



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 115138842 B

(45) 授权公告日 2023. 10. 20

(21) 申请号 202210718103.6

B22F 5/00 (2006.01)

(22) 申请日 2022.06.23

G22C 27/04 (2006.01)

G22C 32/00 (2006.01)

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 115138842 A

(43) 申请公布日 2022.10.04

(73) 专利权人 洛阳科威钨钼有限公司

地址 471000 河南省洛阳市涧西区先进制造业集聚区科技二路

(72) 发明人 张灵杰 岳慎伟 杨雷霆

(74) 专利代理机构 洛阳公信联创知识产权代理有限公司 41190

专利代理师 王学鹏

(56) 对比文件

CN 106119829 A, 2016.11.16

CN 106735190 A, 2017.05.31

CN 108517498 A, 2018.09.11

CN 110193601 A, 2019.09.03

CN 110216277 A, 2019.09.10

CN 111889684 A, 2020.11.06

CN 113048473 A, 2021.06.29

JP 2003253371 A, 2003.09.10

JP H05169414 A, 1993.07.09

US 2002051848 A1, 2002.05.02

审查员 罗艳归

(51) Int. Cl.

B22F 3/04 (2006.01)

B22F 3/16 (2006.01)

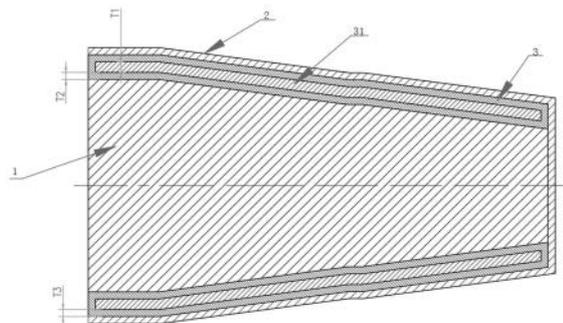
权利要求书2页 说明书6页 附图1页

(54) 发明名称

一种耐高温氧化的高温空气直接点火稳燃器外壳的制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种耐高温氧化的高温空气直接点火稳燃器外壳的制备方法,主要包括如下步骤:通过两次冷等静压制备复合材料外壳坯体;将复合材料外壳坯体置于氢气炉内加热至1400℃-2000℃并保温12h-72h,制得烧结态复合材料外壳;对烧结态复合材料外壳进行机加工、清洗、干燥、喷砂;采用常温雾化涂覆方法在烧结态复合材料外壳的内、外表面分别涂覆涂料制备陶瓷防护层,然后进行高温烧结,缓慢降温至室温取出,即得到耐高温氧化的高温空气直接点火稳燃器外壳。通过该制备方法制备的稳燃器外壳具有良好的耐高温氧化性能。



1. 一种耐高温氧化的高温空气直接点火稳燃器外壳的制备方法,其特征在于,主要包括如下步骤:

(1)、将合金粉末经冷等静压压制成合金外壳毛坯;

(2)、对步骤(1)得到的合金外壳毛坯进行车削加工得到合金外壳坯体,合金外壳坯体的形状与成品外壳基本一致,尺寸方面留有相应余量;

(3)、按照重量百分比,取40%-80%的Mo粉、10%-40%的Si粉、5%-20%的Hf粉、1%-5%的CeO₂粉和1%-5%的La₂O₃粉进行混合,制得混合粉末;

(4)、将步骤(2)得到的合金外壳坯体置于带有芯棒的橡胶模具中,确保合金外壳坯体的内表面与芯棒的外表面之间、合金外壳坯体的外表面与橡胶模具的内壁之间均留有5~40mm的间隙,将步骤(3)制备的混合粉末均匀倒入间隙中,然后将橡胶模具置于冷等静压机中进行冷等静压压制,即得到复合材料外壳坯体;

(5)、将复合材料外壳坯体置于氢气炉内加热至1400℃-2000℃并保温12h-72h,制得烧结态复合材料外壳;

(6)、对烧结态复合材料外壳进行机加工、清洗、喷砂;

