

气雾化微细金属粉末的生产工艺研究*

李清泉** 欧阳通 麻润海
童立荣 韩延良 林 刚

(中国科学院力学研究所, 北京 100081)

摘要 介绍了气雾化微细金属粉末的生产工艺。金属熔炼、雾化制粉, 粉末分级及收集都是在保护气氛中进行, 气体喷嘴和漏液嘴紧密耦合并用高压气体雾化。生产的金属粉末颗粒为球形, 流动性好, 氧含量低, 细粉收得率高, 可为粉末冶金及相关行业提供优质的金属粉末原料。

关键词 气体雾化 金属粉末 中试设备

1 引言

随着粉末冶金成形工艺的不断发展, 特别是80年代中期, 先进的注射成形工艺已用于工业生产, 市场上对高质量的微细粉末需求量不断扩大。用水雾化制粉, 细粉收得率高且经济, 但氧含量高, 影响粉末冶金制件的质量。在保护气氛中生产的气雾化粉氧含量可比水雾化粉低一个数量级, 但细粉收得率低, 成本高。近年来, 从事气雾化粉的生产者正在致力于提高细粉的收得率和降低成本的研究和开发工作^[2~4], 已取得了显著的成绩。其主要的措施有: 采用紧密耦合的气体雾化器(CCGA); 提高气体体积流量与金属液质量流量的比值; 在保护气氛中制粉等, 从而获得高附加值产品, 以赢得日益活跃的商业应用。

中国科学院力学研究所从1984年开始研究气体雾化制粉的机理和工艺^[5], 同时研制了相应的设备。近年来, 该所在一般气体雾化

制粉技术的基础上, 成功地开发出真空-保护气氛熔炼, 高压惰性气体雾化的新技术及其其中试生产线。在这一技术中, 采用了先进的雾化器, 熔炼、雾化、粉末的分级和收集等生产全过程都是在保护气氛中进行的, 生产的粉末细粉收得率高, 氧含量低。目前, 这条生产线已批量生产出铜及其合金粉, 不锈钢粉、铁基和镍基合金粉。为了满足市场的需求, 还在不断地开发新品种。这些粉末不仅为粉末冶金工业提供优质的原料, 还可为粉末的其它相关行业, 如颜料、油墨、油漆、催化剂、粘结剂、焊料和热喷涂等行业提供优质的金属粉末。

本文首先介绍中试生产线的工艺流程和主要设备, 然后介绍生产工艺的调试, 最后给出当前生产的产品和性能。

2 工艺流程

依据生产高质量气雾化粉的要求, 编制

* 中国科学院“八五”重点科研项目(编号 KM85-31)

