



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 115283682 A

(43) 申请公布日 2022. 11. 04

(21) 申请号 202211037301.2

(22) 申请日 2022.08.26

(71) 申请人 上海材料研究所

地址 200437 上海市虹口区邯郸路99号

(72) 发明人 吴凯琦 吴文恒 卢林 王涛

张亮 杨启云 倪晓晴 宋佳

许炯恺

(74) 专利代理机构 上海科盛知识产权代理有限

公司 31225

专利代理师 褚明伟

(51) Int. Cl.

B22F 9/08 (2006.01)

B22F 1/065 (2022.01)

G22C 19/05 (2006.01)

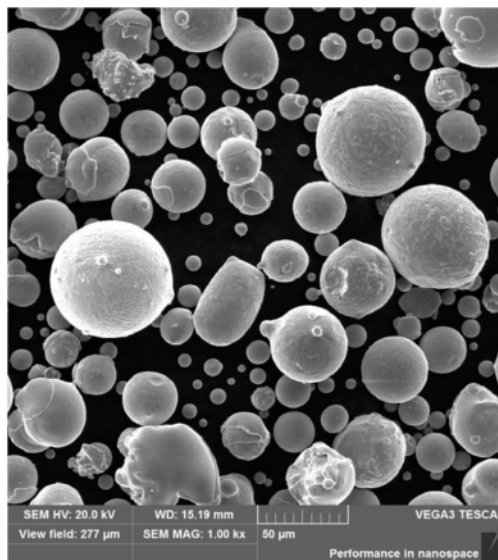
权利要求书1页 说明书5页 附图2页

(54) 发明名称

一种高钨含量镍基合金粉末的制备方法

(57) 摘要

本发明涉及粉末冶金技术领域,尤其是涉及一种高钨含量镍基合金粉末的制备方法。本方法采用真空感应熔炼技术和紧耦合气雾化技术,制备高钨含量镍基合金粉末。与现有技术相比,本发明有效解决了传统高钨镍基合金粉末制备中存在的配料难熔、成分偏析、棒料高成本的弊端,且制备的高钨含量镍基合金粉末具有成分稳定、球形度高、含氧量低、杂质含量低、生产成本低等综合优点。



1. 一种高钨含量镍基合金粉末的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

(1) 材料准备:准备高钨含量镍基合金原料,其中,所述高钨含量镍基合金的W含量占比不低于18wt%,对高钨含量镍基合金原料中的所有钨粉和部分镍粉进行混合压制得到镍钨生坯,在熔炼炉底部铺一层镍板,按照钨条、镍板、钨条、镍板往复的顺序加料,直至钨、镍全部加入炉内,随后按次序放入其它的组成高钨含量镍基合金的合金原料;

(2) 合金熔炼:对炉内的高钨含量镍基合金原料进行真空感应熔炼,得到合金熔体;

(3) 雾化制粉:将合金熔体倒入中间漏包,合金熔体经中间漏包底部的漏孔自由向下流入气体雾化炉,在高速气流的冲击作用下,合金熔体粉碎成微细液滴,冷却、凝固后得到合金粉末。

2. 根据权利要求1所述的一种高钨含量镍基合金粉末的制备方法,其特征在于,步骤(1)中,所述高钨含量镍基合金除了含有元素W以外,还包括基本元素Ni、Cr元素以及功能元素,所述功能元素选择Si、Nb、Mo或Fe元素中的一种或几种的组合。

3. 根据权利要求1所述的一种高钨含量镍基合金粉末的制备方法,其特征在于,步骤(1)中,所述加料过程中,在熔炼炉底部放入钨条,再加入镍板,其余原料作为二次加料。

4. 根据权利要求1所述的一种高钨含量镍基合金粉末的制备方法,其特征在于,步骤(2)中,所述真空感应熔炼过程中真空感应炉内真空度低于 1×10^{-2} Pa。

5. 根据权利要求1所述的一种高钨含量镍基合金粉末的制备方法,其特征在于,步骤(2)中,待炉内镍、钨原料完全熔化得到合金熔体后,再通过二次加料加入其它剩余原料,待所有合金原料完全熔化后继续加热,使合金熔体过热度达到200-230℃。

