制粉,得到粒度小于300 $\mu\text{m}$ 的金属铬粉,先通过破碎再进行研磨可以提高整体制粉效率;

#### S2:湿法混料

将制得的金属铬粉与有机还原剂前驱体置入混料机中进行湿法混合,有机还原剂前驱体采用葡萄糖,葡萄糖颗粒度小于355 $\mu\text{m}$ ,葡萄糖碳含量高、易碳化且原料成本低;

混合时以蒸馏水为分散剂,分散剂的添加量按与金属铬粉体积比1:1进行添加,搅拌速度为120r/min,搅拌效率高,不断搅拌至金属铬粉、有机还原剂前驱体、蒸馏水三者混合均匀;

湿法混合时蒸馏水匀速喷射进入混料机,蒸馏水喷射速度为50ml/s,混料机内温度为50 $^{\circ}\text{C}$ ,提高了混料的均匀性,减少了传统石墨干法混料对人工的损耗;

#### S3:搅拌烘干

将混合后的粉末在120 $^{\circ}\text{C}$ 真空干燥室中搅拌烘干,烘干至粉末无粘接即可,真空干燥室的真空度为900Pa,搅拌速度为30r/min,烘干时长为1.5h,避免了静置烘干时,糖类物质与容器产生的粘接,提高原材料的利用率;

#### S4:压制成型

将烘干后的粉末置入模具中,压制压力控制在7Mpa,压制成为块状铬坯;

#### S5:真空烧结

将铬坯置入真空烧结炉中对铬坯进行真空烧结,在300 $^{\circ}\text{C}$ 保温碳化1.5h,然后升温至1400 $^{\circ}\text{C}$ 进行还原反应,升温至1400 $^{\circ}\text{C}$ 过程中的升温速度为15 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ,在1400 $^{\circ}\text{C}$ 时烧结时长5h,先对含碳量高的有机物进行碳化,再通过对氧化铬进行氧化还原反应,提高铬的纯度,真空烧结炉采用的是中频感应加热的真空感应烧结炉,真空烧结时炉内真空度为10Pa,真空烧结减少氧气进入,防止铬氧化;

真空烧结完成后对真空烧结炉内进行冷风降温,降温速度为20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ,降温至铬坯表面温度至30 $^{\circ}\text{C}$ ,取出铬坯在室温下自然冷却。

[0027] 通过本实施例制备三个样品,并对三个样品的O含量(%)和C含量(%)进行检测,其中O含量(%)的检测结果显示分别为:0.0340%、0.0320%、0.0330%,O含量(%)均值为0.0330%;C含量(%)的检测结果显示分别为:0.0019%、0.0029%、0.0008%,C含量(%)均值为0.0019。

[0028] 通过每个实施例的三组样品的O含量(%)和C含量(%)数据及各自均值,可以发现,采用本发明的湿法混合金属粉末制备高纯度金属铬块的方法,所制备的铬块O含量(%)和C含量(%)均比较低,且对比实施例1、2、3,实施例2中三组样品的O含量(%)和C含量(%)的均值最低,因此实施例2为最佳实施例。



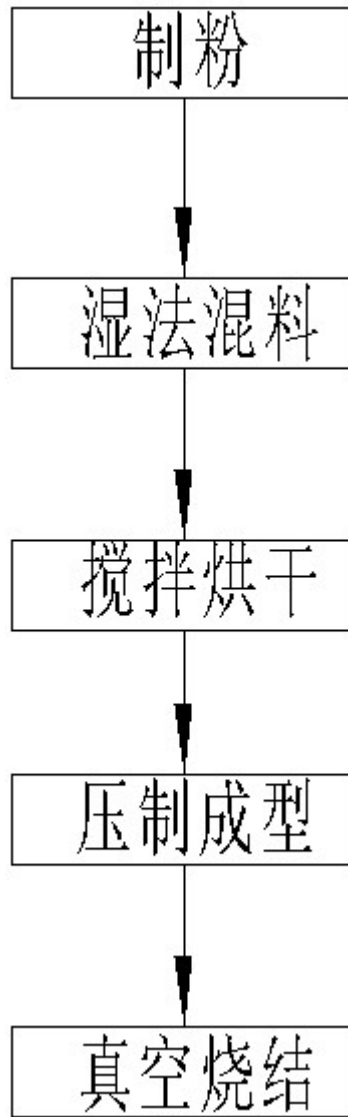


图1