



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101967575 B

(45) 授权公告日 2012.03.14

(21) 申请号 201010282546.2

(22) 申请日 2010.09.16

(73) 专利权人 哈尔滨工程大学

地址 150001 黑龙江省哈尔滨市南岗区南通大街 145 号哈尔滨工程大学科技处知识产权办公室

(72) 发明人 王香 马旭梁 杨磊 李新林
李莉

(51) Int. Cl.

C22C 1/03 (2006.01)

C22C 21/00 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 1240833 A, 2000.01.12, 实施例 1.

US 2008245447 A1, 2008.10.09, 说明书全文.

CN 1153689 A, 1997.07.09, 说明书全文.

陈亚军等. Al-Ti-B 中间合金中第二相沉淀

现象研究. 《北京科技大学学报》. 2007, 第 29 卷 (第 05 期), 465-469.

张胜华, 张明祥, 陈翔, 罗觉见. Al-Ti-B 合金线杆生产工艺及细化效果. 《中南工业大学学报 (自然科学版)》. 1994, 第 25 卷 (第 05 期), 612-616.

审查员 张辉

权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图 1 页

(54) 发明名称

Al₅Ti₁B 中间合金的制备方法

(57) 摘要

本发明提供的是一种 Al₅Ti₁B 中间合金的制备方法。将重量百分比为 :25 ~ 30% 的 KBF₄、30 ~ 60% 的 K₂TiF₆、10 ~ 30% 的纯铝粉和 0 ~ 10% 的纯钛粉混合均匀 ; 用液压机将混合均匀的粉末冷压成致密度为 50% ~ 60% 的预制块, 并在鼓风干燥箱中 100℃ 干燥 2 小时 ; 将铝熔化并升温至 800℃ ~ 850℃ ; 利用钟罩将干燥后的预制块压入铝熔体中, 预制块所占的重量比为 30 ~ 45% ; 静置 20 ~ 40 分钟, 然后搅拌 5 ~ 10 分钟, 再扒渣, 浇注成型。本发明可以实现在反应初期明显控制反应速率, 反应中期加快反应进程, 反应后期减少氟盐副产物。制备出的中间合金中, Al₃Ti 相尺寸在 20 μm 左右, 尺寸均一性很好, 形貌均为块状, TiB₂ 粒子细小, 分散均匀。

1. 一种 Al₅Ti₁B 中间合金的制备方法,其特征是:

(1) 将重量百分比为:25~30%的 KBF₄、30~60%的 K₂TiF₆、10~30%的纯铝粉和0~10%的纯钛粉混合均匀;

(2) 用液压机将混合均匀的粉末冷压成致密度为 50%~60%的预制块,并在鼓风干燥箱中 100℃干燥 2 小时;

(3) 将铝熔化并升温至 800℃~850℃;

(4) 利用钟罩将干燥后的预制块压入铝熔体中,预制块所占的重量比为 30~45%;

(5) 静置 20~40 分钟,然后搅拌 5~10 分钟,再扒渣,浇注成型。

2. 根据权利要求 1 所述的 Al₅Ti₁B 中间合金的制备方法,其特征是:KBF₄、K₂TiF₆,纯铝粉、纯钛粉的重量百分比为 KBF₄30%、K₂TiF₆43%、纯铝粉 18%、纯钛粉 9%。

3. 根据权利要求 1 所述的 Al₅Ti₁B 中间合金的制备方法,其特征是:KBF₄、K₂TiF₆,纯铝粉、纯钛粉的重量百分比为 KBF₄28%、K₂TiF₆38%、纯铝粉 26%、纯钛粉 8%。

Al5Ti1B 中间合金的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及的是一种金属材料的制备方法。特别是一种用于细化铝及其合金的 Al5Ti1B 中间合金的制备方法。

背景技术

[0002] 铝是当今世界上产量最大、应用范围最广的有色金属材料，其用量仅次于钢铁，大量应用于国民经济的各个部门，但纯铝的强度和硬度都较低，从而限制了其应用范围，因此通常采用合金化和晶粒细化等方法来提高其强度和硬度。特别是铝易拉罐工业和铝箔工业的发展，要求铝及其合金具有高的纯度、很好的延展率以及细小的晶粒，这也使铝及其合金的晶粒细化工业得到迅速发展。

