

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.

C22C 1/04 (2006.01)

B22F 9/16 (2006.01)



[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200610041098.0

[43] 公开日 2007年1月24日

[11] 公开号 CN 1900332A

[22] 申请日 2006.7.22

[21] 申请号 200610041098.0

[71] 申请人 淮阴工学院

地址 223100 江苏省淮安市清河区北京北路
89号

[72] 发明人 丁红燕 周广宏 章跃 符学龙
韩晓萍

[74] 专利代理机构 淮安市科翔专利商标事务所
代理人 韩晓斌

权利要求书4页 说明书11页

[54] 发明名称

一种利用化学沉淀法获得复合粉制备铜基复合材料的方法

[57] 摘要

本发明公开了一种利用化学沉淀法获得复合粉制备铜基复合材料的方法，首先在 25 ~ 30℃ 的温度下，硫酸铜和硫酸铝铵组成的母液中滴加碳酸氢铵，沉淀得到 $\text{NH}_4\text{Al}(\text{OH})_2\text{CO}_3 - \text{Cu}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$ 溶胶，陈化 8 小时，离心得到 $\text{NH}_4\text{Al}(\text{OH})_2\text{CO}_3 - \text{Cu}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$ 凝胶，凝胶经无水乙醇洗涤和离心脱醇，50℃ 烘干研磨得 $\text{NH}_4\text{Al}(\text{OH})_2\text{CO}_3 - \text{Cu}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$ 前驱体，前驱体经 1100 ~ 1200℃ 灼烧得 $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{CuO}$ 复合粉；然后 $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{CuO}$ 复合粉在 350℃ 的甲醇或氢气还原性气氛中还原 0.5 ~ 1 小时得 $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{Cu}$ 复合粉；最后将 $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{Cu}$ 复合粉在 100kN 的压力下双面冷压成坯，800 ~ 850℃ 下烧结成型。本发明采用化学共沉淀法可精确控制 $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{Cu}$ 复合粉中 Al_2O_3 的含量，满足耐磨性和导电性不同要求的工况。

1. 一种利用化学沉淀法获得复合粉制备铜基复合材料的方法，其特征在于：首先，温度 25~30℃条件下，在硫酸铜和硫酸铝铵组成的母液中滴加沉淀剂碳酸氢铵，共沉淀得 $\text{NH}_4\text{Al}(\text{OH})_2\text{CO}_3\text{-Cu}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$ 溶胶，溶胶经 8 小时陈化，离心脱水得 $\text{NH}_4\text{Al}(\text{OH})_2\text{CO}_3\text{-Cu}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$ 凝胶，凝胶经无水乙醇洗涤和离心脱醇，50℃烘干研磨得 $\text{NH}_4\text{Al}(\text{OH})_2\text{CO}_3\text{-Cu}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$ 前驱体粉末，前驱体粉未经 1100~1200℃ 高温灼烧得 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-CuO}$ 复合粉；然后， $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-CuO}$ 复合粉在 350℃ 的还原性气氛下还原得 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cu}$ 复合粉；最后， $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cu}$ 冷压成坯，800~850℃ 下烧结成型。

2. 根据权利要求 1 所述的一种利用化学沉淀法获得复合粉制备铜基复合材料的方法，其特征在于：原料为硫酸铜、硫酸铝铵和碳酸氢铵，硫酸铜和硫酸铝铵组成母液，碳酸氢铵为沉淀剂，根据 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cu}$ 中的 Al_2O_3 比例确定 $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2$ 和 CuSO_4 的量，依照 $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2$ 和 NH_4HCO_3 的摩尔比为 1:4 及 CuSO_4 与 NH_4HCO_3 的摩尔比为 1:2 确定 NH_4HCO_3 的量， $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cu}$ 中的 Al_2O_3 的质量分数小于 5%。

3. 根据权利要求 1 所述的一种利用化学沉淀法获得复合粉制备铜基复合材料的方法，其特征在于：

$\text{NH}_4\text{Al}(\text{OH})_2\text{CO}_3\text{-Cu}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$ 前驱体粉末 1100~1200℃ 高温灼烧 0.5~1 小时。

