



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 107475551 A

(43)申请公布日 2017.12.15

(21)申请号 201710312089.9

(22)申请日 2017.05.05

(66)本国优先权数据

201710240344.3 2017.04.13 CN

(71)申请人 中北大学

地址 030051 山西省太原市学院路3号

(72)发明人 徐宏 石阳 张国伟 张新

毛红奎 任霁萍

(74)专利代理机构 苏州市中南伟业知识产权代

理事务所(普通合伙) 32257

代理人 郑海

(51) Int. Cl.

G22C 1/10(2006.01)

G22C 1/02(2006.01)

G22C 1/06(2006.01)

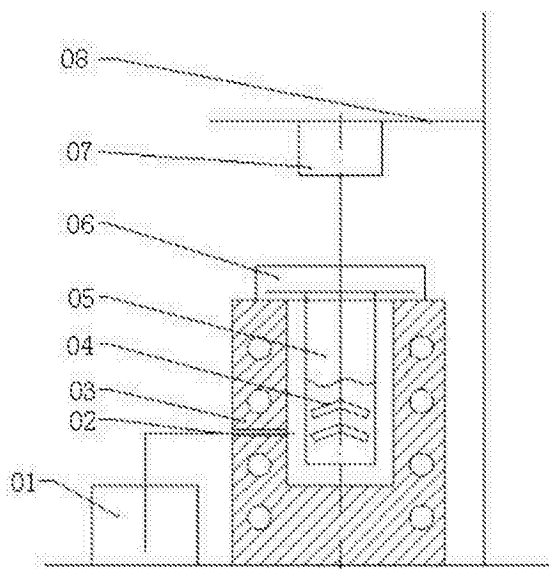
权利要求书2页 说明书8页 附图1页

(54)发明名称

机械搅拌法制备铝基复合材料的方法

(57)摘要

本发明涉及一种机械搅拌法制备铝基复合材料的方法,包括:选择材料:选用的基体材料为2A50锻铝合金,增强体材料为SiCp颗粒,其颗粒度为 $7\mu\text{m}$;SiCp颗粒及预处理:酸洗,用10%的HF溶液浸泡SiCp颗粒24h进行酸洗;清洗,对酸洗24h后的SiCp悬浊液用大量蒸馏水多次清洗,每1~2小时换一次蒸馏水,直至溶液达到中性;烘干,把SiCp液体表面的清水除去,在烘干箱中 $140^{\circ}\text{C}\sim 160^{\circ}\text{C}$ 的条件下烘干24h~28h;研磨,烘干后的SiCp出现结块现象,用研钵进行研磨,使其成为粉末状,研磨之后密封保存;烧结,经过上述过程处理的SiCp需要在 $800^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$ 高温下烧结2~3小时。



1. 一种机械搅拌法制备铝基复合材料的方法,其特征在于,采用铝基复合材料的制备系统进行制备,所述铝基复合材料的制备系统包括:加热炉、对加热炉内物料进行搅拌的搅拌装置以及对加热炉进行温度控制的温控箱,所述搅拌装置包括搅拌棒、驱动所述搅拌棒圆周旋转的动力装置,其中,所述搅拌棒的一端部连接所述动力装置,所述搅拌棒的另一端部设有搅拌叶片,所述叶片为沿搅拌棒轴线上、下布置的两排,各排叶片沿搅拌棒的圆周方向布置,所述叶片呈矩形结构,所述叶片与水平面成 15° 夹角,搅拌棒上排的叶片和下排的叶片交错设置;

所述的铝基复合材料的制备方法包括:

材料选择:基体材料为2A50锻铝合金,增强体材料为SiCp颗粒,SiCp颗粒颗粒度为 $7\mu\text{m}$,体积分数5%;

对SiCp颗粒进行预处理,得到备用的增强体颗粒;

熔炼2A50铝合金:用坩埚熔炼铝合金到 $640^{\circ}\text{C}\sim 660^{\circ}\text{C}$,加入精炼剂,精炼5分钟后除渣,除渣时对铝合金液进行搅拌,并上、下移动;

在铝合金液中加入1.5wt%~2wt%的纯Mg;

SiCp颗粒预热:将SiCp颗粒用10g铝箔包裹起来,放入加热炉的坩埚中加热至 600°C ,并保温30min至60min;

先将预热后的SiCp颗粒加入搅拌坩埚内,然后加入铝合金液,进行加热,当温度加热至 680°C 以上时、保温30min以上后开始搅拌,搅拌时,依据坩埚内的材料含量调节搅拌棒的上下位置,每搅拌3至8分钟后改变搅拌棒旋转方向;

搅拌结束后将复合材料浇入预热的坯料模具内加压成形,坯料模具预热温度为 $300\sim 350^{\circ}\text{C}$,保压时间为0.5至1min/mm,得到半固态坯料。

