



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 106078098 A

(43)申请公布日 2016.11.09

(21)申请号 201610499712.1

C23C 14/16(2006.01)

(22)申请日 2016.06.29

C23C 14/32(2006.01)

(71)申请人 航天材料及工艺研究所

B22F 3/03(2006.01)

地址 100076 北京市丰台区南大红门路1号

申请人 中国运载火箭技术研究院

(72)发明人 徐方涛 贾文军 李海庆 张绪虎

石刚 张春基 贾中华 陈道勇

葛云武

(74)专利代理机构 中国航天科技专利中心

11009

代理人 范晓毅

(51)Int.Cl.

B23P 15/00(2006.01)

C23C 4/134(2016.01)

C23C 4/11(2016.01)

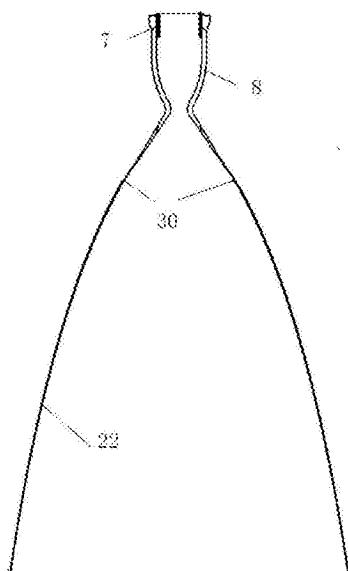
权利要求书3页 说明书8页 附图3页

(54)发明名称

一种发动机推力室的制备方法

(57)摘要

本发明涉及一种发动机推力室的制备方法，采用粉末冶金近净成形技术制备带连接铌环的铼-铌一体燃烧室，采用电弧沉积法在铼燃烧室内外表面制备铱涂层，采用旋压工艺制备铌钨合金延伸段，采用电子束焊接工艺实现燃烧室与延伸段连接，采用料浆烧结工艺制备延伸段表面硅化物涂层，采用等离子喷涂技术在燃烧室外表面制备金属氧化物高辐射涂层，采用旋压技术制备铂铑环并装配于燃烧室入口端内壁面，通过对整个制备过程的创新设计，以及不同制备阶段工艺方法及工艺条件的优化设计，使得制备得到的铼铱推力室应用于发动机，可以显著提高发动机许用工作温度，实现发动机提高比冲的目的，为飞行器延长飞行寿命、增大有效载荷或增大射程提供技术支撑。



1. 一种发动机推力室的制备方法,其特征在于:包括如下步骤:

步骤(一)、采用粉末冶金成形工艺制备铼燃烧室基体(5);

步骤(二)、采用料浆烧结工艺在铼燃烧室基体(5)的出口段内表面的部分区域制备硅化物涂层(20);

步骤(三)、采用电弧沉积的方法依次在铼燃烧室基体(5)的内表面、外表面以及出口段内表面的部分区域制备铱涂层(6),所述出口段内表面的部分区域指出口段内表面除步骤(二)制备的硅化物涂层(20)外的其余区域;且出口段内表面制备的铱涂层(6)与硅化物涂层(20)形成搭接区域;

步骤(四)、制备铌合金延伸段(21),所述铌合金延伸段(21)的上端与铼燃烧室基体(5)的出口端相匹配,且铌合金延伸段(21)的下端设置有翻边(23);

步骤(五)、将铌合金延伸段(21)的上端与铼燃烧室基体(5)的出口端采用电子束焊接工艺进行连接;

步骤(六)、采用料浆烧结工艺在铌合金延伸段(21)内表面和外表面制备硅化物涂层(22),且铌合金延伸段(21)内表面的硅化物涂层(22)与铼燃烧室基体(5)出口段内表面的硅化物涂层(20)形成搭接区域;

步骤(七)、采用等离子喷涂工艺在铼燃烧室基体(5)外表面制备高辐射涂层(8),所述高辐射涂层(8)与铌合金延伸段(21)外表面的硅化物涂层(22)形成搭接区域,高辐射涂层(8)在搭接区域覆盖硅化物涂层(22);

步骤(八)、采用旋压工艺制备铂铑环(7),并将铂铑环(7)装配于铼铱燃烧室基体(5)入口端内壁,完成发动机推力室的制备。

2. 根据权利要求1所述的一种发动机推力室的制备方法,其特征在于:所述步骤(一)中制备铼燃烧室基体采用的成型模具包括芯模(3)和包套(4),所述芯模(3)和包套(4)的形状与待制备的铼燃烧室基体(5)的形状相匹配,芯模(3)置于包套(4)内部,在芯模(3)与包套(4)之间形成装粉区(10),此外在成型模具两端的芯模(3)上形成台阶结构,所述芯模(3)的材料为铌钨合金。

3. 根据权利要求2所述的一种发动机推力室的制备方法,其特征在于:采用成型模具制备铼燃烧室基体(5)后,采用机加工方法去除包套(4)和芯模(3),保留芯模(3)中的部分台阶,使得铼燃烧室基体与芯模(3)中的部分台阶一体成型,实现铼燃烧室两端的铼铌一体成型。

4. 根据权利要求1~3之一所述的一种发动机推力室的制备方法,其特征在于:所述步骤(一)中粉末冶金成形工艺包括前期成形工艺和后续热处理工艺,其中前期成形工艺的工艺条件为:温度 $1300^{\circ}\text{C} \sim 1380^{\circ}\text{C}$ ,压力 $\geq 120\text{MPa}$ ,保温时间3~5h;后续热处理工艺的工艺条件为:真空环境 $\leq 1 \times 10^{-3}\text{Pa}$ ,温度 $1550\text{--}1650^{\circ}\text{C}$ ,保温时间1~3h。

5. 根据权利要求1所述的一种发动机推力室的制备方法,其特征在于:所述步骤(二)中铼燃烧室基体(5)的出口段内表面制备的硅化物涂层(20)覆盖区域为沿铼燃烧室基体(5)母线方向距离出口段下边缘4~5mm起始,沿母线方向向上延伸10~15mm的宽度,涂层厚度为 $180\text{--}220\mu\text{m}$ 。

6. 根据权利要求1或5所述的一种发动机推力室的制备方法,其特征在于:所述步骤(二)中制备硅化物涂层(20)采用的料浆为 $75\text{Si}-20\text{Cr}-5\text{Ti}$ 合金粉添加乙酸乙酯、硝基清漆

制备,将料浆采用喷枪喷涂至铼燃烧室基体(5)的出口段内表面,喷涂输入压强为0.8~1.0MPa,喷涂完成后将铼燃烧室基体(5)置于真空炉中进行烧结,烧结温度1300~1400℃,烧结时间10~30min。

