



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 109590476 B

(45) 授权公告日 2021.01.15

(21) 申请号 201811567876.9

B22F 3/105 (2006.01)

(22) 申请日 2018.12.21

B22F 5/00 (2006.01)

(65) 同一申请的已公布的文献号

H01J 35/10 (2006.01)

申请公布号 CN 109590476 A

审查员 高港

(43) 申请公布日 2019.04.09

(73) 专利权人 合肥工业大学

地址 230009 安徽省合肥市包河区屯溪路
193号

(72) 发明人 张久兴 韩翠柳 潘亚飞 沈学峰
杨新宇 张凡高

(74) 专利代理机构 安徽省合肥新安专利代理有
限责任公司 34101

代理人 卢敏

(51) Int. Cl.

B22F 7/02 (2006.01)

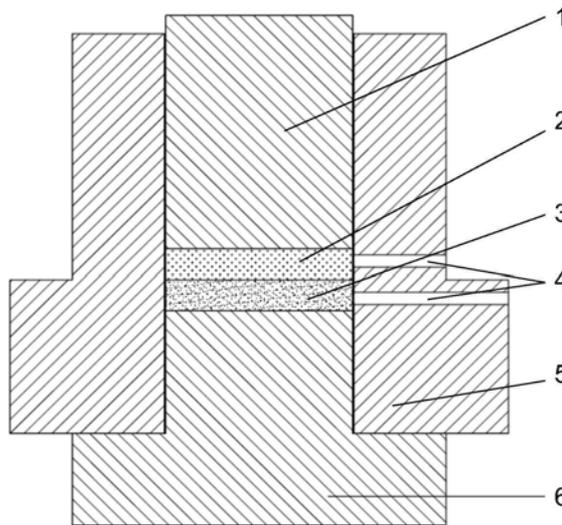
权利要求书1页 说明书5页 附图1页

(54) 发明名称

一步法制备高致密度WRe/TZM梯度复合材料的方法

(57) 摘要

本发明公开了一步法制备高致密度WRe/TZM梯度复合材料的方法,其是称取W-5%Re合金粉末和TZM合金粉末为原料,按照TZM合金粉末在下、WRe合金粉末在上的顺序装入特殊设计的梯度模具中,然后进行SPS烧结连接,一次性得到WRe/TZM梯度复合材料。本发明制备方法得到的WRe/TZM梯度复合材料致密度高、连接面扩散均匀、硬度与剪切强度优异。



1. 一步法制备高致密度WRe/TZM梯度复合材料的方法,其特征在于:

设置梯度模具,所述梯度模具分为上、下两部分,上部分为高温区、下部分为低温区;所述梯度模具包括梯度模具凹模(5)、上压头(1)、下压头(6);所述梯度模具凹模(5)的中轴设置有用于放入原料粉末和两压头的贯通的中空腔;所述梯度模具凹模(5)高温区的壁厚小于低温区的壁厚,高温区和低温区的温度差通过壁厚差调控;在高温区和低温区皆设置有测温孔(4);

所述梯度模具凹模(5)高温区和低温区的壁厚差为8~15mm,以使高温区和低温区温差满足WRe合金和TZM合金烧结致密化所需温度;

所述下压头(6)的纵剖面呈“T”型结构,以“T”型结构的“1”部分插入至所述梯度模具凹模(5)的中空腔中,“一”部分位于梯度模具凹模(5)下方,且“一”部分的外周与梯度模具凹模(5)高温区的外周平齐;

首先称取W-5%Re合金粉末和TZM合金粉末作为原料,按照TZM合金粉末在下、WRe合金粉末在上的顺序装入梯度模具中;然后进行SPS烧结连接,烧结结束后,原料停止收缩,获得WRe/TZM梯度复合材料,且TZM合金部分和WRe合金部分分别位于梯度模具的低温区和高温区。

2. 根据权利要求1所述的一步法制备高致密度WRe/TZM梯度复合材料的方法,其特征在于,包括如下步骤:

(1) 按需称取W-5%Re合金粉末和TZM合金粉末作为原料;

(2) 首先在梯度模具凹模上装好下压头,然后装入TZM合金粉末,采用手动液压机进行预压,压力为10MPa,保压2min后,装入WRe合金粉末,同样采用10MPa压力预压,最后装入上压头;

