



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 111777413 B

(45) 授权公告日 2022.06.07

(21) 申请号 202010689194.6

C04B 35/50 (2006.01)

(22) 申请日 2020.07.16

C04B 35/626 (2006.01)

(65) 同一申请的已公布的文献号

C04B 35/66 (2006.01)

申请公布号 CN 111777413 A

C04B 35/622 (2006.01)

(43) 申请公布日 2020.10.16

(56) 对比文件

(73) 专利权人 哈尔滨工业大学

CN 108017388 A, 2018.05.11

地址 150001 黑龙江省哈尔滨市南岗区西
大直街92号

CN 108033788 A, 2018.05.15

CN 105272229 A, 2016.01.27

(72) 发明人 王铀 肖飞 闫牧夫 贾近

US 2006246226 A1, 2006.11.02

张晓东 王澜 刘海洋

US 2004219290 A1, 2004.11.04

CN 110055486 A, 2019.07.26

(74) 专利代理机构 哈尔滨华夏松花江知识产权

KR 20110117844 A, 2011.10.28

代理有限公司 23213

EP 1422308 A1, 2004.05.26

专利代理师 侯静

审查员 余辉

(51) Int. Cl.

C04B 35/48 (2006.01)

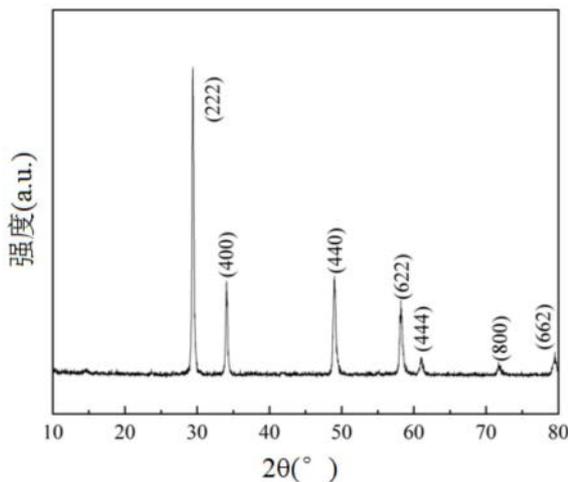
权利要求书2页 说明书9页 附图5页

(54) 发明名称

一种等离子喷涂用纳米锆酸钆粉体的制备
方法及应用

(57) 摘要

一种等离子喷涂用纳米锆酸钆粉体的制备
方法及应用,它涉及一种纳米锆酸钆粉体的制备
方法及应用。本发明的目的是要解决现有热障涂
层使用的微米级粉体制备的涂层致密度不高、涂
层易产生气孔、裂纹缺陷,影响使用寿命的问题。
方法:一、球磨;二、喷雾造粒;三、高温烧结;四、
等离子处理。本发明制备的等离子喷涂用纳米锆
酸钆粉体作为基材的耐高温、耐CMAS腐蚀的涂层
材料使用,作为航空发动机或燃气轮机高温部件
的热障涂层使用。本发明制备的等离子喷涂用纳
米锆酸钆粉体粒度分布较均匀、均为实心球形颗
粒,适合于等离子喷涂工艺,可提高涂层结合强
度。本发明可获得一种等离子喷涂用纳米锆酸钆
粉体。



1. 一种等离子喷涂用纳米锆酸钪粉体的制备方法,其特征在于一种等离子喷涂用纳米锆酸钪粉体的制备方法是按以下步骤完成的:

一、球磨:

首先将 Gd_2O_3 粉体、 ZrO_2 粉体和 CeO_2 粉体放入球磨罐中,然后加入氧化锆球、去离子水、柠檬酸铵溶液和阿拉伯树胶溶液,再球磨,最后过200目筛,得到球磨后的浆料;

步骤一中所述的 Gd_2O_3 粉体、 ZrO_2 粉体和 CeO_2 粉体的质量比为(55~60):(37.5~40.5):(0~8);

步骤一中所述的 Gd_2O_3 粉体、 ZrO_2 粉体和 CeO_2 粉体的总质量与柠檬酸铵溶液中柠檬酸铵的质量比为100:(0.5~2);

步骤一中所述的 Gd_2O_3 粉体、 ZrO_2 粉体和 CeO_2 粉体的总质量与阿拉伯树胶溶液中阿拉伯树胶的质量比为100:(0.5~2);

二、喷雾造粒:

首先将球磨后的浆料放入内衬为聚氨酯材料的搅拌缸中,然后利用离心喷雾造粒塔进行喷雾造粒,再将喷雾造粒后的粉料烘干,最后过200目筛,得到粒径小于200目的粉料;

三、高温烧结:

将粒径小于200目的粉料装入刚玉坩埚中,再采用高温烧结炉进行烧结,得到烧结后的粉体;

步骤三中所述的烧结工艺为:首先以 $3^{\circ}C/min \sim 5^{\circ}C/min$ 的升温速率从室温升温至 $450^{\circ}C \sim 550^{\circ}C$,然后在 $450^{\circ}C \sim 550^{\circ}C$ 下保温 $1h \sim 1.5h$,再以 $5^{\circ}C/min \sim 10^{\circ}C/min$ 的升温速率从 $450^{\circ}C \sim 550^{\circ}C$ 升温至 $1300^{\circ}C \sim 1500^{\circ}C$,最后在 $1300^{\circ}C \sim 1500^{\circ}C$ 下保温 $2h \sim 5h$;

四、等离子处理:

采用等离子喷涂技术将烧结后的粉体喷射到去离子水中,收集去离水中粉体,烘干,过筛,得到等离子喷涂用纳米锆酸钪粉体。

2. 根据权利要求1所述的一种等离子喷涂用纳米锆酸钪粉体的制备方法,其特征在于步骤一中所述的 Gd_2O_3 粉体、 ZrO_2 粉体和 CeO_2 粉体的总质量与氧化锆球的质量比为1:2;步骤一中所述的 Gd_2O_3 粉体、 ZrO_2 粉体和 CeO_2 粉体的总质量与去离子水的质量比为1:(1.5~3.5)。

3. 根据权利要求1所述的一种等离子喷涂用纳米锆酸钪粉体的制备方法,其特征在于步骤一中所述的柠檬酸铵溶液的质量分数为20%;步骤一中所述的阿拉伯树胶溶液的质量分数为10%。

4. 根据权利要求1所述的一种等离子喷涂用纳米锆酸钪粉体的制备方法,其特征在于步骤一中所述的球磨时间为 $6h \sim 24h$,球磨速度为 $160r/min \sim 240r/min$ 。

5. 根据权利要求1~4任意一项所述的一种等离子喷涂用纳米锆酸钪粉体的制备方法,其特征在于步骤一中所述的 Gd_2O_3 粉体的纯度 $\geq 99.9\%$,粒度 $D_{50}: 10 \sim 30nm$;步骤一中所述的 ZrO_2 粉体的纯度 $\geq 99.9\%$,粒度 $D_{50}: 10 \sim 30nm$;步骤一中所述的 CeO_2 粉体的纯度 $\geq 99.9\%$,粒度 $D_{50}: 10 \sim 50nm$ 。