** 副研究员, 主要从事气雾化高温合金和铁基合金微细粉制备工艺的研究。

收稿日期: 1996. 2. 16

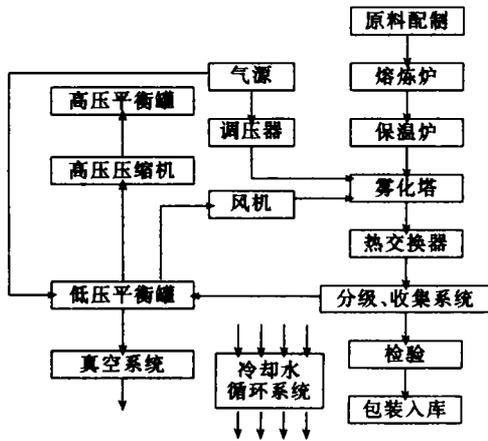


图 1 工艺流程图
Fig. 1 Process flowchart

出如图1所示的工艺流程。

本工艺流程有如下的特点：

1) 采用高压气体和紧密耦合式双流雾化制粉,有利于提高细粉收得率。

2) 金属的熔炼和雾化、粉末的分级和收集等生产全过程均在保护气氛中进行,确保氧含量尽可能低。

3) 雾化气体双循环使用,降低了生产成本。

主要的工艺参数

- 每炉公称容量: 25kg(铁基合金)
- 最高熔炼温度: 1700℃
- 最高雾化压力: 15MPa
- 熔炼室最高真空度: 10^{-3} Pa

3 主要设备

依据上述的工艺流程,配备如下的主要设备,构成一条中试生产线,见图2。

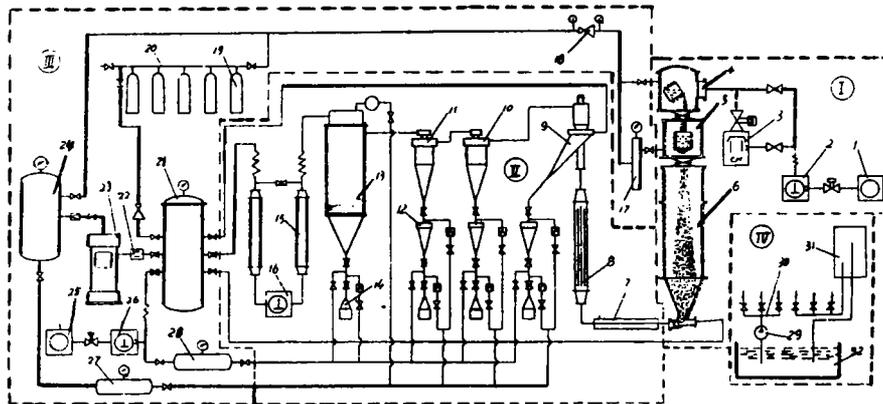


图 2 中试生产线设备构成示意图

Fig. 2 Schematic diagram of equipment construction for pilot production line

- | | | | | | | |
|--------------|----------|-----------|-----------|-------------|-------------|---------|
| I. 雾化制粉系统: | 1. 机械真空泵 | 2. 罗茨泵 | 3. 油扩散泵 | 4. 熔炼室 | 5. 保温室 | 6. 雾化室 |
| II. 粉末分级系统: | 7. 水冷套管 | 8. 热交换管 | 9. 选粉机 | 10. 普通旋风分级器 | 11. 高效旋风分级器 | |
| III. 气源系统: | 12. 集粉罐 | 13. 布袋除尘器 | 14. 收粉罐 | 15. 消声器 | 16. 风机 | |
| IV. 冷却水循环系统: | 17. 稳压器 | 18. 减压阀 | 19. 气瓶 | 20. 汇流排 | 21. 气压平衡罐 | 22. 过滤器 |
| | 23. 压缩机 | 24. 高压罐 | 25. 机械真空泵 | 26. 罗茨泵 | 27. 低压罐 | 28. 真空罐 |
| | 29. 水泵 | 30. 给、回水排 | 31. 冷却塔 | 32. 水箱 | | |

该生产线由四部分组成:雾化制粉系统,粉末分级系统,气源系统和冷却水循环系统。各系统中的主要设备如下:

(1) 雾化塔

雾化塔高约6m,内径 \varnothing 800mm。上部是熔炼室,高约1m,内有测温装置,顶盖上有合金元素加料器和观察窗。下部是雾化室,高约4.5m,侧壁上装有观察窗,底部锥体连接收粉罐。两室之间用插板阀将其隔开。