6. 根据权利要求5所述的一种高钨含量镍基合金粉末的制备方法,其特征在于,所述合金熔体达到过热度后,继续调整中频功率,使功率在30kW至90kW间不断往复,并控制合金熔体过热度在250-280℃,该过程持续总时长为1.5h。

7. 根据权利要求1所述的一种高钨含量镍基合金粉末的制备方法,其特征在于,步骤(3)中,所述中间漏包内温度控制在1150-1250℃。

8. 根据权利要求1所述的一种高钨含量镍基合金粉末的制备方法,其特征在于,步骤(3)中,所述中间包底部漏孔温度控制在1200-1300℃。

9. 根据权利要求1所述的一种高钨含量镍基合金粉末的制备方法,其特征在于,步骤(3)中,所述气体雾化炉中气体为惰性气体,优选为高纯氩气或高纯氮气。

10. 根据权利要求1所述的一种高钨含量镍基合金粉末的制备方法,其特征在于,步骤(3)中,所述气体雾化炉内的雾化压力为3.0-4.5MPa。

一种高钨含量镍基合金粉末的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及粉末冶金技术领域,尤其是涉及一种高钨含量镍基合金粉末的制备方法。

背景技术

[0002] 粉末冶金是制取金属粉末或用金属粉末(或金属粉末与非金属粉末的混合物)作为原料,经过成形和烧结,制取金属材料、复合材料以及各种类型制品的工业技术。粉末冶金技术已被广泛应用于交通、机械、电子、航空航天、兵器、生物、新能源、信息和核工业等领域,成为新材料科学中最具发展活力的分支之一。粉末冶金技术具备显著节能、省材、性能优异、产品精度高且稳定性好等一系列优点,非常适合于大批量生产。另外,部分用传统铸造方法和机械加工方法无法制备的材料和复杂零件也可用粉末冶金技术制造,因而备受工业界的重视。

[0003] 真空感应熔炼(Vacuum induction melting,简称VIM)是一种在真空条件下利用电磁感应加热原理来熔炼金属的金属工艺制程。在电磁感应过程中会产生涡电流,使金属熔化。此制程可用来提高合金的纯度、降低合金的氧含量。

[0004] 目前合金粉末制备方法的主要是气雾化法。气雾化法的基本原理是用高速气流将液态金属流破碎成小液滴并快速凝固形成粉末,由于气雾化法制备的粉末具有纯净度高、氧含量低、粉末粒度可控、生产成本低以及球形度高等优点,已成为高性能及特种合金粉末制备技术的主要发展方向。

[0005] 中国专利CN101497953A公开了一种用于瞬态液相连接镍基单晶高温合金的中间层合金及其制备方法,主要用于镍基单晶高温合金的瞬态液相连接。该中间层合金含Ni、Cr、Co、W、Mo、Ta、B等元素,采用真空感应炉中熔炼母合金;采用超声气体雾化法制备成镍基合金粉。该专利中硼元素是作为降熔点元素加入中间层合金的,以使合金获得合适的熔化温度。该专利中,中间层合金的钨含量在5~7wt%,钨含量较低,该专利的中间层合金制备方式为先配料混合熔化,浇注成锭子,然后再将锭子作为母合金进行超声雾化,是一种传统的镍基合金粉的制备方法,该专利并不涉及加料及熔炼的具体方法,同时该专利并没有考虑合金成分的稳定性与均一性问题。