7.根据权利要求1所述的一种发动机推力室的制备方法,其特征在于:所述步骤(三)中在铼燃烧室基体(5)的内表面制备铱涂层采用的铱靶材为圆台形状,制备铱涂层的厚度为150~200μm;在铼燃烧室基体的出口段和外表面制备铱涂层采用的铱靶材均为圆柱形状,制备铱涂层的厚度为50~100μm;所述圆台形状铱靶材的小端直径与大端直径的比值1:3~3:5;所述圆柱形状铱靶材的直径与高度的比值为2:3~5:6。

8.根据权利要求7所述的一种发动机推力室的制备方法,其特征在于:所述步骤(三)中首先将圆台形状的铱靶材置于铼燃烧室基体(5)内部,进行铼燃烧室基体(5)内表面涂层的制备;然后选用圆柱形铱靶材,将铼燃烧室基体(5)水平放置,出口段与圆柱形铱靶材同轴,距离5~10mm进行铼燃烧室基体(5)出口段铱涂层的制备;最后选用圆柱形铱靶材,将铼燃烧室基体(5)竖直放置,与铱靶材距离5~10mm,完成铼燃烧室基体(5)外表面铱涂层的制备。

9.根据权利要求1、7或8所述的一种发动机推力室的制备方法,其特征在于:所述出口段内表面制备的铱涂层(6)与硅化物涂层(20)形成搭接区域,搭接区域沿铼燃烧室基体(5)母线方向的宽度为3~5mm。

10.根据权利要求1所述的一种发动机推力室的制备方法,其特征在于:所述步骤(四)中采用旋压工艺制备铌合金延伸段(21),所述延伸段(21)的材料为Nb521,铌合金延伸段(21)下端设有2~5mm宽度的翻边。

11.根据权利要求1所述的一种发动机推力室的制备方法,其特征在于:所述步骤(六)中铌合金延伸段(21)外表面制备的硅化物涂层(22),沿铼燃烧室基体(5)母线方向超过焊缝5~10mm,铌合金延伸段(21)内表面制备的硅化物涂层(22)与铼燃烧室基体(5)出口段内表面的硅化物涂层(20)形成沿铼燃烧室基体(5)母线方向2~5mm的搭接区域;硅化物涂层(22)的厚度为200~250μm。

12.根据权利要求1或11所述的一种发动机推力室的制备方法,其特征在于:所述步骤(六)中制备硅化物涂层(20)采用的料浆为75Si-20Cr-5Ti合金粉添加乙酸乙酯、硝基清漆制备,将料浆采用喷枪喷涂至铌合金延伸段(21)内外表面,喷涂输入压强为0.8~1.0MPa,喷涂完成后将铼燃烧室基体(5)置于真空炉中进行烧结,烧结温度1300~1400℃,烧结时间10~30min。

13.根据权利要求1所述的一种发动机推力室的制备方法,其特征在于:所述步骤(七)中高辐射涂层(8)选用氧化铪与氧化镨混合粉进行等离子喷涂,其中氧化铪质量百分比含量为75~85%,氧化镨质量百分比含量为15~25%,粉体粒度为20~100μm;所述高辐射涂层(8)与铌合金延伸段(21)外表面的硅化物涂层(22)形成搭接区域,搭接区域沿铌合金延伸段(21)母线方向宽度为5~10mm。

14.根据权利要求1所述的一种发动机推力室的制备方法,其特征在于:所述步骤(八)中旋压工艺所用模具包括第一模具与第二模具,其中第一模具包括第一装卡端(1-1)和第一模具端(1-2),所述第一装卡端(1-1)和第一模具端(1-2)均为圆柱形结构,且轴线重合;第二模具包括第二装卡端(2-1)和第二模具端(2-2),所述第二装卡端(2-1)为圆柱形结构,第二模具端(2-2)为圆柱形的台阶结构,包括直径不同的两部分圆柱体,其中一部分圆柱体

的直径与第一模具端(1-2)的直径相同,所述第二装卡端(2-1)和第二模具端(2-2)的轴线重合;

具体旋压工艺为:首先将铂铑圆片坯料装卡于第一模具的第一模具端(1-2),启动旋压,使铂铑圆片坯料变形为内径与第一模具端(1-2)直径相同的桶形件,然后更换第二模具,将所述桶形件装卡于第二模具的第二模具端(2-2),进行第二次旋压,得到具有台阶结构的铂铑环(7)。

15.根据权利要求1或14所述的一种发动机推力室的制备方法,其特征在于:所述步骤(八)中铂铑圆片坯料中铂的质量百分比含量为85%~92%,铑的质量百分比含量为8%~15%;所述第一模具与第二模具的材料为45#钢。

16.根据权利要求1或14所述的一种发动机推力室的制备方法,其特征在于:所述步骤(八)中旋压工艺使用旋轮的材料为轴承钢,旋压工艺在车床上进行,工件转速为600~1000r/min,单次进给量为0.2~0.4mm。

## 一种发动机推力室的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种发动机推力室的制备方法,尤其涉及一种应用于高性能发动机的以铼铱材料为主体的推力室的制备方法,属于火箭发动机生产制造技术领域。

### 背景技术

[0002] 小推力双组元液体火箭发动机主要应用于空间飞行器及战略战术武器的姿态及轨道控制,推力室内燃料燃烧温度可达2700℃,采用内壁面液膜主动冷却技术后但壁面温度仍然高于1000℃,因此为保证发动机推力室的高温强度要求,必须采用高温难熔金属(Nb、Ta、W、Mo、Re及铂等)材料作为身部材料,但是这类材料高温抗氧化性能很差,如铌合金在600℃以上就会发生“pest”灾难性氧化,不能直接面对燃烧环境,必须在材料表面涂覆高温抗氧化涂层进行防护。

[0003] 难熔金属表面涂覆高温抗氧化涂层技术自20世纪50年代开始发展,至今形成了多类材料体系,但在型号上取得广泛应用的主要为铌合金涂覆硅化物涂层材料体系。第一代材料体系为铌铪合金(C103)表面涂覆“Si-Cr-Ti”涂层,制备的发动机推力室工作温度达到1350℃,工作寿命高于25000s;第二代为铌钨合金(Nb521)表面涂覆改性“Si-Cr-Ti”涂层或“MoSi<sub>2</sub>”涂层,制备的推力室工作温度达到1450℃和1600℃,工作寿命高于25000s。

[0004] 随着飞行器的进一步发展,对发动机性能提出了更高的要求,工作温度达到1800℃以上,上述铌合金及涂层材料体系无法满足需求,因此各国均开展新一代材料体系的研制。经过一段时间的研制工作,铼基材涂覆铱涂层被选为理性的材料体系,铼具备优异的高温力学性能,铱具备优异的高温抗氧化性能,以此材料制备发动机可以提高发动机比冲,可大幅延长卫星寿命或提高有效载荷或增大武器射程,具有极其显著的经济价值和军事意义。

