



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 110625112 B

(45) 授权公告日 2020.11.03

(21) 申请号 201911024862.7

B22F 9/08 (2006.01)

(22) 申请日 2019.10.25

B33Y 70/10 (2020.01)

B33Y 40/00 (2020.01)

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 110625112 A

(56) 对比文件

(43) 申请公布日 2019.12.31

CN 101696474 A, 2010.04.21

CN 101550506 A, 2009.10.07

(73) 专利权人 西北有色金属研究院

CN 105821232 A, 2016.08.03

地址 710016 陕西省西安市未央路96号

CN 101070570 A, 2007.11.14

(72) 发明人 王利卿 谈萍 汤慧萍 李增峰

CN 109382510 A, 2019.02.26

赵少阳 殷京瓿 沈垒

JP 2002003977 A, 2002.01.09

CN 1386874 A, 2002.12.25

(74) 专利代理机构 西安创知专利事务所 61213

CN 106507829 B, 2012.01.18

代理人 谭文琰

审查员 肖芳辉

(51) Int. Cl.

B22F 1/02 (2006.01)

B22F 1/00 (2006.01)

C22C 14/00 (2006.01)

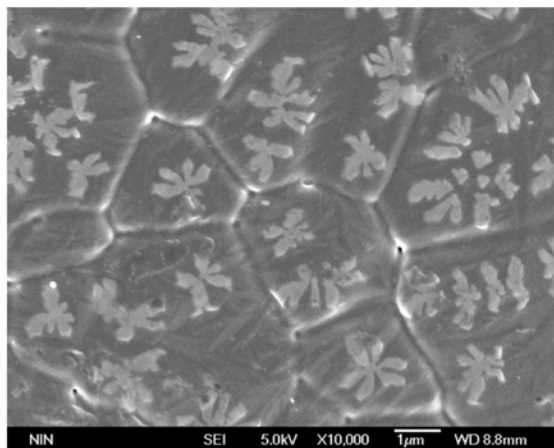
权利要求书2页 说明书10页 附图3页

(54) 发明名称

表面分布稀土氧化物的钛或钛合金球形粉末及其制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种表面分布稀土氧化物的钛或钛合金球形粉末,该粉末表面弥散分布等效直径为100nm~1000nm,厚度为20nm~50nm的片状稀土氧化物,稀土氧化物的形成改变了粉末的表面性质和粉末之间的粘附性,减少了粉末之间的粘接,使卫星粉的数量减少,粉末质量提高,为钛或钛合金3D打印提供了新的原材料选择。另外,本发明还提供了一种该钛或钛合金球形粉末的制备方法,该方法以钛或钛合金和稀土金属钇、钆、钕作为原料,通过控制真空感应熔炼气雾化制粉的工艺参数,减少了稀土金属在未熔化前发生氧化,提高了熔体的流动性,增大了熔炼室与雾化室的压力差,实现了表面分布稀土氧化物的钛或钛合金球形粉末的制备。



1. 表面分布稀土氧化物的钛或钛合金球形粉末,其特征在于,所述钛或钛合金球形粉末表面弥散分布有等效直径为100nm~1000nm,厚度为20nm~50nm的片状稀土氧化物,该钛球形粉末由以下质量百分比的元素组成:稀土金属0.1%~0.5%,O 0.08%~0.15%,余量为Ti及其它杂质元素C、H和N,其它杂质元素C、H和N总量不大于0.1%;该钛合金球形粉末由以下质量百分比的元素组成:稀土金属0.1%~0.5%,O 0.08%~0.15%,余量为Ti、合金化元素、以及其它杂质元素C、H和N,其它杂质元素C、H和N总量不大于0.1%;所述稀土金属为Y、Nd或Gd。

2. 根据权利要求1所述的表面分布稀土氧化物的钛或钛合金球形粉末,其特征在于,所述钛合金球形粉末表面弥散分布有片状 Y_2O_3 ;该钛合金球形粉末由以下质量百分比的元素组成:稀土金属Y 0.32%,O 0.12%,其它杂质元素C、H和N总量不大于0.1%,Al 5.95%,V 4.20%,余量为Ti。

3. 根据权利要求1所述的表面分布稀土氧化物的钛或钛合金球形粉末,其特征在于,所述钛合金球形粉末表面弥散分布有片状 Nd_2O_3 ;该钛合金球形粉末由以下质量百分比的元素组成:稀土金属Nd 0.12%,O 0.08%,其它杂质元素C、H和N总量不大于0.1%,Al 6.20%,V 4.16%,余量为Ti。

4. 根据权利要求1所述的表面分布稀土氧化物的钛或钛合金球形粉末,其特征在于,所述钛合金球形粉末表面弥散分布有片状 Gd_2O_3 ;该钛合金球形粉末由以下质量百分比的元素组成:稀土金属Gd 0.29%,O 0.10%,其它杂质元素C、H和N总量不大于0.1%,Al 5.76%,V 3.84%,余量为Ti。

5. 制备如权利要求1~4中任一权利要求所述表面分布稀土氧化物的钛或钛合金球形粉末的方法,其特征在于,该方法包括以下步骤:

步骤一、将钛或钛合金与稀土金属分别进行清洗处理,然后进行混合处理,得到混合原料;

步骤二、将步骤一中得到的混合原料放入真空感应熔炼气雾化设备熔炼室的熔炼坩埚中,然后在真空条件下进行加热、保温和搅拌处理;

步骤三、待步骤二中所述保温过程开始时将真空感应熔炼气雾化设备的导流管进行预热处理,然后将真空感应熔炼气雾化设备的熔炼室、雾化室和集粉罐分别充入氩气,再进行气雾化制粉过程,在集粉罐中对气雾化制粉得到的粉末进行冷却处理得到雾化粉末;

步骤四、将步骤三中得到的雾化粉末进行筛分处理,得到表面分布稀土氧化物的钛或钛合金球形粉末。

6. 根据权利要求5所述的方法,其特征在于,步骤二中所述熔炼坩埚为水冷铜坩埚,所述真空条件下的真空度不大于 5×10^{-2} Pa,所述加热处理的温度为1700℃~1900℃,所述保温处理的时间为20min~30min,所述搅拌处理通过电磁搅拌进行。

7. 根据权利要求5所述的方法,其特征在于,步骤三中所述导流管的直径为1mm~4mm,所述预热处理的温度为1700℃~1900℃,所述熔炼室充入氩气后的压力为0.08MPa~0.14MPa,雾化室和集粉罐充入氩气后的压力均为0.02MPa~0.08MPa,所述氩气的质量纯度大于99.99%;所述气雾化制粉过程中雾化气体的压力为5MPa~10MPa,所述冷却处理的时间为60min~90min。

