

文章编号: 1001-4322(2009)07-1079-04

# 射频感应等离子体制备球形钨粉的工艺研究\*

古忠涛, 叶高英, 刘川东, 童洪辉

(西南物理研究院, 成都 610041)

**摘 要:** 采用射频感应等离子体球化颗粒形状不规则的钨粉(平均粒度尺寸  $5\sim 12\ \mu\text{m}$ ), 研究了加料速率、物料分散方式、钨粉颗粒大小等因素对球化率的影响。当加料速率大于  $95\ \text{g}/\text{min}$  时, 粉体的球化率随着加料速率的增大急剧减小, 加料速率增大到  $135.75\ \text{g}/\text{min}$  时, 样品钨粉球化率仅为  $30\%$ 。当携带气量为  $0.12\ \text{m}^3/\text{h}$  时, 分散效果较佳, 其球形度相应也较好, 球化率几乎达到  $100\%$ ; 随着钨粉球化率提高, 其松装密度有所增大。通过对不同粒度分布的原粉进行球化处理, 得出结论: 钨粉原粉粒度分布均匀, 则相应制备出的球形钨粉的粒度分布也比较均匀。

**关键词:** 射频感应等离子体; 球化; 钨粉

**中图分类号:** TF123.2; TF123.73

**文献标志码:** A

20 世纪 90 年代以来, 球形钨粉的需求与日俱增, 广泛地应用于多孔材料的制备、热喷涂和粉末冶金工艺中<sup>[1]</sup>。制备组份均匀、密度均匀、缺陷少、强度高、球形度高的钨粉尤为重要。国内彭志辉和李汉广<sup>[2]</sup>采用钨粉二次氧化再还原的技术, 得到了准球形的钨粉, 其缺点是球化不充分。自贡硬质合金厂<sup>[3]</sup>利用制粒烧结法生产应用于热喷涂的球形粉末, 制得了粒径为  $40\sim 750\ \mu\text{m}$  的球形钨粉末, 但用这种方法制得的粉末较粗, 难以达到很高的致密度。株洲硬质合金厂<sup>[4]</sup>从  $\text{WF}_6$  制取细颗粒 ( $3\sim 5\ \mu\text{m}$ ) 球形钨粉, 该工艺涉及到强烈腐蚀性的气氛, 离规模化生产尚有一定的距离。西北有色金属研究院用旋转电极直流弧等离子体法制备球形钨粉, 但只能制备较粗的粉末, 不具备制备尺寸较小精细球形钨粉的能力和技術, 且直流弧等离子体还存在电极的污染, 影响产品的纯度。国外早在 20 世纪 60 年代就开始了制备难熔金属及其化合物球形粉末的研究。美国的联合化学公司(Allied Chemical Company)<sup>[5]</sup>发明了一种通过气相沉积从  $\text{WF}_6$  中得到大粒度 ( $40\sim 650\ \mu\text{m}$ ) 球状钨粉的工艺。该工艺涉及到强烈腐蚀性的 HF, 劳动条件恶劣, 对环保要求很高。Wahl 等人<sup>[6]</sup>则将 Ti, Mo 和 WC 等粉末通过一个充有保护气氛的竖式碳管炉, 让粉末在坠落的过程中受到碳管炉的加热而熔化, 从而转变成球形粉末。这种方法存在两个问题: 一是粉末容易粘到管壁上; 二是碳管炉内的温度以目前的技术水平还达不到钨的熔点(约  $3400\ \text{C}$ )。

射频感应等离子体能量密度高、加热强度大、等离子体炬体积大, 由于它没有电极, 不会因电极蒸发而污染产品<sup>[7-9]</sup>。实验将形状不规则的钨粉颗粒由携带气体通过加料枪喷入等离子体炬中, 使之被迅速加热而熔化, 熔融的颗粒在表面张力的作用下形成球形度很高的液滴, 并在极短的时间内迅速凝固, 从而形成球形的颗粒。利用该射频感应等离子体装置制备了低成本、高纯度、高球形度的粉体, 并研究了制备球形钨粉的工艺。

