



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 109574661 A

(43)申请公布日 2019.04.05

(21)申请号 201811524988.6

(22)申请日 2018.12.13

(71)申请人 沃尔曼科技张家港有限公司

地址 215600 江苏省苏州市张家港市锦丰  
镇锦乐路1号

(72)发明人 余建波 任忠鸣

(74)专利代理机构 北京高沃律师事务所 11569

代理人 刘奇

(51)Int.Cl.

C04B 35/486(2006.01)

C04B 35/622(2006.01)

B22C 9/10(2006.01)

B22C 1/00(2006.01)

B22C 9/24(2006.01)

权利要求书1页 说明书6页

(54)发明名称

一种锆酸钡陶瓷型芯的制备方法和应用

(57)摘要

本发明涉及陶瓷型芯技术领域,尤其涉及一种锆酸钡陶瓷型芯的制备方法和应用。本发明提供的制备方法,包括以下步骤:将锆酸钡、蜂蜡和石蜡混合,得到锆酸钡陶瓷石蜡浆料;将所述锆酸钡陶瓷石蜡浆料压铸成型,得到锆酸钡陶瓷型芯素坯;将所述锆酸钡陶瓷型芯素坯埋粉烧结,得到锆酸钡陶瓷型芯。本发明提供的制备方法制备得到的锆酸钡陶瓷型芯具有较高的室温强度和高温稳定性,烧结前后具有较高的尺寸稳定性,适于高温浇铸Nb-Si基合金涡轮叶片的使用,不会与Nb-Si基合金中的化学元素发生强烈反应,有效保证了Nb-Si合金空心叶片的内腔质量。

1. 一种锆酸钡陶瓷型芯的制备方法,包括以下步骤:  
将锆酸钡、蜂蜡和石蜡混合,得到锆酸钡陶瓷石蜡浆料;  
将所述锆酸钡陶瓷石蜡浆料压铸成型,得到锆酸钡陶瓷型芯素坯;  
将所述锆酸钡陶瓷型芯素坯埋粉烧结,得到锆酸钡陶瓷型芯。
2. 如权利要求1所述的制备方法,其特征在于,所述锆酸钡、蜂蜡和石蜡的质量比为(85~92):(0.5~1.5):(8~10)。
3. 如权利要求1所述的制备方法,其特征在于,所述混合的温度为60~90℃,所述混合的时间为6~10h。
4. 如权利要求1所述的制备方法,其特征在于,所述压铸成型的压力为5~20MPa,所述压铸成型的保压时间为50~100s。
5. 如权利要求1所述的制备方法,其特征在于,所述埋粉烧结过程中所采用的埋粉填料为工业煅烧后的锆酸钡粉末。
6. 如权利要求1所述的制备方法,其特征在于,所述埋粉烧结的控温程序为:  
以0.2~1℃/min的升温速率升温到90℃,保温5~10h;以1~2℃/min的升温速率升温到600℃,保温5~10h;以2~5℃/min的升温速率升温到终烧温度1500~1700℃,保温4~12h。
7. 如权利要求1所述的制备方法,其特征在于,所述锆酸钡由粗锆酸钡晶粒和细锆酸钡晶粒混合球磨得到;  
所述粗锆酸钡晶粒的粒径为325~600目;所述细锆酸钡晶粒的粒径为100~200目。
8. 如权利要求7所述的制备方法,其特征在于,所述粗锆酸钡晶粒和细锆酸钡晶粒的质量比为1:(1~4)。
9. 权利要求1~8任一项所述的制备方法制备得到的锆酸钡陶瓷型芯在制备Nb-Si基合金涡轮叶片中的应用。

## 一种锆酸钡陶瓷型芯的制备方法和应用

### 技术领域

[0001] 本发明涉及陶瓷型芯技术领域,尤其涉及一种锆酸钡陶瓷型芯的制备方法和应用。

### 背景技术

[0002] 近年来,由于Nb-Si基合金具有较高的室温强度、在室温下具有一定的韧性、高熔点和低密度等特性,有望作为研发高推重比航空发动机涡轮叶片材料的重要材料之一。但Nb-Si基合金受到合金本身熔点的限制,需要通过改善涡轮叶片的气冷结构来提高其承温能力和在使用过程中的冷却效率。

[0003] 而涡轮叶片的关键技术之一是制备出高性能的陶瓷型芯部件。陶瓷型芯主要用来形成涡轮叶片的内腔,其性能的优劣会影响空心叶片的质量。因此,如何通过制备高性能的陶瓷型芯来提高Nb-Si基合金涡轮叶片的内腔质量成为了人们亟待解决的问题。