8. 根据权利要求5所述的方法,其特征在于,步骤四中所述筛分处理使用振动筛分机,

所述表面分布稀土氧化物的钛或钛合金球形粉末采用真空封装保存。

表面分布稀土氧化物的钛或钛合金球形粉末及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于金属粉末材料技术领域,具体涉及一种表面分布稀土氧化物的钛或钛合金球形粉末及其制备方法。

背景技术

[0002] 钛或钛合金3D打印在航空航天、生物医疗以及汽车等领域具有非常广阔的应用前景。目前,主流的两类钛或钛合金3D打印技术为:送粉法和铺粉法,两类方法均以流动性良好的球形钛或钛合金球形粉末为原料,粉末原材料的性能在很大程度上影响着钛或钛合金3D打印器件的性能。气雾化制备的球形钛或钛合金球形粉末在3D打印领域是使用最多的,但是,气雾化制备的钛或钛合金球形粉末有大量的卫星粉存在,卫星粉的存在可降低粉末流动性,不利于粉末的铺展和输送,进而对3D打印件层间结合也会产生不利影响。国内外的研究人员普遍认为卫星粉是由小尺寸颗粒与大尺寸颗粒碰撞、粘附形成的,在雾化过程中,金属液流被高速气体冲击、破碎形成了不同尺寸的金属液滴,在气流流场作用下,小尺寸液滴的飞行速度显著高于大尺寸液滴,高速飞行过程中,小尺寸液滴迅速凝固成为固体颗粒,而大尺寸液滴保持液态或者半固态,同时,颗粒或液滴之间很容易发生碰撞、粘附进而形成卫星粉。目前,粉末性能改进的研究仍主要集中在装备与工艺方面。而基于微合金化改善粉末性能的研究尚未引起研究者的关注。那么,从金属材料性能出发,通过合金化设计改善熔体性质和粉末表面性能,一方面促进熔体破碎,提高细粉收得率,另一方面防止粉末粘接减少卫星粉数量,将会成为新的研究方向。

[0003] 稀土金属作为合金化元素可有效地细化钛或钛合金的铸态组织、提高钛或钛合金的综合性能,在涉及钛或钛合金组织细化、性能改善方面具有较广泛应用,特别是高温钛合金方面应用十分广泛。但是,利用稀土金属合金化改善粉末性能、优化粉末制备工艺,进而调控3D打印钛或钛合金组织与性能的研究和相关工艺开发非常少。

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,提供一种表面分布稀土氧化物的钛或钛合金球形粉末。本发明制备的钛或钛合金球形粉末表面弥散分布大量的等效直径为100nm~1000nm,厚度为20nm~50nm的片状稀土氧化物,改变了粉末的表面性质和粉末之间的粘附性,显著减少了粉末之间粘接,使得到的钛或钛合金球形粉末的卫星粉数量减少,为钛或钛合金3D打印提供新的原材料选择。

[0005] 为解决上述技术问题,本发明采用的技术方案是:表面分布稀土氧化物的钛或钛合金球形粉末,其特征在于,所述钛或钛合金球形粉末表面弥散分布有等效直径为100nm~1000nm,厚度为20nm~50nm的片状稀土氧化物,该钛球形粉末由以下质量百分比的元素组成:稀土金属0.1%~0.5%,0.08%~0.15%,其它杂质元素C、H和N总量不大于0.1%,余量为Ti;该钛合金球形粉末由以下质量百分比的元素组成:稀土金属0.1%~0.5%,0.08%~0.15%,其它杂质元素C、H和N总量不大于0.1%,余量为Ti及合金化元素;所述稀

土金属为Y、Nd或Gd。

[0006] 上述的表面分布稀土氧化物的钛或钛合金球形粉末,其特征在于,所述钛合金球形粉末表面弥散分布有片状 Y_2O_3 ;该钛合金球形粉末由以下质量百分比的元素组成:稀土金属Y 0.32%,O 0.12%,其它杂质元素C、H和N总量不大于0.1%,Al 5.95%,V 4.20%,余量为Ti。

[0007] 上述的表面分布稀土氧化物的钛或钛合金球形粉末,其特征在于,所述钛合金球形粉末表面弥散分布有片状 Nd_2O_3 ;该钛合金球形粉末由以下质量百分比的元素组成:稀土金属Nd 0.12%,O 0.08%,其它杂质元素C、H和N总量不大于0.1%,Al 6.20%,V 4.16%,余量为Ti。

[0008] 上述的表面分布稀土氧化物的钛或钛合金球形粉末,其特征在于,所述钛合金球形粉末表面弥散分布有片状 Gd_2O_3 ;该钛合金球形粉末由以下质量百分比的元素组成:稀土金属Gd 0.29%,O 0.10%,其它杂质元素C、H和N总量不大于0.1%,Al 5.76%,V 3.84%,余量为Ti。

[0009] 另外,本发明还提供了一种制备表面分布稀土氧化物的钛或钛合金球形粉末的方法,其特征在于,该方法包括以下步骤:

[0010] 步骤一、将钛或钛合金与稀土金属分别进行清洗处理,然后进行混合处理,得到混合原料;

[0011] 步骤二、将步骤一中得到的混合原料放入真空感应熔炼气雾化设备熔炼室的熔炼坩埚中,然后在真空条件下进行加热、保温和搅拌处理;

[0012] 步骤三、待步骤二中所述保温过程开始时将真空感应熔炼气雾化设备的导流管进行预热处理,然后将真空感应熔炼气雾化设备的熔炼室、雾化室和集粉罐分别充入氩气,再进行气雾化制粉过程,在集粉罐中对气雾化制粉得到的粉末进行冷却处理得到雾化粉末;

[0013] 步骤四、将步骤三中得到的雾化粉末进行筛分处理,得到表面分布稀土氧化物的钛或钛合金球形粉末。

[0014] 上述的方法,其特征在于,步骤二中所述熔炼坩埚为水冷铜坩埚,所述真空条件下的真空度不大于 5×10^{-2} Pa,所述加热处理的温度为 $1700^{\circ}C \sim 1900^{\circ}C$,所述保温处理的时间为20min~30min,所述搅拌处理通过电磁搅拌进行。本发明采用的真空感应熔炼气雾化设备为专利ZL201510633212.8中的真空感应熔炼气雾化设备,本发明采用的熔炼坩埚为水冷铜坩埚,使熔炼过程中坩埚内的熔体始终由凝壳与坩埚分开,避免了坩埚对熔体的污染,保证了粉末的纯净度,本发明采用真空度不大于 5×10^{-2} Pa,避免稀土金属在未熔化前发生氧化而形成大尺寸的稀土氧化物,本发明采用加热处理的温度为 $1700^{\circ}C \sim 1900^{\circ}C$,提高了熔体的流动性,保证了熔体顺利通过导流管进入雾化室,有利于熔体被高压气体破碎,使雾化过程顺利进行,同时提高了细粉的比例,本发明采用保温处理的时间为20min~30min,使熔体完全融化,有利于雾化过程的顺利进行,本发明采用电磁搅拌使添加量很少的稀土金属在熔体中均匀分布,提高了粉末的成分均匀性。

