



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 114737100 A

(43) 申请公布日 2022. 07. 12

(21) 申请号 202210412977.9

B22F 3/20 (2006.01)

(22) 申请日 2022.04.19

(71) 申请人 中南大学

地址 410017 湖南省长沙市岳麓区左家垅

(72) 发明人 刘锋 叶林 谭黎明 何武强

董珩 黄岚 刘咏

(74) 专利代理机构 武汉知律知识产权代理事务
所(普通合伙) 42307

专利代理师 田常娟

(51) Int. Cl.

G22C 30/00 (2006.01)

G22C 19/05 (2006.01)

G22C 1/04 (2006.01)

G22C 1/02 (2006.01)

B22F 9/08 (2006.01)

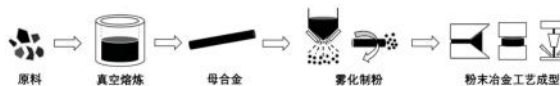
权利要求书3页 说明书9页 附图2页

(54) 发明名称

稀土元素铈改性的镍基高温合金及其制备方法

(57) 摘要

本发明公开了稀土元素铈改性的镍基高温合金及其制备方法,属于金属材料技术领域。镍基高温合金,以质量百分比计,包括以下组分:Cr:15.0~16.0%;Co:15.0~18.5%;Mo:3.0~5.0%;W:0~1.25%;Ta:0~2.0%;Nb:0~1.1%;Al:2.5~3.0%;Ti:3.6~5.0%;Hf:0~0.5%;C:0.025~0.027%;B:0.015~0.018%;Zr:0.03~0.06%;稀土元素Sc:0.02~1%,余量为Ni;或以其他难加工镍基高温合金为基体,向基体中加入0.02-1wt%的稀土元素铈,所述其他难加工镍基高温合金选自René 108、IN713、René 88DT中的一种为基体,向基体中加入0.02-1wt%的稀土元素铈。本申请通过在粉末高温合金中引入稀土元素铈,探究稀土元素铈在粉末高温合金中的改性机理,并采用合适的粉末冶金成型工艺,优化合金的显微组织,进而提升合金的力学性能。



1. 一种稀土元素钪改性的镍基高温合金,其特征在于:
所述的镍基高温合金,以质量百分比计,包括以下组分:

Cr:15.0~16.0%;

Co:15.0~18.5%;

Mo:3.0~5.0%;

W:0~1.25%;

Ta:0~2.0%;

Nb:0~1.1%;

Al:2.5~3.0%;

Ti:3.6~5.0%;

Hf:0~0.5%;

C:0.025~0.027%;

B:0.015~0.018%;

Zr:0.03~0.06%;

稀土元素Sc:0.02~1%,

余量为Ni;

或以其他难加工镍基高温合金为基体,向基体中加入0.02-1wt%的稀土元素钪,

所述其他难加工镍基高温合金选自René108、IN713、René 88DT中的一种为基体,向基体中加入0.02-1wt%的稀土元素钪。

2. 根据权利要求1所述的稀土元素钪改性的镍基高温合金,其特征在于:
所述的镍基高温合金,以质量百分比计,包括以下组分:

Cr:16.0%;

Co:15.0%;

Mo:3.0%;

W:1.25%;

Al:2.5%;

Ti:5.0%;

C:0.025%;

B:0.018%;

Zr:0.03%;

稀土元素Sc:0.02~1%;

余量为Ni。

3. 根据权利要求2所述的稀土元素钪改性的镍基高温合金,其特征在于:
所述的稀土元素钪的含量为0.02~0.5%。

4. 一种稀土元素钪改性的镍基高温合金的制备方法,其特征在于:
包括以下步骤:

(1) 高温合金粉末的制备;

(2) 稀土改性镍基高温合金粉末的成型。

5. 根据权利要求4所述的稀土元素钪改性的镍基高温合金的制备方法,其特征在于:

步骤(1)中高温合金粉末的制备如下:

真空感应熔炼气雾化制粉流程:

1) 真空感应熔炼:按照质量百分比称取原料,并将称好的原料放入雾化制粉的坩埚内;同时炉内抽真空,抽至高真空度 $\leq 0.1\text{Pa}$ 后采用中频电源感应加热,进行真空感应熔炼;

2) 脱气:待原料熔化并完全合金化时,真空脱气15min-20min,得到熔融的母合金熔液;

3) 精炼:向雾化制粉炉内充入高纯度的惰性气体,待炉内气压升至0.1MPa,并将熔融的母合金熔液在1600 $^{\circ}\text{C}$ ~1650 $^{\circ}\text{C}$ 温度范围内进行保温,保温时间在15min~20min;

4) 雾化制粉:熔融的母合金熔液经导管流至雾化喷嘴处,熔液流速被控制在3.5kg/min~10kg/min范围内;然后经3MPa~5MPa的高压高纯度惰性气体冲击破碎,雾化成微米级尺寸的细小液滴,液滴冷却凝固成球型粉末,被收集到粉末储存罐中;