[0005] 针对目前发动机推力室技术的发展趋势及航天飞行器发展的迫切需求,如何制备在高温环境具有长寿命且具有高性能的铼铱发动机推力室成为亟待解决的问题。

### 发明内容

[0006] 本发明的目的在于克服现有技术的上述缺陷,提供一种发动机推力室的制备方法,采用该方法制备的铼铱发动机推力室,通过试验考核,在工作温度1900-2200℃范围内,达到工作寿命25000s以上,满足高性能发动机燃烧室段研制阶段性指标要求,为提高发动机比冲、延长飞行器飞行寿命、增大有效载荷或增大射程提供技术支撑。

[0007] 本发明的上述目的主要是通过如下技术方案予以实现的:

[0008] 一种发动机推力室的制备方法,包括如下步骤:

[0009] 步骤(一)、采用粉末冶金成形工艺制备铼燃烧室基体;

[0010] 步骤(二)、采用料浆烧结工艺在铼燃烧室基体的出口段内表面的部分区域制备硅化物涂层;

[0011] 步骤(三)、采用电弧沉积的方法依次在铼燃烧室基体的内表面、外表面以及出口

段内表面的部分区域制备铱涂层，所述出口段内表面的部分区域指出口段内表面除步骤（二）制备的硅化物涂层外的其余区域；且出口段内表面制备的铱涂层与硅化物涂层形成搭接区域；

[0012] 步骤（四）、制备镍合金延伸段，所述镍合金延伸段的上端与铼燃烧室基体的出口端相匹配，且镍合金延伸段的下端设置有翻边；

[0013] 步骤（五）、将镍合金延伸段的上端与铼燃烧室基体的出口端采用电子束焊接工艺进行连接；

[0014] 步骤（六）、采用料浆烧结工艺在镍合金延伸段内表面和外表面制备硅化物涂层，且镍合金延伸段内表面的硅化物涂层与铼燃烧室基体出口段内表面的硅化物涂层形成搭接区域；

[0015] 步骤（七）、采用等离子喷涂工艺在铼燃烧室基体外表面制备高辐射涂层，所述高辐射涂层与镍合金延伸段外表面的硅化物涂层形成搭接区域，高辐射涂层在搭接区域覆盖硅化物涂层；

[0016] 步骤（八）、采用旋压工艺制备铂铑环，并将铂铑环装配于铼铱燃烧室基体入口端内壁，完成发动机推力室的制备。

[0017] 在上述发动机推力室的制备方法中，步骤（一）中制备铼燃烧室基体采用的成型模具包括芯模和包套，所述芯模和包套的形状与待制备的铼燃烧室基体的形状相匹配，芯模置于包套内部，在芯模与包套之间形成装粉区，此外在成型模具两端的芯模上形成台阶结构，所述芯模的材料为铌钨合金。

[0018] 在上述发动机推力室的制备方法中，采用成型模具制备铼燃烧室基体后，采用机加工方法去除包套和芯模，保留芯模中的部分台阶，使得铼燃烧室基体与芯模中的部分台阶一体成型，实现铼燃烧室两端的铼铌一体成型。

[0019] 在上述发动机推力室的制备方法中，步骤（一）中粉末冶金成形工艺包括前期成形工艺和后续热处理工艺，其中前期成形工艺的工艺条件为：温度 $1300^{\circ}\text{C} \sim 1380^{\circ}\text{C}$ ，压力 $\geq 120\text{MPa}$ ，保温时间 $3 \sim 5\text{h}$ ；后续热处理工艺的工艺条件为：真空环境 $\leq 1 \times 10^{-3}\text{Pa}$ ，温度 $1550 \sim 1650^{\circ}\text{C}$ ，保温时间 $1 \sim 3\text{h}$ 。

[0020] 在上述发动机推力室的制备方法中，步骤（二）中铼燃烧室基体的出口段内表面制备的硅化物涂层覆盖区域为沿铼燃烧室基体母线方向距离出口段下边缘 $4 \sim 5\text{mm}$ 起始，沿母线方向向上延伸 $10 \sim 15\text{mm}$ 的宽度，涂层厚度为 $180 \sim 220\mu\text{m}$ 。

[0021] 在上述发动机推力室的制备方法中，步骤（二）中制备硅化物涂层采用的料浆为 $75\text{Si}-20\text{Cr}-5\text{Ti}$ 合金粉添加乙酸乙酯、硝基清漆制备，将料浆采用喷枪喷涂至铼燃烧室基体的出口段内表面，喷涂输入压强为 $0.8 \sim 1.0\text{MPa}$ ，喷涂完成后将铼燃烧室基体置于真空炉中进行烧结，烧结温度 $1300 \sim 1400^{\circ}\text{C}$ ，烧结时间 $10 \sim 30\text{min}$ 。

[0022] 在上述发动机推力室的制备方法中，步骤（三）中在铼燃烧室基体的内表面制备铱涂层采用的铱靶材为圆台形状，制备铱涂层的厚度为 $150 \sim 200\mu\text{m}$ ；在铼燃烧室基体的出口段和外表面制备铱涂层采用的铱靶材均为圆柱形状，制备铱涂层的厚度为 $50 \sim 100\mu\text{m}$ ；所述圆台形状铱靶材的小端直径与大端直径的比值 $1:3 \sim 3:5$ ；所述圆柱形状铱靶材的直径与高度的比值为 $2:3 \sim 5:6$ 。

[0023] 在上述发动机推力室的制备方法中，步骤（三）中首先将圆台形状的铱靶材置于铼

燃烧室基体内部,进行铼燃烧室基体内表面涂层的制备;然后选用圆柱形铱靶材,将铼燃烧室基体水平放置,出口段与圆柱形铱靶材同轴,距离5~10mm进行铼燃烧室基体出口段铱涂层的制备;最后选用圆柱形铱靶材,将铼燃烧室基体竖直放置,与铱靶材距离5~10mm,完成铼燃烧室基体外表面铱涂层的制备。

[0024] 在上述发动机推力室的制备方法中,出口段内表面制备的铱涂层与硅化物涂层形成搭接区域,搭接区域沿铼燃烧室基体母线方向的宽度为3~5mm。

[0025] 在上述发动机推力室的制备方法中,步骤(四)中采用旋压工艺制备镍合金延伸段,所述延伸段的材料为Nb521,镍合金延伸段下端设有2~5mm宽度的翻边。

[0026] 在上述发动机推力室的制备方法中,步骤(六)中镍合金延伸段外表面制备的硅化物涂层,沿铼燃烧室基体母线方向超过焊缝5~10mm,镍合金延伸段内表面制备的硅化物涂层与铼燃烧室基体出口段内表面的硅化物涂层形成沿铼燃烧室基体母线方向2~5mm的搭接区域;硅化物涂层的厚度为200~250μm。