雾化塔座落在工作平台中。平台高约5m,面积为 $4 \times 6\text{m}^2$,分上、下两层。整个雾化装置外貌如图3所示。

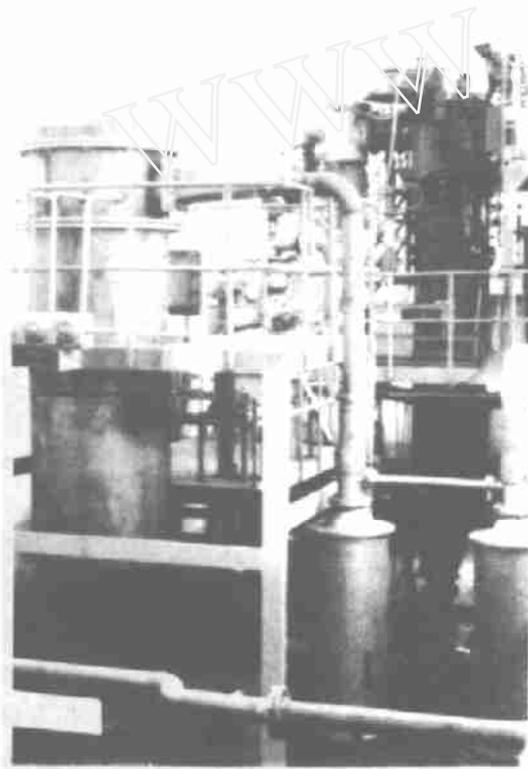


图3 雾化装置外貌

Fig. 3 Contour of atomizing device

(2) 熔炼炉

100KW、2500Hz、25kg 中频感应熔炼炉由变频器电源控制柜、感应圈、坩埚、水冷电缆和转动倾机构组成。

(3) 雾化器

采用金属液漏嘴和气体喷嘴紧密耦合式雾化器,这是整个生产线的核心部件。雾化器安装在熔炼室底部的水冷隔板上。

(4) 粉末分级器

由变频调速的叶轮式选粉机、普通型和高效型的旋风分离器、脉冲式反吹布袋除尘器串联组合而成。各级分级器下部均装有收粉罐。

(5) 罗茨风机

罗茨循环风机的风量为 $10\text{Nm}^3/\text{min}$,压差为19.6kPa。

(6) 高压氢气压缩机

这是专门研制的6级卧式气体压缩机,用于氢气增压。最高出口压力15MPa,流量 $7 \sim 10\text{Nm}^3/\text{min}$ 。

(7) 真空机组

高真空机组包括 \varnothing 400油扩散泵、ZJ-300罗茨泵和2X-70机械泵。低真空机组有ZJ-600罗茨泵和H-70机械泵。

(8) 水循环机组

这一机组包括两台 $45\text{m}^3/\text{h}$ 水泵,一个水箱和一座冷却塔。

4 工艺调试

4.1 抽真空与反抽气

在本生产线中,抽真空的主要目的是排除整个系统中的空气和真空冶炼。当抽到预定真空度后,还需要反充惰气保护气体。显然,保护气体的纯度也会影响粉末的质量。

对真空度和保护气体纯度的要求主要取决于合金成分和粉末氧含量指标。高真空机组主要用于抽空熔炼室,以满足熔炼含有活性元素(如稀土元素)合金的要求。熔炼室的真空度可达 $4 \times 10^{-3}\text{Pa}$,压升率为 $1.33 \times 10^{-1}\text{Pa}/\text{min}$ 。低真空机组用于抽除熔炼室外的雾化系统,一般抽到100Pa左右,然后反充保护气体。

4.2 配料与熔炼

首先要把好进料关,预先对每批料进行质检。其次要严格控制熔炼温度和时间、熔炼

室的气氛和压力,这些条件都会影响合金元素的烧损量。此外,浇入中间包的熔液过热度和使用脱氧剂也都要适当控制。

在雾化制粉工艺中,熔液过热度一般为 $150\sim 200^{\circ}\text{C}$,以便降低金属液的粘度和表面张力。与一般炼钢相比,本装置对耐火材料的要求高些,在选择坩埚材料时,既能耐足够的高温,又不与合金发生化学反应。

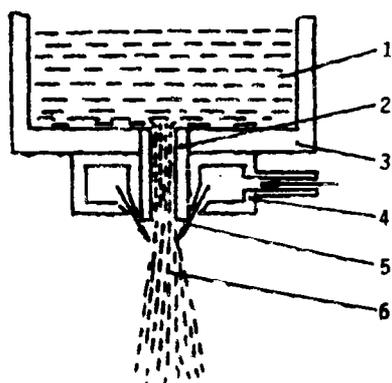
在熔炼过程中还要解决如下几个问题:

第一,提高热效率。供电时提高有效功率,减小无功损耗;尽量缩短水冷电缆线,减少冷却水带走的能量;在合金熔化之前,采用真空升温,降低对流热损失。

第二,选择合适的测温探头材料。测温要准。

第三,掌握装炉技巧,尽量避免炉料搭桥。

4.3 雾化器的结构与雾化参数的选择



1. 金属液 2. 漏嘴 3. 中间包
4. 喷嘴 5. 射流 6. 雾化区

图4 雾化器示意图

Fig. 4 Sketch of atomizer

如图4所示,为了有效地利用高速射流气体的动能,提高细粉收得率,采用了气体喷嘴与金属液漏嘴紧密耦合式雾化制粉工艺,这也是当前国际上正在开发的工艺^[3]。这种耦合结构在喷嘴和漏嘴出口的几个毫米的范围内,存在着巨大的温度、压力和速度差。假定雾化气体是理想的双原子气体,它的