[0015] 上述的方法,其特征在于,步骤三中所述导流管的直径为1mm~4mm,所述预热处理的温度为 $1700^{\circ}C \sim 1900^{\circ}C$,所述熔炼室充入氩气后的压力为0.08MPa~0.14MPa,雾化室和集粉罐充入氩气后的压力均为0.02MPa~0.08MPa,所述氩气的质量纯度大于99.99%;所述气雾化制粉过程中雾化气体的压力为5MPa~10MPa,所述冷却处理的时间为60min~90min。

本发明采用导流管的直径为1mm~4mm,有利于调控粉末粒径分布和控制粉末缺陷,本发明采用预热处理的温度为1700℃~1900℃,使导流管与熔体的温度达到一致,避免熔体流经导流管时降温甚至凝固引起的导流管堵塞,本发明采用熔炼室充入氩气后的压力为0.08MPa~0.14MPa,雾化室和集粉罐充入氩气后的压力均为0.02MPa~0.08MPa,使熔炼室与雾化室之间形成一定的压力差,保证了熔体顺利从坩埚进入雾化室,本发明采用质量纯度大于99.99%的氩气,避免了杂质引入,保证了粉末的纯净度,本发明采用雾化气体的压力为5MPa~10MPa,避免了由雾化压力过低导致的熔体无法充分破碎使得到的粉末粒径较粗和由雾化压力过高导致的液流不稳定甚至反喷使制备过程中断等不足,有利于雾化过程顺利进行,本发明采用冷却处理的时间为60min~90min,使得到的粉末的温度快速降低,减少粉末被氧化的风险。

[0016] 上述的方法,其特征在于,步骤四中所述筛分处理使用振动筛分机,所述表面分布稀土氧化物的钛或钛合金球形粉末采用真空封装保存。本发明采用振动筛分机对粉末进行筛分处理,使得到的粉末进行分级以满足不同的应用需求,本发明采用真空封装保存减小粉末被氧化及引入杂质的风险。

[0017] 本发明与现有技术相比具有以下优点:

[0018] 1、本发明制备的表面分布稀土氧化物的钛或钛合金球形粉末表面弥散分布着大量等效直径为100nm~1000nm,厚度为20nm~50nm的片状稀土氧化物,粉末表面稀土氧化物的形成改变了粉末的表面性质和粉末之间的粘附性,显著减少了粉末之间粘接,使卫星粉的数量大幅度减少,提高了粉末的流动性、球形度等性能,为3D打印钛或钛合金产品提供了高品质的粉末原材料。

[0019] 2、本发明制备的表面分布稀土氧化物的钛或钛合金球形粉末具有成分均匀性高、制备成本低、产量高等优点,且该粉末在3D打印过程中,粉末表面分布的稀土氧化物可作为异质形核点,起到调控和细化3D打印件的微观组织和力学性能的作用,由于粉末表面片状稀土氧化物的形成使得钛合金基体中氧元素含量降低,使粉末整体的氧含量也能够满足钛合金3D打印要求。

[0020] 3、本发明通过控制真空感应熔炼气雾化制粉的真空度和温度等工艺参数,避免了稀土金属在未熔化前发生氧化形成大尺寸的稀土氧化物,增加了熔体过热度以提高熔体的流动性,保证了熔体顺利通过导流管进入雾化室,有利于熔体被高压气体破碎,使雾化过程顺利进行,提高了细粉的比例,增大了熔炼室与雾化室的压力差,保证了熔体顺利从导流管进入雾化室,实现了表面分布稀土氧化物的钛合金球形粉末的制备,在气雾化制粉过程中采用水冷铜坩埚,使熔体与坩埚通过凝壳分开,避免了坩埚对熔体的污染。

[0021] 4、本发明采用的真空感应熔炼气雾化制粉工艺无需预先制备电极棒,减少了原料加工工序、降低了成本,适宜规模化生产。

[0022] 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说明。

附图说明

[0023] 图1为本发明实施例1制备的表面分布Y₂O₃的TC4钛合金球形粉末的低倍SEM图。

[0024] 图2为本发明实施例1制备的表面分布Y₂O₃的TC4钛合金球形粉末表面的高倍SEM图。

[0025] 图3为本发明实施例1制备的表面分布 Y_2O_3 的TC4钛合金球形粉末表面 Y_2O_3 区域纵截面的HAADF-STEM图。

[0026] 图4为本发明实施例1制备的表面分布 Y_2O_3 的TC4钛合金球形粉末纵截面的SEM图。

[0027] 图5为本发明对比例1制备的TC4钛合金球形粉末的低倍SEM图。

[0028] 图6为本发明对比例1制备的TC4钛合金球形粉末表面的高倍SEM图。

具体实施方式

[0029] 实施例1

[0030] 本实施例TC4钛合金球形粉末表面弥散分布有等效直径为100nm~1000nm,厚度为20nm~50nm的片状 Y_2O_3 ,该钛合金球形粉末由以下质量百分比的元素组成:Y 0.32%,O 0.12%,Al 5.95%,V 4.20%,其它杂质元素C、H和N总量不大于0.1%,余量为Ti;其中Al和V为合金化元素。

[0031] 该表面弥散分布有片状 Y_2O_3 的TC4钛合金球形粉末的制备方法包括以下步骤:

[0032] 步骤一、将0.06kg的稀土金属Y与19.94kg的TC4钛合金分别进行清洗处理,然后进行混合处理,得到混合原料;

[0033] 步骤二、将步骤一中得到的混合原料放入真空感应熔炼气雾化设备熔炼室的水冷铜坩埚中,然后在真空度为 5×10^{-2} Pa条件下加热至1700℃后保温30min,并在加热与保温过程中进行电磁搅拌;

[0034] 步骤三、待步骤二中所述保温过程开始时将真空感应熔炼气雾化设备的直径为2mm的导流管加热至1700℃,然后将真空感应熔炼气雾化设备的熔炼室、雾化室和集粉罐分别充入质量纯度大于99.99%的氩气,使熔炼室压力维持在0.12MPa,雾化室与集粉罐压力维持在0.06MPa,再在雾化气体压力为8MPa下进行气雾化制粉处理,经90min冷却处理后在集粉罐中得到雾化粉末;

