

(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 2010/051675 A1

(43) 国际公布日
2010 年 5 月 14 日 (14.05.2010)

(51) 国际专利分类号:

B22D 11/115 (2006.01) B22D 1/00 (2006.01)
C22F 3/02 (2006.01) C21D 10/00 (2006.01)
B22D 27/02 (2006.01)

(21) 国际申请号: PCT/CN2009/000252

(22) 国际申请日: 2009 年 3 月 10 日 (10.03.2009)

(25) 申请语言: 中文

(26) 公布语言: 中文

(30) 优先权:

200810234978.9 2008 年 11 月 5 日 (05.11.2008) CN

(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)。 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)。

(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 210009 (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。

(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))

[见续页]

(54) Title: A METHOD OF SYNTHESIZING METAL-BASED COMPOSITE MATERIAL BY MELT REACTION IN COUPLING MAGNETIC FIELD AND ULTRASONIC FIELD

(54) 发明名称: 一种磁场与超声场耦合作用下熔体反应合成金属基复合材料的方法

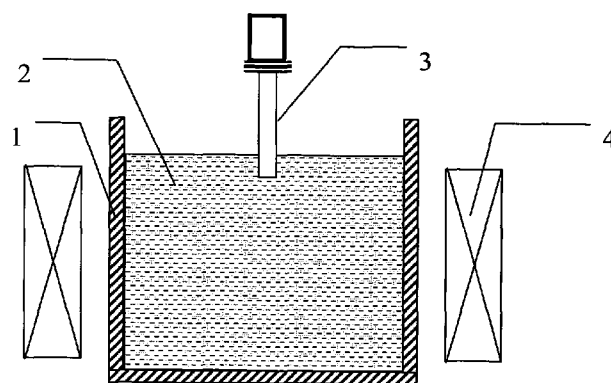


图 1 / Fig. 1

(57) Abstract: A method of synthesizing metal-based composite material by melt reaction in coupling magnetic field and ultrasonic field comprises: adjusting metal-base melt to the reaction starting temperature after refining, then adding reactants which generate reinforced particles by in-situ synthesis reaction with melt, keeping the reacted melt stand until it is cooled to casting temperature after the reaction, and casting. Magnetic field and high-energy ultrasonic field are exerted simultaneously during the reaction. The magnetic field can be high-power pulse magnetic field, high-frequency oscillating magnetic field or low-frequency alternating magnetic field. The metal-based composite material produced by the above-mentioned method exhibits that reinforced particles are much finer, more uniformly distributed, and fit with metal matrix better.

[见续页]



WO 2010/051675 A1



本国际公布:

— 包括国际检索报告(条约第 21 条(3))。

(57) 摘要:

一种在磁场与超声波耦合作用下熔体反应合成制备金属基复合材料的方法,该方法包括将金属基熔体精炼后调整到反应起始温度,加入能与熔体发生原位合成反应生成增强颗粒的反应物,反应结束后静置、降至浇注温度进行浇注。在反应过程中同时施加磁场和高能超声波场,所述磁场可以是强脉冲磁场、高频振荡磁场或低频交变磁场。该方法制备得到的金属基复合材料的增强颗粒更细化,分布更均匀且与金属基体复合更好。

一种磁场与超声场耦合作用下熔体反应合成金属基复合材料的方法

技术领域

本发明涉及新型复合材料合成制备技术领域，特别涉及到一种在电磁场和超声场耦合作用下熔体原位反应合成制备颗粒增强金属基复合材料的新方法。

背景技术

颗粒增强金属基复合材料由于具有复合的结构特征而兼备良好的力学性能和理化性能，在先进的电工电子器件、航空航天器、机械、桥梁隧道工程等领域具有广阔的应用前景，已成为近年来金属基复合材料的研究热点之一。原位反应合成法是目前制备颗粒增强金属基复合材料的主要方法，该方法的原理是在金属基体熔液中加入能生成第二相的合金元素或化合物，在一定温度下与金属熔液发生原位反应生成颗粒相而制得内生颗粒增强复合材料。该方法制备复合材料由于颗粒相原位生成，其与基体金属结合界面干净，润湿性好，结合强度高。但是，该技术还存在一系列问题，反应过程难控制，颗粒相易长大，甚至团聚，分布也不均匀。

利用外场作用可以改善原位合成反应的热力学与动力学条件，起到促进原位反应进行的作用，同时，外场作用可以控制颗粒相的过分长大或偏聚团簇现象，因此，在外场下原位合成金属基复合材料越来越受到研究者的重视。中国专利：CN 1676641A（公开日：2005.10.5，发明名称：制备金属基纳米复合材料的磁化学反应原位合成方法）提出在磁场（稳恒磁场、交变磁场和脉冲磁场）下进行原位磁化学反应合成，该专利介绍的方法在细化增强颗粒方面具有非常好的效果。中国专利：CN 1958816（公开日：2007.05.09，发明名称：功率超声法制备内生颗粒增强铝基表面复合材料工艺）提出利用功率超声制备内生颗粒增强(Al_3Ti 相)铝基表面复合材料，使增强相在基体的表层分布均匀，界面结合更好。