压力为 8MPa ,温度为 300K ;被雾化的金属液是铁基合金,一般熔点在 1500°C 左右,雾化速率为 $8\text{kg}/\text{min}$;喷嘴是收缩型的;金属液和雾化气体的出口在同一平面上。若用气体出口的临界参数来度量,则临界压力 $p^* = 4.2\text{MPa}$,临界温度 $T^* = -23^{\circ}\text{C}$,临界速度 $v^* = 318\text{m}/\text{sec}$;而漏嘴出口处,被射流抽汲的压力 $p = -0.05\text{MPa}$,金属液能维持流动的温度 $T > 1500^{\circ}\text{C}$,速度 $v \approx 0.4\text{m}/\text{sec}$,由此可知,在两者出口交汇处:

温度差 $\Delta T > 1500^{\circ}\text{C}$

压力差 $\Delta p > 4.2\text{MPa}$

速度差 $\Delta v > 300\text{m}/\text{sec}$

这些差别,特别是温度差对喷嘴结构的设计,材质的选择,运行参数的设定都十分敏感。若处理稍微不当,破坏了温度差的稳定平衡,就可能使雾化随时中止,甚至发生灾难性的后果。在调试过程中花了大量心血、时间和财力,最后终于取得了突破性的进展,积累了宝贵的经验。

归纳起来要解决如下几个关键问题:

(1) 金属液浇入中间包时的温度,中间包保温炉的设定温度及浇入速度要合理,因为它们是保证稳定的温差和提供热量的因素。若提供的热量不够就会堵塞,若提供的热量过多可能烧毁部件。

(2) 喷嘴和漏嘴的几何形状、尺寸,以及它们之间的布局要合理,因为这里是热能交换和动能传递最剧烈的位置。解决好了就能避免金属液在漏嘴内部或端部冻结,使金属液通畅地流动,顺利地进行雾化;同时,在气体和液体相互作用时能有效地利用动能,提高细粉收得率。

(3) 漏嘴和喷嘴的尺寸与雾化参数的匹配要合理。一般来说,提高雾化压力 p 有利于提高细粉收得率。但是仅仅提高雾化压力,而不注意同其它的参数相匹配,不一定能提高细粉收得率。这可用图5所示的测试结果来说明,雾化不锈钢粉时,喷嘴、漏嘴、过热度都相

同的条件下,仅改变了雾化压力,结果在1[#]和2[#]收粉罐中的粉末平均粒度 d_{50} 都随压力的升高而降低。这是由于雾化压力的升高,射流气体的抽汲力增强,导致金属液的流量加大,雾化效率反而降低。

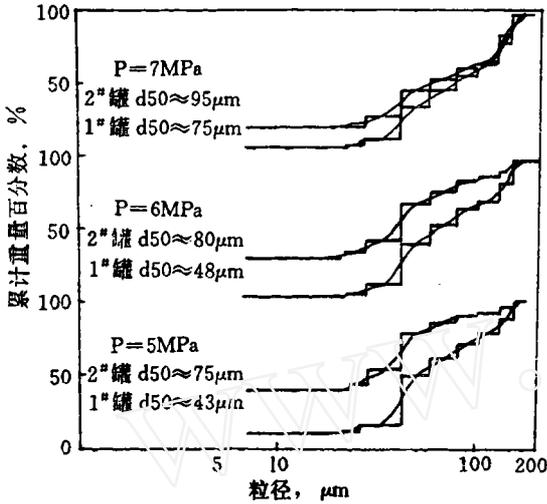


图5 粒度分布随雾化压力的变化

Fig. 5 Distribution of particle sizes varies with atomizing pressure

图6给出了在上述条件下测得的喷嘴的体积流量 V_g 和漏嘴的金属液的质量流量 m_L 随压力的变化。若将它们的比值 V_g/m_L 与-500目细粉的收得率联系起来就表现出明显的规律,见图7。