5) 筛分:粉末经彻底冷却后,在惰性气体氛围下进行筛分,得到粒径范围在10 μm ~100 μm ,中位径均在39.0 μm 左右的球形镍基高温合金粉末,并进行真空封装。

6. 根据权利要求4所述的稀土元素铈改性的镍基高温合金的制备方法,其特征在于:

步骤(1)中高温合金粉末的制备如下:

等离子旋转电极雾化制粉流程:

1) 真空感应熔炼:按照质量百分比称取原料,并将称好的原料放入炉内坩埚中;同时炉内抽真空,抽至高真空度 $\leq 0.1\text{Pa}$ 后采用中频电源感应加热,进行真空感应熔炼;

2) 脱气:待原料熔化并完全合金化时,真空脱气15min~20min,得到熔融的母合金熔液;

3) 精炼:向熔炼炉内充入高纯度的惰性气体,待炉内气压升至0.1MPa,并将熔融的母合金熔液在1600 $^{\circ}\text{C}$ ~1650 $^{\circ}\text{C}$ 温度范围内进行保温,保温时间在15min~20min;随后将母合金熔液冷却,得到母合金锭状坯料;

4) 母合金电极棒加工:将母合金锭状坯料经锻造制得母合金棒材,而后经机加工制得符合等离子旋转电极雾化法要求的母合金电极棒;其中电极棒的直径为10mm~90mm,长度为100mm~900mm,致密度大于99%,且无明显的疏松缩孔等缺陷;

5) 等离子旋转电极雾化制粉:将电极棒置于雾化设备内,抽真空至 $1 \times 10^{-3}\text{Pa}$ ~ $10 \times 10^{-3}\text{Pa}$ 时,向设备内充入惰性气体,待气压升至0.01MPa~0.3MPa时,开启雾化设备;设置电极棒转速为10000r/min~30000r/min,电极棒进给量在1mm/s~10mm/s,等离子弧温度在10000 $^{\circ}\text{C}$ ~20000 $^{\circ}\text{C}$;利用等离子火炬加热电极棒端面至熔化,同时在离心力作用下,形成连续且稳定的细小液滴,细小液滴冷却凝固成为球形金属粉末;

6) 筛分:粉末经彻底冷却后,在惰性气体氛围下进行筛分,得到粒径在15 μm ~200 μm 左右的球形镍基高温合金粉末,并进行真空封装。

7. 根据权利要求4所述的稀土元素铈改性的镍基高温合金的制备方法,其特征在于:

步骤(2)中稀土改性镍基高温合金粉末的成型的方法如下:

采用包套热挤压工艺对制得的高温合金粉末进行成型:包套材料选取316L钢,包套的高度为160 mm,直径为83 mm;向单个包套内填充5kg的粉末,填充过程中振实粉末,将后盖与包套主体焊实;粉末装填完毕后,将包套置于井式炉内加热至470 $^{\circ}\text{C}$,并通过抽气孔将真空度抽至 $1.8 \times 10^{-4}\text{Pa}$ 以下,闭实包套;随后,将包套放入卧式挤压机中进行直接热挤压,挤压温度选取为1130 $^{\circ}\text{C}$,保温时间为4h40min,挤压比为16:1。

8. 根据权利要求4所述的稀土元素铈改性的镍基高温合金的制备方法,其特征在于:

步骤(2)中稀土改性镍基高温合金粉末的成型的方法如下:

采用小包套热压缩工艺对制得的高温合金粉末进行成型:包套材料选取316L不锈钢,小包套的高度为15mm,直径为10mm;向单个小包套内填充10g的粉末,填充过程中振实粉末,将后盖与小包套主体焊实;将小包套置于Gleeble 3180热力模拟实验机中,并抽真空至 3×10^{-3} Pa以下;随后对小包套进行热压缩,热压缩温度在1050°C~1150°C范围之内,保温时间为3min,应变速率在 1s^{-1} ~ 5s^{-1} 范围之内。

9. 根据权利要求4所述的稀土元素钕改性的镍基高温合金的制备方法,其特征在于:

步骤(2)中稀土改性镍基高温合金粉末的成型的方法如下:

采用热压烧结工艺对制得的高温合金粉末进行成型:将所得高温合金粉末称取56g左右,装入石墨模具中,模具的高度为70mm,直径为30mm,装粉过程中振实粉末;随后将模具放入FHP-828快速热压烧结炉中,先用40MPa的力进行预压,使粉末压实;随后抽真空并进行热压烧结,烧结温度在1100°C~1130°C范围之内,保温时间为10min,烧结压力为50MPa。

稀土元素钕改性的镍基高温合金及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于金属材料技术领域,具体地说,涉及稀土元素钕改性的镍基高温合金及其制备方法。

