

# 氮化硼高温陶瓷材料对真空感应气雾化金属粉末的影响

唐跃跃

江苏威拉里新材料科技有限公司 江苏徐州 221001

**摘要:** 研究了真空感应熔炼气雾 (VIGA) 技术中使用高温陶瓷材料对GH4169雾化结果的影响。利用电子秤、氧氮分析仪和X射线分析雾化后不同氮化硼高温陶瓷材料用量对包铁质量、金属粉末的氧氮、高密夹杂的影响。结果表明: 在浇口杯处涂抹氮化硼高温陶瓷材料可以有效地缩短清理包铁时长。随着氮化硼高温陶瓷材料用量的增加, 包铁质量明显减少, 采用VIGA设备生产的GH4169金属粉末氧氮值及非金属夹杂物均合格。另外, 在大坩埚内部涂抹不同量的高温陶瓷材料也对金属粉末没有任何影响。本研究对了解在VIGA设备中通过使用氮化硼高温陶瓷材料来提高浇口杯寿命和减少包铁质量, 具有指导意义和参考价值。

**关键词:** VIGA; 氧氮含量; 非金属夹杂物; 氮化硼高温陶瓷材料; 浇口杯

## Effect of boron nitride release agent on metal powder vacuum induction melting gas atomization

TANG Yueyue

Jiangsu Vilory Advanced Material Science and Technology Co., Ltd., Xuzhou 221001, Jiangsu, China

**Abstracts:** This paper investigates the effect of using high-temperature ceramic materials in vacuum induction melting aerosol (VIGA) technology on the atomization results of GH4169. Electronic scales, oxygen and nitrogen analyzers and X-rays were used to analyze the effects of different boron nitride high temperature ceramic material dosages on the weight of clad iron, oxygen and nitrogen of metal powder, and high density inclusions after atomization. The results show that applying boron nitride high temperature ceramic material at the sprue cup can effectively shorten the cleaning time of clad iron. With the increase of the dosage of boron nitride high temperature ceramic material, the weight of clad iron is obviously reduced, and the oxygen and nitrogen value of metal powder and non-metallic inclusions of GH4169 produced by VIGA equipment are qualified. On the other hand, applying different amounts of high temperature ceramic materials inside the large crucible also did not have any effect on the metal powder. This paper has guiding significance and reference value for understanding the use of boron nitride high temperature ceramic material in VIGA equipment to improve the life of sprue cup and reduce the weight of clad iron.

**Keywords:** VIGA; oxygen and nitrogen content; non-metallic inclusions; boron nitride high-temperature ceramic materials; gating cups

作者简介: 唐跃跃, 硕士研究生, 高级工程师, 主要从事增材制造制备工艺和金属粉末材料开发, E-mail: 345707549@qq.com。

1 序言

近年来，金属粉末制造技术应用越来越广泛，目前的制造方法主要分为机械粉碎法、球磨法、雾化法、电解法和氧化还原法等<sup>[1, 2]</sup>。同时，金属粉末也被广泛应用到增材制造、粉末冶金、激光熔覆和热喷涂等领域<sup>[3-5]</sup>。目前，在制备镍基高温合金粉末的工艺技术中，真空感应熔炼气体雾化（VIGA）工艺具有可控性好、产量大、细粉收得率高等优势，因此航空航天制备涡轮发动机盘用的合金粉末主要通过VIGA技术生产。该工艺是在真空环境下将中频感应炉中的镍基合金原料加热熔化，然后通过中间包并从导流管中流出，最后在与超音速气体的相互作用下，合金熔体液流被雾化破碎成微米级球形粉末。镍基合金粉末质量对于制备发动机涡轮盘至关重要，然而合金粉末质量是由VIGA工艺设备决定的。雾化法制备的金属粉末具有粒度细、球形度高、纯度高等优点，因此被广泛应用，其原理是通过高速气流将液态金属吹碎成小液滴并快速凝固成粉末的过程<sup>[6]</sup>。

在VIGA设备的雾化过程中，金属液体经过浇口杯流入中间包<sup>[7]</sup>，因此会导致部分金属液留在浇口杯处，待到金属液凝固后，会与浇口杯紧密连接在一起，很难将浇口杯处的包铁清理干净。在清理包铁的过程中甚至会严重损伤浇口杯的使用寿命。本研究将氮化硼高温陶瓷材料涂抹在浇口杯内壁，

研究氮化硼高温陶瓷材料的含量对浇口杯处包铁及GH4169金属粉末的影响。

2 试验方法

本研究的试验过程中所使用的GH4169高温合金粉末化学成分见表1。试验所使用的设备为真空感应气雾化制粉炉（VIGA）。试验开始前准备好8炉GH4169配料，每炉200kg。其中4炉用于氮化硼高温陶瓷材料在浇口杯的试验。采用电子秤将耐高温离散型高温陶瓷材料分别称重64g、104g、224g，与不使用（无涂抹）耐高温离散型高温陶瓷材料进行试验对比，将不同含量的耐高温离散型高温陶瓷材料分别均匀涂抹到待使用的浇口杯内壁。