但是，单一施加电磁场或超声场对原位反应合成颗粒增强金属基复合材料的作用仍不能令人满意。施加单一电磁场时，由于电磁场在金属熔体内存在难以克服的集肤效应，磁场在金属内的作用强度按指数规律衰减，因此电磁场对熔体的有效作用深度有限，特别对于大体积的熔池或采用较高频率的电磁场时，熔体内电磁场作用的差异非常明显，即电磁场在熔体内作用出现严重的不均匀性，中心区域电磁场作用微弱而边缘区域电磁场作用很强。单一施加超声场时，由于超声波是一种机械疏密震荡波，属于纵波，其作用有很显著的方向性，同时超声波在金属熔体中的衰减亦十分严重，因此，超声效应主要集中在变幅杆下

低频交变磁场的电磁参数范围, 频率: $0.1\text{Hz}\sim 60\text{Hz}$, 工作电流: $1\text{A}\sim 10000\text{A}$, 根据熔体量、种类和搅拌强度调节电磁参数, 对铝、铜基熔体, 可采用较高频率, 对铁基、镍基、锌基熔体, 采用较低频率。

超声场的频率 $10\text{kHz}\sim 30\text{kHz}$, 超声强度 $0.5\text{kW/m}^2\sim 60\text{kW/m}^2$ 。

具体步骤为: 金属基熔体精炼后调整到反应起始温度, 加入能与金属熔体原位反应生成颗粒相的反应物粉剂, 开启磁场搅拌稳定后, 插入超声变幅杆到液面下 $5\sim 6\text{mm}$, 接通超声装置, 超声处理时间 $60\text{s}\sim 600\text{s}$, 时间到后, 停止超声设备, 关掉磁场, 静置到浇注温度后进行浇注。

补充说明: 低频交变磁场也可采用上述参数范围内的旋转搅拌磁场或行波搅拌磁场, 旋转搅拌磁场施加在熔池的侧面, 或行波磁场施加在熔池的底部, 均属本发明提出的方案。

该方法即可用于小批量生产, 也可用于大规模工业应用。

与现有技术相比本发明具有的优点是:

(1) 复合材料在磁场和超声场耦合作用下合成, 磁场和超声场耦合作用使颗粒粒度细化, 分散均匀;

(2) 超声波振动搅拌及电磁搅拌作用改善了复合的动力学条件, 且颗粒相与基体金属界面复合更好;

(3) 磁化学与声化学共同作用, 改善原位反应的热力学条件, 即加速原位反应速度又控制颗粒相的长大。

附图说明

图 1 是本发明方法中使用的设备一示意图。

图 2 是本发明方法中使用的设备二示意图。

图 3 是实施例设备示意图。

图 4 是实施例 1 强脉冲磁场和超声场耦合作用下制备的 $(\text{Al}_3\text{Zr}_{(s)} + \text{ZrB}_{2(s)})$ 颗粒增强 Al 基复合材料组织照片。

图 5 是实施例 2 高频振荡磁场和超声场耦合作用下制备的 $(\text{Al}_3\text{Zr}_{(s)} + \text{ZrB}_{2(s)})$ 颗粒增强 Al 基复合材料组织照片。

图 6 是实施例 3 低频搅拌磁场和超声场耦合作用下制备的 $(\text{Al}_3\text{Zr}_{(s)} + \text{Al}_2\text{O}_{3(s)})$ 颗粒增强 Al 基复合材料组织照片。

图中, 1 保温耐火材料熔池或坩埚; 2 复合材料熔体; 3 超声变幅杆; 4 磁场; 5 喷枪。

的柱状区域范围内，即超声场作用集中在熔体的中心区域，熔体的边缘区域则很弱。

为弥补单一施加电磁场或超声场的不足，本发明提出采用电磁场与超声场耦合作用下原位合成颗粒增强金属基复合材料的新方法。

发明内容

本发明的目的是：提供一种在电磁场与超声场耦合作用下熔体反应合成制备内生颗粒增强金属基复合材料的新方法，制备高性能原位颗粒增强金属基复合材料。

本发明的基本原理是：在原位颗粒增强金属基复合材料的反应合成过程同时施加磁场和高能超声场，利用磁场对熔体产生电磁力、磁化及涡流感应热等磁化学原理和高能超声场在熔体内产生的声空化和声流冲击等声化学原理对复合材料合成制备过程进行耦合作用，达到控制颗粒相的分布、抑制颗粒长大和团簇并改变原位合成反应的热力学和动力学条件的目的，实现磁场磁化学和高能超声场的声化学耦合作用下合成颗粒增强金属基复合材料。该新方法的原理结合图 1 实现本方案的装置示意图说明如下：

在保温耐火材料制成的熔池（或坩埚）1 内合成制备复合材料熔体 2，在熔池（或坩埚）上部插入高能超声变幅杆 3，对熔体施加超声处理，在熔池（或坩埚）外侧施加磁场 4。根据复合材料熔体制备方法以及要求效果的不同，可以选择不同的磁场施加形式。因此外加磁场 4 可以是强脉冲磁场、高频振荡磁场及低频旋转磁场三种磁场。