(3) 在装好原料后的梯度模具外包裹一层碳毡,然后放入SPS炉腔中进行烧结连接,得到WRe/TZM梯度复合材料;

烧结连接的工艺为:固定下压头,通过上压头施加20~50MPa的轴向压力,抽真空至5Pa时,开始进行烧结连接,以20-50°C/min的升温速率升温,当低温区达到烧结温度1500~1700°C时,停止升温,保温5~15min;保温结束后,随炉冷却至室温取出;在整个烧结连接的过程中,轴向压力保持不变;

烧结结束时,原料停止收缩,所得WRe/TZM梯度复合材料的TZM合金部分全部位于低温区、WRe合金部分位于高温区。

3. 根据权利要求2所述的一步法制备高致密度WRe/TZM梯度复合材料的方法,其特征在于:步骤(3)中,当低温区达到烧结温度时,高温区与低温区的温差为180~200°C。

4. 根据权利要求1所述的一步法制备高致密度WRe/TZM梯度复合材料的方法,其特征在于:所述W-5%Re合金粉末的费氏粒度3~4 μm ,所述TZM合金粉末的费氏粒度2~3 μm 。

一步法制备高致密度WRe/TZM梯度复合材料的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种WRe/TZM梯度复合材料的制备方法,尤其涉及一种一步法制备高致密度高性能的WRe/TZM梯度复合材料的方法。

背景技术

[0002] WRe合金是由W和Re所组成的合金,W熔点高、高温强度大、散热性能好、原子序数高,在电子轰击下能激发强的X光射线,但W具有切口敏感效应,容易导致裂纹的扩展、加深,从而使靶材基体剥离,Re的再结晶温度比W高500℃,且Re不存在塑脆转变温度。因此,Re的加入可显著改善W的室温脆性,降低塑脆转变温度,并能在一定的高温区域增强W的力学性能。随着国防工业和国民经济的迅速发展,WRe合金零部件在各领域的应用日益广泛,例如火箭发动机喷嘴、核燃料贮存和控制装置、极端环境热电偶以及CT机X射线管阳极靶材靶面材料。TZM合金是在Mo基体中加入总量不超过1%的Ti和Zr而形成的一种高温合金,与纯钼相比,TZM合金具有更高的再结晶温度和高温强度。TZM合金应用广泛,如有色金属的压铸模具、鱼雷发动机上的配气阀体、火箭喷嘴、CT机X射线管阳极靶材基体等。WRe/TZM复合材料因W与Mo的特性连接在一起时接头性能良好,因此综合了WRe合金与TZM合金的优点。

[0003] CT设备的扫描部分主要由X射线管、探测器和扫描架组成,CT机性能的好坏很大程度上取决于X射线管的质量,而阳极靶材是X射线管的关键部件,直接影响了X射线管的发射性能和使用寿命。X射线管工作时,阳极靶受高能电子束的轰击而发射X射线。然而,X射线管工作过程中能量的转换效率非常低,大概只有2%左右,约98%以上的能量转变为热能,而且热量主要集中在阳极上,其局部温度可达到2600℃,因此对于靶面材料不仅要求其具有产生X射线的能力,同时要求其具有耐高温强度大、能承受较大的热冲击且散热性能良好的特点。因此阳极靶材通常选择WRe合金为靶面材料、TZM合金和石墨作为基体支撑材料。而WRe/TZM复合材料的制备为靶材制备的主要难点,目前其制备方法主要有粉末冶金法、粉末冶金加锻造法以及气相沉积法三种。专利106531599A《一种X射线管用钨铼-钼合金旋转阳极靶材及其制备方法》公开了以钨铼预合金粉末和钼合金粉末为原料,通过模压成型、高温烧结、热等静压、矫直整形等工序制备阳极靶材材料,但其工艺复杂,成本较高,致密度也难以达到要求。国外多采用粉末冶金加锻造的方法来制备WRe/TZM复合材料,致密度可达到靶材使用要求,但工艺相对复杂、成本高。

[0004] 因此,用于制造适用于旋转阳极靶材的WRe/TZM复合材料的简单、有效的方法亟待发掘。

发明内容

[0005] 为克服上述现有技术所存在的缺点,本发明提供了一步法制备高致密度WRe/TZM梯度复合材料的方法,旨在通过SPS烧结连接的方式,采用梯度模具,合理设计工艺参数,一步法获得密度高、结合强度高、散热性能好、抗热冲击性好的WRe/TZM梯度复合材料。