[0003] 在众多的晶粒细化方法中，晶粒细化剂能够方便有效地细化铝及铝合金。而 Al-Ti-B 中间合金细化剂因具有其他细化方法所无法比拟的细化效果，因此被广泛应用于铝合金细化当中。目前，制备 Al-Ti-B 中间合金常采用氟盐反应法，它是将氟钛酸钾 (K_2TiF_6) 和氟硼酸钾 (KBF_4) 充分混合后加入到 $750^\circ C$ 以上的铝熔体中，待反应完全后，制备出 Al-Ti-B 中间合金。用这种方法制备中间合金时主要存在以下几方面问题：(1) 熔体中加入大量氟盐，在反应初期反应异常剧烈，金属元素氧化烧损严重，导致 Ti、B 元素收得率下降；(2) 在反应中期，由于低密度且不与 Al 熔体润湿的氟盐浮于 Al 液上方，且与铝液发生分层现象，导致反应进行缓慢；(3) 反应后期，反应副产物所占比例大，占熔体的三分之一；(4) 反应前后放热不均，导致 Al_3Ti 相尺寸差异明显，且相貌常呈粗大的长条状，严重影响细化效果。为解决这些问题，Yücel Birol 采用硼含量远大于 KBF_4 的 $Na_2B_4O_7$ 以减少氟盐总量，缓和反应速率，但生成的副产物非常粘稠，这样一方面降低了熔体流动性使熔体浇注困难；另一方面粘稠的盐类包裹了一部分 Al_3Ti ，导致 Ti 收得率的降低。所以有必要寻求一种更经济合理的方法制备 Al-Ti-B 中间合金细化剂。

发明内容

[0004] 本发明的目的在于提供一种可以更好的改善待细化合金的细化效果，提高其性能的 Al5Ti1B 中间合金的制备方法。

[0005] 本发明的目的是这样实现的：

[0006] (1) 将重量百分比为：25 ~ 30% 的氟硼酸钾 (KBF_4)、30 ~ 60% 的氟钛酸钾 (K_2TiF_6)、10 ~ 30% 的纯铝粉和 0 ~ 10% 的纯钛粉混合均匀；

[0007] (2) 用液压机将混合均匀的粉末冷压成致密度为 50% ~ 60% 的预制块，并在鼓风干燥箱中 $100^\circ C$ 干燥 2 小时；

[0008] (3) 将铝熔化并升温至 $800^\circ C \sim 850^\circ C$ ；

[0009] (4) 利用钟罩将干燥后的预制块压入铝熔体中，预制块所占的重量比为 30 ~ 45%；

[0010] (5) 静置 20 ~ 40 分钟，然后搅拌 5 ~ 10 分钟，再扒渣，浇注成型。

[0011] 本发明通过在 Al5Ti1B 中间合金的制备过程中添加适量的钛粉和铝粉,控制反应速率,优化第二相形貌,使存在于组织中的 Al₃Ti 相由粗大棒状完全转变为尺寸范围在 20 μm 左右的块状。用该方法生产的 Al5Ti1B 中间合金可以更好的改善待细化合金的细化效果,提高其性能。

[0012] 与现有技术相比,本发明具有两方面的优点。一方面制备的中间合金组织中,Al₃Ti 相形貌多为团块状,尺寸在 20 μm 左右,尺寸均一性很好,TiB₂ 粒子分布均匀。从根本上消除了长条状组织的存在。另一方面可以有效控制反应速率,能够在反应初期明显控制反应速率,反应中期加快反应进程,反应后期减少氟盐副产物,减少反应过程中金属元素氧化烧损。

[0013] 本发明克服了已有氟盐反应法制备 AlTiB 中间合金反应过程的不足和缺陷。本发明的创新之处在于制备所用原材料的配比可以实现在反应初期明显控制反应速率,反应中期加快反应进程,反应后期减少氟盐副产物。制备出的中间合金中,Al₃Ti 相尺寸在 20 μm 左右,尺寸均一性很好,形貌均为块状,TiB₂ 粒子细小,分散均匀。

附图说明

[0014] 图 1 为重量百分比为 30% 的 KBF₄,43% 的 K₂TiF₆,18% 的纯铝粉和 9% 的纯钛粉制备的 Al5Ti1B 中间合金微观组织。

[0015] 图 2 为重量百分比为 28% 的 KBF₄,38% 的 K₂TiF₆,26% 的纯铝粉和 8% 的纯钛粉制备的 Al5Ti1B 中间合金微观组织。

具体实施方式

[0016] 下面举例对本发明做更详细地描述:

[0017] 实施例 1:

[0018] 将工业纯 KBF₄、工业纯 K₂TiF₆、纯铝粉以及纯钛粉混合均匀,用液压机冷压成致密度为 50%~60% 的预制块。各组分的重量百分比为:30% 的 KBF₄,43% 的 K₂TiF₆,18% 的纯铝粉,9% 的纯钛粉。将预制块在鼓风干燥箱中 100℃ 干燥 2 小时,用钟罩将其压入 800℃ 的铝熔体中,预制块所占的重量比为 31% 静置反应 30 分钟后,搅拌 10 分钟,然后扒渣,浇注成型。制备的 Al5Ti1B 中间合金的显微组织如图 1 所示。可以看出:除了 Al 基体外,中间合金组织中全部为团块状 Al₃Ti 相以及球状的 TiB₂ 相。组织中存在的团块相 Al₃Ti 尺寸在 10 μm~30 μm,分布较为均匀。TiB₂ 相分散也比较均匀。

