(19)中华人民共和国国家知识产权局

(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 106216683 A
(43)申请公布日 2016.12.14

(21)申请号 201610588625.3

(22)申请日 2016.07.21

(71)申请人 湖南中锑工业科技有限公司
地址 410118 湖南省长沙市天心区南托街道暮云工业园新兴科技产业园C4栋102

(72)发明人 秦寒梅 佘直昌

(74)专利代理机构 北京超凡志成知识产权代理事务所(普通合伙) 11371
代理人 李佳

(51)Int.Cl.
B22F 3/22(2006.01)
B22F 3/03(2006.01)

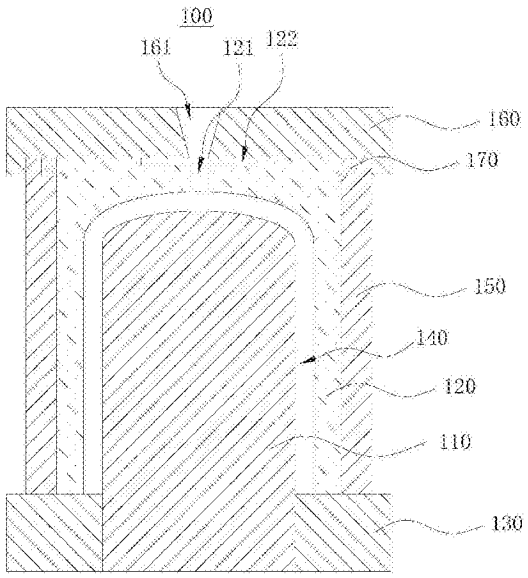
权利要求书1页 说明书6页 附图2页

(54)发明名称

一种锑坩埚及其制备方法和用于制备锑坩埚的模具

(57)摘要

一种锑坩埚及其制备方法和用于制备锑坩埚的模具，属于金属材料领域。该制备方法包括以下步骤：将锑粉与粘结剂混合均匀制成喂料；喂料通过注射成型得到注射坯；注射坯经脱脂、烧结后得到锑坩埚。该制备方法操作简单、工艺稳定、快速成型、材料利用率高。本发明还涉及一种用上述方法制得的锑坩埚，该锑坩埚成型效果好、形状规整、质地均匀、表面光滑，并且强度很高、经久耐用。本发明还涉及一种用于制备锑坩埚的模具，该模具形状可根据锑坩埚具体需求调节，其内腔光洁保证锑坩埚表面均匀，其采用组合式结构安装及脱模都十分方便。



CN 106216683 A

1.一种铼坩埚的制备方法，其特征在于，包括以下步骤：将铼粉与粘结剂混合均匀制成喂料；所述喂料通过注射成型得到注射坯；所述注射坯经脱脂、烧结后得到所述铼坩埚。

2.根据权利要求1所述的制备方法，其特征在于，所述粘结剂由蜡、高分子聚合物、表面活性剂和增塑剂在150～170℃下混合1～3h制得，其中，按质量份数计，所述粘结剂包括：所述蜡60～75份、所述高分子聚合物20～30份、所述表面活性剂0.5～1.5份和所述增塑剂1～5份；所述喂料在135～150℃温度条件下进行注射成型。

3.根据权利要求2所述的制备方法，其特征在于，所述高分子聚合物为聚乙烯、乙烯-醋酸共聚物和无规共聚聚乙烯中的至少一种。

4.根据权利要求2所述的制备方法，其特征在于，所述表面活性剂为硬脂酸和油酸中的至少一种。

5.根据权利要求2所述的制备方法，其特征在于，所述增塑剂为邻苯二甲酸二辛酯和邻苯二甲酸二丁酯中的至少一种。

6.根据权利要求1所述的制备方法，其特征在于，所述脱脂步骤包括溶剂脱脂步骤：在60～80℃下，将所述注射坯放入溶剂中24～72h；所述溶剂为正庚烷和汽油中的至少一种。