6. 根据权利要求5所述的一种等离子喷涂用纳米锆酸钪粉体的制备方法,其特征在于步骤二中所述的离心喷雾造粒塔的进口温度为 $220^{\circ}C \sim 250^{\circ}C$,出口温度为 $90^{\circ}C \sim 110^{\circ}C$,雾化盘转速为 $36Hz \sim 45Hz$ 。

7. 根据权利要求6所述的一种等离子喷涂用纳米锆酸钆粉体的制备方法,其特征在于步骤四中所述的等离子喷涂技术工艺参数为:喷涂电压为50V~55V,喷涂电流为500A~550A,送粉速度为20g/min~25g/min,喷涂距离为40cm~45cm。

8. 根据权利要求1所述的一种等离子喷涂用纳米锆酸钆粉体的制备方法,其特征在于步骤四中采用等离子喷涂技术将烧结后的粉体喷射到去离子水中,收集去离子水中粉体,在80℃~120℃下烘干,再过200目筛,得到等离子喷涂用纳米锆酸钆粉体;所述的等离子喷涂用纳米锆酸钆粉为实心、球形颗粒。

9. 如权利要求1所述的制备方法制备的等离子喷涂用纳米锆酸钆粉体的应用,其特征在于等离子喷涂用纳米锆酸钆粉体作为基材的耐高温、耐CMAS腐蚀的涂层材料使用;所述的基材为高温合金、SiC/SiC复合材料或Si₃N₄陶瓷。

10. 如权利要求1所述的制备方法制备的等离子喷涂用纳米锆酸钆粉体的应用,其特征在于等离子喷涂用纳米锆酸钆粉体作为航空发动机或燃气轮机高温部件的热障涂层使用。

一种等离子喷涂用纳米锆酸钷粉体的制备方法及应用

技术领域

[0001] 本发明涉及一种纳米锆酸钷粉体的制备方法及应用。

背景技术

[0002] 随着航空航天技术的发展,涡轮发动机向高流量比、高推重比、高进口温度的方向发展。目前,航空发动机热端部件基本使用高温合金材料并在其上涂覆热障涂层材料,再辅以强力气冷,来适应涡轮前高的工作温度。但随着对航空发动机性能要求的提高,目前用做热障涂层几十年的广泛使用的YSZ材料体系已不再适应更高的工作温度要求。业界专家认为含锆酸盐($\text{La}_2(\text{Zr}_x\text{Ce}_{1-x})_2\text{O}_7$ 、 $\text{Gd}_2(\text{Zr}_x\text{Ce}_{1-x})_2\text{O}_7$ 等)的双陶瓷热障涂层是未来发展长期使用温度高于1200℃的最有前景的涂层结构之一。

[0003] 硅基非氧化物陶瓷材料(如SiC/SiC、 Si_3N_4),具有优异的高温强度和耐久性,正在逐步取代镍基高温合金成为航空发动机的首选材料。然而,非氧化物陶瓷材料在服役过程中在承受高温的同时还会与发动机周围的高温水蒸气及金属熔盐(CMAS)进行接触和反应,使材料表面性能退化,由此研究者提出了环境障碍涂层(EBC)。目前,比较成熟的是第三代EBC涂层系统,主要由Si粘结层、莫来石中间层和稀土硅酸盐层组成,EBC涂层提高了陶瓷基体的抗水氧性能和耐高温性能,但其抗CMAS腐蚀性能仍然较差,因此在其表面还需喷涂一层耐高温、抗CMAS腐蚀的热障涂层材料(TBC)。锆酸钷陶瓷材料由于具有良好的高温稳定性和抗烧结性能,是高温热障涂层的最具前景的材料之一。烧绿石结构的 $\text{Gd}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ 是稀土锆酸盐中热导率最低的材料,如掺杂其它稀土材料,例如 Ce^{4+} ,可进一步降低热导率,提高涂层隔热性能。锆酸钷粉体的制备是获得高性能涂层的关键,粉体材料的纯度、粒度、表面形貌、致密性等是决定粉末特性的重要指标。

[0004] 国内外目前研究热障涂层的机构普遍采用微米级粉体,制备的涂层致密度不高、涂层易产生气孔、裂纹等缺陷,影响使用寿命。近年来国内主要研究机构也开始关注纳米喷涂粉体材料。广东省新材料研究所申请的专利(申请号为:201810461605.9)主要是采用纳米氧化钷与氧化锆粉末结合雾化造粒工艺,但其制备出的粉末为中空结构,没有经过致密化处理,致使最终涂层孔隙率过高。北京航空航天大学申请的专利(申请号为:201810524967.8)为等离子物理气相沉积用稀土氧化物掺杂粉末,氧化物粉末制备采用金属盐与氨水沉淀工艺,再进行球磨、造粒、烧结工艺。粉体经400-500℃低温烧结,也未经高温及等离子致密化处理。

发明内容

[0005] 本发明的目的是要解决现有热障涂层使用的微米级粉体制备的涂层致密度不高、涂层易产生气孔、裂纹缺陷,影响使用寿命的问题,而提供一种等离子喷涂用纳米锆酸钷粉体的制备方法及应用。

[0006] 一种等离子喷涂用纳米锆酸钷粉体的制备方法,是按以下步骤完成的:

[0007] 一、球磨:

[0008] 首先将 Gd_2O_3 粉体、 ZrO_2 粉体和 CeO_2 粉体放入球磨罐中,然后加入氧化锆球、去离子水、柠檬酸铵溶液和阿拉伯树胶溶液,再球磨,最后过200目筛,得到球磨后的浆料;

[0009] 步骤一中所述的 Gd_2O_3 粉体、 ZrO_2 粉体和 CeO_2 粉体的质量比为(55~60):(37.5~40.5):(0~8);

[0010] 步骤一中所述的 Gd_2O_3 粉体、 ZrO_2 粉体和 CeO_2 粉体的总质量与柠檬酸铵溶液中柠檬酸铵的质量比为100:(0.5~2);

[0011] 步骤一中所述的 Gd_2O_3 粉体、 ZrO_2 粉体和 CeO_2 粉体的总质量与阿拉伯树胶溶液中阿拉伯树胶的质量比为100:(0.5~2);

[0012] 二、喷雾造粒:

[0013] 首先将球磨后的浆料放入内衬为聚氨酯材料的搅拌缸中,然后利用离心喷雾造粒塔进行喷雾造粒,再将喷雾造粒后的粉料烘干,最后过200目筛,得到粒径小于200目的粉料;

[0014] 三、高温烧结:

[0015] 将粒径小于200目的粉料装入刚玉坩埚中,再采用高温烧结炉进行烧结,得到烧结后的粉体;

