



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 113370344 B

(45) 授权公告日 2023.02.21

(21) 申请号 202110469248.2

(22) 申请日 2021.04.28

(65) 同一申请的已公布的文献号  
申请公布号 CN 113370344 A

(43) 申请公布日 2021.09.10

(73) 专利权人 潍坊科技学院  
地址 262700 山东省潍坊市寿光市潍坊科  
技学院金光街1299号

(72) 发明人 姜卫国 李强 黄宗经 赵德彪  
董琳 李延昭 董海荣 张珊珊  
冯玉娇

(74) 专利代理机构 沈阳晨创科技专利代理有限  
责任公司 21001  
专利代理师 张晨

(51) Int.Cl.

B28B 1/00 (2006.01)

B28B 11/06 (2006.01)

B28B 11/24 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 103304227 A, 2013.09.18

CN 104646633 A, 2015.05.27

CN 103192062 A, 2013.07.10

CN 109128037 A, 2019.01.04

CN 109053194 A, 2018.12.21

CN 108101519 A, 2018.06.01

CN 109226667 A, 2019.01.18

KR 20070101172 A, 2007.10.16

审查员 姚小琪

权利要求书1页 说明书4页

(54) 发明名称

一种定向凝固陶瓷件的制备工艺

(57) 摘要

本发明的目的在于提供一种定向凝固陶瓷件的制备工艺,具体步骤为:1)、制备定向凝固陶瓷件模具;2)、利用模具制备定向凝固陶瓷件素坯;3)、定向凝固陶瓷件素坯烧结预成型;4)、在烧结后的定向凝固陶瓷件表面涂挂石墨粉料;5)、定向凝固陶瓷件二次烧结制备模壳;6)、采用定向凝固技术制备定向凝固陶瓷件成品。该工艺对产品结构无要求,加工成本低,可满足定向凝固陶瓷件的制备需求。

1. 一种定向凝固陶瓷件的制备工艺,其特征在于,具体步骤为:

- 1)、制备定向凝固陶瓷件模具;
- 2)、利用模具制备定向凝固陶瓷件素坯;
- 3)、定向凝固陶瓷件素坯烧结预成型;

4)、在烧结后的定向凝固陶瓷件表面采用涂料-撒砂工艺制备模壳,具体是:粘接剂为树脂的酒精溶液,所述树脂为酚醛树脂或醇溶树脂,酒精与树脂二者的质量比为3:1-5:1,撒砂材料为石墨粉料,石墨粉料的粒度为:第一层100目,第二层-第三层为80目,第四层-第六层60目,第七层-第八层30目;完成后,室温条件下干燥4-10小时;

5)、将表面涂有模壳材料的陶瓷件置入真空炉或保护性气氛中进行再烧结,保护性气氛为氮气或氩气,烧结温度600-1000℃,时间2-4 h;

6)、采用定向凝固技术制备定向凝固陶瓷件成品:将带有陶瓷烧结件的石墨模壳装入真空定向凝固炉中进行定向凝固,保温炉温度1800-2200℃,定向凝固抽拉速度控制在1-6mm/min;定向凝固结束后取出模壳,清除模壳后即得到定向凝固陶瓷件成品。

2. 按照权利要求1所述定向凝固陶瓷件的制备工艺,其特征在于:所述陶瓷为氧化铝、氧化锆、氧化钇之一种或多种。

3. 按照权利要求1所述定向凝固陶瓷件的制备工艺,其特征在于:步骤1)中,所述定向凝固陶瓷件模具为碳素钢、合金钢材质。

4. 按照权利要求1所述定向凝固陶瓷件的制备工艺,其特征在于:步骤2)中,陶瓷件素坯采用与预制备氧化物陶瓷相同的粉料和增塑剂混合制备而成,氧化物粉料与增塑剂粉料的质量配比为80:20-90:10。

5. 按照权利要求4所述定向凝固陶瓷件的制备工艺,其特征在于:所述增塑剂为工业石蜡,或石蜡与聚乙烯的混合物,其中石蜡与聚乙烯的质量配比为95:5-99:1。

6. 按照权利要求1所述定向凝固陶瓷件的制备工艺,其特征在于:步骤2)中,陶瓷件素坯采用注射成型工艺制备,成型压力为30-80大气压,注射时间10-60 s,保压时间10-120 s。

