



# (12)发明专利

(10)授权公告号 CN 106917009 B

(45)授权公告日 2018.11.23

(21)申请号 201710152644.6

G22C 1/05(2006.01)

(22)申请日 2017.03.15

G22C 1/10(2006.01)

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 106917009 A

(43)申请公布日 2017.07.04

(73)专利权人 武汉理工大学

地址 430070 湖北省武汉市洪山区珞狮路  
122号

(72)发明人 王浩 杨小剑 许建航

(74)专利代理机构 湖北武汉永嘉专利代理有限  
公司 42102

代理人 王守仁

(51)Int.Cl.

G22C 21/00(2006.01)

G22C 32/00(2006.01)

(56)对比文件

US 5037102 ,1991.08.06,全文.

JP 特开平6-192767 A,1994.07.12,全文.

CN 102191398 A,2011.09.21,全文.

CN 105714137 A,2016.06.29,全文.

CN 103194630 A,2013.07.10,全文.

黎文献等.SiCp/6066铝基复合材料铸态组  
织和性能.《中南工业大学学报》.2000,第31卷  
(第3期),第253-256页.

审查员 杨冰

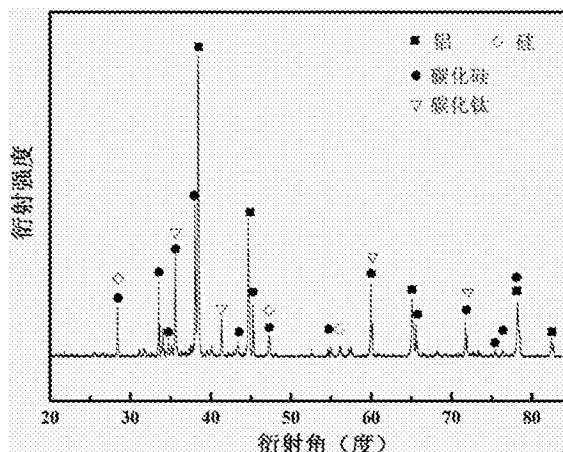
权利要求书2页 说明书8页 附图1页

(54)发明名称

一种高体积分数的SiC增强Al基复合材料的制  
备方法

(57)摘要

本发明是一种高体积分数的SiC颗粒增强Al  
基复合材料的制备方法,包括SiC粉体的氧化处  
理、TiO<sub>2</sub>溶胶的制备、SiC粉体表面涂覆、还原气  
氛下高温煅烧、混料、成型、Ar气氛保护烧结和冷  
却步骤。本发明制备工艺简单,有效的提高了SiC  
颗粒与熔融金属Al间的界面结合,避免了不利的  
界面反应出现,降低了传统采用粉末冶金方法致  
密度不高的不足,最终制备出的SiC颗粒增强Al  
基复合材料性能优异,例如抗弯强度为181.7-  
203.5Mpa、致密率为91.0%-95.3%、体积分数为  
56.5%。



1. 一种高体积分数SiC增强Al基复合材料的制备方法,其特征在于包括以下步骤:

(1) SiC粉体的氧化处理:

将SiC粉体放置高温电炉中,1100-1200℃下氧化处理2-3h,使其表面形成一层致密的SiO<sub>2</sub>层;

(2) TiO<sub>2</sub>溶胶的制备:

将水和酒精按照质量比1:9-11配置成混合溶液,其中水的质量为5-8g,加入冰醋酸调节pH值至2-4,在其中取10-12g混合溶液,将钛酸丁酯和混合溶液按照质量比6-9:1混合,经水浴加热及搅拌后,得到透明稳定的TiO<sub>2</sub>溶胶;

(3) SiC粉体表面涂覆:

将TiO<sub>2</sub>溶胶与PVB的混合溶胶按照加入SiC粉体质量的10-15%加入到氧化处理后的SiC粉体中,用KNM型快速研磨机混料2-4h;

(4) 还原气氛下高温煅烧:

将经过上述处理后的SiC粉体置于还原气氛下进行热处理,得到形貌致密的TiO<sub>2</sub>-C复合层;

(5) 混料:

设置氧化处理后的SiC粉体占混合原料的体积分数为50-65%,金属Al粉占混合原料的体积分数为30-49%,向原料中添加不同百分含量的烧结助剂,将混合原料放置KNM型快速研磨机中混合2-4h,得到均匀性良好的混合原料;

(6) 成型:

向均匀性良好混合原料中加入5-8wt%PVB,搅拌均匀后,100-110℃干燥处理1-2h,用粉末压片机压制成型形成预成体,再将预成体用冷等静压器处理1-2h,得到SiC增强Al基复合材料生胚;

(7) Ar气氛保护烧结:

将SiC增强Al基复合材料生胚放置管式气氛炉中,设置烧结温度为1050-1150℃,Ar气氛下保护烧结,升温速率3-4℃/min,到达预定烧结温度后保温2-3h,得到SiC增强Al基复合材料预成品;

(8) 冷却:

将SiC增强Al基复合材料预成品自然冷却至660-670℃,保温1-3h,随炉冷却,待其冷却至室温,取出样品,得到SiC颗粒增强铝基复合材料成品。

2. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于步骤(1)中所述SiC粉体粒径分别为600目、300目、150目,按照质量比为1:1-1.2:2-2.4配料。

3. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于步骤(2)中,水浴加热30-40℃,搅拌2-4h。

4. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于步骤(3)中,得到SiC粉体表面上涂覆的复合层为TiO<sub>2</sub>溶胶与PVB的混合溶胶复合层。

5. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于步骤(4)中,热处理工艺为:以4-5℃/min从室温升温到450-460℃,保温1-2h,再以4-5℃/min升温至800-850℃,保温2-4h。

6. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于步骤(5)中,以Na<sub>3</sub>AlF<sub>6</sub>作为烧结助剂,添加的烧结助剂量为1wt%-5wt%。

7. 权利要求1至6中任一所述方法制备的SiC增强Al基复合材料,其特征在于该复合材料的抗弯强度为181.7-203.5Mpa,致密率为91.0%-95.3%。

8. 根据权利要求7所述的SiC增强Al基复合材料,其特征在于该复合材料在电子封装、航空航天、化工或军工领域中的应用。

## 一种高体积分数SiC增强Al基复合材料的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及金属基复合材料材料领域,具体涉及一种高体积分数的SiC颗粒增强Al基复合材料的制备方法。

### 背景技术

[0002] 碳化硅(SiC)具有高熔点、高机械强度、高热稳定性、良好的化学稳定性、低热膨胀系数等优良的性能;Al具有许多突出的优点,如可塑性好、质量轻、工艺技术容易掌握,易于加工等,结合二者的优势制备出的高体积分数SiC增强Al基复合材料具有比强度和比刚度高、高温性能好、耐疲劳和耐磨、阻尼性能好、热膨胀系数低、高电导率等特点,成为当下最具前途的新型结构材料之一,在电子封装、航空航天、化工、军工等领域有着广泛的应用。

[0003] 目前,常见的高体积分数的SiC颗粒增强Al基复合材料的制备方法有粉末冶金法、挤压铸造法、真空压力渗透法等。

[0004] 张强等增强体选择了粒径分别为20、40和60 $\mu\text{m}$ 的3种 $\alpha$ -SiC颗粒,基体合金为LD11铝合金(主要化学成分11.99%Si,0.5%~1.3%Cu,0.8%~1.3%Mg,1.0%Fe,0.5%~1.3%Ni,其余为Al)以电子封装为应用对象,通过合理选择一定粒径分布的SiC颗粒,采用挤压铸造方法制备了SiC颗粒体积分数分别为50%、60%和70%的3种SiC<sub>p</sub>/Al复合材料。(张强,陈国钦,武高辉,等.含高体积分数SiC<sub>p</sub>的铝基复合材料制备与性能[J].中国有色金属学报,2003,13(5):1180-1183.)

[0005] 庆平王等采用合金化的方式和无压浸渗法制备出了高体积分数SiC的SiC<sub>p</sub>/Al复合材料。其研究发现以酸洗过的SiC颗粒及造孔剂Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>·9H<sub>2</sub>O为主要原料,采用硬脂酸锌作为润滑剂,水玻璃作为粘接剂并以Al-10Si-8Mg合金为基体制备的复合材料组织均匀,致密度好,无明显气孔缺陷;界面反应产物为Mg<sub>2</sub>Si、MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>和Fe,其弯曲强度高于以Al-10Si合金为基体制备的复合材料的弯曲强度。(庆平王,玉程吴,洪雨,等.含高体积分数SiC<sub>p</sub>的Al复合材料微观组织及弯曲性能[J].中国有色金属学报.)

