

(12) 按照专利合作条约所公布的国际申请

(19) 世界知识产权组织
国际局



PCT



(10) 国际公布号

WO 2010/135848 A1

(43) 国际公布日
2010 年 12 月 2 日 (02.12.2010)

(51) 国际专利分类号:

C22C 1/10 (2006.01) C22C 32/00 (2006.01)
C22C 1/02 (2006.01) B22D 11/115 (2006.01)
C22C 21/00 (2006.01) B22D 11/041 (2006.01)

(21) 国际申请号: PCT/CN2009/000571

(22) 国际申请日: 2009 年 5 月 25 日 (25.05.2009)

(25) 申请语言: 中文

(26) 公布语言: 中文

(71) 申请人 (对除美国外的所有指定国): **江苏大学 (JIANGSU UNIVERSITY)** [CN/CN]; 中国江苏省镇江市学府路 301 号, Jiangsu 212013 (CN)。

(72) 发明人: 及

(75) 发明人/申请人 (仅对美国): **赵玉涛 (ZHAO, Yu-tao)** [CN/CN]; 中国江苏省镇江市学府路 301 号江苏大学, Jiangsu 212013 (CN)。 **王宏明 (WANG, Hongming)** [CN/CN]; 中国江苏省镇江市学府路 301 号江苏大学, Jiangsu 212013 (CN)。 **陈刚 (CHEN,**

Gang) [CN/CN]; 中国江苏省镇江市学府路 301 号江苏大学, Jiangsu 212013 (CN)。 **李桂荣 (LI, Guirong)** [CN/CN]; 中国江苏省镇江市学府路 301 号江苏大学, Jiangsu 212013 (CN)。

(74) 代理人: **南京知识律师事务所 (NANJING LAW OFFICE OF INTELLECTUAL PROPERTIES)**; 中国江苏省南京市新模范马路 5 号南京科技广场 B 座 9 楼, Jiangsu 210024 (CN)。

(81) 指定国 (除另有指明, 要求每一种可提供的国家保护): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW。

[见续页]

(54) Title: METHOD FOR PRODUCING MULTIPHASE PARTICLE-REINFORCED METAL MATRIX COMPOSITES

(54) 发明名称: 制备多相颗粒增强金属基复合材料的方法

(57) Abstract: A method for producing multiphase particle-reinforced metal matrix composites is provided. The method is characterized by the combination of an in-situ reaction process in an external electromagnetic field and an in-situ crystallization process in an external electromagnetic field. A traveling wave magnetic field or a rotating magnetic field is employed in the in-situ reaction process, and a rotating magnetic field or a high frequency magnetic field is employed in the in-situ crystallization process. Said method can obtain homogeneous, gradient enhanced or surface reinforced composite materials.

[见续页]

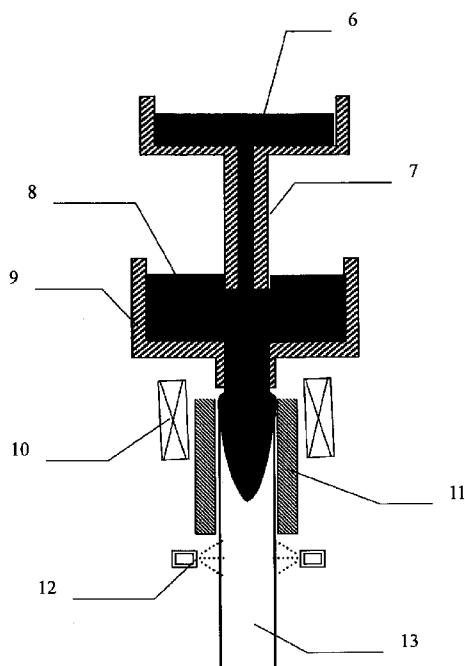


图 2 / Fig. 2



(84) **指定国** (除另有指明, 要求每一种可提供的地区保护): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 欧亚 (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), 欧洲 (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG)。

根据细则 4.17 的声明:

— 发明人资格(细则 4.17(iv))

本国际公布:

— 包括国际检索报告(条约第 21 条(3))。

(57) 摘要:

提供一种制备多相颗粒增强金属基复合材料的方法。所述方法的特点在于外加电磁场作用下的原位反应过程与外加电磁场作用下的原位结晶过程的结合。在原位反应过程中采用行波磁场或旋转磁场, 在原位结晶过程中采用旋转磁场或高频磁场。该方法能获得均质的、梯度强化的或表面强化的复合材料。

制备多相颗粒增强金属基复合材料的方法

技术领域

本发明涉及金属基复合材料制备技术领域，特别涉及到一种在电磁场作用下通过原位反应法和原位结晶法集成制备自生多相颗粒增强金属基复合材料的新方法。

背景技术

多相颗粒增强金属基复合材料由于兼备了金属的优良韧性与塑性和陶瓷的强度与模量，与传统材料相比，多相颗粒增强金属基复合材料具有更好的物理与力学性能，在航空航天、汽车、电子等领域中具有广阔的应用前景。原位复合法是制备颗粒增强金属基复合材料的重要方法。该方法的增强体从金属基体中原位形核长大，具有较高的热力学稳定性，且增强体表面洁净度高，与基体润湿性好，界面结合强度高，在保证材料具有较好的韧性和高温性能的同时，较大幅度地提高材料的强度和弹性模量，因此原位复合法成为制备颗粒增强金属基复合材料的重要方法。

原位复合法按照增强体的生成方式不同，可分为原位反应法与原位结晶法。原位反应法是通过向熔体内加入反应物，通过反应物与基体金属的原位化学反应形成细小稳定的增强颗粒相的方法；原位结晶法是利用合金熔体在凝固过程中的析出相作为增强体颗粒来制备金属基复合材料。原位反应法和原位结晶法在制备方法、增强相的种类和特点、复合材料的结构和性能等方面各有特点。

