



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102744366 B

(45) 授权公告日 2015.06.17

(21) 申请号 201210209569.X

CN 101947640 A, 2011.01.19,

(22) 申请日 2012.06.19

CN 1895816 A, 2007.01.17,

(73) 专利权人 北京百慕航材高科技股份有限公司

审查员 纪海燕

地址 100094 北京市海淀区永翔北路5号

(72) 发明人 刘晨光 王红 王红红

(74) 专利代理机构 中国航空专利中心 11008

代理人 李建英

(51) Int. Cl.

B22C 9/04(2006.01)

(56) 对比文件

JP H05200484 A, 1993.08.10,

CN 87100343 A, 1988.04.06,

CN 101462151 A, 2009.06.24,

CN 102284678 A, 2011.12.21,

权利要求书1页 说明书4页

(54) 发明名称

钛铝基及铌硅基合金定向凝固熔模精铸模壳的制备方法

(57) 摘要

本发明属于熔模精密铸造模壳技术领域,具体涉及到钛铝基及铌硅基合金定向凝固熔模精铸模壳的制备方法。本发明利用聚乙烯醇、聚乙二醇、缩甲基纤维素等用作隔离层粘结剂,以氧化钇、氧化锆等用做高温惰性隔离层及加固层的耐火材料。本发明高温隔热层粘结剂和高温惰性隔离层料浆和蜡型间的涂敷性较好,料浆性能稳定,易于长期保存。高温烧结后高温惰性隔离层粘结剂挥发,不产生降低模壳惰性的杂质元素。烧结助剂的添加及高温惰性隔离层与加固层的工艺组合使模壳有耐高温、抗热震稳定性好、高化学稳定性的特点,可以承受2000℃左右的高温而不变形,在定向凝固大温度梯度下的条件下不开裂,制备出的定向凝固铸件尺寸精度高,表面污染层极薄。

1. 钛铝基及铌硅基合金定向凝固熔模精铸模壳的制备方法,其特征在于,制备步骤如下:

1) 隔离层粘结剂制备:用聚乙二醇或缩甲基纤维素中的一种或两种与去离子纯净水按质量比 0.1:1 ~ 0.5:1 混合搅拌均匀,充分溶解,加入表面润湿剂和烧结助剂备用;隔离层粘结剂制备中加入的润湿剂为粘结剂总质量的 0.02 ~ 0.1%,烧结助剂为氧化钙、氧化镁、氧化硅、氧化铝、二氧化钛中的一种或几种的混合物,添加量为粘结剂总质量的 0.1 ~ 1%;

2) 料浆配制:配制隔离层料浆,把氧化钇粉倒入隔离层粘结剂中,充分混合,搅拌均匀,粉液比为 4:1 ~ 8:1;配制加固层料浆,把氧化锆粉和锆溶胶按粉液比 3:1 ~ 8:1 混合均匀,充分搅拌备用;

3) 隔离层制备:把隔离层料浆涂挂在蜡型件上,撒氧化钇砂,干燥 12 ~ 48 小时;重复上述操作 2 ~ 4 次形成隔离层;

4) 加固层制备:隔离层制备完成后,涂挂加固层料浆,撒氧化锆砂,干燥 8 ~ 36 小时;重复上述操作 4 ~ 7 次,然后再涂挂一层加固层料浆,干燥 24 ~ 48 小时;

5) 蜡型脱除,高温烧结。

2. 根据权利要求 1 中所述钛铝基及铌硅基合金定向凝固熔模精铸模壳的制备方法,其特征是,所述隔离层料浆流杯粘度为 30 ~ 110s,氧化钇粉粒度为 200 ~ 500 目;所述加固层料浆流杯粘度为 20 ~ 90s,氧化锆粉粒度为 200 ~ 400 目。

3. 根据权利要求 1 中所述钛铝基及铌硅基合金定向凝固熔模精铸模壳的制备方法,其特征是,所述隔离层制备中的氧化钇砂粒度为 30 ~ 150 目,所述加固层制备中的氧化锆砂粒度为 20 ~ 110 目,干燥环境为温度 20 ~ 26℃,相对湿度 30 ~ 90%。

4. 根据权利要求 1 中所述钛铝基及铌硅基合金定向凝固熔模精铸模壳的制备方法,其特征是,所述蜡型脱除后的型壳在 1000 ~ 1900℃的高温下烧结,保温 4 ~ 6 小时,冷却到室温出炉。