磁场与超声场耦合作用的原理是：

（1）外加磁场 4 选用强脉冲磁场，即强脉冲磁场与超声场耦合作用，强脉冲磁场在熔体内的脉冲电磁力、脉冲磁化力和感应电流的焦耳热，均对原位化学反应有加速作用，并能起到使颗粒相弥散分布的目的，但脉冲磁场在金属熔体内有一定衰减，熔体边缘区域的反应受磁场的影响强而中心部位较弱，因此要选择与高能超声耦合作用，功率超声通过在熔体内的空化效应和声流冲击，空化效应使颗粒团簇得到控制，声流冲击起到微区搅拌作用，由于超声场作用区域是中心区域强而边缘弱，两者正好互相弥补不足，耦合作用达到加速原位反应，使颗粒相快速生成并呈弥散分布的目的。

（2）外加磁场 4 也可选用高频振荡磁场，高频振荡磁场由于在熔体内存在集肤效应，所以集中作用于熔池的边缘，对复合材料熔体中的颗粒形成振荡的电磁力，使颗粒团簇得到控制，超声场仍主要作用于熔池中区域。

（3）当对复合材料的颗粒大小及分布要求稍低时，磁场 4 也可以选择采用低频搅拌磁场与功率超声耦合作用。特别是当处理的金属量大到以吨位计量时，由于目前高频振荡磁场和强脉冲磁场设备的限制，采用较强的低频搅拌磁场和高能超声耦合作用，也能达到较

理想的效果。其原理是：高能超声通过在熔体内的空化效应和声流冲击，空化效应使颗粒团簇得到控制，声流冲击起到微区搅拌作用，外加的低频搅拌磁场 4 对使整个熔池电磁搅拌，超声处理效果更加明显，且超声处理的局部效应或集中效应得以控制。

基于上述原理，实现本发明的技术方案是：

一种磁场与超声场耦合作用下熔体反应合成金属基复合材料的方法，是：金属基熔体精炼后调整到反应起始温度，加入能与熔体原位反应生成颗粒相的反应物粉剂进行合成反应，在反应合成过程中同时施加磁场和高能超声场；待反应结束，静置到浇注温度后进行浇注。

本发明方法中，所说的外加磁场可以是强脉冲磁场、高频振荡磁场或低频交变磁场。针对采用的外加磁场的不同形式，实现本发明的具体的技术方案也有三种：

(1) 强脉冲磁场与高能超声耦合作用

强脉冲磁场的电磁参数范围为：脉冲电流频率 $0.1\text{Hz} \sim 10\text{Hz}$ ，脉冲电流密度为 $1\text{kA/m}^2 \sim 10\text{kA/m}^2$ ，充电电压： $1\text{kV} \sim 20\text{kV}$ ，中心磁场强度 $0.5 \sim 20\text{T}$ 。根据坩埚尺寸及熔体种类选择电磁参数，使熔体内脉冲磁场强度在 1T 以上，效果明显。

超声场的频率 $10\text{kHz} \sim 30\text{kHz}$ ，超声强度 $0.5\text{kW/m}^2 \sim 60\text{kW/m}^2$ 。

具体步骤为：金属基熔体精炼后调整到复合温度，加入能与熔体原位反应生成颗粒相的试剂，开启磁场稳定后，插入超声变幅杆到液面下 $5 \sim 6\text{mm}$ ，接通超声装置，超声处理时间 $60\text{s} \sim 600\text{s}$ ，时间到后，停止超声设备，关掉磁场，静置到浇注温度后进行浇注。

该方法特别适用于制备金属基复合材料量少但要求性能极高的复合材料。

(2) 高频振荡磁场与高能超声耦合作用

高频振荡磁场的电磁参数范围为：高频基准波频率 $10\text{kHz} \sim 30\text{kHz}$ ，调幅振荡波频率为 $1\text{Hz} \sim 30\text{Hz}$ ，功率范围 $0 \sim 100\text{kW}$ ，根据熔体量、种类、熔池和搅拌强度调节电磁参数，对铝、铜基熔体，可采用较高基准波频率，对铁基、镍基、锌基熔体，采用较低基准波频率，振荡波频率根据熔体搅动情况确定，与反应器的结构和金属熔体的种类有关，以熔体不出现强烈紊流为宜。

超声场的频率 $10\text{kHz} \sim 30\text{kHz}$ ，超声强度 $0.5\text{kW/m}^2 \sim 60\text{kW/m}^2$ 。

具体步骤为：金属熔体精炼后调整到反应起始温度，加入能与金属熔体原位反应生成颗粒相的反应物粉剂，开启磁场稳定后，插入超声变幅杆到液面下 $5 \sim 6\text{mm}$ ，接通超声装置，超声处理时间 $60\text{s} \sim 600\text{s}$ ，时间到后，停止超声设备，关掉磁场，静置到浇注温度后进行浇注。