提高气/液流量比可获得较高的细粉收得率。这一规律给工业生产带来一定的难度:即技术难度大,生产成本高。这是目前人们正在努力克服的难点。

(4) 中间包、漏嘴及它们之间的粘接剂的材质选择要适当,既要经受1500℃以上的高温金属液的浸蚀,又要经受剧烈的热冲击。否则易造成金属液的泄漏。

(5) 还应注意雾化的启动方式和雾化过程中雾化室的压力变化。否则雾化也不会正常进行。

4.4 气体循环与粉末分级

在整个生产线中,气体有两种循环交互

在一起。一种是以风机为动力的低压循环,其作用是输送和分级粉末。另一种是以高压压缩机为动力的高压循环,提供雾化气体。在循环系统中设置了一些稳压部件,如充、放气阀,高、低压平衡罐,它们有利于建立稳定的循环。

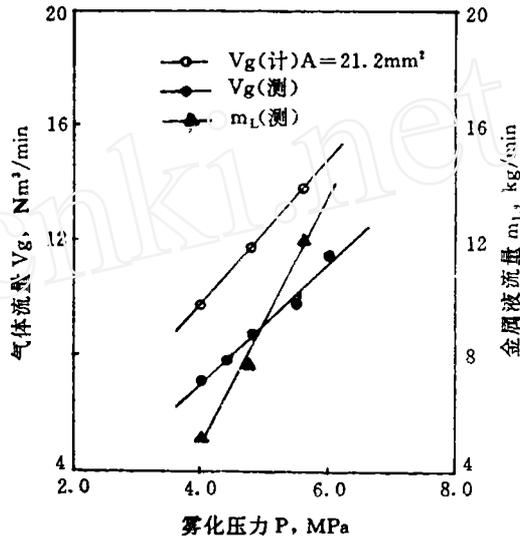


图6 气体和金属液的流量随压力的变化

Fig. 6 Varing of flow capacity of gas and metal liquid with pressure

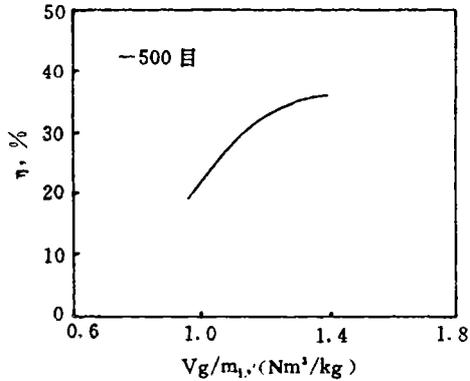


图7 细粉收得率随气/液流量比的变化

Fig. 7 Varying of yield of fine powder with ratio of gas/liquid flow

在稳定的低压循环过程中,经过稀相输送将金属粉末送入叶轮式选粉机,两级旋风

分级器和布袋除尘器,分成不同平均粒径的产品,见图5。

在粉末分级的过程中,选粉机的转速是可调的,它影响前、后收粉罐中的粉末粒度。选粉机是按照惯性原理进行分级的,用变频调速器调节电机的转速,就是调节粉末颗粒与叶轮的相对惯量的大小。

在气体的高压循环中,喷嘴前装有一台稳压调压器。它可以根据工作的需要设置雾化压力并稳定地雾化。图8给出了设定压力和雾化压力的测量结果。雾化压力基本不受入口压力和出口流量的影响而能稳定地工作。

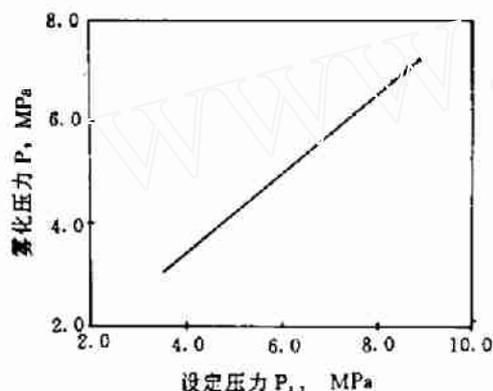


图8 设定压力与雾化压力的关系

Fig. 8 Relation between set pressure and atomizing pressure

4.5 冷却水的循环与分配

在本生产线中,冷却水的提供是保证设备能否安全运行的关键的措施之一,感应炉和压缩机采用并联供水,并要合理分配。

5 产品及其性能

在工艺调试过程中,共生产了两类、多种产品。一类为纯铜及锡青铜粉,其熔点在1000℃左右,浇注温度在1300℃以下;另一类是铁基合金粉末,其熔点在1500℃左右,浇注温度达1700℃左右,包括的粉种有:00Cr17Ni12Mo2(即316L),1Cr18Ni9Ti,Cr13和Ni30。