背景技术

[0002] 高温合金按其制造工艺可分为变形高温合金、铸造高温合金、焊接用高温合金丝、粉末冶金高温合金和弥散强化高温合金。而涡轮盘作为航空发动机的关键热端部件之一,其质量和性能决定了航空发动机的可靠性和安全性;同时涡轮盘的服役环境恶劣,对其制备材料有较高要求。早期的涡轮盘采用变形高温合金加铸锻工艺制备,因材料含有的元素种类多,合金化程度高,铸锭中出现严重的成分偏析,导致其热加工性能恶化。而粉末冶金工艺的兴起,可以极大地改善成型过程中的成分偏析问题,故粉末高温合金成为了现代航空发动机涡轮盘的首选材料。

[0003] 目前国际上已发展了三代粉末高温合金,每一代粉末高温合金的服役温度和性能特点不同:第一代粉末高温合金的服役温度在650℃左右,其性能特点是具有较高的强度,典型合金牌号有IN100、René95等;第二代粉末高温合金的服役温度在700~750℃左右,其具有较高的损伤容限,典型合金牌号有René88DT、N18、U720Li等;而第三代粉末高温合金在700~750℃的环境下服役,其兼具较高的强度和损伤容限,典型合金牌号有Alloy10、René104、RR1000等。而我国在粉末高温合金领域的起步相对较晚,目前也已研发出FGH91、FGH95、FGH96、FGH97、FGH98、FGH98I、FGH99和FGH100等牌号的粉末高温合金,但与欧美发达国家之间还存在一定差距。此外,各国已着手研究开发第四代粉末高温合金;如何进一步提升合金的强度、损伤容限和服役温度等性能,是新一代粉末高温合金的主要目标。

[0004] 镍基高温合金因其出色的高温强度、优异的抗氧化和抗腐蚀性能以及良好的高温蠕变性能等而被广泛应用于航空、航天、核工程等领域。其中,通过粉末冶金工艺成型的粉末高温合金因其晶粒细小、组织均匀以及热加工变形性能良好等优势,已成为航空发动机涡轮盘等关键热端部件的首选材料。此外,随着高推重比和高功重比发动机的发展,对涡轮盘的性能提出了更高的要求,而现有的粉末高温合金材料已不能满足涡轮盘的性能要求,因此如何通过成分设计开发新的粉末高温合金材料以满足涡轮盘更高的服役要求成为了亟待开展的工作。

[0005] 具体来说,另一方面是对合金的成型工艺进行优化。通过成分设计的方式,在合金已有元素含量的基础上进行调整,进而可以优化组织,提升合金性能。例如,吴超杰等人通过分析前几代粉末高温合金的发展思路,研究并确定了第四代粉末高温合金的成分选区范围。又例如,谭黎明等人在FGH97粉末高温合金的基础上,通过成分设计调整了合金中几种固溶元素的含量,改善了合金的性能。然而,现有的成分设计主要是针对于合金中主要元素含量的调整,已陷入瓶颈,很难再有新的突破。

[0006] 此外,粉末高温合金的形态一般为球形,其硬度和强度很高,在室温下压制成型较为困难,故需要采用特殊的固结工艺进行成型,主要可包括真空热压成形、热等静压成形、

热挤压和等温锻造等工艺;而这些固结工艺对合金组织性能的影响也颇为显著。通过调整固结工艺过程中的温度、压强、挤压比等工艺参数,以缩小加工窗口,也可以达到改善合金微观组织,进而改善合金性能的目的;但也存在一定的问题,例如工艺优化的效果不理想,合金的可加工性变化不大等。

发明内容

[0007] 1、要解决的问题

[0008] 针对现有技术存在的问题,本申请通过在粉末高温合金中引入稀土元素,探究稀土元素在粉末高温合金中的改性机理,并采用合适的粉末冶金成型工艺,优化合金的显微组织,进而提升合金的力学性能。

[0009] 2、技术方案

[0010] 为解决上述问题,本发明采用如下的技术方案。

[0011] 一种稀土元素钪改性的镍基高温合金,所述的镍基高温合金,以质量百分比计,包括以下组分:

[0012] Cr:15.0~16.0%;

[0013] Co:15.0~18.5%;

[0014] Mo:3.0~5.0%;

[0015] W:0~1.25%;

[0016] Ta:0~2.0%;

[0017] Nb:0~1.1%;

[0018] Al:2.5~3.0%;

[0019] Ti:3.6~5.0%;

[0020] Hf:0~0.5%;

[0021] C:0.025~0.027%;

[0022] B:0.015~0.018%;

[0023] Zr:0.03~0.06%;

[0024] 稀土元素Sc:0.02~1%,

[0025] 余量为Ni;

[0026] 或以其他难加工镍基高温合金为基体,向基体中加入0.02-1wt%的稀土元素钪,

[0027] 所述其他难加工镍基高温合金选自René 108、IN713、René 88DT中的一种为基体,向基体中加入0.02-1wt%的稀土元素钪。

[0028] 上述所述的稀土元素钪改性的镍基高温合金中,

[0029] 所述的镍基高温合金,以质量百分比计,包括以下组分:

[0030] Cr:16.0%;

[0031] Co:15.0%;

[0032] Mo:3.0%;

[0033] W:1.25%;

[0034] Al:2.5%;

[0035] Ti:5.0%;