[0035] 步骤四、将步骤三中得到的雾化粉末使用振动筛分机进行筛分处理,每次筛分处理的时间为15min,使用标准筛分别为60目、100目、200目和325目,得到表面分布 Y_2O_3 的TC4钛合金球形粉末,然后将表面分布 Y_2O_3 的TC4钛合金球形粉末进行真空封装保存。

[0036] 经检测,本实施例制备的表面分布 Y_2O_3 的TC4钛合金球形粉末由以下质量百分比的元素组成:Y 0.32%,O 0.12%,Al 5.95%,V 4.20%,其它杂质元素C、H、N总量不大于0.1%,余量为Ti;表面分布 Y_2O_3 的TC4钛合金球形粉末表面弥散分布着大量等效直径为100nm~1000nm,厚度为20nm~50nm的片状 Y_2O_3 。

[0037] 图1为本实施例制备的表面分布 Y_2O_3 的TC4钛合金球形粉末的低倍SEM图,从图1中可以看出,本实施例制备的表面分布 Y_2O_3 的TC4钛合金球形粉末绝大多数为球形粉末,仅含有少量不规则形状的粉末,粉末表面仅有少量卫星粉。

[0038] 图2为本实施例制备的表面分布 Y_2O_3 的TC4钛合金球形粉末表面的高倍SEM图,从图2中可以看出,本实施例制备的表面分布 Y_2O_3 的TC4钛合金球形粉末表面上分布着大量等效直径为100nm~1000nm,厚度为20nm~50nm的 Y_2O_3 ,而且大部分 Y_2O_3 分布在晶粒内部。

[0039] 图3为本实施例制备的表面分布 Y_2O_3 的TC4钛合金球形粉末表面 Y_2O_3 区域纵截面的HAADF-STEM图,从图3中可以看出,本实施例制备的表面分布 Y_2O_3 的TC4钛合金球形粉末表面片状 Y_2O_3 的厚度仅为20nm~50nm。将图3中的区域1进行能谱分析,结果如下表1所示。

[0040] 表1

元素	原子百分数(%)	质量百分比(%)
O	53.95	21.63
Y	35.74	68.79
Ti	5.18	5.56
Al	3.19	1.89
V	1.94	2.13

[0042] 从表1可以看出,本实施例制备的表面分布 Y_2O_3 的TC4钛合金球形粉末的表面中Y和O原子比为2:3,即确定本实施例制备的TC4钛合金球形粉末表面存在 Y_2O_3 。

[0043] 图4为本实施例制备的表面分布 Y_2O_3 的TC4钛合金球形粉末纵截面的SEM图,从图4中可以看出,本实施例制备的表面分布 Y_2O_3 的TC4钛合金球形粉末纵截面上的 Y_2O_3 含量与尺寸均显著小于粉末表面上的 Y_2O_3 。

[0044] 对比例1

[0045] 本对比例包括以下步骤:

[0046] 步骤一、将20kg的TC4钛合金进行清洗处理,得到原料;

[0047] 步骤二、将步骤一中得到的原料放入真空感应熔炼气雾化设备熔炼室的水冷铜坩埚中,然后在真空度为 5×10^{-2} Pa条件下加热至1700℃后保温30min,并在加热与保温过程中进行电磁搅拌;

[0048] 步骤三、待步骤二中所述保温过程开始时将真空感应熔炼气雾化设备的直径为2mm的导流管加热至1700℃,然后将真空感应熔炼气雾化设备的熔炼室、雾化室和集粉罐分别充入质量纯度大于99.99%的氩气,使熔炼室压力维持在0.12MPa,雾化室与集粉罐压力维持在0.06MPa,再在雾化气体压力为8MPa下进行气雾化制粉处理,经90min冷却处理后在集粉罐中得到雾化粉末;

[0049] 步骤四、将步骤三中得到的雾化粉末使用振动筛分机进行筛分处理,每次筛分处理的时间为15min,使用标准筛分别为60目、100目、200目和325目,得到TC4钛合金球形粉末,然后将TC4钛合金球形粉末进行真空封装保存。

[0050] 经检测,本对比例制备的TC4钛合金球形粉末由以下质量百分比的元素组成:O 0.12%,Al 5.95%,V 4.20%,其它杂质元素C、H、N总量不大于0.1%,余量为Ti。

[0051] 图5为本对比例制备的TC4钛合金球形粉末的低倍SEM图,从图5中可以看出,本对比例制备的TC4钛合金球形粉末中含有大量卫星粉,特别是粗粉中卫星粉比例更大,粉末中含有少量不规则形状的粉末。

[0052] 图6为本对比例制备的TC4钛合金球形粉末表面的高倍SEM,从图6中可以看出,本对比例制备的TC4钛合金球形粉末表面不存在稀土金属氧化物。

[0053] 通过图1和图5对比可以看出,实施例1制备的表面分布 Y_2O_3 的TC4钛合金球形粉末中卫星粉的数量明显低于对比例1制备的TC4钛合金球形粉末中的卫星粉数量,特别是在粒径较粗粉末中更加明显。

[0054] 通过图2和图6对比可以看出,图2中实施例1制备的表面分布 Y_2O_3 的TC4钛合金球形

粉末表面上明显分布着大量的 Y_2O_3 ,在图6中对比例1制备的TC4钛合金球形粉末不存在 Y_2O_3 ,说明表面分布 Y_2O_3 的TC4钛合金球形粉末表面上 Y_2O_3 的形成有效地阻碍了粉末颗粒之间粘接,从而使卫星粉的数量明显减少。

[0055] 实施例2

[0056] 本实施例TC4钛合金球形粉末表面弥散分布有等效直径为100nm~1000nm,厚度为20nm~50nm的片状 Nd_2O_3 ,该钛合金球形粉末由以下质量百分比的元素组成:Nd 0.12%,O 0.08%,Al 6.20%,V 4.16%,其它杂质元素C、H和N总量不大于0.1%,余量为Ti;其中Al和V为合金化元素。

[0057] 该表面弥散分布有片状 Nd_2O_3 的TC4钛合金球形粉末的制备方法包括以下步骤:

[0058] 步骤一、将0.02kg的稀土金属Nd与19.98kg的TC4钛合金分别进行清洗处理,然后进行混合处理,得到混合原料;

[0059] 步骤二、将步骤一中得到的混合原料放入真空感应熔炼气雾化设备熔炼室的水冷铜坩锅中,然后在真空度为 5×10^{-2} Pa条件下加热至1850℃后保温20min,并在加热与保温过程中进行电磁搅拌;

[0060] 步骤三、待步骤二中所述保温过程开始时将真空感应熔炼气雾化设备的直径为3mm的导流管加热至1850℃,然后将真空感应熔炼气雾化设备的熔炼室、雾化室和集粉罐分别充入质量纯度大于99.99%的氩气,使熔炼室压力维持在0.11MPa,雾化室与集粉罐压力维持在0.05MPa,再在雾化气体压力为6MPa下进行气雾化制粉处理,经60min冷却处理后在集粉罐中得到雾化粉末;