7.根据权利要求6所述的制备方法，其特征在于，所述脱脂步骤还包括在溶剂脱脂步骤后的热脱脂步骤，所述热脱脂步骤为：将溶剂脱脂后的所述注射坯置于450～550℃的真空环境中并维持6～9h。

8.根据权利要求1所述的制备方法，其特征在于，所述烧结的温度为2200～2400℃。

9.一种根据权利要求1～8所述制备方法制得的铼坩埚。

10.一种用于制备根据权利要求9所述的铼坩埚模具，其特征在于，所述模具包括芯模和阴模，所述芯模与底座连接，所述芯模、所述阴模和所述底座共同围成一个与所述铼坩埚形状一致的空腔，所述阴模设有供混合后的铼粉和添加剂注入的注浇口。

一种铼坩埚及其制备方法和用于制备铼坩埚的模具

技术领域

[0001] 本发明涉及稀有金属材料领域，具体而言，涉及一种铼坩埚及其制备方法和用于制备铼坩埚的模具。

背景技术

[0002] 铼的化学性质稳定，耐腐蚀性强，在空气中不被氧化，酸和碱对它的腐蚀作用很小。并且铼具有优良抗热振性能和极佳的抗蠕变性能，在较大的热膨胀下，不发生机械损伤，适用于高温加热材料以及高温耐腐蚀材料。

[0003] 传统的稀有金属加工方法包括旋压法和喷射沉积法。对于铼而言，其冷加工硬化率很大，为金属之最，加工过程中硬化，需要多次退火处理，变形抗力大，对加工设备要求高，而铼在热加工时，在铼的晶界会形成低熔点的七氧化二铼，因此铼的热变形处理必须在氢气或真空环境下进行，对辅助设备要求高，因此，传统的旋压法并不适用于铼的加工。而喷射沉积法对于金属粉末的利用率不高，在整个成形过程中需要气体保护，对于铼这种昂贵的金属来说成本太高，也不适合。

发明内容

[0004] 本发明的第一目的在于提供一种铼坩埚的制备方法。该方法操作简单、工艺稳定，制备铼坩埚可快速成型、省事省力，且在制备过程中原料利用率高，避免浪费。

[0005] 本发明的第二目的在于提供一种根据上述制备方法制得的铼坩埚，其成型效果好、质地均匀、强度高、经久耐用。

[0006] 本发明的第三目的在于提供一种用于制备铼坩埚的模具，该模具按铼坩埚的具体需求设计，形状规整、内腔光洁，采用组合式结构，脱模十分方便。

[0007] 本发明解决其技术问题是采用以下技术方案来实现的。

[0008] 本发明提出一种铼坩埚的制备方法，包括以下步骤：将铼粉与粘结剂混合均匀制成喂料；喂料通过注射成型得到注射坯；注射坯经脱脂、烧结后得到铼坩埚。

[0009] 本发明提出一种根据上述制备方法制得的铼坩埚。

[0010] 本发明提出一种用于制备上述铼坩埚的模具，其包括芯模和阴模，芯模与底座连接，芯模、阴模和底座共同围成一个与铼坩埚形状一致的空腔，阴模设有供混合后的铼粉和添加剂注入的注浇口。

[0011] 本发明实施例的有益效果是：该制备方法能快速成型，成型过程中使用到的喂料可反复使用，对于破损的注射坯还可以再次形成，减少材料浪费；用该制备方法成型的注射坯较传统方法密度梯度小，可减小注射坯加工余量等。注射成型过程中所用的粘结剂在脱脂和烧结过程中绝大部分以小分子量碳氢化合物形式排除，不会与铼形成化合物，即使有微量残留也不会导致材料强度降低，反而能起到固溶强化的作用。用该制备方法制备的铼坩埚一次成型到位，成型效果好、形状规整、质地均匀，铼坩埚的强度高、经久耐用。用于制备该铼坩埚的模具形状可根据铼坩埚具体需求调节，其内腔光洁保证铼坩埚表面均匀，其