4. 根据权利要求 1 所述的一种利用化学沉淀法获得复合粉制备铜基复合材料的方法,其特征在于: $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-CuO}$ 复合粉在 350℃ 的甲醇或氢气还原性气氛中还原 0.5~1 小时得 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cu}$ 复合粉。

5. 根据权利要求 1 所述的一种利用化学沉淀法获得复合粉制备铜基复合材料的方法,其特征在于: $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cu}$ 复合粉在 100kN 的压力下冷压成坯,随后在 800~850℃ 温度下烧结 1 小时成型,得到最终的铜基复合材料。

6. 根据权利要求 1 所述的一种利用化学沉淀法获得复合粉制备铜基复合材料的方法,其特征在于:该方法的具体步骤为:

(1) 首先,化学沉淀法制备纳米 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-CuO}$ 复合粉:

操作条件:恒温水浴槽温度设定在 25℃~30℃;

母液和沉淀剂:根据 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cu}$ 中的 Al_2O_3 比例确定 $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2$ 和 CuSO_4 的量,依照 $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2$ 和 NH_4HCO_3 的摩尔比为 1:4 及 CuSO_4 与 NH_4HCO_3 的摩尔比为 1:2 确定 NH_4HCO_3 的量; $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cu}$ 中的 Al_2O_3 的质量分数小于 5%;

表面活性剂:六偏磷酸钠,浓度为 0.5mg/L;

操作步骤:A、将按上述要求配置的 $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2$ 和 CuSO_4 母液加入反应釜中,同时加入六偏磷酸钠,机械搅拌至溶解为止;

B、将沉淀剂 NH_4HCO_3 以 10ml/min 的速度滴入母液中，待全部滴完后，继续搅拌 0.5 小时，以保证体系均匀化，并最终生成 $\text{NH}_4\text{Al}(\text{OH})_2\text{CO}_3\text{-Cu}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$ 溶胶；

C、室温下将溶胶陈化 8 小时，去除上层清液，离心脱水得 $\text{NH}_4\text{Al}(\text{OH})_2\text{CO}_3\text{-Cu}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$ 凝胶，用无水乙醇浸泡凝胶 4 小时离心脱醇得前驱体凝胶，重复此醇洗过程 3 次以上；

D、在 50°C 下，将脱醇后的凝胶缓慢烘干，研磨过 100 目、200 目筛，得 $\text{NH}_4\text{Al}(\text{OH})_2\text{CO}_3\text{-Cu}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$ 前驱体粉末；

E、在 $1100\sim 1200^\circ\text{C}$ 下，煅烧前驱体粉末 0.5~1 小时，研磨过 200 目、400 目筛，得纳米 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-CuO}$ 复合粉；

(2) 然后，还原 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-CuO}$ 得 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cu}$ 复合粉：

在 350°C 的甲醇或氢气还原性气氛中还原 0.5~1 小时得 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cu}$ 复合粉；

(3) 最后，冷压成坯，常压烧结：

将 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cu}$ 复合粉在压力机上进行冷压成坯，选用压力为 100kN，双面冷压 6 次以上；随即在 $800\sim 850^\circ\text{C}$ 烧结炉中烧结成型，得到铜基复合材料。

7. 根据权利要求 6 所述的一种利用化学沉淀法获得复合粉制备铜基复合材料的方法，其特征在于：每 1L 母液过量 NH_4HCO_3 溶液 5~10ml。

8. 根据权利要求 6 所述的一种利用化学沉淀法获得复合粉

制备铜基复合材料的方法，其特征在于：坯料在烧结炉中的烧结时间须根据其厚度来决定，一般当量厚度采用每 1 毫米烧结 10 分钟。

9. 根据权利要求 6 所述的一种利用化学沉淀法获得复合粉制备铜基复合材料的方法，其特征在于：六偏磷酸钠的重量为原料重量的万分之二。

一种利用化学沉淀法获得复合粉 制备铜基复合材料的方法

所属技术领域

本发明涉及一种纳米复合材料的制备方法，具体涉及一种利用化学沉淀法获得复合粉制备铜基复合材料的方法。

背景技术

弥散强化铜基复合材料，是指通过一定工艺在铜基体中形成弥散分布的具有良好热稳定性的第二相粒子，从而提高材料的强度和高温稳定性。由于铜基复合材料具有优良的导电导热性、高温稳定性和较高的强度，在机电、宇航、微电子等高新技术领域应用潜力巨大，已被广泛应用于大规模集成电路引线框架、电焊电极、转换开关、电触头等，是现代电子信息产业发展的关键材料。