(7)、采用常温气雾化涂覆方法在步骤(6)处理后的烧结态复合材料外壳的内、外表面分别涂覆涂料制备陶瓷防护层,得到预制稳燃器外壳;

(8)、使用真空炉对预制稳燃器外壳进行高温烧结,缓慢降温至室温取出,即得到耐高温氧化的稳燃器外壳;

其中,步骤(8)中,高温烧结的参数为:以10℃/min-40℃/min的升温速率升温至1200℃-1700℃并保温2h-8h。

2. 根据权利要求1所述的一种耐高温氧化的高温空气直接点火稳燃器外壳的制备方法,其特征在于,步骤(1)中,所述合金粉末的组分为以下几种中的任意一种:

第一种:一种难熔金属粉末;

第二种:至少两种难熔金属组成的合金粉末;

第三种:由一种或多种难熔金属与其它金属和/或非金属元素组成的多元合金粉末;

第四种:由一种或多种难熔金属与其它金属或非金属氧化物组成的多元合金粉末。

3. 根据权利要求1所述的一种耐高温氧化的高温空气直接点火稳燃器外壳的制备方法,其特征在于,步骤(1)中,合金粉末的费氏粒度在4μm以上,且比表面积为0.2-0.3m²/g。

4. 根据权利要求1所述的一种耐高温氧化的高温空气直接点火稳燃器外壳的制备方法,其特征在于,步骤(1)中,冷等静压压制时的压力为160-200Mpa,保压时间为5min-30min。

5. 根据权利要求1所述的一种耐高温氧化的高温空气直接点火稳燃器外壳的制备方法,其特征在于,步骤(3)中,所使用的Mo粉、Si粉、Hf粉、CeO₂粉和La₂O₃粉的纯度均不小于99.95%,粒度均为3.5-4.2μm。

6. 根据权利要求1所述的一种耐高温氧化的高温空气直接点火稳燃器外壳的制备方法,其特征在于,步骤(4)中,冷等静压的压力为160-180Mpa,保压时间为5min-30min。

7. 根据权利要求1所述的一种耐高温氧化的高温空气直接点火稳燃器外壳的制备方法,其特征在于,步骤(4)中,合金外壳坯体与芯棒和橡胶模具保持同轴度高于0.03mm。

8. 根据权利要求1所述的一种耐高温氧化的高温空气直接点火稳燃器外壳的制备方

法,其特征在于,步骤(7)中,制备陶瓷防护层所使用的涂料为氧化物与高温粘结剂构成的悬浮液,其中,所使用的氧化物包括如下按重量百分比计的组分:20%-40% CrO_2 、10%-40% TiO_2 、1%-10% ReO_2 、10%-20% Si_3N_4 、5%-10% SiC 、0.1%-5% Lu_2O_3 、0.1%-5% Yb_2O_3 、0.1%-5% Tm_2O_3 、0.1%-5% Y_2O_3 、0.1%-5% Er_2O_3 ,所使用的高温粘结剂为羟基和/或羧基类高温粘结剂。

9.根据权利要求1所述的一种耐高温氧化的高温空气直接点火稳燃器外壳的制备方法,其特征在于,步骤(7)中,分多次少量进行涂料涂覆,单次涂覆量为 $25\mu\text{m}/\text{次}$ - $75\mu\text{m}/\text{次}$ 。

一种耐高温氧化的高温空气直接点火稳燃器外壳的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及钼材料技术领域,具体的说是一种耐高温氧化的高温空气直接点火稳燃器外壳的制备方法。

背景技术

[0002] 难熔合金因具有高温强度和高温硬度高、导热导电性能好、热膨胀系数低等优越的机械性能和物理性能,被广泛用于冶金、机械、能源、化工、国防和电子等领域。同时,由于其良好的耐高温性能,也常以加热炉腔的形式被广泛应用于高温炉和真空炉中。