所有粉末的颗粒形状均为球形,见图9。

5.1 铜及铜合金粉

(1) 纯铜粉。

为外商试制的样品,要求纯度为99.9%的细铜粉,原料和粉的成分见表1。



图9 粉末颗粒形状照(×100)

Fig. 9 Photo of powder particle shape

表1 铜粉的纯度

Table 1 Purity of copper powder

样品代号	名称	Cu%
95-4-1393	铜板	99.98
95-4-1394	铜粉	99.94

由表1可见,制成粉后基本保持原料的纯度。典型的粒度分布见表2。

表2 纯铜粉粒度筛分析结果(%)

Table 2 Result obtained by analysing particle size distribution of pure copper particle

样品代号	+70目	-70+300目	-300目
95-6-23	6.35	41.06	52.59
95-6-27	1.22	37.78	60.99
95-6-28	2.76	45.64	51.59

(2) CuSn10粉

用于无油轴承,它的成分和性能的检验结果见表3。

表3 CuSn10粉末成分(%)和性能
Table 3 Compositions (%) and properties of CuSn10 powder

样品代号	Cu	Sn	O	松装密度 (g/cm ³)	流动性 (s/50g)	外观
95-4	90.65	9.48	0.0202	5.10	13.5	黄色
-130						

典型的粒度分布曲线见图10。

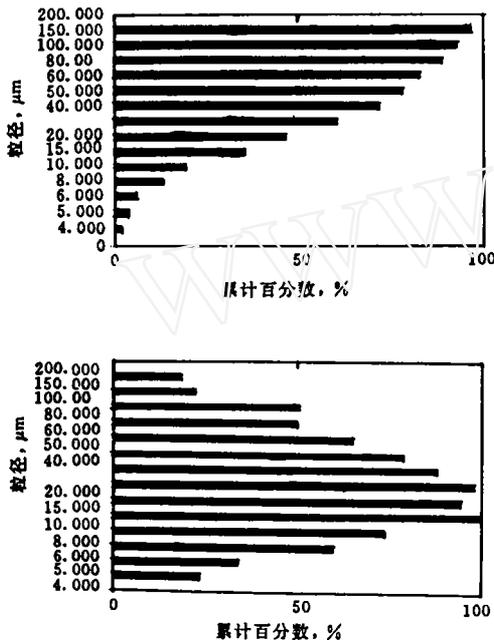


图 10 CuSn10粉末粒度分析结果

Fig. 10 Result obtained by analysing CuSn10 powder particle size

由此可见:1) 细粉的收得率较高,小于50μm的粉末收得率达到80%。2) 氧含量低,在200ppm左右。3) 流动性好。

5.2 铁基合金粉

目前已生产出四种铁基合金粉,即Ni30,Cr13,1Cr18Ni9Ti和00Cr17Ni12Mo2。

Ni30是一种磁温度补偿材料,为外商试制的样品。粒度分布:-200目>60%;氧含量<300ppm。

还生产了三种牌号的不锈钢粉,其中细粉提供注射成形市场,粗粉用作多孔过滤材

料。下面主要介绍00Cr17Ni12Mo2(即316L)不锈钢的生产情况。

(1) 化学成分的标准,以美国出版的《金属粉末手册》^[6]中的雾化316L不锈钢粉的成分作为依据,列于表4中。

表4 316L不锈钢的化学成分

Table 4 Chemical composition of 316L stainless steel

牌号	化学成分 %				
	C	Cr	Ni	Mo	Fe
00G17Ni12Mo2(316L)	<0.03	16~18	10~14	2~3	余量

(2) 选购的原材料成分列于表5中。

表5 原粉的化学成分(%)