本研究的试验过程为先清理VIGA加热炉，再加入GH4169配料，然后加热涂抹高温陶瓷材料的浇口杯直到高温陶瓷材料烘干为止，最后关闭VIGA真空炉盖，同时抽真空进行加热雾化处理。每炉雾化完后取出浇口杯，统计浇口杯清理包铁时长并对其进行称重。剩余4炉的其他条件与前述一致，唯一不同的是在VIGA大坩埚内壁也分别涂抹440g、540g、640g和740g的氮化硼高温陶瓷材料。在8炉分别雾化完成后，将过泰勒筛的目标粉取出进行检测。采用氧氮分析仪、MU2000-D型X射线和扫描电子显微镜研究氮化硼高温陶瓷材料对GH4169金属粉末氧氮和高密度夹杂物的影响。

表1 GH4169高温合金粉末化学成分（质量分数） (%)

| Ni    | Nb      | Mo      | Cr    | Fe          | Al      | Ti        | Co       | B           | Si   | Mn     | Cu   | P           | Mg     |
|-------|---------|---------|-------|-------------|---------|-----------|----------|-------------|------|--------|------|-------------|--------|
| 51~55 | 5.0~5.3 | 2.8~3.3 | 18~21 | 13.19~24.33 | 0.3~0.5 | 0.80~1.15 | 0.1~0.25 | 0.003~0.005 | ≤0.1 | ≤0.005 | ≤0.1 | 0.008~0.012 | ≤0.005 |

3 结果与分析

3.1 高温陶瓷材料用量对包铁的影响

图1所示为不同高温陶瓷材料用量下浇口杯表面包铁形貌。从图1可看出，随着高温陶瓷材料不使用（0g）增加到使用量为224g，雾化时浇口杯表面金属液的淤积现象明显改善。导致包铁的下口越来越大，意味着从浇口杯表面清理包铁更容易。试验结果表明，不使用高温陶瓷材料时清理包铁时长为210s，高温陶瓷材料涂抹量在64g、104g和224g时，清理包铁时长为1s。利用电子秤对清理下来的

包铁称重，发现不使用高温陶瓷材料和用量64g、104g、224g时包铁的重量分别为8.4kg、5.9kg、3.8kg和3.4kg，如图2所示。随着高温陶瓷材料用量的增加，包铁的重量逐渐降低，与不使用高温陶瓷材料相比，用量在224g时包铁的重量降低58.5%。清理下来的包铁重量降低可归因于高温陶瓷材料起到很好的润滑作用，高温陶瓷材料厚度增加润滑效果也好，可有效阻止金属液在浇口杯表面的淤积<sup>[8]</sup>。另外，包铁重量的降低也意味着有更多的金属液被加工成粉末。