## 1 实验装置与方法

### 1.1 实验装置

实验装置如图 1 所示, 由以下几部分构成: 射频感应等离子体发生器, 用于产生激励电磁场, 频率为  $3.5\ \text{MHz}$ , 额定功率为  $100\ \text{kW}$ ; 等离子体水冷灯具, 内部充有中心气(氩气)和边气(氩气); 喂料器; 加料枪; 热交换室, 用水冷却; 气固分离室; 尾气排放系统。实验所用钨粉形状不规则, 平均粒度尺寸  $5\sim 12\ \mu\text{m}$ 。

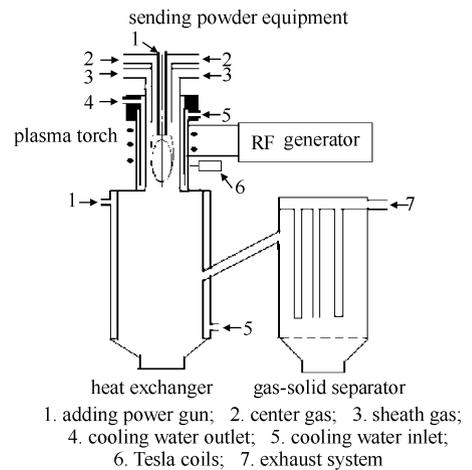


Fig. 1 Schematic illustration of RF induction plasma spheroidization of tungsten powders

图 1 等离子体球化钨粉体实验装置示意图

\* 收稿日期: 2008-11-07; 修订日期: 2009-05-06

作者简介: 古忠涛(1971—), 男, 博士生, 工程师, 主要从事低温等离子体应用技术(纳米材料的制备和微粉的球化)研究; guzhongtao200@163.com.cn.

## 1.2 实验方法

球形钨粉制备流程如下:建立稳定的氩等离子体炬;将钨粉原料颗粒用氩气携带经加料枪喷入等离子体炬;进入等离子体炬的钨粉颗粒在极短的时间吸收大量的热而迅速融化,并以极快的速度进入热交换室冷却凝固后,再进入气固分离室中被收集起来。实验参数如表 1 所示。

表 1 等离子体球化钨粉体的实验参数

Table 1 Experimental parameters for RF induction plasma spheroidization of tungsten powders

center gas flow rate (argon)/(m <sup>3</sup> ·h <sup>-1</sup> )	sheath gas flow rate (argon)/(m <sup>3</sup> ·h <sup>-1</sup> )	carrier gas flow rate (argon)/(m <sup>3</sup> ·h <sup>-1</sup> )	tungsten power feed rate/(g·min <sup>-1</sup> )	plasma power /kW
2.80	3.20	0.10~0.25	40.00~150.00	88

采用扫描电子显微镜(SEM)观察射频感应等离子体球化前后钨粉颗粒的形貌和粒径。用流动仪测定球化后粉体的松装密度;用霍尔流量计测定等离子体处理前后钨粉的振实密度。通过试样的 SEM 观察,统计出经球化处理的球形小球所占的百分比,每个样品随机取样统计 3 次,然后取算术平均值作为该样品的球化率。

## 2 结果与讨论

### 2.1 加料速率对球化效果的影响

图 2 是相同工艺参数、不同加料速率下球化样品的照片,图 3 是相应的球化率曲线。结合图 2 和图 3 可以看出:加料速率为 60.50 g/min 时,钨粉颗粒几乎被完全球化,统计出的球化率为 96%;加料速率为 85.25 g/min 时,球化样品颗粒的形貌如图 2(b)所示,球化率为 90%;当加料速率进一步增大到 110.00 g/min 时,如图 2(c)所示,球形颗粒的比例进一步减小,球化率降为 65%;增大到 135.75 g/min 时,从图 2(d)中可以看出只有少部分的钨粉颗粒被球化,球化率仅为 30%。这说明加料速率对球化率有很大的影响,加料速率越大,钨粉球化率就越小。