7. 按照权利要求1所述定向凝固陶瓷件的制备工艺,其特征在于:步骤3)中,陶瓷件素坯烧结工艺为:升温速度0.5-5℃/min,升温至烧结温度,烧结温度为1200-1400℃,保温时间2-10 h,随炉冷却。

## 一种定向凝固陶瓷件的制备工艺

### 技术领域

[0001] 本发明属于定向凝固陶瓷领域,特别提供一种定向凝固陶瓷件的制备工艺。

### 背景技术

[0002] 目前,发动机技术的迅猛发展对材料的高温性能提出了更为严峻的挑战。高推重比的发动机涡轮前进口的温度已达到材料使用温度的极限。在实际应用中,高温部件必须采用气冷以及热障涂层防护等措施,但冷气的应用一方面会减少燃烧空气,降低发动机燃烧效率;另一方面,使部件结构大大复杂化,不仅增加了制备难度,且研制和维护费用也随之提高。采用定向凝固技术制备的氧化物陶瓷性能优异,具有耐高温、高强度、高硬度、强的抗腐蚀能力等,被认为是最有希望的新一代超高温结构材料之一。目前,定向凝固氧化物陶瓷已成为制备高效率航空发动机和燃气轮机叶片的重要发展方向。

[0003] 氧化物陶瓷的定向凝固温度至少在1800℃以上,采用普通的陶瓷模壳根本无法满足如此高的温度要求。虽然金属钼可以满足如此高的温度,但是作为定向凝固模壳其制备困难、加工成本高且只能制备较简单的形状。如何开发出一种定向凝固陶瓷件用模壳的制备工艺是目前急需解决的问题。

### 发明内容

[0004] 本发明的目的在于提供一种定向凝固陶瓷件的制备工艺,该工艺对产品结构无要求,加工成本低,可满足定向凝固陶瓷件的制备需求。

[0005] 本发明技术方案如下:

[0006] 一种定向凝固陶瓷件的制备工艺,其特征在于,具体步骤为:

[0007] 1)、制备定向凝固陶瓷件模具;

[0008] 2)、利用模具制备定向凝固陶瓷件素坯;

[0009] 3)、定向凝固陶瓷件素坯烧结预成型;

[0010] 4)、在烧结后的定向凝固陶瓷件表面涂挂石墨粉料;

[0011] 5)、定向凝固陶瓷件二次烧结制备模壳;

[0012] 6)、采用定向凝固技术制备定向凝固陶瓷件成品。

[0013] 作为优选的技术方案:

[0014] 所述陶瓷为氧化铝、氧化锆、氧化钇之一种或多种。

[0015] 步骤1)中,所述定向凝固陶瓷件模具为碳素钢、合金钢材质。

[0016] 步骤2)中,烧结后的陶瓷件素坯采用与预制备氧化物陶瓷件相同的氧化物粉料与增塑剂混合制备而成,氧化物粉料与增塑剂粉料的质量配比为80:20-90:10。

[0017] 所述增塑剂为工业石蜡,或石蜡与聚乙烯的混合物,其中石蜡与聚乙烯的质量配比为95:5-99:1。

[0018] 陶瓷件素坯采用注射成型工艺制备,成型压力为30-80大气压,注射时间10-60s,保压时间10-120s。

[0019] 步骤3)中,陶瓷件素坯烧结工艺为:升温速度 $0.5-5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ,升温至烧结温度,烧结温度为 $1200-1400^{\circ}\text{C}$ ,保温时间 $2-10\text{h}$ ,随炉冷却。

[0020] 步骤4)中,在烧结后的陶瓷件表面采用涂料-撒砂工艺制备模壳,具体:粘接剂为树脂的酒精溶液,所述树脂为酚醛树脂或醇溶树脂,酒精与树脂二者的质量比为 $3:1-5:1$ ,撒砂材料为石墨粉料,石墨粉料的粒度为:第一层100目,第二层-第三层为80目,第四层-第六层60目,第七层-第八层30目;完成后,室温条件下干燥 $4-10$ 小时。