2. 根据权利要求1所述的机械搅拌法制备铝基复合材料的方法,其特征在于,对SiCp颗粒进行预处理具体包括:

酸洗:用10%的HF溶液浸泡SiCp颗粒24h进行酸洗;

清洗:对酸洗24h后的SiCp悬浊液用大量蒸馏水多次清洗,每1~2小时换一次蒸馏水,直至溶液达到中性;

烘干:把SiCp液体表面的清水除去,在烘干箱中 $140^{\circ}\text{C}\sim 160^{\circ}\text{C}$ 的条件下烘干24h~28h;

研磨:烘干后的SiCp出现结块现象,用研钵进行研磨,使其成为粉末状,研磨之后密封保存;

烧结:经过上述过程处理的SiCp需要在 $800^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$ 高温下烧结2~3小时。

3. 根据权利要求2所述的机械搅拌法制备铝基复合材料的方法,其特征在于,所述的烧结过程具体为:将坩埚放入加热炉中随炉预热到 $100^{\circ}\text{C}\sim 150^{\circ}\text{C}$,将SiCp颗粒放入坩埚中随炉加热到 $300^{\circ}\text{C}\sim 400^{\circ}\text{C}$,保温30min左右,并不断搅拌;加热到 800°C 进行烧结,烧结过程中需要不断搅拌;随炉冷却至室温。

4. 根据权利要求1所述的机械搅拌法制备铝基复合材料的方法,其特征在于,选用油脂石墨作为润滑剂,在坯料模具温度预热到 $120^{\circ}\text{C}\sim 200^{\circ}\text{C}$ 之间时,在坯料模具上喷涂上石墨乳。

5. 根据权利要求1所述的机械搅拌法制备铝基复合材料的方法,其特征在于,还包括将所述半固态坯料模锻成型制件,包括:确定模锻成型制件在制件模锻模具中加压成型过程

中的最后凝固区域或易产生缺陷的区域,进行复合加载方式进行加压,所述的复合加载具体包括:将半固态坯料浇注于锻模模具地成型空腔内,模锻成型制件最后凝固区域或易产生缺陷的区域,充满金属的高度较充满金属的高度较零件设计尺寸高出S,在模锻成型制件其他区域加压完成后,压力全部作用于最后凝固区域或易产生缺陷的区域,S称为补缩量。

6. 根据权利要求1所述的机械搅拌法制备铝基复合材料的装置,其特征在于,所述动力装置包括摇臂钻床以及设置在所述摇臂钻床上的搅拌电机,所述搅拌电机的动力端与所述搅拌棒连接,所述搅拌棒表面涂有耐高温防腐陶瓷材料。

7. 根据权利要求1所述的机械搅拌法制备铝基复合材料的装置,其特征在于,所述温控箱通过热电偶获取加热炉的温度,所述加热炉侧壁中间位置下部的侧壁上设有热电偶测温孔,所述热电偶设置在所述热电偶测温孔上。

8. 根据权利要求1所述的机械搅拌法制备铝基复合材料的装置,其特征在于,所述加热炉包括外壳、加热炉密封盖以及设置在所述外壳内的坩埚,其中所述加热炉密封盖为两个相拼的半圆形外盖,外盖设有移动耳朵,中间开一用作搅拌棒通道的圆孔。

9. 根据权利要求4所述的机械搅拌法制备铝基复合材料的装置,其特征在于,所述坩埚为圆柱状,上部设有法兰外圈,在外法兰处焊接有两个长度不超过炉子外盖内径的短圆柱。

10. 根据权利要求4所述的机械搅拌法制备铝基复合材料的方法,其特征在于,搅拌温度 $680^{\circ}\text{C}\sim 700^{\circ}\text{C}$,搅拌时间:60min,搅拌速度:875r/min。

机械搅拌法制备铝基复合材料的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种机械搅拌法制备铝基复合材料的方法。

背景技术

[0002] 机械搅拌法主要用于复合材料坯料制备,用于典型零件的成形。复合材料的强度、硬度、耐磨性能等是靠材料的晶界来传递或支撑的,因此基体与增强体之间的界面结合情况、界面结构和性能等对材料的力学性能、导热、热膨胀性能、断裂过程都起着重要的作用。

[0003] 机械搅拌法制备铝基复合材料在液态或半固态下进行,不可避免的将发生不同程度的界面反应。轻微的界面反应能有效地改善基体与增强体的浸润和结合,是有利的。剧烈严重的界面反应将造成增强体的损伤并易形成脆性界面。因此在制备过程中要特别注意复合材料的界面结合。