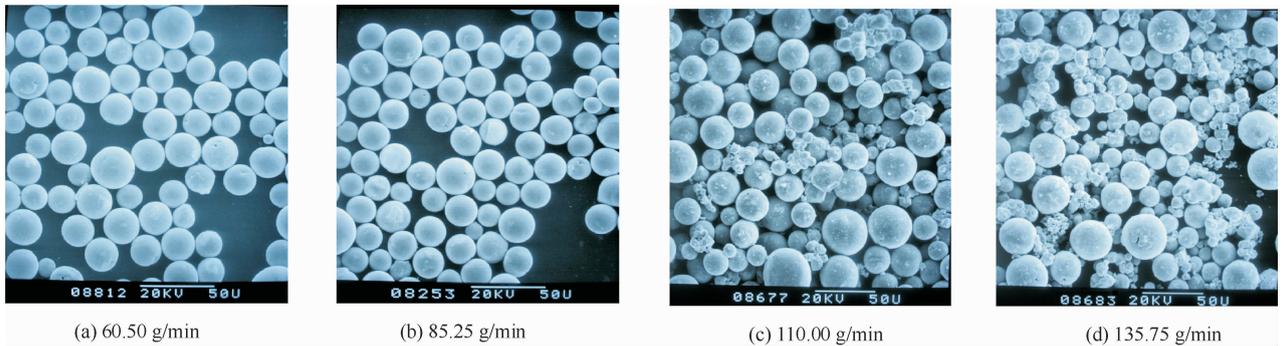


Fig. 2 SEM images of the samples with different feed rates

图 2 不同加料速率下球化钨粉的扫描电子显微镜照片

从图 3 中可以看出,当加料速率大于 95 g/min 时,钨粉球化率随着加料速率的增大迅速降低。因此,控制加料速率对钨粉球化效果非常重要。

### 2.2 携带气量对球化的影响

本实验中采用氩气作携带气将原料钨粉喷入等离子体炬中。携带气量的大小同时影响钨粉进入等离子体炬时的分散状态和钨粉在等离子体炬中的停留时间。如图 4(a)所示,携带气量为 0.12 m<sup>3</sup>/h 时,粉末有足够长的时间通过等离子体炬高温区,颗粒之间碰撞足够,分散效果很好,球形度也相应较好,球化率几乎达到 100%。然而,随着携带气量变大,钨粉穿越等离子体炬的时间缩短,而钨粉融化需要在等离子体炬中吸收足够的热量,因此过大的携带气量也会影响球化的质量。如在图 4(b)和图 4(c)中,因采用更大的携带气量,粉末在等离子体炬高温区的分散变差,存在因颗粒彼此碰撞而导致的颗粒粘结。在下降过程中,颗粒相互接触的机会增加,粘

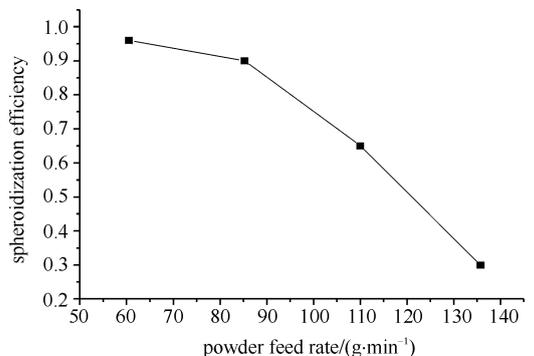


Fig. 3 Relationship between spheroidization efficiency and powder feed rate

图 3 球化效果与加料速率关系

结频率高,出现卫星球及哑铃形颗粒;也存在部分钨粉颗粒没有熔融而直接逃逸等离子炬的高温区,球化温度偏低,钨粉局部熔化后球化或部分钨粉表面熔化导致颗粒粘结。这二者都没有到达球化的效果,因此,在射频等离子体制备球形钨粉的过程中,控制合适的携带气量是非常必要的。