Table 5 Chemical composition of raw materials

材料名称	合金中主要元素		含碳C量
低碳铬铁	Cr	65	0.05
钼铁	Mo	50~60	—
镍板	Ni	99.95	0.003
工业硅	Si	98	—
纯铁(DT2)			0.0025~0.03
电解锰	Mn	99.5~99.8	0.04

(3) 配料比例列于表6中,其中含有预计的烧损量。

表6 配料比例(wt%)

Table 6 Mixing ratio of mixture

Fe-Cr	Ni	Fe-Mo	Si	Mn	Fe
29	13	4.7	0.4	0.6	55.5

(4) 在氮气保护下用中频感应炉熔炼,用镁质成型熔炼坩埚和耐火粘土成型保温坩埚。其熔化温度约为1450℃,浇入中间包时过热到1680~1700℃。

(5) 在氮气保护下用4.0~8.0MPa氮气雾化后的几个基本数据:

原料损耗率:2.29%

出粉率:92.8%

总损耗:8.8%

有关00Cr17Ni12Mo2粉的多次成分化验结果见表7。

表7 气雾化00Cr17Ni12Mo2粉末化学成分
Table 7 Chemical composition of atomizing 00Cr17Ni12Mo2 powder

NO	粒度 (目)	化学成分(%)								
		C	Cr	Ni	Mo	Si	Mn	S	P	O
1	-80	0.06	17.48	11.52	2.72	1.20	1.12	0.009	0.014	0.031
2	-325	0.045	16.54	12.70	2.52	1.15	0.75	—	—	0.052
3	-325	0.049	—	—	—	—	—	—	—	0.028

由此可见,粉末的化学成分符合规范,氧含量 $\approx 500\text{ppm}$,碳含量偏高可能是原材料不纯所造成的。若精选料,进一步严格操作规程,产品的质量还会提高。

经筛分后总粉量的粒度分布列于表8中。

表8 总粉量的筛分结果
Table 8 Result obtained by analysing total powder by sieve classification

目数	-20+80	-80+120	-120+325	-325
%	12.13	20.15	31.15	36.58

6 结束语

(1) 本工艺流程采用全封闭的保护气氛中进行熔炼、雾化制粉、粉末的分级和收集,有利于提高粉末的质量。

7. 参考文献

- 1 《金属手册》第九版,第七卷,粉末冶金,[美]美国金属学会主编,(中译本)机械工业出版社,1994:42.
- 2 GerKing L. Powder from metal and Ceramic melts by laminar gas streams at supersonic speeds. Powder Metallurgy, 1993,25(2):59.
- 3 Close-Coupled gas atomization Comes of age,MPR,1994,49(3):34.
- 4 Osprey improves atomizer for MIM powder Production. MPR,1994. 26(3):16.
- 5 李清泉等. 超音声气动雾化制粉机理的实验研究及分析. 力学学报,1992,24(6):653.
- 6 Handbook of Metal Powders, New York: Reinhold publishing corporation, 1966:160.

Research of Producing procedure of Fine Metal Powder by gas Atomization

Li Qingquan Ou Yangtong Ma Runhai
Tong Lirong Han Yanliang Lin Gang

(Institute of Mechanics, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100080, China)

Abstract This paper discussed the process of the gas atomization of fine metal powder. The powder, which has been produced by means of close-coupled high-pressure gas atomization, is spherical. The powder has good flowability and low oxygen content. The collection efficiency of the fine powder is high. The metal powder of excellent quality is available for powder metallurgy and other relative industry.

Key words Gas atomization Metal powder Pilot Equipment

(2) 采用气体喷嘴和金属液漏嘴紧密耦合式双流雾化和高压气体雾化,对提高细粉收得率十分有利。

(3) 生产的铁基合金粉末呈球形,流动性好;氧含量低,细粉收得率高。

致谢

本课题得到国家科委和中国科学院的大力资助,并列为院“八五”重点科研项目(应用研究,编号KM85-31);得到中国科学院院士吴承康先生的指导和支持;力学所所长助理、开发部主任韩文成同志参与课题的总体筹划。曾参与本课题工作的还有田筱淑、徐清洲同志。在设备的调试过程中,得到钢铁研究总院葛立强同志无私地帮助。在此,一并表示衷心的感谢。