发明内容

[0004] 为解决上述技术问题,本发明的目的是提供一种机械搅拌法制备铝基复合材料的方法。

[0005] 本发明机械搅拌法制备铝基复合材料的方法,采用铝基复合材料的制备系统进行制备,所述铝基复合材料的制备系统包括:加热炉、对加热炉内物料进行搅拌的搅拌装置以及对加热炉进行温度控制的温控箱,所述搅拌装置包括搅拌棒、驱动所述搅拌棒圆周旋转的动力装置,其中,所述搅拌棒的一端部连接所述动力装置,所述搅拌棒的另一端部设有搅拌叶片,所述叶片为沿搅拌棒轴线上、下布置的两排,各排叶片沿搅拌棒的圆周方向布置,所述叶片呈矩形结构,所述叶片与水平面成 15° 夹角,搅拌棒上排的叶片和下排的叶片交错设置;

[0006] 所述的铝基复合材料的制备方法包括:

[0007] 材料选择:基体材料为2A50锻铝合金,增强体材料为SiCp颗粒,SiCp颗粒颗粒度为 $7\mu\text{m}$,体积分数5%;

[0008] 对SiCp颗粒进行预处理,得到备用的增强体颗粒;

[0009] 熔炼2A50铝合金:用坩埚熔炼铝合金到 $640^{\circ}\text{C}\sim 660^{\circ}\text{C}$,加入精炼剂,精炼 5分钟后除渣,除渣时对铝合金液进行搅拌,并上、下移动;

[0010] 在铝合金液中加入1.5wt%~2wt%的纯Mg;

[0011] SiCp颗粒预热:将SiCp颗粒用10g铝箔包裹起来,放入加热炉的坩埚中加热至 600°C ,并保温30min至60min;

[0012] 先将预热后的SiCp颗粒加入搅拌坩埚内,然后加入铝合金液,进行加热,当温度加热至 680°C 以上时、保温30min以上后开始搅拌,搅拌时,依据坩埚内的材料含量调节搅拌棒的上下位置,每搅拌3至8分钟后改变搅拌棒旋转方向;

[0013] 搅拌结束后将复合材料浇入预热的坯料模具内加压成形,坯料模具预热温度为 $300\sim 350^{\circ}\text{C}$,保压时间为0.5至1min/mm,得到半固态坯料。

[0014] 进一步地,对SiCp颗粒进行预处理具体包括:

[0015] 酸洗:用10%的HF溶液浸泡SiCp颗粒24h进行酸洗;

[0016] 清洗:对酸洗24h后的SiCp悬浊液用大量蒸馏水多次清洗,每1~2小时换一次蒸馏水,直至溶液达到中性;

[0017] 烘干:把SiCp液体表面的清水除去,在烘干箱中140℃~160℃的条件下烘干24h~28h;

[0018] 研磨:烘干后的SiCp出现结块现象,用研钵进行研磨,使其成为粉末状,研磨之后密封保存;

[0019] 烧结:经过上述过程处理的SiCp需要在800℃±5℃高温下烧结2~3小时。

[0020] 进一步地,所述的烧结过程具体为:将坩埚放入加热炉中随炉预热到100℃~150℃,将SiCp颗粒放入坩埚中随炉加热到300℃~400℃,保温30min左右,并不断搅拌;加热到800℃进行烧结,烧结过程中需要不断搅拌;随炉冷却至室温。

[0021] 进一步地,选用油脂石墨作为润滑剂,在坯料模具温度预热到120℃~200℃之间时,在坯料模具上喷涂上石墨乳。

[0022] 进一步地,还包括将所述半固态坯料模锻成型制件,包括:确定模锻成型制件在制件模锻模具中加压成型过程中的最后凝固区域或易产生缺陷的区域,进行复合加载方式进行加压,所述的复合加载具体包括:将半固态坯料浇注于锻模模具地成型空腔内,模锻成型制件最后凝固区域或易产生缺陷的区域,充满金属的高度较充满金属的高度较零件设计尺寸高出S,在模锻成型制件其他区域加压完成后,压力全部作用于最后凝固区域或易产生缺陷的区域,S称为补缩量。

[0023] 进一步地,所述动力装置包括摇臂钻床以及设置在所述摇臂钻床上的搅拌电机,所述搅拌电机的动力端与所述搅拌棒连接,所述搅拌棒表面涂有耐高温防腐陶瓷材料。

[0024] 进一步地,所述温控箱通过热电偶获取加热炉的温度,所述加热炉侧壁中间位置下部的侧壁上设有热电偶测温孔,所述热电偶设置在所述热电偶测温孔上。

[0025] 进一步地,所述加热炉包括外壳、加热炉密封盖以及设置在所述外壳内的坩埚,其中所述加热炉密封盖为两个相拼的半圆形外盖,外盖设有移动耳朵,中间开一用作搅拌棒通道的圆孔。

[0026] 进一步地,所述坩埚为圆柱状,上部设有法兰外圈,在外法兰处焊接有两个长度不超过炉子外盖内径的短圆柱。

[0027] 进一步地,搅拌温度680℃~700℃,搅拌时间:60min,搅拌速度:875r/min。

[0028] 借由上述方案,本发明至少具有以下优点:

[0029] (1) 制备了SiCp/2A50铝基复合材料。对SiCp颗粒进行了预处理,增强了SiCp与基体材料的润湿性。具体的预处理过程为:10%HF的酸洗、蒸馏水冲洗、烘干、研磨、高温烧结。

[0030] (2) 机械搅拌法制备时需将SiCp颗粒用铝箔包裹起来随炉预热,到预定温度后将铝液浇入搅拌器中进行搅拌,加入1.5wt%~2wt%的Mg;严格控制搅拌温度,需要低温搅拌时应从高温边搅拌边降温。

[0031] (3) 复合材料金相显微组织表明:搅拌温度660℃~700℃,搅拌速度875r/min,搅拌时间40min~60min为最佳工艺参数。

[0032] 上述说明仅是本发明技术方案的概述,为了能够更清楚了解本发明的技术手段,

并可依照说明书的内容予以实施,以下以本发明的较佳实施例并配合附图详细说明如后。

附图说明

[0033] 图1是本发明机械搅拌法制备铝基复合材料的方法的铝基复合材料的制备系统的结构示意图。

具体实施方式

[0034] 下面结合实施例,对本发明的具体实施方式作进一步详细描述。以下实施例用于说明本发明,但不用来限制本发明的范围。

[0035] 本实施例机械搅拌法制备铝基复合材料的方法,采用铝基复合材料的制备系统进行制备,所述铝基复合材料的制备系统包括:加热炉、对加热炉内物料进行搅拌的搅拌装置以及对加热炉进行温度控制的温控箱,所述搅拌装置包括加热炉、搅拌装置以及对加热炉03进行温度控制的温控箱01,所述搅拌装置包括搅拌棒04、动力装置,其中所述搅拌棒包括搅拌杆、设置在所述搅拌杆上的两排上、下布置的长方形叶片,各排长方形叶片分别呈沿搅拌杆轴线的圆周方向布置,上、下两排长方形叶片交错设置,所述长方形叶片呈与水平面 15° 夹角设置。所述动力装置包括摇臂钻床08以及设置在所述摇臂钻床上的搅拌电机 07。

[0036] 所述温控箱通过热电偶02获取加热炉的温度,所述加热炉侧壁中间位置下部的侧壁上设有热电偶测温孔,所述热电偶设置在所述热电偶测温孔上。所述加热炉包括外壳、加热炉密封盖06以及设置在所述外壳内的坩埚05,其中所述加热炉密封盖为两个相比拼的半圆形外盖,外盖设有移动耳朵,中间开一用作搅拌棒通道的圆孔,所述坩埚为圆柱状,上部设有法兰外圈,在外法兰处焊接有两个长度不超过炉子外盖内径的短圆柱。

[0037] 搅拌装置。搅拌装置主要由搅拌电机和搅拌棒组成,动力装置选用山东兖州市力佳机床工具有限公司生产的ZQ3032摇臂钻床,电机的工作电压380V,功率为1.5kW,转速有:550r/min、875r/min、1330r/min及2012r/min。根据需要可选择不同的转速。

[0038] 搅拌棒。搅拌棒叶片设计在下部位置,有两排沿着圆周方向的长方形叶片,叶片向下倾斜角为 15° ,并且上、下两排叶片沿轴向不在同一直线上,这样在搅拌旋转时产生的漩涡会使得复合材料浆料形成轴向和辐向的流动,SiCp颗粒与铝合金充分混合。

[0039] 搅拌棒材料可以用普通碳钢或不锈钢,但其表面必须涂上耐高温防腐陶瓷材料,阻止搅拌棒与浆料直接接触,防止搅拌棒被腐蚀和影响复合材料的成份。

[0040] 加热炉。加热炉为井式加热炉,功率5kW,最高工作温度 1000°C ,坩埚的尺寸为: $\Phi 100\text{mm}\times 310\text{mm}$ 。金属熔液温度通过热电偶测量并反馈到温控箱对加热炉进行温度控制。

[0041] 热电偶测温孔设计在加热炉侧壁上,位置在中间靠下,以准确控温。加热炉密封盖设计为两个相比拼的半圆形外盖,盖上制作移动耳朵,中间开一圆孔用作搅拌棒通道。加热炉内的坩埚设计为圆柱状,上部设有法兰外圈,为了浇注时取出坩埚浇料方便,在外法兰处焊接了两个长度不超过炉子外盖内径的短圆柱。

[0042] 所述的方法步骤:

[0043] 材料选择:选用的基体材料为2A50锻铝合金,增强体材料为SiCp颗粒,其颗粒度为 $7\mu\text{m}$ 。

[0044] 2A50的性能参数

[0045] 铝合金2A50,属于铝-镁-硅-铜系高强度锻铝合金,热态下可塑性高,易于锻造、冲压,成形性能好,在固溶+时效后强度高,具有良好的抗蚀性能和可切削性能良好,主要用于制作外形复杂的锻件。其具体的成分及性能参数如表1、2、3所示:

[0046] 表1 2A50的化学成分

[0047] Table1 Composition(wt.%) of 2A50 aluminum alloy

[0048]

| 成分 | Cu | Mg | Si | Mn | Ti | Fe | Ni | Zn | 杂质 | 余量 |
|-------------|---------|---------|---------|---------|-------|------|------|------|------|----|
| 含量 (wt%) | 1.8~2.6 | 0.4~0.8 | 0.7~1.2 | 0.4~0.8 | ≤0.15 | ≤0.3 | <0.1 | ≤0.3 | ≤0.7 | Al |

[0049] 表2 2A50 (T6) 的力学性能

[0050] Table 2 Mechanical properties of 2A50 aluminum alloy (T6)

[0051]

| 材料 | 弹性模量 E (Gpa) | 屈服强度 $\sigma_{0.2}$ (MPa) | 抗拉强度 σ_b (MPa) | 延伸率 δ (%) |
|---------|--------------|------------------------------|--------------------------|------------------|
| 2A50-T6 | 70.6 | 290 | 360 | 7 |

[0052] 表3 2A50 (T6) 的物理性能

[0053] Table 3 Physical properties of 2A50 aluminum alloy (T6)

[0054]

| 密度 ρ (g/cm ³) | 临界温度 T(°C) | 平均线膨胀系数 α (10 ⁻⁶ · K ⁻¹) | 比热容 c [J/(kg · K)] | 热导率 λ [W/(m · K)] | 20°C时电阻率 ν (10 ⁻⁶ · Ω · K) |
|-----------------------------------|---------------|---|-----------------------|------------------------------|---|
| 2.75 | 527.5-615 | 21.4 | 837 | 175.8 | 0.041 |

[0055] SiCp颗粒及预处理:

[0056] 所用增强体性能参数如表4所示。

[0057] 表4 SiCp的性能指标

[0058] Table 4 Properties of SiCp

[0059]

| 材料 | 弹性模量 E (GPa) | 密度 ρ (g/cm ³) | 线膨胀系数 K ⁻¹ | 泊松比 ν |
|-------------------|--------------|--------------------------------|-----------------------|-----------|
| SiCp _p | 400~500 | 3.18~3.20 | 4.30×10^{-6} | 0.17 |

[0060] SiCp颗粒表面通常吸附着有机物、气体、水蒸气等杂质,这些杂质一般会对实验产生不利影响。为保证搅拌均匀,避免发生SiCp颗粒团聚现象,在搅拌前需要对SiCp颗粒进行预处理,具体过程如下:

[0061] (1) 酸洗——用10%的HF溶液浸泡SiCp颗粒24h进行酸洗,充分去除表面杂质。酸洗时可以看到液体表面有一层黑灰色油状物质,且有大量气泡产生。

[0062] (2) 清洗——对酸洗24h后的SiCp悬浊液用大量蒸馏水多次清洗,约每1~2小时

换一次蒸馏水,直至溶液达到中性。清洗后的SiCp颗粒。可以看到,酸洗过后SiCp呈绿色,表面有一薄层冲洗残留的黑灰色杂质,烘干之前将其除去。

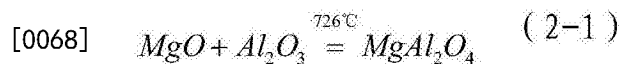
[0063] (3) 烘干——把SiCp液体表面的清水除去,在烘干箱中140℃~160℃的条件下烘干24h~28h。

[0064] (4) 研磨——烘干后的SiCp出现结块现象,需用研钵进行研磨,使其成为粉末状,研磨之后密封保存。此时的SiCp松散干燥,但颜色呈现一定的灰绿色。采用X射线荧光衍射(XRD)分析了酸洗前后的SiCp颗粒的成分,发现酸洗前后成分变化很小,用扫面电子显微镜分析(SEM)酸洗前后的SiCp颗粒,其表面形貌如酸洗过程中除去了杂质,酸洗后SiCp颗粒表面变得十分光滑平整,只有一些细小的颗粒附着,这将改善SiCp颗粒与铝液表面润湿性,增强界面结合效果。

[0065] (5) 烧结——经过上述过程处理的SiCp需要在800℃±5℃高温下烧结2~3小时。烧结过程为:将坩埚放入加热炉中随炉预热到100℃~150℃,以除去坩埚中的气体水分等;将SiCp颗粒放入坩埚中随炉加热到300℃~400℃,保温30min左右,并不断搅拌;加热到800℃进行烧结,烧结过程中需要不断搅拌;随炉冷却至室温。