[0027] 在上述发动机推力室的制备方法中,步骤(六)中制备硅化物涂层采用的料浆为75Si-20Cr-5Ti合金粉添加乙酸乙酯、硝基清漆制备,将料浆采用喷枪喷涂至镍合金延伸段内外表面,喷涂输入压强为0.8~1.0MPa,喷涂完成后将铼燃烧室基体置于真空炉中进行烧结,烧结温度1300~1400℃,烧结时间10~30min。

[0028] 在上述发动机推力室的制备方法中,步骤(七)中高辐射涂层选用氧化铪与氧化镨混合粉进行等离子喷涂,其中氧化铪质量百分比含量为75~85%,氧化镨质量百分比含量为15~25%,粉体粒度为20~100μm;所述高辐射涂层与镍合金延伸段外表面的硅化物涂层形成搭接区域,搭接区域沿镍合金延伸段母线方向宽度为5~10mm。

[0029] 在上述发动机推力室的制备方法中,步骤(八)中旋压工艺所用模具包括第一模具与第二模具,其中第一模具包括第一装卡端和第一模具端,所述第一装卡端和第一模具端均为圆柱形结构,且轴线重合;第二模具包括第二装卡端和第二模具端,所述第二装卡端为圆柱形结构,第二模具端为圆柱形的台阶结构,包括直径不同的两部分圆柱体,其中一部分圆柱体的直径与第一模具端的直径相同,所述第二装卡端和第二模具端的轴线重合;

[0030] 具体旋压工艺为:首先将铂铑圆片坯料装卡于第一模具的第一模具端,启动旋压,使铂铑圆片坯料变形为内径与第一模具端直径相同的桶形件,然后更换第二模具,将所述桶形件装卡于第二模具的第二模具端,进行第二次旋压,得到具有台阶结构的铂铑环。

[0031] 在上述发动机推力室的制备方法中,步骤(八)中铂铑圆片坯料中铂的质量百分比含量为85%~92%,铑的质量百分比含量为8%~15%;所述第一模具与第二模具的材料为45#钢。

[0032] 在上述发动机推力室的制备方法中,步骤(八)中旋压工艺使用旋轮的材料为轴承钢,旋压工艺在车床上进行,工件转速为600~1000r/min,单次进给量为0.2~0.4mm。

[0033] 本发明与现有技术相比具有如下有益效果:

[0034] (1)、本发明提供的发动机推力室的制备方法,采用粉末冶金近净成形技术制备带连接镍环的铼-铌一体燃烧室,采用电弧沉积法在铼燃烧室内外表面制备铱涂层,采用旋压工艺制备铌钨合金延伸段,采用电子束焊接工艺实现燃烧室与延伸段连接,采用料浆烧结工艺制备延伸段表面硅化物涂层,采用等离子喷涂技术在燃烧室外表面制备金属氧化物高辐射涂层,采用旋压技术制备铂铑环并装配于燃烧室入口端内壁面,本发明通过对整个制

备过程的创新设计,以及不同制备阶段工艺方法及工艺条件的优化设计,使得制备得到的铼铱推力室应用于发动机,可以显著提高发动机许用工作温度,实现发动机提高比冲的目的,为飞行器延长飞行寿命、增大有效载荷或增大射程提供技术支撑。

[0035] (2)、采用本发明技术方案完成的铼铱推力室,通过了试验考核,试验过程中外壁面远红外测温为1900-2200℃,试验累计时间25100s,满足高性能发动机燃烧室段研制阶段性指标要求。

[0036] (3)、本发明制备的铼铱推力室,能够在壁温2000℃下工作,可应用于高性能发动机,确保发动机工作寿命。

[0037] (4)、本发明采用粉末冶金成形工艺制备铼燃烧室基体,采用的成型模具两端的芯模上设计了台阶结构,芯模的材料为铌钨合金,通过台阶形成的斜面锁合结构增强与了铌钨合金与装粉区内铼的连接,粉末冶金工艺实现了燃烧室入口端铼镍一体成型,并通过后续热处理增强了铼镍扩散,提高了界面结合强度。

[0038] (5)、本发明采用旋压工艺制备铂铑环时,采用了包括第一模具与第二模具在内的成形模具,通过对两个模具结构的优化设计及旋压工艺参数的选择,实现了铂铑环的精准制备。

[0039] (6)、采用粉末冶金工艺制备铼镍一体成型的燃烧室构件,锁合结构提高了铼镍连接区结合强度与密封效果,同时简化了制备过程,提高了稀贵铼材料利用率,粉固热等静压一体化成形工艺简单易控,产品质量稳定可靠。

[0040] (7)、采用电弧沉积的方法依次在铼燃烧室基体的内表面、出口段和外表面制备铱涂层,沉积效率高、速度快,能够实现在燃烧室内、外表面涂层的沉积,并且使获得的铱涂层均匀致密、无孔洞、无裂纹等缺陷,铼与铱涂层为冶金结合、结合性能好。

[0041] (8)、采用料浆烧结工艺在延伸段内外表面制备硅化物涂层,该硅化物涂层在高温氧化环境下具备自愈和能力,可在1400℃以下的有氧环境下工作10h以上。

## 附图说明

[0042] 图1为本发明发动机推力室的制备方法的工艺流程图;

[0043] 图2为本发明粉末冶金工艺制备的铼燃烧室示意图;

[0044] 图3为本发明粉末冶金工艺制备铼燃烧室采用的成形模具剖面图;

[0045] 图4为本发明制备硅涂层和铱涂层后的燃烧室示意图;

[0046] 图5为本发明制备铂铑环所用模具示意图;

[0047] 图6为本发明装配铂铑环后的燃烧室示意图;

[0048] 图7为本发明等离子喷涂高辐射涂层后的燃烧室示意图。

[0049] 图8为本发明旋压成形延伸段示意图;

[0050] 图9为本发明推力室整体示意图。

## 具体实施方式

[0051] 下面结合附图和具体实施例对本发明作进一步详细的描述:

[0052] 如图1所示为本发明发动机推力室的制备方法的工艺流程图,由图可知本发明发动机推力室的制备方法包括如下步骤:

[0053] 步骤(一)、采用粉末冶金成形工艺制备铼燃烧室基体5，并且为实现后续的焊接工艺，铼燃烧室的两端入口端需成形铌合金环以实现铼铌一体成型，并通过后续热处理增强铼铌扩散，提高界面结合强度。所述的粉末冶金工艺使用的包套4的材料为低碳钢。所述的粉末冶金工艺使用的芯模3的材料为铌钨合金，并设计斜面锁合结构增强与铼的连接。

[0054] 如图3所示为本发明粉末冶金工艺制备铼燃烧室采用的成形模具剖面图，由图可知成型模具包括芯模3和包套4，芯模3和包套4的形状与待制备的铼燃烧室基体5的形状相匹配，芯模3置于包套4内部，在芯模3与包套4之间形成装粉区10，此外在成型模具两端的芯模3上形成台阶结构。采用成型模具制备铼燃烧室基体5后，采用机加工方法去除包套4和芯模3，并加工至设计尺寸，保留芯模3中的部分台阶，制备得到的铼燃烧室基体5与芯模3中的部分台阶一体成型，实现铼燃烧室两端的铼铌一体成型。

[0055] 粉末冶金成形工艺包括前期成形工艺和后续热处理工艺，其中前期成形工艺的工艺条件为：温度 $1300^{\circ}\text{C} \sim 1380^{\circ}\text{C}$ ，压力 $\geq 120\text{MPa}$ ，保温时间3~5h；后续热处理工艺的工艺条件为：真空环境 $\leq 1 \times 10^{-3}\text{Pa}$ ，温度 $1550\text{--}1650^{\circ}\text{C}$ ，保温时间1~3h。如图2所示为本发明粉末冶金工艺制备的铼燃烧室示意图，其中图2a为立体图，图2b为剖面图。

[0056] 步骤(二)、采用料浆烧结工艺在铼燃烧室基体5的出口段内表面的部分区域制备硅化物涂层20；铼燃烧室基体5的出口段内表面制备的硅化物涂层20覆盖区域为沿铼燃烧室基体5母线方向距离出口段下边缘4~5mm起始，沿母线方向向上延伸10~15mm的宽度，涂层厚度为 $180\text{--}200\mu\text{m}$ 。如图2b所示，铼燃烧室基体5的出口段15为铼燃烧室喉部16至燃烧室下端面(出口端端面)的一段。

[0057] 采用料浆烧结工艺制备，料浆为“75Si-20Cr-5Ti”合金粉添加乙酸乙酯、硝基清漆制备，将料浆采用喷枪喷涂至铼燃烧室基体5的出口段内表面，采用虹吸式喷枪，喷涂输入压强 $0.8\text{--}1.0\text{MPa}$ 。铼燃烧室基体5装卡于旋转台上，控制工件转速 $80\text{--}120\text{r/min}$ 。喷涂过程中喷枪口部距离工件表面8~10mm，并沿延伸段母线方向移动，使雾化后的料浆较为均匀的喷涂于燃烧室表面。喷涂完成后，用热风吹干，对涂层进行测量。允许局部补涂。

[0058] 喷涂完成后将铼燃烧室基体5置于真空炉中进行烧结，烧结温度 $1300\text{--}1400^{\circ}\text{C}$ ，烧结时间10~30min。

[0059] 步骤(三)、采用电弧沉积的方法依次在铼燃烧室基体5的内表面、外表面以及出口段内表面的部分区域制备铱涂层6，出口段内表面的部分区域指出口段内表面除步骤(二)制备的硅化物涂层20外的其余区域；且出口段内表面制备的铱涂层6与硅化物涂层20形成搭接区域。

[0060] 其中电弧沉积工艺条件为：真空表压 $\leq 1 \times 10^{-2}\text{Pa}$ ，弧电流为 $50\text{--}70\text{A}$ ，线圈电流为 $1\text{--}10\text{A}$ ；沉积时间为1~3h。

[0061] 铱涂层6的制备采用专用铱靶材，在铼燃烧室基体5的内表面制备铱涂层采用的铱靶材为圆台形状，小端直径与大端直径的比值为 $1:3\text{--}3:5$ ，例如大端直径为 $\Phi 30\text{mm}$ ，小端直径为 $\Phi 10\text{mm}$ ，沉积涂层厚度为 $150\text{--}200\mu\text{m}$ 。在铼燃烧室基体的出口段15和外表面制备铱涂层采用的铱靶材均为圆柱形状，圆柱形状铱靶材的的直径与高度的比值为 $2:3\text{--}5:6$ ，例如直径为 $\Phi 30\text{mm}$ ，高度为 $45\text{mm}$ ，制备铱涂层的厚度为 $50\text{--}100\mu\text{m}$ 。

[0062] 首先将圆台形状的铱靶材置于铼燃烧室基体5内部，进行铼燃烧室基体5内表面涂层的制备，即铼燃烧室喉部16至燃烧室上端面(入口端端面)一段内表面铱涂层的制备。然

后选用圆柱形铱靶材,将铼燃烧室基体5水平放置,出口段与圆柱形铱靶材同轴,距离5~10mm进行铼燃烧室基体5出口段15部分区域铱涂层的制备,其中出口段15为铼燃烧室喉部16至燃烧室下端面(出口端端面)的一段,进行该段内表面除硅化物涂层20外铱涂层的制备,出口段下边缘沿母线向上4~5mm内区域不制备铱涂层。最后选用圆柱形铱靶材,将铼燃烧室基体5竖直放置,与铱靶材距离5~10mm,完成铼燃烧室基体5外表面铱涂层的制备。如图4所示为本发明制备硅涂层和铱涂层后的燃烧室示意图。

[0063] 出口段内表面制备的铱涂层6与硅化物涂层20形成搭接区域沿铼燃烧室基体5母线方向的宽度为3~5mm。

[0064] 步骤(四)、采用旋压工艺制备铌合金延伸段21,所述铌合金延伸段21的上端与铼燃烧室基体5的出口端相匹配,且铌合金延伸段21的下端设置有2~5mm宽度的翻边23;延伸段21优选为铌钨合金延伸段,所用材料优选为Nb521,形成如图8所示为本发明旋压成形延伸段示意图。

[0065] 步骤(五)、将铌合金延伸段21的上端与铼燃烧室基体5的出口端采用电子束焊接工艺进行连接,形成焊缝30,焊接在真空电子束焊接设备上完成,将燃烧室出口段与配合加工好的延伸段上端进行焊接,要求熔透。完成焊接后,对焊漏进行打磨,形成平滑过渡。

[0066] 步骤(六)、采用料浆烧结工艺在铌合金延伸段21内表面和外表面制备硅化物涂层22,且铌合金延伸段21内表面的硅化物涂层22与铼燃烧室基体5出口段内表面的硅化物涂层20形成搭接区域。