[0061] 步骤四、将步骤三中得到的雾化粉末使用振动筛分机进行筛分处理,每次筛分处理的时间为15min,使用标准筛分别为60目、100目、200目和325目,得到表面分布 Nd_2O_3 的TC4钛合金球形粉末,然后将表面分布 Nd_2O_3 的TC4钛合金球形粉末进行真空封装保存。

[0062] 经检测,本实施例制备的表面分布 Nd_2O_3 的TC4钛合金球形粉末由以下质量百分比的元素组成:Nd 0.12%,O 0.08%,Al 6.20%,V 4.16%,其它杂质元素C、H、N总量不大于0.1%,余量为Ti;表面分布 Nd_2O_3 的TC4钛合金球形粉末表面弥散分布着大量等效直径为100nm~1000nm,厚度为20nm~50nm的片状 Nd_2O_3 。

[0063] 实施例3

[0064] 本实施例TC4钛合金球形粉末表面弥散分布有等效直径为100nm~1000nm,厚度为20nm~50nm的片状 Gd_2O_3 ,该钛合金球形粉末由以下质量百分比的元素组成:Gd 0.29%,O 0.10%,Al 5.76%,V 3.84%,其它杂质元素C、H和N总量不大于0.1%,余量为Ti;其中Al和V为合金化元素。

[0065] 该表面弥散分布有片状 Gd_2O_3 的TC4钛合金球形粉末的制备方法包括以下步骤:

[0066] 步骤一、将0.06kg的稀土金属Gd与19.94kg的TC4钛合金分别进行清洗处理,然后进行混合处理,得到混合原料;

[0067] 步骤二、将步骤一中得到的混合原料放入真空感应熔炼气雾化设备熔炼室的水冷铜坩锅中,然后在真空度为 5×10^{-2} Pa条件下加热至1800℃后保温25min,并在加热与保温过程中进行电磁搅拌;

[0068] 步骤三、待步骤二中所述保温过程开始时将真空感应熔炼气雾化设备的直径为4mm的导流管加热至1800℃,然后将真空感应熔炼气雾化设备的熔炼室、雾化室和集粉罐分

别充入质量纯度大于99.99%的氩气,使熔炼室压力维持在0.08MPa,雾化室与集粉罐压力维持在0.02MPa,再在雾化气体压力为5MPa下进行气雾化制粉处理,经60min冷却处理后在集粉罐中得到雾化粉末;

[0069] 步骤四、将步骤三中得到的雾化粉末使用振动筛分机进行筛分处理,每次筛分处理的时间为15min,使用标准筛分别为60目、100目、200目和325目,得到表面分布Gd₂O₃的TC4钛合金球形粉末,然后将表面分布Gd₂O₃的TC4钛合金球形粉末进行真空封装保存。

[0070] 经检测,本实施例制备的表面分布Gd₂O₃的TC4钛合金球形粉末由以下质量百分比的元素组成:Gd 0.29%,O 0.10%,Al 5.76%,V 3.84%,其它杂质元素C、H、N总量不大于0.1%,余量为Ti;表面分布Gd₂O₃的TC4钛合金球形粉末表面弥散分布着大量等效直径为100nm~1000nm,厚度为20nm~50nm的片状Gd₂O₃。

[0071] 实施例4

[0072] 本实施例TC4钛合金球形粉末表面弥散分布有等效直径为100nm~1000nm,厚度为20nm~50nm的片状Y₂O₃,该钛合金球形粉末由以下质量百分比的元素组成:Y 0.50%,O 0.15%,Al 5.87%,V 4.12%,其它杂质元素C、H和N总量不大于0.1%,余量为Ti;其中Al和V为合金化元素。

[0073] 该表面弥散分布有片状Y₂O₃的TC4钛合金球形粉末的制备方法包括以下步骤:

[0074] 步骤一、将0.1kg的稀土金属Y与19.9kg的TC4钛合金分别进行清洗处理,然后进行混合处理,得到混合原料;

[0075] 步骤二、将步骤一中得到的混合原料放入真空感应熔炼气雾化设备熔炼室的水冷铜坩埚中,然后在真空度为 5×10^{-2} Pa条件下加热至1900℃后保温30min,并在加热与保温过程中进行电磁搅拌;

[0076] 步骤三、待步骤二中所述保温过程开始时将真空感应熔炼气雾化设备的直径为1mm的导流管加热至1900℃,然后将真空感应熔炼气雾化设备的熔炼室、雾化室和集粉罐分别充入质量纯度大于99.99%的氩气,使熔炼室压力维持在0.11MPa,雾化室与集粉罐压力维持在0.05MPa,再在雾化气体压力为10MPa下进行气雾化制粉处理,经80min冷却处理后在集粉罐中得到雾化粉末;

[0077] 步骤四、将步骤三中得到的雾化粉末使用振动筛分机进行筛分处理,每次筛分处理的时间为15min,使用标准筛分别为60目、100目、200目和325目,得到表面分布Y₂O₃的TC4钛合金球形粉末,然后将表面分布Y₂O₃的TC4钛合金球形粉末进行真空封装保存。

[0078] 经检测,本实施例制备的表面分布Y₂O₃的TC4钛合金球形粉末由以下质量百分比的元素组成:Y 0.50%,O 0.15%,Al 5.87%,V 4.12%,其它杂质元素C、H、N总量不大于0.1%,余量为Ti;表面分布Y₂O₃的TC4钛合金球形粉末表面弥散分布着大量等效直径为100nm~1000nm,厚度为20nm~50nm的片状Y₂O₃。

[0079] 实施例5

[0080] 本实施例TA1钛球形粉末表面弥散分布有等效直径为100nm~1000nm,厚度为20nm~50nm的片状Y₂O₃,该钛球形粉末由以下质量百分比的元素组成:Y 0.50%,O 0.15%,其它杂质元素C、H和N总量不大于0.1%,余量为Ti。

[0081] 该表面弥散分布有片状Y₂O₃的TA1钛球形粉末的制备方法包括以下步骤:

[0082] 步骤一、将0.1kg的稀土金属Y与19.9kg的TA1分别进行清洗处理,然后进行混合处

理,得到混合原料;

[0083] 步骤二、将步骤一中得到的混合原料放入真空感应熔炼气雾化设备熔炼室的水冷铜坩锅中,然后在真空度为 5×10^{-2} Pa条件下加热至1800℃后保温30min,并在加热与保温过程中进行电磁搅拌;