原位反应法的主要优点是：

- (1) 通过控制反应物的加入量及反应合成时间来控制增强体的数量和大小，具体制备方法灵活多样；
- (2) 增强相种类有较多选择，颗粒相可以是陶瓷相如 Al_2O_3 、 TiB_2 、 ZrB_2 等，也可以是 Al_3Ti 、 Al_3Zr 等金属间化合物相，颗粒相与基体匹配的选择空间大；

原位反应法的主要不足是：

- (1) 反应物加入到熔体容易出现不均匀混合，则局部反应比较剧烈，导致颗粒相易于团簇和长大，增强相分布不均匀，将严重影响复合材料的性能稳定性；
- (2) 当制备高体积分数颗粒相复合材料时，原位反应程度难以控制，反应的热效应影响反应体系温度，对颗粒相的形核及长大缺少控制；
- (3) 当制备高体积分数颗粒相复合材料时，原位反应的效率较低，生成的颗粒容易团聚，过剩的反应物及反应残留物容易污染金属，使得原位反应法制得的高体积分数复合材

料存在较多的结构缺陷，严重时会影响其性能。

原位结晶法的主要优点是：

- (1) 通过控制结晶时间和结晶温度及熔体成分过冷等手段来控制析出颗粒相的种类、数量，所以原位结晶过程较容易控制；
- (2) 颗粒在熔体内原位析出，不存在反应物污染界面的问题，所以界面复合更好；

原位结晶复合法的主要不足是：

- (1) 制备方法单一，且原位结晶的颗粒增强体主要是金属间化合物及初晶相，如 Mg_2Si 、 Al_3Ti 、 $FeAl_3$ 和初晶 Si 等，颗粒相形式比较单一，与基体匹配形式单一，选择空间少；
- (2) 颗粒原位结晶析出受熔体内传质动力学的限制，颗粒相的生成量即其体积分数也受到较大限制，虽然延长结晶时间，提高成分过冷度可以提高颗粒相体积分数，但结晶时间长，初生颗粒的长大和团簇严重，所以单一的原位结晶法也难以制备性能优良的高体积分数复合材料。

鉴于以上分析，在制备方法和颗粒相的选择及与基体的匹配方面，原位反应法具有较多优势；在复合过程控制及颗粒相与基体结合等方面，原位结晶法又优于原位反应法。因此，原位反应法与原位结晶法在自生颗粒增强金属基复合材料制备方法上具有很好的互补性，采用原位反应法与原位结晶法制备颗粒增强金属基复合材料，可以提高增强颗粒相的种类和体积分数，特别是在制备高体积分数颗粒相增强金属基复合材料时，采用原位反应法与原位结晶法制备多相颗粒增强金属基复合材料，可以克服使用单一方法制备高体积分数颗粒相增强金属基复合材料存在的困难。

颗粒增强金属基复合材料制备方法存在的另一个重要问题是：不管是采用原位反应法还是采用原位结晶法制备颗粒增强金属基复合材料，其中颗粒相的组成、形貌及分布控制，都将对复合材料的性能有决定性影响，因此，对于颗粒相的组成、形貌及分布控制，必须采取行之有效的方法。

本发明正是基于该背景下，提出在电磁场作用下，利用原位反应法与原位结晶法集成制备多相颗粒增强金属基复合材料。经对现有文献检索，尚未发现利用该集成方法制备多相颗粒增强金属基复合材料的任何报道。

发明内容

本发明的目的是：为解决目前单一采用原位反应法或原位结晶法制备颗粒增强复合材料的不足，提出采用原位反应法与原位结晶法集成制备多相颗粒增强金属基复合材料，并提出在电磁场作用下，控制颗粒相的分布状态，解决目前制备颗粒增强金属基复合材料存在的主要瓶颈问题。

本发明的技术原理是：采用原位反应法和原位结晶法制备多相颗粒增强金属基复合材料，在原位反应合成过程施加电磁场对原位反应进行控制，通过控制反应的均匀程度来克服原位合成反应分布不均匀的缺陷，并可抑制颗粒相的团簇和长大，并由于电磁场的搅拌作用，可以提高反应物的利用率，使原位反应进行更加彻底，且有利于杂质及副产物的排出。在金属基复合材料熔体的凝固过程，同样施加电磁场，利用电磁场的磁化及搅拌作用，使原位结晶相的分布均匀或呈梯度或定向分布，并能促进原位结晶相的形核。通过该方法制备原位反应生成颗粒相与原位结晶颗粒相协同强化的多相颗粒增强金属基复合材料。

基于上述原理，实现本发明的技术方案分两步实现：

(一)：电磁场下原位反应合成制备复合材料熔体

原位反应合成过程在熔体成分合格，温度达到原位反应温度后，加入原位反应物，施加磁场对原位反应及颗粒分散状态进行控制。该过程的磁场可以选择低频行波磁场，电磁参数为：频率 1~50Hz，工作电流 1-1000A，控制熔体中心的磁感应强度在 0.001~1T，根据熔体的搅拌强度调节电磁参数，最优参数是控制熔体中心磁感应强度在 0.02~0.1T。

该合成过程的低频电磁搅拌磁场也可选择以上参数范围的旋转搅拌磁场，主要目的是对熔池进行搅拌，加速反应物的对流扩散传质并加速原位反应热的传递，使体系温度均匀及原位反应在熔体内均匀进行，同时电磁场作用可以加速颗粒相的扩散传质，以减少颗粒相的团簇和长大。

(二)：电磁场下控制复合材料熔体的凝固结晶

上述制备的复合材料熔体，在温度达到浇铸温度后，在电磁场控制下进行凝固，磁场施加的目的主要是控制颗粒相的分布。根据目的不同，该过程施加的电磁场可以选择低频旋转搅拌磁场或高频振荡磁场。

a、对于制备颗粒均匀分布的均质颗粒增强复合材料，复合材料熔体凝固过程选择施加旋转电磁搅拌磁场控制，电磁参数范围为：频率 1~50Hz，工作电流 1~1000A，控制结晶中心的磁感应强度在 0.001~1T，根据结晶器内熔体的搅拌强度调节电磁参数，最优参数是控制结晶器内熔体中心的磁感应强度在 0.02~0.1T。

b、对于制备颗粒梯度分布的复合材料或表面强化复合材料，原位结晶过程选择高频振荡磁场，高频振荡磁场的电磁参数范围为：频率 1kHz~30kHz，功率范围 0~100kW，空载结晶器内磁感应强度范围在 0.005~1T，最优参数是控制空载结晶器内磁感应强度在 0.1~0.5T。