- [0036] C:0.025%;
- [0037] B:0.018%;
- [0038] Zr:0.03%;
- [0039] 稀土元素Sc:0.02~1%;
- [0040] 余量为Ni。
- [0041] 上述所述的稀土元素钪改性的镍基高温合金中,
- [0042] 所述的稀土元素钪的含量为0.02~0.5%。
- [0043] 一种稀土元素钪改性的镍基高温合金的制备方法,
- [0044] 包括以下步骤:
- [0045] (1) 高温合金粉末的制备;
- [0046] (2) 稀土改性镍基高温合金粉末的成型。
- [0047] 上述所述的稀土元素钪改性的镍基高温合金的制备方法中,
- [0048] 步骤(1)中高温合金粉末的制备如下:
- [0049] 真空感应熔炼气雾化制粉流程:
- [0050] 1) 真空感应熔炼:按照质量百分比称取原料,并将称好的原料放入雾化制粉的坩埚内;同时炉内抽真空,抽至高真空度 $\leq 0.1\text{Pa}$ 后采用中频电源感应加热,进行真空感应熔炼;
- [0051] 2) 脱气:待原料熔化并完全合金化时,真空脱气15min-20min,得到熔融的母合金熔液;
- [0052] 3) 精炼:向雾化制粉炉内充入高纯度的惰性气体,待炉内气压升至0.1MPa,并将熔融的母合金熔液在1600℃~1650℃温度范围内进行保温,保温时间在15min~20min;
- [0053] 4) 雾化制粉:熔融的母合金熔液经导管流至雾化喷嘴处,熔液流速被控制在3.5kg/min~10kg/min范围内;然后经3MPa~5MPa的高压高纯度惰性气体冲击破碎,雾化成微米级尺寸的细小液滴,液滴冷却凝固成球型粉末,被收集到粉末储存罐中;
- [0054] 5) 筛分:粉未经彻底冷却后,在惰性气体氛围下进行筛分,得到粒径范围在10 μm ~100 μm ,中位径均在39.0 μm 左右的球形镍基高温合金粉末,并进行真空封装。
- [0055] 上述所述的稀土元素钪改性的镍基高温合金的制备方法中,
- [0056] 步骤(1)中高温合金粉末的制备如下:
- [0057] 等离子旋转电极雾化制粉流程:
- [0058] 1) 真空感应熔炼:按照质量百分比称取原料,并将称好的原料放入炉内坩埚中;同时炉内抽真空,抽至高真空度 $\leq 0.1\text{Pa}$ 后采用中频电源感应加热,进行真空感应熔炼;
- [0059] 2) 脱气:待原料熔化并完全合金化时,真空脱气15min~20min,得到熔融的母合金熔液;
- [0060] 3) 精炼:向熔炼炉内充入高纯度的惰性气体,待炉内气压升至0.1MPa,并将熔融的母合金熔液在1600℃~1650℃温度范围内进行保温,保温时间在15min~20min;随后将母合金熔液冷却,得到母合金锭状坯料;
- [0061] 4) 母合金电极棒加工:将母合金锭状坯料经锻造制得母合金棒材,而后经机加工制得符合等离子旋转电极雾化法要求的母合金电极棒;其中电极棒的直径为10mm~90mm,长度为100mm~900mm,致密度大于99%,且无明显的疏松缩孔等缺陷;

[0062] 5) 等离子旋转电极雾化制粉:将电极棒置于雾化设备内,抽真空至 $1 \times 10^{-3} \text{Pa} \sim 10 \times 10^{-3} \text{Pa}$ 时,向设备内充入惰性气体,待气压升至 $0.01 \text{MPa} \sim 0.3 \text{MPa}$ 时,开启雾化设备;设置电极棒转速为 $10000 \text{r/min} \sim 30000 \text{r/min}$,电极棒进给量在 $1 \text{mm/s} \sim 10 \text{mm/s}$,等离子弧温度在 $10000 \text{°C} \sim 20000 \text{°C}$;利用等离子火炬加热电极棒端面至熔化,同时在离心力作用下,形成连续且稳定的细小液滴,细小液滴冷却凝固成为球形金属粉末;

[0063] 6) 筛分:粉未经彻底冷却后,在惰性气体氛围下进行筛分,得到粒径在 $15 \mu\text{m} \sim 200 \mu\text{m}$ 左右的球形镍基高温合金粉末,并进行真空封装。

[0064] 上述所述的稀土元素钪改性的镍基高温合金的制备方法中,

[0065] 步骤(2)中稀土改性镍基高温合金粉末的成型的方法如下:

[0066] 采用包套热挤压工艺对制得的高温合金粉末进行成型:包套材料选取316L钢,包套的高度为160mm,直径为83mm;向单个包套内填充5kg的粉末,填充过程中振实粉末,将后盖与包套主体焊实;粉末装填完毕后,将包套置于井式炉内加热至 470°C ,并通过抽气孔将真空度抽至 $1.8 \times 10^{-4} \text{Pa}$ 以下,闭实包套;随后,将包套放入卧式挤压机中进行直接热挤压,挤压温度选取为 1130°C ,保温时间为4h40min,挤压比为16:1。