[0006] 中国专利CN110640151A提供了一种镍基合金,包括:18.0wt%~23.5wt%的钴;10wt%~15wt%的铬;2.5wt%~3.5wt%的铝;2.0wt%~4.0wt%的钛;0.1wt%~2.0wt%的铌;1.0wt%~3.0wt%的钽;0wt%~2.5wt%的钨;4wt%~5.5wt%的钼;0.03wt%~0.1wt%的锆;0wt%~1.0wt%的铅;0.01wt%~0.1wt%的碳;0.01wt%~0.1wt%的硼;余量的镍。该专利涉及含有钨的镍基合金粉末的制备方法,采用的同样是气雾化方法,该专利中同样的钨含量较低,是一种传统的镍基合金粉的制备方法,该专利并不涉及加料及熔炼的具体方法,同时该专利并没有考虑合金成分的稳定性与均一性问题。

[0007] 中国专利CN106735273A公开了一种选区激光熔化成形用Inconel718镍基合金粉末及其制备方法。采用真空电极感应熔化气雾化技术,并结合高压雾化器来制备金属粉末,

然后采用超声振动筛分和气流分级的方法,将不同粒度的金属粉末按照一定比例进行混合,得到粒径均匀的选区激光熔化用Inconel718镍基合金粉末。合金成分比例为: Ni: $\geq 50\%$, Cr: 17~21%, Mo: 2.8~3.3%, Al: 0.2~0.8%, Ti: 0.65~1.15%, Nb: 4.75~5.5%, C: $\leq 0.08\%$, Mn: $\leq 0.35\%$, Si: $\leq 0.35\%$, Cu: $\leq 0.3\%$, Co: $\leq 1.0\%$, B: $\leq 0.006\%$, P: $\leq 0.01\%$, S: $\leq 0.01\%$ 。该专利采用的是旋转电极气雾化制粉技术,原料是常见的In718合金,镍基合金粉末中并无钨元素;该制粉方法不需要坩埚、漏包,而是将单根母合金棒进行加工,然后挂在真空室内,对棒料底部进行加热熔化,熔化的液滴滴入喷盘内雾化成粉,是一种传统的制备工艺。

发明内容

[0008] 由于钨的熔点高,且在其它金属中的溶解度较低,因此如果钨含量过高,容易出现熔解不完全的问题,导致合金成分出现问题,针对该问题,本发明的目的是提供一种高钨含量镍基合金粉末的制备方法。本发明采用真空感应熔炼气雾化制粉,最终制备的高钨含量镍基合金粉末具有成分均匀,杂质含量低,球形度高、氧含量低等性能特点,能够很好的适用于激光熔覆技术。

[0009] 本发明的目的可以通过以下技术方案来实现:

[0010] 本发明提供一种高钨含量镍基合金粉末的制备方法,包括以下步骤:

[0011] (1) 材料准备:准备高钨含量镍基合金原料,其中,所述高钨含量镍基合金的W含量占比不低于18wt%,对高钨含量镍基合金原料中的所有钨粉和部分镍粉进行混合压制得到镍钨生坯,在熔炼炉底部铺一层镍板,按照钨条、镍板、钨条、镍板往复的顺序加料,直至钨、镍全部加入炉内,随后按次序放入其它的组成高钨含量镍基合金的合金原料;

[0012] (2) 合金熔炼:对炉内的高钨含量镍基合金原料进行真空感应熔炼,得到合金熔体;

[0013] (3) 雾化制粉:将合金熔体倒入中间漏包,合金熔体经中间漏包底部的漏孔自由向下流入气体雾化炉,在高速气流的冲击作用下,合金熔体粉碎成微细液滴,冷却、凝固后得到合金粉末,粉末降落在雾化塔底部,之后被气体带入旋流器下的粉末收集装置。

[0014] 在本发明的一个实施方式中,步骤(1)中,所述高钨含量镍基合金原料为Ni、Fe、Cr、Nb或Mo、S、W、C、B;其中W含量占比不低于18wt%。

[0015] 在本发明提供的方案中,步骤(1)中,所述加料过程中,在熔炼炉底部放入钨条,再加入镍板,其余原料作为二次加料。在高钨含量镍基合金中,部分元素对钨在镍中的熔解具有抑制作用,因此先熔炼镍、钨,使其成为合金熔体,能够有效缩短熔炼时间,并避免钨无法完全熔于合金溶液中,造成成分偏差。