[0021] 步骤5)中,将表面涂有模壳材料的陶瓷件置入真空炉或保护性气氛中进行再烧结,保护性气氛为氮气或氩气,烧结温度 $600-1000^{\circ}\text{C}$ ,时间 $2-4\text{h}$ 。

[0022] 步骤6)中,将带有陶瓷烧结件的石墨模壳装入真空定向凝固炉中进行定向凝固,保温炉温度 $1800-2200^{\circ}\text{C}$ ,定向凝固抽拉速度控制在 $1-6\text{mm}/\text{min}$ ;定向凝固结束后取出模壳,清除模壳后即得到定向凝固陶瓷件成品。

### 具体实施方式

[0023] 实施例1:

[0024] 制备氧化铝/氧化锆陶瓷件:

[0025] 1)、制备碳素钢定向凝固陶瓷件的模具;

[0026] 2)、利用模具制备定向凝固陶瓷件素坯:陶瓷件素坯材料采用与预制备氧化物陶瓷相同的粉料与增塑剂混合制备而成,氧化物粉料与增塑剂粉料的质量配比为 $85:15$ ;增塑剂为工业石蜡与聚乙烯的混合物,石蜡与聚乙烯的质量配比为 $95:5$ ;陶瓷件采用注射成型工艺制备,成型压力为 $30$ 大气压,注射时间 $60$ 秒,保压时间 $60$ 秒;

[0027] 3)、陶瓷件素坯烧结工艺为:升温速度 $0.5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ,升温至烧结温度( $1200^{\circ}\text{C}$ ),保温时间 $8$ 小时,随炉冷却;

[0028] 4)、在烧结后的陶瓷件表面采用涂料-撒砂工艺制备模壳,具体为:粘接剂为树脂的酒精溶液,树脂为酚醛树脂,酒精与树脂二者的质量比为 $3:1$ ,撒砂材料为石墨粉料,石墨粉料的粒度为第一层100目,第二层-第三层为80目,第四层-第六层60目,第七层-第八层30目;模壳制备完成后,室温条件下,干燥 $4$ 小时;

[0029] 5)、干燥后的模壳与陶瓷件一起在真空炉中进行再烧结,烧结温度为 $600^{\circ}\text{C}$ ,时间 $4$ 小时;

[0030] 6)、将带有陶瓷烧结件的石墨模壳装入定向凝固炉中进行定向凝固,保温炉温度 $1900^{\circ}\text{C}$ ,定向凝固抽拉速度控制在 $1\text{mm}/\text{min}$ ;定向凝固结束后取出模壳,清除模壳后即得到定向凝固陶瓷件成品。

[0031] 实施例2:

[0032] 制备氧化铝/氧化钇陶瓷件:

[0033] 1)、制备45#碳素钢定向凝固陶瓷件的模具;

[0034] 2)、利用模具制备定向凝固陶瓷件素坯:陶瓷件素坯材料采用与预制备氧化物陶瓷相同的粉料与增塑剂混合制备而成,氧化物粉料与增塑剂粉料的质量配比为 $90:10$ ;增塑剂为工业石蜡;陶瓷件采用注射成型工艺制备,成型压力为 $80$ 大气压,注射时间 $60$ 秒,保压时间 $60$ 秒;

[0035] 3)、陶瓷件素坯烧结工艺为:升温速度 $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ,升温至烧结温度( $1300^{\circ}\text{C}$ ),保温时

间6小时,随炉冷却;

[0036] 4)、在烧结后的陶瓷件表面采用涂料-撒砂工艺制备模壳,具体为:粘接剂为树脂的酒精溶液,树脂为醇溶树脂,酒精与树脂二者的质量比为3:1,撒砂材料为石墨粉料,石墨粉料的粒度为第一层100目,第二层-第三层为80目,第四层-第六层60目,第七层-第八层30目;模壳制备完成后,室温条件下,干燥6小时;