[0003] 高温空气直接点火稳燃器在工作时内腔温度会瞬间达到1600℃左右,目前国内外市场上通用的高温钢和特种钢的耐受温度均在1200℃左右,远远达不到高温空气直接点火稳燃器使用的基本要求。因此,使用难熔金属及其合金作为高温空气直接点火稳燃器的壳体成为了必然。但是,难熔金属及其合金在有氧环境下,温度高于400℃时,很容易与氧气发生反应,易发生材料损耗、热力学性能下降等问题。

[0004] 因此,如何解决难熔金属及其合金在有氧环境下的使用性能和使用寿命问题,成为了解决高温空气直接点火稳燃器开发和应用的突破点。

发明内容

[0005] 为了克服现有技术中的不足,本发明提供了一种耐高温氧化的高温空气直接点火稳燃器外壳的制备方法,通过该制备方法制备的高温空气直接点火稳燃器外壳克服了在有氧环境下、高温时易氧化、使用性能严重下降的问题。

[0006] 为了实现上述目的,本发明采用的具体方案为:

[0007] 一种耐高温氧化的高温空气直接点火稳燃器外壳的制备方法,主要包括如下步骤:

[0008] (1)、将合金粉末经冷等静压压制合金外壳毛坯;

[0009] (2)、对步骤(1)得到的合金外壳毛坯进行车削加工得到合金外壳坯体,合金外壳坯体的形状与成品外壳基本一致,尺寸方面留有相应余量;

[0010] (3)、按照重量百分比,取40%-80%的Mo粉、10%-40%的Si粉、5%-20%的Hf粉、1%-5%的CeO₂粉和1%-5%的La₂O₃粉进行混合,制得混合粉末;

[0011] (4)、将步骤(2)得到的合金外壳坯体置于带有芯棒的橡胶模具中,确保合金外壳坯体的内表面与芯棒的外表面之间、合金外壳坯体的外表面与橡胶模具的内壁之间均留有5~40mm的间隙,将步骤(3)制备的混合粉末均匀倒入间隙中,然后将橡胶模具置于冷等静压机中进行冷等静压压制,即得到复合材料外壳坯体;

[0012] (5)、将复合材料外壳坯体置于氢气炉内加热至1400℃-2000℃并保温12h-72h,制得烧结态复合材料外壳;

[0013] (6)、对烧结态复合材料外壳进行机加工、清洗、干燥、喷砂;

[0014] (7)、采用常温气雾化涂覆方法在步骤(6)处理后的烧结态复合材料外壳的内、外

表面分别涂覆涂料制备陶瓷防护层,得到预制稳燃器外壳;

[0015] (8)、使用真空炉对预制稳燃器外壳进行高温烧结,缓慢降温至室温取出,即得到耐高温氧化的稳燃器外壳。

[0016] 进一步地,步骤(1)中,所述合金粉末的组分为以下几种中的任意一种:

[0017] 第一种:一种难熔金属粉末;

[0018] 第二种:至少两种难熔金属组成的合金粉末;

[0019] 第三种:由一种或多种难熔金属与其它金属和/或非金属元素组成的多元合金粉末;

[0020] 第四种:由一种或多种难熔金属与其它金属或非金属氧化物组成的多元合金粉末。

[0021] 进一步地,步骤(1)中,合金粉末的费氏粒度在 $4\mu\text{m}$ 以上,且比表面积为 $0.2-0.3\text{m}^2/\text{g}$ 。

[0022] 进一步地,步骤(1)中,冷等静压压制时的压力为 $160-200\text{Mpa}$,保压时间为 $5\text{min}-30\text{min}$ 。

[0023] 进一步地,步骤(3)中,所使用的Mo粉、Si粉、Hf粉、 CeO_2 粉和 La_2O_3 粉的纯度均不小于 99.95% ,粒度均为 $3.5-4.2\mu\text{m}$ 。

[0024] 进一步地,步骤(4)中,冷等静压的压力为 $160-180\text{Mpa}$,保压时间为 $5\text{min}-30\text{min}$ 。