### 发明内容

[0004] 本发明的目的在于提供一种可以提高Nb-Si基合金涡轮叶片的内腔质量的高性能的陶瓷型芯。

[0005] 为了实现上述发明目的,本发明提供以下技术方案:

[0006] 本发明提供了一种锆酸钡陶瓷型芯的制备方法,包括以下步骤:

[0007] 将锆酸钡、蜂蜡和石蜡混合,得到锆酸钡陶瓷石蜡浆料;

[0008] 将所述锆酸钡陶瓷石蜡浆料压铸成型,得到锆酸钡陶瓷型芯素坯;

[0009] 将所述锆酸钡陶瓷型芯素坯埋粉烧结,得到锆酸钡陶瓷型芯。

[0010] 优选的,所述锆酸钡、蜂蜡和石蜡的质量比为(85~92):(0.5~1.5):(8~10)。

[0011] 优选的,所述混合的温度为60~90℃,所述混合的时间为6~10h。

[0012] 优选的,所述压铸成型的压力为5~20MPa,所述压铸成型的保压时间为50~100s。

[0013] 优选的,所述埋粉烧结过程中所采用的埋粉填料为工业煅烧后的锆酸钡粉末。

[0014] 优选的,所述埋粉烧结的控温程序为:

[0015] 以0.2~1℃/min的升温速率升温到90℃,保温5~10h,以1~2℃/min的升温速率升温到600℃,保温5~10h,以2~5℃/min的升温速率升温到终烧温度1500~1700℃,保温4~12h。

[0016] 优选的,所述锆酸钡由粗锆酸钡晶粒和细锆酸钡晶粒混合球磨得到;

[0017] 所述粗锆酸钡晶粒的粒径为325~600目;所述细锆酸钡晶粒的粒径为100~200目。

[0018] 优选的,所述粗锆酸钡晶粒和细锆酸钡晶粒的质量比为1:(1~4)。

[0019] 本发明还提供了所述的制备方法制备得到的锆酸钡陶瓷型芯在制备Nb-Si基合金涡轮叶片中的应用。

[0020] 本发明提供了一种锆酸钡陶瓷型芯的制备方法,包括以下步骤:将锆酸钡、蜂蜡和

石蜡混合,得到锆酸钡陶瓷石蜡浆料;将所述锆酸钡陶瓷石蜡浆料压铸成型,得到锆酸钡陶瓷型芯素坯;将所述锆酸钡陶瓷型芯素坯埋粉烧结,得到锆酸钡陶瓷型芯。本发明提供的制备方法制备得到的锆酸钡陶瓷型芯具有较高的室温强度和高温稳定性(包括挠度,耐火度和抗蠕变性),烧结前后具有较高的尺寸稳定性,适于高温浇铸Nb-Si基合金涡轮叶片的使用,且高温化学稳定性好,不会与Nb-Si基合金中的化学元素发生强烈反应,有效保证了Nb-Si合金空心叶片的内腔质量,且具有较高(>30%)的气孔率,能有效保证腐蚀液进入型芯内部将其脱除。

### 具体实施方式

[0021] 本发明提供了一种锆酸钡陶瓷型芯的制备方法,包括以下步骤:

[0022] 将锆酸钡、蜂蜡和石蜡混合,得到锆酸钡陶瓷石蜡浆料;

[0023] 将所述锆酸钡陶瓷石蜡浆料压铸成型,得到锆酸钡陶瓷型芯素坯;

[0024] 将所述锆酸钡陶瓷型芯素坯埋粉烧结,得到锆酸钡陶瓷型芯。

[0025] 在本发明中,若无特殊说明,所述原料组分均为本领域技术人员熟知的市售产品。

[0026] 本发明将锆酸钡、蜂蜡和石蜡混合,得到锆酸钡陶瓷石蜡浆料。在本发明中,所述锆酸钡优选由粗锆酸钡晶粒和细锆酸钡晶粒混合球磨得到;在本发明中,所述粗锆酸钡晶体的粒径优选为325~600目,更优选为400~550目,最优选为450~500目;所述细锆酸钡晶体的粒径优选为100~200目,更优选为120~180目,最优选为140~160目。

[0027] 在本发明中,所述粗锆酸钡晶粒和细锆酸钡晶粒的质量比优选为1:(1~4),更优选为1:(1.5~3.5),最优选为1:(2.0~3.0)。

[0028] 本发明对所述球磨没有任何特殊的限定,采用本领域技术人员熟知的球磨过程进行球磨即可,球磨转速为300rpm,球磨时间为24h。

[0029] 球磨完成后,本发明优选对球磨后得到的物料进行干燥。在本发明中,所述干燥的温度优选为110~130℃,更优选为115~125℃,最优选为

[0030] 118~122℃;所述干燥的时间优选为20~30h,更优选为22~28h,最优选为24~26h。在本发明中,所述干燥优选为真空干燥;本发明对所述真空干燥的真空度没有任何特殊的限定,采用本领域技术人员熟知的真空度即可。