(3) 低频交变磁场与高能超声耦合作用

具体实施方式

实施例 1: 强脉冲磁场和超声场耦合作用下制备 ($\text{Al}_3\text{Zr}_{(s)} + \text{ZrB}_{2(s)}$) 颗粒增强 Al 基复合材料

原材料: 基体金属: 纯 Al; 反应盐: $\text{K}_2\text{ZrF}_6 + \text{KBF}_4$ 粉剂, 精炼脱气剂及扒渣剂;

制备过程分两步:

(一): 金属熔炼及粉体制备:

50Kg 纯 Al 在 60kW 电阻炉中熔化升温到 900°C , 脱气、扒渣。所用试剂均在 $250^\circ\text{C} \sim 300^\circ\text{C}$ 下充分烘干, 其中 $\text{K}_2\text{ZrF}_6 + \text{KBF}_4$, 研磨成细粉 (粒度小于 200 目), 称量后用铝箔包覆待用, $\text{K}_2\text{ZrF}_6 + \text{KBF}_4$ 粉剂加入的重量为金属重量的 20%。

(二): 原位反应合成制备复合材料熔体:

精炼好且符合反应起始温度要求 (900°C) 的金属液, 用钟罩将 $\text{K}_2\text{ZrF}_6 + \text{KBF}_4$ 压入到坩埚内的铝液中, 将坩埚放入强脉冲磁场中, 开启强脉冲磁场, 脉冲磁场的充电电压 1kV, 脉冲频率 1Hz。然后将超声变幅杆插入铝液, 深度 3mm 左右, 开启超声装置, 超声场频率 20kHz, 超声强度 $2\text{kW}/\text{m}^2$, 超声处理时间 5min。超声结束后, 高频磁场继续施加 3min, 然后关闭磁场电源, 熔体静置, 待温度降到 720°C 浇入直径 200mm 的水冷铜模, 制得复合材料铸锭。

复合材料熔体具有很好的流动性, 制得的复合材料铸坯外表面光洁, 内部组织致密, 无疏松、缩孔等凝固组织缺陷, 颗粒尺寸 $0.2 \sim 0.6 \mu\text{m}$ (图 3)。

实施例 2: 高频振荡磁场和超声场耦合作用下制备 ($\text{Al}_3\text{Zr}_{(s)} + \text{ZrB}_{2(s)}$) 颗粒增强 Al 基复合材料

原材料: 基体金属: 纯 Al; 反应盐: $\text{K}_2\text{ZrF}_6 + \text{KBF}_4$ 粉剂, 精炼脱气剂及扒渣剂;

制备过程分两步:

(一): 金属熔炼及粉体制备:

50Kg 纯 Al 在 60kW 工频熔铝炉中熔化升温到 900°C , 脱气、扒渣。所用试剂均在 $250^\circ\text{C} \sim 300^\circ\text{C}$ 下充分烘干, 其中, $\text{K}_2\text{ZrF}_6 + \text{KBF}_4$ 粉剂研磨成细粉 (粒度小于 200 目), 称量后装入喷吹罐, $\text{K}_2\text{ZrF}_6 + \text{KBF}_4$ 粉剂加入的重量为金属重量的 20%。

(二): 原位反应合成制备复合材料熔体:

装置如图 2, 精炼好且符合反应起始温度要求 (900°C) 的金属液从金属精炼保温炉倾入保温的复合材料熔池 1, 向熔池 1 内用 Ar 气喷枪 5 吹入 $\text{K}_2\text{ZrF}_6 + \text{KBF}_4$ 粉末, 喷粉结束后, 开启高频振荡磁场 4, 高频基准波频率 20kHz, 最大电流 80A, 振荡波频率 25Hz, 振

荡波波形为正弦波。然后将超声变幅杆 3 插入熔池，深度 5mm 左右，开启超声装置，超声场频率 20kHz，超声强度 10kW/m^2 ，超声处理时间 5min。超声结束后，高频磁场继续施加 3min，然后关闭磁场电源，熔体静置，待温度降到 730°C ，除渣， 720°C 时通过半连铸成直径 200mm 的圆坯。

复合材料熔体具有很好的流动性，制得的复合材料铸坯外表面光洁，内部组织致密，无疏松、缩孔等凝固组织缺陷，颗粒尺寸 $1\sim 5\mu\text{m}$ （图 4）。

实施例 3：低频搅拌磁场和超声场耦合作用下制备 $(\text{Al}_3\text{Zr}_{(s)} + \text{Al}_2\text{O}_{3(s)})$ 颗粒增强 Al 基复合材料

原材料：基体金属：纯 Al；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；

制备过程分两步：

（一）：金属熔炼及粉体制备：

50Kg 纯 Al 在 60kW 工频熔铝炉中熔化升温到 900°C ，脱气、扒渣。所用试剂均在 $250^\circ\text{C}\sim 300^\circ\text{C}$ 下充分烘干，其中 $\text{Zr}(\text{CO}_3)_2$ 研磨成细粉（粒度小于 200 目），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%。