[0084] 步骤三、待步骤二中所述保温过程开始时将真空感应熔炼气雾化设备的直径为1mm的导流管加热至1800℃,然后将真空感应熔炼气雾化设备的熔炼室、雾化室和集粉罐分别充入质量纯度大于99.99%的氩气,使熔炼室压力维持在0.12MPa,雾化室与集粉罐压力维持在0.06MPa,再在雾化气体压力为10MPa下进行气雾化制粉处理,经90min冷却处理后在集粉罐中得到雾化粉末;

[0085] 步骤四、将步骤三中得到的雾化粉末使用振动筛分机进行筛分处理,每次筛分处理的时间为15min,使用标准筛分别为60目、100目、200目和325目,得到表面分布 Y_2O_3 的TA1钛球形粉末,然后将表面分布 Y_2O_3 的TA1钛球形粉末进行真空封装保存。

[0086] 经检测,本实施例制备的表面分布 Y_2O_3 的TA1钛球形粉末由以下质量百分比的元素组成:Y 0.50%,O 0.15%,其它杂质元素C、H、N总量不大于0.1%,余量为Ti;表面分布 Y_2O_3 的TA1钛球形粉末表面弥散分布着大量等效直径为100nm~1000nm,厚度为20nm~50nm的片状 Y_2O_3 。

[0087] 实施例6

[0088] 本实施例TA1钛球形粉末表面弥散分布有等效直径为100nm~1000nm,厚度为20nm~50nm的片状 Nd_2O_3 ,该钛球形粉末由以下质量百分比的元素组成:Nd 0.42%,O 0.14%,其它杂质元素C、H和N总量不大于0.1%,余量为Ti。

[0089] 该表面弥散分布有片状 Nd_2O_3 的TA1钛球形粉末的制备方法包括以下步骤:

[0090] 步骤一、将0.08kg的稀土金属Nd与19.92kg的TA1分别进行清洗处理,然后进行混合处理,得到混合原料;

[0091] 步骤二、将步骤一中得到的混合原料放入真空感应熔炼气雾化设备熔炼室的水冷铜坩锅中,然后在真空度为 5×10^{-2} Pa条件下加热至1900℃后保温20min,并在加热与保温过程中进行电磁搅拌;

[0092] 步骤三、待步骤二中所述保温过程开始时将真空感应熔炼气雾化设备的直径为4mm的导流管加热至1900℃,然后将真空感应熔炼气雾化设备的熔炼室、雾化室和集粉罐分别充入质量纯度大于99.99%的氩气,使熔炼室压力维持在0.08MPa,雾化室与集粉罐压力维持在0.02MPa,再在雾化气体压力为5MPa下进行气雾化制粉处理,经60min冷却处理后在集粉罐中得到雾化粉末;

[0093] 步骤四、将步骤三中得到的雾化粉末使用振动筛分机进行筛分处理,每次筛分处理的时间为15min,使用标准筛分别为60目、100目、200目和325目,得到表面分布 Nd_2O_3 的TA1钛球形粉末,然后将表面分布 Nd_2O_3 的TA1钛球形粉末进行真空封装保存。

[0094] 经检测,本实施例制备的表面分布 Nd_2O_3 的TA1钛球形粉末由以下质量百分比的元素组成:Nd 0.42%,O 0.14%,其它杂质元素C、H、N总量不大于0.1%,余量为Ti;表面分布 Nd_2O_3 的TA1钛球形粉末表面弥散分布着大量等效直径为100nm~1000nm,厚度为20nm~50nm的片状 Nd_2O_3 。

[0095] 实施例7

[0096] 本实施例TA1钛球形粉末表面弥散分布有等效直径为100nm~1000nm,厚度为20nm~50nm的片状Gd₂O₃,该钛球形粉末由以下质量百分比的元素组成:Gd 0.1%,O 0.08%,其它杂质元素C、H和N总量不大于0.1%,余量为Ti。

[0097] 该表面弥散分布有片状Gd₂O₃的TA1钛球形粉末的制备方法包括以下步骤:

[0098] 步骤一、将0.02kg的稀土金属Gd与19.98kg的TA1分别进行清洗处理,然后进行混合处理,得到混合原料;

[0099] 步骤二、将步骤一中得到的混合原料放入真空感应熔炼气雾化设备熔炼室的水冷铜坩锅中,然后在真空度为 5×10^{-2} Pa条件下加热至1700℃后保温25min,并在加热与保温过程中进行电磁搅拌;

[0100] 步骤三、待步骤二中所述保温过程开始时将真空感应熔炼气雾化设备的直径为3mm的导流管加热至1700℃,然后将真空感应熔炼气雾化设备的熔炼室、雾化室和集粉罐分别充入质量纯度大于99.99%的氩气,使熔炼室压力维持在0.14MPa,雾化室与集粉罐压力维持在0.08MPa,再在雾化气体压力为7MPa下进行气雾化制粉处理,经80min冷却处理后在集粉罐中得到雾化粉末;

[0101] 步骤四、将步骤三中得到的雾化粉末使用振动筛分机进行筛分处理,每次筛分处理的时间为15min,使用标准筛分别为60目、100目、200目和325目,得到表面分布Gd₂O₃的TA1粉末,然后将表面分布Gd₂O₃的TA1粉末进行真空封装保存。

[0102] 经检测,本实施例制备的表面分布Gd₂O₃的TA1钛球形粉末由以下质量百分比的元素组成:Gd 0.1%,O 0.08%,其它杂质元素C、H、N总量不大于0.1%,余量为Ti;表面分布Gd₂O₃的TA1钛球形粉末表面弥散分布着大量等效直径为100nm~1000nm,厚度为20nm~50nm的片状Gd₂O₃。

[0103] 实施例8

[0104] 本实施例TC11钛合金球形粉末表面弥散分布有等效直径为100nm~1000nm,厚度为20nm~50nm的片状Y₂O₃,该钛合金球形粉末由以下质量百分比的元素组成:Y 0.10%,O 0.11%,Al 6.45%,Mo 3.52%,Zr 1.42%,Si 0.28%,其它杂质元素C、H和N总量不大于0.1%,余量为Ti;其中Al、Mo、Zr和Si为合金化元素。

[0105] 该表面弥散分布有片状Y₂O₃的TC11钛合金球形粉末的制备方法包括以下步骤:

[0106] 步骤一、将0.024kg的稀土金属Y与19.976kg的TC11分别进行清洗处理,然后进行混合处理,得到混合原料;

[0107] 步骤二、将步骤一中得到的混合原料放入真空感应熔炼气雾化设备熔炼室的水冷铜坩锅中,然后在真空度为 5×10^{-2} Pa条件下加热至1800℃后保温20min,并在加热与保温过程中进行电磁搅拌;