目前，钨、钼、石墨、碳化硅常被选为增强相与Cu粉一起进行粉末冶金烧结成铜基复合材料，但钨、钼比重大，碳化硅的复合量多。纳米 Al_2O_3 具有强度高、导热性优良、热膨胀系数小以及高温稳定性好的特点，用来增强铜基材料不仅不会太大的降低基体的导电性，而且由于其强化作用，可使基体的强度

和高温性能得以明显改善。已有的成果中 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cu}$ 复合粉①采用机械合金化法,即将 Cu 和 Al_2O_3 粉末在高能球磨机中长时间研磨混合得到复合粉;②内氧化法,即利用化学上的热还原反应原理,将不稳定的化合物粉末加入到合金粉末中,使合金中的组元与加入的化合物发生热还原反应,生成所需的更加稳定的陶瓷增强颗粒;③纳米 Al_2O_3 粉末化学镀铜法。这些方法或多或少存在一些问题:如机械合金化法不可能完全打开纳米级 Al_2O_3 粉,内氧化法的供氧量无法精确控制,粉末化学镀铜法无法精确控制二者的比例。

发明内容

本发明提供一种利用化学沉淀法获得复合粉制备铜基复合材料的方法,利用化学沉淀法获得纳米级的 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cu}$ 复合粉,并精确控制 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cu}$ 复合粉中 Al_2O_3 的含量,以便制成不同性能的铜基复合材料,满足各种工况的需要。

本发明的技术解决方案是:首先,温度 $25\sim 30^\circ\text{C}$ 条件下,在硫酸铜和硫酸铝铵组成的母液中滴加沉淀剂碳酸氢铵,共沉淀得 $\text{NH}_4\text{Al}(\text{OH})_2\text{CO}_3\text{-Cu}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$ 溶胶, $\text{NH}_4\text{Al}(\text{OH})_2\text{CO}_3\text{-Cu}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$ 溶胶室温下陈化 8 小时,去除上层清液,离心脱水得 $\text{NH}_4\text{Al}(\text{OH})_2\text{CO}_3\text{-Cu}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$ 凝胶,无水乙醇浸泡凝胶 4 小时,离心脱醇得凝胶,醇洗过程重复 3 次以上,在 50°C 下,将凝胶缓慢烘干,研磨,过 100 目、200 目筛,得 $\text{NH}_4\text{Al}(\text{OH})_2\text{CO}_3\text{-Cu}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$ 前驱体粉末,在 $1100\sim 1200^\circ\text{C}$ 下灼烧

前驱体粉末 0.5~1 小时，研磨，过 200 目、400 目筛，得纳米 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-CuO}$ 复合粉；然后，将 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-CuO}$ 复合粉在 350°C 的甲醇或氢气还原性气氛下还原得 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cu}$ 复合粉；最后， $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cu}$ 复合粉冷压成坯， $800\sim 850^\circ\text{C}$ 烧结成型，得铜基复合材料。

本发明的一种利用化学沉淀法获得复合粉制备铜基复合材料的方法中，原料为硫酸铜、硫酸铝铵和碳酸氢铵，硫酸铜和硫酸铝铵组成母液，碳酸氢铵为沉淀剂；根据 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cu}$ 复合材料中 Al_2O_3 的含量来确定 $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2$ 和 CuSO_4 的质量，再根据 $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2$ 和 NH_4HCO_3 的摩尔比为 1:4 及 CuSO_4 与 NH_4HCO_3 的摩尔比为 1:2 来确定 NH_4HCO_3 的量 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cu}$ 中的 Al_2O_3 的质量分数小于 5%； $\text{NH}_4\text{Al}(\text{OH})_2\text{CO}_3\text{-Cu}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$ 前驱体粉末 $1100\sim 1200^\circ\text{C}$ 高温灼烧 0.5~1 小时得 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cu}$ 复合粉； $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-CuO}$ 复合粉在 350°C 的甲醇或氢气还原性气氛还原 0.5~1 小时得 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cu}$ 复合粉； $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cu}$ 复合粉在 100kN 压力下冷压成坯， $800\sim 850^\circ\text{C}$ 烧结成型得铜基复合材料。