[0016] 步骤三中所述的烧结工艺为:首先以 $3^{\circ}C/min \sim 5^{\circ}C/min$ 的升温速率从室温升温至 $450^{\circ}C \sim 550^{\circ}C$,然后在 $450^{\circ}C \sim 550^{\circ}C$ 下保温 $1h \sim 1.5h$,再以 $5^{\circ}C/min \sim 10^{\circ}C/min$ 的升温速率从 $450^{\circ}C \sim 550^{\circ}C$ 升温至 $1300^{\circ}C \sim 1500^{\circ}C$,最后在 $1300^{\circ}C \sim 1500^{\circ}C$ 下保温 $2h \sim 5h$;

[0017] 四、等离子处理:

[0018] 采用等离子喷涂技术将烧结后的粉体喷射到去离子水中,收集去离水中粉体,烘干,过筛,得到等离子喷涂用纳米锆酸钪粉体。

[0019] 本发明的原理及优点:

[0020] 一、本发明制备的等离子喷涂用纳米锆酸钪粉体粒度分布较均匀、均为实心球形颗粒,适合于等离子喷涂工艺,可提高涂层结合强度;

[0021] 二、本发明制备的等离子喷涂用纳米锆酸钪粉体的晶体结构为烧绿石结构,在 Ce^{4+} 部分取代 Zr^{4+} 后仍为烧绿石结构,采用本发明制备的等离子喷涂用纳米锆酸钪粉体制备的涂层可用于航空发动机高温部件,以提高部件使用温度和抗腐蚀性能;

[0022] 三、本发明得到的烧结后的粉体再通过等离子致密化处理,使其表面光洁、粉体结构致密,提高喷涂时粉体的流动性和涂层性能,而对 Gd_2O_3 粉体、 ZrO_2 粉体进行 CeO_2 掺杂,可降低烧绿石结构锆酸钪的热导率,延长涂层使用寿命。

[0023] 四、本发明制备的等离子喷涂用纳米锆酸钪粉体致密、球形度好,制备涂层时使涂层结合强度更高、涂层更致密,可提高涂层使用寿命。

[0024] 本发明可获得一种等离子喷涂用纳米锆酸钪粉体。

附图说明

[0025] 图1为 Gd_2O_3 粉体的SEM图;

[0026] 图2为 ZrO_2 粉体的SEM图;

[0027] 图3为实施例一步骤二得到的粒径小于200目的粉料整体形貌SEM图;

[0028] 图4为实施例一步骤二得到的粒径小于200目的粉料表面形貌SEM图;

- [0029] 图5为实施例一步骤二得到的粒径小于200目的粉料截面形貌SEM图；
[0030] 图6为实施例一步骤四得到的等离子喷涂用纳米锆酸钪粉体整体形貌的SEM图；
[0031] 图7为实施例一步骤四得到的等离子喷涂用纳米锆酸钪粉体表面形貌的SEM图；
[0032] 图8为实施例一步骤四得到的等离子喷涂用纳米锆酸钪粉体截面形貌的SEM图；
[0033] 图9为实施例一步骤四得到的等离子喷涂用纳米锆酸钪粉体的XRD图。

具体实施方式

[0034] 具体实施方式一：本实施方式是一种等离子喷涂用纳米锆酸钪粉体的制备方法，是按以下步骤完成的：

[0035] 一、球磨：

[0036] 首先将 Gd_2O_3 粉体、 ZrO_2 粉体和 CeO_2 粉体放入球磨罐中，然后加入氧化锆球、去离子水、柠檬酸铵溶液和阿拉伯树胶溶液，再球磨，最后过200目筛，得到球磨后的浆料；

[0037] 步骤一中所述的 Gd_2O_3 粉体、 ZrO_2 粉体和 CeO_2 粉体的质量比为 $(55\sim 60) : (37.5\sim 40.5) : (0\sim 8)$ ；

[0038] 步骤一中所述的 Gd_2O_3 粉体、 ZrO_2 粉体和 CeO_2 粉体的总质量与柠檬酸铵溶液中柠檬酸铵的质量比为 $100 : (0.5\sim 2)$ ；

[0039] 步骤一中所述的 Gd_2O_3 粉体、 ZrO_2 粉体和 CeO_2 粉体的总质量与阿拉伯树胶溶液中阿拉伯树胶的质量比为 $100 : (0.5\sim 2)$ ；

[0040] 二、喷雾造粒：

[0041] 首先将球磨后的浆料放入内衬为聚氨酯材料的搅拌缸中，然后利用离心喷雾造粒塔进行喷雾造粒，再将喷雾造粒后的粉料烘干，最后过200目筛，得到粒径小于200目的粉料；

[0042] 三、高温烧结：

[0043] 将粒径小于200目的粉料装入刚玉坩埚中，再采用高温烧结炉进行烧结，得到烧结后的粉体；

[0044] 步骤三所述的烧结工艺为：首先以 $3^\circ C/min\sim 5^\circ C/min$ 的升温速率从室温升温至 $450^\circ C\sim 550^\circ C$ ，然后在 $450^\circ C\sim 550^\circ C$ 下保温 $1h\sim 1.5h$ ，再以 $5^\circ C/min\sim 10^\circ C/min$ 的升温速率从 $450^\circ C\sim 550^\circ C$ 升温至 $1300^\circ C\sim 1500^\circ C$ ，最后在 $1300^\circ C\sim 1500^\circ C$ 下保温 $2h\sim 5h$ ；

[0045] 四、等离子处理：

[0046] 采用等离子喷涂技术将烧结后的粉体喷射到去离子水中，收集去离水中粉体，烘干，过筛，得到等离子喷涂用纳米锆酸钪粉体。

[0047] 本实施方式的原理及优点：

[0048] 一、本实施方式制备的等离子喷涂用纳米锆酸钪粉体粒度分布较均匀、均为实心球形颗粒，适合于等离子喷涂工艺，可提高涂层结合强度；

[0049] 二、本实施方式制备的等离子喷涂用纳米锆酸钪粉体的晶体结构为烧绿石结构，在 Ce^{4+} 部分取代 Zr^{4+} 后仍为烧绿石结构，采用本实施方式制备的等离子喷涂用纳米锆酸钪粉体制备的涂层可用于航空发动机高温部件，以提高部件使用温度和抗腐蚀性能；

[0050] 三、本实施方式得到的烧结后的粉体再通过等离子致密化处理，使其表面光洁、粉体结构致密，提高喷涂时粉体的流动性和涂层性能，而对 Gd_2O_3 粉体、 ZrO_2 粉体进行 CeO_2 掺

杂,可降低烧绿石结构锆酸钪的热导率,延长涂层使用寿命;

[0051] 四、本实施方式制备的等离子喷涂用纳米锆酸钪粉体致密、球形度好,制备涂层时使涂层结合强度更高、涂层更致密,可提高涂层使用寿命。

[0052] 本实施方式可获得一种等离子喷涂用纳米锆酸钪粉体。

[0053] 具体实施方式二:本实施方式与具体实施方式一不同点是:步骤一中所述的 Gd_2O_3 粉体、 ZrO_2 粉体和 CeO_2 粉体的总质量与氧化锆球的质量比为1:2;步骤一中所述的 Gd_2O_3 粉体、 ZrO_2 粉体和 CeO_2 粉体的总质量与去离子水的质量比为1:(1.5~3.5)。其它步骤与具体实施方式一相同。

