



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 105903953 B

(45)授权公告日 2018.03.27

(21)申请号 201610430700.3

B22F 9/22(2006.01)

(22)申请日 2016.06.17

审查员 孟凡硕

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 105903953 A

(43)申请公布日 2016.08.31

(73)专利权人 武汉科技大学

地址 430081 湖北省武汉市青山区建设一路

(72)发明人 倪红卫 李志强 陈荣生 张华

詹玮婷 李杨 王宝 刘成松

(74)专利代理机构 武汉科皓知识产权代理事务

所(特殊普通合伙) 42222

代理人 张火春

(51)Int.Cl.

B22F 1/00(2006.01)

权利要求书1页 说明书5页

(54)发明名称

一种粉末冶金用不锈钢/石墨烯复合粉体及其制备方法

(57)摘要

本发明涉及一种粉末冶金用不锈钢/石墨烯复合粉体及其制备方法。其技术方案是:按照金属乙酸盐中所含金属:氧化石墨烯水溶液中所含氧化石墨烯的质量比为20~100:1,将金属乙酸盐和氧化石墨烯水溶液混合,即得混合溶液;加热搅拌,再按照金属乙酸盐中所含金属:不锈钢粉体的质量比为0.001~0.2:1,向混合溶液中加入不锈钢粉体,继续加热搅拌;然后置于球磨罐中,加入无水乙醇,球磨,干燥;最后在氢气气氛和150~550℃条件下保温2.0~5.0h,随炉冷却,即得粉末冶金用不锈钢/石墨烯复合粉体。本发明具有制备工艺简单、生产成本可控和易于工业化生产的特点,其制品混合均匀性好和石墨烯烧损少,是制备粉末冶金不锈钢产品的优选原料。

1. 一种粉末冶金用不锈钢/石墨烯复合粉体的制备方法,其特征在于所述制备方法的步骤为:

(1) 按照金属乙酸盐中所含金属:氧化石墨烯水溶液中所含氧化石墨烯的质量比为20~100:1,将金属乙酸盐和浓度为0.01~1.0g/L的氧化石墨烯水溶液混合,得到混合溶液;

(2) 将所述混合溶液在80~100℃条件下机械搅拌4.0~8.0h,再按照所述金属乙酸盐中所含金属:不锈钢粉体的质量比为0.001~0.2:1,向所述混合溶液中加入不锈钢粉体,然后在80~100℃条件下继续机械搅拌0.5~2.0h,得到不锈钢/石墨烯混合浆料;

(3) 按照不锈钢/石墨烯混合浆料:磨球的质量比为1:5~20,将不锈钢/石墨烯混合浆料和磨球置于球磨罐中,再向球磨罐中加入无水乙醇,无水乙醇的加入量为所述不锈钢/石墨混合浆料5~20wt%,然后以200~400rpm球磨0.5~4.0h,在50~80℃条件下干燥3.0~5.0h,得到球磨不锈钢/氧化石墨烯复合粉体;

(4) 将所述球磨不锈钢/氧化石墨烯复合粉体在氢气气氛和150~550℃条件下保温2.0~5.0h,随炉冷却,即得粉末冶金用不锈钢/石墨烯复合粉体。

2. 根据权利要求1所述的粉末冶金用不锈钢/石墨烯复合粉体的制备方法,其特征在于所述金属乙酸盐为乙酸铜、乙酸镍和乙酸铝的一种。

3. 根据权利要求1所述的粉末冶金用不锈钢/石墨烯复合粉体的制备方法,其特征在于:所述不锈钢粉体的粒径为5~20 μm 。

4. 根据权利要求1所述的粉末冶金用不锈钢/石墨烯复合粉体的制备方法,其特征在于所述氢气气氛的气体流量为50~200NL/min。

5. 一种粉末冶金用不锈钢/石墨烯复合粉体,其特征在于所述粉末冶金用不锈钢/石墨烯复合粉体是根据权利要求1~4项中任一项所述的粉末冶金用不锈钢/石墨烯复合粉体的制备方法所制备的粉末冶金用不锈钢/石墨烯复合粉体。