[0016] 在本发明一个实施方式中,步骤(2)中,所述真空感应熔炼过程中真空感应炉内真空度低于 1×10^{-2} Pa;高真空有利于降低粉末的氧含量。

[0017] 在本发明一个较优实施方式中,步骤(2)中,待炉内镍、钨原料完全熔化得到合金熔体后,再通过二次加料加入其它剩余原料,待所有合金原料完全熔化后继续加热,使合金熔体过热度达到200-230℃。

[0018] 在本发明一个较优实施方式中,步骤(2)中,当熔体达到温度后,继续调整中频功率,使功率在30kW至90kW间不断往复,并控制合金熔体过热度在250-280℃,该过程持续总

时长为1.5h。在熔炼加热过程中,电磁感应会对炉内的熔体施加力的作用,在高功率下尤为明显,因此调节功率,使其在30kW至90kW间不断往复,在保证熔体温度稳定的同时,更有利于感应炉对熔体进行电磁搅拌,使W均匀分布在整個熔体中,避免合金粉末出现成分偏析。

[0019] 在本发明一个较优实施方式中,步骤(3)中,中间漏包内温度控制在1150-1250℃。需要说明的是漏包温度对于雾化过程具有较大的影响,当漏包温度过低时,合金液散热速度过快,易在漏包内凝结,并容易造成漏孔堵塞;因此在设备条件的允许下,应当尽量提高中间漏包的温度。同时,本发明设计了一种漏孔加热系统,利用石墨对漏孔进行传热,并将温度控制在1200-1300℃,进一步降低了漏孔堵塞的概率。

[0020] 在本发明一个较优实施方式中,步骤(3)中,所述气体雾化炉中气体为惰性气体。

[0021] 在本发明的一个实施方式中,所述惰性气体优选为高纯氩气或高纯氮气,气体雾化炉内的雾化压力为3.0-4.5MPa。

[0022] 由于钨的熔点高,且在其它金属中的溶解度较低,因此如果钨含量过高,容易出现熔解不完全的问题,导致合金成分出现问题。本专利技术主要针对的是高钨含量(>18wt%)的镍基合金粉末制备中容易出现的钨无法完全熔解、合金成分出现偏析的问题,基于该技术问题,本发明通过改变加料及熔炼方式,来避免钨无法完全熔解、合金成分出现偏析的问题。

[0023] 与现有技术相比,本发明具有以下优点:

[0024] 本发明制备的高钨含量镍基合金粉末杂质含量低,氧含量低($\leq 200\text{ppm}$),成分稳定(W含量损失低于0.5wt%),粒径分布均匀,粉末颗粒球形度高(180 μm 以下粉末平均球形度 ≥ 0.80),粉末流动性好($\leq 19\text{s}/50\text{g}$)。

附图说明

[0025] 图1为本发明所述的原料加料顺序示意图;

[0026] 1:二次加料斗;2:坩埚;3:镍板;4:钨条;5:其余原料。

[0027] 图2为本发明实施例1制得的高钨含量镍基合金粉末颗粒形貌图。

[0028] 图3为本发明实施例2制得的高钨含量镍基合金粉末颗粒形貌图。

具体实施方式

[0029] 本发明提供一种高钨含量镍基合金粉末的制备方法,包括以下步骤:

[0030] (1) 材料准备:准备高钨含量镍基合金原料,其中,所述高钨含量镍基合金的W含量占比不低于18wt%,对高钨含量镍基合金原料中的所有钨粉和部分镍粉进行混合压制得到镍钨生坯,在熔炼炉底部铺一层镍板,按照钨条、镍板、钨条、镍板往复的顺序加料,直至钨、镍全部加入炉内,随后按次序放入其它的组成高钨含量镍基合金的合金原料;

[0031] (2) 合金熔炼:对炉内的高钨含量镍基合金原料进行真空感应熔炼,得到合金熔体;