采用组合式结构安装及脱模都十分方便。

附图说明

[0012] 为了更清楚地说明本发明实施例的技术方案，下面将对实施例中所需要使用的附图作简单地介绍，应当理解，以下附图仅示出了本发明的某些实施例，因此不应被看作是对范围的限定，对于本领域普通技术人员来讲，在不付出创造性劳动的前提下，还可以根据这些附图获得其他相关的附图。

[0013] 图1为本发明实施例1所提供的模具的剖视图；

[0014] 图2为本发明实施例1所提供的多网孔的钼薄壁件与注射坯的配合状态下的剖视图。

[0015] 图中标记分别为：模具100；芯模110；阴模120；注浇口121；料池122；底座130；空腔140；阴模套150；顶盖160；进料口161；垫环170；注射坯210；钼薄壁件220；通孔221。

具体实施方式

[0016] 为使本发明实施例的目的、技术方案和优点更加清楚，下面将对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述。实施例中未注明具体条件者，按照常规条件或制造商建议的条件进行。所用试剂或仪器未注明生产厂商者，均为可以通过市售购买获得的常规产品。

[0017] 下面对本发明实施例的一种铼坩埚及其制备方法和用于该方法的模具进行具体说明。

[0018] 本发明提出一种铼坩埚的制备方法，包括以下步骤：

[0019] 混料步骤：将铼粉与粘结剂混合均匀制成喂料。

[0020] 进一步地，在本发明较佳实施例中，粘结剂由蜡、高分子聚合物、表面活性剂和增塑剂在150～170℃下混合1～3h制得。混合选用的温度高于体系熔化温度5～25℃，混合搅拌至粘结剂呈浆状且颜色均匀一致即可。

[0021] 具体地，按质量份数计，粘结剂包括蜡60～75份、高分子聚合物20～30份、表面活性剂0.5～1.5份和增塑剂1～5份。

[0022] 进一步地，在本发明较佳实施例中，蜡为切片后的石蜡、地蜡和蜂蜡中的任一种。蜡的熔化温度低且粘度随剪切速率提高而迅速降低，即高温粘度低，流动性好，可填充各种复杂的边角和凹凸处，粉末装载量高，注射工艺范围宽，成本低，适合于生产壁薄的坩埚并且表面光洁度高。

[0023] 进一步地，在本发明较佳实施例中，高分子聚合物为聚乙烯、乙烯-醋酸共聚物和无规共聚聚乙烯中的至少一种。高分子聚合物为骨架材料，确保注射坯在成型以及后续的溶剂脱脂时有足够的强度。

[0024] 进一步地，在本发明较佳实施例中，表面活性剂为硬脂酸和油酸中的至少一种。表面活性剂具有极性键与非极性键，起到非极性高分子聚合物与极性粉末的连接作用。

[0025] 进一步地，在本发明较佳实施例中，增塑剂为邻苯二甲酸二辛酯和邻苯二甲酸二丁酯中的至少一种。增塑剂可软化高分子聚合物，提高高分子聚合物的柔韧性，保证喂料有足够的流动性，便于后续加工。

[0026] 本发明提供的铼坩埚的制备方法还包括注射成型步骤:将喂料注入到模具中成型得到注射坯。具体地,注射温度为135～150℃。温度过高会发生铼粉与粘结剂的分离,而在135～150℃温度下进行注射成型能在避免喂料被破坏的同时保证喂料的流动性。进一步地,成型后得到的注射坯要足够冷却后再从模具中取出,以防止取出过程中发生变形。

[0027] 本发明提供的铼坩埚的制备方法还包括脱脂步骤,具体地,脱脂步骤包括溶剂脱脂步骤和热脱脂步骤。

[0028] 具体地,溶剂脱脂的详细步骤为:在60～80℃下,将注射坯放入溶剂中浸泡24～72h。进一步地,所用到的溶剂为正庚烷和汽油中的至少一种。适当的温度和足够的浸泡时间都是确保脱脂充分的必要条件,但温度也不宜过高,过高的温度会造成注射坯在溶剂脱脂过程中发生变形。