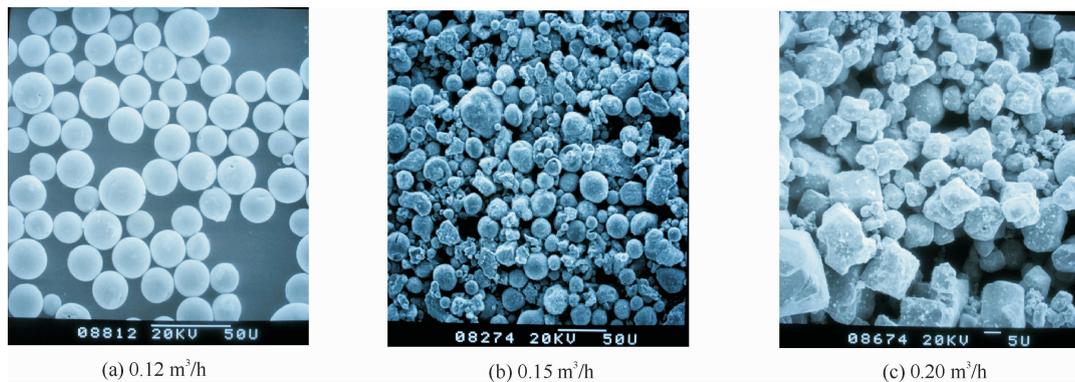


Fig. 4 SEM images of samples with different carrier gas flow rate

图 4 不同携带气量下钨粉球化的扫描电子显微镜照片

### 2.3 钨粉原始粒度及粒度分布对球化的影响

对相同质量的粉体,在其他参数相同的条件下,它在等离子体炬中所能吸收的热量与颗粒直径成反比<sup>[10]</sup>。颗粒越细,其比表面积越大,等离子体通过辐射、传导、对流和化学传热的机制所赋予该粉体原料的热量就越多。其次,粉体的熔化温度与它的粒径有关,颗粒越细,其熔化温度越低。因此,在相同条件下,细钨粉将优先熔化。在同样的球化工艺条件下,球化钨粉的粒度与钨原粉的粒度相对应,钨原粉粒度粗,则球形钨粉粒度粗。图 5(a)为粒度分布均匀的钨粉原粉及其制备的球形粉末的形貌,可见制备出的球形钨粉的粒度分布比较均匀,相应地,图 5(b)中钨粉原粉粒度分布不均匀,制备出的球形粉末的粒度分布也不均匀。这是因为如果钨粉原粉粒度分布不均匀,在穿越等离子体炬时,钨粉颗粒受热及熔化程度不一样,使钨粉液滴粘附、长大的机率增多,导致制备出的球形钨粉粒度分布不均匀。因此,钨原粉粒度分布均匀是等离子体球化工艺的重要条件。