[0054] 具体实施方式三:本实施方式与具体实施方式一或二之一不同点是:步骤一中所述的柠檬酸铵溶液的质量分数为20%;步骤一中所述的阿拉伯树胶溶液的质量分数为10%。其它步骤与具体实施方式一或二相同。

[0055] 具体实施方式四:本实施方式与具体实施方式一至三之一不同点是:步骤一中所述的球磨时间为6h~24h,球磨速度为160r/min~240r/min。其它步骤与具体实施方式一至三相同。

[0056] 具体实施方式五:本实施方式与具体实施方式一至四之一不同点是:步骤一中所述的 Gd_2O_3 粉体的纯度 $\geq 99.9\%$,粒度 D_{50} :10~30nm;步骤一中所述的 ZrO_2 粉体的纯度 $\geq 99.9\%$,粒度 D_{50} :10~30nm;步骤一中所述的 CeO_2 粉体的纯度 $\geq 99.9\%$,粒度 D_{50} :10~50nm。其它步骤与具体实施方式一至四相同。

[0057] 具体实施方式六:本实施方式与具体实施方式一至五之一不同点是:步骤二中所述的离心喷雾造粒塔的进口温度为220℃~250℃,出口温度为90℃~110℃,雾化盘转速为36Hz~45Hz。其它步骤与具体实施方式一至五相同。

[0058] 具体实施方式七:本实施方式与具体实施方式一至六之一不同点是:步骤四中所述的等离子喷涂技术工艺参数为:喷涂电压为50V~55V,喷涂电流为500A~550A,送粉速度为20g/min~25g/min,喷涂距离为40cm~45cm。其它步骤与具体实施方式一至六相同。

[0059] 具体实施方式八:本实施方式与具体实施方式一至七之一不同点是:步骤四中采用等离子喷涂技术将烧结后的粉体喷射到去离子水中,收集去离水中粉体,在80℃~120℃下烘干,再过200目筛,得到等离子喷涂用纳米锆酸钪粉体;所述的等离子喷涂用纳米锆酸钪粉为实心、球形颗粒。其它步骤与具体实施方式一至七相同。

[0060] 具体实施方式九:本实施方式是等离子喷涂用纳米锆酸钪粉体作为基材的耐高温、耐CMAS腐蚀的涂层材料使用;所述的基材为高温合金、SiC/SiC复合材料或 Si_3N_4 陶瓷。

[0061] 具体实施方式十:本实施方式与具体实施方式九的不同点是:等离子喷涂用纳米锆酸钪粉体作为航空发动机或燃气轮机高温部件的热障涂层使用。其它步骤与具体实施方式九相同。

[0062] 采用以下实施例验证本发明的有益效果:

[0063] 实施例一:一种等离子喷涂用纳米锆酸钪粉体的制备方法,是按以下步骤完成的:

[0064] 一、球磨:

[0065] 首先将59.54g Gd_2O_3 粉体和40.46g ZrO_2 粉体放入球磨罐中,然后加入氧化锆球、去离子水、柠檬酸铵溶液和阿拉伯树胶溶液,再球磨,最后过200目筛,得到球磨后的浆料;

[0066] 步骤一中所述的 Gd_2O_3 粉体和 ZrO_2 粉体的总质量与柠檬酸铵溶液中柠檬酸铵的质

量比为100:1;

[0067] 步骤一中所述的 Gd_2O_3 粉体和 ZrO_2 粉体的总质量与阿拉伯树胶溶液中阿拉伯树胶的质量比为100:1;

[0068] 步骤一中所述的 Gd_2O_3 粉体和 ZrO_2 粉体的总质量与氧化锆球的质量比为1:2;

[0069] 步骤一中所述的 Gd_2O_3 粉体和 ZrO_2 粉体的总质量与去离子水的质量比为1:2.5;

[0070] 步骤一中所述的柠檬酸铵溶液的质量分数为20%;

[0071] 步骤一中所述的阿拉伯树胶溶液的质量分数为10%;

[0072] 步骤一中所述的球磨时间为10h,球磨速度为180r/min;

[0073] 步骤一中所述的 Gd_2O_3 粉体的纯度 $\geq 99.9\%$,粒度 D_{50} :10~30nm;

[0074] 步骤一中所述的 ZrO_2 粉体的纯度 $\geq 99.9\%$,粒度 D_{50} :10~30nm;

[0075] 步骤一中所述的 CeO_2 粉体的纯度 $\geq 99.9\%$,粒度 D_{50} :10~50nm;

[0076] 二、喷雾造粒:

[0077] 首先将球磨后的浆料放入内衬为聚氨酯材料的搅拌缸中,然后利用离心喷雾造粒塔进行喷雾造粒,再将喷雾造粒后的粉料烘干,最后过200目筛,得到粒径小于200目的粉料($Gd_2Zr_2O_7$);

[0078] 步骤二中所述的离心喷雾造粒塔的进口温度为230℃,出口温度为100℃,雾化盘转速为42Hz,进浆料量为45mL/min;

[0079] 步骤二中所述的烘干为:在100℃烘干2h;

[0080] 三、高温烧结:

[0081] 将粒径小于200目的粉料装入刚玉坩埚中,再采用高温烧结炉进行烧结,得到烧结后的粉体($Gd_2Zr_2O_7$);

[0082] 步骤三中所述的烧结工艺为:首先以3℃/min的升温速率从室温升温至500℃,然后在500℃下保温1h,再以5℃/min的升温速率从500℃升温至1300℃,最后在1300℃下保温2h;

[0083] 四、等离子处理:

[0084] 将烧结后的粉体过200目筛,再采用等离子喷涂技术将烧结后的粉体喷射到去离子水中,收集去离水中粉体,在100℃下烘干,再过200目筛,得到等离子喷涂用纳米锆酸钪粉体($Gd_2Zr_2O_7$);步骤四中所述的等离子喷涂技术工艺参数为:喷涂电压为55V,喷涂电流为550A,送粉速度为25g/min,喷涂距离为40cm。

[0085] 实施例二:一种等离子喷涂用纳米锆酸钪粉体的制备方法,是按以下步骤完成的:

[0086] 一、球磨:

[0087] 首先将59.54g Gd_2O_3 粉体和40.46g ZrO_2 粉体放入球磨罐中,然后加入氧化锆球、去离子水、柠檬酸铵溶液和阿拉伯树胶溶液,再球磨,最后过200目筛,得到球磨后的浆料;

[0088] 步骤一中所述的 Gd_2O_3 粉体和 ZrO_2 粉体的总质量与柠檬酸铵溶液中柠檬酸铵的质量比为100:1;

[0089] 步骤一中所述的 Gd_2O_3 粉体和 ZrO_2 粉体的总质量与阿拉伯树胶溶液中阿拉伯树胶的质量比为100:2;

[0090] 步骤一中所述的 Gd_2O_3 粉体和 ZrO_2 粉体的总质量与氧化锆球的质量比为1:2;

