

(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 101927352 A

(43) 申请公布日 2010. 12. 29

(21) 申请号 201010287861. 4

(22) 申请日 2010. 09. 21

(71) 申请人 李立明

地址 052460 河北省石家庄市无极县牛辛庄村

(72) 发明人 李立明

(51) Int. Cl.

B22F 9/14 (2006. 01)

H05H 1/00 (2006. 01)

B01J 19/08 (2006. 01)

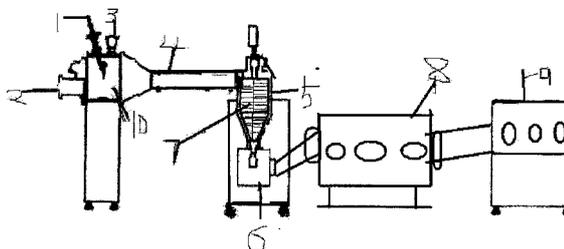
权利要求书 1 页 说明书 4 页 附图 1 页

(54) 发明名称

超高温等离子体连续生产纳米粉体新技术及其制备工艺

(57) 摘要

本发明公开了一种超高温等离子体连续生产纳米粉体新技术及其制备工艺,由电气控制系统:真空获得测量系统:充气系统:超高温等离子体加热蒸发制粉系统:大风量冷却循环系统:水冷循环系统:纳米粉体补集及收集系统:粉体清扫系统:真空封装及储存系统组成。本例具有高真空,利用超高温等离子体直接加热,直接加热金属粉体使之快速形成金属蒸汽,利用大风量气体冷却循环系统及水冷循环使金属蒸汽快速与大风量气体分子发生碰撞失去能量,形成团簇,凝聚成纳米金属粉体。采用不同的保护气体可以生产氢化物金属纳米粉体,氮化物金属纳米粉体,氧化物金属纳米粉体和纯金属纳米粉体。与现有技术相比,本生产的纳米金属粉体不易团聚,工艺简单,纯度高,操作维护方便,生产成本低,容易实现大规模工业生产,具有广泛的推广性。



1. 一种超高温等离子体连续生产纳米粉体新技术及其制备工艺,其特征为:
 - a. 将真空制粉室密封抽真空,真空获得测量系统达到设定真空度 (2.5×10^{-4} 帕) 后停止;
 - b. 充入生产纳米金属粉体特定气体 (Ar. N₂. He. H₂. NH₃. CH₄) 达到设定压力停止;
 - c. 开启冷却水循环系统;d. 启动纳米金属粉体清扫系统;e. 启动纳米金属粉体捕集系统;
 - f. 启动等离子体电源系统;g. 启动等离子枪系统;h. 启动等离子枪加料系统。

2. 根据权利要求 1 所述的超高温等离子体连续生产纳米金属工艺制备工艺,其特征为:所述等离子体枪可以产生的超高温压缩电弧 (16000-32000K);所述使用金属粉末直径为 10mm,所述生产纳米粉体直径为 10--20 纳米。

3. 根据权利要求 1 或 2 所述的超高温等离子体连续生产纳米粉体新技术及其制备工艺,其特征为;其充入气体为惰性气体或与生产工艺相反应的活泼气体。

4. 根据权利要求 1 或 2 所述的超高温等离子体连续生产纳米粉体新技术及其制备工艺,其工艺特征在于:所述等离子体枪可以产生超高温压缩电弧 (16000K-32000K);直接气化经过等离子枪的金属粉末,产生高温金属蒸气,金属蒸气遇到充气式大风量强制冷却循环系统所带来的大量低温气体分子,金属蒸汽快速与大风量气体分子及水冷循环内壁发生碰撞失去能量,形成团簇,凝聚成纳米金属粉体,并迅速被大风量冷却循环气体带到纳米金属粉体捕集系统,纳米金属粉体捕集系统捕集到的纳米金属粉体收集后作为半成品送入纳米金属钝化系统,钝化后输入到真空封装系统定量封装并作为成品储存。

其间水冷循环系统起到降低连续纳米金属设备温度兼具冷却金属蒸气作用,而大风量强制冷却循环系统起到运输物料兼具冷却作用。

5. 根据权利要求 1 或 2 所述的超高温等离子体连续生产纳米粉体新技术及其制备工艺,其特征为:可以在一条生产线上能够生产:纳米钛粉、铜粉、铝粉、铁粉、镍粉等不易团聚的纳米金属粉末;通过改变充填反应气体的种类,能够在同一条生产线上得到不同金属的氢化物纳米金属粉体、氮化物纳米金属粉体、氧化物纳米金属粉体、纯金属纳米粉体。