（二）：原位反应合成制备复合材料熔体：

精炼好且符合反应起始温度要求（ 900°C ）的金属液从金属精炼保温炉倾入保温的复合材料熔池 3，向熔池内用 Ar 气喷枪吹入 $\text{Zr}(\text{CO}_3)_2$ 粉末，同时开启低频搅拌磁场，磁场的电磁参数为 10Hz，电流 280A，喷粉结束后，将超声变幅杆插入熔池，深度 5mm 左右，开启超声装置，超声场频率 20kHz，超声强度 10kW/m^2 ，超声处理时间 5min。超声结束后，继续搅拌 3min，然后静置，待温度降到 730°C ，除渣， 720°C 通过半连铸制得直径 200mm 的复合材料圆坯。

复合材料熔体具有很好的流动性，制得的复合材料铸坯外表面光洁，内部组织致密，无疏松、缩孔等凝固组织缺陷，颗粒尺寸 $1\sim 5\mu\text{m}$ （图 5）。

权利要求

- 1、一种磁场与超声场耦合作用下制备金属基原位复合材料的方法，包括将金属基熔体精炼后调整到反应起始温度，加入能与熔体原位反应生成颗粒相的反应物进行合成反应，待反应结束，静置到浇注温度后进行浇注；其特征在于：在反应合成过程中同时施加磁场和高能超声场，实现磁场磁和高能超声场耦合作用下合成内生颗粒增强金属基复合材料。
- 2、根据权利要求1所说的磁场与超声场耦合作用下制备金属基复合材料的方法，其特征在于，在反应合成过程中同时施加磁场和高能超声场的方式为：在保温耐火材料制成的熔池（1）内合成制备复合材料熔体（2），在熔池（1）上部插入高能超声变幅杆（3），对熔体（2）施加超声处理，在熔池（1）外侧施加磁场（4）。
- 3、根据权利要求2所说的磁场与超声场耦合作用下制备金属基复合材料的方法，其特征在于，操作过程具体是：金属基熔体精炼后调整到反应起始温度，加入能与熔体原位反应生成颗粒相的反应物粉剂，开启磁场稳定后，插入超声变幅杆到液面下 5~6mm，接通超声装置，超声处理时间 60s~600s，超声处理时间到后，停止超声设备，然后关掉磁场，静置熔体到浇注温度后进行浇注。
- 4、根据权利要求1所说的磁场与超声场耦合作用下制备金属基复合材料的方法，其特征在于，其中所说的磁场是强脉冲磁场、高频振荡磁场或低频交变磁场。
- 5、根据权利要求4所说的磁场与超声场耦合作用下制备金属基复合材料的方法，其特征在于，是在强脉冲磁场与高能超声场耦合作用下制备复合材料，强脉冲磁场的电磁参数范围为：脉冲电流频率 0.1Hz ~10Hz，脉冲电流密度为 $1\text{kA/m}^2 \sim 10\text{kA/m}^2$ ，充电电压：1kV~20 kV，线圈中心磁场强度 0.5~20 T；超声场的频率 10kHz~30kHz，超声强度 $0.5\text{kW/m}^2 \sim 60\text{ kW/m}^2$ 。
- 6、根据权利要求4所说的磁场与超声场耦合作用下制备金属基复合材料的方法，其特征在于，是在高频振荡磁场与高能超声场耦合作用下制备复合材料，高频振荡磁场的电磁参数范围为：高频基准波频率 10kHz ~30kHz，调幅振荡波频率为 1Hz~30Hz，功率范围 0~100kW，超声场的频率 10kHz~30kHz，超声强度 $0.5\text{kW/m}^2 \sim 60\text{ kW/m}^2$ 。
- 7、根据权利要求4所说的磁场与超声场耦合作用下制备金属基复合材料的方法，其特征在于，是在低频交变磁场与高能超声场耦合作用下制备复合材料；低频交变磁场的电磁参数范围：频率：0.1Hz~60Hz，工作电流：1A~10000A，超声场的频率 10kHz~30kHz，超声强度 $0.5\text{kW/m}^2 \sim 60\text{ kW/m}^2$ 。

