



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 115229202 A

(43) 申请公布日 2022.10.25

(21) 申请号 202211165353.8

(22) 申请日 2022.09.23

(71) 申请人 西安稀有金属材料研究院有限公司

地址 710016 陕西省西安市西安经济技术
开发区凤城二路45号1幢1单元10101
室

(72) 发明人 周世超 张于胜 孙国栋 印涛

潘晓龙 赵彬

(74) 专利代理机构 西安创知专利事务所 61213

专利代理师 魏法祥

(51) Int. Cl.

B22F 9/24 (2006.01)

B22F 1/12 (2022.01)

B82Y 30/00 (2011.01)

B82Y 40/00 (2011.01)

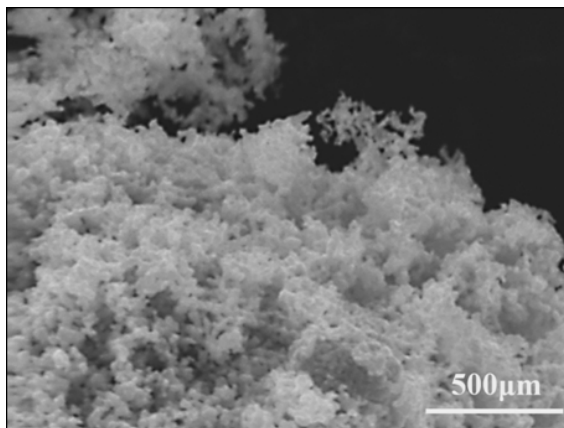
权利要求书2页 说明书8页 附图3页

(54) 发明名称

一种钼铜纳米复合粉体的制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种钼铜纳米复合粉体的制备方法,该方法包括:一、将原料混匀;二、将复合前驱体加热;三、将混合物球磨、干燥和超高速搅拌;四、将三氧化钼和碳复合粉分段热处理和超高速搅拌;五、将二复合粉体加热搅拌,逐滴加入超细铜盐液滴,再烘干和超高速搅拌;六、将含铜混合粉分段热处理,得到高分散和高孔隙的钼铜纳米复合粉体。本发明将铜盐溶于乙醇并喷入加热后的物料中,随着溶液快速蒸发,避免了纳米颗粒团聚的同时增大了物料孔隙率,同时利用高活性无定形碳纳米颗粒和铜盐纳米颗粒,提高了钼粉的形核率,细化了产物粒度,再经氢还原,得到纳米钼铜复合粉,同时实现了铜纳米颗粒和复合粉的粒度和分散性调控。



1. 一种钼铜纳米复合粉体的制备方法,其特征在于,该方法包括以下步骤:

步骤一、将无定形碳纳米颗粒、钼酸铵、表面活性剂和造孔剂加入到去离子水中后混匀,然后进行干燥,得到复合前驱体;

步骤二、将步骤一中得到的复合前驱体进行加热处理,得到三氧化钼和无定形碳纳米颗粒混合物;

步骤三、将步骤二中得到的混合物加入到乙醇中进行球磨,然后依次进行干燥和超高速搅拌,得到三氧化钼和碳复合粉;

步骤四、将步骤三中得到的三氧化钼和碳复合粉进行分段热处理,然后进行超高速搅拌,得到二氧化钼和钼复合粉体;

步骤五、将步骤四中得到的二氧化钼和钼复合粉体进行加热搅拌,然后逐滴加入超细铜盐液滴,再进行烘干后进行超高速搅拌,得到含铜混合粉;所述超细铜盐液滴的制备过程为:将铜盐分散至乙醇中并进行超声雾化;

步骤六、将步骤五中得到的含铜混合粉在氢气气氛下进行分段热处理,得到高分散和高孔隙的钼铜纳米复合粉体。

2. 根据权利要求1所述的一种钼铜纳米复合粉体的制备方法,其特征在于,步骤一中所述无定形碳纳米颗粒的平均粒度为20nm~100nm,其中碳的质量含量大于98%;所述钼酸铵的质量纯度大于99.7%;所述复合前驱体中钼酸铵与水的质量比为0.1~0.5:1;所述碳纳米颗粒的加入量为钼酸铵质量的5%~10%;所述表面活性剂为聚乙烯醇、聚乙烯吡咯烷酮和聚乙二醇中的一种或多种,所述表面活性剂的加入量为钼酸铵质量的1%~2%;所述造孔剂为葡萄糖、蔗糖或淀粉,所述造孔剂的加入量为钼酸铵质量的2%~3%。

3. 根据权利要求1所述的一种钼铜纳米复合粉体的制备方法,其特征在于,步骤一中所述干燥为旋转蒸干,旋转蒸干的温度不小于50℃,转速不小于200r/min。

4. 根据权利要求1所述的一种钼铜纳米复合粉体的制备方法,其特征在于,步骤二中所述加热处理的过程为:以不小于10℃/min的升温速率升温至500℃~650℃后保温2h以上,所述加热处理的气氛为空气或氧气。

5. 根据权利要求1所述的一种钼铜纳米复合粉体的制备方法,其特征在于,步骤三中所述乙醇的添加量为混合物质量的60%~80%,所述球磨中球料比不小于2:1,球磨转速不小于200r/min,球磨时间不小于2h。

6. 根据权利要求1所述的一种钼铜纳米复合粉体的制备方法,其特征在于,步骤三、步骤四和步骤五中所述超高速搅拌的转速均大于10000r/min,时间均大于200s。

7. 根据权利要求1所述的一种钼铜纳米复合粉体的制备方法,其特征在于,步骤四中所述分段热处理为:先加热至800℃~950℃后保温1h以上,然后再加热至1000℃~1100℃后保温1h以上,所述分段热处理的气氛为氩气气氛;所述分段热处理中三氧化钼和碳复合粉的厚度不小于10mm。