[0029] 进一步地,在本发明较佳实施例中,在溶剂脱脂的时候,可以在注射坯内部塞入一个尺寸相近的带多网孔的钼薄壁件,该钼薄壁件带有的网孔可确保溶剂与注射坯的接触,保证了溶剂脱脂效率,同时也能起到支撑作用,确保注射坯溶剂脱脂时不变形。

[0030] 进一步地,在本发明较佳实施例中,溶剂脱脂后热脱脂前,可以将注射坯放入烤箱中烘烤12～24h,以排除溶剂脱脂时残留的溶剂。

[0031] 进一步地,在本发明较佳实施例中,溶剂脱脂的脱脂量达到1.5～2.5wt%,该数值可以通过溶剂脱脂前后的质量来测算。

[0032] 具体地,热脱脂的详细步骤为:将溶剂脱脂后的注射坯移至真空炉内,升温到450～550℃,脱脂6～9h。热脱脂的具体温度以高于粘结剂中的高分子聚合物的热裂解温度50℃为准,适当的温度和足够的时间都是保证脱脂充分的必要条件。进一步地,为避免铼在高温下的氧化,热脱脂在氢气环境中进行。

[0033] 进一步地,在本发明较佳实施例中,在热脱脂结束后,可将温度提升至1350～1500℃进行预烧结,预烧结可以使注射坯具有一定的强度,便于后续转移与加工。

[0034] 本发明提供的铼坩埚的制备方法还包括烧结步骤:将脱脂后的注射坯移至中频感应炉中,升温至2200～2400℃烧结,得到铼坩埚。

[0035] 进一步地,在本发明较佳实施例中,在进行烧结时,可以在注射坯内塞入石墨芯,石墨芯的尺寸根据注射坯的收缩系数计算得到,具体来说,应略小于铼坩埚成品内径。石墨芯表面涂有防粘涂料,烧结时塞入注射坯内可防止注射坯收缩变形不一致。烧结完成后,通过车削去掉石墨芯,得到铼坩埚。

[0036] 本发明提出一种根据上述制备方法制得的铼坩埚。

[0037] 本发明提出一种用于制备上述铼坩埚的模具,其包括芯模和阴模,芯模与底座连接,芯模、阴模和底座共同围成一个与铼坩埚形状一致的空腔,阴模设有供喂料注入的注浇口。

[0038] 进一步地,在本发明较佳实施例中,该模具还包括设置在阴模外的阴模套,用以将阴模固定。

[0039] 进一步地,在本发明较佳实施例中,该模具还包括顶盖,顶盖可以从上方对阴模进行固定。顶盖上设有进料口,进料口的位置与阴模上的注浇口对应,进料口呈漏斗状,方便喂料的注入。

[0040] 进一步地,在本发明较佳实施例中,与顶盖、阴模和阴模套的接触位置还设有垫

环，当垫环取出时，会在阴模套和阴模之间形成可以将手指伸入的空隙，方便将阴模取出。

[0041] 进一步地，在本发明较佳实施例中，模具与粘结剂体系需要根据铼粉粒度、密度以及具体的产品形状进行设计。同一位置的模腔尺寸与烧结后的注射坯尺寸比为模具线性收缩系数，模具线性收缩系数可通过下式计算得到：$K=\{[(m/c_1)+(m/c_2)]/(m/c_1)\}^{1/3}+P$。其中，K为模具线型收缩系数；m为铼粉质量；n为粘结剂质量；c_1为铼粉比重；c_2为粘结剂比重；P为成型坯冷收缩系数。

[0042] 具体地，铼粉与粘结剂的体积比为1:1，铼粉主要呈颗粒状，粒度为4～6μm。当选用更小粒度的铼粉时，铼粉表面积增大，可适当增加粘结剂的用量，但同时喂料流动性变差。

