



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103586468 A

(43) 申请公布日 2014. 02. 19

(21) 申请号 201310552493. 5

(22) 申请日 2013. 11. 08

(71) 申请人 中国航空工业集团公司北京航空材料研究院

地址 100095 北京市海淀区北京 81 信箱

(72) 发明人 朱郎平 李建崇 南海 黄东  
赵嘉琪

(74) 专利代理机构 中国航空专利中心 11008  
代理人 陈宏林

(51) Int. Cl.  
B22F 3/16 (2006. 01)

权利要求书1页 说明书4页

(54) 发明名称

一种 TiAl 合金粉末近净成型的方法

(57) 摘要

本发明是一种 TiAl 合金粉末近净成型的方法,该方法特别适用于 TiAl 合金粉末成型。该方法首先将制备所需成形构件的蜡模,然后利用粘结剂及氧化物陶瓷粉末配制涂料,将涂料涂覆到蜡模表面,经过干燥、脱蜡、烧结处理得到具有一定厚度、强度及高温塑性的陶瓷模;将 TiAl 合金粉末填入陶瓷模当中并振实,再将陶瓷模置入金属包套当中,并在金属包套与陶瓷模之间填充金属氧化物砂,然后将金属包套抽真空并封焊,最后对金属包套进行热等静压,陶瓷模在高温高压作用下塑性变形收缩,使 TiAl 合金粉末被压缩致密化而形成出所需形状的构件。该方法能够实现复杂结构构件近净成形,组织细小均匀,不出现冶金缺陷,且成形温度低,避免了金属与陶瓷模之间的界面反应。

1. 一种 TiAl 合金粉末近净成型的方法,该方法首先制备塑性陶瓷模和金属包套,然后在塑性陶瓷模内填充 TiAl 合金粉末,将已经填充 TiAl 合金粉末的塑性陶瓷模装入金属包套中,焊好金属包套的上端盖,进行热等静压成形,其特征在于:在塑性陶瓷模与金属包套之间填充陶瓷粉末,并振实,然后对金属包套内进行高温脱气处理,处理温度为 300 ~ 700℃,处理真空度为  $10^{-2} \sim 10^{-5}$ Pa;

所述陶瓷粉末为氧化钇砂、氧化锆砂或氧化铝砂,粒度范围为 0.1mm ~ 1mm;

TiAl 合金粉末平均粒度范围为 20 ~ 200 微米。

2. 根据权利要求 1 所述的 TiAl 合金粉末近净成型的方法,其特征在于:热等静压成形时,应首先升高温度到 750℃ ~ 850℃,然后升高压力至 100 ~ 200MPa,升压速率为 0.1 ~ 5MPa/min,之后继续升高温度至 1100℃ ~ 1350℃,升温速率为 1 ~ 20℃ /min,并保温 1 ~ 6 小时。

3. 根据权利要求 1 所述的 TiAl 合金粉末近净成型的方法,其特征在于:制备金属包套的材料为 304 不锈钢、低碳钢或纯钛金属。

## 一种 TiAl 合金粉末近净成型的方法

### 技术领域

[0001] 本发明是一种 TiAl 合金粉末近净成型的方法,属于粉末冶金领域。

### 背景技术

[0002] TiAl 合金具有密度小、高温力学性能好及高温抗氧化能力较强等特点,使用温度可达 860℃ 以上,是优良的结构材料。但阻碍其大规模应用的瓶颈在于其室温塑性和难加工性。TiAl 合金熔融液体的流动性差,采用传统的铸造工艺存在其铸件中存在大量气孔和疏松,且铸态组织晶粒粗大,浇铸后产品的室温延性低,实际应用受到限制。而锻造可以使组织性能得到很好的改善,但对于一些复杂结构的构件,使用锻造成形也存在困难。粉末冶金工艺可以很好的解决这些问题,它不仅实现了近净成形,而且避免了铸造所带来的缺陷和成分偏析,随着高性能粉末制备和致密化工艺的改进,粉末冶金 TiAl 合金的室温脆性问题已基本解决,力学性能接近于锻造合金。

[0003] 目前,研究较为广泛的金属粉末近净成形方法主要分为热等静压成形、激光烧结成形、喷射成形、注射成形、压制成形等。专利 200610019368 及 200610125223 介绍了激光烧结成形结合热等静压处理,能够快速制造成整体,完全致密构件;专利 201010604451 提供一种单向压制结合烧结的方法成形金属靶材的方法,能大幅度提高产品纯度。热等静压成形由于能够一次性实现材料的全致密,工艺较成熟,是一种理想的粉末成型方法,专利 200880117256 采用石墨模具进行热等静压,可成形 2 米长的构件;专利 200980109812 提供一种热等静压用型芯及其使用方法,用于成形要求精确内腔结构构件。文献方面,“316L 粉末热等静压致密化过程数值模拟”模拟了粉末包套热等静压的变形过程,“热压金属粉末变形机构探讨”探讨了该过程中粉末收缩变形理论。

