

超细钨粉的制备工艺

目前,国内外采用了多种方法,进行超细钨粉的制备。其中,钨的卤化物在氢气中还原以制取钨粉最引人注目,如氢还原六氟化钨(WF_6)制得的钨粉粒度小、纯度高,用这种钨粉制得的钨制品,具有优异的性能。又如在 $600-900^{\circ}C$ 氢还原六氯化钨(WCl_6)所得超细钨粉,其平均粒度为 $0.015\sim 0.046$ 微米,这种钨粉具有粒度超细、分布狭窄,形状规整呈球状,化学纯度高,不易自燃(表面光滑),氧含量高等特点。这种钨粉压块强度高,烧结密实性好,在 $2060^{\circ}C$ 进行真空烧结,可达 91.4% 理论密度(普通工业钨粉只能达到 $80\sim 85\%$),其制品具有更好的机械性能和加工性能。

六氯化钨还原实验装置之一如图 5-11 所示。图中反应器用透明石英玻璃做成,分内外两管,内管直径为 20-25 毫米,中间扩大处直径为 60 毫米。制备六氯化钨采用金属钨粉或钨废料的直接氯化法,原料钨即装在内管的中间扩大处,每次装料量 $1\sim 1.5$ 公斤。实验开始时,内外管均在通氢情况下加热,反应器氯化段的温度加热到 $800^{\circ}C$ 保温;还原段加热到 $1000^{\circ}C$,待升至所需温度,保温 1 小时,使反应器内表面和原料中的水分得以有效去除;且使原料表面可能存在的氧化膜通过氢还原除掉。然后在外继续通氢的情况下,内管停止通氢,改通氩气,以去除内管中的氢气。等到内管中的氢气赶完,可将氯气随同氩气一道通入内管。

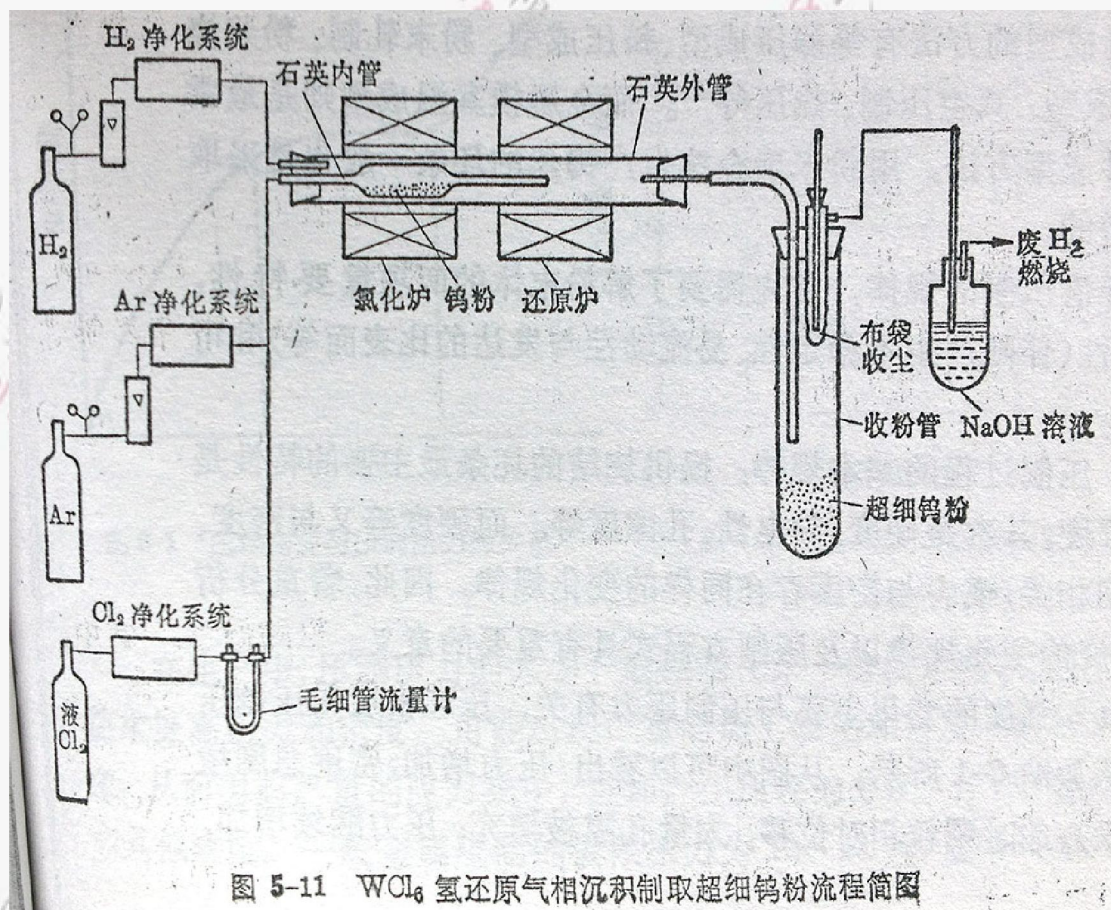


图 5-11 WCl_6 氢还原气相沉积制取超细钨粉流程简图

此时,氯气即与原料钨反应,生成气态六氯化钨与五氯化钨的混合物。此氯化钨随氩气从内管流入还原段外管,与预热了的外管氢气相遇,发生气相反应,而生成超细钨粉,即 $WCl_6+3H_2 \rightarrow W \downarrow +6HCl \uparrow$ 。生成的超细钨粉,一部分在外管中沉降,大部分随反应余气自石英反应器流出,进入设有布袋收尘器的石英收集管内(也有重力收尘与静电收尘系统串连使用的)。废气通过布袋后,再以 NaOH 溶液吸收其中的 HCl 气体。经 NaOH 吸收后的废气在空气中烧掉。

所得超细钨粉，需在 700~1100℃ 的温度下通氢处理，以降低它的氧、氯含量。使用的氢气一般为电解氢，经钨石棉催化脱氧和硅胶、分子筛吸附脱水后使用。其使用氢气流量为 8000 毫升 / 分。使用的氩气为工业级，经净化或不净化直接使用，流量为 200 毫升 / 分。氯气为液氯，经硫酸、分子筛脱水后使用，实验时流量为 1000 毫升 / 分。氯化炉和还原炉的功率分别为 5~10 千瓦左右。用上法制得的细钨粉颗粒度在 0.02~0.1 微米，氧含量为 0.5~0.8%。

超细钨粉是人造金刚石钻头、高比重合金、电触头等的良好原料。