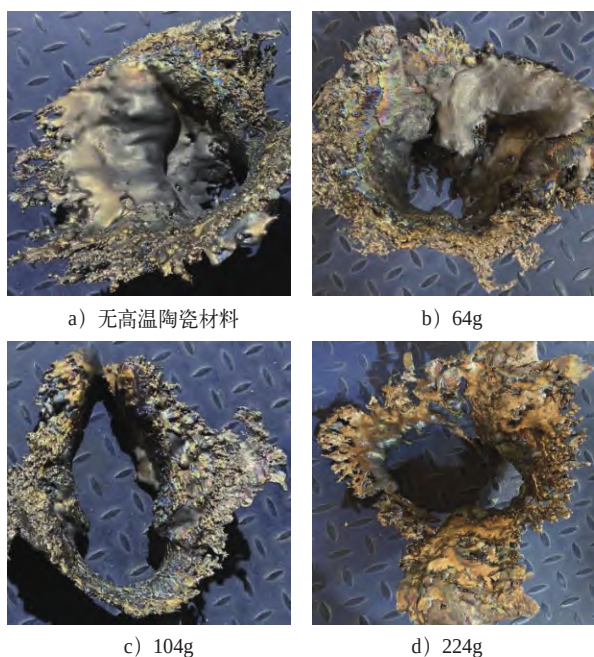


图1 不同高温陶瓷材料含量对包铁的影响

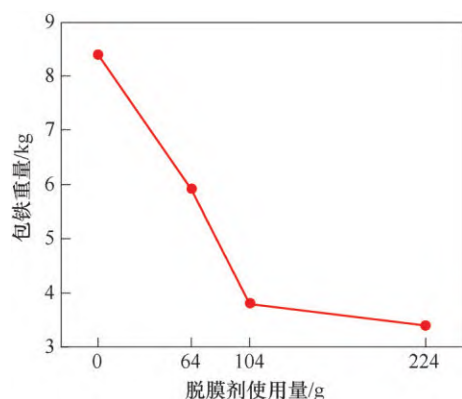


图2 不同高温陶瓷材料含量对包铁重量的影响

### 3.2 高温陶瓷材料用量对金属粉末氧氮的影响

金属粉末是增材制造技术的重要原料，诸多参数会对增材制造材料的性能有明显影响，其中氧氮含量是金属粉末的一个重要参数<sup>[9]</sup>。如果氧氮含量增加，则会对3D打印工件的诸多性能产生不良的影响，如力学性能、物理性能及抗腐蚀性能等。本研究采用的高温陶瓷材料主要成分为氮化硼，因此要考虑对金属粉末氧氮含量的影响。不同高温陶瓷材料用量下金属粉末氧氮检测值见表2。结果表明，不同高温陶瓷材料用量下金属粉末氧氮值均在合格范围内，并且随着氮化硼高温陶瓷材料用量的增加，金属粉末氧氮含量呈现出降低趋势。也就意味着氮化硼高温陶瓷材料用量的增加对金属粉末的氧氮含量影响不大。

表2 不同高温陶瓷材料涂抹量GH4169粉末氧氮值

| 元素 | 氧氮要求值/ppm | 高温陶瓷材料涂抹量/g |     |     |     |
|----|-----------|-------------|-----|-----|-----|
|    |           | 0           | 64  | 104 | 224 |
|    |           | 粉末氧氮实测值/ppm |     |     |     |
| O  | ≤250      | 109         | 124 | 85  | 66  |
| N  | ≤250      | 62          | 54  | 83  | 48  |

注：1ppm=10<sup>-6</sup>，下同。

### 3.3 高温陶瓷材料对金属粉末高密夹杂的影响

金属粉末中的非金属夹杂是一种比较特殊的相，在3D打印中不溶于金属，会加大打印工件组织的不均性，严重影响打印件的性能<sup>[10]</sup>。本研究中将氮化硼高温陶瓷材料涂抹在浇口杯表面，在试验过程中可能随金属液的冲刷一起进入雾化室，影响最终金属粉末的成品质量。本研究采用MU2000-D型X射线实时成像检测，分别检测不使用氮化硼高温陶瓷材料和氮化硼高温陶瓷材料65g、104g、224g生产的金属粉末的高密夹杂，结果如图3所示。检测结果表明，在雾化期间使用氮化硼高温陶瓷材料不会在金属粉末内部形成非金属夹杂，意味着氮化硼高温陶瓷材料对金属粉末的最终质量没有影响。

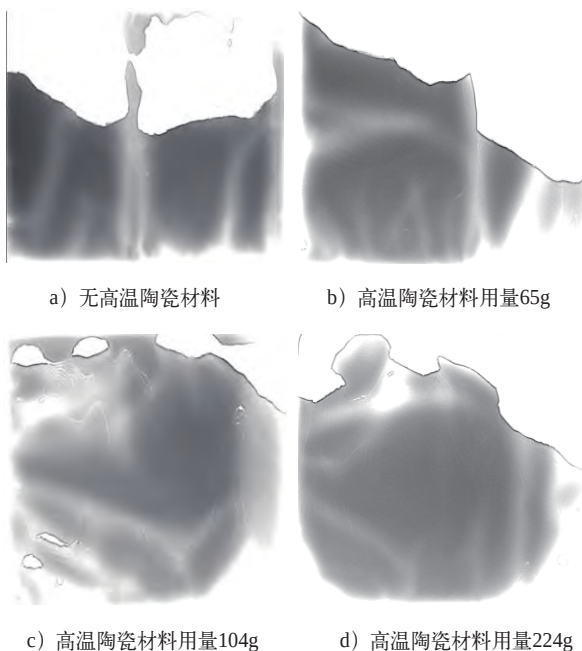
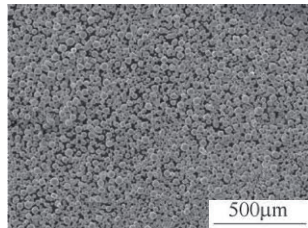


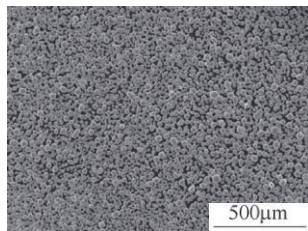
图3 不同氮化硼高温陶瓷材料生产的金属粉末高密度夹杂物

本研究采用扫描电子显微镜检测，分别检测氮化硼高温陶瓷材料在440g、540g、640g和740g生产的金属粉末的高密度夹杂物，结果如图4所示。检测结果表明，在雾化期间使用氮化硼高温陶瓷材料不会在金属粉末内部形成非金属夹杂，意味着氮化硼