[0031] 在本发明中,所述锆酸钡、蜂蜡和石蜡的质量比优选为(85~92):(0.5~1.5):(8~10),更优选为(86~90):(0.8~1.2):(8.5~9.5),最优选为(87~88):(0.9~1.1):(8.8~9.2)。

[0032] 在本发明中,所述锆酸钡、蜂蜡和石蜡的混合温度优选为60~90℃,更优选为65~85℃,最优选为70~80℃。在本发明中,所述锆酸钡、蜂蜡和石蜡的混合时间优选为6~10h,更优选为7~9h,最优选为7.5~8.5h;所述锆酸钡、蜂蜡和石蜡的混合时间是以锆酸钡加入完毕开始计。

[0033] 在本发明中,所述锆酸钡、蜂蜡和石蜡的混合优选在搅拌的条件下进行;所述搅拌的速率优选为30~50rpm,更优选35~45rpm,最优选为38~42rpm。

[0034] 在本发明中,所述锆酸钡、蜂蜡和石蜡的混合优选是将蜂蜡和石蜡进行第一混合,得到混合物;将所述混合物加热至融化,然后将得到的熔融混合物与锆酸钡进行第二混合。

[0035] 在本发明中,所述第二混合优选是将锆酸钡缓慢加入到所述熔融混合物中;所述

锆酸钡的加入速率优选为6~10wt%/h,更优选为8~10wt%/h。在本发明中,所述wt%为锆酸钡的加入量占熔融混合物的质量百分比;本发明将锆酸钡缓慢加入到所述熔融混合物中,能够保证锆酸钡陶瓷粉末的高度分散性和提高其固相含量。

[0036] 得到锆酸钡陶瓷石蜡浆料后,本发明将所述锆酸钡陶瓷石蜡浆料压铸成型,得到锆酸钡陶瓷型芯素坯。在本发明中,得到锆酸钡陶瓷石蜡浆料后,进行压铸成型前,优选将锆酸钡陶瓷石蜡浆料在80~90℃范围内保持搅拌状态;所述锆酸钡陶瓷石蜡浆料的温度更优选为82~88℃,最优选为84~86℃;所述搅拌的速率优选为10~20rpm,更优选为12~18rpm,最优选为14~16rpm。

[0037] 在本发明中,将锆酸钡陶瓷石蜡浆料在80~90℃范围内保持搅拌状态是为了保证锆酸钡粉末的高度分散性。

[0038] 在本发明中,所述压铸成型的压力优选为5~20MPa,更优选为8~18MPa,最优选为10~15MPa;所述压铸成型的保压时间优选为50~100s,更优选为60~90s,最优选为70~80s。

[0039] 压铸成型完成后,本发明优选对得到的产物进行冷却和脱模,得到锆酸钡陶瓷型芯素坯部件。本发明对所述冷却和脱模的方式,没有任何特殊的限定,采用本领域技术人员熟知的冷却和脱模过程进行即可。

[0040] 得到锆酸钡陶瓷型芯素坯后,本发明将所述锆酸钡陶瓷型芯素坯埋粉烧结,得到锆酸钡陶瓷型芯。在本发明中,所述埋粉烧结的填料优选为工业煅烧后的锆酸钡粉末,锆酸钡陶瓷型芯素坯优选置于氧化铝陶瓷匣钵的中心位置;所述埋粉烧结优选在空气条件下进行无压烧结。

[0041] 在本发明中,采用工业煅烧后的锆酸钡粉末作为埋粉烧结的填料可以保证型芯的形状和尺寸稳定性。

[0042] 在本发明中,所述埋粉烧结优选以0.2~1℃/min的升温速率升温到90℃,保温5~10h;以1~2℃/min的升温速率升温到600℃,保温5~10h;以2~5℃/min的升温速率升温到终烧温度1500~1700℃,保温4~12h;更优选以0.4~0.8℃/min的升温速率升温到90℃,保温6~9h;以1.2~1.8℃/min的升温速率升温到600℃,保温6~9h;以2.5~4.5℃/min的升温速率升温到终烧温度1550~1650℃,保温6~10h;最优选以0.5~0.6℃/min的升温速率升温到90℃,保温7~8h;以1.4~1.6℃/min的升温速率升温到600℃,保温7~8h;以3~4℃/min的升温速率升温到终烧温度1580~1620℃,保温7~9h。

