



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102531553 A

(43) 申请公布日 2012. 07. 04

(21) 申请号 201210002466. 6

(22) 申请日 2012. 01. 05

(71) 申请人 西北工业大学

地址 710072 陕西省西安市友谊西路 127 号

(72) 发明人 苏海军 张军 于建政 郭伟

马菱薇 张冰 于瑞龙 刘林

傅恒志

(74) 专利代理机构 西北工业大学专利中心

61204

代理人 慕安荣

(51) Int. Cl.

C04B 35/10 (2006. 01)

C04B 35/622 (2006. 01)

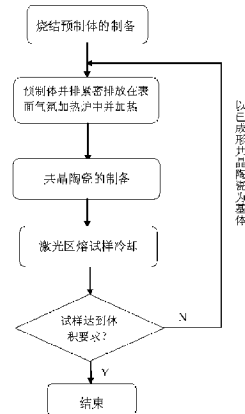
权利要求书 1 页 说明书 7 页 附图 2 页

(54) 发明名称

一种制备氧化铝基共晶陶瓷的方法

(57) 摘要

一种制备氧化铝基共晶陶瓷的方法,以激光快速成形表面气氛加热炉作为保温装置,通过对保温炉对保温温度的调节,影响激光区熔制备氧化物共晶陶瓷的工艺参数。当高能量激光辐照到成形材料上表面时,下表面在加热炉的作用下同时升高到较高温度,上下表面温差大幅减小,从而保证基材不会激热开裂,同时又可以保证熔体在冷却的过程中不会因激冷产生裂纹和缺陷,极大的提高了材料成形的质量和性能,并使得激光快速成形技术制备脆性材料成为可能,根据不同材料,可通过调整保温温度,实现不同的冷却速率和温度梯度。本发明有效降低了成形材料与周围环境的温差和材料内部的热应力,提高了材料成形的质量和性能,并使得激光快速成形技术制备脆性材料成为可能。



1. 一种制备氧化铝基共晶陶瓷的方法,其特征在于,包括以下步骤:

步骤 1, 烧结预制体的制备;

步骤 2, 表面气氛加热炉加热烧结预制体;将得到的部分烧结预制体并排紧密铺放在表面气氛加热炉的加热板上;向表面气氛加热炉内通入保护气体 N_2 气; N_2 气流量 100 ~ 150ml/min;对加热板加热,进而通过加热板对烧结预制体加热至 1200℃;加热中,600℃以下以导通比为 20%的速度加热,600℃以上以导通比为 40%的速度加热;加热中持续保温,使试样温度与加热板温度一致;加热中持续通入 N_2 气;得到加热后的共晶陶瓷基底;

步骤 3, 成形共晶陶瓷;采用激光区熔方法成形共晶陶瓷的过程,其具体过程是:使激光器位于铺放在表面气氛加热炉加热板上的烧结预制体的起点处,启动激光器,将激光打入表面气氛加热炉内,对加热后的烧结预制体进行水平逐行扫描;当激光器完成第一行扫描后,沿铺放在加热板上的烧结预制体表面宽度平移,进行第二行的水平扫描,得到在烧结预制体表面形成的第二道共晶陶瓷;以此类推,激光器逐渐向烧结预制体的宽度方向推进,直至整个烧结预制体表面形成第一层共晶陶瓷;当第一层共晶陶瓷的成形完成后,将剩余的部分烧结预制体并排紧密铺放在第一层共晶陶瓷的表面;激光器回到起点,按成形第一层共晶陶瓷的方法,在得到的第一层共晶陶瓷表面继续成形第二层共晶陶瓷;当第二层共晶陶瓷的成形完成后,继续将剩余的烧结预制体并排紧密铺放在第二层共晶陶瓷的表面;激光器回到起点,按成形第一层共晶陶瓷的方法,在得到的第二层共晶陶瓷表面继续成形第三层共晶陶瓷;重复上述激光区熔成形共晶陶瓷的过程,得到所需的共晶陶瓷;成形共晶陶瓷中,激光功率为 200 ~ 600W,激光扫描速度 0.2 ~ 6mm/min,激光光斑直径为 8 ~ 12mm,激光器沿共晶陶瓷基底宽度平移后相邻两行中心线的间距为 7 ~ 10mm;在激光区熔过程中,表面气氛加热炉对试样持续加热,使试样的温度保持在 1200℃,并通入 N_2 气;

步骤 4, 共晶体陶瓷冷却,当得到所需体积的共晶陶瓷后,关闭激光;表面气氛加热炉以 10 ~ 20℃/min 的降温速度冷却至 800℃后,得到的共晶陶瓷随炉冷却至室温,获得共晶自生复合陶瓷体。

一种制备氧化铝基共晶陶瓷的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及高性能材料激光快速成形制备领域,具体是一种利用激光快速成形表面气氛加热炉装置实现高熔点、高致密度、低热应力共晶陶瓷材料的制备技术。