本发明的一种利用化学沉淀法获得复合粉制备铜基复合材料的方法中，具体步骤为：

(1) 首先，化学沉淀法制备纳米 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-CuO}$ 复合粉；

操作条件：恒温水浴槽温度设定在 $25^\circ\text{C}\sim 30^\circ\text{C}$ ；

母液和沉淀剂：根据 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cu}$ 中的 Al_2O_3 比例确定 $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2$ 和 CuSO_4 的量，依照 $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2$ 和 NH_4HCO_3 的摩尔比为 1:4 及 CuSO_4 与 NH_4HCO_3 的摩尔比为 1:2 确定 NH_4HCO_3 的量， $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cu}$ 中的 Al_2O_3

的质量分数小于 5%;

表面活性剂: 六偏磷酸钠, 浓度为 0.5mg/L 六偏磷酸钠的重量为原料重量的万分之二;

操作步骤: A、将按上述要求配置的 $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2$ 和 CuSO_4 母液加入反应釜中, 同时加入六偏磷酸钠, 机械搅拌至溶解为止;

B、将沉淀剂以 10ml/min 的速度滴入母液中, 待全部滴完后, 继续搅拌 0.5 小时, 以保证体系均匀化, 并最终生成 $\text{NH}_4\text{Al}(\text{OH})_2\text{CO}_3$ 和 $\text{Cu}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$ 溶胶;

C、室温下将溶胶陈化 8 小时, 去除上层清液, 离心脱水得 $\text{NH}_4\text{Al}(\text{OH})_2\text{CO}_3\text{-Cu}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$ 凝胶, 用无水乙醇浸泡凝胶 4 小时离心脱醇得凝胶, 重复醇洗过程 3 次以上;

D、在 50℃ 下, 将脱醇后的凝胶缓慢烘干, 研磨, 过 100 目、200 目筛, 得 $\text{NH}_4\text{Al}(\text{OH})_2\text{CO}_3\text{-Cu}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$ 前驱体粉末;

E、在 1100~1200℃ 下, 煅烧前驱体粉末 0.5~1 小时, 研磨, 过 200 目、400 目筛, 得纳米 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-CuO}$ 复合粉;

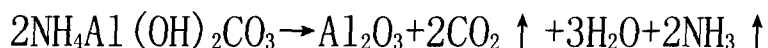
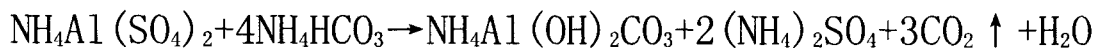
(2) 然后, 还原 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-CuO}$ 得 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cu}$ 复合粉:

在 350℃ 的甲醇或氢气还原性气氛中还原 0.5~1 小时得 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cu}$ 复合粉。

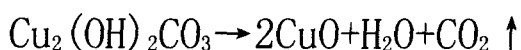
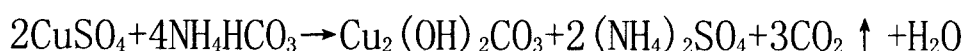
(3) 最后, 冷压成坯, 常压烧结:

将 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cu}$ 复合粉在压力机上进行冷压成坯, 选用压力为 100kN, 双面冷压 6 次以上; 随即在 800~850℃ 烧结炉中烧结成型, 得铜基复合材料。

已知以硫酸铝铵($\text{NH}_4\text{AlSO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$)为母液、碳酸氢铵(NH_4HCO_3)为沉淀剂,可以制得氧化铝(Al_2O_3)粉末:



已知以硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)为母液,碳酸氢铵(NH_4HCO_3)为沉淀剂,可以制得氧化铜粉末:



因此,采用碳酸氢铵(NH_4HCO_3)为共沉淀剂,根据复合材料中 Al_2O_3 的含量来确定 $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2$ 、 CuSO_4 和 NH_4HCO_3 反应物的质量,并通过控制制备过程中的技术参数来控制粉体的团聚,从而获得纳米级别的复合粉末。

由于 Al_2O_3 是非导体,它的加入虽然可提高强度和耐磨性,但对产品的导电性还是有一定的影响的,它的含量越多,导电性将越差。因此,根据不同需要,通过调整母液的相对量得到不同含量 Al_2O_3 -Cu的复合粉,继而获得高强高导、高强中导、中强高导等不同用途的铜基复合材料,兼备高强度、高导电率及良好的热特性,而且硬度高、耐磨性好,可用于微电子封装领域的触头材料、点焊电极、集成电路引线框架以及航空等其他一些需要高强度高耐磨的场合。

具体实施方式

一种利用化学沉淀法获得复合粉制备铜基复合材料的方

法：首先，温度 25~30℃条件下，在硫酸铜和硫酸铝铵组成的母液中滴加沉淀剂碳酸氢铵，共沉淀得 $\text{NH}_4\text{Al}(\text{OH})_2\text{CO}_3\text{-Cu}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$ 溶胶，溶胶经室温下陈化 8 小时，去除上层清液，离心脱水得凝胶，用无水乙醇浸泡 4 小时离心脱醇，醇洗过程重复 3 次以上，在 50℃下，将脱醇后凝胶的缓慢烘干，研磨，过 100 目、200 目筛，得前驱体粉末，在 1100~1200℃下，煅烧前驱体粉末 0.5~1 小时，研磨，过 200 目、400 目筛，得纳米 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-CuO}$ 复合粉；然后，将 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-CuO}$ 复合粉在 350℃的甲醇或氢气还原性气氛下还原得 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cu}$ 复合粉；最后， $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cu}$ 冷压成坯，800~850℃烧结成型得铜基复合材料。

具体步骤为：

(1) 首先，化学沉淀法制备纳米 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-CuO}$ 复合粉：

操作条件：恒温水浴槽温度设定在 25℃~30℃；

母液和沉淀剂：根据 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cu}$ 中的 Al_2O_3 比例确定 $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2$ 和 CuSO_4 的量，依照 $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2$ 和 NH_4HCO_3 的摩尔比为 1:4 及 CuSO_4 与 NH_4HCO_3 的摩尔比为 1:2 确定 NH_4HCO_3 的量， $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cu}$ 中的 Al_2O_3 的质量分数小于 5%；

表面活性剂：六偏磷酸钠，浓度为 0.5mg/L 六偏磷酸钠的重量为原料重量的万分之二；

操作步骤：A、将按上述要求配置的 $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2$ 和 CuSO_4 母液加入反应釜中，同时加入六偏磷酸钠，机械搅拌至溶解为止；

B、将沉淀剂 NH_4HCO_3 以 10ml/min 的速度滴入母液中，待全

部滴完后，继续搅拌 0.5 小时，以保证体系均匀化，并最终生成 $\text{NH}_4\text{Al}(\text{OH})_2\text{CO}_3$ 和 $\text{Cu}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$ 溶胶；

C、室温下将溶胶陈化 8 小时，去除上层清液，离心脱水得 $\text{NH}_4\text{Al}(\text{OH})_2\text{CO}_3\text{-Cu}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$ 凝胶，用无水乙醇浸泡凝胶 4 小时离心脱醇得凝胶，醇洗过程 3 次以上；

D、在 50°C 下，将脱醇后的凝胶缓慢烘干，研磨过 100 目、200 目筛，得 $\text{NH}_4\text{Al}(\text{OH})_2\text{CO}_3\text{-Cu}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$ 前驱体粉末；

E、在 $1100\sim 1200^\circ\text{C}$ 下，煅烧前驱体粉末 0.5~1 小时，研磨过 200 目、400 目筛，得纳米 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-CuO}$ 复合粉；

(2) 然后，还原 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-CuO}$ 得 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cu}$ 复合粉：