[0037] 5)、干燥后的模壳与陶瓷件一起在氮气保护气氛下进行再烧结,烧结温度为1000℃,时间2小时;

[0038] 6)、将带有陶瓷烧结件的石墨模壳装入定向凝固炉中进行定向凝固,保温炉温度2000℃,定向凝固抽拉速度控制在2mm/min;定向凝固结束后取出模壳,清除模壳后即得到定向凝固陶瓷件成品。

[0039] 实施例3:

[0040] 制备氧化铝/氧化锆陶瓷件:

[0041] 1)、制备合金钢定向凝固陶瓷件的模具;

[0042] 2)、利用模具制备定向凝固陶瓷件素坯:陶瓷件素坯材料与采用预制备氧化物陶瓷相同的粉料与增塑剂混合制备而成,氧化物粉料与增塑剂粉料的质量配比为90:10;增塑剂为工业石蜡与聚乙烯的混合物,石蜡与聚乙烯的质量配比为95:5;陶瓷件采用注射成型工艺制备,成型压力为60大气压,注射时间60秒,保压时间60秒;

[0043] 3)、陶瓷件素坯烧结工艺为:升温速度5℃/min,升温至烧结温度(1250℃),保温时间8小时,随炉冷却;

[0044] 4)、在烧结后的陶瓷件表面采用涂料-撒砂工艺制备模壳,具体为:粘接剂为树脂的酒精溶液,树脂为酚醛树脂,酒精与树脂二者的质量比为5:1,撒砂材料为石墨粉料,石墨粉料的粒度为第一层100目,第二层-第三层为80目,第四层-第六层60目,第七层-第八层30目;模壳制备完成后,室温条件下,干燥4小时;

[0045] 5)、干燥后的模壳与陶瓷件一起在氩气保护气氛下进行再烧结,烧结温度为800℃,时间2小时;

[0046] 6)、将带有陶瓷烧结件的石墨模壳装入定向凝固炉中进行定向凝固,保温炉温度2200℃,定向凝固抽拉速度控制在2mm/min;定向凝固结束后取出模壳,清除模壳后即得到定向凝固陶瓷件成品。

[0047] 实施例4:

[0048] 制备氧化铝/氧化钇陶瓷件:

[0049] 1)、制备合金钢定向凝固陶瓷件的模具;

[0050] 2)、利用模具制备定向凝固陶瓷件素坯:陶瓷件素坯材料采用与预制备氧化物陶瓷相同的粉料与增塑剂混合制备而成,氧化物粉料与增塑剂粉料的质量配比为88:12;增塑剂为工业石蜡;陶瓷件采用注射成型工艺制备,成型压力为30大气压,注射时间60秒,保压时间10秒;

[0051] 3)、陶瓷件素坯烧结工艺为:升温速度5℃/min,升温至烧结温度(1400℃),保温时间10小时,随炉冷却;

[0052] 4)、在烧结后的陶瓷件表面采用涂料-撒砂工艺制备模壳,具体为:粘接剂为树脂的酒精溶液,树脂为酚醛树脂,酒精与树脂二者的质量比为3:1,撒砂材料为石墨粉料,石墨

粉料的粒度为第一层100目,第二层-第三层为80目,第四层-第六层60目,第七层-第八层30目;模壳制备完成后,室温条件下,干燥4小时;

[0053] 5)、干燥后的模壳与陶瓷件一起在真空炉中进行再烧结,烧结温度为800℃,时间2小时;

[0054] 6)、将带有陶瓷烧结件的石墨模壳装入定向凝固炉中进行定向凝固,保温炉温度1800℃,定向凝固抽拉速度控制在6mm/min;定向凝固结束后取出模壳,清除模壳后即得到定向凝固陶瓷件成品。

[0055] 本发明未尽事宜为公知技术。

[0056] 上述实施例只为说明本发明的技术构思及特点,其目的在于让熟悉此项技术的人士能够了解本发明的内容并据以实施,并不能以此限制本发明的保护范围。凡根据本发明精神实质所作的等效变化或修饰,都应涵盖在本发明的保护范围之内。