背景技术

[0002] 氧化物共晶自生陶瓷具有优异的高温强度、热稳定性、抗蠕变特性及高温抗氧化性,是近年来发展的有望在 1650℃ 以上恶劣环境下长期使用的超高温结构材料。然而,迄今为止氧化物陶瓷材料的主要制备技术仍是粉末烧结法。由于粉末烧结陶瓷材料均为多晶组织,通常无法得到单晶组成相,陶瓷颗粒、基体和其他组成相(如增强相或增韧相)以及各组成相之间均存在着大量的弱连接界面,显微组织的均匀性和稳定性以及材料的孔隙率均难以消除,导致陶瓷材料高温力学性能锐减,极大的限制了陶瓷材料在超高温条件下的应用。利用激光快速成型这种新型成型技术可获得性能较好的氧化物共晶陶瓷,但该方法在激光快速成型的过程中产生巨大的热应力,导致试样容易开裂,共晶陶瓷属于脆性材料,更易开裂,因此激光悬浮区熔成型共晶陶瓷是比较困难的,仅限于制备较小尺寸的样品。

[0003] 辽宁工程技术大学李刚等人在专利号为 CN201010267573.2 的专利中提出了一种激光燃烧合成原位自生陶瓷颗粒增强铁铝基复合材料的方法,属于材料技术领域,按以下步骤进行:将钨矿石粉、铁粉、铝粉和碳粉置于球磨机中球磨获得混合粉料;将混合粉料压制成压坯,采用 CO₂ 激光加工机发射高能激光束点燃压坯表面,引发压坯自蔓延烧结,生成原位自生陶瓷颗粒增强铁铝基复合材料。激光输出功率为 550 ~ 650W,激光点燃时间为 10 ~ 25s。本发明的方法在一种基体上同时生成两种陶瓷颗粒增强相,缩短了复合材料的制备工艺流程、降低了材料制备成本,但并不能实现激光陶瓷的制备。

[0004] 激光具有非常高的能量密度,能够快速熔化非常高熔点的材料,用于定向凝固时固液界面温度梯度可达 $10^3 \sim 10^4$ K/cm 数量级,远高于常规技术的 $10^1 \sim 10^2$ K/cm 数量级。激光快速成形技术是一种利用高能激光束对金属或非金属材料进行激光表面熔化与无界面快速热传导自淬火激冷快速定向凝固,不仅可以直接获得具有快速凝固组织特征和特殊物理化学及力学性能的表层材料外,而且可以实现高性能复杂结构零件的无模具、快速、全致密近净成形,具有熔炼温度高、温度梯度高、凝固速率控制精度高、材料和环境适应性广泛、无污染等特点,已受到国内外众多学者的高度重视。在公开号为 CN1737197A 的专利申请中,上海交通大学提出了一种激光材料加工技术领域的激光熔覆成形金属零件的裂纹控制办法,该方法在激光熔覆成形时,在工件基体下方引入超声振动,通过超声振动改善熔覆成形组织,减小残余拉应力,减少和消除裂纹。然而,该发明仅可适用于金属零件的激光熔覆成形及修复。因此,急需发展新的可制备高熔点、高致密度、低热应力共晶陶瓷材料的制备技术。

发明内容

[0005] 为克服现有技术中存在的或者不能实现激光制备陶瓷,或者仅适用于金属零件的

激光熔覆成形及修复的不足,本发明提出了一种制备氧化铝基共晶陶瓷的方法。

[0006] 本发明包括以下步骤:

[0007] 步骤 1, 烧结预制体的制备;

[0008] 步骤 2, 表面气氛加热炉加热烧结预制体;将得到的部分烧结预制体并排紧密铺放在表面气氛加热炉的加热板上;向表面气氛加热炉内通入保护气体 N_2 气; N_2 气流量 $100 \sim 150\text{ml}/\text{min}$;对加热板加热,进而通过加热板对烧结预制体加热至 1200°C ;加热中, 600°C 以下以导通比为 20% 的速度加热, 600°C 以上以导通比为 40% 的速度加热;加热中持续保温,使试样温度与加热板温度一致;加热中持续通入 N_2 气;得到加热后的共晶陶瓷基底;