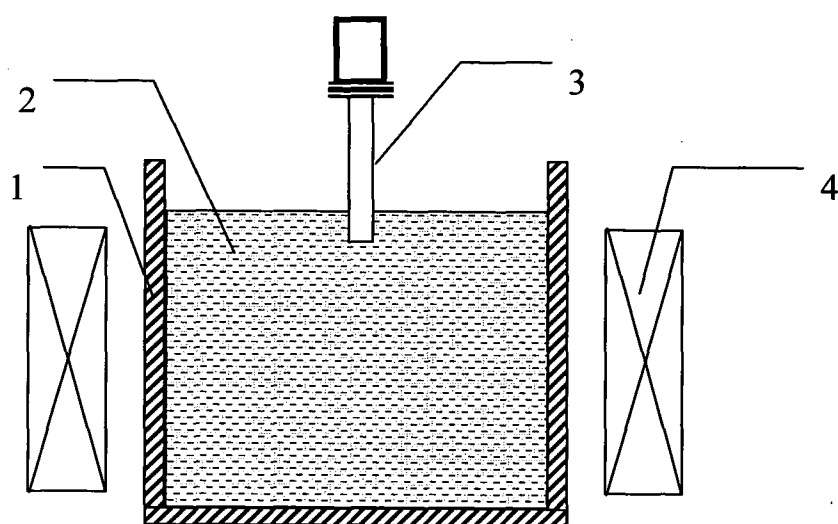


图 1

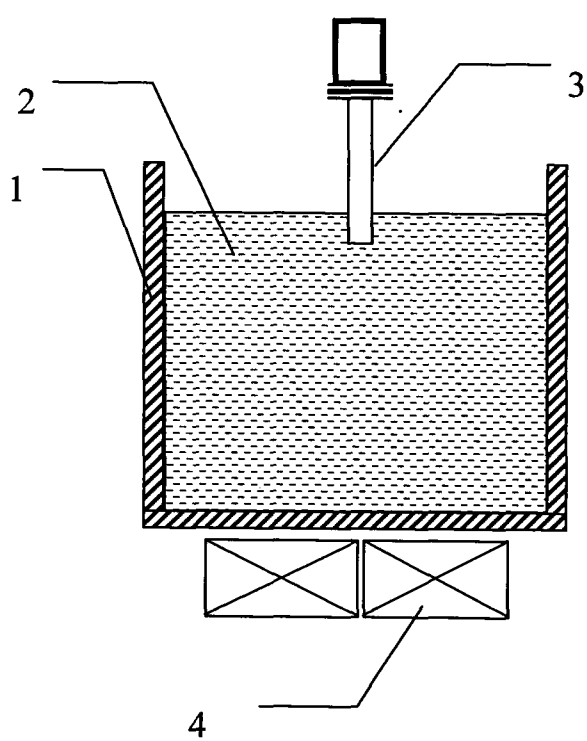


图 2

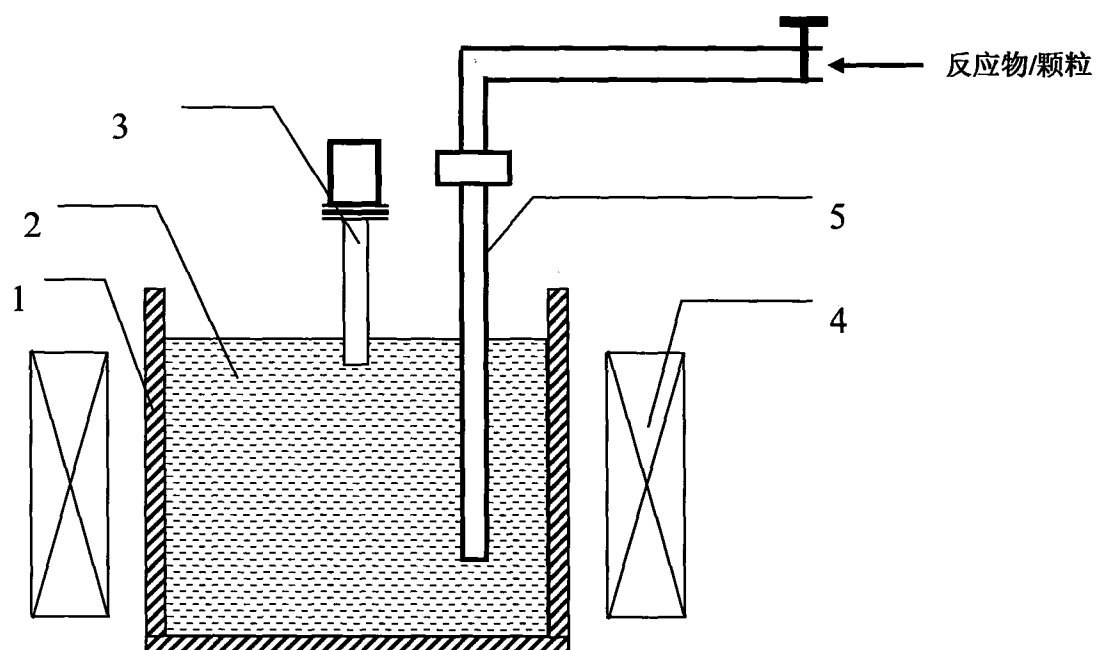
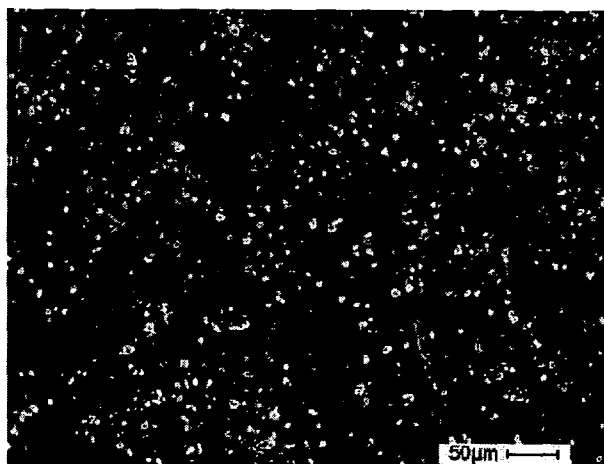