[0043] 埋粉烧结完成后,本发明还优选包括冷却的过程;所述冷却优选为随炉冷却至室温。

[0044] 本发明还提供了上述制备方法制备得到的锆酸钡陶瓷型芯在制备Nb-Si基合金涡轮叶片中的应用。

[0045] 下面结合实施例对本发明提供的锆酸钡陶瓷型芯的制备方法和应用进行详细的说明,但是不能把它们理解为对本发明保护范围的限定。

[0046] 实施例1

[0047] 将200g粒径为325目的粗晶粒和400g粒径为1000目的细晶粒混合球磨,在120℃条件下真空干燥24h,得到锆酸钡;

[0048] 将7g的蜂蜡和60g的石蜡混合,升温至90℃熔化,得到蜂蜡和石蜡的熔融混合物;

[0049] 在转速为50rpm的搅拌条件下,将600g的锆酸钡缓慢加入蜂蜡和石蜡的熔融混合物中,加入完毕后继续搅拌10h,得到锆酸钡陶瓷石蜡浆料;

[0050] 将所述锆酸钡陶瓷石蜡浆料继续保持在90℃的条件下以10rpm的速率搅拌,以保持浆料分散均匀,以备压铸成型用,压铸成型的压力为20MPa,保压时间为50s,冷却,脱模,得到锆酸钡陶瓷型芯素坯;

[0051] 以工业煅烧后的锆酸钡粉末为埋粉填料,将所述锆酸钡陶瓷型芯素坯置于氧化铝陶瓷匣钵的中心位置,在空气气氛中,以0.2℃/min的升温速率升高温度到90℃,保温10h,以1℃/min的升温速率升温到600℃,保温5h,以2℃/min的升温速率升温到终烧温度1700℃,保温4h,随炉冷却至室温,得到锆酸钡陶瓷型芯。

[0052] 所述陶瓷型芯的室温强度达到30MPa,1500℃的高温强度达到25MPa,具有较高的高温尺寸稳定性,能够承受Nb-Si合金液的侵蚀,制备出的Nb-Si合金叶片具有较高质量的内腔。

[0053] 实施例2

[0054] 将200g粒径为500目的粗晶粒和400g粒径为2000目的细晶粒混合球磨,在120℃条件下真空干燥24h,得到锆酸钡;

[0055] 将7g的蜂蜡和60g的石蜡混合,升温至90℃熔化,得到蜂蜡和石蜡的熔融混合物;

[0056] 在转速为50rpm的搅拌条件下,将600g的锆酸钡粉末缓慢加入蜂蜡和石蜡的熔融混合物中,加入完毕后继续搅拌10h,得到锆酸钡陶瓷石蜡浆料;

[0057] 将所述锆酸钡陶瓷石蜡浆料继续保持在90℃的条件下继续以10rpm的速率搅拌,以保持浆料分散均匀,以备压铸成型用,压铸成型的压力为20MPa,保压时间为50s,冷却,脱模,得到锆酸钡陶瓷型芯素坯;

[0058] 以工业煅烧后的锆酸钡粉末为埋粉填料,将所述锆酸钡陶瓷型芯素坯置于氧化铝陶瓷匣钵的中心位置,在空气气氛中,以0.2℃/min的升温速率升高温度到90℃,保温10h,以2℃/min的升温速率升温到600℃,保温10h,以5℃/min的升温速率升温到终烧温度1700℃,保温12h,随炉冷却至室温,得到锆酸钡陶瓷型芯;

[0059] 所述陶瓷型芯的室温强度达到35MPa,1500℃的高温强度达到28MPa,具有较高的高温尺寸稳定性,能够承受Nb-Si合金液的侵蚀,制备出的Nb-Si合金叶片具有较高质量的内腔。

[0060] 实施例3

[0061] 将200g粒径为500目的粗晶粒和400g粒径为2000目的细晶粒混合球磨,在120℃条件下真空干燥24h,得到锆酸钡;

[0062] 将7g的蜂蜡和60g的石蜡混合,升温至90℃熔化,得到蜂蜡和石蜡的熔融混合物;

[0063] 在转速为50rpm的搅拌条件下,将600g的锆酸钡粉末缓慢加入蜂蜡和石蜡的熔融混合物中,加入完毕后继续搅拌10h,得到锆酸钡陶瓷石蜡浆料;

[0064] 将所述锆酸钡陶瓷石蜡浆料继续保持在90℃的条件下继续以20rpm的速率搅拌,以保持浆料分散均匀,以备压铸成型用,压铸成型的压力为20MPa,保压时间为50s,冷却,脱模,得到锆酸钡陶瓷型芯素坯;