[0009] 步骤 3, 成形共晶陶瓷;采用激光区熔方法成形共晶陶瓷的过程,其具体过程是:使激光器位于铺放在表面气氛加热炉加热板上的烧结预制体的起点处,启动激光器,将激光打入表面气氛加热炉内,对加热后的烧结预制体进行水平逐行扫描;当激光器完成第一行扫描后,沿铺放在加热板上的烧结预制体表面宽度平移,进行第二行的水平扫描,得到在烧结预制体表面形成的第二道共晶陶瓷;以此类推,激光器逐渐向烧结预制体的宽度方向推进,直至整个烧结预制体表面形成第一层共晶陶瓷;当第一层共晶陶瓷的成形完成后,将剩余的部分烧结预制体并排紧密铺放在第一层共晶陶瓷的表面;激光器回到起点,按成形第一层共晶陶瓷的方法,在得到的第一层共晶陶瓷表面继续成形第二层共晶陶瓷;当第二层共晶陶瓷的成形完成后,继续将剩余的烧结预制体并排紧密铺放在第二层共晶陶瓷的表面;激光器回到起点,按成形第一层共晶陶瓷的方法,在得到的第二层共晶陶瓷表面继续成形第三层共晶陶瓷;重复上述激光区熔成形共晶陶瓷的过程,得到所需的共晶陶瓷;成形共晶陶瓷中,激光功率为 $200 \sim 600\text{W}$,激光扫描速度 $0.2 \sim 6\text{mm}/\text{min}$,激光光斑直径为 $8 \sim 12\text{mm}$,激光器沿共晶陶瓷基底宽度平移后相邻两行中心线的间距为 $7 \sim 10\text{mm}$;在激光区熔过程中,表面气氛加热炉对试样持续加热,使试样的温度保持在 1200°C ,并通入 N_2 气;

[0010] 步骤 4, 共晶陶瓷冷却,当得到所需体积的共晶陶瓷后,关闭激光;表面气氛加热炉以 $10 \sim 20^\circ\text{C}/\text{min}$ 的降温速度冷却至 800°C 后,得到的共晶陶瓷随炉冷却至室温,获得共晶自生复合陶瓷体。

[0011] 本发明针对目前激光快速成形高性能氧化物共晶陶瓷材料过程中材料内部易产生裂纹和气孔或者材料开裂的不足,减小材料内部热应力和缺陷,提高成形样品的质量和性能,并实现共晶陶瓷的制备,提出了一种利用激光快速成形表面气氛加热炉制备致密氧化物共晶陶瓷的方法,尤其是辅助激光水平区熔法制备 Al_2O_3 基共晶陶瓷的方法。该制备方法利用表面气氛加热炉装置与激光快速成形技术相结合,可以快速熔化高熔点材料,实现高的温度梯度 ($> 3000\text{K}/\text{cm}$),而且可以保证材料激光成形过程中降低热应力并完全消除裂纹。此外,在加热和成形过程中,同时充入高纯惰性气体,使得炉体中的空气完全逸出,消除了成形材料内部的气孔,可以获得稳定的晶体生长,从而便于凝固理论研究。

[0012] 本发明以激光快速成形表面气氛加热炉作为保温装置,通过对保温炉对保温温度的调节,影响激光区熔制备氧化物共晶陶瓷的工艺参数,保温炉的工作原理为:炉体外接电控柜,炉体底部安装碳化硅发热体,在发热体上部安装再结晶碳化硅板,电控柜控制碳化硅发热体使得再结晶碳化硅板加热至预定温度,从而使放在再结晶碳化硅板表面上的试样也达到相同温度,由热电偶对再结晶碳化硅板表面温度进行检测,并通过进气管向炉内通入

保护气体。当试样温度升高到预定值后,即可开通激光器对试样进行快速成型。

[0013] 激光快速凝固过程高的冷却速率通常致使材料在成形过程中产生大的热应力,特别是制备成形时,产品内部产生大量的裂纹甚至开裂,同时在高的冷却速度下,材料内部非平衡相及亚稳相体积分数增加,气孔同时形成,导致高温下材料组织不稳定和力学性能锐减,严重影响了激光快速成形技术在陶瓷材料上的应用,激光快速成形表面气氛加热炉通过对保温温度的调节,有效降低了成形材料与周围环境的温差和材料内部的热应力。针对 Al_2O_3 基共晶陶瓷,保温温度一般控制在 1200°C 。另外,根据不同材料,可通过调整保温温度,实现不同的冷却速率和温度梯度。

[0014] 激光扫描速度对共晶陶瓷微观组织有重要影响,提高激光扫描速度可以减小共晶层片间距,从而显著提高共晶陶瓷材料的力学性能,但是扫描速度过快导致熔池深度不够,不利于制备陶瓷。激光扫描速度设定为 $0.2 \sim 6\text{mm}/\text{min}$ 。

[0015] 根据预制体陶瓷板的尺寸,设定激光光斑的大小,以 Al_2O_3 与 Y_2O_3 粉末为例设定光斑为 $8 \sim 12\text{mm}$ 。

[0016] 本发明通过重复堆积、多次熔覆的方法,使预制体陶瓷薄板相互融合,从而实现共晶陶瓷的制备。本发明用作原材料的共晶成分的粉体可选自 Al_2O_3 与 Y_2O_3 二元共晶, Al_2O_3 与 ZrO_2 二元共晶, Al_2O_3 与 Gd_2O_3 二元共晶, Al_2O_3 与 Er_2O_3 二元共晶, Al_2O_3 与 Y_2O_3 、 Gd_2O_3 、 Er_2O_3 及 ZrO_2 三元共晶。