[0091] 步骤一中所述的 Gd_2O_3 粉体和 ZrO_2 粉体的总质量与去离子水的质量比为1:3;

- [0092] 步骤一中所述的柠檬酸铵溶液的质量分数为20%；
- [0093] 步骤一中所述的阿拉伯树胶溶液的质量分数为10%；
- [0094] 步骤一中所述的球磨时间为10h,球磨速度为200r/min；
- [0095] 步骤一中所述的 Gd_2O_3 粉体的纯度 $\geq 99.9\%$,粒度 D_{50} :10~30nm；
- [0096] 步骤一中所述的 ZrO_2 粉体的纯度 $\geq 99.9\%$,粒度 D_{50} :10~30nm；
- [0097] 步骤一中所述的 CeO_2 粉体的纯度 $\geq 99.9\%$,粒度 D_{50} :10~50nm；
- [0098] 二、喷雾造粒：
- [0099] 首先将球磨后的浆料放入内衬为聚氨酯材料的搅拌缸中,然后利用离心喷雾造粒塔进行喷雾造粒,再将喷雾造粒后的粉料烘干,最后过200目筛,得到粒径小于200目的粉料；
- [0100] 步骤二中所述的离心喷雾造粒塔的进口温度为230℃,出口温度为105℃,雾化盘转速为40Hz,进浆料量为40mL/min；
- [0101] 步骤二中所述的烘干为:在100℃烘干2h；
- [0102] 三、高温烧结：
- [0103] 将粒径小于200目的粉料装入刚玉坩埚中,再采用高温烧结炉进行烧结,得到烧结后的粉体；
- [0104] 步骤三中所述的烧结工艺为:首先以3℃/min的升温速率从室温升温至500℃,然后在500℃下保温1h,再以5℃/min的升温速率从500℃升温至1350℃,最后在1350℃下保温2h；
- [0105] 四、等离子处理：
- [0106] 将烧结后的粉体过200目筛,再采用等离子喷涂技术将烧结后的粉体喷射到去离子水中,收集去离水中粉体,在100℃下烘干,再过200目筛,得到等离子喷涂用纳米锆酸钪粉体;步骤四中所述的等离子喷涂技术工艺参数为:喷涂电压为55V,喷涂电流为550A,送粉速度为25g/min,喷涂距离为40cm。
- [0107] 实施例三:一种等离子喷涂用纳米锆酸钪粉体的制备方法,是按以下步骤完成的：
- [0108] 一、球磨：
- [0109] 首先将59.54g Gd_2O_3 粉体和40.46g ZrO_2 和1g CeO_2 粉体放入球磨罐中,然后加入氧化锆球、去离子水、柠檬酸铵溶液和阿拉伯树胶溶液,再球磨,最后过200目筛,得到球磨后的浆料；
- [0110] 步骤一中所述的 Gd_2O_3 粉体、 ZrO_2 粉体和 CeO_2 粉体的总质量与柠檬酸铵溶液中柠檬酸铵的质量比为100:1；
- [0111] 步骤一中所述的 Gd_2O_3 粉体、 ZrO_2 粉体和 CeO_2 粉体的总质量与阿拉伯树胶溶液中阿拉伯树胶的质量比为100:1；
- [0112] 步骤一中所述的 Gd_2O_3 粉体、 ZrO_2 粉体和 CeO_2 粉体的总质量与氧化锆球的质量比为1:2；
- [0113] 步骤一中所述的 Gd_2O_3 粉体、 ZrO_2 粉体和 CeO_2 粉体的总质量与去离子水的质量比为1:2.5；
- [0114] 步骤一中所述的柠檬酸铵溶液的质量分数为20%；
- [0115] 步骤一中所述的阿拉伯树胶溶液的质量分数为10%；

- [0116] 步骤一中所述的球磨时间为20h,球磨速度为200r/min;
- [0117] 步骤一中所述的 Gd_2O_3 粉体的纯度 $\geq 99.9\%$,粒度 D_{50} :10~30nm;
- [0118] 步骤一中所述的 ZrO_2 粉体的纯度 $\geq 99.9\%$,粒度 D_{50} :10~30nm;
- [0119] 步骤一中所述的 CeO_2 粉体的纯度 $\geq 99.9\%$,粒度 D_{50} :10~50nm;
- [0120] 二、喷雾造粒:
- [0121] 首先将球磨后的浆料放入内衬为聚氨酯材料的搅拌缸中,然后利用离心喷雾造粒塔进行喷雾造粒,再将喷雾造粒后的粉料烘干,最后过200目筛,得到粒径小于200目的粉料;
- [0122] 步骤二中所述的离心喷雾造粒塔的进口温度为240℃,出口温度为105℃,雾化盘转速为40Hz,进浆料量为50mL/min;
- [0123] 步骤二中所述的烘干为:在100℃烘干2h;
- [0124] 三、高温烧结:
- [0125] 将粒径小于200目的粉料装入刚玉坩埚中,再采用高温烧结炉进行烧结,得到烧结后的粉体;
- [0126] 步骤三中所述的烧结工艺为:首先以3℃/min的升温速率从室温升温至500℃,然后在500℃下保温1h,再以5℃/min的升温速率从500℃升温至1400℃,最后在1400℃下保温2h;
- [0127] 四、等离子处理:
- [0128] 将烧结后的粉体过200目筛,再采用等离子喷涂技术将烧结后的粉体喷射到去离子水中,收集去离水中粉体,在110℃下烘干,再过200目筛,得到等离子喷涂用纳米锆酸钪粉体;步骤四中所述的等离子喷涂技术工艺参数为:喷涂电压为50V,喷涂电流为550A,送粉速度为20g/min,喷涂距离为40cm。
- [0129] 实施例四:一种等离子喷涂用纳米锆酸钪粉体的制备方法,是按以下步骤完成的:
- [0130] 一、球磨:
- [0131] 首先将59.54g Gd_2O_3 粉体和40.46g ZrO_2 和3g CeO_2 粉体放入球磨罐中,然后加入氧化锆球、去离子水、柠檬酸铵溶液和阿拉伯树胶溶液,再球磨,最后过200目筛,得到球磨后的浆料;
- [0132] 步骤一中所述的 Gd_2O_3 粉体、 ZrO_2 粉体和 CeO_2 粉体的总质量与柠檬酸铵溶液中柠檬酸铵的质量比为100:1;
- [0133] 步骤一中所述的 Gd_2O_3 粉体、 ZrO_2 粉体和 CeO_2 粉体的总质量与阿拉伯树胶溶液中阿拉伯树胶的质量比为100:1;
- [0134] 步骤一中所述的 Gd_2O_3 粉体、 ZrO_2 粉体和 CeO_2 粉体的总质量与氧化锆球的质量比为1:2;
- [0135] 步骤一中所述的 Gd_2O_3 粉体、 ZrO_2 粉体和 CeO_2 粉体的总质量与去离子水的质量比为1:2.5;
- [0136] 步骤一中所述的柠檬酸铵溶液的质量分数为20%;
- [0137] 步骤一中所述的阿拉伯树胶溶液的质量分数为10%;
- [0138] 步骤一中所述的球磨时间为20h,球磨速度为200r/min;
- [0139] 步骤一中所述的 Gd_2O_3 粉体的纯度 $\geq 99.9\%$,粒度 D_{50} :10~30nm;