[0067] 上述所述的稀土元素钪改性的镍基高温合金的制备方法中,

[0068] 步骤(2)中稀土改性镍基高温合金粉末的成型的方法如下:

[0069] 采用小包套热压缩工艺对制得的高温合金粉末进行成型:包套材料选取316L不锈钢,小包套的高度为15mm,直径为10mm;向单个小包套内填充10g的粉末,填充过程中振实粉末,将后盖与小包套主体焊实;将小包套置于Gleeble 3180热力模拟试验机中,并抽真空至 $3 \times 10^{-3} \text{Pa}$ 以下;随后对小包套进行热压缩,热压缩温度在 $1050 \text{°C} \sim 1150 \text{°C}$ 范围之内,保温时间为3min,应变速率在 $1 \text{s}^{-1} \sim 5 \text{s}^{-1}$ 范围之内。

[0070] 上述所述的稀土元素钪改性的镍基高温合金的制备方法中,

[0071] 步骤(2)中稀土改性镍基高温合金粉末的成型的方法如下:

[0072] 采用热压烧结工艺对制得的高温合金粉末进行成型:将所得高温合金粉末称取56g左右,装入石墨模具中,模具的高度为70mm,直径为30mm,装粉过程中振实粉末;随后将模具放入FHP-828快速热压烧结炉中,先用40MPa的力进行预压,使粉末压实;随后抽真空并进行热压烧结,烧结温度在 $1100 \text{°C} \sim 1130 \text{°C}$ 范围之内,保温时间为10min,烧结压力为50MPa。

[0073] 3、有益效果

[0074] 相比于现有技术,本发明的有益效果为:

[0075] 本申请通过在粉末高温合金中引入稀土元素,探究稀土元素在粉末高温合金中的改性机理,并采用合适的粉末冶金成型工艺,优化合金的显微组织,进而提升合金的力学性能。

附图说明

[0076] 图1为本发明中稀土元素钪改性的镍基高温合金的流程图;

[0077] 图2为本发明中U720Li合金经 1150°C 、 5s^{-1} 热压缩后的金相组织图:(a)添加0%Sc;(b)添加0.066%Sc;

[0078] 图3为本发明中RR1000合金经 1150°C 、 5s^{-1} 热压缩后的金相组织图:(a)添加0%Sc;

(b) 添加0.064%Sc;

[0079] 图4为本发明中U720Li合金添加0.443%Sc经1050℃、 $5s^{-1}$ 热压缩后的金相组织图;

[0080] 图5为本发明中RR1000合金添加0.448%Sc经1050℃、 $5s^{-1}$ 热压缩后的金相组织图。

具体实施方式

[0081] 下面结合具体实施例对本发明进一步进行描述。

[0082] 需要说明的是,挤压比是指挤压筒腔的横断面面积同挤压制品总横断面的面积之比,也叫挤压系数,用于表示金属变形量大小的参数。

[0083] 稀土元素钪改性的镍基高温合金,所述的镍基高温合金,以质量百分比计,包括以下组分:

[0084] Cr:15.0~16.0%;

[0085] Co:15.0~18.5%;

[0086] Mo:3.0~5.0%;

[0087] W:0~1.25%;

[0088] Ta:0~2.0%;

[0089] Nb:0~1.1%;

[0090] Al:2.5~3.0%;

[0091] Ti:3.6~5.0%;

[0092] Hf:0~0.5%;

[0093] C:0.025~0.027%;

[0094] B:0.015~0.018%;

[0095] Zr:0.03~0.06%;

[0096] 稀土元素Sc:0.02~1%,

[0097] 余量为Ni;

[0098] 或以其他难加工镍基高温合金为基体,向基体中加入0.02-1wt%的稀土元素钪,

[0099] 所述其他难加工镍基高温合金选自René 108、IN713、René 88DT中的一种为基体,向基体中加入0.02-1wt%的稀土元素钪。

[0100] 上述所述的稀土元素钪改性的镍基高温合金中,

[0101] 所述的镍基高温合金,以质量百分比计,包括以下组分:

[0102] Cr:16.0%;

[0103] Co:15.0%;

[0104] Mo:3.0%;

[0105] W:1.25%;

[0106] Al:2.5%;

[0107] Ti:5.0%;

[0108] C:0.025%;

[0109] B:0.018%;

[0110] Zr:0.03%;

[0111] 稀土元素Sc:0.02~1%;