## 钛铝基及铌硅基合金定向凝固熔模精铸模壳的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于熔模精密铸造模壳技术领域,具体涉及到钛铝基及铌硅基合金定向凝固熔模精铸模壳的制备方法。

### 背景技术

[0002] 钛铝基合金及铌硅基合金是优良的结构材料,具有密度小、比强度高、抗腐蚀性能好、良好的抗蠕变及抗氧化等特点,广泛应用于航空航天领域。但阻碍其大规模应用的瓶颈在于其室温塑性和难加工性。

[0003] 熔模精密铸造作为一种可生产形状复杂、近净形结构件的技术,适合于批量制造、无加工余量及难于机加工的复杂构件。

[0004] 定向凝固是利用凝固时对热传导方向的控制,在凝固金属与未凝固熔体中建立起特定方向的温度梯度,达到控制晶体取向,消除横向晶界,改善室温力学性能,提高其塑性、断裂韧性和抗蠕变性能。

[0005] 定向凝固技术能极大提高钛铝基合金和铌硅基合金的室温塑性、断裂韧性、蠕变强度等性能,为铸件制备开辟了一条新道路,为今后钛铝基合金和铌硅基合金定向凝固产品的应用提供了广阔的前景。

[0006] 钛铝基合金及铌硅基合金活性比较大,容易与目前常用的高温合金定向及单晶叶片用刚玉模壳发生反应,使铸件的表面形成污染层,恶化铸件质量,影响铸件的力学性能。

### 发明内容

[0007] 为解决钛铝基合金及铌硅基合金在定向凝固过程中高温熔融金属液与模壳间的相互作用问题,本发明提出了一种适合于钛铝基合金及铌硅基合金定向凝固熔模精密铸造模壳的制备方法。

[0008] 本发明的技术解决方案是,制备步骤如下:

[0009] 1) 隔离层粘结剂(A)制备:用聚乙二醇、聚乙烯醇或缩甲基纤维素中的一种或几种与去离子纯净水按质量比0.1:1~0.5:1混合搅拌均匀,充分溶解,加入表面润湿剂和烧结助剂备用;

[0010] 2) 料浆配制:配制隔离层料浆,把氧化钇粉倒入隔离层粘结剂中,充分混合,搅拌均匀,粉液比为4:1~8:1;配制加固层料浆,把氧化钇粉和锆溶胶按粉液比3:1~8:1混合均匀,充分搅拌备用;

[0011] 3) 隔离层制备:把隔离层料浆涂挂在蜡型件上,撒氧化钇砂,干燥12~48小时;重复上述操作2~4次形成隔离层;

[0012] 4) 加固层制备:隔离层制备完成后,涂挂加固层料浆,撒氧化锆砂,干燥8~36小时;重复上述操作4~7次,然后,再涂挂一层加固层料浆,干燥24~48小时;

[0013] 5) 蜡型脱除,高温烧结。

[0014] 所述隔离层粘结剂制备中加入的润湿剂为粘结剂总质量的0.02~0.1%,烧结助

剂为氧化钙、氧化镁、氧化硅、氧化铝、二氧化钛中的一种或几种的混合物,添加量为粘结剂总质量的 0.1 ~ 1%。

[0015] 所述隔离层料浆流杯粘度为 30 ~ 110s,氧化钇粉粒度为 200 ~ 500 目;所述加固层料浆流杯粘度为 20 ~ 90s,氧化锆粉粒度为 200 ~ 400 目。

[0016] 所述隔离层制备中的氧化钇砂粒度为 30 ~ 150 目,所述加固层制备中的氧化锆砂粒度为 20 ~ 110 目,干燥环境为温度 20 ~ 26℃,相对湿度 30 ~ 90%。

[0017] 所述蜡型脱除后的型壳在 1000 ~ 1900℃的高温下烧结,保温 4 ~ 6 小时,冷却到室温出炉。

[0018] 本发明具有的优点和有益效果:本发明利用聚乙烯醇、聚乙二醇、缩甲基纤维素等用作隔离层粘结剂,以氧化钇、氧化锆等用做高温惰性隔离层及加固层的耐火材料。本发明的优点在于,(1) 高温隔热层粘结剂原材料丰富、价格低廉、无毒无污染。(2) 高温惰性隔离层料浆和蜡型间的涂敷性较好,料浆性能稳定,易于长期保存。(3) 高温烧结后高温惰性隔离层粘结剂挥发,不产生降低模壳惰性的杂质元素。(4) 烧结助剂的添加及高温惰性隔离层与加固层的工艺组合使模壳有耐高温、抗热震稳定性好、高化学稳定性的特点,可以承受 2000℃左右的高温而不变形,在定向凝固大温度梯度下的条件下不开裂,制备出的定向凝固铸件尺寸精度高,表面污染层极薄。