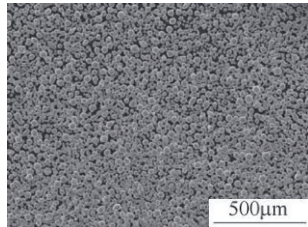
高温陶瓷材料对金属粉末的最终质量没有影响。这就表明氮化硼高温陶瓷材料具有很强的吸附能力，在中频感应加热过程中金属液的冲刷能力不足以将氮化硼高温陶瓷材料混合到金属液中。



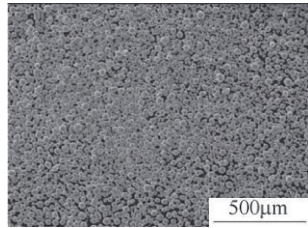
a) 高温陶瓷材料用量440g (50×)



b) 高温陶瓷材料用量540g (50×)



c) 高温陶瓷材料用量640g (50×)



d) 高温陶瓷材料用量740g (50×)

图4 不同氮化硼高温陶瓷材料脱模下金属粉末高密夹杂

在VIGA大坩埚内部涂抹不同高温陶瓷材料下金属粉末氧氮检测值见表3。结果表明，在大坩埚内壁涂抹不同高温陶瓷材料用量下金属粉末氧氮值均在合格范围内，并且随着氮化硼高温陶瓷材料用量的增加，金属粉末氧含量呈现增加趋势，也就意味着氮化硼高温陶瓷材料用量的增加会对金属粉末的氧

表3 不同高温陶瓷材料涂抹量GH4169粉末氧氮值

| 元素 | 氧氮要求值<br>/ppm | 高温陶瓷材料涂抹量/g |     |     |     |
|----|---------------|-------------|-----|-----|-----|
|    |               | 440         | 540 | 640 | 740 |
|    |               | 粉末氧氮实测值/ppm |     |     |     |
| O  | ≤250          | 124         | 136 | 140 | 153 |
| N  | ≤250          | 54          | 52  | 57  | 52  |

氮含量有轻微影响。在熔炼过程中，氮化硼高温陶瓷材料自带的氧在高温下得到释放，从而增加金属粉末的氧氮含量。

#### 4 结束语

本文研究高温陶瓷材料的脱模量对浇口杯表面的包铁及金属粉末的影响，得出如下结论。

1) 氮化硼高温陶瓷材料可有效缩短清理浇口杯包铁的时长，清理时长缩短209s。

2) 氮化硼高温陶瓷材料用量的增加，清理下来的包铁重量不断减小。与不使用氮化硼高温陶瓷材料相比，用量在224g时清理下来的包铁重量减小58.5%。

3) 雾化期间使用氮化硼高温陶瓷材料生产的金属粉末氧氮含量均合格，同时也没有产生非金属夹杂物。

#### 参考文献:

- [1] 陈莹莹, 肖志瑜, 李上奎, 等. 3D打印用金属粉末的制备技术及其研究进展[J]. 粉末冶金工业, 2018, 28 (4) : 56-61.
- [2] 王博亚, 卢林, 吴文恒, 等. 气雾化制粉技术研究进展[J]. 粉末冶金工业, 2019, 29 (5) : 74-80.
- [3] 刘超, 孔祥吉, 况春江. 生物医用纯钛的粉末注射成形研究[J]. 粉末冶金工业, 2016, 26 (4) : 31-35.
- [4] 郭双全, 葛昌纯, 冯云彪, 等. 低成本等离子体球化技术制备热喷涂用球形钨粉的工艺研究[J]. 粉末冶金工业, 2010, 20 (3) : 1-4.
- [5] 赵伟斌, 李元元, 周照耀, 等. 金属粉末温压成形的数值模拟研究[J]. 粉末冶金工业, 2004 (5) : 28-32.
- [6] 王军峰. VIGA雾化系统的堵塞机理及工艺优化研究[D]. 北京: 北京科技大学, 2023.
- [7] 陈进. VIGA气雾化制备镍基合金粉末雾化过程的数值模拟[D]. 沈阳: 东北大学, 2022.
- [8] 肖瑶. 聚氨酯泡沫塑料用新型液体脱模剂的研制[D]. 广州: 华南理工大学, 2014.
- [9] 汪飞, 李克, 曹传亮, 等. 选择性激光烧结成型材料研究现状及展望[J]. 铸造技术, 2017, 38 (6) : 1258-1262.
- [10] 文艺. 3D打印两相钛合金组织特征及缺陷研究[D]. 南昌: 南昌航空大学, 2017.