[0066] 经过酸洗、烘干、高温焙烧后的SiCp为晶莹的绿色,其表面应有一层极薄的SiO₂,放入袋中,密封保存。

[0067] 通过高温烧结可以去除SiCp颗粒表面吸附的O₂、CO₂、CO等有害气体杂质,改善SiCp颗粒和铝液的润湿性。高温烧结还可以使SiCp颗粒和O₂发生化学反应,在SiCp表面生成一层极薄的SiO₂薄膜氧化层,改变了SiCp颗粒表面的性质,当其和熔化的Al液接触时,是SiO₂和Al液接触,其润湿性提高,可以获得更高的界面结合强度,SiCp颗粒对复合材料的强化效果也会随之增加。一般情形下,SiO₂在高温下与液态合金中的Al、Mg元素发生反应生成镁铝尖晶石 MgAl₂O₄:



[0069] 改善了SiCp和与液相基体合金的润湿性,同时,可防止SiCp和Al液直接接触生成针状脆性相Al₄C₃。

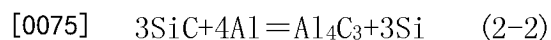
[0070] 机械搅拌法制备SiCp颗粒增强铝基复合材料

[0071] 复合材料的强度、硬度、耐磨性能等是靠材料的晶界来传递或支撑的,因此基体与增强体之间的界面结合情况、界面结构和性能等对材料的力学性能、导热、热膨胀性能、断裂过程都起着重要的作用。

[0072] 机械搅拌法制备铝基复合材料在液态或半固态下进行,不可避免的将发生不同程度的界面反应。轻微的界面反应能有效地改善基体与增强体的浸润和结合,是有利的。剧烈严重的界面反应将造成增强体的损伤并易形成脆性界面。因此在制备过程中要特别注意复合材料的界面结合。

[0073] SiCp/Al成形特点及界面反应问题

[0074] 大量的研究结果表明,SiCp和铝在温度超过660℃时发生界面反应:

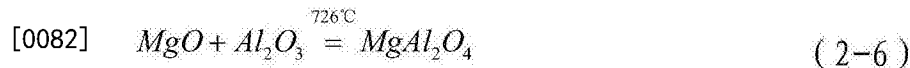
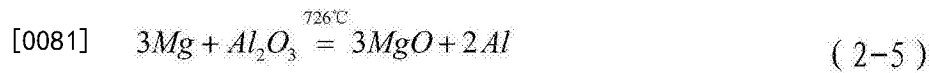
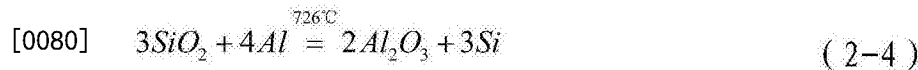
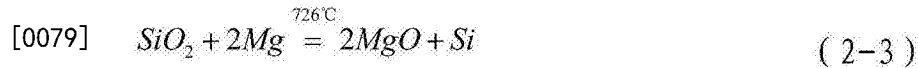


[0076] 当温度超过700℃后,反应较剧烈。Al₄C₃是较脆且不稳定的化合物,在许多环境下(水、乙醇、HCl)容易腐蚀。Al₄C₃生成条件是(1)一定的反应温度,在660℃以上;(2)一定的

保温时间,1小时以上。但是当基体合金铝合金中的 Si含量达到10%以上时,可以完全避免 Al₄C₃的生成。

[0077] 采用机械搅拌法制备SiCp颗粒增强铝基复合材料时,搅拌时间一般小于1h。另外, SiCp颗粒增强体经过高温焙烧的预处理后,在SiCp表面氧化生成SiO₂,在制备过程中避免了SiCp和Al的直接接触。因此,在SiCp同Al基体的界面上不会形成Al₄C₃。即使在材料制备后的一段冷却过程中,可能有一定量的Al₄C₃生成,在界面上也是轻微反应,有利于界面结合。

[0078] 大量研究结果表明,Mg属于表面活性元素,在金属活动性顺序中,Mg的活性高于Al,因此适量的Mg将吸附于SiCp颗粒增强体表面,在界面处可发生如下反应。



[0083] 上述反应的最终产物主要为游离硅和镁铝尖晶石MgAl₂O₄,能降低SiCp与铝液的润湿角,使界面张力降低,提高SiCp与铝液的润湿性,同时反应(2-5)能减少搅拌时铝的氧化。镁铝尖晶石MgAl₂O₄是一种稳定的化合物,作为一种良好的界面反应物存在于SiCp颗粒和基体铝合金的界面处,当分布均匀、厚度适当时,有利于界面结合。本发明研究内容所用基体材料2A50铝合金含Mg量为0.4%~0.8%,为了控制合适的界面反应,需要加入一定量的纯Mg,为保证合金镁的成分,加入量控制在1.5%~2%之间。