[0019] 本发明主要用于制备航空航天发动机及燃机叶片领域,具有十分重要的应用价值和广阔的应用市场。

### 具体实施方式

[0020] 1) 惰性隔离层粘结剂制备:用聚乙二醇、聚乙烯醇或缩甲基纤维素中的一种或几种与去离子纯净水按质量比 0.1:1 ~ 0.5:1 混合搅拌均匀,充分溶解,加入表面润湿剂和烧结助剂备用。

[0021] 2) 料浆配制:配制高温惰性隔离层料浆,把氧化钇粉倒入中充分混合,搅拌均匀,粉液比为 4:1 ~ 8:1;配制加固层料浆,把氧化锆粉和锆溶胶按粉液比 3:1 ~ 8:1 混合均匀,充分搅拌备用。

[0022] 3) 高温惰性隔离层制备:把料浆涂挂在蜡模件上,撒氧化钇砂,干燥 12 ~ 48 小时;重复上述操作 2 ~ 4 次形成高温惰性隔离层。

[0023] 4) 加固层制备:步骤 3) 完成后涂挂料浆,撒氧化锆砂,干燥 8 ~ 36 小时;重复上述操作 4 ~ 7 次,然后再涂挂料浆,干燥 24 ~ 48 小时。

[0024] 5) 蜡型脱除,高温烧结。

[0025] 所述步骤 1) 中加入的润湿剂为粘结剂总质量的 0.02 ~ 0.1%,烧结助剂为氧化钙、氧化镁、氧化硅、氧化铝、二氧化钛中的一种或几种的混合物,添加量为粘结剂总质量的 0.1 ~ 1%。

[0026] 所述步骤 2) 中隔离层料浆流杯粘度为 30 ~ 110s,氧化钇粉粒度为 200 ~ 500 目;料浆流杯粘度为 20 ~ 90s,氧化锆粉粒度为 200 ~ 400 目。

[0027] 所述步骤 3) 和 4) 中氧化钇砂粒度为 30 ~ 150 目,氧化锆砂粒度为 20 ~ 110 目,干燥环境为温度 20 ~ 26℃,相对湿度 30 ~ 90%。

[0028] 所述步骤 5) 中蜡型脱除后的型壳在 1000 ~ 1900℃的高温下烧结,保温 4 ~ 6 小

时,冷却到室温出炉。

#### [0029] 实施例一

[0030] 1) 惰性隔离层粘结剂制备:用聚乙二醇、聚乙烯醇或缩甲基纤维素中的一种或几种与去离子纯净水按质量比 0.2:1 混合搅拌均匀,充分溶解,加入表面润湿剂和烧结助剂备用。

[0031] 2) 料浆配制:配制高温惰性隔离层料浆,把氧化钇粉倒入中充分混合,搅拌均匀,粉液比为 4:1 ~ 8:1;配制加固层料浆,把氧化锆粉和锆溶胶按粉液比 3:1 ~ 8:1 混合均匀,充分搅拌备用。

[0032] 3) 高温惰性隔离层制备:把料浆涂挂在蜡模件上,撒氧化钇砂,干燥 12 ~ 48 小时;重复上述操作 2 ~ 4 次形成高温惰性隔离层。

[0033] 4) 加固层制备:步骤 3) 完成后涂挂料浆,撒氧化锆砂,干燥 8 ~ 36 小时;重复上述操作 4 ~ 7 次,然后再涂挂料浆,干燥 24 ~ 48 小时。

[0034] 5) 蜡型脱除,高温烧结。

[0035] 步骤 1) 中加入的润湿剂为粘结剂总质量的 0.02 ~ 0.1%,烧结助剂为氧化钙、氧化镁、氧化硅、氧化铝、二氧化钛中的一种或几种的混合物,添加量为粘结剂总质量的 0.1 ~ 0.4%。

[0036] 步骤 2) 中料浆(B) 流杯粘度为 30 ~ 110s,氧化钇粉粒度为 200 ~ 500 目;料浆(C) 流杯粘度为 20 ~ 90s,氧化锆粉粒度为 200 ~ 400 目。