[0140] 步骤一中所述的 ZrO_2 粉体的纯度 $\geq 99.9\%$,粒度 D_{50} :10~30nm;

[0141] 步骤一中所述的 CeO_2 粉体的纯度 $\geq 99.9\%$,粒度 D_{50} :10~50nm;

[0142] 二、喷雾造粒:

[0143] 首先将球磨后的浆料放入内衬为聚氨酯材料的搅拌缸中,然后利用离心喷雾造粒塔进行喷雾造粒,再将喷雾造粒后的粉料烘干,最后过200目筛,得到粒径小于200目的粉料;

[0144] 步骤二中所述的离心喷雾造粒塔的进口温度为240℃,出口温度为105℃,雾化盘转速为40Hz,进浆料量为50mL/min;步骤二中所述的烘干为:在100℃烘干2h;

[0145] 三、高温烧结:

[0146] 将粒径小于200目的粉料装入刚玉坩埚中,再采用高温烧结炉进行烧结,得到烧结后的粉体;

[0147] 步骤三中所述的烧结工艺为:首先以3℃/min的升温速率从室温升温至500℃,然后在500℃下保温1h,再以5℃/min的升温速率从500℃升温至1500℃,最后在1500℃下保温2h;

[0148] 四、等离子处理:

[0149] 将烧结后的粉体过200目筛,再采用等离子喷涂技术将烧结后的粉体喷射到去离子水中,收集去离子水中粉体,在110℃下烘干,再过200目筛,得到等离子喷涂用纳米锆酸钪粉体;步骤四中所述的等离子喷涂技术工艺参数为:喷涂电压为50V,喷涂电流为550A,送粉速度为20g/min,喷涂距离为40cm。表1为实施例一制备粉体的密度及流动性。

[0150] 表1

粉体类型	流动性 (g/min)	松装密度 (g/cm ³)	振实密度 (g/cm ³)	松装密度/振实密度
步骤二得到的 粒径小于200目的 粉料($Gd_2Zr_2O_7$)	10.4	0.63	1.12	0.56
[0151] 步骤三得到的 烧结后的粉体 ($Gd_2Zr_2O_7$)	56.1	2.04	2.43	0.84
步骤四得到的 等离子喷涂用纳米 锆酸钪粉体 ($Gd_2Zr_2O_7$)	134.6	2.94	3.26	0.9

[0152] 注:流动性测试中霍尔流速计漏斗口直径为2.5mm。

[0153] 从表1可知,实施例一制备的等离子喷涂用纳米锆酸钪粉体经过烧结及等离子球化后致密度提高,粉体流动性较好,满足喂料要求。

[0154] 图1为 Gd_2O_3 粉体的SEM图;

[0155] 图2为 ZrO_2 粉体的SEM图;

[0156] 从图1和图2可知, Gd_2O_3 粉体和 ZrO_2 粉体的原始粉体粒度均为纳米级;

[0157] 图3为实施例一步骤二得到的粒径小于200目的粉料整体形貌SEM图;

[0158] 图4为实施例一步骤二得到的粒径小于200目的粉料表面形貌SEM图;

[0159] 图5为实施例一步骤二得到的粒径小于200目的粉料截面形貌SEM图;

[0160] 从图3~图5可知,造粒后粉体(实施例一步骤二得到的粒径小于200目的粉料)为球形颗粒,从断面形貌分析其内部为致密实心结构。

[0161] 图6为实施例一步骤四得到的等离子喷涂用纳米锆酸钪粉体整体形貌的SEM图;

[0162] 图7为实施例一步骤四得到的等离子喷涂用纳米锆酸钪粉体表面形貌的SEM图;

[0163] 图8为实施例一步骤四得到的等离子喷涂用纳米锆酸钪粉体截面形貌的SEM图;

[0164] 从图6~图8可知,造粒粉经过高温烧结与等离子致密化处理后得到的等离子喷涂用纳米锆酸钪粉体其表面更加光洁、粉体更加致密。

[0165] 图9为实施例一步骤四得到的等离子喷涂用纳米锆酸钪粉体的XRD图。

[0166] 从图9可知,实施例一步骤四得到的等离子喷涂用纳米锆酸钪粉体为高纯锆酸钪晶相,无杂质。

[0167] 将实施例二至四制备的等离子喷涂用纳米锆酸钪粉体的密度及流动性列于表2。

[0168] 表2

[0169]

粉体类型	流动性 (g/min)	松装密度 (g/cm ³)	振实密度 (g/cm ³)	松装密度/振实密度
实施例二制备的等离子喷涂用纳米锆酸钪粉体	131.2	2.87	3.21	0.89
实施例三制备的等离子喷涂用纳米锆酸钪粉体	127.5	2.68	3.13	0.86
实施例四制备的等离子喷涂用纳米锆酸钪粉体	133.7	2.91	3.25	0.90