[0025] 进一步地,步骤(4)中,合金外壳坯体与芯棒和橡胶模具应保持同轴度高于 0.03mm 。

[0026] 进一步地,步骤(7)中,制备陶瓷防护层所使用的涂料为氧化物与高温粘结剂构成的悬浮液,其中,所使用的氧化物包括如下按重量百分比计的组分: $20\%-40\% \text{CrO}_2$ 、 $10\%-40\% \text{TiO}_2$ 、 $1\%-10\% \text{ReO}_2$ 、 $10\%-20\% \text{Si}_3\text{N}_4$ 、 $5\%-10\% \text{SiC}$ 、 $0.1\%-5\% \text{Lu}_2\text{O}_3$ 、 $0.1\%-5\% \text{Yb}_2\text{O}_3$ 、 $0.1\%-5\% \text{Tm}_2\text{O}_3$ 、 $0.1\%-5\% \text{Y}_2\text{O}_3$ 、 $0.1\%-5\% \text{Er}_2\text{O}_3$,使用的高温粘结剂为羟基、羧基类高温粘结剂。

[0027] 进一步地,步骤(7)中,分多次少量进行涂料涂覆,单次涂覆量为 $25\mu\text{m}/\text{次}-75\mu\text{m}/\text{次}$ 。

[0028] 进一步地,步骤(8)中,高温烧结的参数为:以 $10^\circ\text{C}/\text{min}-40^\circ\text{C}/\text{min}$ 的升温速率升温至 $1200^\circ\text{C}-1700^\circ\text{C}$ 并保温 $2\text{h}-8\text{h}$ 。

[0029] 有益效果:

[0030] (1)本发明以两次冷等静压+氢气烧结的方式制备烧结态复合材料外壳,再通过在烧结态复合材料外壳的内、外表面制备陶瓷防护层并进行高温烧结,能够得到表面具备标准厚度防护层的复合材料壳体,即得到耐高温氧化的稳燃器外壳,其中,表面防护层与烧结态复合材料外壳属于冶金结合,避免了现有技术中制备表面防护层常见的涂层脱落和抗热震性能差等问题。

[0031] (2)、本发明通过气雾化方法对复合材料壳体的内外表面进行涂覆,旨在封闭粉末冶金法烧结制备烧结态复合材料外壳表面的孔隙路径,经真空高温烧结后,形成致密的陶瓷保护层,形成对烧结态复合材料外壳的有效防护,最终提高了稳燃器外壳的耐高温氧化和抗热震损耗能力。

附图说明

[0032] 图1为本发明中合金外壳坯体在橡胶模具中压制成型后的结构示意图。

[0033] 图示标记:1、芯棒,2、橡胶模具,3、复合材料外壳坯体,31、合金外壳坯体。

具体实施方式

[0034] 下面将结合具体实施例对本发明的技术方案进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施例仅仅是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动的前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明的保护范围。

[0035] 一种耐高温氧化的高温空气直接点火稳燃器外壳的制备方法,主要包括如下步骤:

[0036] (1)、将合金粉末经冷等静压压制合金外壳毛坯,所选用的合金粉末的费氏粒度在 $4\mu\text{m}$ 以上,且比表面积为 $0.2-0.3\text{m}^2/\text{g}$ 。冷等静压压制时的压力为 $160-200\text{Mpa}$,保压时间为 $5\text{min}-30\text{min}$ 。

[0037] (2)、对步骤(1)得到的合金外壳毛坯进行车削加工得到合金外壳坯体,合金外壳坯体的形状与成品外壳基本一致,尺寸方面留有相应余量;需要说明的是,此处的“相应余量”包含混合粉末压制成型的厚度、后续烧结收缩余量以及加工余量;

[0038] (3)、按照重量百分比,取 $40\%-80\%$ 的Mo粉、 $10\%-40\%$ 的Si粉、 $5\%-20\%$ 的Hf粉、 $1\%-5\%$ 的 CeO_2 粉和 $1\%-5\%$ 的 La_2O_3 粉进行混合,制得混合粉末;其中,所使用的Mo粉、Si粉、Hf粉、 CeO_2 粉和 La_2O_3 粉的纯度均不小于 99.95% ,粒度均为 $3.5-4.2\mu\text{m}$;