与现有技术相比本发明的主要优点如下：

(1) 电磁场作用下通过原位反应复合和原位结晶复合制备多相颗粒增强金属基复合材料，克服了单一采用原位反应法或原位结晶法制备颗粒增强金属基复合材料的不足，使原位

反应颗粒和原位结晶形成的颗粒协同作用对材料进行强化,实现两种强化作用的互补,比单一采用原位反应法或原位结晶法的强化效果更好;

(2) 电磁场作用下对原位反应过程进行控制,使熔体内原位反应更加均匀,生成颗粒相的扩散传质速度提高,颗粒团簇得到抑制,颗粒得以细化且分布更加均匀;

(3) 电磁场下对复合材料熔体的凝固过程及原位结晶过程进行作用,可以控制颗粒的分布,制备多相增强颗粒均匀分布的复合材料或颗粒相表面富集,沿径向呈梯度分布的梯度复合材料或表面增强复合材料。

综上所述,原位反应法与原位结晶法集成制备多相颗粒增强金属基复合材料可以有效提高颗粒相的种类和数量,实现多相颗粒强化,采用电磁场对原位反应过程和原位结晶过程进行有效控制,实现“可控”、“可设计”材料的制备,可以保证工业生产中对材料性能质量的稳定性。另外,该方法简单易行,设备投资低,效益明显,并非常适合于工业规模生产。

附图说明:

图 1 电磁场下原位反应合成过程示意图

图注: 1 氩气枪(喷吹反应物粉或精炼粉剂或吹氩精炼) 2 复合材料熔体 3 坩埚或炉衬 4 发热体 5 行波磁场

图 2 电磁场下原位结晶过程示意图

图注: 6 熔炼炉/精炼保温炉/原位反应合成炉 7 流槽/汤道 8 熔体 9 连铸保温热顶 10 凝固控制磁场(旋转磁场/高频磁场) 11 结晶器 12 二冷喷水装置 13 复合材料铸坯

图 3 实施实例 1 的效果与无磁场下原位反应复合与原位结晶复合及单一采用原位反应复合和单一采用原位结晶复合的凝固组织对比图

图 3(a) 为本发明结果;图 3(b) 无磁场下原位反应+原位结晶;图 3(c) 采用与实施例相同的电磁参数下单一原位反应复合结果;图 3(d) 无磁场下单一原位反应复合结果;图 3(e) 采用与实施例相同的电磁参数下单一原位结晶复合结果;图 3(f) 无磁场下单一原位结晶复合结果。

图 4 实施实例 2 的效果与单一采用原位反应复合和单一采用原位结晶复合的凝固组织对比图

图 4(a) 为本发明结果;图 4(b) 采用与实施例相同的电磁参数下单一原位反应复合结果;图 4(c) 无磁场下单一原位反应复合结果;图 4(d) 采用与实施例相同的电磁参数下单一原位结晶复合结果;图 4(e) 无磁场下单一原位结晶复合结果。

具体实施方式

实施例 1: 电磁场作用下原位反应法与原位结晶法集成制备 ($\text{Al}_3\text{Zr}_{(s)} + \text{Al}_2\text{O}_{3(s)}$) 颗粒增强 Al 基复合材料 (说明: 增强相 $\text{Al}_2\text{O}_{3(s)}$ 全部为原位反应生成颗粒, $\text{Al}_3\text{Zr}_{(s)}$ 主要为原位结晶法生成颗粒)

原材料: 基体金属: 纯 Al, Al-3.8%Zr 合金; 固体粉末: 工业碳酸锆 ($\text{Zr}(\text{CO}_3)_2$) 粉剂, 精炼脱气剂及扒渣剂;

制备过程分三步:

(一): 反应盐与基体金属熔体的准备:

工业碳酸锆粉剂在球磨机内研磨成细粉 (粒度小于 $100\mu\text{m}$), 在 200°C 下烘干 2 小时, 称量后装入喷吹罐, $\text{Zr}(\text{CO}_3)_2$ 加入的重量为金属重量的 20%。90kg 纯 Al 配加 10kg Al-3.8%Zr 合金在坩埚式熔铝炉中熔化升温到 900°C , 脱气、扒渣。

(二): 行波磁场下原位反应合成 $\text{Al}_2\text{O}_{3(s)}$ 增强颗粒:

通过原位反应: $3\text{Zr}(\text{CO}_3)_2(s) + 4\text{Al}_{(l)} = 2\text{Al}_2\text{O}_3(s) + 3\text{Zr} + 6\text{CO}_2(g)$ 生成的 $\text{Al}_2\text{O}_3(s)$ 即为原位反应增强颗粒 (备注: $\text{Zr}(\text{CO}_3)_2$ 向熔体内进一步引入 Zr 原子, 增加了熔体内 Zr 的质量分数, 有利于提高原位结晶析出 $\text{Al}_3\text{Zr}_{(s)}$ 颗粒的数量)。过程如下:

铝液温度恒温在 900°C , 拔去浮渣, 用 Ar 气喷枪 1 向熔池 2 内吹入 $\text{Zr}(\text{CO}_3)_2$ 粉末, 同时开启行波磁场 5, 磁场 5 的电磁参数为 5Hz, 电流 200A, 经测量熔体中心的磁感应强度为 0.075T, 喷粉结束后, 吹氩精炼 3min, 停止吹氩, 电磁场下合成 18min 后, 关闭磁场 5, 静置、扒渣后准备电磁场下原位结晶复合过程处理。