一种粉末冶金用不锈钢/石墨烯复合粉体及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于粉末冶金技术领域。具体涉及一种粉末冶金用不锈钢/石墨烯复合粉体及其制备方法。

背景技术

[0002] 采用粉末冶金方法制备不锈钢产品具有原材料利用率高、产品接近成型尺寸、后续加工简便和耐腐蚀性能好等优点,被广泛应用于航空航天、机械制造、化工设备和医疗等行业。但与传统熔炼锻造不锈钢相比,粉末冶金不锈钢致密度和机械强度较低,限制了其应用范围的进一步扩展。

[0003] 通过调整成型及烧结工艺参数、添加低熔点金属或合金、选用先进烧结工艺都可在一定程度上提高烧结不锈钢的密度,从而改善其机械性能。其中,添加增强体是改善粉末冶金不锈钢机械性能的有效方式之一。但是所需增强体的添加量较大,且增强体通常为无机物或金属间化合物颗粒,物理性能与不锈钢基体的差别较大,会影响粉末冶金不锈钢基体的连续性。

[0004] 石墨烯是一种新型的二维单层碳材料,具有较高的机械强度和比表面积,作为增强体可有效提高单质金属和镁铝合金的机械性能。然而,将石墨烯作为增强体应用于粉末冶金不锈钢领域,尚需解决一些问题,比如:石墨烯与不锈钢的密度和表面性质差别较大,均匀混合困难;石墨烯为碳质材料,在烧结过程中可能与不锈钢基体发生反应,形貌和性能发生变化,影响增强效果。上述问题严重影响了石墨烯在粉末冶金不锈钢中的应用。

发明内容

[0005] 本发明旨在克服现有技术的不足,目的是提供一种工艺简单、生产成本可控和易于工业化生产的粉末冶金用不锈钢/石墨烯复合粉体的制备方法,用该方法制备的粉末冶金用不锈钢/石墨烯复合粉体混合均匀性好和石墨烯烧损少。

[0006] 为实现上述目的,本发明采用的技术方案是:

[0007] (1) 按照金属乙酸盐中所含金属:氧化石墨烯水溶液中所含氧化石墨烯的质量比为20~100:1,将金属乙酸盐和浓度为0.01~1.0g/L的氧化石墨烯水溶液混合,得到混合溶液。

[0008] (2) 将所述混合溶液在80~100℃条件下机械搅拌4.0~8.0h,再按照所述金属乙酸盐中所含金属:不锈钢粉体的质量比为0.001~0.2:1,向所述混合溶液中加入不锈钢粉体,然后在80~100℃条件下继续机械搅拌0.5~2.0h,得到不锈钢/石墨烯混合浆料。

[0009] (3) 按照不锈钢/石墨烯混合浆料:磨球的质量比为1:5~20,将不锈钢/石墨烯混合浆料和磨球置于球磨罐中,再向球磨罐中加入无水乙醇,无水乙醇的加入量为所述不锈钢/石墨烯混合浆料5~20wt%,球磨0.5~4.0h,在50~80℃条件下干燥3.0~5.0h,得到球磨不锈钢/氧化石墨烯复合粉体。

[0010] (4) 将所述球磨不锈钢/氧化石墨烯复合粉体在氢气气氛和150~550℃条件下保

温2.0~5.0h,随炉冷却,即得粉末冶金用不锈钢/石墨烯复合粉体。

[0011] 所述金属乙酸盐为乙酸铜、乙酸镍和乙酸铝的一种。

[0012] 所述不锈钢粉体的粒径为5~20 μm 。

[0013] 所述球磨的球磨罐转速为200~400rpm。

[0014] 所述氢气气氛的气体流量为50~200NL/min。

[0015] 由于采用上述技术方案,本发明与现有技术相比具有如下有益的效果:

[0016] 1、本发明在制备粉末冶金用不锈钢/石墨烯复合粉体过程中主要采用加热蒸发、机械搅拌、球磨混合和气体还原的方法,对设备要求低,易于工业化生产。

[0017] 2、本发明制备的粉末冶金用不锈钢/石墨烯复合粉体中,石墨烯增强体的添加量少,生产成本可控;通过金属乙酸盐修饰氧化石墨烯,增大了氧化石墨烯的密度,通过简单球磨即能使氧化石墨烯与不锈钢粉体均匀混合,氢气还原后即可获得石墨烯与不锈钢均匀混合的复合粉体,制备工艺简单。

[0018] 3、本发明制备的粉末冶金用不锈钢/石墨烯复合粉体中,石墨烯表面的金属粒子层能有效减小石墨烯与不锈钢粉体的直接接触,减少了复合粉体烧结过程中石墨烯的烧损,保证石墨烯的结构稳定,充分发挥石墨烯的增强效果。

[0019] 4、本发明制备的粉末冶金用不锈钢/石墨烯复合粉体作为原料,有助于制备出机械性能优良的粉末冶金不锈钢产品。

[0020] 因此,本发明具有制备工艺简单、生产成本可控和易于工业化生产的特点,所制备的粉末冶金用不锈钢/石墨烯复合粉体混合均匀性好和石墨烯烧损少,是制备机械性能优良的粉末冶金不锈钢产品的优选原料。

具体实施方式

[0021] 以下结合具体实施方式对本发明作进一步描述,并非对其保护范围的限制。

[0022] 本具体实施方式中,所述所述不锈钢粉体的粒径为5~20 μm ;实施例中不再赘述。

[0023] 实施例1

[0024] 一种粉末冶金用不锈钢/石墨烯复合粉体及其制备方法。所述制备方法的步骤是:

[0025] (1) 按照金属乙酸盐中所含金属:氧化石墨烯水溶液中所含氧化石墨烯的质量比为20~40:1,将金属乙酸盐和浓度为0.01~0.1g/L的氧化石墨烯水溶液混合,得到混合溶液。

[0026] (2) 将所述混合溶液在95~100 $^{\circ}\text{C}$ 条件下机械搅拌7.0~8.0h,再按照所述金属乙酸盐中所含金属:不锈钢粉体的质量比为0.001~0.01:1,向所述混合溶液中加入不锈钢粉体,然后在95~100 $^{\circ}\text{C}$ 条件下继续机械搅拌1.7~2.0h,得到不锈钢/石墨烯混合浆料。

[0027] (3) 按照不锈钢/石墨烯混合浆料:磨球的质量比为1:5~8,将不锈钢/石墨烯混合浆料和磨球置于球磨罐中,再向球磨罐中加入无水乙醇,无水乙醇的加入量为所述不锈钢/石墨混合浆料5~20wt%;然后以350~400rpm球磨3.5~4.0h,在50~60 $^{\circ}\text{C}$ 条件下干燥3.0~3.5h,得到球磨不锈钢/氧化石墨烯复合粉体。

[0028] (4) 将所述球磨不锈钢/氧化石墨烯复合粉体在150~250 $^{\circ}\text{C}$ 和气体流量为50~80NL/min的氢气气氛中保温2.0~2.8h,随炉冷却,即得粉末冶金用不锈钢/石墨烯复合粉体。

[0029] 本实施例所述金属乙酸盐为乙酸铜,所述金属为铜。

[0030] 实施例2

[0031] 一种粉末冶金用不锈钢/石墨烯复合粉体及其制备方法。所述制备方法的步骤是:

[0032] (1) 按照金属乙酸盐中所含金属:氧化石墨烯水溶液中所含氧化石墨烯的质量比为40~60:1,将金属乙酸盐和浓度为0.1~0.3g/L的氧化石墨烯水溶液混合,得到混合溶液。

[0033] (2) 将所述混合溶液在90~95℃条件下机械搅拌6.0~7.0h,再按照所述金属乙酸盐中所含金属:不锈钢粉体的质量比为0.01~0.05:1,向所述混合溶液中加入不锈钢粉体,然后在90~95℃条件下继续机械搅拌1.3~1.7h,得到不锈钢/石墨烯混合浆料。