在 350°C 的甲醇或氢气还原性气氛中还原 0.5~1 小时得 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cu}$ 复合粉。

(3) 最后，冷压成坯，常压烧结：

将 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cu}$ 复合粉在压力机上进行冷压成坯，选用压力为 100kN，双面冷压 6 次以上；随即在 $800\sim 850^\circ\text{C}$ 烧结炉中烧结成型，得到铜基复合材料。

实施例 1：

(1) 首先，采用化学沉淀法制备纳米 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-CuO}$ 复合粉：

操作条件：恒温水浴槽温度设定在 25°C ；

母液和沉淀剂：以铜基复合材料中的 Al_2O_3 含量为 5%（质量分数）为例，称量 0.75g 的 $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2$ 和 6.25g 的 CuSO_4 ，加水配成 200ml 的溶液，依照 $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2$ 和 NH_4HCO_3 的摩尔比为 1：

4 及 CuSO_4 与 NH_4HCO_3 的摩尔比为 1: 2 确定 4.47g 的 NH_4HCO_3 , 加水配成 200ml 的溶液; 为了使 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 和 $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 完全反应, 以及弥补在滴加过程中的浪费, NH_4HCO_3 应适当过量, 所以, 称取 4.5g 的 NH_4HCO_3 , 加水配成 205ml 的溶液;

表面活性剂: 六偏磷酸钠 0.2mg;

操作步骤: A、将按上述要求配置的 $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2$ 和 CuSO_4 母液加入反应釜中, 同时加入六偏磷酸钠, 机械搅拌至溶解为止;

B、将沉淀剂 NH_4HCO_3 以 10ml/min 的速度滴入母液中, 待全部滴完后, 继续搅拌 0.5 小时, 以保证体系均匀化, 并最终生成 $\text{NH}_4\text{Al}(\text{OH})_2\text{CO}_3$ 和 $\text{Cu}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$ 溶胶;

C、室温下将溶胶陈化 8 小时, 去除上层清液, 离心脱水得 $\text{NH}_4\text{Al}(\text{OH})_2\text{CO}_3\text{-Cu}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$ 凝胶, 用无水乙醇浸泡凝胶 4 小时离心脱醇得凝胶, 醇洗过程 3 次以上;

D、在 50°C 下, 将脱醇后的凝胶缓慢烘干, 研磨, 过 100 目筛, 得 $\text{NH}_4\text{Al}(\text{OH})_2\text{CO}_3\text{-Cu}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$ 前驱体粉末;

E、在 1100°C 下, 煅烧前驱体粉末 0.5 小时, 研磨, 过 200 目筛, 得纳米 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-CuO}$ 复合粉;

(2) 然后, 还原 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-CuO}$ 得 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cu}$ 复合粉:

在 350°C 的甲醇还原性气氛中还原 0.5 小时得 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cu}$ 复合粉。

(3) 最后, 冷压成坯, 常压烧结:

将 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cu}$ 复合粉在压力机上进行冷压成坯, 选用压力为

100kN，双面冷压 6 次以上；随即在 800℃ 烧结炉中烧结成型，得到高强中导型铜基复合材料。

实施例 2:

(1) 首先，采用化学沉淀法制备纳米 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-CuO}$ 复合粉:

操作条件：恒温水浴槽温度设定在 28℃；

母液和沉淀剂：以铜基复合材料中的 Al_2O_3 含量为 3%（质量分数）为例，称量 0.44g 的 $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2$ 和 6.25g 的 CuSO_4 ，加水配成 200ml 的溶液，依照 $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2$ 和 NH_4HCO_3 的摩尔比为 1:4 及 CuSO_4 与 NH_4HCO_3 的摩尔比为 1:2 确定 4.26g 的 NH_4HCO_3 ，加水配成 200ml 的溶液；为了使 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 和 $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 完全反应，以及弥补在滴加过程中的浪费， NH_4HCO_3 应适当过量，所以，称取 4.3g 的 NH_4HCO_3 ，加水配成 205ml 的溶液；

表面活性剂：六偏磷酸钠 0.2mg；

操作步骤：A、将按上述要求配置的 $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2$ 和 CuSO_4 母液加入反应釜中，同时加入六偏磷酸钠，机械搅拌至溶解为止；