[0032] (3) 雾化制粉:将合金熔体倒入中间漏包,合金熔体经中间漏包底部的漏孔自由向下流入气体雾化炉,在高速气流的冲击作用下,合金熔体粉碎成微细液滴,冷却、凝固后得到合金粉末,粉末降落在雾化塔底部,之后被气体带入旋流器下的粉末收集装置。

[0033] 在本发明的一个实施方式中,步骤(1)中,所述高钨含量镍基合金原料为Ni、Fe、Cr、Nb或Mo、S、W、C、B;其中W含量占比不低于18wt%。

[0034] 在本发明一个较优实施方式中,步骤(1)中,所述加料过程中,在熔炼炉底部放入钨条,再加入镍板,其余原料作为二次加料。

[0035] 在本发明的一个实施方式中,步骤(1)中,在高钨含量镍基合金中,部分元素对钨在镍中的熔解具有抑制作用,因此先熔炼镍、钨,使其成为合金熔体,能够有效缩短熔炼时间,并避免钨无法完全溶于合金溶液中,造成成分偏差。

[0036] 在本发明一个实施方式中,步骤(2)中,所述真空感应熔炼过程中真空感应炉内真空度低于 1×10^{-2} Pa;高真空有利于降低粉末的氧含量。

[0037] 在本发明一个较优实施方式中,步骤(2)中,待炉内镍、钨原料完全熔化得到合金熔体后,再通过二次加料加入其它剩余原料,待所有合金原料完全熔化后继续加热,使合金熔体过热度达到200-230℃。

[0038] 在本发明一个较优实施方式中,步骤(2)中,当熔体达到温度后,继续调整中频功率,使功率在30kW至90kW间不断往复,并控制合金熔体过热度在250-280℃,该过程持续总时长为1.5h。在熔炼加热过程中,电磁感应会对炉内的熔体施加力的作用,在高功率下尤为明显,因此调节功率,使其在30kW至90kW间不断往复,在保证熔体温度稳定的同时,更有利于感应炉对熔体进行电磁搅拌,使W均匀分布在整体熔体中,避免合金粉末出现成分偏析。

[0039] 在本发明一个较优实施方式中,步骤(3)中,中间漏包内温度控制在1150-1250℃。需要说明的是漏包温度对于雾化过程具有较大的影响,当漏包温度过低时,合金液散热速度过快,易在漏包内凝结,并容易造成漏孔堵塞;因此在设备条件的允许下,应当尽量提高中间漏包的温度。

[0040] 在本发明一个较优实施方式中,步骤(3)中,利用石墨对漏孔进行传热,并将石墨温度控制在1200-1300℃,以进一步降低漏孔堵塞的概率。

[0041] 在本发明一个较优实施方式中,步骤(3)中,所述气体雾化炉中气体为惰性气体。

[0042] 在本发明的一个实施方式中,所述惰性气体优选为高纯氩气或高纯氮气,气体雾化炉内的雾化压力为3.0-4.5MPa。

[0043] 图1给出了高钨含量镍基合金粉末制备时,原材料加料顺序示意,其中,二次加料斗1中装的是其余原料5,而坩埚2中装的是钨条4、镍板3,其中,钨条4、镍板3按照图1的排列方式进行装料。

[0044] 下面结合附图和具体实施例对本发明进行详细说明。

[0045] 实施例1

[0046] 本实施例提供一种高钨含量镍基合金粉末的制备方法。

[0047] (1) 材料准备:准备高钨含量镍基合金原料,高钨含量镍基合金原料成分以质量百分比计符合如下要求: Ni:55.2%, Fe:1.2%, Cr:15%, Nb:0.7%, Si:4.3%, W:20%, C:0.7%, B:2.9%。如图1所示,加料时,在熔炼炉底部放入钨条,再加入镍板。随后将纯铬、纯铁、镍硼合金、铌铁、硅和碳块放入二次加料斗内;

[0048] (2) 合金熔炼:对合金原料进行真空感应熔炼。控制真空感应炉内真空度为 0.9×10^{-2} Pa。待炉内镍、钨原料完全熔化得到合金熔体后,打开二次加料斗,加入剩余原料,继续