[0043] 以下结合实施例对本发明的特征和性能作进一步的详细描述。

[0044] 实施例1

[0045] 本实施例提出一种铼坩埚的制备方法，包括以下步骤：

[0046] 混料步骤：

[0047] 按重量份数计，选取切片后的石蜡60份、高密度聚乙烯25份、油酸1份和邻苯二甲酸二辛酯5份加入真空混料器中，在170℃下混合3h，直至得到的粘结剂成浆状，并且颜色均匀一致即可。然后，向粘结剂中加入91重量份的铼粉，继续混合4小时，混合结束后，冷却至室温，得到所需喂料。

[0048] 注射成型步骤：

[0049] 采用立式注射机上，在150℃下将上述喂料注入到模具100中，如图1所示，模具100包括芯模110和阴模120，底座130套设与芯模110的底部，芯模110、阴模120和底座130共同围成一个与铼坩埚形状一致的空腔140，阴模120顶端中部设有供喂料注入的注浇口121，阴模120外表面套设有阴模套150，用以将阴模120固定。该模具100还包括顶盖160，顶盖160可以配合阴模套150从上方对阴模120进行固定。顶盖160上设有进料口161，进料口161的位置与注浇口121对应，具体到本实施例，进料口161的截面是倒置的梯形，上大下小的设计能方便喂料的注入。进料口161和注浇口121的连接处还设有料池122，料池122能方便注射喂料与空腔140中坯料的脱离，避免对空腔140中的坯料造成损坏。在顶盖160、阴模120和阴模套150接触的位置还设有垫环170，当垫环170取出时，会在阴模套150和阴模120之间形成可以将手指伸入的空隙(图未示)，方便将阴模120取出。在实际使用中，喂料通过进料口161和注浇口121进入到空腔140中，待到模具100冷却至室温后，脱模即可得到如图1所示的注射坯210。

[0050] 脱脂步骤：

[0051] 参照图2，在上述注射坯210内塞入一个带有多网孔的钼薄壁件220，钼薄壁件220上设有多个通孔221，放入正庚烷中进行溶剂脱脂，溶剂可以通过通孔221与注射坯210接触。溶剂脱脂的温度为80℃，持续时间为48h。溶剂脱脂后再放入烘烤箱内烘烤12h以排除注射坯内的溶剂，取出后测的脱脂量达到2.5%wt，注射坯外形完整无破损。

[0052] 将溶剂脱脂后的注射坯与钼薄壁件一同转移至真空炉内并向炉内通入氢气，然后开始进行热脱脂，热脱脂温度控制在550℃，脱脂时间为6h。

[0053] 热脱脂后，将炉内温度升至1400℃进行预烧结，当注射坯具有一定的强度可以用手捏拿时，即可取出备用。

[0054] 烧结步骤：

[0055] 根据注射坯的收缩系数计算并制备规定尺寸的石墨芯，石墨芯的大小应略小于所需铼坩埚成品的内径。将注射坯与石墨芯一同在中频感应炉内烧结，烧结温度为2200℃。烧结完毕后，车削去掉石墨芯，得到铼坩埚。

[0056] 实施例2

[0057] 本实施例提出一种铼坩埚的制备方法，包括以下步骤：

[0058] 混料步骤：

[0059] 按重量份数计，选取切片后的地蜡67份、乙烯-醋酸乙烯共聚物20份、油酸1.5份和邻苯二甲酸二丁酯3份加入真空混料器中，在150℃下混合1h，直至得到的粘结剂成浆状，并且颜色均匀一致即可。然后，向粘结剂中加入75重量份的铼粉，继续混合2小时，混合结束后，冷却至室温，得到所需喂料。