8. 根据权利要求1所述的一种钼铜纳米复合粉体的制备方法,其特征在于,步骤五中所述加热搅拌的温度为70℃以上;所述的铜盐为硝酸铜或氯化铜,所述超声雾化的频率为1MHz~2MHz,所述超细铜盐液滴中铜盐的浓度不小于0.2g/mL;所述含铜混合粉的松装密度小于1.5g/cm³。

9. 根据权利要求1所述的一种钼铜纳米复合粉体的制备方法,其特征在于,步骤六中所

述分段热处理的过程为：先以大于 $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速率加热至 $500^{\circ}\text{C}\sim 650^{\circ}\text{C}$ 后保温1h以上，然后以大于 $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速率加热至 $750^{\circ}\text{C}\sim 950^{\circ}\text{C}$ 后保温1h以上，所述氢气气氛中氢气的质量纯度大于99%；所述分段热处理中含铜混合粉的厚度大于5mm；所述钼铜纳米复合粉体的松装密度小于 $1\text{g}/\text{cm}^3$ ，孔隙率大于90%。

10. 一种如权利要求1~权利要求9中任一权利要求所述的方法制备的钼铜纳米复合粉体的应用，其特征在于，采用该纳米复合粉体制备纳米钼铜复合材料。

一种钼铜纳米复合粉体的制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于纳米粉体材料制备技术领域,具体涉及一种钼铜纳米复合粉体的制备方法。

背景技术

[0002] 钼铜复合材料具有诸多非常优异的特性,如:特殊的高温性能、良好的导电导热性和耐腐蚀性、热膨胀系数低并可调控、加工性良好等特点。凭借着这些优异特性,钼铜复合材料在军工、电子电气、航空航天等许多领域有着非常关键的应用。由于钼的熔点较高,以钼铜复合粉为主要原料进行烧结是目前工业上制备钼铜复合材料的主要方法。而钼铜复合粉的特性决定了烧结致密所需的温度和时间,继而影响复合材料的微观组织结构(晶粒大小)和性能。传统的制备钼铜复合粉的工艺是将铜粉、钼粉按照一定的比例混合,经机械研磨方法获得钼铜混合粉,但是其制备的钼铜复合粉成分不均匀且极易引入杂质,粉体粒径一般在微米级(3-5微米)。由于该复合粉的粒度大、比表面积小、表面活性和烧结活性低,通常需要在1600℃左右的高烧结温度下进行长时间烧结才能获得较为致密的样品。不仅导致烧结成本较高,而且制备的材料晶粒粗大,难以满足高端应用需求。而晶粒细小的纳米钼铜粉末制备,是提高其烧结活性、降低烧结温度和细化晶粒的最简单有效的捷径。因此,制备出超细颗粒的纳米晶合金粉末是制备细晶全致密的高性能纳米合金非常关键的第一步。

[0003] 工业上制备钼铜复合粉是以钼粉和铜粉为原料,原料的特性(粒度)决定了烧结的温度和时间,继而影响烧结制品的微观结构(晶粒大小)和性能。钼粉的粒度和形貌主要取决于氢气还原氧化钼的阶段,目前,传统氢还原微米级高纯 MoO_3 制备出微米级 MoO_2 ,再还原为钼粉的工艺难以实现产物形核和生长过程的调控,生产的商业钼粉粒度较大(约2-5微米)。另外,传统的固体粉末机械混合方式导致混合过程中存在原料分散不均匀、粒度差异较大等问题,制备出来的复合材料晶粒粗大、性能不高。因此,纳米钼铜复合粉体的低成本、简单和高效制备依然是个难题。

发明内容

[0004] 本发明所要解决的技术问题在于针对上述现有技术的不足,提供一种钼铜纳米复合粉体的制备方法。该方法结合高活性无定形碳纳米颗粒为钼酸铵分解的形核剂和造孔剂,有效提高了钼粉形核率,控制了钼的形核和生长过程,细化了产物的粒度,再经氢还原,得到纳米钼铜复合粉,同时实现了铜纳米颗粒和复合粉的粒度和分散性调控。

[0005] 为解决上述技术问题,本发明采用的技术方案是:一种钼铜纳米复合粉体的制备方法,其特征在于,该方法包括以下步骤:

步骤一、将无定形碳纳米颗粒、钼酸铵、表面活性剂和造孔剂加入到去离子水中后混匀,然后进行干燥,得到复合前驱体;

步骤二、将步骤一中得到的复合前驱体进行加热处理,得到三氧化钼和无定形碳纳米颗粒混合物;

步骤三、将步骤二中得到的混合物加入到乙醇中进行球磨,然后依次进行干燥和超高速搅拌,得到三氧化钼和碳复合粉;

步骤四、将步骤三中得到的三氧化钼和碳复合粉进行分段热处理,然后进行超高速搅拌,得到二氧化钼和钼复合粉体;

步骤五、将步骤四中得到的二氧化钼和钼复合粉体进行加热搅拌,然后逐滴加入超细铜盐液滴,再进行烘干后进行超高速搅拌,得到含铜混合粉;所述超细铜盐液滴的制备过程为:将铜盐分散至乙醇中并进行超声雾化;