[0108] 步骤三、待步骤二中所述保温过程开始时将真空感应熔炼气雾化设备的直径为2mm的导流管加热至1800℃,然后将真空感应熔炼气雾化设备的熔炼室、雾化室和集粉罐分别充入质量纯度大于99.99%的氩气,使熔炼室压力维持在0.14MPa,雾化室与集粉罐压力维持在0.08MPa,再在雾化气体压力为6MPa下进行气雾化制粉处理,经90min冷却处理后在集粉罐中得到雾化粉末;

[0109] 步骤四、将步骤三中得到的雾化粉末使用振动筛分机进行筛分处理,每次筛分处理的时间为15min,使用标准筛分别为60目、100目、200目和325目,得到表面分布Y₂O₃的TC11

粉末,然后表面分布将 Y_2O_3 的TC11粉末进行真空封装保存。

[0110] 经检测,本实施例制备的表面分布 Y_2O_3 的TC11钛合金球形粉末由以下质量百分比的元素组成:Y 0.10%,O 0.11%,Al 6.45%,Mo 3.52%,Zr 1.42%,Si 0.28%,其它杂质元素C、H、N总量不大于0.1%,余量为Ti;表面分布 Y_2O_3 的TC11钛合金球形粉末表面弥散分布着大量等效直径为100nm~1000nm,厚度为20nm~50nm的片状 Y_2O_3 。