[0060] 注射成型步骤：

[0061] 采用立式注射机，在140℃下将上述喂料注入到特定的模具100中，待到模具冷却至室温后，脱模即可得到所需注射坯。

[0062] 脱脂步骤：

[0063] 在上述注射坯内塞入一个带有多网孔的钼薄壁件，放入正庚烷中进行溶剂脱脂，溶剂脱脂的温度为60℃，持续时间为72h。溶剂脱脂后再放入烘烤箱内烘烤24h以排除注射坯内的溶剂，取出后测的脱脂量达到2.3%wt，注射坯外形完整无破损。

[0064] 将溶剂脱脂后的注射坯与钼薄壁件一同转移至真空炉内并向炉内通入氢气，然后开始进行热脱脂，热脱脂温度控制在450℃，脱脂时间为8h。

[0065] 热脱脂后，将炉内温度升至1350℃进行预烧结，当注射坯具有一定的强度可以用手捏拿时，即可取出备用。

[0066] 烧结步骤：

[0067] 根据注射坯的收缩系数计算并制备规定尺寸的石墨芯，石墨芯的大小应略小于所需铼坩埚成品的内径。将注射坯与石墨芯一同在中频感应炉内烧结，烧结温度为2400℃。烧结完毕后，车削去掉石墨芯，得到铼坩埚。

[0068] 实施例3

[0069] 本实施例提出一种铼坩埚的制备方法，包括以下步骤：

[0070] 混料步骤：

[0071] 按重量份数计，选取切片后的蜂蜡60份、无规共聚聚乙烯30份、硬脂酸0.5份和邻苯二甲酸二丁酯1份加入真空混料器中，在155℃下混合1h，直至得到的粘结剂成浆状，并且颜色均匀一致即可。然后，向粘结剂中加入90重量份的铼粉，继续混合3小时，混合结束后，冷却至室温，得到所需喂料。

[0072] 注射成型步骤：

[0073] 采用立式注射机，在135℃下将上述喂料注入到特定的模具中，待到模具冷却至室温后，脱模即可得到所需注射坯。

[0074] 脱脂步骤：

[0075] 在上述注射坯内塞入一个带有多网孔的钼薄壁件，放入正庚烷中进行溶剂脱脂，溶剂脱脂的温度为65℃，持续时间为24h。溶剂脱脂后再放入烘烤箱内烘烤24h以排除注射坯内的溶剂，取出后测的脱脂量达到1.5%wt，注射坯外形完整无破损。

[0076] 将溶剂脱脂后的注射坯与钼薄壁件一同转移至真空炉内并向炉内通入氢气，然后开始进行热脱脂，热脱脂温度控制在500℃，脱脂时间为9h。

[0077] 热脱脂后，将炉内温度升至1500℃进行预烧结，当注射坯具有一定的强度可以用手捏拿时，即可取出备用。

[0078] 烧结步骤：

[0079] 根据注射坯的收缩系数计算并制备规定尺寸的石墨芯，石墨芯的大小应略小于所需铼坩埚成品的内径。将注射坯与石墨芯一同在中频感应炉内烧结，烧结温度为2350℃。烧结完毕后，车削去掉石墨芯，得到铼坩埚。

[0080] 试验例

[0081] 采用实施例1-3的方法制得的铼坩埚，对其尺寸误差及表面粗糙度进行测定，具体测试方法如下：

[0082] 1.铼坩埚尺寸误差直接采用游标卡尺对铼坩埚的内径及厚度进行测量并与标准尺寸进行对比，测试结果如表1所示；

[0083] 2.铼坩埚表面粗糙度根据国家标准GB/T 12767-1991“粉末冶金制品表面粗糙度、参数及其数值”进行测定，测试结果如表1所示。

[0084] 表1实施例1-3提供的铼坩埚测试结果

[0085]