步骤六、将步骤五中得到的含铜混合粉在氢气气氛下进行分段热处理,得到高分散和高孔隙的钼铜纳米复合粉体。

[0006] 本发明以钼酸铵为原料,以高活性的无定形碳纳米颗粒为钼酸铵分解的形核剂,并配以造孔剂作为辅助,首先采用表面活性剂将高活性的无定形碳纳米颗粒分散在水中并与钼酸铵混匀,提高了碳纳米颗粒与钼酸铵的混合均匀性,然后对复合前驱体进行加热分解,均匀分布在钼酸铵中的碳纳米颗粒为无定形团簇形核提供大量的异质形核点,从而提高了三氧化钼的形核率并形成空间位阻,阻碍了三氧化钼晶核的聚结生长,有利于降低三氧化钼的粒度,且在该分解过程中部分碳纳米颗粒被氧化生成气体产物,随着气体逸出原料的孔隙率提高,有效保证了纳米三氧化钼的形貌和粒度,避免了碳纳米颗粒的团聚,得到结构疏松的纳米混合粉;本发明将三氧化钼和无定形碳纳米颗粒混合物球磨破碎后作为前驱体进行两段加热预还原,继承三氧化钼的形貌和粒度,得到二氧化钼和钼复合粉体,即预还原粉;本发明向加热后的预还原粉中均匀淋入超声雾化后的超细铜盐液滴,经烘干和超高速搅拌后得到纳米含铜混合粉;本发明将纳米含铜混合粉铺放后进行氢气还原,该还原过程中,铜盐纳米颗粒一方面作为形核剂辅助钼纳米颗粒形核,进一步细化钼粉粒度,同时铜盐原位转化成铜纳米颗粒,获得钼铜纳米复合粉。

[0007] 上述的一种钼铜纳米复合粉体的制备方法,其特征在于,步骤一中所述无定形碳纳米颗粒的平均粒度大于20nm,其中碳的质量含量大于98%;所述钼酸铵的质量纯度大于99.7%;所述复合前驱体中钼酸铵与水的质量比大于0.1:1;所述碳纳米颗粒的加入量为钼酸铵质量的5%~10%;所述表面活性剂为聚乙烯醇、聚乙烯吡咯烷酮和聚乙二醇中的一种或多种,所述表面活性剂的加入量为钼酸铵质量的1%~2%;所述造孔剂为葡萄糖、蔗糖或淀粉,所述造孔剂的加入量为钼酸铵质量的2%~3%。本发明通过采用上述粒度较小、分散性能优异的碳纳米颗粒作为钼酸铵分解过程以及还原过程中的形核剂和造孔剂,且无定形碳纳米颗粒具有较高的反应活性,有利于提高钼的形核率和孔隙率,降低钼粉粒度,得到疏松结构的纳米钼粉;本发明通过控制各种原料的比例,有利于获得碳纳米颗粒和钼酸铵分散性优异的混合溶液;本发明通过控制表面活性剂的成分及加入质量有利于避免碳纳米颗粒的团聚,提高碳纳米颗粒与钼酸铵的混合均匀性。

[0008] 上述的一种钼铜纳米复合粉体的制备方法,其特征在于,步骤一中所述干燥为旋转蒸干,其中喷旋转蒸干的温度不小于80℃,转速不小于200r/min。本发明通过控制干燥的过程及参数,保证了制备的复合粉体中碳纳米颗粒和钼酸铵充分干燥混匀。

[0009] 上述的一种钼铜纳米复合粉体的制备方法,其特征在于,步骤二中所述加热处理的过程为:以不小于10℃/min的升温速率升温至500℃~650℃后保温2h以上,所述加热处理的气氛为空气或氧气。本发明通过控制加热处理的参数,采用较快的升温速率有利于提高

三氧化钼的形核率和分散性,保温温度和保温时间保证了钼酸铵分解完全,以及部分碳纳米颗粒充分与空气反应形成空隙,该气氛可与复合粉体中的部分碳纳米颗粒反应生成气体,起到造孔的目的。

[0010] 上述的一种钼铜纳米复合粉体的制备方法,其特征在于,步骤三中所述乙醇的添加量为混合物质量的60%~80%,所述球磨中球料比不小于2:1,球磨转速不小于200r/min,球磨时间不小于2h。本发明通过添加乙醇保证了球磨更加充分;本发明采用较大的球料比和较快的球磨转速有利于提高混料均匀性,减小粉末颗粒粒径,有利于增加三氧化钼的形核点。

[0011] 上述的一种钼铜纳米复合粉体的制备方法,其特征在于,步骤三、步骤四和步骤五中所述超高速搅拌的转速均大于10000r/min,时间均大于200s。本发明通过控制超高速搅拌的转速和时间,避免纳米粉体团聚,进一步增加混合粉的孔隙率。

[0012] 上述的一种钼铜纳米复合粉体的制备方法,其特征在于,步骤四中所述分段热处理为:先加热至800℃~950℃后保温1h以上,然后再加热至1000℃~1100℃后保温1h以上,所述分段热处理的气氛为氩气气氛;所述分段热处理中三氧化钼和碳复合粉的厚度为不小于10mm。本发明通过控制分段热处理的参数,采用较高的保温温度和保温时间保证了氧化钼反应完全,该气氛可使复合粉体中的纳米氧化钼充分还原,且不被二次氧化,同时将反应产生的气体带出炉体。

[0013] 上述的一种钼铜纳米复合粉体的制备方法,其特征在于,步骤五中所述加热搅拌的温度为70℃以上;所述的铜盐为硝酸铜或氯化铜,所述超声雾化的频率为1MHz~2MHz,所述超细铜盐液滴中铜盐的浓度不小于0.2g/mL;所述含铜混合粉的松装密度小于1.5g/cm³。本发明通过控制铜盐的成分、浓度及加入质量能够使铜盐与钼源充分分散混匀;本发明通过控制超声雾化频率保证了铜盐为纳米颗粒,有利于后续氢还原过程中原位生成铜纳米颗粒。

[0014] 上述的一种钼铜纳米复合粉体的制备方法,其特征在于,步骤六中所述分段热处理的过程为:先以大于1℃/min的升温速率加热至500℃~650℃后保温1h以上,然后以大于1℃/min的升温速率加热至750℃~950℃后保温1h以上,所述氢气气氛中氢气的质量纯度大于99%;所述分段热处理中含铜混合粉的厚度大于5mm;所述钼铜纳米复合粉体的松装密度小于1g/cm³,孔隙率大于90%。本发明通过控制分段热处理的参数,有利于降低纳米复合粉的粒度,保证了得到高分散和高孔隙的钼铜纳米复合粉体。