[0037] 步骤 3) 和 4) 中氧化钇砂粒度为 30 ~ 150 目,氧化锆砂粒度为 20 ~ 110 目,干燥环境为温度 20 ~ 26°C,相对湿度 30 ~ 90%。

[0038] 步骤 5) 中蜡型脱除后的型壳在 1100°C 的高温下烧结,保温 4 ~ 6 小时,冷却到室温出炉。

#### [0039] 实施例二

[0040] 1) 惰性隔离层粘结剂制备:用聚乙二醇、聚乙烯醇或缩甲基纤维素中的一种或几种与去离子纯净水按质量比 0.3:1 混合搅拌均匀,充分溶解,加入表面润湿剂和烧结助剂备用。

[0041] 2) 料浆配制:配制高温惰性隔离层料浆,把氧化钇粉倒入中充分混合,搅拌均匀,粉液比为 4:1 ~ 8:1;配制加固层料浆,把氧化锆粉和锆溶胶按粉液比 3:1 ~ 8:1 混合均匀,充分搅拌备用。

[0042] 3) 高温惰性隔离层制备:把料浆涂挂在蜡模件上,撒氧化钇砂,干燥 12 ~ 48 小时;重复上述操作 2 ~ 4 次形成高温惰性隔离层。

[0043] 4) 加固层制备:步骤 3) 完成后涂挂料浆,撒氧化锆砂,干燥 8 ~ 36 小时;重复上述操作 4 ~ 7 次,然后再涂挂料浆,干燥 24 ~ 48 小时。

[0044] 5) 蜡型脱除,高温烧结。

[0045] 步骤 1) 中加入的润湿剂为粘结剂总质量的 0.02 ~ 0.1%,烧结助剂为氧化钙、氧化镁、氧化硅、氧化铝、二氧化钛中的一种或几种的混合物,添加量为粘结剂总质量的 0.1 ~ 0.4%。

[0046] 步骤 2) 中料浆(B) 流杯粘度为 30 ~ 110s,氧化钇粉粒度为 200 ~ 500 目;料浆(C) 流杯粘度为 20 ~ 90s,氧化锆粉粒度为 200 ~ 400 目。

[0047] 步骤3)和4)中氧化钇砂粒度为30~150目,氧化锆砂粒度为20~110目,干燥环境为温度20~26℃,相对湿度30~90%。

[0048] 步骤5)中蜡型脱除后的型壳在1600℃的高温下烧结,保温4~6小时,冷却到室温出炉。

[0049] 实施例三

[0050] 1) 惰性隔离层粘结剂制备:用聚乙二醇、聚乙烯醇或缩甲基纤维素中的一种或几种与去离子纯净水按质量比0.4:1混合搅拌均匀,充分溶解,加入表面润湿剂和烧结助剂备用。

[0051] 2) 料浆配制:配制高温惰性隔离层料浆,把氧化钇粉倒入中充分混合,搅拌均匀,粉液比为4:1~8:1;配制加固层料浆,把氧化锆粉和锆溶胶按粉液比3:1~8:1混合均匀,充分搅拌备用。

[0052] 3) 高温惰性隔离层制备:把料浆涂挂在蜡模件上,撒氧化钇砂,干燥12~48小时;重复上述操作2~4次形成高温惰性隔离层。

[0053] 4) 加固层制备:步骤3)完成后涂挂料浆,撒氧化锆砂,干燥8~36小时;重复上述操作4~7次,然后再涂挂料浆,干燥24~48小时。

[0054] 5) 蜡型脱除,高温烧结。

[0055] 步骤1)中加入的润湿剂为粘结剂总质量的0.02~0.1%,烧结助剂为氧化钙、氧化镁、氧化硅、氧化铝、二氧化钛中的一种或几种的混合物,添加量为粘结剂总质量的0.1~0.4%。

[0056] 步骤2)中料浆(B)流杯粘度为30~110s,氧化钇粉粒度为200~500目;料浆(C)流杯粘度为20~90s,氧化锆粉粒度为200~400目。

[0057] 步骤3)和4)中氧化钇砂粒度为30~150目,氧化锆砂粒度为20~110目,干燥环境为温度20~26℃,相对湿度30~90%。

[0058] 步骤5)中蜡型脱除后的型壳在1700℃的高温下烧结,保温4~6小时,冷却到室温出炉。