图 3

倍 SEM



高倍 SEM

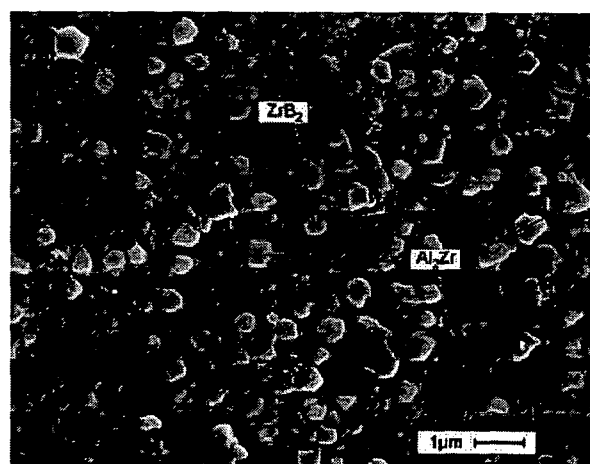
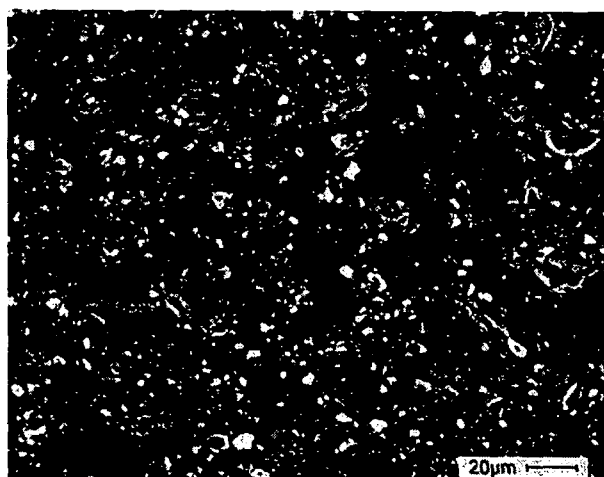


图 4

倍 SEM



高倍 SEM

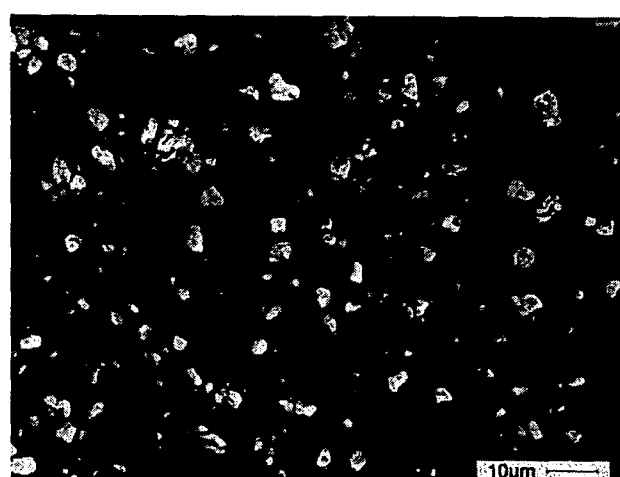
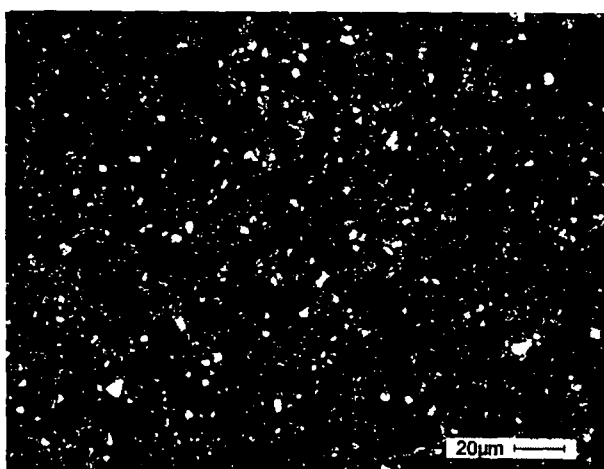


图 5

倍 SEM



高倍 SEM



图 6

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/CN2009/000252

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: B22D 11, C22F 3, B22D 27, B22D 1, C21D 10

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)

EPODOC, WPI, PAJ, CNPAT, CNKI :composit+, particle+, grain+, granular, in situ, melt+, fus+, electromagnetic+, magnetic+, supersonic+, ultrasonic+, react+

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US6253831 B1 (TOYOTA JIDOSHA KATUSHIKI KAISHA et al.)03 Jul.2001 (03.07.2001) claim5, description column 3 line 39- column 4 line 8, description column 4 line 11- column 6 line 20, example 3, Fig.1	1-7
A	CN101020973 A (DING Gang et al.) 22 Aug.2007 (22.08.2007) whole document	1-7
A	CN101199989 A (JIANG SU UNIVERSITY) 18 Jun.2008 (18.06.2008) whole document	1-7
A	CN1702188 A (LIAONING UNIVERSITY OF TECHNOLOGY) 30 Nov.2005 (30.11.2005) whole document	1-7