[0015] 另外,本发明还提供了一种上述的方法制备的钼铜纳米复合粉体在制备超细纳米钼铜复合材料上的应用。

[0016] 本发明与现有技术相比具有以下优点:

1、本发明以钼酸铵为原料,以高活性的无定形碳纳米颗粒为钼酸铵分解的形核剂和造孔剂,制备复合前驱体,然后对复合前驱体进行加热分解,提高了三氧化钼的形核率并形成空间位阻,降低三氧化钼的粒度,提高孔隙率,将三氧化钼和无定形碳纳米颗粒混合物球磨破碎后作为前驱体进行两段加热预还原,继承三氧化钼的形貌和粒度,得到二氧化钼和钼复合粉体,向预还原粉中均匀淋入超细铜盐液滴,经烘干和超高速搅拌后得到纳米含铜混合粉,将纳米含铜混合粉铺放后进行氢气还原,该还原过程中,铜盐纳米颗粒一方面作为形核剂辅助钼纳米颗粒形核,进一步细化钼粉粒度,同时铜盐原位转化成铜纳米颗粒,获

得高分散和高孔隙的钼铜纳米复合粉。

[0017] 2、本发明以钼酸铵为原料,以分散性优异的高活性无定形碳纳米颗粒为钼酸铵分解的形核剂和造孔剂,阻碍了三氧化钼晶核的聚结生长,同时实现了粒度较小且结构疏松的纳米三氧化钼的可控制备。

[0018] 3、本发明采用超声雾化形成的纳米铜盐液滴喷入到纳米前驱体粉中,既提高了混料均匀性,又利用碳纳米颗粒和铜盐纳米颗粒细化了对应还原产物的粒度。

[0019] 4、本发明将铜盐溶解到乙醇中,喷入加热后的预还原粉中,实现了铜盐液滴的快速干燥,进而实现了氧化铜纳米颗粒的原位粒度生成,再经两步还原,得到平均粒度均为30nm~100nm的钼铜纳米复合粉。

[0020] 5、本发明制备工艺简单,原料成本低,易于工程化应用。

[0021] 下面通过附图和实施例对本发明的技术方案作进一步的详细描述。

附图说明

[0022] 图1为本发明实施例1步骤一制备的复合前驱体的SEM图。

[0023] 图2为本发明实施例1制备的钼铜纳米复合粉体的低倍SEM图。

[0024] 图3为本发明实施例1制备的钼铜纳米复合粉体的高倍SEM图。

[0025] 图4为本发明实施例1制备的钼铜纳米复合粉体中Mo的EDS图。

[0026] 图5为本发明实施例1制备的钼铜纳米复合粉体中Cu的EDS图。

具体实施方式

[0027] 实施例1

本实施例包括以下步骤:

步骤一、将0.5g无定形碳纳米颗粒、10g钼酸铵、0.2g表面活性剂和0.2g造孔剂加入到100mL去离子水中后混匀,然后进行干燥,得到复合前驱体;所述无定形碳纳米颗粒的平均粒度为20nm,其中碳的质量含量大于98%;所述钼酸铵的质量纯度大于99.7%;所述表面活性剂为聚乙烯吡咯烷酮;所述造孔剂为葡萄糖;所述干燥为旋转蒸干,其中旋转蒸干的温度为80℃,转速为200r/min;

步骤二、将步骤一中得到的复合前驱体进行加热处理,得到三氧化钼和无定形碳纳米颗粒混合物;所述加热处理的过程为:以10℃/min的升温速率升温至500℃后保温5h,所述加热处理的气氛为空气;

步骤三、将步骤二中得到的混合物加入到乙醇中进行球磨,然后依次进行干燥和超高速搅拌,得到三氧化钼和碳复合粉;所述乙醇的添加量为混合物质量的66%,所述球磨中球料比为2:1,球磨转速为200r/min,球磨时间为6h;所述超高速搅拌的转速为30000r/min,时间为200s;

步骤四、将步骤三中得到的三氧化钼和碳复合粉进行分段热处理,然后进行超高速搅拌,得到二氧化钼和钼复合粉体;所述分段热处理为:先以30℃/min的升温速率加热至850℃后保温3h,然后以30℃/min的升温速率再加热至1000℃后保温3h,所述分段热处理的气氛为氩气气氛;所述分段热处理中三氧化钼和碳复合粉的厚度为10mm;所述超高速搅拌的转速为30000r/min,时间为200s;

步骤五、将步骤四中得到的二氧化钼和钼复合粉体进行加热搅拌，然后逐滴加入超细铜盐液滴，再进行烘干后进行超高速搅拌，得到含铜混合粉；所述超细铜盐液滴的制备过程为：将铜盐分散至乙醇中并进行超声雾化；所述加热搅拌的温度为70℃；所述的铜盐为硝酸铜，所述超声雾化的频率为1MHz，所述超细铜盐液滴的粒径小于3μm，所述超细铜盐液滴中铜盐的浓度为0.2g/mL，每所述二氧化钼和钼纳米复合粉体100g加入40mL超细铜盐液滴；所述含铜混合粉的松装密度小于1.5g/cm³；所述超高速搅拌的转速为10000r/min，时间为300s；

步骤六、将步骤五中得到的含铜混合粉在氢气气氛下进行分段热处理，得到高分散和高孔隙的钼铜纳米复合粉体；所述分段热处理的过程为：先以5℃/min的升温速率加热至500℃后保温2h，然后以5℃/min的升温速率加热至750℃后保温3h，所述氢气气氛中氢气的质量纯度大于99%；所述分段热处理中含铜混合粉的厚度为5mm。