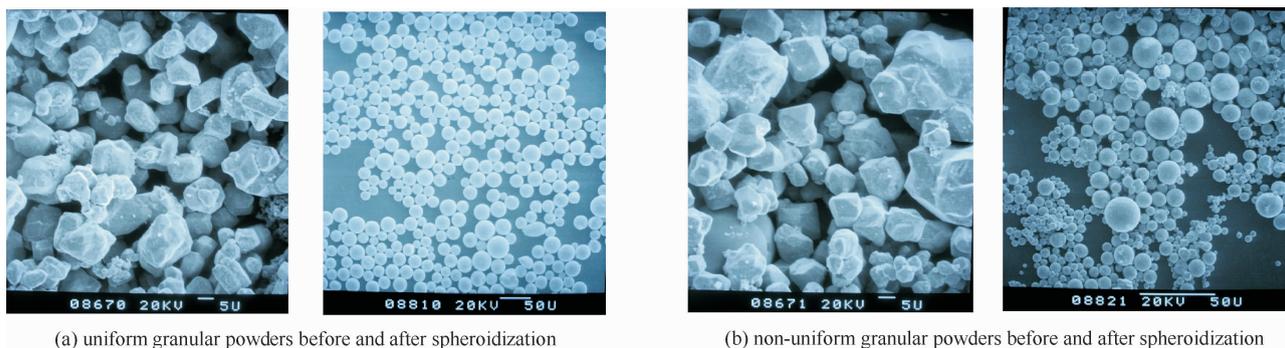


Fig. 5 Effect of granular distribution of original powders on spheroidization efficiency

图 5 原料粒度分布对球化的影响

### 2.4 等离子体球化前后颗粒形貌的变化及相应的振实密度

图 6 球化前后钨粉颗粒的 SEM 照片。图 6(a)是钨粉原料;图 6(b)采用的工艺参数如下:中气(氩气)流量为 2.8 m<sup>3</sup>/h,边气(氩气)流量为 3.2 m<sup>3</sup>/h,携带气(氩气)流量为 0.12 m<sup>3</sup>/h,钨粉加料速率为 85.25 g/min,等离子体功率为 88 kW。从图 6 可看出,原料的颗粒形状极不规则;经过球化处理后,钨粉颗粒球形度很高,表面非常光滑。用霍尔流量计测定的相应原料钨粉和球形钨粉的振实密度分别为 13.35 g/cm<sup>3</sup>和 15.80 g/cm<sup>3</sup>,球形钨粉的振实密度大于原料钨粉。

表 2 不同球化率粉体的松装密度

Table 2 Apparent density of plasma processed tungsten powders with different spheroidization efficiency

spheroidization efficiency	apparent density
/%	/(g · cm <sup>-3</sup> )
30	13.60
65	14.55
90	15.35
96	15.55

## 2.5 球化率对粉体松装密度的影响

为了研究粉体的球化率对松装密度的影响,用流动仪测定了图 2 中球化的 4 种样品的松装密度。测定的结果如表 2 所示。从表 2 可以看出,随着球化率的提高,粉体的松装密度逐渐变大。原料粉体在球化后,颗粒的形貌由极不规则的形状变为球形,颗粒之间的接触面积小,颗粒堆积较密实<sup>[11]</sup>。

## 3 结 论

用射频等离子体制备球形钨粉时,钨粉原料的加料速率越大,钨粉颗粒在等离子体炬中的停留时间缩短,导致球化率降低。当加料速率大于 95 g/min 时,粉体的球化率随着加料速率的增大急剧减小;携带气量越大,相应钨粉原料的加速度越大,颗粒穿越等离子体炬的时间缩短,导致球化率降低。在制备球形钨粉过程中,球化加工的钨粉粒度不宜过大,粒度分布越均匀越好。随着钨粉的球化率提高,钨粉的松装密度也逐渐变大。对功率和等离子体结构一定的装置,它的加工球化能力是与被加工钨粉的具体参数有密切关系的。除了上述的粒度参数外,钨粉在等离子体炬中停留时间和入炬条件同样会影响该钨粉的球化效果。因此,如何量化确定钨原粉参数、加料条件(含停留时间和入炬条件)与钨粉球化效果的关系,还有待于进一步研究。