超高温等离子体连续生产纳米粉体新技术及其制备工艺

技术领域

[0001] 本发明涉及一种利用超高温等离子体连续生产纳米粉体新技术及其制备工艺连续生产：纳米纯金属粉体、纳米金属氢化物粉体、纳米金属氮化物粉体、纳米金属氧化物粉体的制备技术，具体为一种纳米金属粉体产业化生产的工艺及其设备。

背景技术

[0002] 纳米粉末是指平均粒径在 100nm 以下的超细颗粒。由于它的体积小、粒子内的原子数目少、表面分布的原子多等原因，它的表面积效应、体积效应和小尺寸效应使它具有不同于常规块状和微粉材料的性能，在光、电、磁、热和化学等方面均表现出奇异特性，在航空、航天、军工、材料、冶金、化工、医药等领域具有许多新的、极为重要的应用价值，被誉为崭新的新型功能材料。金属纳米粒子的制备技术是纳米材料研究、开发和应用的关键，目前所开发金属纳米粒子的制备方法有给事种，但在高品质纳米金属粒子制备方面，目前较为公认产业化方向仍然是气相法和电化学沉积法，相对而言，由于气相蒸发冷凝法制备出的纳米粉体具有纯度高、粒型好、粒度分布范围窄、应用范围宽、易分散等特点，因此，目前产业化生产应用的还是高真空气象冷凝法。但国内外现有气象蒸发冷凝法生产金属纳米粉体的产业化设备还很少，并且大多生产和研究设备均存在制备金属纳米材料纯净度低产率低成本高等问题。从目前国内外有关专利文献分析，金属纳米粉体制备技术的发展趋势为：高纯度，粒子表面清洁；金属纳米粉体粒径及粒度可以控制；纳米金属粉体团聚倾向小；有较好的热稳定性；易保存；生产效率高，产量大等优点。

[0003] CN2712505，公布了一种用等离子体生产等离子生产纳米金属粉体的装置，该装置包括真空室等离子体产生装置粉体手机装置循环冷水系统及控制系统等。其优点在于结构简单操作方便，对金属原料的集合形状没有限制，且不产生废料。但该设备对于等离子体的能量利用率低，生产粉体粒径分布范围宽。但该设备产率低，能量利用率低，难以实现粉体连续性生产。

[0004] CN100457339C 公布了一种纳米金属粉体连续生产设备，由真空获得测量机充气系统；等离子体/感应加热蒸发制粉系统；粒子控制系统；纳米金属粉体旋风分级手机系统；水冷循环系统；电气控制、监控系统；纳米金属粉体钝化系统和粉体真空封装系统及储存系统组成。实现纳米金属粉体连续生产。具有适用面广，操作维护方便等优点。但该设备存在对于等离子体能量利用率低，大风量充气系统及中频感应加热系统不能发挥应有的 100% 的效率的缺点。CN100457339C 专利的等离子系统只是利用高温等离子体蒸发专利设备中中频感应加热系统存在于水冷坩埚中经过中频加热系统高温液化后的金属液体，不能利用等离子体立即气化金属产生金属蒸汽，因为金属液体的热传导及水冷坩埚的大量热传导，导致对于等离子体的高温热量利用率低，只能形成微量的金属蒸汽，利用 CN100457339C 设备的充气系统连续生产产量很低的纳米金属粉体，从而使本专利设备的大风量充气系统不能发挥 100% 效率，CN100457339C 专利设备存在重复加热，能量利用低，产率低，生产成本低，设备复杂问题。

[0005] 综合以上分析,可以发现,目前国内有关生产、研究设备专利均未完全解决高品质、高产率、高成本等问题。而从目前国内外有关专利分析,欲解决以上问题,相应的制备装备必须满足以下要求:具有高真空度;直接气化金属产生金属蒸汽;多枪结构;能连续生产;设备工艺参数可调,能生产多品种、多系类纳米金属粉体的制备;能量利用率高。

发明内容

[0006] 为了克服上述缺陷,本发明提供一种超高温等离子体连续生产纳米粉体新技术及其制备工艺,该纳米金属制备工艺能连续生产、综合能量利用率高、设备简单、维修方便,制备成本低且产品质量稳定。本发明为了解决纳米金属连续生产技术问题所采用的技术方案是:一种超高温等离子体连续生产纳米粉体新技术及其制备工艺,其主要由电气控制系统、水冷循环系统,等离子体直接气化制粉系统、充气式大风量气体冷却循环系统、纳米金属粉体收集系统、纳米金属粉体清扫系统、纳米金属粉体真空封装及储存系统组成。