加热,使合金液温度达到1630℃。后继续调整中频功率,使功率在30kW至90kW间不断往复,并控制合金熔体温度在1670℃,该过程持续总时长为1.5h;中间漏包内温度控制在1230℃;中间漏包底部漏孔温度控制在1250℃;

[0049] (3) 雾化制粉:将合金熔体倒入中间漏包,合金熔体经中间漏包底部的漏孔自由向下流入气体雾化炉,使用的惰性气体为高纯氩气,气体雾化炉内的雾化压力为4.0MPa,合金熔体粉碎成微细液滴,冷却、凝固后得到合金粉末。

[0050] 本实施例制备得到的合金粉末颗粒形貌如图2所示,180μm以下平均粒径44.62μm,球形度0.83,流动性19.5s/50g,氧含量147ppm,W含量19.7wt%。

[0051] 实施例2

[0052] 本实施例提供一种高钨含量镍基合金粉末的制备方法。

[0053] (1) 材料准备:准备高钨含量镍基合金原料,高钨含量镍基合金原料成分以质量百分比计符合如下要求:Ni:47.4%,Fe:4.8%,Cr:15%,Mo:5%,Si:2.8%,W:22%,C:0.5%,B:2.5%。如图1所示,加料时,在熔炼炉底部放入钨条,再加入镍板。随后将纯钼、纯铬、纯铁、镍硼合金、硅和碳块放入二次加料斗内;

[0054] (2) 合金熔炼:对合金原料进行真空感应熔炼。控制真空感应炉内真空度为 0.8×10^{-2} Pa。待炉内合金原料完全熔化得到合金熔体后,打开二次加料斗,加入剩余原料,继续加热,使合金液温度达到1650℃。后继续调整中频功率,使功率在30kW至90kW间不断往复,并控制合金熔体温度在1680℃,该过程持续总时长为1.5h;中间漏包内温度控制在1220℃;中间漏包底部漏孔温度控制在1240℃;

[0055] (3) 雾化制粉:将合金熔体倒入中间漏包,合金熔体经中间漏包底部的漏孔自由向下流入气体雾化炉,使用的惰性气体为高纯氩气,气体雾化炉内的雾化压力为4.3MPa,合金熔体粉碎成微细液滴,冷却、凝固后得到合金粉末。

[0056] 本实施例制备得到的合金粉末颗粒形貌如图3所示,180μm以下平均粒径45.75μm,球形度0.84,流动性18.6s/50g,氧含量153ppm,W含量21.8wt%。

[0057] 上述的对实施例的描述是为便于该技术领域的普通技术人员能理解和使用发明。熟悉本领域技术的人员显然可以容易地对这些实施例做出各种修改,并把在此说明的一般原理应用到其他实施例中而不必经过创造性的劳动。因此,本发明不限于上述实施例,本领域技术人员根据本发明的揭示,不脱离本发明范畴所做出的改进和修改都应该在本发明的保护范围之内。