[0006] 为实现上述目的,本发明采取如下技术方案:

[0007] 本发明公开了一步法制备高致密度WRe/TZM梯度复合材料的方法,其特点在于:

[0008] 设置梯度模具,所述梯度模具分为上、下两部分,上部分为高温区、下部分为低温区;

[0009] 首先称取W-5%Re合金粉末和TZM合金粉末作为原料,按照TZM合金粉末在下、WRe合金粉末在上的顺序装入梯度模具中;然后进行SPS烧结连接,烧结结束后,原料停止收缩,获得WRe/TZM梯度复合材料,且TZM合金部分和WRe合金部分分别位于梯度模具的低温区和高温区。

[0010] 进一步地,所述梯度模具包括梯度模具凹模、上压头、下压头;所述梯度模具凹模的中轴设置有用于放入原料粉末和两压头的贯通的中空腔;所述梯度模具凹模高温区的壁厚小于低温区的壁厚,高温区和低温区的温度差通过壁厚差调控;在高温区和低温区皆设置有测温孔。

[0011] 更进一步地,所述梯度模具凹模高温区和低温区的壁厚差为8~15mm。TEM的致密化温度在1500~1700℃,WRe的致密化温度为1800~2000℃,本发明设计梯度模具凹模高温区和低温区的壁厚差为8~15mm,当低温区达到致密化温度1500~1600℃,高温区与低温区的温差在180~200℃,正好满足WRe致密化温度的要求。因此,采用本发明设置的梯度模具达到的两个温度可一次性得到高致密度WRe/TZM梯度复合材料。

[0012] 更进一步地,所述下压头的纵剖面呈“T”型结构,以“T”型结构的“1”部分插入至所述梯度模具凹模的中空腔中,“一”部分位于梯度模具凹模下方,且“一”部分的外周与梯度模具凹模高温区的外周平齐。该结构可实现样品在模具内的位置固定,保证烧结完成后TZM层在低温区、WRe层在高温区,同时避免了与压头接触的垫块的摆放问题造成的温度及压力不均匀,保证了工艺的良好重复性。

[0013] 本发明一步法制备高致密度WRe/TZM梯度复合材料的方法,具体包括如下步骤:

[0014] (1) 按需称取W-5%Re合金粉末和TZM合金粉末作为原料;

[0015] (2) 首先在梯度模具凹模上装好下压头,然后装入TZM合金粉末,采用手动液压机进行预压,压力为10MPa,保压2min后,装入WRe合金粉末,同样采用10MPa压力预压,最后装入上压头;

[0016] (3) 在装好原料后的梯度模具外包裹一层碳毡,然后放入SPS炉腔中进行烧结连接,得到WRe/TZM梯度复合材料;

[0017] 烧结连接的工艺为:固定下压头,通过上压头施加20~50MPa的轴向压力,抽真空至5Pa时,开始进行烧结连接,以20~50℃/min的升温速率升温,当低温区达到烧结温度1500~1700℃时,停止升温,保温5~15min;保温结束后,随炉冷却至室温取出;在整个烧结连接的过程中,轴向压力保持不变;

[0018] 烧结结束时,原料停止收缩,所得WRe/TZM梯度复合材料的TZM合金部分全部位于低温区、WRe合金部分位于高温区。

[0019] 当低温区达到烧结温度时,高温区与低温区的温差为180~200℃。

[0020] 进一步地,所述W-5%Re合金粉末来自威海多晶钨钼科技有限公司,费氏粒度3~4μm;所述TZM合金粉末来自金堆城钼业股份有限公司,费氏粒度2~3μm。

[0021] 与现有技术相比,本发明的有益效果体现在:

[0022] 1、本发明制备方法得到的CT机阳极靶材用WRe/TZM复合材料具有致密度高、结合

强度与硬度高、连接面扩散均匀、散热性能好、抗热冲击性好的优点。

[0023] 2、相比于现有技术中常用的粉末冶金法,本发明采用SPS烧结连接技术,通过采用梯度模具可一次性快速成形,具有烧结时间短、能耗低、对设备真空度要求低的优势,且工艺简单、易操作,降低了生产周期和成本。