[0084] 复合材料制备工艺

[0085] 对SiCp颗粒的预处理是为了提高其与铝合金的润湿性而进行的,但是单纯处理SiCp颗粒仍不能保证SiCp颗粒与铝合金之间良好的界面结合,还需要对铝液成分、SiCp颗粒加入方式、搅拌等工艺参数进行严格控制。

[0086] (1) SiCp预热为使SiCp与铝液更好的结合,SiCp需要预热。按预定的复合材料体积分数,将称量好的SiCp用10g铝箔包裹起来,放入搅拌坩埚底部随炉加热至600℃,并保温30min以上。在此温度下可以充分除去SiCp中的气体和水分,且加入铝液搅拌时能减小两者的温差,利于SiCp颗粒与铝液间的润湿,使SiCp在基体中的分布更均匀。

[0087] (2) 熔炼铝合金——用另外一个坩埚熔炼铝合金到640℃~660℃,加入精炼剂,精炼5分钟后除渣,除渣时用勺子搅拌铝液,并上、下移动,以除去铝液中的气体等杂质。然后在合金液中加入1.5wt%~2wt%的纯Mg,以减小SiCp颗粒和铝液的润湿角,降低其表面张力,增加润湿性。

[0088] (3) 机械搅拌制备复合材料将熔炼坩埚中铝液倒入搅拌坩埚中,在680℃、保温30min以上后开始搅拌。搅拌时,依据坩埚内的材料含量调节搅拌棒的上下位置,每搅拌几分钟后改变搅拌棒旋转方向,以便叶片产生的漩涡流能使所有材料都被搅到,使其均匀。

[0089] (4) 搅拌参数为探究搅拌温度、搅拌时间、搅拌速度等参数对制备复合材料性能的影响,本发明做了多组搅拌参数的材料制备。其参数范围为:

[0090] 铝合金液温度:600℃~720℃;搅拌时间:10min~100min;

[0091] 搅拌速度:550r/min,875r/min

[0092] 表5是复合材料具体制备参数。

[0093] 表5 SiC_p增强铝基复合材料制备参数

[0094] Table 5 Parameters for preparing SiC_p reinforced aluminum matrix composite

| 编号 | SiC _p 颗粒度 (μm) | SiC _p 含量 (vol%) | 搅拌温度 T(℃) | 搅拌时间 t(min) |
|----------|------------------------------|-------------------------------|--------------|----------------|
| 1 | 7 | 5 | 600 | 90 |
| 2 | 7 | 5 | 620 | 40 |
| 3 | 7 | 5 | 640 | 40 |
| 4 | 7 | 5 | 660 | 40 |
| 5 | 7 | 5 | 700 | 40 |
| 6 | 7 | 7.5 | 640 | 10 |
| 7 | 7 | 7.5 | 640 | 30 |
| 8 | 7 | 7.5 | 640 | 60 |
| [0095] 9 | 7 | 7.5 | 640 | 100 |
| 10 | 7 | 10 | 600 | 90 |
| 11 | 7 | 10 | 620 | 30 |
| 12 | 7 | 10 | 640 | 20 |
| 13 | 7 | 10 | 660 | 20 |
| 14 | 7 | 10 | 680 | 20 |
| 15 | 7 | 10 | 700 | 20 |
| 16 | 7 | 15 | 640 | 30 |
| 17 | 7 | 7 | 600 | 15 |
| 18 | 7 | 7 | 650 | 20 |
| 19 | 7 | 7 | 680 | 20 |

[0096] 制备时有四要点:①控制SiC_p颗粒预热温度。②SiC_p颗粒加入方式。需先将SiC_p置入坩埚内,然后加入熔化的铝液。反之,虽然SiC_p颗粒的密度(3.2g/cm³)比铝(2.75g/cm³)的大,但由于SiC_p是蓬松的颗粒状,铝液表层有氧化膜和杂质会使SiC_p颗粒浮在铝液表层,搅拌时颗粒易浮起而出现材料冒“烟”的现象。③搅拌开始时铝液的温度。需要从高温(最低温度650℃)开始搅拌;要低温搅拌时,在降温过程中必须一直进行搅拌,直至达到所设定的温度再进行预定时间的搅拌。若直接降低到低温再搅拌,材料表层会有部分凝固,开始搅拌时所需要的驱动力较大,易损坏搅拌棒或者使材料飞溅。在半固态搅拌时,含有SiC_p颗粒的铝液在较低温度下呈蓬松状态,搅拌时形成的漩涡流会卷入气体、水蒸气等夹杂,易使材料氧化搅拌成砂状物质。④搅拌速度。一般情形下,搅拌速度越快, SiC_p颗粒与铝液混合的越均匀,材料性能更好。但试验研究证明,搅拌速度过高会使铝液飞溅, SiC_p颗粒上浮于铝液表层,易造成材料冒“烟”的现象,且过高的搅拌速度会卷入更多的气体,反而不利于复合材料的制备,但是过低的搅拌速度将导致搅拌时间过长引起材料晶界氧化严重,性能降低,本研究试验了三种搅拌速度550r/min,875r/min,925r/min,最终选择875r/min。