[0017] 激光快速成形表面气氛加热炉通过对韧性较差,热应力大的材料进行高温保温处理,其最大温度达 1300°C ,本发明有效降低了成形材料与周围环境的温差和材料内部的热应力。当高能量激光辐照到成形材料上表面时,下表面在加热炉的作用下同时升高到较高温度,上下表面温差大幅减小,甚至接近,从而保证基材不会激热开裂,同时又可以保证熔体在冷却的过程中不会因激冷产生裂纹和缺陷,极大的提高了材料成形的质量和性能,并使得激光快速成形技术制备脆性材料成为可能,根据不同材料,可通过调整保温温度,实现不同的冷却速率和温度梯度。由于裂纹消失和热应力减少,熔体生长更趋稳定,有利于开展激光快速凝固理论的研究。

[0018] 本发明在加热的同时从两路向炉内通入惰性保护气体,使得炉内的水汽和空气可以充分的排出,消除熔体快速凝固时内部产生的气孔,提高材料的致密性,附图1表明 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Y}_2\text{O}_3$ 共晶陶瓷宏观烧结后,熔凝后的共晶陶瓷表面光洁,无裂纹,呈乳白色。经测量,熔凝层的厚度为 8.2mm ,长度为 65mm 。通过阿基米德定律测定试样密度,达到理论密度的 99.8% 。通过金相分析,陶瓷材料内部致密,熔凝层的横截面与纵截面平整并无裂纹和孔洞。对于易氧化和易挥发的材料,并能够防止材料激光成形过程中氧化和成分发生变化。附图2表明 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Y}_2\text{O}_3$ 共晶陶瓷微观组织的扫描电镜照片,试样呈现出典型的陶瓷共晶微观组织,未有晶界和其他杂质相,黑色为 Al_2O_3 相,灰色为YAG相, Al_2O_3 、YAG两相彼此贯穿,两相组织均匀,属于非规则共晶结构。

附图说明

[0019] 附图1是 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Y}_2\text{O}_3$ 共晶陶瓷宏观烧结照片。

[0020] 附图2是 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Y}_2\text{O}_3$ 共晶陶瓷微观扫描电镜照片。

[0021] 附图3是本发明的流程图。

具体实施方式

[0022] 实施例一

[0023] 本实施例是一种制备氧化铝基共晶陶瓷的方法。本实施例采用激光表面气氛加热炉制备共晶陶瓷,其具体过程包括以下步骤:

[0024] 步骤 1, 烧结预制体的制备。以高纯 Al_2O_3 、 Y_2O_3 粉末为原料,按照共晶摩尔百分比 $\text{Al}_2\text{O}_3 : \text{Y}_2\text{O}_3 = 81 : 19$ 的比例称量原料,在称量好的原料中加入 PVA 粘结剂;所加入的 PVA 粘结剂为原料总量的 10%。将上述配置好的原料置于 PMQW 型全方位行星式球磨机内混合 4h。球磨机转速为 100r/min。将粉末混合均匀后得到配制好共晶陶瓷粉末。将共晶陶瓷粉末置于模具中,通过压力机压制得多块厚度为 1 ~ 2mm 条状的试样。压制压力为 25MPa。将得到的试样置于烧结炉内烧结 2 小时,烧结温度为 1500℃,以增加试样强度,从而获得烧结预制体。

[0025] 步骤 2, 表面气氛加热炉加热烧结预制体。将得到的部分烧结预制体并排紧密铺放在表面气氛加热炉的加热板上,并用保温棉盖住表面气氛加热炉上的激光打入孔以保温。打开气流计阀门向表面气氛加热炉内通入保护气体 N_2 气; N_2 气流量 100 ~ 150ml/min。通过硅碳棒对加热板加热,进而通过加热板对烧结预制体加热至 1200℃。加热中,600℃ 以下以导通比为 20% 的速度加热,600℃ 以上以导通比为 40% 的速度加热。加热中持续保温,使试样温度与加热板温度一致。加热中持续通入 N_2 气。得到加热后的共晶陶瓷基底。加热中通过调节温控器设定加热功率和加热温度。

[0026] 步骤 3, 成形共晶陶瓷。采用激光区熔方法成形共晶陶瓷的过程,其具体过程是:

[0027] 使激光器位于铺放在表面气氛加热炉加热板上的烧结预制体的起点处,并打开遮盖在表面气氛加热炉激光打入孔上的保温棉,启动激光器,将激光打入表面气氛加热炉内,对加热后的烧结预制体进行水平逐行扫描,以对烧结预制体表面区熔。当激光器完成第一行扫描后,沿铺放在加热板上的烧结预制体表面宽度平移,进行第二行的水平扫描,得到在烧结预制体表面形成的第二道共晶陶瓷。以此类推,激光器逐渐向烧结预制体的宽度方向推进,直至整个烧结预制体表面形成第一层共晶陶瓷。当第一层共晶陶瓷的成形完成后,将剩余的部分烧结预制体并排紧密铺放在第一层共晶陶瓷的表面。激光器回到起点,按成形第一层共晶陶瓷的方法,在得到的第一层共晶陶瓷表面继续成形第二层共晶陶瓷。当第二层共晶陶瓷的成形完成后,继续将剩余的烧结预制体并排紧密铺放在第二层共晶陶瓷的表面。激光器回到起点,按成形第一层共晶陶瓷的方法,在得到的第二层共晶陶瓷表面继续成形第三层共晶陶瓷。重复上述激光区熔成形共晶陶瓷的过程,得到所需的共晶陶瓷。上述成形共晶陶瓷激光功率为 500W,激光扫描速度 6mm/min,激光光斑直径为 12mm,激光器沿共晶陶瓷基底宽度平移后相邻两行中心线的间距为 10mm。本实施例中,共晶陶瓷基底宽度为 50mm,激光扫描道次为 5 道。在激光区熔过程中,表面气氛加热炉对试样持续加热,使试样的温度保持在 1200℃,并通入 N_2 气。