[0111] 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。

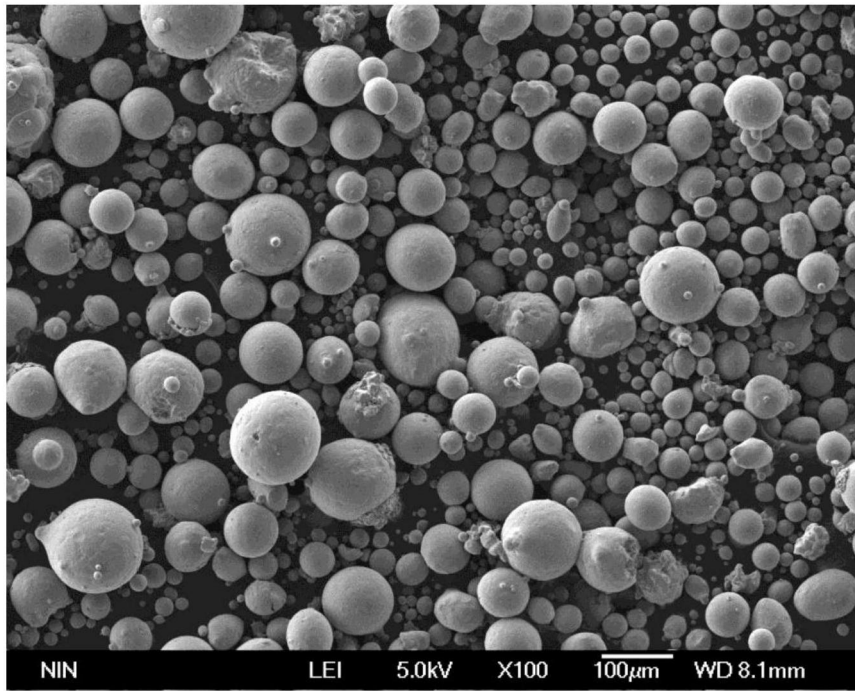


图1

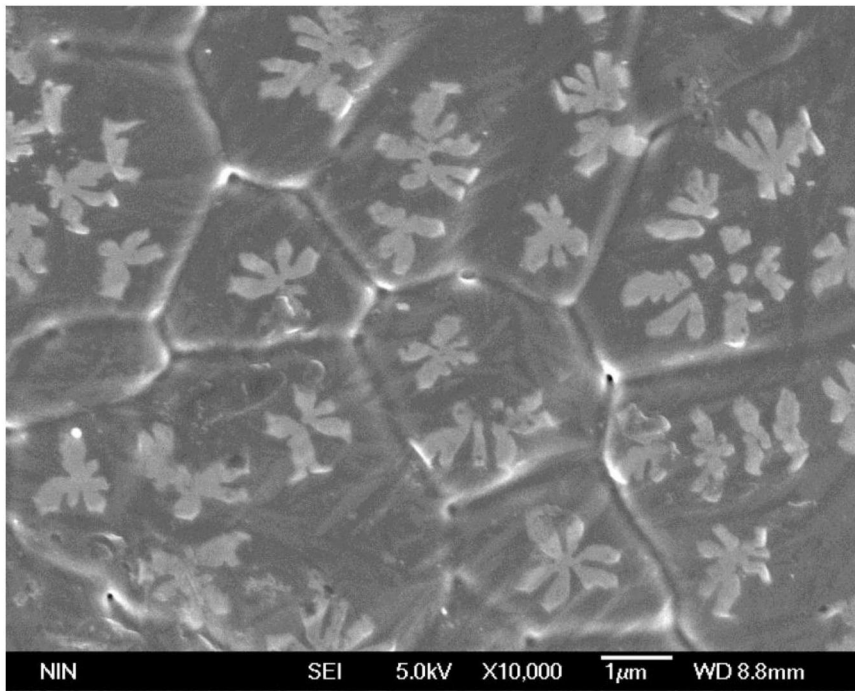


图2

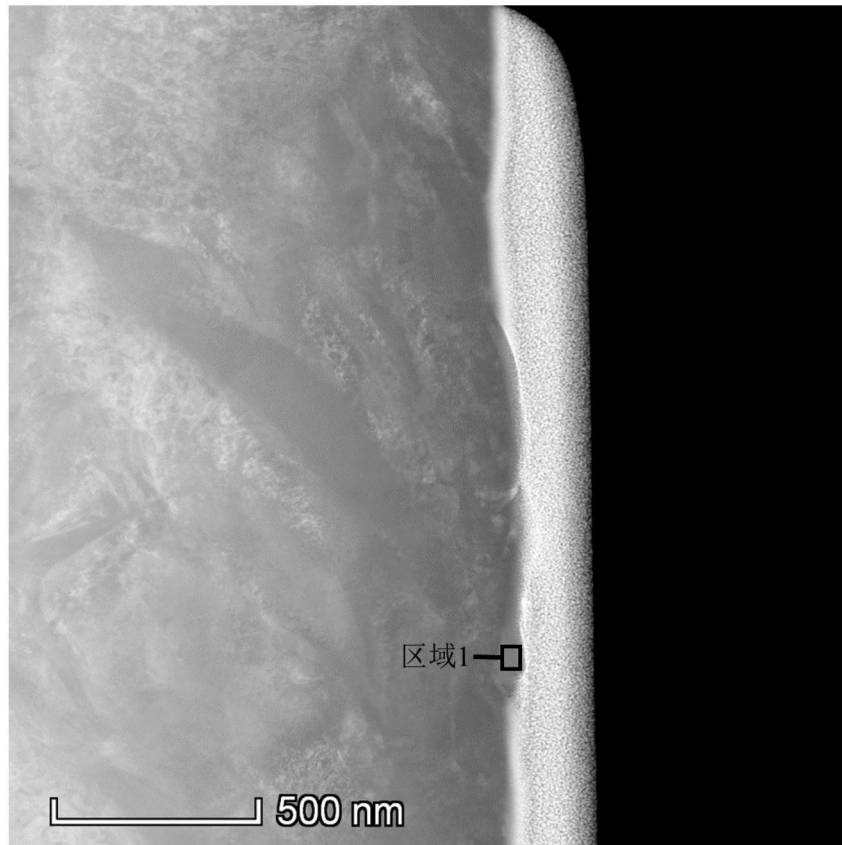


图3

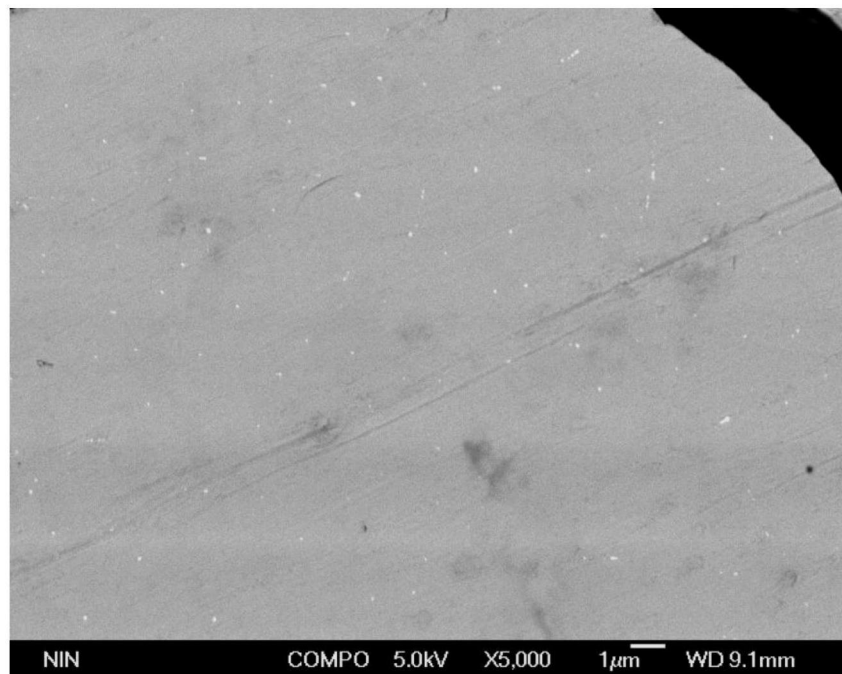


图4

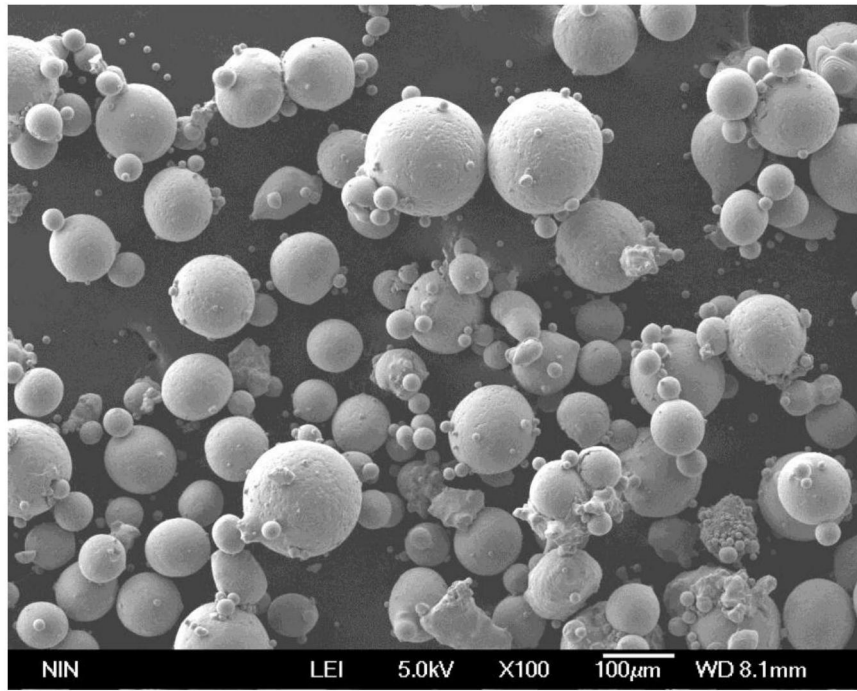


图5

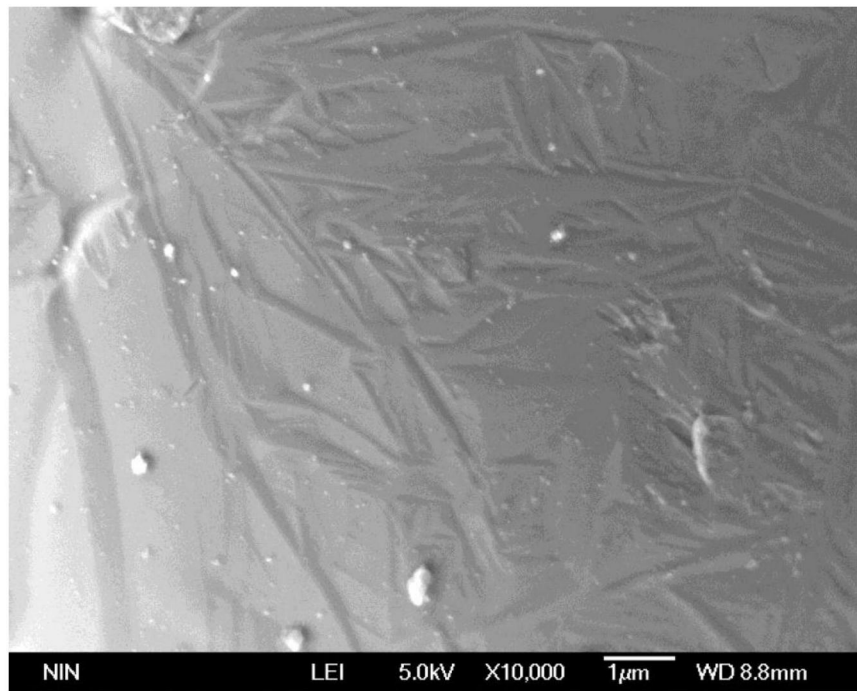


图6