[0039] (4)、将步骤(2)得到的合金外壳坯体置于带有芯棒的橡胶模具中,确保合金外壳坯体的内表面与芯棒的外表面之间、合金外壳坯体的外表面与橡胶模具的内壁之间均留有 $5-40\text{mm}$ 的间隙,将步骤(3)制备的混合粉末均匀倒入间隙中,其中,混合粉末撒布需均匀一致,封闭橡胶模具后,对模具进行整形处理,确保各处无粉末偏心等状况存在;粉质壳体与芯棒和橡胶模具保持同轴度高于 0.03mm ,然后将橡胶模具置于冷等静压机中进行冷等静压制,冷等静压的压力为 $160-180\text{Mpa}$,保压时间为 $5\text{min}-30\text{min}$,即得到复合材料外壳坯体;

[0040] (5)、将复合材料外壳坯体置于氢气炉内加热至 $1400^\circ\text{C}-2000^\circ\text{C}$ 并保温 $12\text{h}-72\text{h}$,制得烧结态复合材料外壳;

[0041] (6)、对烧结态复合材料外壳进行机加工、清洗、喷砂;

[0042] (7)、采用常温气雾化涂覆方法在步骤(6)处理后的烧结态复合材料外壳的内、外表面分别涂覆涂料制备陶瓷防护层,得到预制稳燃器外壳;详细地,制备陶瓷防护层所使用的涂料为氧化物与高温粘结剂构成的悬浮液,其中,所使用的氧化物按重量百分比为 $20\%-40\% \text{CrO}_2$ 、 $10\%-40\% \text{TiO}_2$ 、 $10\%-20\% \text{ReO}_2$ 、 $10\%-30\% \text{Si}_3\text{N}_4$ 、 $5\%-10\% \text{SiC}$ 、 $0.1\%-5\% \text{Lu}_2\text{O}_3$ 、 $0.1\%-5\% \text{Yb}_2\text{O}_3$ 、 $0.1\%-5\% \text{Tm}_2\text{O}_3$ 、 $0.1\%-5\% \text{Y}_2\text{O}_3$ 、 $0.1\%-5\% \text{Er}_2\text{O}_3$,所使用的高温粘结剂为羟基、羧基类高温粘结剂,羟基、羧基类高温粘结剂包含丙酮、硅烷偶联剂、二甲苯、正丁醇以及其他可以作为高温粘结剂的碳氢化合物中的至少一种;陶瓷防护层的制备时分多次少量进行涂料涂覆,单次涂覆量为 $25\mu\text{m}/\text{次}-75\mu\text{m}/\text{次}$;

[0043] (8)、使用真空炉对预制稳燃器外壳进行高温烧结(高温烧结参数:以 $10^\circ\text{C}/\text{min}-40^\circ\text{C}/\text{min}$ 的升温速率升温至 $1200^\circ\text{C}-1700^\circ\text{C}$ 并保温 $2\text{h}-8\text{h}$),缓慢降温至室温取出,即得到耐高

温氧化的稳燃器外壳。

[0044] 需要说明的是,所述合金粉末的组分为以下几种中的任意一种:

[0045] 一种难熔金属粉末;

[0046] 第二种:至少两种难熔金属组成的合金粉末;

[0047] 第三种:由一种或多种难熔金属与其它金属和/或非金属元素组成的多元合金粉末;

[0048] 第四种:由一种或多种难熔金属与其它金属或非金属氧化物组成的多元合金粉末。

[0049] 请参考图1,T1表示合金外壳坯体的厚度,T2表示芯棒与合金外壳坯体内表面之间的合金粉末压制后的厚度,T3表示橡胶磨具内壁与合金外壳坯体外表面之间的合金粉末压制后的厚度,其中,(1)T1、T2和T3的厚度需综合考虑直接点火稳燃器工作时的负载、防护层的有效厚度和冷等静压压制及烧结收缩量;(2)T2=T3;(3)芯模由不锈钢等具有一定屈服强度的实心材料构成,避免在冷等静压压制过程中,芯模受力弯曲导致芯模损坏;(4)橡胶磨具为橡胶制品,具备良好的伸缩性,完整,无破损。