[0028] 步骤 4, 共晶陶瓷冷却,当得到所需体积的共晶陶瓷后,关闭激光。表面气氛加热炉以 10℃ /min 的降温速度冷却至 800℃ 后,得到的共晶陶瓷随炉冷却至室温,从而获得表面无裂纹、内部致密的共晶自生复合陶瓷体。

[0029] 实施例二

[0030] 本实施例是一种制备氧化铝基共晶陶瓷的方法。本实施例采用激光表面气氛加热炉制备 /YSZ 共晶陶瓷,其具体过程包括以下步骤:

[0031] 步骤 1, 烧结预制体的制备。以高纯 Al_2O_3 、 Y_2O_3 、 ZrO_2 粉末为原料,按照共晶摩尔百分比 $\text{Al}_2\text{O}_3 : \text{Y}_2\text{O}_3 : \text{ZrO}_2 = 65.8 : 15.6 : 18.6$ 的比例称量原料,在称量好的原料中加入 PVA 粘结剂;所加入的 PVA 粘结剂为原料总量的 10%。将上述配置好的原料置于 PMQW 型全方位行星式球磨机内混合 4h。球磨机转速为 100r/min。将粉末混合均匀后得到配制好 /YSZ 共晶陶瓷粉末。将 /YSZ 共晶陶瓷粉末置于模具中,通过压力机压制成多块厚度为 1 ~ 2mm 条状的试样。压制压力为 25MPa。将得到的试样置于烧结炉内烧结 4 小时,烧结温度为 1500℃,以增加试样强度,从而获得烧结预制体。

[0032] 步骤 2, 表面气氛加热炉加热烧结预制体。将得到的部分烧结预制体并排紧密铺放在表面气氛加热炉的加热板上,并用保温棉盖住表面气氛加热炉上的激光打入孔以保温。打开气流计阀门向表面气氛加热炉内通入保护气体 N_2 气; N_2 气流量 100 ~ 150ml/min。通过硅碳棒对加热板加热,进而通过加热板对烧结预制体加热至 1200℃。加热中,600℃ 以下以导通比为 20% 的速度加热,600℃ 以上以导通比为 40% 的速度加热。加热中持续保温,使试样温度与加热板温度一致。加热中持续通入 N_2 气。得到加热后的 /YSZ 共晶陶瓷基底。加热中通过调节温控器设定加热功率和加热温度。

[0033] 步骤 3, 成形共晶陶瓷。采用激光区熔方法成形共晶陶瓷的过程,其具体过程是:

[0034] 使激光器位于铺放在表面气氛加热炉加热板上的烧结预制体的起点处,并打开遮盖在表面气氛加热炉激光打入孔上的保温棉,启动激光器,将激光打入表面气氛加热炉内,对加热后的烧结预制体进行水平逐行扫描,以对烧结预制体表面区熔。当激光器完成第一行扫描后,沿铺放在加热板上的烧结预制体表面宽度平移,进行第二行的水平扫描,得到在烧结预制体表面形成的第二道共晶陶瓷。以此类推,激光器逐渐向烧结预制体的宽度方向推进,直至整个烧结预制体表面形成第一层共晶陶瓷。当第一层共晶陶瓷的成形完成后,将剩余的部分烧结预制体并排紧密铺放在第一层共晶陶瓷的表面。激光器回到起点,按成形第一层共晶陶瓷的方法,在得到的第一层共晶陶瓷表面继续成形第二层共晶陶瓷。当第二层共晶陶瓷的成形完成后,继续将剩余的烧结预制体并排紧密铺放在第二层共晶陶瓷的表面。激光器回到起点,按成形第一层共晶陶瓷的方法,在得到的第二层共晶陶瓷表面继续成形第三层共晶陶瓷。重复上述激光区熔成形共晶陶瓷的过程,得到所需的共晶陶瓷。上述成形共晶陶瓷激光功率为 600W,激光扫描速度 1.2mm/min,激光光斑直径为 10mm,激光器沿 /YSZ 共晶陶瓷基底宽度平移后相邻两行中心线的间距为 8mm。本实施例中,/YSZ 共晶陶瓷基底宽度为 50mm,激光扫描道次为 7 道。在激光区熔过程中,表面气氛加热炉对试样持续加热,使试样的温度保持在 1200℃,并通入 N_2 气。