## 参考文献:

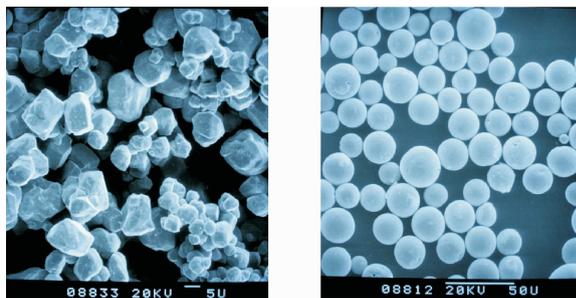
- [1] 李鹏. 高密度钨合金的研究现状与发展趋势[J]. 稀有金属与硬质合金, 2003, **13**(4): 57-59. (Li Peng. Present research and future development of high-density tungsten alloys. *Rare Metals and Cemented Carbides*, 2003, **13**(4): 57-59)
- [2] 彭志辉, 李广汉. 钨粉局部优先重氧化行为的研究[J]. 矿冶工程, 1999, **19**(2): 1-2. (Peng Zhihui, Li Guanghan. Behaviours of local priority reoxidation of tungsten powder. *Mining and Metallurgical Engineering*, 1999, **19**(2): 1-2)
- [3] 姜文伟, 普崇恩. 等离子喷雾法制取球形钨粉工艺探索[J]. 硬质合金, 2000, **17**(2): 85-88. (Jiang Wenwei, Pu Chongen. Investigation of process for spherical tungsten powder by plasma atomization. *Cemented Carbide*, 2000, **17**(2): 85-88)
- [4] 刘正春, 王志法, 李方, 等. 钨粉的等离子体球化[J]. 稀有金属与硬质合金, 1999, **9**(3): 7-10. (Liu Zhengchun, Wang Zhifa, Li Fang, et al. Plasma spheroidization of tungsten powder. *Rare Metals and Cemented Carbides*, 1999, **9**(3): 7-10)
- [5] Stephen W H. Tungsten sources, metallurgy, properties and application[M]. New York: Plenum Press, 1979: 168.
- [6] Wahl M J, Frontani R F. Handbook of Soviet alloy compositions[M]. Columbus: Metals and Ceramics Information Center Press, 1975: 48-50.
- [7] White G D, Gurwell W E. Freeze dried tungsten heavy alloys[J]. *Advances in Powder Metallurgy*, 1989, **6**(1): 355-368.
- [8] Smith R W, Kim M, Kappor D. Structure and properties of spray formed tungsten base composite[C]// *Advanced Particulate Materials and Process*. 1997: 217-225.
- [9] Boulos M. Thermal plasma processing[J]. *IEEE Transactions on Plasma Science*, 1991, **19**(6): 1078-1089.
- [10] Dignard N, Boulos M. Powder spheroidization using induction plasma technology[C]// *Proc Int Thermal Spray Conf*. 2000: 887-893.
- [11] Boulos M. Heating of powders in the fire ball of an induction plasma[J]. *IEEE Transaction on Plasma Science*, 1978, **26**(2): 93-106.

## RF induction plasma spheroidization of tungsten powders

Gu Zhongtao, Ye Gaoying, Liu Chuandong, Tong Honghui  
(Southwestern Institute of Physics, Chengdu 610041, China)

**Abstract:** Irregularly-shaped tungsten powders (average granular sizes of 5~12  $\mu\text{m}$ ) have been spheroidized by radio frequency (RF) induction plasma. The effects of feed rate, mode of material dispersion, particle size on spheroidization efficiency are investigated. Experimental results show that the spheroidization efficiency decreases rapidly when the feed rate increases to more than 95 g/min. Only 30% spheroidization efficiency is gained at the feed rate of 135.75 g/min. The spheroidization efficiency is also affected by the flow rate of carrier gas. When the flow rate of carrier gas is 0.12  $\text{m}^3/\text{h}$ , the dispersion effect is the best, and the spheroidization efficiency is almost 100%. The apparent density of tungsten powders increases a bit with the increase of spheroidization efficiency. And the particle size uniformity of spheroidized tungsten powders is in accordance with that of original powders.

**Key words:** radio frequency induced plasma; spheroidization; tungsten powder



(a) original tungsten powders (b) spheroidized tungsten powders

Fig. 6 SEM images of tungsten powders before and after spheroidization

图 6 钨粉原粉球化前后的扫描电子显微镜照片