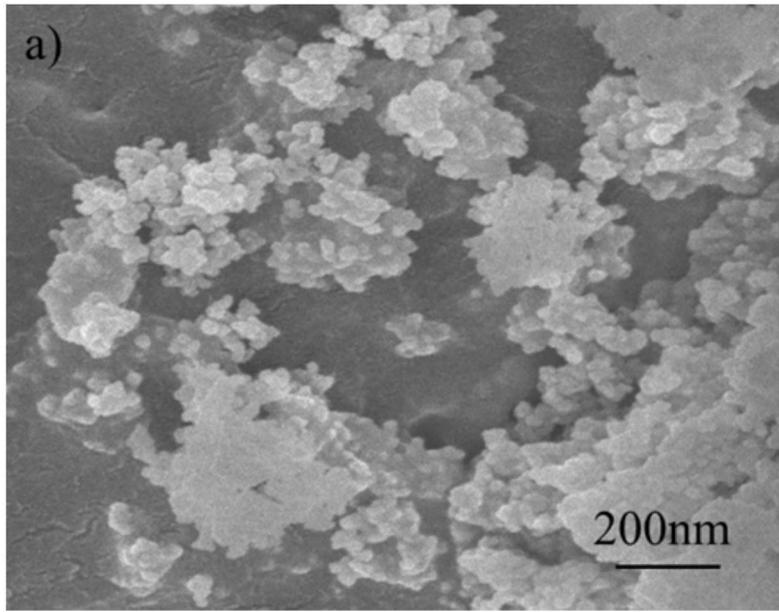


图1

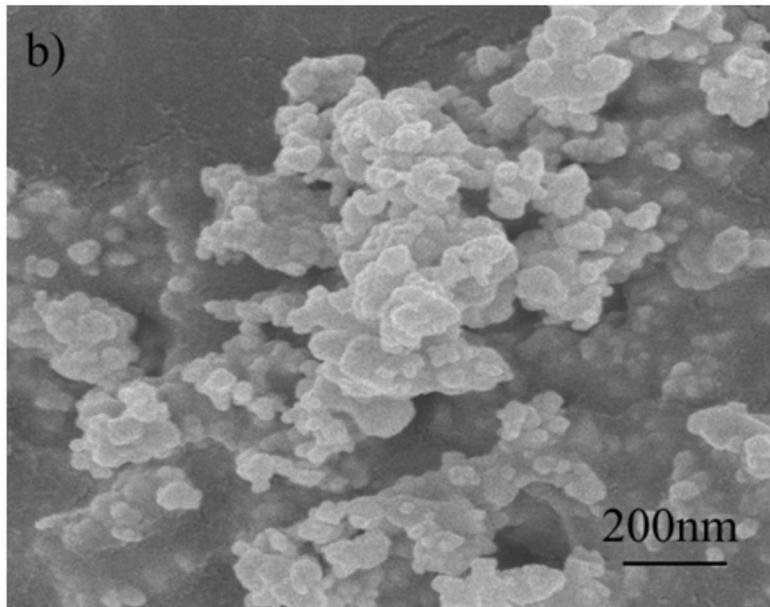


图2

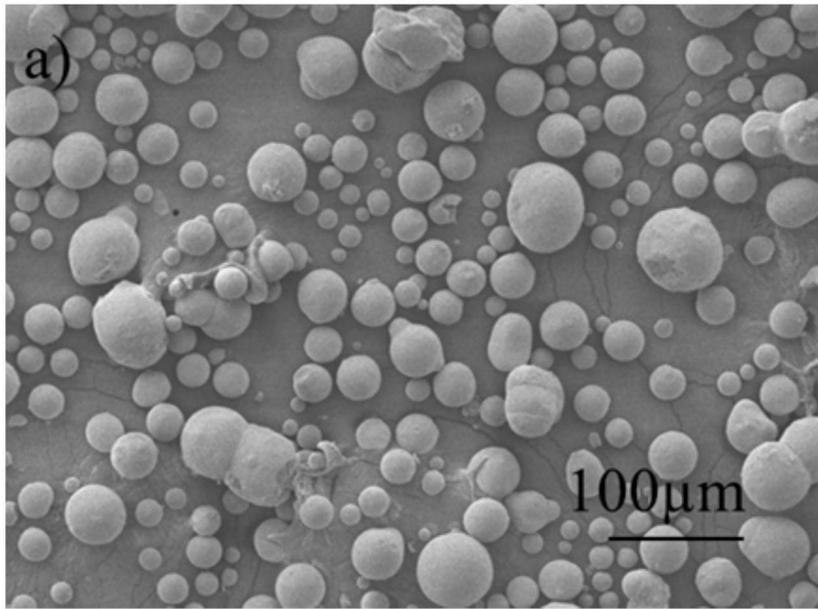


图3

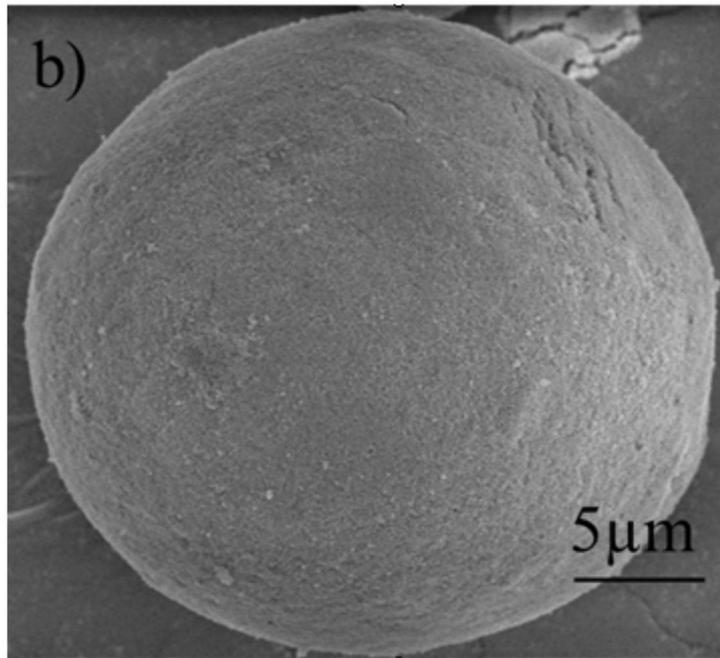


图4

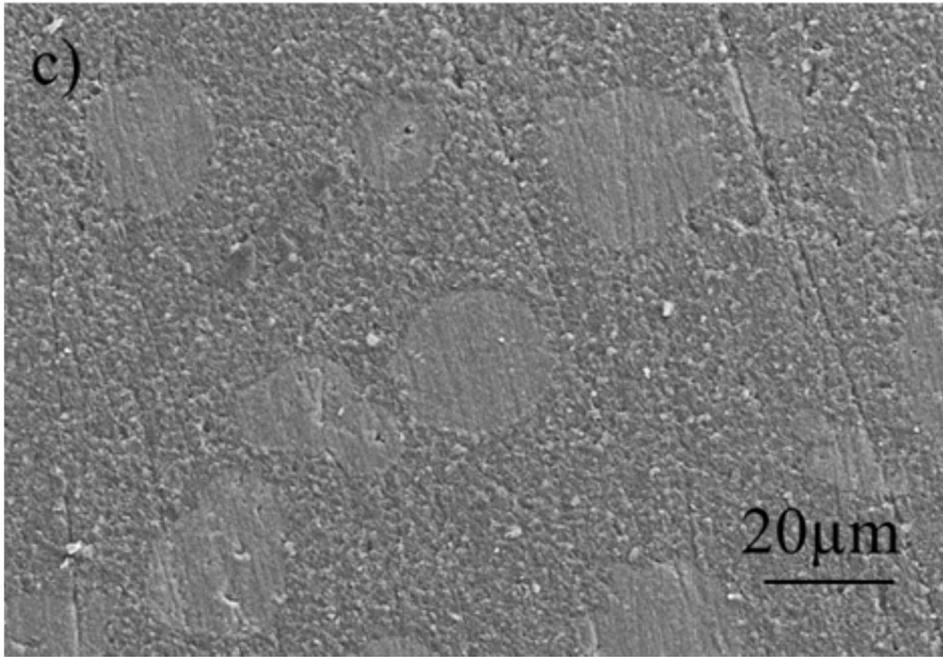