[0050] 实施例1

[0051] 一种耐高温氧化的高温空气直接点火稳燃器外壳的制备方法,包括以下步骤:

[0052] (1)、取纯度为99.95%的纯钼粉,选取费氏粒度在4 μm 以上的合金粉末,且比表面积为0.2-0.3 m^2/g 的粉末,经历冷等静压压制、破碎后,通过粒度分级设备选取费氏粒度4.2 μm ,比表面积为0.2 m^2/g 的钼粉,经冷等静压压制,压力为160Mpa,保压时间为15min后制得合金外壳毛坯;

[0053] (2)、对合金外壳毛坯进行车削加工,使其形状与成品外壳基本一致,尺寸方面需预留出混合粉末压制成型的厚度、后续烧结收缩余量以及加工余量;

[0054] (3)、按照重量百分比,取40%的Mo粉、40%的Si粉、10%的Hf粉、5%的CeO₂粉和5%的La₂O₃粉进行混合,制得混合粉末,所选用的粉末的纯度均 $\geq 99.95\%$,且粒度均控制在3.5-4.2 μm 左右;

[0055] (4)、将步骤(2)得到的合金外壳坯体置于带有芯棒的橡胶模具中,确保内外表面与橡胶模具内表面和芯棒外表面合适间距,合金外壳坯体与芯棒和橡胶模具保持同轴度为0.02mm,并将混合粉末均匀倒入模具中,置于冷等静压机中进行二次压制。其中,压力为180Mpa,保压时间为5min成型为复合材料外壳坯体,其中T2=T3=15mm;

[0056] (5)、将复合材料外壳坯体置于氢气炉内烧结,制得烧结态复合材料外壳,氢气炉温度为1400 $^{\circ}\text{C}$,加热时间为42h;

[0057] (6)、将烧结复合材料外壳机加工后,清洗,喷砂,喷砂等级为Sa3.0级,使用丙酮或者去离子水清洗后,干燥备用;

[0058] (7)、采用常温气雾化涂覆方法在步骤(6)处理后的烧结态复合材料外壳的内、外表面分别涂覆涂料制备陶瓷防护层,得到预制稳燃器外壳;所使用的涂料是由氧化物与高温粘结剂构成的悬浮液,其中,氧化物包括如下按质量百分比计的组分:25%CrO₂、40%TiO₂、5%ReO₂、15%Si₃N₄、10%SiC以及2.6%Lu₂O₃和2.4%Yb₂O₃;采用的高温粘结剂为丙酮和正丁醇,丙酮和正丁醇的质量比分别为40%和60%,单次涂覆量为25 μm /次,膜厚250 μm ;

[0059] (8)、使用真空炉对预制稳燃器外壳进行高温烧结,烧结温度为1200 $^{\circ}\text{C}$,升温速度

为10℃/min,达到设计温度后,保温时间为2h,随后缓慢降温至室温后取出,得到耐高温氧化的稳燃器外壳。

[0060] 实施例2

[0061] 一种耐高温氧化的高温空气直接点火稳燃器外壳的制备方法,包括以下步骤:

[0062] (1)、取纯度为99.95%的纯钨粉和99.95%的纯镍粉,费氏粒度分别为4.02 μm 和4.1 μm ,按照重量比2:1进行混合,且比表面积为0.2 m^2/g 的粉末,经冷等静压压制,压力为170Mpa,保压时间为10min后制得合金外壳毛坯;

[0063] (2)、对合金外壳毛坯进行车削加工,使其形状与成品基本一致,尺寸方面需预留出混合粉末压制成型的厚度、后续烧结收缩余量以及加工余量;