[0067] 铌合金延伸段21外表面制备的硅化物涂层22,沿铼燃烧室基体5母线方向超过焊缝5~10mm,铌合金延伸段21内表面制备的硅化物涂层22与铼燃烧室基体5出口段内表面的硅化物涂层20形成沿铼燃烧室基体5母线方向2~5mm的搭接区域;硅化物涂层22的厚度为200~250μm。

[0068] 采用的料浆为75Si-20Cr-5Ti合金粉添加乙酸乙酯、硝基清漆制备,将料浆采用喷枪喷涂至铌合金延伸段21内外表面,采用虹吸式喷枪,喷涂输入压强0.8~1.0MPa。铼燃烧室基体5装卡于旋转台上,控制工件转速80~120r/min。喷涂过程中喷枪口部距离工件表面8~10mm,并沿延伸段母线方向移动,使雾化后的料浆较为均匀的喷涂于燃烧室表面。喷涂完成后,用热风吹干,对涂层进行测量。允许局部补涂。

[0069] 喷涂完成后将铌合金延伸段21置于真空炉中进行烧结,烧结温度1300~1400℃,烧结时间10~30min。

[0070] 步骤(七)、采用等离子喷涂工艺在铼燃烧室基体5外表面制备高辐射涂层8,所述高辐射涂层8与铌合金延伸段21外表面的硅化物涂层22形成搭接区域,高辐射涂层8在搭接区域覆盖硅化物涂层22,搭接区域沿铌合金延伸段21母线方向宽度为5~10mm的搭接。

[0071] 高辐射涂层选用氧化铪HfO<sub>2</sub>与氧化镨Pr<sub>6</sub>O<sub>11</sub>混合粉进行等离子喷涂,其中氧化铪质量百分比含量为75~85%,氧化镨质量百分比含量为15~25%,粉体粒度为20~100μm。等离子喷涂工艺为:等离子喷枪的电压50~70V,电流650~750A;氩气流量80~100L/min,氢气流量10~12L/min;送粉速率为30~50g/min。如图7所示为本发明等离子喷涂高辐射涂层后的燃烧室示意图。具体的喷涂方法也可以参见专利号201410738203.0的中国专利。

[0072] 步骤(八)、采用旋压工艺制备铂铑环7,并将铂铑环7装配于铼铱燃烧室基体5入口端内壁,完成发动机推力室的制备,如图9所示为本发明制备得到的推力室整体示意图,具

体如下：

[0073] 采用旋压工艺制备铂铑环7，铂铑合金特征为铂质量含量为85%～92%，铑含量为8%～15%。旋压所用坯料为铂铑圆片，并进行退火处理。旋压所用模具其特征为两套模具，以实现带台阶产品制备。

[0074] 如图5所示为本发明制备铂铑环所用模具示意图，其中图5a为第一模具示意图，图5b为第二模具示意图，其中第一模具包括第一装卡端1-1和第一模具端1-2，所述第一装卡端1-1和第一模具端1-2均为圆柱形结构，且轴线重合；第二模具包括第二装卡端2-1和第二模具端2-2，所述第二装卡端2-1为圆柱形结构，第二模具端2-2为圆柱形的台阶结构，包括直径不同的两部分圆柱体，其中一部分圆柱体的直径与第一模具端1-2的直径相同，所述第二装卡端2-1和第二模具端2-2的轴线重合。第一模具与第二模具的材料为45#钢。

[0075] 旋压工艺特征为旋压工序在车床上实现，工件转速为600-1000r/min，单次进给量为0.2-0.4mm。旋压工艺使用旋轮特征为材料为轴承钢，具体为：首先将铂铑圆片坯料装卡于第一模具的第一模具端1-2，启动旋压，使铂铑圆片坯料变形为内径与第一模具端1-2直径相同的桶形件，然后更换第二模具，将所述桶形件装卡于第二模具的第二模具端2-2，进行第二次旋压，得到具有台阶结构的铂铑环7，具有台阶结构的铂铑环7的直径分别与第二模具端2-2两部分圆柱体的直径相同。旋压完成后从底边量取设定总长，剩余部分切除，将底面铂铑片加工去除，完成铂铑环7制备。

[0076] 将制备得到的铂铑环7装配于铼铱燃烧室入口端内壁，使铂铑环7台阶与铼铱燃烧室入口端内壁台阶贴合(相配合)，如图6所示为本发明装配铂铑环后的燃烧室示意图。

[0077] 实施例1

[0078] (1)、采用粉末冶金工艺净成形铼燃烧室基体，采用图2所示模具，成形工艺条件为：温度1300℃，压力150MPa，保温时间5h。后续热处理工艺其特征为真空环境 $\leq 1 \times 10^{-3}$ Pa，温度1550℃，保温时间3h。

[0079] 采用机加工方法将燃烧室尺寸加工到位，燃烧室总长度为150mm，出口外径为Φ110mm，内径为Φ106mm，入口外径Φ56mm，内径尺寸Φ45mm，喉部直径Φ20mm。

[0080] (2)、使用15%(质量浓度)的硫酸、20%(质量浓度)盐酸的混合酸进行清洗，然后用蒸馏水清洗，晾干。

[0081] (3)、采用料浆烧结工艺在铼燃烧室基体5的出口段内表面的部分区域制备硅化物涂层20；料浆为“75gSi+20gCr+5gTi”合金添加100ml乙酸乙酯、10g硝基清漆制备，采用虹吸式喷枪喷涂料浆于燃烧室出口端铌环内表面，喷涂宽度15mm，距离下缘5mm，涂层厚度200μm。喷涂完成后，使用暖风吹干。产品置于高温真空炉中进行烧结，烧结温度1350℃，烧结时间15min。

[0082] (4)、采用电弧沉积工艺，在铼燃烧室基体5的内表面制备铱涂层采用的铱靶材为圆台形状，大端直径为Φ30mm，小端直径为Φ10mm，高度50mm，沉积涂层厚度为200μm。在铼燃烧室基体的出口段15和外表面制备铱涂层采用的铱靶材均为圆柱形状，圆柱直径为Φ30mm，高度为45mm，制备铱涂层的厚度为50μm。燃烧室出口端内表面铱涂层与已制备的硅化物涂层形成5mm的搭接区域(沿铼燃烧室基体5母线方向)。

[0083] 电弧沉积工艺其特征为真空表压 $\leq 1 \times 10^{-2}$ Pa，弧电流为50A，线圈电流3A；沉积时间1.5h。

[0084] (5)、延伸段旋压成形,如图8所示,采用旋压工艺将铌钨合金板材旋压成形制备成推力室延伸段,出口外直径为Φ340mm。于燃烧室出口端采用机械加工方法加工成匹配焊口,外径为Φ110mm,内径为Φ106mm。延伸段21的下端设置有5mm宽度的翻边23,延伸段21的材料为Nb521。