[0035] 步骤 4, 共晶体陶瓷冷却,当得到所需体积的共晶陶瓷后,关闭激光。表面气氛加热炉以 20℃ /min 的降温速度冷却至 800℃ 后,得到的共晶陶瓷随炉冷却至室温,从而获得表面无裂纹、内部致密的 /YSZ 共晶自生复合陶瓷体。

[0036] 实施例三

[0037] 本实施例是一种制备氧化铝基共晶陶瓷的方法。本实施例采用激光表面气氛加热炉制备 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GdAlO}_3$ (GAP) 共晶陶瓷,其具体过程包括以下步骤:

[0038] 步骤 1, 烧结预制体的制备。以高纯 Al_2O_3 、 Gd_2O_3 粉末为原料,按照共晶摩尔百分

比 $\text{Al}_2\text{O}_3 : \text{Gd}_2\text{O}_3 = 77 : 23$ 的比例称量原料,在称量好的原料中加入 PVA 粘结剂;所加入的 PVA 粘结剂为原料总量的 10%。将上述配置好的原料置于 PMQW 型全方位行星式球磨机内混合 4h。球磨机转速为 100r/min。将粉末混合均匀后得到配制好 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GAP}$ 共晶陶瓷粉末。将 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GAP}$ 共晶陶瓷粉末置于模具中,通过压力机压制得多块厚度为 1 ~ 2mm 条状的试样。压制压力为 25MPa。将得到的试样置于烧结炉内烧结 4 小时,烧结温度为 1500℃,以增加试样强度,从而获得烧结预制体。

[0039] 步骤 2,表面气氛加热炉加热烧结预制体。将得到的部分烧结预制体并排紧密铺放在表面气氛加热炉的加热板上,并用保温棉盖住表面气氛加热炉上的激光打入孔以保温。打开气流计阀门向表面气氛加热炉内通入保护气体 N_2 气; N_2 气流量 100 ~ 150ml/min。通过硅碳棒对加热板加热,进而通过加热板对烧结预制体加热至 1200℃。加热中,600℃ 以下以导通比为 20% 的速度加热,600℃ 以上以导通比为 40% 的速度加热。加热中持续保温,使试样温度与加热板温度一致。加热中持续通入 N_2 气。得到加热后的 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GAP}$ 共晶陶瓷基底。加热中通过调节温控器设定加热功率和加热温度。

[0040] 步骤 3,成形共晶陶瓷。采用激光区熔方法成形共晶陶瓷的过程,其具体过程是:

[0041] 使激光器位于铺放在表面气氛加热炉加热板上的烧结预制体的起点处,并打开遮盖在表面气氛加热炉激光打入孔上的保温棉,启动激光器,将激光打入表面气氛加热炉内,对加热后的烧结预制体进行水平逐行扫描,以对烧结预制体表面区熔。当激光器完成第一行扫描后,沿铺放在加热板上的烧结预制体表面宽度平移,进行第二行的水平扫描,得到在烧结预制体表面形成的第二道共晶陶瓷。以此类推,激光器逐渐向烧结预制体的宽度方向推进,直至整个烧结预制体表面形成第一层共晶陶瓷。当第一层共晶陶瓷的成形完成后,将剩余的部分烧结预制体并排紧密铺放在第一层共晶陶瓷的表面。激光器回到起点,按成形第一层共晶陶瓷的方法,在得到的第一层共晶陶瓷表面继续成形第二层共晶陶瓷。当第二层共晶陶瓷的成形完成后,继续将剩余的烧结预制体并排紧密铺放在第二层共晶陶瓷的表面。激光器回到起点,按成形第一层共晶陶瓷的方法,在得到的第二层共晶陶瓷表面继续成形第三层共晶陶瓷。重复上述激光区熔成形共晶陶瓷的过程,得到所需的共晶陶瓷。上述成形共晶陶瓷激光功率为 200W,激光扫描速度 0.2mm/min,激光光斑直径为 10mm,激光器沿 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GAP}$ 共晶陶瓷基底宽度平移后相邻两行中心线的间距为 8mm。本实施例中, $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GAP}$ 共晶陶瓷基底宽度为 50mm,激光扫描道次为 7 道。在激光区熔过程中,表面气氛加热炉对试样持续加热,使试样的温度保持在 1200℃,并通入 N_2 气。

[0042] 步骤 4,共晶陶瓷冷却,当得到所需体积的共晶陶瓷后,关闭激光。表面气氛加热炉以 20℃ /min 的降温速度冷却至 800℃ 后,得到的共晶陶瓷随炉冷却至室温,从而获得表面无裂纹、内部致密的 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GAP}$ 共晶自生复合陶瓷体。

[0043] 实施例四

[0044] 本实施例是一种制备氧化铝基共晶陶瓷的方法。本实施例采用激光表面气氛加热炉制备 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ (EAG) 共晶陶瓷,其具体过程包括以下步骤:

[0045] 步骤 1,烧结预制体的制备。以高纯 Al_2O_3 、 Er_2O_3 粉末为原料,按照共晶摩尔百分比 $\text{Al}_2\text{O}_3 : \text{Er}_2\text{O}_3 = 81 : 19$ 的比例称量原料,在称量好的原料中加入 PVA 粘结剂;所加入的 PVA 粘结剂为原料总量的 10%。将上述配置好的原料置于 PMQW 型全方位行星式球磨机内混合 4h。球磨机转速为 100r/min。将粉末混合均匀后得到配制好 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{EAG}$ 共晶陶瓷粉

末。将 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{EAG}$ 共晶陶瓷粉末置于模具中,通过压力机压制多块厚度为 1 ~ 2mm 条状的试样。压制压力为 25MPa。将得到的试样置于烧结炉内烧结 4 小时,烧结温度为 1200℃,以增加试样强度,从而获得烧结预制体。

[0046] 步骤 2,表面气氛加热炉加热烧结预制体。将得到的部分烧结预制体并排紧密铺放在表面气氛加热炉的加热板上,并用保温棉盖住表面气氛加热炉上的激光打入孔以保温。打开气流计阀门向表面气氛加热炉内通入保护气体 N_2 气; N_2 气流量 100 ~ 150ml/min。通过硅碳棒对加热板加热,进而通过加热板对烧结预制体加热至 1200℃。加热中,600℃ 以下以导通比为 20% 的速度加热,600℃ 以上以导通比为 40% 的速度加热。加热中持续保温,使试样温度与加热板温度一致。加热中持续通入 N_2 气。得到加热后的 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{EAG}$ 共晶陶瓷基底。加热中通过调节温控器设定加热功率和加热温度。

[0047] 步骤 3,成形共晶陶瓷。采用激光区熔方法成形共晶陶瓷的过程,其具体过程是:

[0048] 使激光器位于铺放在表面气氛加热炉加热板上的烧结预制体的起点处,并打开遮盖在表面气氛加热炉激光打入孔上的保温棉,启动激光器,将激光打入表面气氛加热炉内,对加热后的烧结预制体进行水平逐行扫描,以对烧结预制体表面区熔。当激光器完成第一行扫描后,沿铺放在加热板上的烧结预制体表面宽度平移,进行第二行的水平扫描,得到在烧结预制体表面形成的第二道共晶陶瓷。以此类推,激光器逐渐向烧结预制体的宽度方向推进,直至整个烧结预制体表面形成第一层共晶陶瓷。当第一层共晶陶瓷的成形完成后,将剩余的部分烧结预制体并排紧密铺放在第一层共晶陶瓷的表面。激光器回到起点,按成形第一层共晶陶瓷的方法,在得到的第一层共晶陶瓷表面继续成形第二层共晶陶瓷。当第二层共晶陶瓷的成形完成后,继续将剩余的烧结预制体并排紧密铺放在第二层共晶陶瓷的表面。激光器回到起点,按成形第一层共晶陶瓷的方法,在得到的第二层共晶陶瓷表面继续成形第三层共晶陶瓷。重复上述激光区熔成形共晶陶瓷的过程,得到所需的共晶陶瓷。上述成形共晶陶瓷激光功率为 450W,激光扫描速度 2.4mm/min,激光光斑直径为 8mm,激光器沿 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{EAG}$ 共晶陶瓷基底宽度平移后相邻两行中心线的间距为 7mm。本实施例中, $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{EAG}$ 共晶陶瓷基底宽度为 50mm,激光扫描道次为 8 道。在激光区熔过程中,表面气氛加热炉对试样持续加热,使试样的温度保持在 1200℃,并通入 N_2 气。

[0049] 步骤 4,共晶陶瓷冷却,当得到所需体积的共晶陶瓷后,关闭激光。表面气氛加热炉以 15℃ /min 的降温速度冷却至 800℃ 后,得到的共晶陶瓷随炉冷却至室温,从而获得表面无裂纹、内部致密的 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{EAG}$ 共晶自生复合陶瓷体。

[0050] 上述实施例所使用的表面气氛加热炉装置中,加热板位于炉体内,并置于试样垫板和硅碳棒发热体之间。热电偶插入加热板内。发热体位于加热炉炉腔内底部,并与炉体外的温控器连接。2 根进气管的一端与试样的上表面之间有 3 ~ 5mm 的间距,另一端分别与气源连接。炉体的一侧有活动炉盖。在炉盖的中心有激光打入孔。