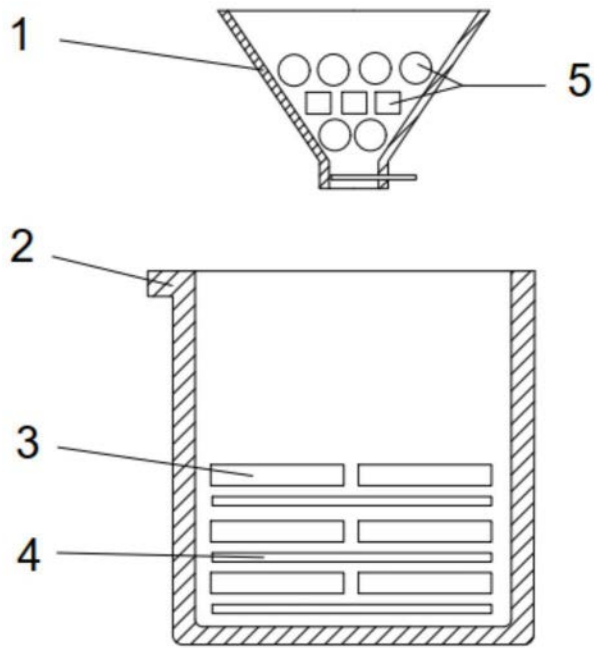


图1

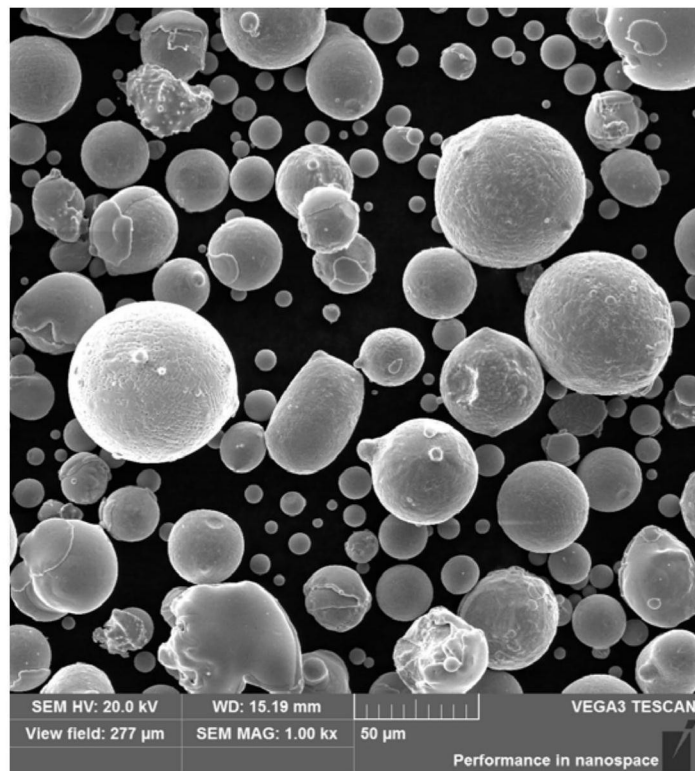


图2

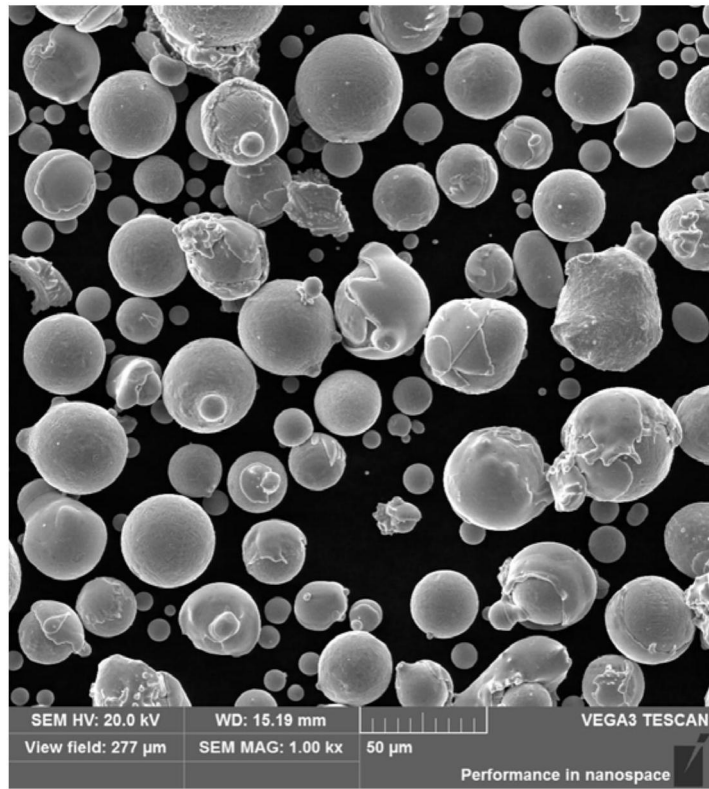


图3