[0085] (6)、电子束焊接连接燃烧室5与延伸段21。采用电子束焊接工艺将燃烧室5与延伸段21焊接连接,要求焊透。焊接完成后对焊漏进行打磨,使焊缝光滑。

[0086] (7)、延伸段硅化物涂层制备。采用料浆烧结工艺制备,料浆为“75gSi+20gCr+5gTi”合金粉添加100m1乙酸乙酯、10g硝基清漆制备,采用虹吸式喷枪喷涂料浆于延伸段内外表面,内表面喷涂至步骤(3)中已制备燃烧室硅化物涂层处形成5mm搭接(沿铼燃烧室基体5母线方向),外表面喷涂至超过焊缝15mm(沿铼燃烧室基体5母线方向),涂层厚度250μm。喷涂完成后,使用暖风吹干。产品置于高温真空炉中进行烧结,烧结温度1350℃,烧结时间15min。

[0087] (8)、高辐射涂层制备,采用等离子喷涂工艺,选用氧化铪与氧化镨混合粉,氧化铪质量含量80%,氧化镨质量含量20%,粉体粒度20–100μm。采用等离子喷涂工艺在燃烧室外表面制备涂层,调节等离子喷涂的参数:输入电压50V,电流650A;氩气流量80L/min,氢气流量10L/min;送粉速率为30g/min,涂层厚度为50μm,涂层与步骤(7)中制备的硅化物涂层形成10mm搭接(沿铌合金延伸段21母线方向)。如图7所示。

[0088] (9)、制备铂铑环7,铂铑合金特征为铂质量含量为90±1%,铑含量为10±1%。旋压所用坯料其特征为厚度为1mm、直径为Φ60mm铂铑圆片,并进行退火处理。如图5所示,旋压所用的第一模具的材料为45#钢,Φ26×60mm为装卡端,Φ46×35mm为模具端。第二模具的材料为45#钢,Φ26×60mm为装卡端,Φ46×15mm及Φ45×20mm为模具端。旋压工艺特征为旋压工序在车床上实现,工件转速为1000r/min,单次进给量为0.2–0.4mm。旋压工艺使用旋轮特征为材料为轴承钢,直径Φ20mm,圆角R5mm。铂铑环旋压过程为首先将铂铑圆片坯料顶装于第一模具的模具端,启动旋压,使圆片变形为内径为Φ46mm桶形件,长度大于22mm;然后更换第二模具,将上述桶形件装卡后进行第二次旋压,实现具有台阶结构的铂铑环,台阶上下端直径分别为Φ45mm和Φ46mm。旋压完成后从底边量取24mm总长,剩余部分切除。将底面铂铑片加工去除,完成铂铑环7制备。

[0089] (10)、将铂铑环7装配于燃烧室5入口端内壁,使铂铑环7台阶与铼铱燃烧室5入口端内壁台阶贴合,如图6所示,完成整个推力室的制备。

[0090] 本实施例制备的铼铱推力室,通过了试验考核,试验过程中外壁面远红外测温为1900–2200℃,试验累计时间25100s,发动机比冲达到325s,满足高性能发动机燃烧室段研制阶段性指标要求。

[0091] 以上所述,仅为本发明最佳的具体实施方式,但本发明的保护范围并不局限于此,任何熟悉本技术领域的技术人员在本发明揭露的技术范围内,可轻易想到的变化或替换,都应涵盖在本发明的保护范围之内。