B、将沉淀剂 NH_4HCO_3 以 10ml/min 的速度滴入母液中，待全部滴完后，继续搅拌 0.5 小时，以保证体系均匀化，并最终生成 $\text{NH}_4\text{Al}(\text{OH})_2\text{CO}_3$ 和 $\text{Cu}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$ 溶胶；

C、室温下将溶胶陈化 8 小时，去除上层清液，离心脱水得 $\text{NH}_4\text{Al}(\text{OH})_2\text{CO}_3\text{-Cu}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$ 凝胶，用无水乙醇浸泡凝胶 4 小时离心脱醇得凝胶，醇洗过程 3 次以上；

D、在 50℃ 下，将脱醇后的前驱体凝胶缓慢烘干，研磨，

过 200 目筛，得 $\text{NH}_4\text{Al}(\text{OH})_2\text{CO}_3\text{-Cu}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$ 前驱体粉末；

E、在 1150°C 下，煅烧前驱体粉末 0.8 小时，研磨过 400 目筛，得纳米 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-CuO}$ 复合粉；

(2) 然后，还原 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-CuO}$ 得 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cu}$ 复合粉：

在 350°C 的氢气还原性气氛中还原 0.8 小时得 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cu}$ 复合粉。

(3) 最后，冷压成坯，常压烧结：

将 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cu}$ 复合粉在压力机上进行冷压成坯，选用压力为 100kN，双面冷压 6 次以上；随即在 830°C 烧结炉中烧结成型，得到高强高导型铜基复合材料。

实施例 3：

(1) 首先，采用化学沉淀法制备纳米 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-CuO}$ 复合粉：

操作条件：恒温水浴槽温度设定在 30°C ；

母液和沉淀剂：以铜基复合材料中的 Al_2O_3 含量为 1%（质量分数）为例，称量 0.144g 的 $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2$ 和 6.25g 的 CuSO_4 ，加水配成 200ml 的溶液，依照 $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2$ 和 NH_4HCO_3 的摩尔比为 1：4 及 CuSO_4 与 NH_4HCO_3 的摩尔比为 1：2 确定 4.1g 的 NH_4HCO_3 ，加水配成 200ml 的溶液；为了使 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 和 $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 完全反应，以及弥补在滴加过程中的浪费， NH_4HCO_3 应适当过量，所以，称取 4.2g 的 NH_4HCO_3 ，加水配成 205ml 的溶液；

表面活性剂：六偏磷酸钠 0.2mg；

操作步骤：A、将按上述要求配置的 $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2$ 和 CuSO_4 母

液加入反应釜中，同时加入六偏磷酸钠，机械搅拌至溶解为止；

B、将沉淀剂 NH_4HCO_3 以 10ml/min 的速度滴入母液中，待全部滴完后，继续搅拌 0.5 小时，以保证体系均匀化，并最终生成 $\text{NH}_4\text{Al}(\text{OH})_2\text{CO}_3$ 和 $\text{Cu}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$ 溶胶；

C、室温下将溶胶陈化 8 小时，去除上层清液，离心脱水得 $\text{NH}_4\text{Al}(\text{OH})_2\text{CO}_3\text{-Cu}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$ 凝胶，用无水乙醇浸泡凝胶 4 小时离心脱醇得凝胶，醇洗过程须 3 次以上；

D、在 50°C 下，将脱醇后的前驱体凝胶缓慢烘干，研磨过 100 目筛，得前驱体粉末；

E、在 1200°C 下，煅烧前驱体粉末 1 小时，研磨过 400 目筛，得纳米 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-CuO}$ 复合粉；

(2) 然后，还原 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-CuO}$ 得 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cu}$ 复合粉：

在 350°C 的甲醇还原性气氛中还原 1 小时得 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cu}$ 复合粉。

(3) 最后，冷压成坯，常压烧结：

将 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cu}$ 复合粉在压力机上进行冷压成坯，选用压力为 100kN，双面冷压 6 次以上；随即在 850°C 烧结炉中烧结成型，得到中强高导型铜基复合材料。