(三): 旋转磁场下原位结晶生成 $\text{Al}_3\text{Zr}_{(s)}$ 增强颗粒:

熔体在降温和浇铸凝固过程中通过原位结晶生成 $\text{Al}_3\text{Zr}_{(s)}$ 颗粒, 为使降温和凝固过程中结晶生成较多数量的 $\text{Al}_3\text{Zr}_{(s)}$, 原位反应复合制备的复合材料熔体在 840°C 左右开始浇铸, 浇铸采用半连续铸造 (如图 2), 控制浇铸拉坯速度 0.18m/min , 凝固过程开启低频旋转搅拌磁场 10, 磁场 10 的电磁参数为: 频率 4Hz, 输入电流 300A, 经测量熔体中心的磁感应强度为 0.1T。铸坯尺寸为 $\phi 120\text{mm}$ 的圆坯。

采用上述工艺制得的复合材料铸坯内部组织致密, 颗粒尺寸: $\text{Al}_2\text{O}_{3(s)}$ $0\sim 0.5\mu\text{m}$, $\text{Al}_3\text{Zr}_{(s)}$ $0.5\sim 5\mu\text{m}$ 。

为对比采用本发明的效果, 图 3 给出了采用本发明的上述制备过程制得的复合材料与与无磁场下原位反应复合与原位结晶复合及单一采用原位反应复合和单一采用原位结晶复合的凝固组织对比图。图 3(a) 为本发明结果; 图 3(b) 无磁场下原位反应复合+原位结晶复合; 图 3(c) 采用与实施例相同的电磁参数下 Al-Zr(CO_3)_{2(s)} 组元单一原位反应复合结果; 图 3(d) 无磁场下单一原位反应复合结果; 图 3(e) 采用与实施例相同的电磁参数下 Al-Zr 体系单一

原位结晶复合结果；图 3 (f) 无磁场下单一原位结晶复合结果：

可以看出，采用本发明后，原位反应颗粒 $\text{Al}_2\text{O}_3(s)$ 和原位结晶颗粒 $\text{Al}_3\text{Zr}(s)$ 的数量都明显增加，颗粒分布的均匀化程度提高。

实施例 2：电磁场作用下原位反应法与原位结晶法集成制备 $(\text{Al}_3\text{Ti}(s) + \text{Mg}_2\text{Si}(s))$ 颗粒增强 Al 基复合材料（说明：增强相 $\text{Al}_3\text{Ti}(s)$ 主要为原位反应生成颗粒， $\text{Mg}_2\text{Si}(s)$ 全部为原位结晶法生成颗粒）

原材料：金属：纯 Al，Al-Mg 合金，结晶硅；固体粉末：工业氟钛酸钾粉剂，精炼脱气剂及扒渣剂；

制备过程分两步：

（一）：反应盐与基体金属熔体的准备：

工业氟钛酸钾粉剂在球磨机内研磨成细粉（粒度小于 $100\mu\text{m}$ ），在 200°C 下烘干 2 小时，称量后装入喷吹罐，氟钛酸钾加入的重量为金属重量的 10%。100kg 工业纯 Al 在坩埚式熔铝炉中熔化升温到 900°C ，脱气、扒渣，向熔体内加入 1.5kg 结晶硅，对熔池搅拌使硅熔化均匀，熔体温度控制在 900°C 。

（二）：行波磁场下原位反应合成 $\text{Al}_3\text{Ti}(s)$ 增强颗粒：

金属熔体温度恒温在 900°C ，拔去浮渣，用 Ar 气喷枪向熔池内吹入氟钛酸钾粉末，同时开启行波磁场，磁场的电磁参数为 15Hz，电流 100A，经测量熔体中心的磁感应强度为 0.05T，喷粉结束后，吹氩精炼 3min，停止吹氩，电磁场下合成 18min 后，向熔体内加入 2.4kg 的 Al-50%Mg 合金，磁场搅拌 5min 后关闭磁场，静置、扒渣后准备电磁场下原位结晶处理过程。

（三）：高频磁场下原位结晶生成 $\text{Mg}_2\text{Si}(s)$ 增强颗粒：

浇铸过程中熔体通过原位结晶生成 $\text{Mg}_2\text{Si}(s)$ 颗粒，为使凝固过程中结晶生成较多数量的 $\text{Mg}_2\text{Si}(s)$ ，熔体在 800°C 左右开始浇铸，控制半连铸浇铸拉坯速度 0.18m/min，凝固过程开启高频磁场，磁场的参数为：频率 5kHz，功率 10kW，空载结晶器内磁感应强度 0.1T。铸坯尺寸为 120mm 的圆坯。

实施例 3：电磁场作用下原位反应法与原位结晶法集成制备 $(\text{Al}_3\text{Zr}(s) + \text{Al}_2\text{O}_3(s))$ 颗粒增强 Al 基复合材料

该实施例使用的原材料及制备过程与实施例 1 完全相同，所不同的是原位反应过程和原位结晶过程都采用旋转电磁搅拌磁场，原位反应过程采用的电磁参数为：频率 5Hz，工作电流为 200A，经测量熔体中心的磁感应强度为 0.075T，原位结晶过程采用旋转磁场的电磁参数与实施例 1 相同，制得多相颗粒强化复合材料。

实施例 4: 电磁场作用下原位反应法与原位结晶法集成制备 ($\text{Al}_3\text{Zr}_{(s)} + \text{Al}_2\text{O}_{3(s)}$) 颗粒增强 Al 基复合材料

该实施例使用的原材料及制备过程与实施例 1 完全相同, 所不同的是原位反应过程采用的行波磁场的电磁参数为: 频率 1Hz, 工作电流为 1000A, 经测量熔体中心的磁感应强度为 0.95T, 原位结晶过程采用旋转磁场的电磁参数为频率 50Hz, 工作电流为 50A, 经测量结晶器内的磁感应强度为 0.01T, 制得 $\phi 100\text{mm}$ 的圆坯。