[0019] 实施例 2:

[0020] 将工业纯 KBF₄、工业纯 K₂TiF₆、纯铝粉以及纯钛粉混合均匀,用液压机冷压成致密度为 50%~60% 的预制块。各组分的重量百分比为:28% 的 KBF₄,38% 的 K₂TiF₆,26% 的纯铝粉,8% 的纯钛粉。将预制块在鼓风干燥箱中 100℃ 干燥 2 小时,用钟罩将其压入 800℃ 的铝熔体中,预制块所占的重量比为 38%,静置反应 30 分钟后,搅拌 10 分钟,然后扒渣,浇注成型。制备的 Al5Ti1B 中间合金的显微组织如图 2 所示。可以看出:除了 Al 基体外,在中间合金组织中全部为团块状的 Al₃Ti 相以及粒子状的 TiB₂ 相。绝大多数规则团块状 Al₃Ti 相尺寸在 20 μm~35 μm,且较均匀的分布在整个基体组织中。TiB₂ 相分散也比较均匀。38%

[0021] 从上述实验可以得出本发明的优点是:一方面制备的中间合金组织中,Al₃Ti 相分

布均匀、尺寸均一性很好,形貌多为团块状, TiB_2 粒子分布均匀。从根本上消除了长条状组织的存在。另一方面可以有效控制反应速率,减少反应过程中金属元素氧化烧损,在减少反应氟盐副产物的同时,还使熔体易于清理。因此本发明为进一步改善 Al5Ti1B 中间合金的细化性能开辟了一条新的途径。

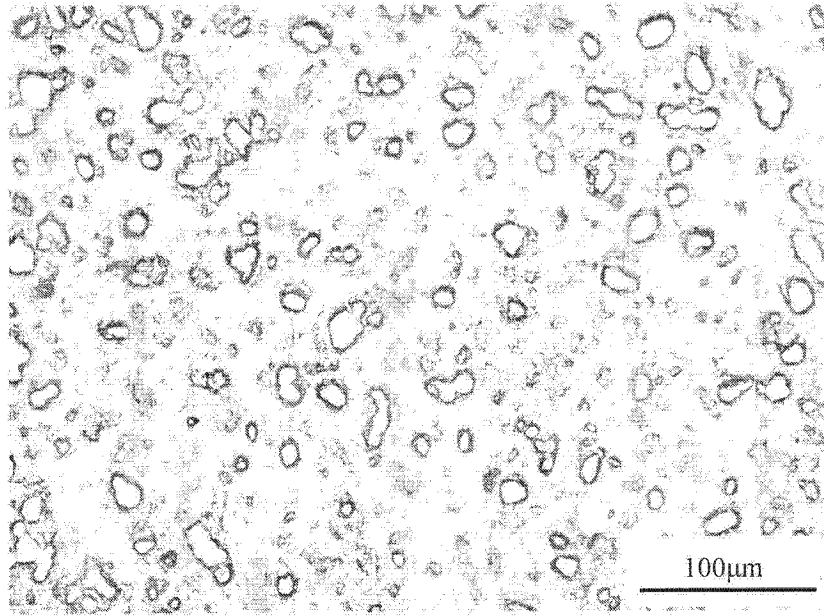


图 1

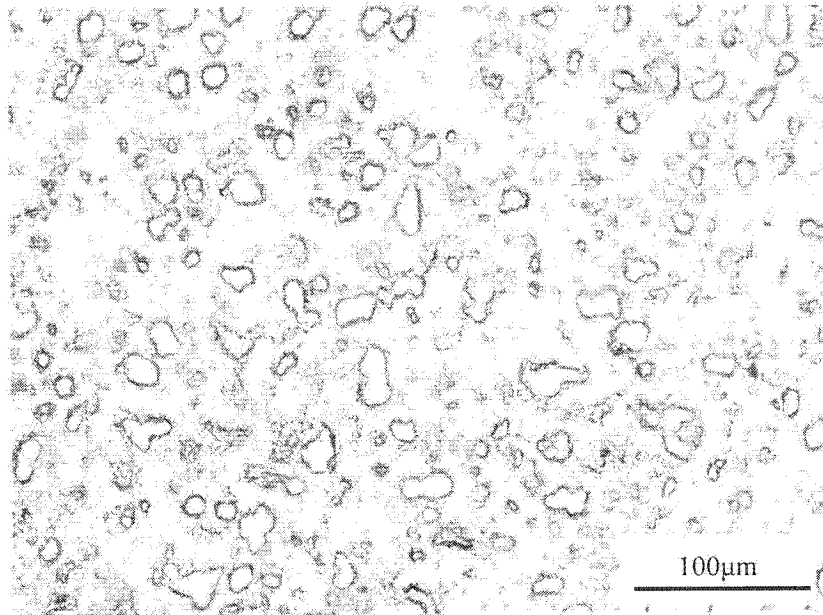


图 2