[0034] (3) 按照不锈钢/石墨烯混合浆料:磨球的质量比为1:8~12,将不锈钢/石墨烯混合浆料和磨球置于球磨罐中,再向球磨罐中加入无水乙醇,无水乙醇的加入量为所述不锈钢/石墨混合浆料5~20wt%;然后以300~350rpm球磨2.5~3.5h,在55~65℃条件下干燥3.5~4.0h,得到球磨不锈钢/氧化石墨烯复合粉体。

[0035] (4) 将所述球磨不锈钢/氧化石墨烯复合粉体在250~350℃和气体流量为80~120NL/min的氢气气氛中保温2.8~3.6h,随炉冷却,即得粉末冶金用不锈钢/石墨烯复合粉体。

[0036] 本实施例所述金属乙酸盐为乙酸铜,所述金属为铜。

[0037] 实施例3

[0038] 一种粉末冶金用不锈钢/石墨烯复合粉体及其制备方法。所述制备方法的步骤是:

[0039] (1) 按照金属乙酸盐中所含铜:氧化石墨烯水溶液中所含氧化石墨烯的质量比为60~80:1,将金属乙酸盐和浓度为0.3~0.7g/L的氧化石墨烯水溶液混合,得到混合溶液。

[0040] (2) 将所述混合溶液在85~90℃条件下机械搅拌5.0~6.0h,再按照所述金属乙酸盐中所含金属:不锈钢粉体的质量比为0.05~0.1:1,向所述混合溶液中加入不锈钢粉体,然后在85~90℃条件下继续机械搅拌0.9~1.3h,得到不锈钢/石墨烯混合浆料。

[0041] (3) 按照不锈钢/石墨烯混合浆料:磨球的质量比为1:12~16,将不锈钢/石墨烯混合浆料和磨球置于球磨罐中,再向球磨罐中加入无水乙醇,无水乙醇的加入量为所述不锈钢/石墨混合浆料5~20wt%;然后以250~300rpm球磨1.5~2.5h,在65~75℃条件下干燥4.0~4.5h,得到球磨不锈钢/氧化石墨烯复合粉体。

[0042] (4) 将所述球磨不锈钢/氧化石墨烯复合粉体在350~450℃和气体流量为120~160NL/min的氢气气氛中保温3.6~4.4h,随炉冷却,即得粉末冶金用不锈钢/石墨烯复合粉体。

[0043] 本实施例所述金属乙酸盐为乙酸铜,所述金属为铜。

[0044] 实施例4

[0045] 一种粉末冶金用不锈钢/石墨烯复合粉体及其制备方法。所述制备方法的步骤是:

[0046] (1) 按照金属乙酸盐中所含铜:氧化石墨烯水溶液中所含氧化石墨烯的质量比为80~100:1,将金属乙酸盐和浓度为0.7~1.0g/L的氧化石墨烯水溶液混合,得到混合溶液。

[0047] (2) 将所述混合溶液在80~85℃条件下机械搅拌4.0~5.0h,再按照所述金属乙酸盐中所含金属:不锈钢粉体的质量比为0.1~0.2:1,向所述混合溶液中加入不锈钢粉体,然后在80~85℃条件下继续机械搅拌0.5~0.9h,得到不锈钢/石墨烯混合浆料。

[0048] (3) 按照不锈钢/石墨烯混合浆料:磨球的质量比为1:16~20,将不锈钢/石墨烯混合浆料和磨球置于球磨罐中,再向球磨罐中加入无水乙醇,无水乙醇的加入量为所述不锈钢/石墨混合浆料5~20wt%;然后以200~250rpm球磨0.5~1.5h,在70~80℃条件下干燥4.5~5.0h,得到球磨不锈钢/氧化石墨烯复合粉体。