实施例 5: 电磁场作用下原位反应法与原位结晶法集成制备 ($\text{Al}_3\text{Zr}_{(s)} + \text{Al}_2\text{O}_{3(s)}$) 颗粒增强 Al 基复合材料

该实施例使用的原材料及制备过程与实施例 1 完全相同, 所不同的是原位反应过程采用的行波磁场的电磁参数为: 频率 50Hz, 工作电流为 50A, 经测量熔体中心的磁感应强度为 0.0075T, 原位结晶过程采用旋转磁场的电磁参数为频率 1Hz, 工作电流为 750A, 经测量结晶器内的磁感应强度为 0.75T, 制得 $\phi 200\text{mm}$ 的圆坯。

实施例 6: 电磁场作用下原位反应法与原位结晶法集成制备 ($\text{Al}_3\text{Ti}_{(s)} + \text{Mg}_2\text{Si}_{(s)}$) 颗粒增强 Al 基复合材料

该实施例使用的原材料及制备过程与实施例 2 完全相同, 所不同的是原位结晶过程采用高频磁场的电磁参数为: 频率 30kHz, 功率 100kW, 空载结晶器内磁感应强度 0.97T。铸坯尺寸为 200mm 的圆坯。

实施例 7: 电磁场作用下原位反应法与原位结晶法集成制备 ($\text{Al}_3\text{Ti}_{(s)} + \text{Mg}_2\text{Si}_{(s)}$) 颗粒增强 Al 基复合材料

该实施例使用的原材料及制备过程与实施例 2 完全相同, 所不同的是原位结晶过程采用高频磁场的电磁参数为: 频率 1kHz, 功率 50kW, 空载结晶器内磁感应强度 0.5 T。铸坯尺寸为 180mm 的圆坯。

实施例 8: 电磁场作用下原位反应法与原位结晶法集成制备 ($\text{Al}_3\text{Ti}_{(s)} + \text{Mg}_2\text{Si}_{(s)}$) 颗粒增强 Al 基复合材料

该实施例使用的原材料及制备过程与实施例 2 完全相同, 所不同的是原位结晶过程采用高频磁场的电磁参数为: 频率 20kHz, 功率 40kW, 空载结晶器内磁感应强度 0.4 T。铸坯尺寸为 160mm 的圆坯。

从以上实施例制得的复合材料凝固组织来看, 比不施加磁场或单一采用原位反应复合或单一采用原位结晶复合制得复合材料的颗粒相数量增加, 分布均匀化程度提高。示例性的对比见图 3 和图 4。

权 利 要 求

1、一种制备多相颗粒增强金属基复合材料的方法，其特征在于：利用原位反应生成颗粒和原位结晶生成颗粒对金属基体进行复合强化，并利用外加电磁场对原位反应过程和原位结晶过程进行控制。

2、根据权利要求1所述的制备多相颗粒增强金属基复合材料的方法，其特征在于：原位反应过程中的外加电磁场为行波磁场或旋转电磁搅拌磁场。

3、根据权利要求2所述的制备多相颗粒增强金属基复合材料的方法，其特征在于：行波磁场或旋转电磁搅拌磁场的电磁参数为：频率 $1\sim 50\text{Hz}$ ，工作电流 $1\sim 1000\text{A}$ ，控制熔体中心的磁感应强度在 $0.001\sim 1\text{T}$ ，根据熔体的搅拌强度调节电磁参数。

4、根据权利要求3所述的制备多相颗粒增强金属基复合材料的方法，其特征在于：控制熔体中心磁感应强度在 $0.02\sim 0.1\text{T}$ 。

5、根据权利要求1所述的制备多相颗粒增强金属基复合材料的方法，其特征在于：原位结晶过程中的外加电磁场为旋转电磁搅拌磁场或高频磁场。

6、根据权利要求5所述的制备多相颗粒增强金属基复合材料的方法，其特征在于：旋转磁场的电磁参数范围为：频率 $1\sim 50\text{Hz}$ ，工作电流 $1\sim 1000\text{A}$ ，控制结晶中心的磁感应强度在 $0.001\sim 1\text{T}$ ，根据结晶器内熔体的搅拌强度调节电磁参数。

7、根据权利要求6所述的制备多相颗粒增强金属基复合材料的方法，其特征在于：控制结晶器内熔体中心的磁感应强度在 $0.02\sim 0.1\text{T}$ 。

8、根据权利要求5所述的制备多相颗粒增强金属基复合材料的方法，其特征在于：高频磁场的频率范围为 $1\text{ kHz}\sim 30\text{kHz}$ ，功率范围 $0\sim 100\text{kW}$ ，空载结晶器内磁感应强度范围在 $0.005\sim 1\text{T}$ 。