- [0112] 余量为Ni。
- [0113] 上述所述的稀土元素钐改性的镍基高温合金中，
- [0114] 所述的稀土元素钐的含量为0.02~0.5%。
- [0115] 稀土元素钐改性的镍基高温合金的制备方法，
- [0116] 包括以下步骤：
- [0117] 如图1所示：
- [0118] (1) 高温合金粉末的制备；
- [0119] (2) 稀土改性镍基高温合金粉末的成型。
- [0120] 上述所述的稀土元素钐改性的镍基高温合金的制备方法中，
- [0121] 步骤(1)中高温合金粉末的制备如下：
- [0122] 真空感应熔炼气雾化制粉流程：
- [0123] 1) 真空感应熔炼：按照质量百分比称取原料，并将称好的原料放入雾化制粉的坩埚内；同时炉内抽真空，抽至高真空度 $\leq 0.1\text{Pa}$ 后采用中频电源感应加热，进行真空感应熔炼；
- [0124] 2) 脱气：待原料熔化并完全合金化时，真空脱气15min-20min，得到熔融的母合金熔液；
- [0125] 3) 精炼：向雾化制粉炉内充入高纯度的惰性气体，待炉内气压升至0.1MPa，并将熔融的母合金熔液在1600℃~1650℃温度范围内进行保温，保温时间在15min~20min；
- [0126] 4) 雾化制粉：熔融的母合金熔液经导管流至雾化喷嘴处，熔液流速被控制在3.5kg/min~10kg/min范围内；然后经3MPa~5MPa的高压高纯度惰性气体冲击破碎，雾化成微米级尺寸的细小液滴，液滴冷却凝固成球型粉末，被收集到粉末储存罐中；
- [0127] 5) 筛分：粉末经彻底冷却后，在惰性气体氛围下进行筛分，得到粒径范围在10 μm ~100 μm ，中位径均在39.0 μm 左右的球形镍基高温合金粉末，并进行真空封装。
- [0128] 上述所述的稀土元素钐改性的镍基高温合金的制备方法中，
- [0129] 步骤(1)中高温合金粉末的制备如下：
- [0130] 等离子旋转电极雾化制粉流程：
- [0131] 1) 真空感应熔炼：按照质量百分比称取原料，并将称好的原料放入炉内坩埚中；同时炉内抽真空，抽至高真空度 $\leq 0.1\text{Pa}$ 后采用中频电源感应加热，进行真空感应熔炼；
- [0132] 2) 脱气：待原料熔化并完全合金化时，真空脱气15min~20min，得到熔融的母合金熔液；
- [0133] 3) 精炼：向熔炼炉内充入高纯度的惰性气体，待炉内气压升至0.1MPa，并将熔融的母合金熔液在1600℃~1650℃温度范围内进行保温，保温时间在15min~20min；随后将母合金熔液冷却，得到母合金锭状坯料；
- [0134] 4) 母合金电极棒加工：将母合金锭状坯料经锻造制得母合金棒材，而后经机加工制得符合等离子旋转电极雾化法要求的母合金电极棒；其中电极棒的直径为10mm~90mm，长度为100mm~900mm，致密度大于99%，且无明显的疏松缩孔等缺陷；
- [0135] 5) 等离子旋转电极雾化制粉：将电极棒置于雾化设备内，抽真空至 $1 \times 10^{-3}\text{Pa}$ ~ $10 \times 10^{-3}\text{Pa}$ 时，向设备内充入惰性气体，待气压升至0.01MPa~0.3MPa时，开启雾化设备；设置电极棒转速为10000r/min~30000r/min，电极棒进给量在1mm/s~10mm/s，等离子弧温度在

10000℃~20000℃;利用等离子火炬加热电极棒端面至熔化,同时在离心力作用下,形成连续且稳定的细小液滴,细小液滴冷却凝固成为球形金属粉末;

[0136] 6) 筛分:粉未经彻底冷却后,在惰性气体氛围下进行筛分,得到粒径在15μm~200μm左右的球形镍基高温合金粉末,并进行真空封装。

[0137] 上述所述的稀土元素钪改性的镍基高温合金的制备方法中,

[0138] 步骤(2)中稀土改性镍基高温合金粉末的成型的方法如下:

[0139] 采用包套热挤压工艺对制得的高温合金粉末进行成型:包套材料选取316L钢,包套的高度为160mm,直径为83mm;向单个包套内填充5kg的粉末,填充过程中振实粉末,将后盖与包套主体焊实;粉末装填完毕后,将包套置于井式炉内加热至470℃,并通过抽气孔将真空度抽至 1.8×10^{-4} Pa以下,闭实包套;随后,将包套放入卧式挤压机中进行直接热挤压,挤压温度选取为1130℃,保温时间为4h40min,挤压比为16:1。

[0140] 上述所述的稀土元素钪改性的镍基高温合金的制备方法中,

[0141] 步骤(2)中稀土改性镍基高温合金粉末的成型的方法如下:

[0142] 采用小包套热压缩工艺对制得的高温合金粉末进行成型:包套材料选取316L不锈钢,小包套的高度为15mm,直径为10mm;向单个小包套内填充10g的粉末,填充过程中振实粉末,将后盖与小包套主体焊实;将小包套置于Gleeble 3180热力模拟试验机中,并抽真空至 3×10^{-3} Pa以下;随后对小包套进行热压缩,热压缩温度在1050℃~1150℃范围之内,保温时间为3min,应变速率在 $1s^{-1}$ ~ $5s^{-1}$ 范围之内。