[0007] 其中充气式大风量气体冷却循环系统与真空获得测量系统、真空制粉室系统、纳米金属粉体收集系统、纳米金属粉体清扫系统、纳米金属粉体真空封装与储存系统依次串联连接相通。充气式大风量气体冷却循环系统出口与等离子体直接气化制粉系统入口连接相通,等离子体直接气化制粉系统与纳米金属粉体收集系统入口连接相通;

[0008] 等离子体直接气化制粉系统由四套等离子体加热源、四套等离子枪、一套制粉室、四套固定于制粉室上部的等离子枪加料设施组成;

[0009] 真空获得测量系统由抽真空设备及真空测量设备组成,充气系统由多路干燥除湿气体、流量测量组成,充气系统可分别对多种制粉生产用气体如(Ar. N₂. He. H₂. NH₃. CH₄)和纳米金属粉体钝化用气体如(Ar. N₂. O₂)进行充气流量及控制;

[0010] 真空获得测量系统、充气式大风量冷却循环系统分别与真空制粉室系统、纳米金属粉体捕集系统、纳米金属粉体钝化系统、和纳米金属粉体真空封装储存系统相接(即这些系统中的真空度与所需气体填充量分别由真空获得系统、充气系统控制)

[0011] 所述电气系统控制本专利中所有设备的电源供应;

[0012] 所述水冷循环系统分别于真空制粉室系统、纳米金属粉体收集储存系统的冷却装置相连通;

[0013] 所述纳米金属粉体钝化系统与纳米金属粉体封装及储存均另外独立放置;

[0014] 所述抽真空设备由机械泵、罗茨泵和涡轮分子泵串联连接,极限真空度可达 6.0×10^{-4} Pa,保证高纯度纳米金属粉体的生产要求,其中无级变速罗茨泵在真空度达到设定指标后,兼做大风量气体冷却循环动力源;

[0015] 所述等离子体直接蒸发制粉系统由四套等离子加热源、四套等离子枪构成;真空制粉室为双层不锈钢壁,双层不锈钢壁内空间为冷却装置与水冷循环系统相连,四套等离子体加热源通过连接器与四套等离子枪相连,四套等离子枪由制粉室上不伸入真空制粉室中,加料机固定于制粉室上部,与等离子体充气系统相连通;制粉室上部设有风量入口,大风量气体循环冷却系统出口与真空制粉室风量入口相连通,真空制粉室风量出口与纳米金属粉体收集系统入口相连通;纳米金属粉体收集系统内装有可旋转的纳米金属粉体清扫系统,旋转清扫系统清扫下来的纳米金属粉体落入纳米金属收集系统内,该纳米金属粉体收集系统可分离收集2nm-40nm小颗粒纳米金属粉体,纳米金属粉体收集系统出口与纳米金

具体实施方式

[0036] 本发明的工作过程是：

[0037] 1. 将真空制粉室密封抽真空，真空获得测量系统达到设定真空度 (2.5×10^{-4} 帕) 后停止；

[0038] 2. 充入生产纳米金属粉体特定气体 (Ar. N₂. He. H₂. NH₃. CH₄) 达到设定压力停止；

[0039] 3. 开启冷却水循环系统；4. 开启纳米金属粉体清扫系统；5. 开启纳米金属粉体捕集系统；

[0040] 6. 开启等离子体电源系统；7. 开启等离子枪系统；8. 开启等离子枪加料系统；

[0041] 等离子体枪产生的超高温压缩电弧 (16000-32000K) 直接气化经过等离子枪的金属粉末，产生高温金属蒸气，金属蒸汽遇到大风量强制冷却循环系统带来的大量低温气体分子，金属蒸气快速与大风量气体分子及水冷循环内壁发生碰撞失去能量，形成团簇，凝聚成纳米金属粉体，并迅速被大风量冷却循环气体带到纳米金属粉体捕集系统，纳米金属粉体捕集系统捕集到的纳米金属粉体收集后作为半成品送入纳米金属钝化系统，钝化后输入到真空封装系统定量封装并作为成品储存。其间水冷循环系统起到降低生产纳米金属粉体设备温度温度兼具冷却金属蒸气作用，而大风量强制冷却循环系统起到运输物料兼具冷却金属蒸气作用。