[0065] 以工业煅烧后的锆酸钡粉末为埋粉填料,将所述锆酸钡陶瓷型芯素坯置于氧化铝陶瓷匣钵的中心位置,在空气气氛中,以0.2℃/min的升温速率升高温度到90℃,保温10h,

以2°C/min的升温速率升温到600°C,保温10h,以5°C/min的升温速率升温到终烧温度1600°C,保温12h,随炉冷却至室温,得到锆酸钡陶瓷型芯;

[0066] 所述陶瓷型芯的室温强度达到32MPa,1500°C的高温强度达到28MPa,具有较高的高温尺寸稳定性,能够承受Nb-Si合金液的侵蚀,制备出的Nb-Si合金叶片具有较高质量的内腔。

[0067] 实施例4

[0068] 将200g粒径为325目的粗晶粒和400g粒径为1500目的细晶粒混合球磨,在120°C条件下真空干燥24h,得到锆酸钡;

[0069] 将7g的蜂蜡和60g的石蜡混合,升温至90°C熔化,得到蜂蜡和石蜡的熔融混合物;

[0070] 在转速为50rpm的搅拌条件下,将600g的锆酸钡粉末缓慢加入蜂蜡和石蜡的熔融混合物中,加入完毕后继续搅拌10h,得到锆酸钡陶瓷石蜡浆料;

[0071] 将所述锆酸钡陶瓷石蜡浆料继续保持在90°C的条件下继续以20rpm的速率搅拌,以保持浆料分散均匀,以备压铸成型用,压铸成型的压力为20MPa,保压时间为50s,冷却,脱模,得到锆酸钡陶瓷型芯素坯;

[0072] 以工业煅烧后的锆酸钡粉末为埋粉填料,将所述锆酸钡陶瓷型芯素坯置于氧化铝陶瓷匣钵的中心位置,在空气气氛中,以0.2°C/min的升温速率升高温度到90°C,保温10h,以2°C/min的升温速率升温到600°C,保温10h,以5°C/min的升温速率升温到终烧温度1500°C,保温12h,随炉冷却至室温,得到锆酸钡陶瓷型芯;

[0073] 所述陶瓷型芯的室温强度达到28MPa,1500°C的高温强度达到26MPa,具有较高的高温尺寸稳定性,能够承受Nb-Si合金液的侵蚀,制备出的Nb-Si合金叶片具有较高质量的内腔。

[0074] 对比例1

[0075] 传统的氧化铝陶瓷型芯:

[0076] 将200g粒径为325目的粗晶粒和400g粒径为1500目的细晶粒混合球磨,在120°C条件下真空干燥24h,得到氧化铝料;

[0077] 将7g的蜂蜡和60g的石蜡混合,升温至90°C熔化,得到蜂蜡和石蜡的熔融混合物;

[0078] 在转速为50rpm的搅拌条件下,将600g的氧化铝粉末缓慢加入蜂蜡和石蜡的熔融混合物中,加入完毕后继续搅拌10h,得到氧化铝陶瓷石蜡浆料;

[0079] 将所述氧化铝陶瓷石蜡浆料继续保持在90°C的条件下继续以20rpm的速率搅拌,以保持浆料分散均匀,以备压铸成型用,压铸成型的压力为20MPa,保压时间为50s,冷却,脱模,得到氧化铝陶瓷型芯素坯;

[0080] 以工业煅烧后的氧化铝粉末为埋粉填料,将所述氧化铝陶瓷型芯素坯置于氧化铝陶瓷匣钵的中心位置,在空气气氛中,以0.2°C/min的升温速率升高温度到90°C,保温10h,以2°C/min的升温速率升温到600°C,保温10h,以5°C/min的升温速率升温到终烧温度1500°C,保温12h,随炉冷却至室温,得到氧化铝陶瓷型芯;

[0081] 所述陶瓷型芯的室温强度为25MPa,1500°C的高温强度仅为10MPa,其尺寸稳定性比锆酸钡的低,高温条件下发生变形,不能用于制备Nb-Si合金叶片,否则其内腔结构难以保证,而锆酸钡较好的高温尺寸稳定性保证了Nb-Si合金叶片的内腔结构。

[0082] 由以上实施例可知,本发明提供的锆酸钡陶瓷型芯素坯可以提高Nb-Si基合金涡

轮叶片的承温能力和在使用过程中的冷却效率。

[0083] 以上所述仅是本发明的优选实施方式,应当指出,对于本技术领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明原理的前提下,还可以做出若干改进和润饰,这些改进和润饰也应视为本发明的保护范围。