[0024] 3、通过本发明得到的WRe/TZM复合材料接头剪切强度可达到269MPa,已达到CT机X射线管用旋转阳极靶材的使用要求。

附图说明

[0025] 图1为本发明烧结WRe/TZM梯度复合材料的梯度模具示意图;

[0026] 图中标号:1为上压头;2为WRe粉末;3为TZM粉末;4为测温孔;5为梯度模具凹模;6为下压头。

具体实施方式

[0027] 下面结合附图和实施例对本发明CT机X射线管阳极靶材用WRe/TZM梯度复合材料的制备方法进行说明。应理解,这些实施例仅用于理解本发明而不用于限制本发明的范围。对外应理解,在阅读了本发明的内容后,本领域技术人员对本发明作各种改动或修改,这些等价形式同样落于本申请所附权利要求书所限定的范围。

[0028] 下述实施例所用放电等离子烧结炉为日本Sinter Land Inc.公司生产的LABOX-6020hv放电等离子烧结系统,其电流类型为直流脉冲电流,脉冲序列为40:7。

[0029] 下述实施例所用WRe合金粉末(W-5%Re合金粉末)来自威海多晶钨钼科技有限公司,费氏粒度3~4 μm 。

[0030] 下述实施例所用TZM合金粉末来自金堆城铝业股份有限公司,费氏粒度2~3 μm 。

[0031] 下述实施例所用模具为专门设计的梯度模具,其结构如图1所示:梯度模具分为上、下两部分,上部分为高温区、下部分为低温区。具体的,梯度模具包括梯度模具凹模5、上压头1、下压头6;梯度模具凹模5的中轴设置有用于放入原料粉末和两压头的贯通的中空腔;梯度模具凹模5高温区的壁厚小于低温区的壁厚,高温区和低温区的温度差通过壁厚差调控;在高温区和低温区皆设置有测温孔4。本实施例中,梯度模具凹模5高温区和低温区的壁厚差为10mm,以使高温区和低温区温差满足WRe合金和TZM合金烧结致密化所需温度。

[0032] 实施例1

[0033] 本实施例按如下步骤制造CT机X射线管用WRe/TZM梯度复合材料:

[0034] (1) 按需称取WRe合金粉末和TZM合金粉末作为原料;

[0035] (2) 首先在梯度模具凹模上装好下压头,然后装入TZM合金粉末,采用手动液压机进行预压,压力为10MPa,保压2min后,装入WRe合金粉末,同样采用10MPa压力预压,最后装入上压头;在样品与模具和压头之间加一层0.2mm厚的石墨纸隔开,以防止样品和石墨反应并便于脱模;

[0036] (3) 在装好原料后的梯度模具外包裹一层5mm厚的碳毡,然后放入SPS炉腔中进行烧结连接,得到WRe/TZM梯度复合材料;

[0037] 烧结连接的工艺为:固定下压头,通过上压头施加30MPa的轴向压力,抽真空至5Pa时,开始进行烧结连接,以平均20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速率升温,当低温区达到烧结温度1600 $^{\circ}\text{C}$

时,停止升温,保温5min;保温结束后,保持轴向压力不变,随炉冷却至室温取出;在整个烧结连接的过程中,轴向压力保持不变;

[0038] 当低温区达到烧结温度时,高温区温度为1790℃。

[0039] 经测定,本实施例所得WRe/TZM梯度复合材料,WRe合金层致密度达到97.43%、TZM合金层致密度达到97.84%,连接面扩散均匀,WRe合金层和TZM合金层维氏硬度分别为3.7GPa和1.87GPa,接头室温剪切强度达到269MPa,满足CT机X射线管阳极靶材的使用要求。

[0040] 实施例2

[0041] 本实施例按如下步骤制造CT机X射线管用WRe/TZM梯度复合材料:

[0042] (1) 按需称取WRe合金粉末和TZM合金粉末作为原料;

[0043] (2) 首先在梯度模具凹模上装好下压头,然后装入TZM合金粉末,采用手动液压机进行预压,压力为10MPa,保压2min后,装入WRe合金粉末,同样采用10MPa压力预压,最后装入上压头;在样品与模具和压头之间加一层0.2mm厚的石墨纸隔开,以防止样品和石墨反应并便于脱模;