[0143] 上述所述的稀土元素钪改性的镍基高温合金的制备方法中,

[0144] 步骤(2)中稀土改性镍基高温合金粉末的成型的方法如下:

[0145] 采用热压烧结工艺对制得的高温合金粉末进行成型:将所得高温合金粉末称取56g左右,装入石墨模具中,模具的高度为70mm,直径为30mm,装粉过程中振实粉末;随后将模具放入FHP-828快速热压烧结炉中,先用40MPa的力进行预压,使粉末压实;随后抽真空并进行热压烧结,烧结温度在1100℃~1130℃范围之内,保温时间为10min,烧结压力为50MPa。

[0146] 实施例1

[0147] 将本方法应用于U720Li镍基高温合金。分别添加质量分数为0%和0.066%的稀土元素,其成分范围如表1所示。图2所示U720Li合金分别添加0%、0.066%的Sc元素,经热压温度为1150℃、应变速率为 $5s^{-1}$ 的热压缩成型后的组织。经分析,添加0%、0.066%Sc元素的U720Li合金经热压缩后的组织致密度分别可达99.7%与99.22%;而添加0%、0.066%Sc元素的U720Li合金经热压缩后的硬度分别可达484.708HV3与488.168HV3。

[0148] 表1稀土元素钪改性U720Li合金的成分范围

元素	Cr	Co	Al	Mo	Ti	W	Zr	Sc	Ni
[0149] 含量 (wt.%)	16.3	14.7	2.3	3.1	5.1	1.25	0.04	0	Bal
含量 (wt.%)	16.3	14.7	2.3	3.1	5.1	1.25	0.04	0.066	Bal

[0150] 实施例2

[0151] 将本方法应用于RR1000镍基高温合金,分别添加质量分数为0%与0.064%的稀土元素,其成分范围如表2所示。图3所示RR1000合金分别添加0%、0.064%的Sc元素,经热压温度为1150℃、应变速率为 $5s^{-1}$ 的热压缩成型后的组织。经分析,添加0%、0.064%Sc元素的RR1000合金经热压缩后的组织致密度分别可达99.85%与99.78%。而添加0%、0.064%Sc元素的RR1000合金经热压缩后的硬度分别可达490.563 HV3与530.979 HV3。

[0152] 表2稀土元素钪改性RR1000合金的成分范围

元素	Cr	Co	Al	Mo	Ti	Ta	Hf	Sc	Ni
[0153] 含量 (wt.%)	15	18.5	3	4.5	3.6	1.5	0.75	0	Bal
含量 (wt.%)	15	18.5	3	4.5	3.6	1.5	0.75	0.064	Bal

[0154] 实施例3

[0155] 将本方法应用于U720Li镍基高温合金,添加质量分数为0.443%的稀土元素,其成分范围如表3所示。图4所示U720Li合金添加0.443%的Sc元素,经热压温度为1050℃、应变速率为 $5s^{-1}$ 的热压缩成型后的组织。经分析,添加0.443%Sc元素的U720Li合金经热压缩后的组织致密度可达99.91%,其硬度可达760.297 HV3。

[0156] 表3稀土元素钪改性U720Li合金的成分范围

元素	Cr	Co	Al	Mo	Ti	W	Zr	Sc	Ni
[0157] 含量 (wt.%)	16.6	15.1	2.8	2.9	4.8	1.26	0.03	0.443	Bal

[0158] 实施例4

[0159] 将本方法应用于RR1000镍基高温合金,添加质量分数为0.448%的稀土元素,其成分范围如表4所示。图5所示RR1000合金添加0.448%的Sc元素,经热压温度为1050℃、应变速率为 $5s^{-1}$ 的热压缩成型后的组织。经分析,添加0.448%Sc元素的RR1000合金经热压缩后的组织致密度可达99.8%,其硬度可达830.262HV3。

[0160] 表4稀土元素钪改性RR1000合金的成分范围

元素	Cr	Co	Al	Mo	Ti	Ta	Hf	Sc	Ni
[0161] 含量 (wt.%)	15	18.5	3	4.5	3.6	1.5	0.75	0.448	Bal

[0162] 在不同合金基体中添加不同含量的稀土元素,经热压缩成型后的组织致密度与硬度情况如表5所示。从表中可发现,随着稀土元素含量的增加,其组织致密度可能会有略微降低,但其硬度有明显的提高,这可能是因为稀土元素的添加,可以细化合金的晶粒组织,起到细晶强化的作用;同时含有稀土元素的部分沉淀相可以阻碍晶粒中位错的滑移,也起到一定强化作用,这两种强化机制均使得合金的性能提升。

[0163] 表5经稀土改性后的合金组织致密度与硬度对比

合金基体	Sc元素含量 (wt.%)	组织致密度 (%)	硬度 (HV3)
[0164] U720Li	0	99.7	484.708
	0.066	99.22	488.168
	0.443	99.91	760.297
RR1000	0	99.85	490.563
	0.064	99.78	530.979
	0.448	99.8	830.262