[0064] (3)、按照重量百分比,取60%的Mo粉、25%的Si粉、5%的Hf粉、6%的CeO₂粉和4%的La₂O₃粉进行混合,制得混合粉末,所选用的粉末的纯度均 \geq 99.95%,且粒度均控制在3.5-4.2 μm 左右;

[0065] (4)、将步骤(2)得到的合金外壳坯体置于带有芯棒的橡胶模具中,确保内外表面与模具内表面和芯棒外表面合适间距,合金外壳坯体与芯棒和橡胶模具保持同轴度为0.01mm,并将混合粉末均匀倒入模具中,置于冷等静压机中进行二次压制。其中,压力为175Mpa,保压时间为8min成型为复合材料外壳坯体,其中,T₂=T₃=10mm;

[0066] (5)、将复合材料外壳坯体置于氢气炉内烧结,制得烧结态复合材料外壳,氢气炉温度为1600℃,加热时间为48h;

[0067] (6)、将烧结态复合材料外壳机加工后,清洗,喷砂,喷砂等级为Sa3.0级,使用丙酮或者去离子水清洗后,干燥备用;

[0068] (7)、采用常温气雾化涂覆方法在步骤(6)处理后的烧结态复合材料外壳的内、外表面分别涂覆涂料制备陶瓷防护层,得到预制稳燃器外壳;所使用的涂料是由氧化物与高温粘结剂构成的悬浮液,其中,氧化物包括如下按质量百分比计的组分:40% CrO₂、34% TiO₂、1% ReO₂、15% Si₃N₄、8% SiC以及0.05% Lu₂O₃、1.1% Y₂O₃和0.85% Yb₂O₃,选用的高温粘结剂为丙酮,单次涂覆量为35 μm /次,膜厚300 μm ;

[0069] (8)、使用真空炉对预制稳燃器外壳进行高温烧结,烧结温度为1500℃,升温速度为20℃/min,达到设计温度后,保温时间为4h,随后缓慢降温至室温后取出,得到耐高温氧化的稳燃器外壳。

[0070] 实施例3

[0071] 一种耐高温氧化的高温空气直接点火稳燃器外壳的制备方法,包括以下步骤:

[0072] (1)、取纯度为99.95%的纯钨粉、99.95%的纯钼粉以及99.95%的纯镍粉,费氏粒度分别为4.0 μm 、4.2 μm 和4.24 μm ,按照重量比10%:75%:15%进行混合,且比表面积为0.2 m^2/g 的粉末,经冷等静压压制,压力为200Mpa,保压时间为30min后制得合金外壳毛坯;

[0073] (2)、对合金外壳毛坯进行车削加工,使其形状与成品外壳基本一致,尺寸方面需预留出混合粉末压制成型的厚度、后续烧结收缩余量以及加工余量;

[0074] (3)、按照重量百分比,取80%的Mo粉、10%的Si粉、3%的Hf粉、5%的CeO₂粉和2%的La₂O₃粉进行混合,制得混合粉末,所选用的粉末的纯度均 \geq 99.95%,且粒度均控制在3.5-4.2 μm 左右;

[0075] (4)、将步骤(2)得到的合金外壳坯体置于带有芯棒的橡胶模具中,确保内外表面

与橡胶模具内表面和芯棒外表面合适间距,合金外壳坯体与芯棒和橡胶模具保持同轴度为0.01mm,并将混合粉末均匀倒入模具中,置于冷等静压机中进行二次压制。其中,压力为180Mpa,保压时间为10min成型为复合材料外壳坯体,其中 $T_2=T_3=8\text{mm}$;

[0076] (5)、将复合材料外壳坯体置于氢气炉内烧结,制得烧结态复合材料外壳,氢气炉温度为 1600°C ,加热时间为48h;

[0077] (6)、对烧结态复合材料外壳进行机加工、清洗、喷砂,喷砂等级为Sa3.0级,使用丙酮或者去离子水清洗后,干燥备用;