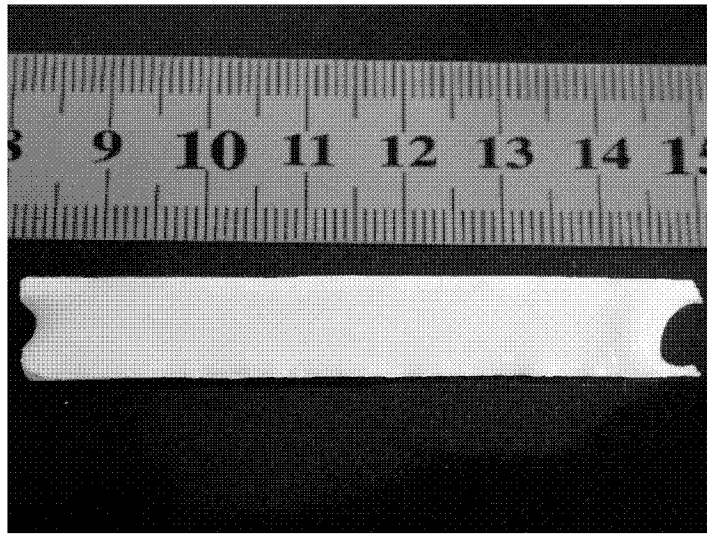


图 1

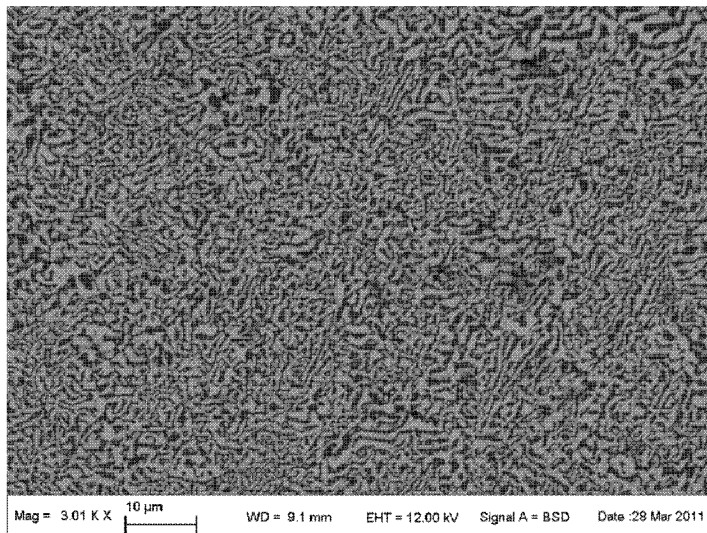


图 2

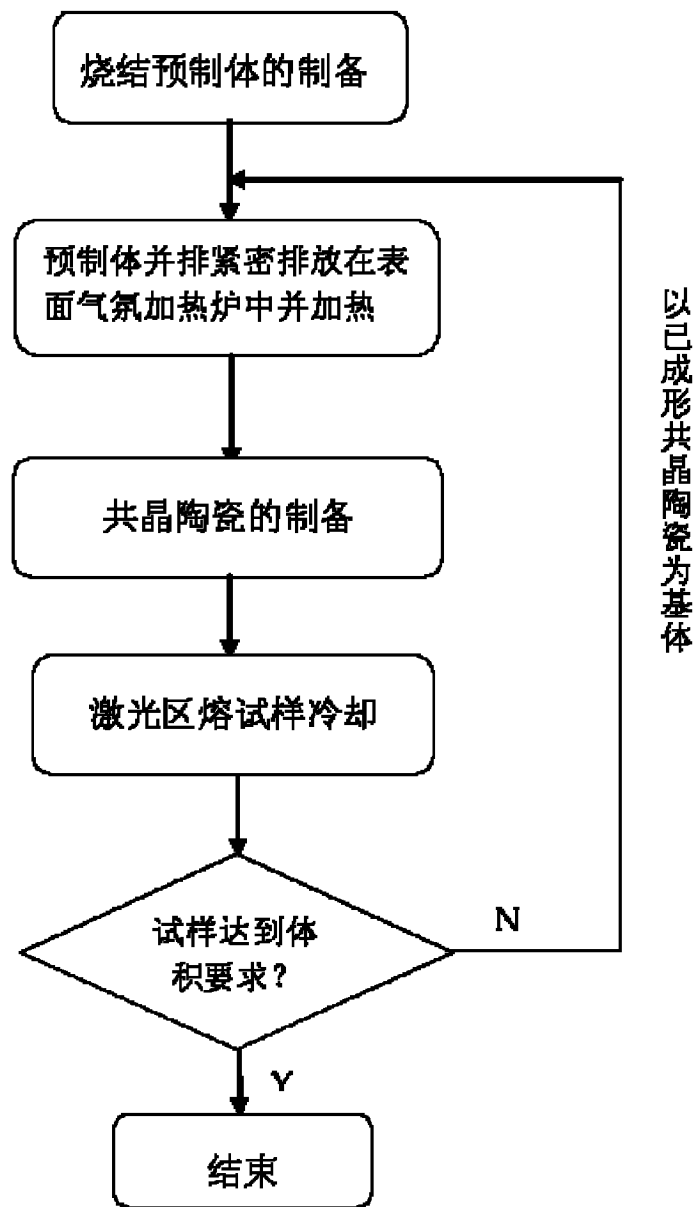


图 3