[0092] 本发明说明书中未作详细描述的内容属于本领域专业技术人员的公知技术。



图1

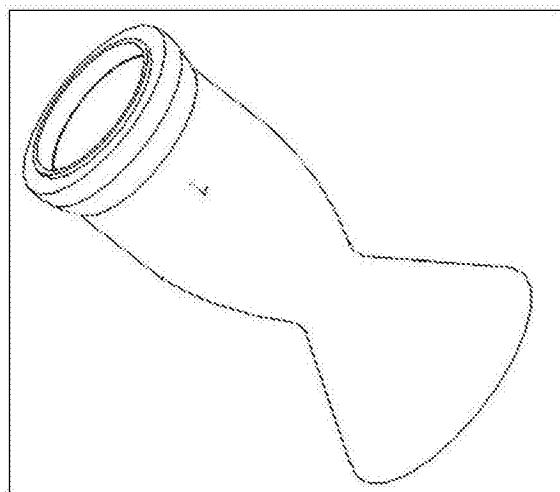


图 2a

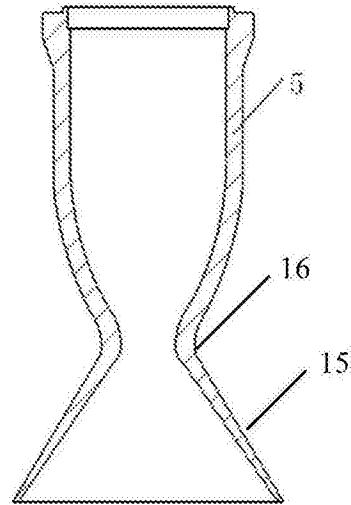


图 2b

图2

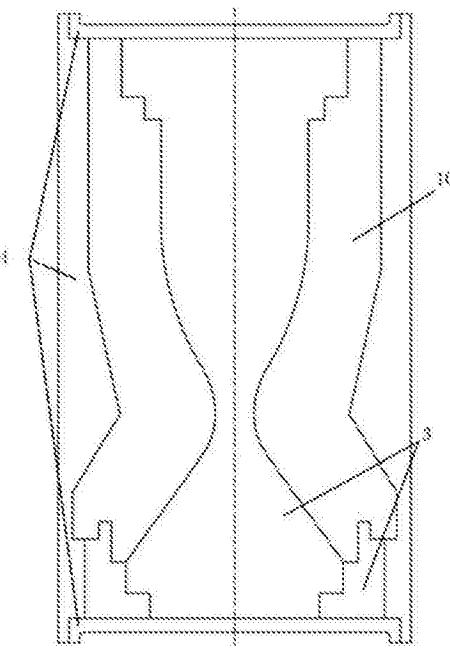


图3

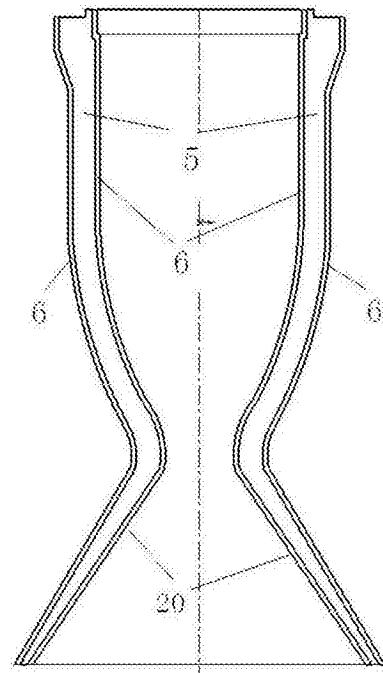


图4

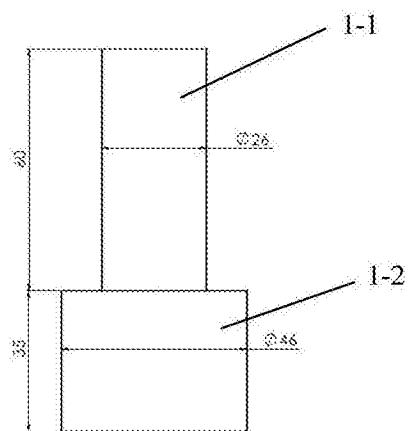


图 5a

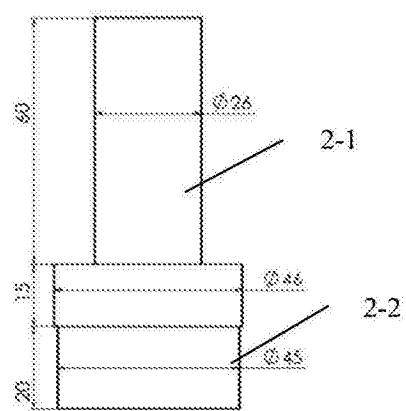


图 5b

图5

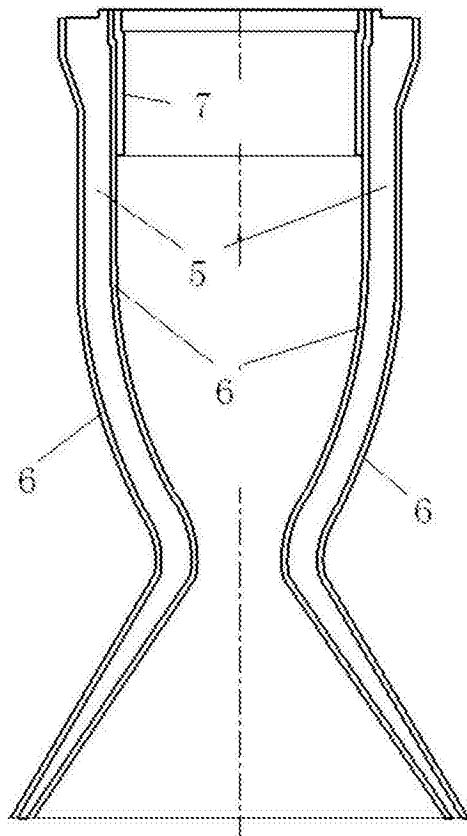


图6

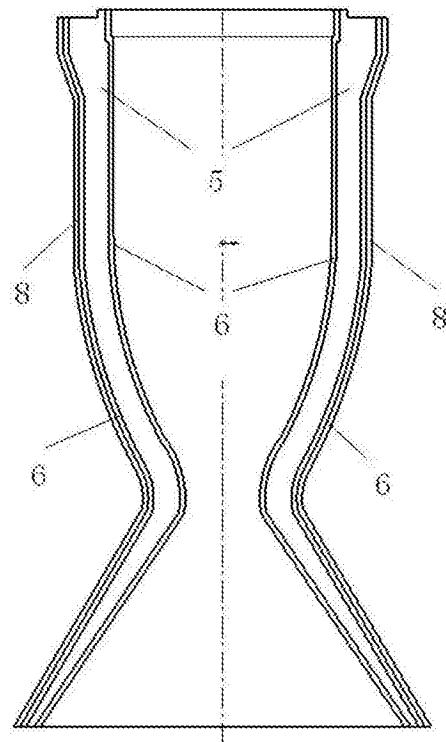


图7

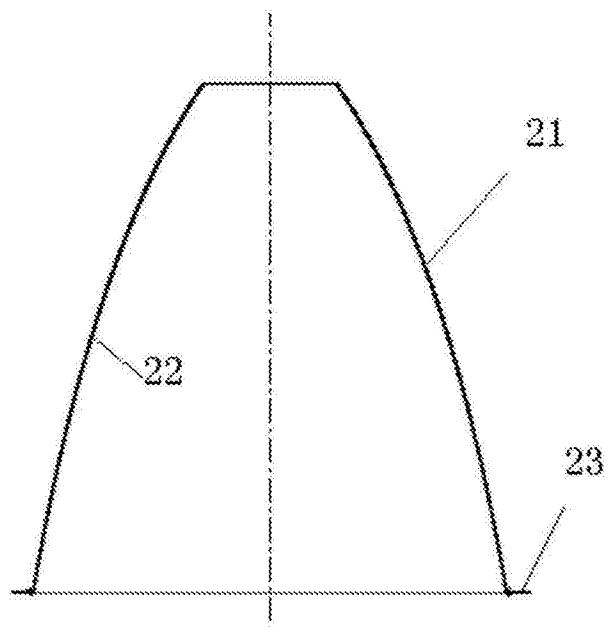


图8

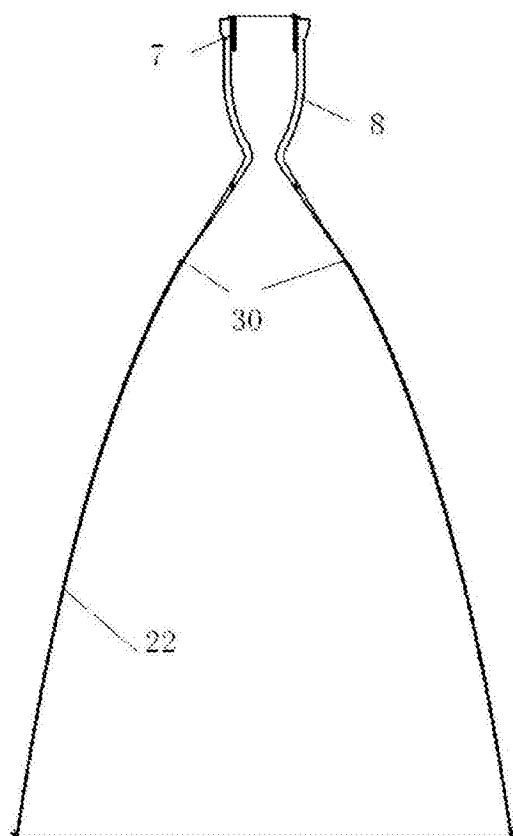


图9