[0165] 以上内容是结合具体实施方式对本发明作进一步详细说明,不能认定本发明具体实施只局限于这些说明,对于本发明所属技术领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明的构思的前提下,还可以做出若干简单的推演或替换,都应当视为属于本发明所提交的权利要求书确定的保护范围。

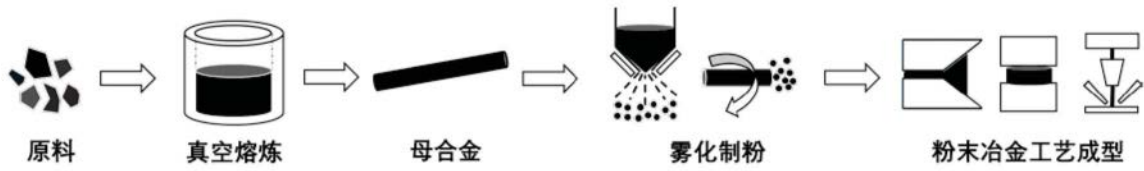


图1

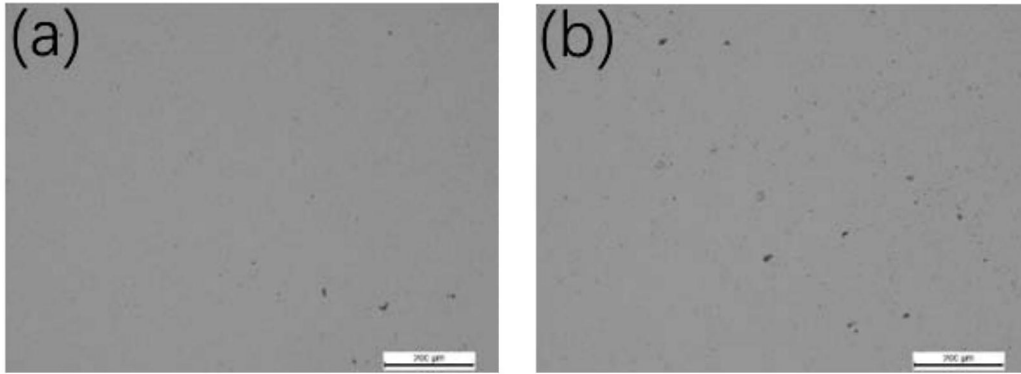


图2

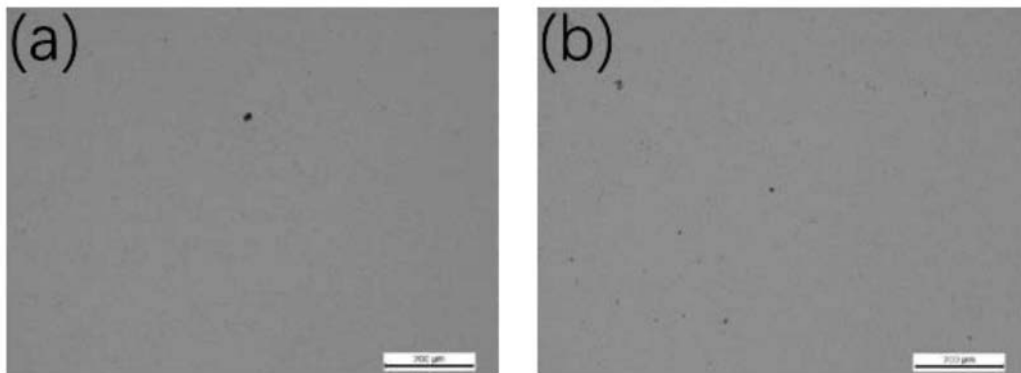


图3

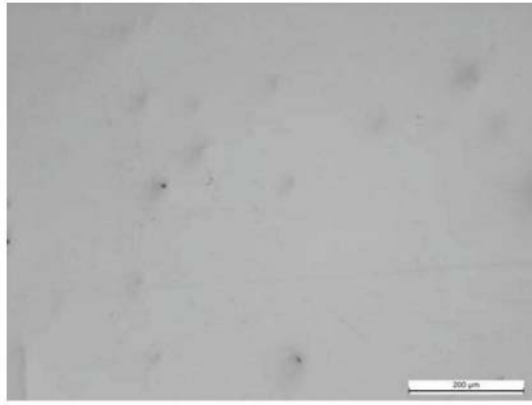


图4

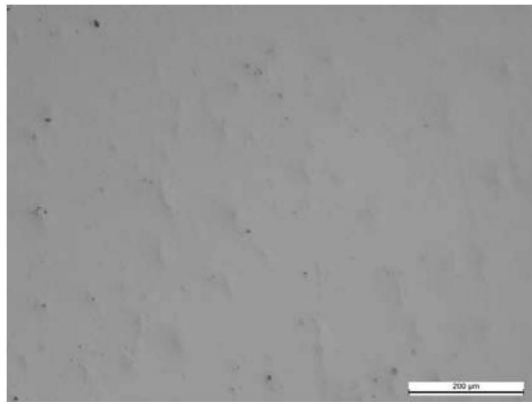


图5