☒ 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 22 Jul.2009(22.07.2009)	Date of mailing of the international search report 13 Aug. 2009 (13.08.2009)
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 Peng min Telephone No. (86-10)62084759

INTERNATIONAL SEARCH REPORTInternational application No.
PCT/CN2009/000252

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP61140351 A (MITSUBISHI HEAVY IND CO LTD) 27 Jun.1986 (27.06.1986) whole document	1-7
A	JP9024441 A (KAWASAKI STEEL CORP) 28 Jan.1997 (28.01.1997) whole document	1-7
A	US2006096732 A1 (AGENCY OF IND SCI & TECHNOLOGY et al.) 11 May.2006 (11.05.2006) whole document	1-7
A	DE10020703 A1 (SMS DEMAG AG) 31 Oct.2001 (31.10.2001) whole document	1-7

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.
PCT/CN2009/000252

Patent Documents referred in the Report	Publication Date	Patent Family	Publication Date
US6253831 B1	03.07.2001	JP10306333 A	17.11.1998
		JP3421535 B2	30.06.2003
CN101020973 A	22.08.2007	NONE	
CN101199989 A	18.06.2008	NONE	
CN1702188 A	30.11.2005	CN1324159 C	04.07.2007
JP61140351 A	27.06.1986	NONE	
JP9024441 A	28.01.1997	JP3456311 B2	14.10.2003
US2006096732 A1	11.05.2006	JP11090615 A	06.04.1999
		JP3007947 B2	14.02.2000
DE10020703 A1	31.10.2001	NONE	

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/CN2009/000252

Continuation of : second sheet, A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

B22D 11/115 (2006.01) i

C22F 3/02 (2006.01) i

B22D 27/02 (2006.01) n

B22D 1/00 (2006.01) n

C21D 10/00 (2006.01) n

国际检索报告

国际申请号
PCT/CN2009/000252

A. 主题的分类

参见附加页

按照国际专利分类表(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: B22D 11, C22F 3, B22D 27 , B22D 1 , C21D 10

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))

EPODOC, WPI, PAJ, CNPAT, CNKI: 复合材料, 颗粒, 原位, 熔体, 磁性, 超声波, 反应, composit+, particle+, grain+, granular, in situ, melt+, fus+, electromagnetic+, magnetic+, supersonic+, ultrasonic+, react+

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	US6253831 B1 (TOYOTA JIDOSHA KATUSHIKI KAISHA 等)03.7月2001 (03.07.2001) 权利要求 5, 说明书第 3 栏第 39 行-第 4 栏第 8 行, 说明书第 4 栏第 11 行-第 6 栏第 20 行, 实施例 3, 图 1	1-7
A	CN101020973 A (丁刚 等) 22.8 月 2007 (22.08.2007) 全文	1-7
A	CN101199989 A (江苏大学) 18.6 月 2008 (18.06.2008) 全文	1-7
A	CN1702188 A (辽宁工学院) 30.11 月 2005 (30.11.2005) 全文	1-7
A	JP61140351 A (三菱重工业株式会社) 27.6 月 1986 (27.06.1986) 全文	1-7
A	JP9024441 A (川崎制铁株式会社) 28.1 月 1997 (28.01.1997) 全文	1-7

☒ 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

“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

22.7 月 2009 (22.07.2009)

国际检索报告邮寄日期

13.8 月 2009 (13.08.2009)

中华人民共和国国家知识产权局(ISA/CN)

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

彭敏

电话号码: (86-10) 62084759

C(续). 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
A	US2006096732 A1 (AGENCY OF IND SCI & TECHNOLOGY 等) 11.5 月 2006 (11.05.2006) 全文	1-7
A	DE10020703 A1 (SMS DEMAG AG) 31.10 月 2001 (31.10.2001) 全文	1-7

国际检索报告
关于同族专利的信息

国际申请号
PCT/CN2009/000252

检索报告中引用的 专利文件	公布日期	同族专利	公布日期
US6253831 B1	03.07.2001	JP10306333 A	17.11.1998
		JP3421535 B2	30.06.2003
CN101020973 A	22.08.2007	无	
CN101199989 A	18.06.2008	无	
CN1702188 A	30.11.2005	CN1324159 C	04.07.2007
JP61140351 A	27.06.1986	无	
JP9024441 A	28.01.1997	JP3456311 B2	14.10.2003
US2006096732 A1	11.05.2006	JP11090615 A	06.04.1999
		JP3007947 B2	14.02.2000
DE10020703 A1	31.10.2001	无	

续：第 2 页 A.主题的分类

B22D 11/115 (2006.01) i

C22F 3/02 (2006.01) i

B22D 27/02 (2006.01) n

B22D 1/00 (2006.01) n

C21D 10/00 (2006.01) n