[0078] (7)、采用常温气雾化涂覆方法在步骤(6)处理后的烧结态复合材料外壳的内、外表面分别涂覆涂料制备陶瓷防护层,得到预制稳燃器外壳;其中,所使用的涂料是由氧化物与高温粘结剂构成的悬浮液,其中,氧化物包括如下按质量百分比计的组分:35% CrO_2 、27% TiO_2 、6.6% ReO_2 、12% Si_3N_4 、6% SiC 、0.1% Lu_2O_3 、0.6% Er_2O_3 、0.46% Yb_2O_3 和0.24% La_2O_3 ;采用的高温粘结剂为硅烷偶联剂、二甲苯和丙酮,硅烷偶联剂、二甲苯和丙酮的质量比分别为20%、40%和60%,单次涂覆量为 $70\mu\text{m}$ /次,膜厚 $350\mu\text{m}$;

[0079] (8)、使用真空炉对预制稳燃器外壳进行高温烧结,烧结温度为 1600°C ,升温速度为 $25^\circ\text{C}/\text{min}$,达到设计温度后,保温时间为6h,随后缓慢降温至室温后取出,制得耐高温氧化的稳燃器外壳。

[0080] 分别对实施例1~3制得的耐高温氧化的稳燃器外壳进行同等条件下的中频感应加热测试和高温有氧试验,均表现出良好的升温速率和较好的耐高温氧化和抗热震能力。

[0081] 以上所述,仅是本发明的较佳实施例而已,并非随本发明作任何形式上的限制。凡根据本发明的实质所做的等效变换或修饰,都应该涵盖在本发明的保护范围之内。

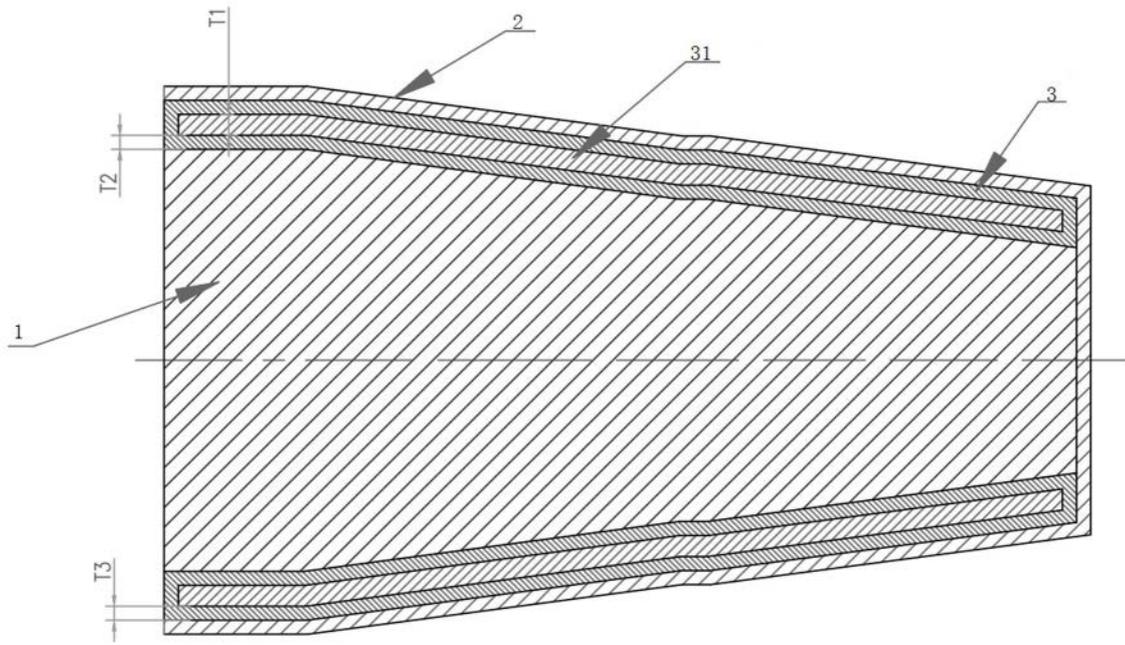


图1