[0049] (4) 将所述球磨不锈钢/氧化石墨烯复合粉体在450~550℃和气体流量为160~200NL/min的氢气气氛中保温4.4~5.0h,随炉冷却,即得粉末冶金用不锈钢/石墨烯复合粉体。

[0050] 本实施例所述金属乙酸盐为乙酸铜,所述金属为铜。

[0051] 实施例5

[0052] 一种粉末冶金用不锈钢/石墨烯复合粉体及其制备方法。本实施例所述制备方法除下述外,其余同实施例1。

[0053] 本实施例所述金属乙酸盐为乙酸镍,所述金属为镍。

[0054] 实施例6

[0055] 一种粉末冶金用不锈钢/石墨烯复合粉体及其制备方法。本实施例所述制备方法除下述外,其余同实施例2。

[0056] 本实施例所述金属乙酸盐为乙酸镍,所述金属为镍。

[0057] 实施例7

[0058] 一种粉末冶金用不锈钢/石墨烯复合粉体及其制备方法。本实施例所述制备方法除下述外,其余同实施例3。

[0059] 本实施例所述金属乙酸盐为乙酸镍,所述金属为镍。

[0060] 实施例8

[0061] 一种粉末冶金用不锈钢/石墨烯复合粉体及其制备方法。本实施例所述制备方法除下述外,其余同实施例4。

[0062] 本实施例所述金属乙酸盐为乙酸镍,所述金属为镍。

[0063] 实施例9

[0064] 一种粉末冶金用不锈钢/石墨烯复合粉体及其制备方法。本实施例所述制备方法除下述外,其余同实施例1。

[0065] 本实施例所述金属乙酸盐为乙酸铝,所述金属为铝。

[0066] 实施例10

[0067] 一种粉末冶金用不锈钢/石墨烯复合粉体及其制备方法。本实施例所述制备方法除下述外,其余同实施例2。

[0068] 本实施例所述金属乙酸盐为乙酸铝,所述金属为铝。

[0069] 实施例11

[0070] 一种粉末冶金用不锈钢/石墨烯复合粉体及其制备方法。本实施例所述制备方法除下述外,其余同实施例3。

[0071] 本实施例所述金属乙酸盐为乙酸铝,所述金属为铝。

[0072] 实施例12

[0073] 一种粉末冶金用不锈钢/石墨烯复合粉体及其制备方法。本实施例所述制备方法除下述外,其余同实施例4。

[0074] 本实施例所述金属乙酸盐为乙酸铝,所述金属为铝。

[0075] 本具体实施方式与现有技术相比具有如下有益的效果:

[0076] 1、本具体实施方式在制备粉末冶金用不锈钢/石墨烯复合粉体过程中主要采用加热蒸发、机械搅拌、球磨混合和气体还原的方法,对设备要求低,易于工业化生产。

[0077] 2、本具体实施方式制备的粉末冶金用不锈钢/石墨烯复合粉体中,石墨烯增强体的添加量少,生产成本可控;通过金属乙酸盐修饰氧化石墨烯,增大了氧化石墨烯的密度,通过简单球磨即能使氧化石墨烯与不锈钢粉体均匀混合,氢气还原后即可获得石墨烯与不锈钢均匀混合的复合粉体,制备工艺简单。

[0078] 3、本具体实施方式制备的粉末冶金用不锈钢/石墨烯复合粉体中,石墨烯表面的金属粒子层能有效减小石墨烯与不锈钢粉体的直接接触,减少了复合粉体烧结过程中石墨烯的烧损,保证石墨烯的结构稳定,充分发挥石墨烯的增强效果。

[0079] 4、本具体实施方式制备的粉末冶金用不锈钢/石墨烯复合粉体作为原料,有助于制备出机械性能优良的粉末冶金不锈钢产品。

[0080] 因此,本具体实施方式具有制备工艺简单、生产成本可控和易于工业化生产的特点,所制备的粉末冶金用不锈钢/石墨烯复合粉体混合均匀性好和石墨烯烧损少,是制备机械性能优良的粉末冶金不锈钢产品的优选原料。