[0004] 利用粉末热等静压不仅能够实现材料的净近成形,而且一次性实现粉末的全致密,性能好,在成形结构复杂,加工难度大的材料方面具有较大的优势,应用前景广阔。塑性陶瓷是一种新型的陶瓷材料,在高温和压力作用下能够发生塑性变形。陶瓷化学惰性好,与金属材料在高温下几乎不发生反应,在金属材料热成形领域广泛应用。

### 发明内容

[0005] 本发明利用陶瓷模在高温高压作用下产生收缩变形,实现陶瓷模内部 TiAl 合金粉末的收缩致密化而成型得到所需形状的构件。

[0006] 本发明的目的是通过以下技术方案来实现的:

[0007] 该种 TiAl 合金粉末近净成型的方法,该方法首先制备塑性陶瓷模和金属包套,然后在塑性陶瓷模内填充 TiAl 合金粉末,将已经填充 TiAl 合金粉末的塑性陶瓷模装入金属包套中,焊好金属包套的上端盖,进行热等静压成形,其特征在于:在塑性陶瓷模与金属包套之间填充陶瓷粉末,并振实,然后对金属包套内进行高温脱气处理,处理温度为 300 ~ 700℃,处理真空度为  $10^{-2} \sim 10^{-5}$ Pa;

[0008] 所述陶瓷粉末为氧化钇砂、氧化锆砂或氧化铝砂,粒度范围为 0.1mm ~ 1mm;

[0009] TiAl 合金粉末平均粒度范围为 20 ~ 200 微米。

[0010] 热等静压成形时,应首先升高温度到 750℃ ~ 850℃,然后升高压力至 100 ~ 200MPa,升压速率为 0.1 ~ 5MPa/min,之后继续升高温度至 1100℃ ~ 1350℃,升温速率为 1 ~ 20℃ /min,并保温 1 ~ 6 小时。

[0011] 制备金属包套的材料为 304 不锈钢、低碳钢或纯钛金属。

[0012] 塑性陶瓷模制备的过程是:首先制备出所需成型形状的蜡模,然后将金属氧化物粉末及粘结剂按照一定比例均匀混合配制成涂料,将调制好的涂料多次均匀的涂覆到蜡模表面,经过干燥、脱蜡、烧结处理,得到具有一定空腔形状、厚度和强度的陶瓷模壳;

[0013] 热等静压成形后,将金属包套冷却取出,使用机加工方法剥离金属外包套,清除陶瓷粉及陶瓷模,吹沙处理后得到所需成形的构件。

[0014] 本发明技术方案的优点是:一次性实现 TiAl 合金粉末的全致密;相对于传统热等静压成形工艺成本低、易于脱模;采用蜡模造型,可制造出较复杂的形状、制作难度低;以陶瓷材料为模具,与 TiAl 合金粉末反应性低、对压坯形状适应性好、易剥离,适合生产复杂形状粉零部件。

## 具体实施方式

[0015] 实施例 1

[0016] 选择直径 15mm,长 80mm 的圆棒为预成型构件进行陶瓷模热等静压成形,实施步骤如下:

[0017] 1. 制备圆棒蜡模;将质量百分含量分别为 68%、30% 及 2% 的氧化铝粉、二氧化硅和二氧化钛粉均匀混合,然后按照粉液质量百分比 2:1 加入硅溶胶,搅拌均匀配制成涂料;将调制好的涂料均匀涂覆到蜡模表面,干燥 2 小时;重复进行涂料和干燥步骤 6 次,干燥 24 小时后脱蜡,在 1100℃ 烧结处理,冷却后得到陶瓷模;

[0018] 2. 采用低碳钢制备厚度为 3mm,直径为 50mm,高为 120mm 的金属包套;

[0019] 3. 将平均粒度 20 微米的钛铝合金粉末填充进入陶瓷模当中并振实,然后将已经填充钢粉的陶瓷模中装入不锈钢包套中间,并在陶瓷模周围填充平均粒径为 1mm 的氧化锆砂,振实;

[0020] 4. 焊接好金属包套端盖,对包套在 300℃ 进行脱气处理,真空度达到  $10^{-2}$ Pa,并封焊抽气管;

[0021] 5. 将封焊好的金属包套进行热等静压,先升温至 800℃,再缓慢升压至 100MPa,升压速率 2MPa/min,然后升温至 1100℃,升温速率为 10℃ /min,保温 2 小时;

[0022] 6. 冷却取出后,使用机加工方法剥离金属包套,清除陶瓷粉及陶瓷模,吹沙处理后得到完整成形的圆棒试样。

[0023] 实施例 2

[0024] 选择直径 15mm,长 80mm 的圆棒为预成型构件进行陶瓷模热等静压成形,实施步骤如下:

[0025] 1. 制备圆棒蜡模;将质量百分含量分别为 70%、30% 的氧化钪粉、氧化锆粉均匀混合,然后按照粉液质量百分比 2:1 加入钪溶胶,搅拌均匀配制成涂料;将调制好的涂料均匀涂覆到蜡模表面,干燥 2 小时;重复进行涂料和干燥步骤 6 次,并干燥 24 小时后脱蜡,在

1450℃烧结处理,冷却后得到陶瓷模;

[0026] 2. 采用 304 不锈钢制备厚度为 3mm,直径为 50mm,高为 120mm 的金属包套;

[0027] 3. 将平均粒度 200 微米的 TiAl 合金粉末填充进入陶瓷模当中并振实,然后将已经填充钢粉的陶瓷模中装入不锈钢包套中间,并在陶瓷模周围填充平均粒径为 0.5mm 的氧化钇砂,振实;

[0028] 4. 焊接好金属包套端盖,对包套在 700℃进行脱气处理,真空度达到  $10^{-4}$ Pa,并封焊抽气管;

[0029] 5. 将封焊好的金属包套进行热等静压,先升温至 750℃,再缓慢升压至 200MPa,升压速率 0.1MPa/min,然后升温至 1200℃,升温速率为 1℃/min,保温 4 小时;

[0030] 6. 冷却取出后,使用机加工方法剥离金属包套,清除陶瓷粉及陶瓷模,吹沙处理后得到完整成形的圆棒试样。

[0031] 实施例 3

[0032] 选择直径 15mm,长 80mm 的圆棒为预成型构件进行陶瓷模热等静压成形,实施步骤如下:

[0033] 1. 制备圆棒蜡模;将质量百分含量分别为 95%、5% 的氧化锆粉、二氧化钛粉均匀混合,然后按照粉液质量百分比 2:1 加入锆溶胶,搅拌均匀配制成涂料;将调制好的涂料均匀涂覆到蜡模表面,干燥 2 小时;重复进行涂料和干燥步骤 6 次,干燥 24 小时后脱蜡、在 1500℃烧结处理,冷却后得到陶瓷模;

[0034] 2. 采用 304 不锈钢制备厚度为 3mm,直径为 50mm,高为 120mm 的金属包套;

[0035] 3. 将平均粒度 100 微米的钛铝合金粉末填充进入陶瓷模当中并振实,然后将已经填充钢粉的陶瓷模中装入不锈钢包套中间,并在陶瓷模周围填充平均粒径为 0.1mm 的氧化铝砂,振实;

[0036] 4. 焊接好金属包套端盖,对包套在 400℃进行脱气处理,真空度达到  $10^{-3}$ Pa,并封焊抽气管;

[0037] 5. 将封焊好的金属包套进行热等静压,先升温至 850℃,再缓慢升压至 100MPa,升压速率 5MPa/min,然后升温至 1350℃,升温速率为 20℃/min 保温 4 小时;

[0038] 6. 冷却取出后,使用机加工方法剥离金属包套,清除陶瓷粉及陶瓷模,吹沙处理后得到完整成形的圆棒试样。

[0039] 实施例 4

[0040] 选择直径 15mm,长 80mm 的圆棒为预成型构件进行陶瓷模热等静压成形,实施步骤如下:

[0041] 1. 制备圆棒蜡模;将以质量百分含量分别为 80%、15% 及 5% 的二氧化硅粉、氧化铝及二氧化钛粉均匀混合,然后按照粉液质量百分比 2:1 加入锆溶胶,搅拌均匀配制成涂料;将调制好的涂料均匀涂覆到蜡模表面,干燥 2 小时;重复进行涂料和干燥步骤 6 次,干燥 24 小时后脱蜡,在 1100℃烧结处理,冷却后得到陶瓷模;

[0042] 2. 采用纯钛制备厚度为 3mm,直径为 50mm,高为 120mm 的金属包套;

[0043] 3. 将平均粒度 45 微米的钛铝合金粉末填充进入陶瓷模当中并振实,然后将已经填充钢粉的陶瓷模中装入不锈钢包套中间,并在陶瓷模周围填充平均粒径为 0.5mm 的氧化钇砂,振实;

[0044] 4. 焊接好金属包套端盖,对包套在 500℃进行脱气处理,真空度达到  $10^{-4}$ Pa,并封焊抽气管;

[0045] 5. 将封焊好的金属包套进行热等静压,先升温至 800℃,再缓慢升压至 170MPa,升压速率 3MPa/min,然后升温至 1250℃,升温速率为 5℃/min,保温 4 小时;

[0046] 6. 冷却取出后,使用机加工方法剥离金属包套,清除陶瓷粉及陶瓷模,吹沙处理后得到完整成形的圆棒试样。

[0047] 与现有技术相比,该发明方法更适用于成形熔点温度高,加工难度大的 TiAl 合金,是生产形状复杂粉末冶金零部件的理想方法。