9、根据权利要求6所述的制备多相颗粒增强金属基复合材料的方法，其特征在于：控制空载结晶器内磁感应强度范围在 $0.1\sim 0.5\text{T}$ 。

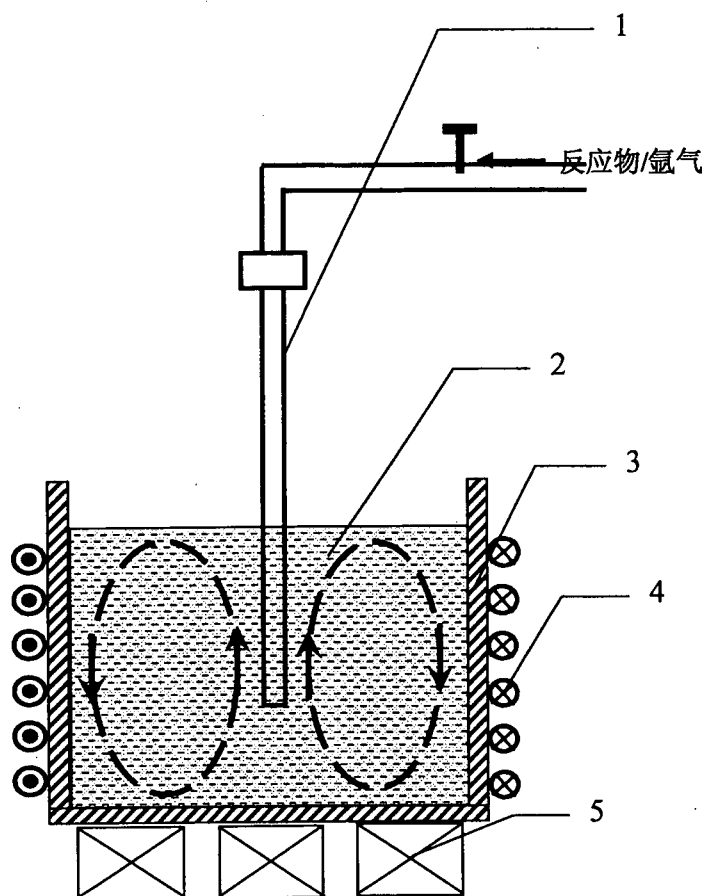


图 1

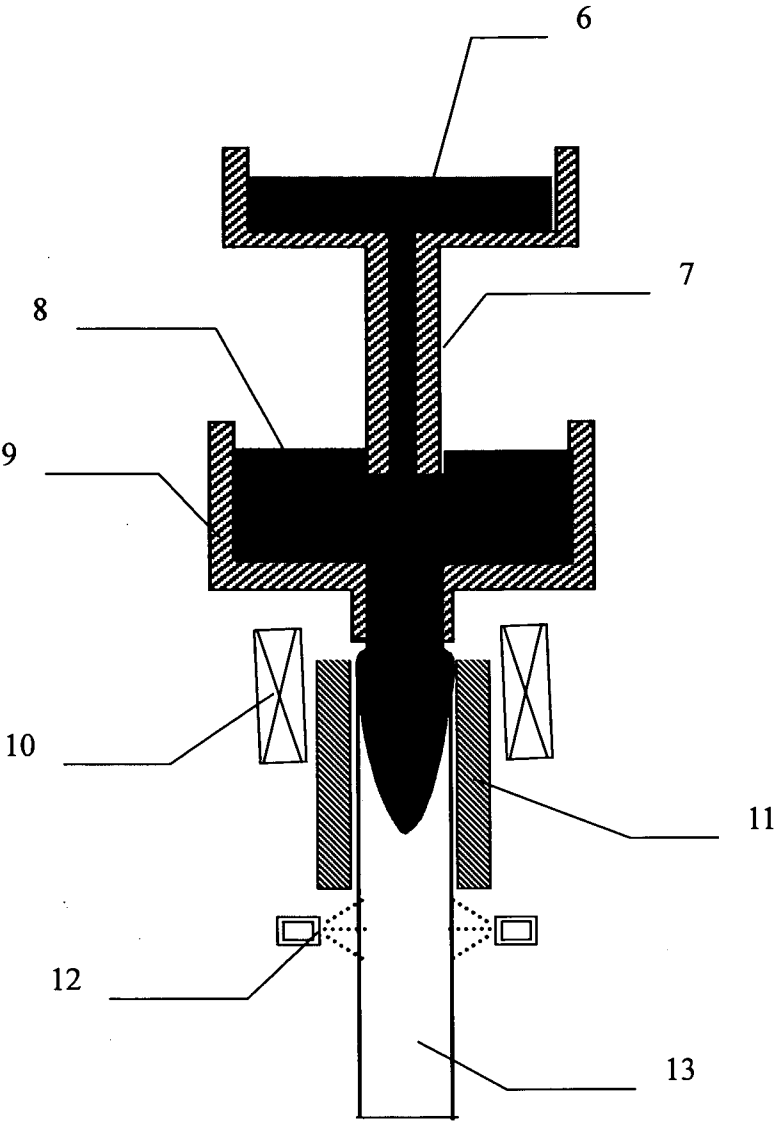


图 2

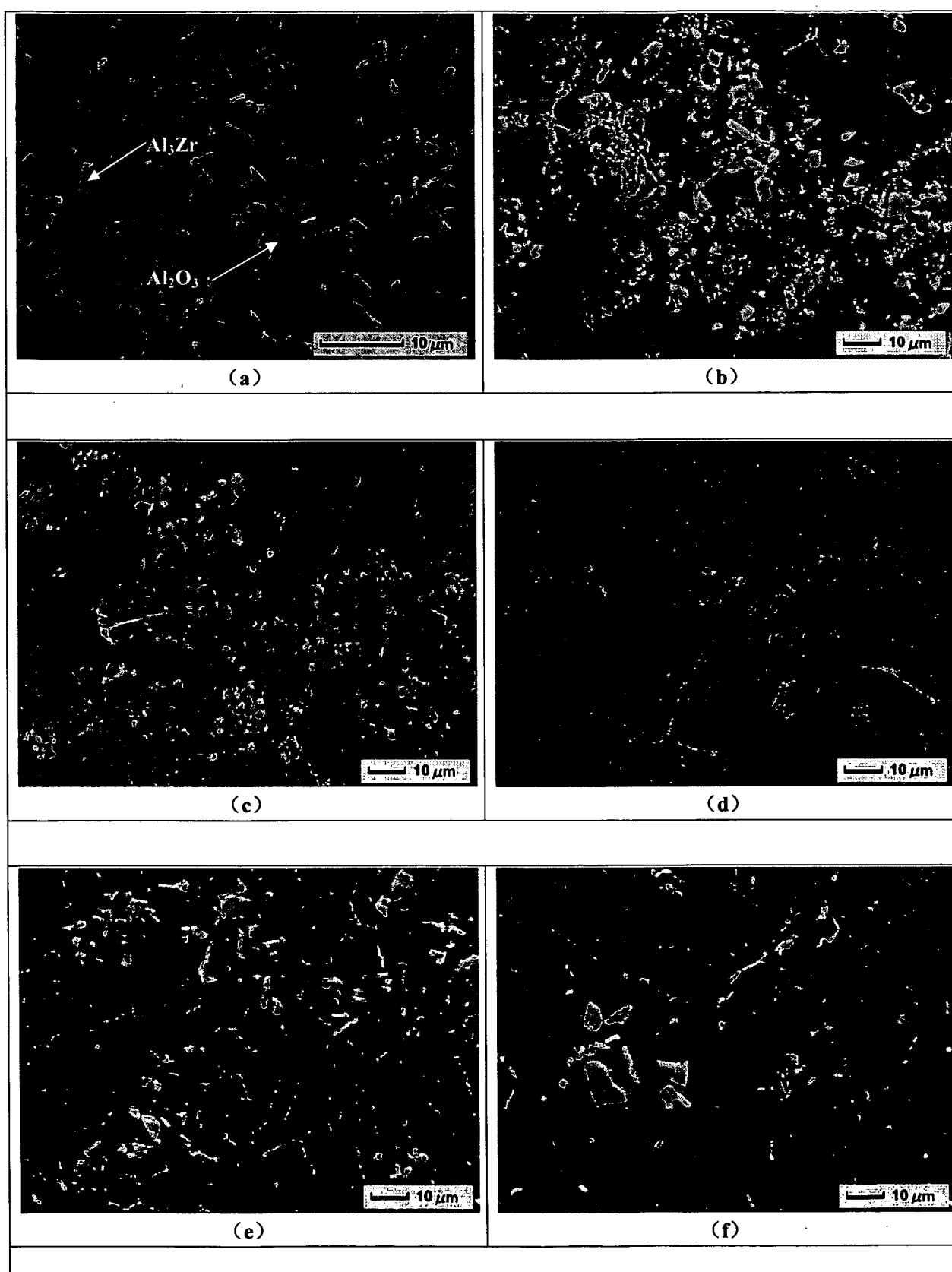


图 3

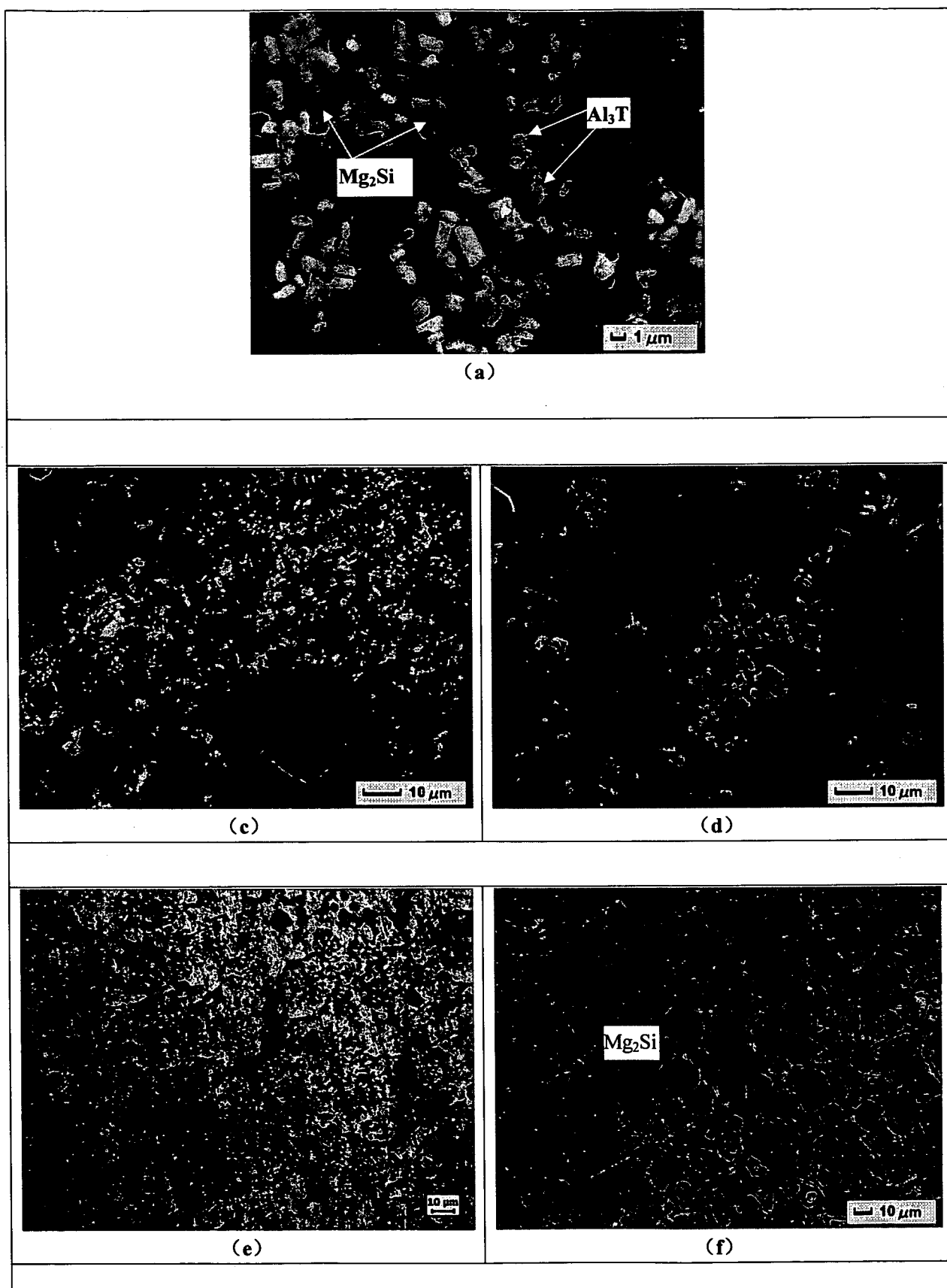


图 4

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/CN2009/000571

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

See extra sheet

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC: C22C1/10; C22C1/02; C22C21/00; C22C32/00; B22D11/115; B22D11/041

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

WPI; EPODOC; CNKI; CNPAT; in situ crystal+, in situ reaction, in situ synthe+, particle reforc+, magnet+ field?, electromagnet+ field?, rotating, traveling wave, high frequency, low frequency, electromagnetic stirring