[0044] (3) 在装好原料后的梯度模具外包裹一层5mm厚的碳毡,然后放入SPS炉腔中进行烧结连接,得到WRe/TZM梯度复合材料;

[0045] 烧结连接的工艺为:固定下压头,通过上压头施加40MPa的轴向压力,抽真空至5Pa时,开始进行烧结连接,以平均25℃/min的升温速率升温,当低温区达到烧结温度1600℃时,停止升温,保温5min;保温结束后,保持轴向压力不变,随炉冷却至室温取出;在整个烧结连接的过程中,轴向压力保持不变;

[0046] 当低温区达到烧结温度时,高温区温度为1790℃。

[0047] 经测定,本实施例所得WRe/TZM梯度复合材料,WRe合金层致密度达到97.22%、TZM合金层致密度达到97.55%,连接面扩散均匀,WRe合金层和TZM合金层维氏硬度分别为3.66GPa和1.9GPa,接头室温剪切强度达到276MPa,满足CT机X射线管阳极靶材的使用要求。

[0048] 实施例3

[0049] 本实施例按如下步骤制造CT机X射线管用WRe/TZM梯度复合材料:

[0050] (1) 按需称取WRe合金粉末和TZM合金粉末作为原料;

[0051] (2) 首先在梯度模具凹模上装好下压头,然后装入TZM合金粉末,采用手动液压机进行预压,压力为10MPa,保压2min后,装入WRe合金粉末,同样采用10MPa压力预压,最后装入上压头;在样品与模具和压头之间加一层0.2mm厚的石墨纸隔开,以防止样品和石墨反应并便于脱模;

[0052] (3) 在预压后梯度模具外包裹一层5mm厚的碳毡,然后放入SPS炉腔中进行烧结连接,得到WRe/TZM梯度复合材料;

[0053] 烧结连接的工艺为:固定下压头,通过上压头施加30MPa的轴向压力,抽真空至5Pa时,开始进行烧结连接,以平均30℃/min的升温速率升温,当低温区达到烧结温度1650℃时,停止升温,保温5min;保温结束后,保持轴向压力不变,随炉冷却至室温取出;在整个烧结连接的过程中,轴向压力保持不变;

[0054] 当低温区达到烧结温度时,高温区温度为1840℃。

[0055] 经测定,本实施例所得WRe/TZM梯度复合材料,WRe合金层致密度达到97.69%、TZM合金层致密度达到98.45%,连接面扩散均匀,WRe合金层和TZM合金层维氏硬度分别为

3.65GPa和1.877GPa,接头室温剪切强度达到305MPa,满足CT机X射线管阳极靶材的使用要求。

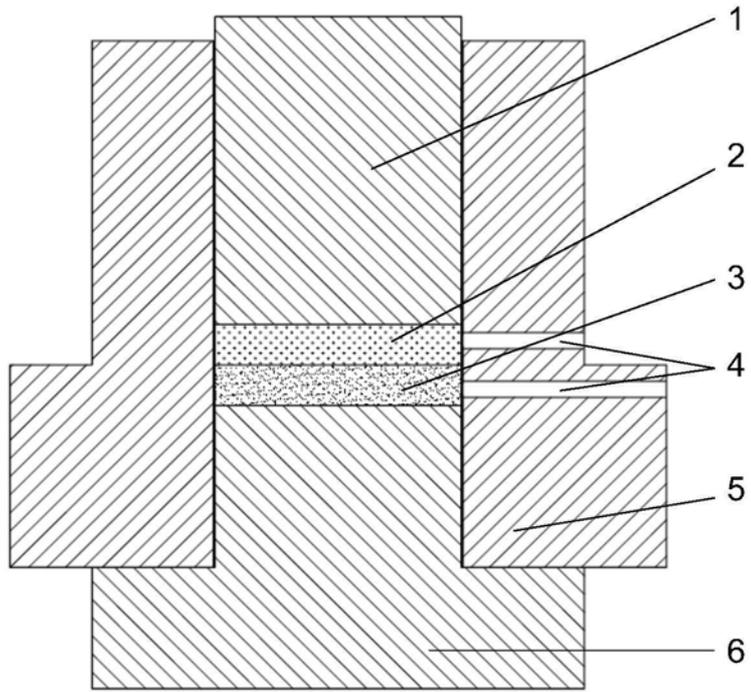


图1