图5

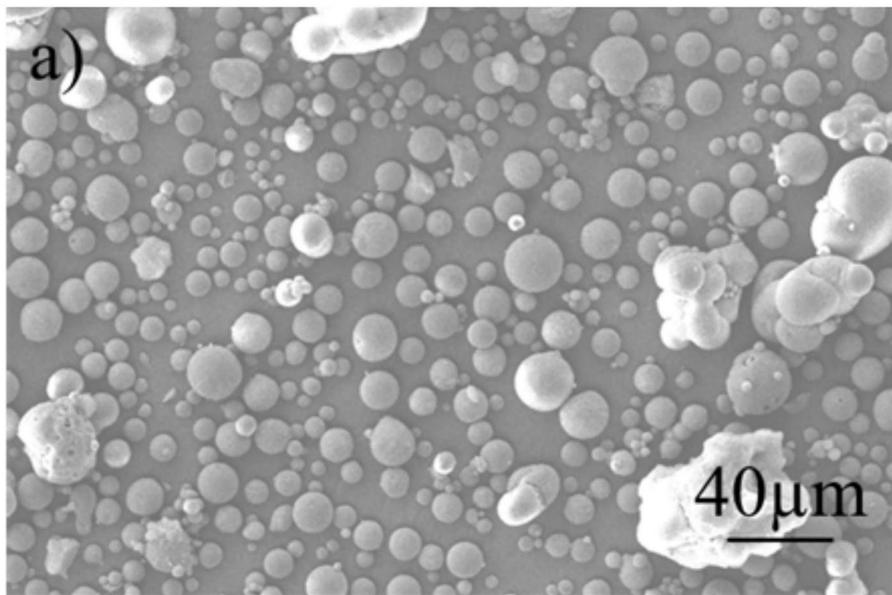


图6

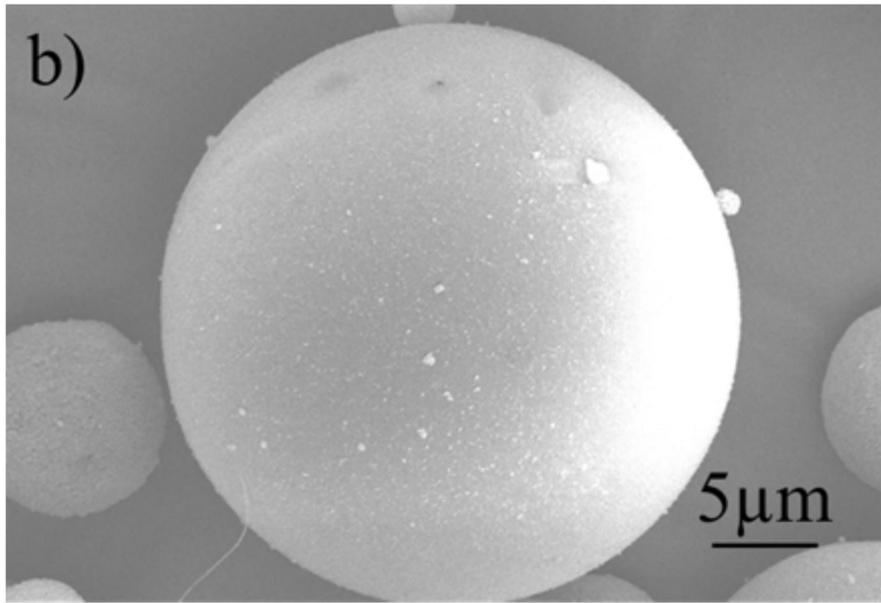


图7

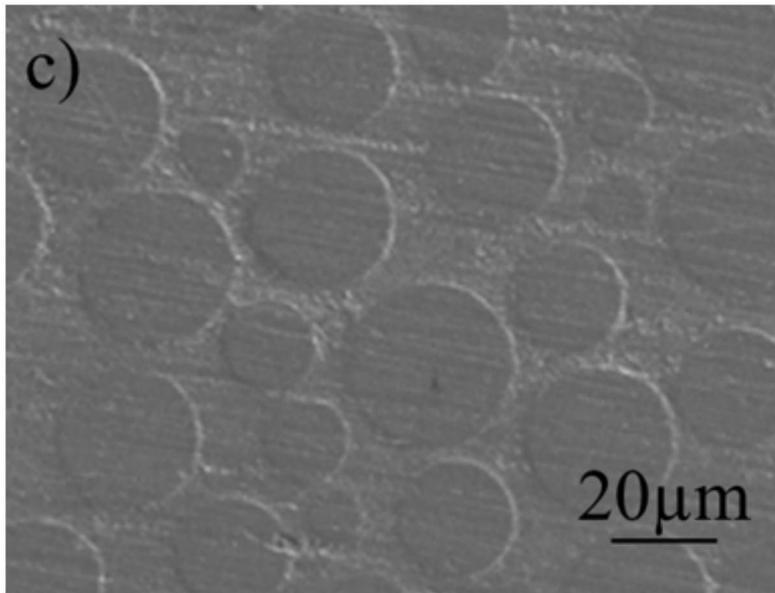


图8

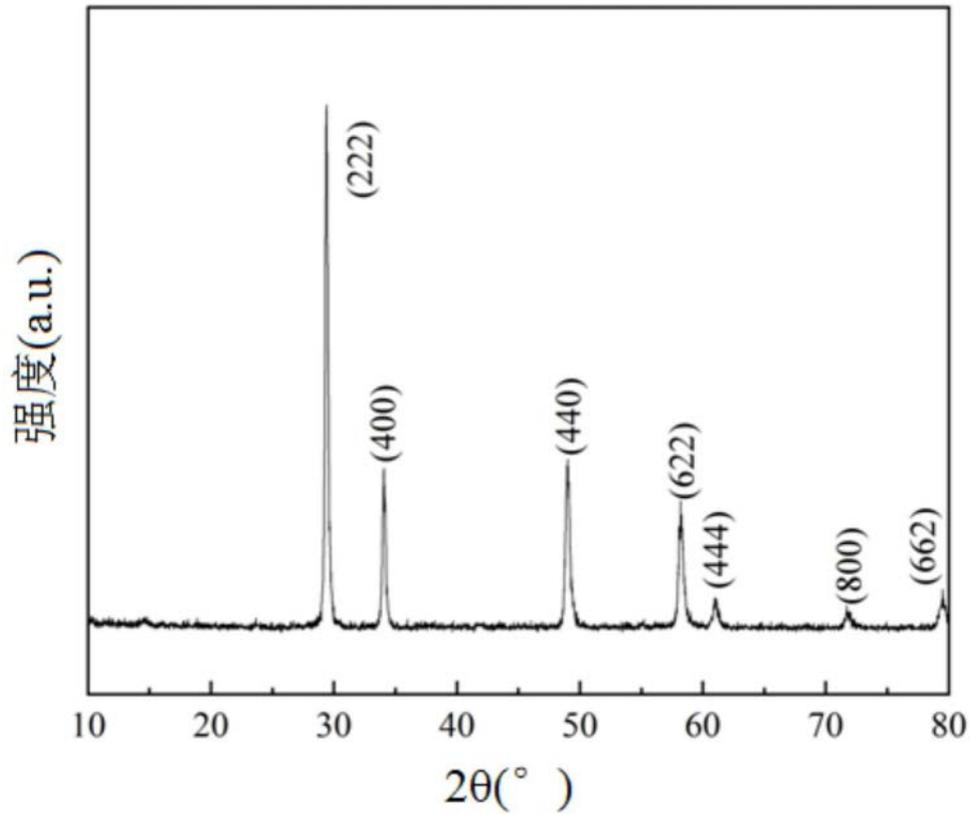


图9