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	CN101199989A(JIANGSU UNIVERSITY) 18 Jun. 2008 (18.06.2008) Description, page 2, line 25 to page 3, line 25, example 1	1-4
Y		5-9
Y	LI, Guirong, et al. Gradient Effects of (Al ₂ O ₃ +Al ₃ Zr) _p /Al Composites in Electromagnetic Field. Special Casting & Nonferrous Alloys. 2007, Vol.27, No.9, Pages 722-724	5, 8
Y	WANG, Hongming, et al. Wear Behavior of (Al ₂ O ₃ +Al ₃ Zr) _p /A359 Composites by in-Situ Electromagnetic Casting. Rare Metal Materials and Engineering. Apr. 2006, Vol.35, No.4, Pages 669-672	5-7, 9
Y	WANG, Hongming, et al. Research on Electromagnetic Continuous Casting of Particle-reinforced Aluminum Matrix Composites. Foundry Technology. Mar. 2005, Vol.26, No.3, Pages 199-201	5-7, 9
A	CN101391291A (JIANGSU UNIVERSITY) 25 Mar. 2009 (25.03.2009) Description, page 2, lines 2-8	1-9

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☒ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"L" document which may throw doubts on priority claim (S) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"&" document member of the same patent family
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search 20 Nov. 2009 (20.11.2009)	Date of mailing of the international search report 04 Mar. 2010 (04.03.2010)
Name and mailing address of the ISA/CN The State Intellectual Property Office, the P.R.China 6 Xitucheng Rd., Jimen Bridge, Haidian District, Beijing, China 100088 Facsimile No. 86-10-62019451	Authorized officer DAI, Lingli Telephone No. (86-10)62413986

International application No.
PCT/CN2009/000571

Form PCT/ISA /210 (patent family annex) (July 2009)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/CN2009/000571

CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C22C1/10 (2006.01) i

C22C1/02 (2006.01) i

C22C21/00 (2006.01) i

C22C32/00 (2006.01) i

B22D11/115 (2006.01) i

B22D11/041 (2006.01) n

国际检索报告

国际申请号
PCT/CN2009/000571

A. 主题的分类

参见附加页

按照国际专利分类(IPC)或者同时按照国家分类和 IPC 两种分类

B. 检索领域

检索的最低限度文献(标明分类系统和分类号)

IPC: C22C1/10; C22C1/02; C22C21/00; C22C32/00; B22D11/115; B22D11/041

包含在检索领域中的除最低限度文献以外的检索文献

在国际检索时查阅的电子数据库(数据库的名称, 和使用的检索词(如使用))

WPI; EPODOC; CNKI; CNPAT; 原位反应, 原位合成, 原位结晶, 颗粒增强, 磁场, 旋转, 行波, 高频, 低频, in situ crystal+, in situ reaction, in situ synthe+, particle reinfoc+, magnet+ field?, electromagnet+ field?, rotating, traveling wave, high frequency, low frequency, electromagnetic stirring

C. 相关文件

类 型*	引用文件, 必要时, 指明相关段落	相关的权利要求
X	CN101199989A(江苏大学) 18. 6 月 2008 (18.06.2008) 说明书第 2 页第 25 行至第 3 页第 25 行, 实施例 1	1-4
Y		5-9
Y	李桂荣等, 电磁场作用下($Al_2O_3+Al_3Zr$) _p /Al 复合材料的梯度效应, 特种铸造及有色合金, 2007, 第 27 卷, 第 9 期, 第 722-724 页	5,8
Y	王宏明等, 电磁铸造法制备的($Al_2O_3+Al_3Zr$) _p /A359 复合材料的磨损行为, 稀有金属材料与工程, 4 月 2006, 第 35 卷, 第 4 期, 第 669-672 页	5-7,9
Y	王宏明等, 颗粒增强铝基复合材料的电磁连铸研究, 铸造技术, 3 月 2005, 第 26 卷, 第 3 期, 第 199-201 页	5-7,9
A	CN101391291A (江苏大学) 25. 3 月 2009 (25.03.2009) 说明书第 2 页第 2-8 行	1-9

☐ 其余文件在 C 栏的续页中列出。

☒ 见同族专利附件。

* 引用文件的具体类型:

“A” 认为不特别相关的表示了现有技术一般状态的文件

“E” 在国际申请日的当天或之后公布的在先申请或专利

“L” 可能对优先权要求构成怀疑的文件, 或为确定另一篇引用文件的公布日而引用的或者因其他特殊理由而引用的文件(如具体说明的)

“O” 涉及口头公开、使用、展览或其他方式公开的文件

“P” 公布日先于国际申请日但迟于所要求的优先权日的文件

“T” 在申请日或优先权日之后公布, 与申请不相抵触, 但为了理解发明之理论或原理的在后文件

“X” 特别相关的文件, 单独考虑该文件, 认定要求保护的发明不是新颖的或不具有创造性

“Y” 特别相关的文件, 当该文件与另一篇或者多篇该类文件结合并且这种结合对于本领域技术人员为显而易见时, 要求保护的发明不具有创造性

“&” 同族专利的文件

国际检索实际完成的日期
20.11 月 2009 (20.11.2009)

国际检索报告邮寄日期
04.3 月 2010 (04.03.2010)

ISA/CN 的名称和邮寄地址:
中华人民共和国国家知识产权局
中国北京市海淀区蓟门桥西土城路 6 号 100088
传真号: (86-10)62019451

受权官员

代玲莉
电话号码: (86-10) 62413986

关于同族专利的信息

PCT/CN2009/000571

PCT/ISA/210 表(同族专利附件) (2009 年 7 月)

主题的分类

C22C1/10 (2006.01) i
 C22C1/02 (2006.01) i
 C22C21/00 (2006.01) i
 C22C32/00 (2006.01) i
 B22D11/115 (2006.01) i
 B22D11/041 (2006.01) n