[0028] 经检测，本实施例制备的钼铜纳米复合粉体的松装密度为0.8g/cm³，孔隙率为92%。

[0029] 图1为本实施例步骤一制备的复合前驱体的SEM图，从图1中可以看出，该复合粉体粒度细小且结构疏松。

[0030] 图2为本实施例制备的钼铜纳米复合粉体的低倍SEM图，图3为本实施例制备的钼铜纳米复合粉体的高倍SEM图，图4为本实施例制备的钼铜纳米复合粉体中Mo的EDS图，图5为本实施例制备的钼铜纳米复合粉体中Cu的EDS图，从图2~图5中可以看出，该钼铜纳米复合粉体的粒度进一步细化，成分均匀，平均粒度约为50nm，且具有一定的空隙率，其中的Mo和Cu分布均匀。

[0031] 实施例2

本实施例包括以下步骤：

步骤一、将1.2g无定形碳纳米颗粒、20g钼酸铵、0.4g表面活性剂和0.4g造孔剂加入到100mL去离子水中后混匀，然后进行干燥，得到复合前驱体；所述无定形碳纳米颗粒的平均粒度为40nm，其中碳的质量含量大于98%；所述钼酸铵的质量纯度大于99.7%；所述表面活性剂为聚乙烯醇；所述造孔剂为蔗糖；所述干燥为喷雾干燥，其中喷雾干燥的温度为120℃；

步骤二、将步骤一中得到的复合前驱体进行加热处理，得到三氧化钼和无定形碳纳米颗粒混合物；所述加热处理的过程为：以30℃/min的升温速率升温至550℃后保温4h，所述加热处理的气氛为氧气；

步骤三、将步骤二中得到的混合物加入到乙醇中进行球磨，然后依次进行干燥和超高速搅拌，得到三氧化钼和碳复合粉；所述乙醇的添加量为混合物质量的80%，所述球磨中球料比为3:1，球磨转速为250r/min，球磨时间为6h；所述超高速搅拌的转速为30000r/min，时间为200s；

步骤四、将步骤三中得到的三氧化钼和碳复合粉进行分段热处理，然后进行超高速搅拌，得到二氧化钼和钼复合粉体；所述分段热处理为：先以25℃/min的升温速率加热至860℃后保温2.5h，然后以20℃/min的升温速率再加热至1020℃后保温2.5h，所述分段热处理的气氛为氩气气氛；所述分段热处理中三氧化钼和碳复合粉的厚度为12mm；所述超高速搅拌的转速为30000r/min，时间为200s；

步骤五、将步骤四中得到的二氧化钼和钼复合粉体进行加热搅拌,然后逐滴加入超细铜盐液滴,再进行烘干后进行超高速搅拌,得到含铜混合粉;所述超细铜盐液滴的制备过程为:将铜盐分散至乙醇中并进行超声雾化;所述加热搅拌的温度为75℃;所述的铜盐为硝酸铜,所述超声雾化的频率为1MHz,所述超细铜盐液滴的粒径小于3 μm ,所述超细铜盐液滴中铜盐的浓度为0.3g/mL,每所述二氧化钼和钼纳米复合粉体100g加入20mL超细铜盐液滴;所述含铜混合粉的松装密度小于1.5g/cm³;所述超高速搅拌的转速为15000r/min,时间为300s;

步骤六、将步骤五中得到的含铜混合粉在氢气气氛下进行分段热处理,得到高分散和高孔隙的钼铜纳米复合粉体;所述分段热处理的过程为:先以4℃/min的升温速率加热至530℃后保温2h,然后以4℃/min的升温速率加热至800℃后保温2h,所述氢气气氛中氢气的质量纯度大于99%;所述分段热处理中含铜混合粉的厚度为10mm。

[0032] 经检测,本实施例制备的钼铜纳米复合粉体的松装密度为0.9g/cm³,孔隙率为91%。

[0033] 实施例3

本实施例包括以下步骤:

步骤一、将1.8g无定形碳纳米颗粒、30g钼酸铵、0.45g表面活性剂和0.75g造孔剂加入到100mL去离子水中后混匀,然后进行干燥,得到复合前驱体;所述无定形碳纳米颗粒的平均粒度为60nm,其中碳的质量含量大于98%;所述钼酸铵的质量纯度大于99.7%;所述表面活性剂为聚乙二醇;所述造孔剂为淀粉;所述干燥为喷雾干燥,其中喷雾干燥的温度为240℃;

步骤二、将步骤一中得到的复合前驱体进行加热处理,得到三氧化钼和无定形碳纳米颗粒混合物;所述加热处理的过程为:以50℃/min的升温速率升温至580℃后保温3h,所述加热处理的气氛为空气;

步骤三、将步骤二中得到的混合物加入到乙醇中进行球磨,然后依次进行干燥和超高速搅拌,得到三氧化钼和碳复合粉;所述乙醇的添加量为混合物质量的60%,所述球磨中球料比为4:1,球磨转速为300r/min,球磨时间为4h;所述超高速搅拌的转速为30000r/min,时间为200s;

步骤四、将步骤三中得到的三氧化钼和碳复合粉进行分段热处理,然后进行超高速搅拌,得到二氧化钼和钼复合粉体;所述分段热处理为:先以20℃/min的升温速率加热至870℃后保温2h,然后以15℃/min的升温速率再加热至1030℃后保温2h,所述分段热处理的气氛为氩气气氛;所述分段热处理中三氧化钼和碳复合粉的厚度为15mm;所述超高速搅拌的转速为30000r/min,时间为200s;

步骤五、将步骤四中得到的二氧化钼和钼复合粉体进行加热搅拌,然后逐滴加入超细铜盐液滴,再进行烘干后进行超高速搅拌,得到含铜混合粉;所述超细铜盐液滴的制备过程为:将铜盐分散至乙醇中并进行超声雾化;所述加热搅拌的温度为80℃;所述的铜盐为氯化铜,所述超声雾化的频率为1.5MHz,所述超细铜盐液滴的粒径小于3 μm ,所述超细铜盐液滴中铜盐的浓度为0.4g/mL,每所述二氧化钼和钼纳米复合粉体100g加入30mL超细铜盐液滴;所述含铜混合粉的松装密度小于1.5g/cm³;所述超高速搅拌的转速为20000r/min,时间为250s;