	内径误差/%	厚度误差/%	表面粗糙度/μm
实施例1	0.3	0.1	6.3
实施例2	0.2	0.3	6.5
实施例3	0.5	0.4	12.5

[0086] 如表1所示，使用本发明提供的铼坩埚的制备方法，得到的铼坩埚尺寸误差控制在0.5％之内，表面粗糙度≤1.6μm，成型效果好、形状规整、质地均匀、表面光滑。制备过程简单，操作方便，一次成型，适合应用于铼坩埚的大批量生产。

[0087] 综上所述，本发明提供的一种铼坩埚的制备方法操作简单，工艺稳定，能快速成型，成型过程中使用到的喂料可反复使用，节约材料，适合应用到铼坩埚的大规模生产中。注射成型过程中所用的粘结剂在脱脂和烧结过程中绝大部分以小分子量碳氢化合物形式排除，不会与铼形成化合物，即使有微量残留也不会导致材料强度降低，反而能起到固溶强化的作用。用该制备方法制备的铼坩埚一次成型到位，成型效果好、形状规整、质地均匀、表面光滑，铼坩埚的强度高、经久耐用。用于该方法的模具形状可根据铼坩埚具体需求调节，其内腔光洁保证铼坩埚表面均匀，其采用组合式结构安装及脱模都十分方便。

[0088] 以上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。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。