[0097] (5) 复合材料坯料制备

[0098] 搅拌结束后立即将复合材料浇入预热的坯料模具内加压成形。材料的性能是由其微观组织结构决定的,微观组织可以反应复合材料中SiCp颗粒的分散程度,界面结合以及界面反应等问题。通过对试样金相显微组织观察,分析了工艺参数对材料组织性能的影响。

[0099] 制件的SiCp颗粒度 $7\mu\text{m}$,体积分数5%,搅拌速度 $875\text{r}/\text{min}$,除 600°C 时因处于半固态温度区间,搅拌时间为 90min ,其余均为 40min 。可看到在较低温度 640°C 、 660°C 下进行搅拌制备的复合材料仍存在枝晶状组织,且SiCp颗粒分布不均匀,在晶界处聚集较大,随温度升高, 660°C 条件的组织好于 640°C 时。在 700°C 搅拌时材料中SiCp颗粒分布已非常均匀。当温度降为半固态温度 600°C 时,基体组织细小均匀,SiCp颗粒分布在晶界处,但不均匀,有偏析。因此,在液态搅拌时,将温度控制在 $680^\circ\text{C}\sim 700^\circ\text{C}$ 液态条件下进行搅拌可获得基体晶粒细小、SiCp颗粒分布均匀,无氧化气孔等缺陷的复合材料。在半固态温度搅拌时,亦可获得基体晶粒细小、SiCp颗粒相对均匀的复合材料,但搅拌时间相对较长,材料易出现氧化。

[0100] 相同制备条件下搅拌时间对材料组织的影响,SiCp颗粒度 $7\mu\text{m}$,体积分数 7.5%,搅拌速度 $875\text{r}/\text{min}$,铝液温度 640°C ,搅拌时间分别为 10min 、 30min 、 60min 、 100min 。搅拌时间 10min 效果太差略去,搅拌时间 30min 的材料中含有一些气孔,SiCp颗粒分布不均匀;搅拌时间 60min 的材料中SiCp颗粒分布最均匀,没有气孔、裂纹和氧化等缺陷。搅拌时间 100min 的材料后SiCp颗粒分布仍然很均匀,但是基体材料有一定的氧化产生,晶界处有一定的SiCp颗粒聚集产生。因此最佳的搅拌时间应为 60min 左右,实验中应将搅拌时间控制在 $40\text{min}\sim 60\text{min}$ 。

[0101] 以上所述仅是本发明的优选实施方式,并不用于限制本发明,应当指出,对于本技术领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明技术原理的前提下,还可以做出若干改进和变型,这些改进和变型也应视为本发明的保护范围。

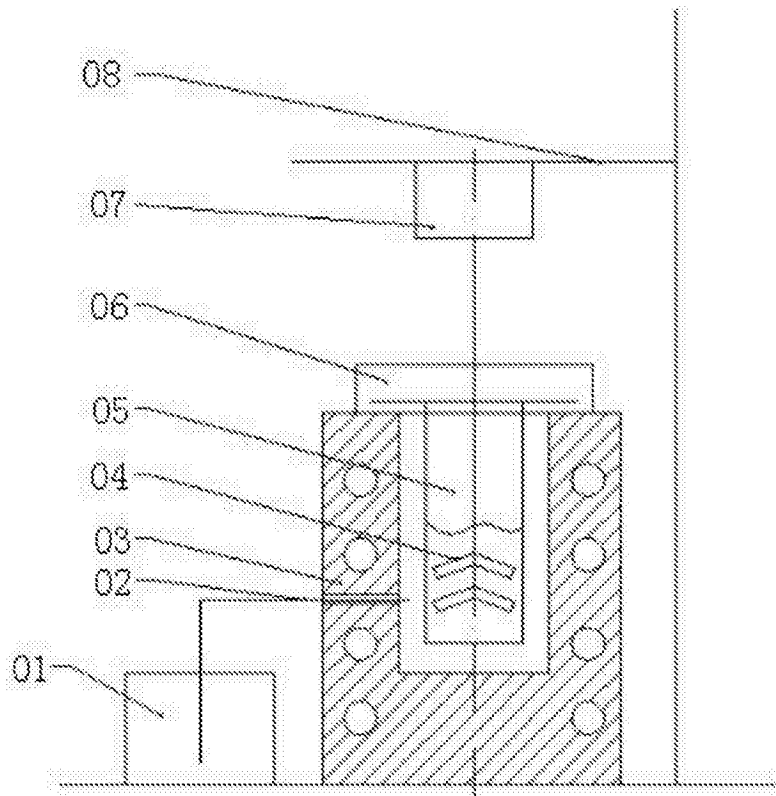


图1