步骤六、将步骤五中得到的含铜混合粉在氢气气氛下进行分段热处理,得到高分散和高孔隙的钼铜纳米复合粉体;所述分段热处理的过程为:先以3°C/min的升温速率加热至580°C后保温1.5h,然后以3°C/min的升温速率加热至850°C后保温1.5h,所述氢气气氛中氢气的质量纯度大于99%;所述分段热处理中含铜混合粉的厚度为10mm。

[0034] 经检测,本实施例制备的钼铜纳米复合粉体的松装密度为0.9g/cm³,孔隙率为92%。

[0035] 实施例4

本实施例包括以下步骤:

步骤一、将4g无定形碳纳米颗粒、40g钼酸铵、0.4g表面活性剂和1.0g造孔剂加入到100mL去离子水中后混匀,然后进行干燥,得到复合前驱体;所述无定形碳纳米颗粒的平均粒度为80nm,其中碳的质量含量大于98%;所述钼酸铵的质量纯度大于99.7%;所述表面活性剂为聚乙烯醇和聚乙烯吡咯烷酮;所述造孔剂为葡萄糖;所述干燥为旋转蒸干,其中旋转蒸干的温度为95°C,转速为500r/min;

步骤二、将步骤一中得到的复合前驱体进行加热处理,得到三氧化钼和无定形碳纳米颗粒混合物;所述加热处理的过程为:以80°C/min的升温速率升温至600°C后保温3h,所述加热处理的气氛为空气;

步骤三、将步骤二中得到的混合物加入到乙醇中进行球磨,然后依次进行干燥和超高速搅拌,得到三氧化钼和碳复合粉;所述乙醇的添加量为混合物质量的70%,所述球磨中球料比为5:1,球磨转速为350r/min,球磨时间为3h;所述超高速搅拌的转速为30000r/min,时间为200s;

步骤四、将步骤三中得到的三氧化钼和碳复合粉进行分段热处理,然后进行超高速搅拌,得到二氧化钼和钼复合粉体;所述分段热处理为:先以15°C/min的升温速率加热至880°C后保温1.5h,然后以10°C/min的升温速率再加热至1040°C后保温1.5h,所述分段热处理的气氛为氩气气氛;所述分段热处理中三氧化钼和碳复合粉的厚度为20mm;所述超高速搅拌的转速为30000r/min,时间为200s;

步骤五、将步骤四中得到的二氧化钼和钼复合粉体进行加热搅拌,然后逐滴加入超细铜盐液滴,再进行烘干后进行超高速搅拌,得到含铜混合粉;所述超细铜盐液滴的制备过程为:将铜盐分散至乙醇中并进行超声雾化;所述加热搅拌的温度为85°C;所述的铜盐为氯化铜,所述超声雾化的频率为2MHz,所述超细铜盐液滴的粒径小于3μm,所述超细铜盐液滴中铜盐的浓度为0.5g/mL,每所述二氧化钼和钼纳米复合粉体100g加入30mL超细铜盐液滴;所述含铜混合粉的松装密度小于1.5g/cm³;所述超高速搅拌的转速为25000r/min,时间为220s;

步骤六、将步骤五中得到的含铜混合粉在氢气气氛下进行分段热处理,得到高分散和高孔隙的钼铜纳米复合粉体;所述分段热处理的过程为:先以2°C/min的升温速率加热至620°C后保温1h,然后以2°C/min的升温速率加热至900°C后保温1h,所述氢气气氛中氢气的质量纯度大于99%;所述分段热处理中含铜混合粉的厚度为15mm。

[0036] 经检测,本实施例制备的钼铜纳米复合粉体的松装密度为0.9g/cm³,孔隙率为93%。

[0037] 实施例5

本实施例包括以下步骤：

步骤一、将3.5g无定形碳纳米颗粒、50g钼酸铵、0.75g表面活性剂和1.5g造孔剂加入到100mL去离子水中后混匀，然后进行干燥，得到复合前驱体；所述无定形碳纳米颗粒的平均粒度为100nm，其中碳的质量含量大于98%；所述钼酸铵的质量纯度大于99.7%；所述表面活性剂为聚乙烯吡咯烷酮和聚乙二醇；所述造孔剂为葡萄糖；所述干燥为旋转蒸干，其中旋转蒸干的温度为100℃，转速为600r/min；

步骤二、将步骤一中得到的复合前驱体进行加热处理，得到三氧化钼和无定形碳纳米颗粒混合物；所述加热处理的过程为：以100℃/min的升温速率升温至620℃后保温2h，所述加热处理的气氛为空气；

步骤三、将步骤二中得到的混合物加入到乙醇中进行球磨，然后依次进行干燥和超高速搅拌，得到三氧化钼和碳复合粉；所述乙醇的添加量为混合物质量的70%，所述球磨中球料比为6:1，球磨转速为400r/min，球磨时间为2h；所述超高速搅拌的转速为30000r/min，时间为200s；

步骤四、将步骤三中得到的三氧化钼和碳复合粉进行分段热处理，然后进行超高速搅拌，得到二氧化钼和钼复合粉体；所述分段热处理为：先以10℃/min的升温速率加热至900℃后保温1h，然后以5℃/min的升温速率再加热至1050℃后保温1h，所述分段热处理的气氛为氩气气氛；所述分段热处理中三氧化钼和碳复合粉的厚度为25mm；所述超高速搅拌的转速为30000r/min，时间为200s；

步骤五、将步骤四中得到的二氧化钼和钼复合粉体进行加热搅拌，然后逐滴加入超细铜盐液滴，再进行烘干后进行超高速搅拌，得到含铜混合粉；所述超细铜盐液滴的制备过程为：将铜盐分散至乙醇中并进行超声雾化；所述加热搅拌的温度为90℃；所述的铜盐为硝酸铜，所述超声雾化的频率为2MHz，所述超细铜盐液滴的粒径小于3μm，所述超细铜盐液滴中铜盐的浓度为0.6g/mL，每所述二氧化钼和钼纳米复合粉体100g加入20mL超细铜盐液滴；所述含铜混合粉的松装密度小于1.5g/cm³；所述超高速搅拌的转速为30000r/min，时间为220s；