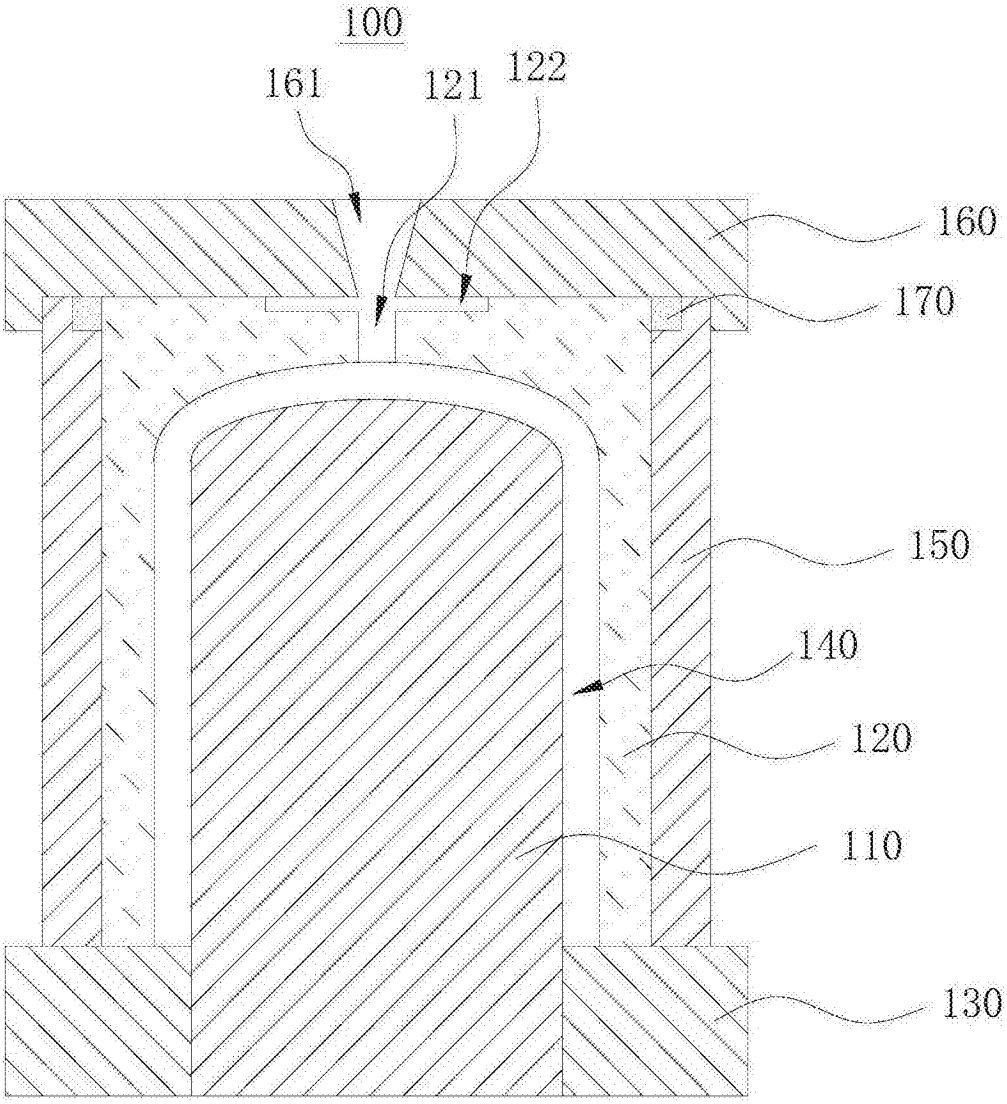


图1

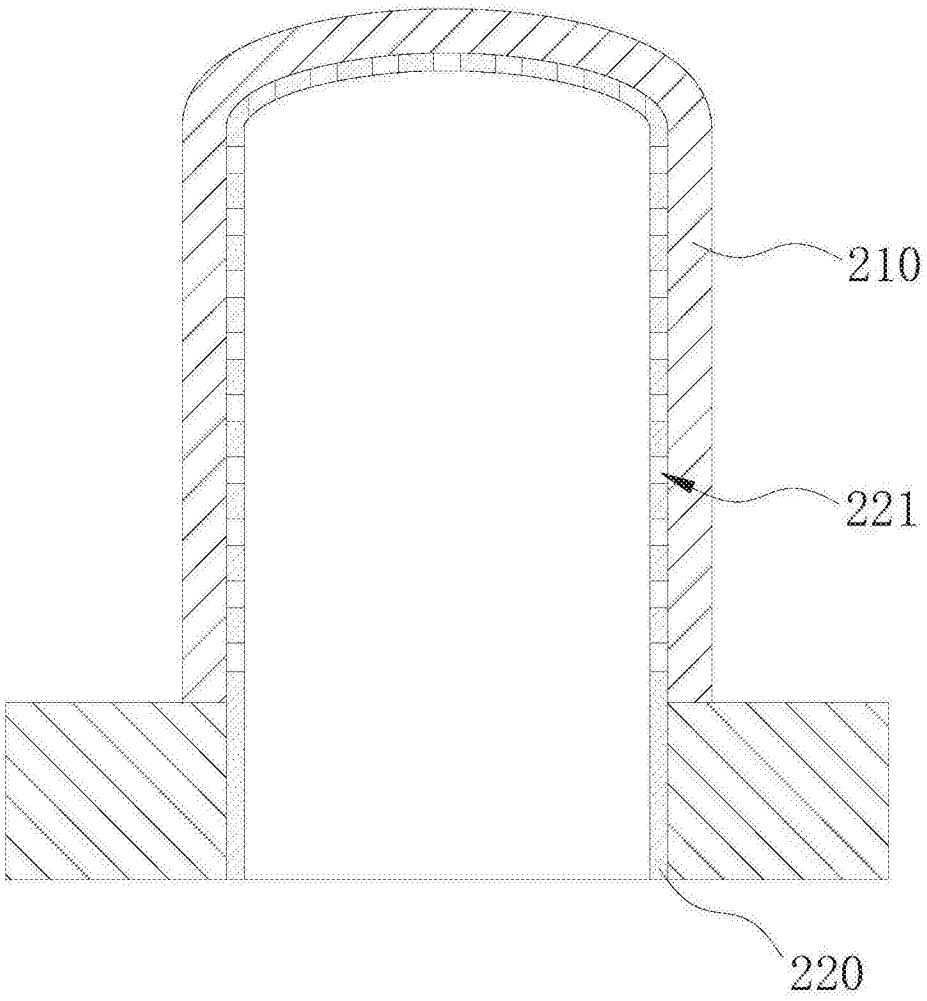


图2