步骤六、将步骤五中得到的含铜混合粉在氢气气氛下进行分段热处理，得到高分散和高孔隙的钼铜纳米复合粉体；所述分段热处理的过程为：先以1℃/min的升温速率加热至650℃后保温1h，然后以1℃/min的升温速率加热至950℃后保温1h，所述氢气气氛中氢气的质量纯度大于99%；所述分段热处理中含铜混合粉的厚度为20mm。

[0038] 经检测，本实施例制备的钼铜纳米复合粉体的松装密度为0.9g/cm³，孔隙率为93%。

[0039] 以上所述，仅是本发明的较佳实施例，并非对本发明作任何限制。凡是根据发明技术实质对以上实施例所作的任何简单修改、变更以及等效变化，均仍属于本发明技术方案的保护范围内。

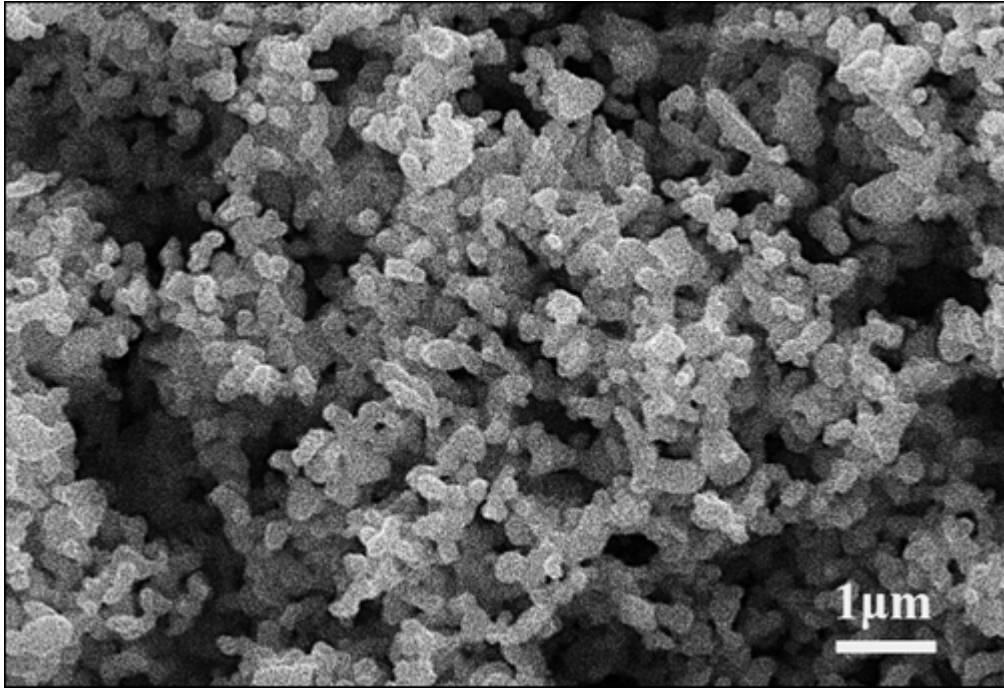


图1

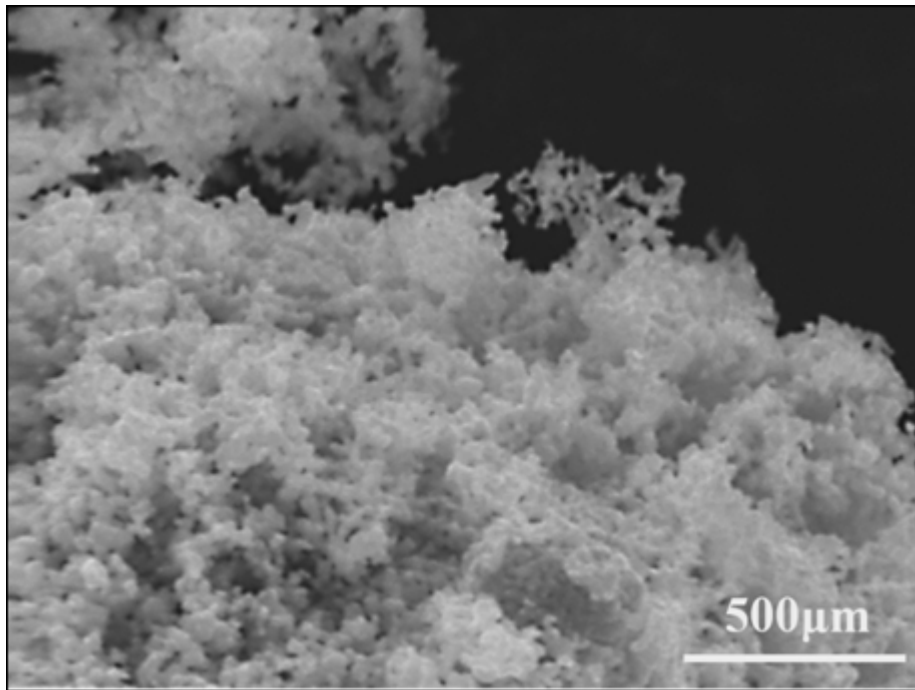


图2

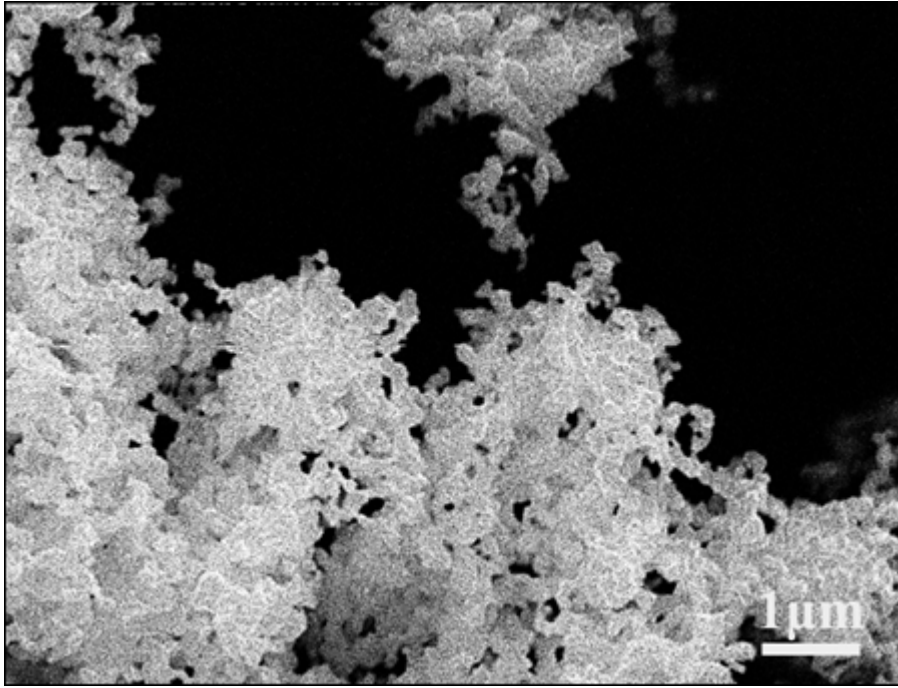


图3

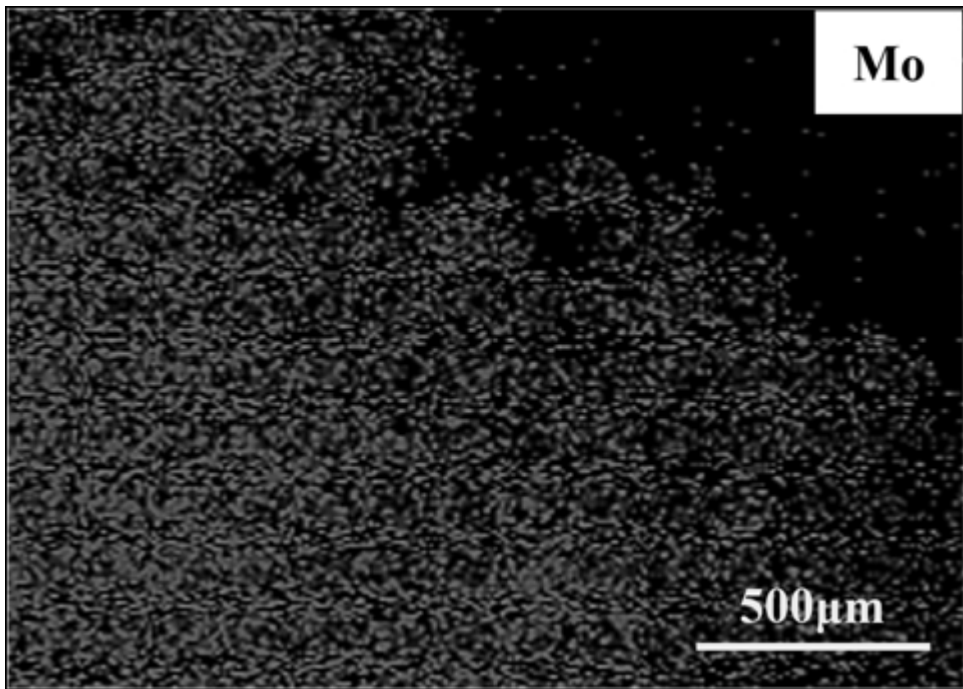


图4

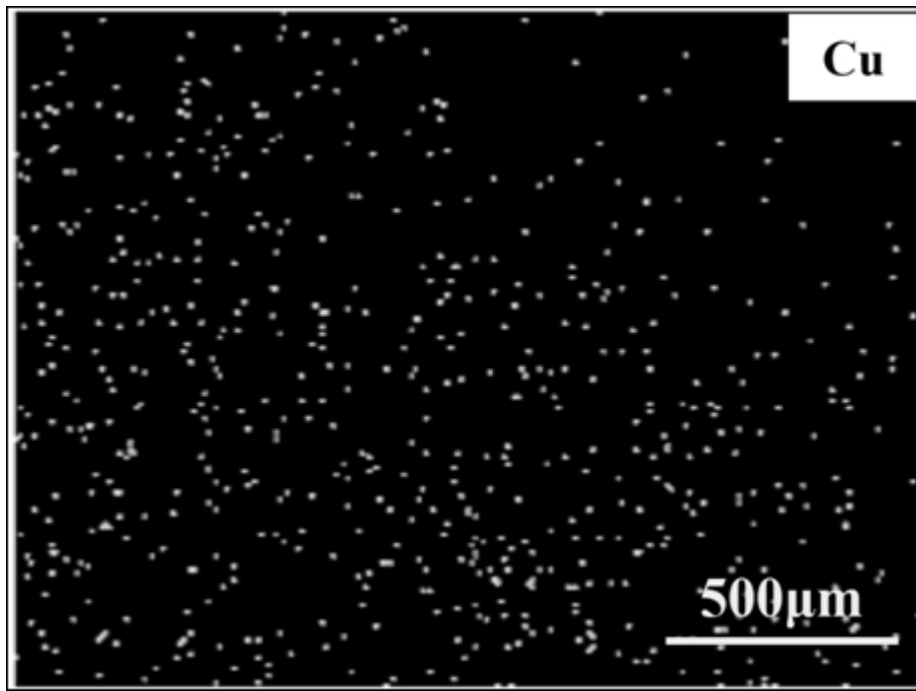


图5