[0006] 陈成等以绿色SiC颗粒(纯度>99%,平均粒径为30 $\mu\text{m}$ )、Al粉和Si粉的混合物(Al-10%(质量分数)Si合金粉,平均粒径为75 $\mu\text{m}$ )为原料。通过对SiC颗粒进行表面改性处理,并向Al基体中添加Si元素合金化,采用真空压力渗透法(热压烧结方法)制备了Al-10Si-50%(质量分数)SiC复合材料,研究了复合材料的微观组织和导热性能。(陈成,张国玲,于化顺,等.高体积分数SiC<sub>p</sub>/Al-Si复合材料的微观组织与导热性能[J].功能材料,2012,43(19):2675-2679.)

[0007] 上述几种方法中,挤压铸造法容易出现气体或夹杂物,缺陷比较多,需增强颗粒需预先制成预成型体,预成型体对产品质量影响大,模具造价高,而且复杂零件的生产比较困难。真空压力浸渗法需要专门的设备以提供高压和真空,设备成本高,且难以精确控制其体积分数。与其他方法相比,粉末冶金法制备的SiC增强Al基复合材料具有成分比例准确、增强体在Al基中分布均匀、烧结温度低等优点,但其制备工艺过程中需要在稀有气体保护下烧结,Al液的粘度较大,气体并难以排出,烧结后产生较多孔隙;此外,烧结时间较长,容易

出现各种不利的界面反应,使得制备的SiC增强Al基复合材料界面结合状态不佳、组织均匀性差,即便对其进行二次加工,在后续处理过程中孔隙依然不易消除,界面结合状态难以得到有效改善,导致所制的SiC增强Al基复合材料孔隙率较高、力学性能不佳。此外,二次加工使得制备周期加长、工艺复杂程度和成本增加。这些都制约了粉末冶金法制备SiC增强Al基复合材料的大规模应用。

#### 发明内容:

[0008] 本发明所要解决的技术问题是:鉴于现制备高体积分数的SiC颗粒增强Al基复合材料所存在的技术缺限和不足,提供一种制备成本相对低廉,工艺流程简化, SiC颗粒与熔融Al界面结合性提高,最终获得强度较高、低孔隙率、高体积分数的SiC增强Al基复合材料的方法,且适宜工业化大规模生产。

[0009] 本发明解决其技术问题采用以下的技术方案:

[0010] 本发明提供的高体积分数SiC增强Al基复合材料的制备方法,包括以下步骤:

[0011] (1) SiC粉体的氧化处理:

[0012] 将SiC粉体放置高温电炉中,1100-1200℃下氧化处理2-3h,使其表面形成一层致密的SiO<sub>2</sub>层;

[0013] (2) TiO<sub>2</sub>溶胶的制备:

[0014] 将水和酒精按照质量比1:9-11配置成混合溶液,其中水的质量为5-8g,加入冰醋酸调节pH值至2-4,在其中取10-12g混合溶液,将钛酸丁酯和混合溶液按照质量比6-9:1混合,经水浴加热及搅拌后,得到透明稳定的TiO<sub>2</sub>溶胶;

[0015] (3) SiC粉体表面涂覆:

[0016] 将TiO<sub>2</sub>溶胶与PVB的混合溶胶按照加入SiC粉体质量的10-15%加入到氧化处理后的SiC粉体中,用KNM型快速研磨机混料2-4h;

[0017] (4) 还原气氛下高温煅烧:

[0018] 将经过上述处理后的SiC粉体置于还原气氛下进行热处理,得到形貌致密的TiO<sub>2</sub>-C复合层;

[0019] (5) 混料:

[0020] 设置氧化处理后的SiC粉体占混合原料的体积分数为50-65%,金属Al粉占混合原料的体积分数为30-49%,向原料中添加不同百分含量的烧结助剂,将混合原料放置KNM型快速研磨机中混合2-4h,得到均匀性良好的混合原料;

[0021] (6) 成型:

[0022] 向均匀性良好混合原料中加入5-8wt%PVB,搅拌均匀后,100-110℃干燥处理1-2h,用粉末压片机压制成型形成预成体,再将预成体用冷等静压器处理1-2h,得到SiC增强Al基复合材料生胚;

[0023] (7) Ar气氛保护烧结:

[0024] 将SiC增强Al基复合材料生胚放置管式气氛炉中,设置烧结温度为1050-1150℃,Ar气氛下保护烧结,升温速率3-4℃/min,到达预定烧结温度后保温2-3h,得到SiC增强Al基复合材料预成品;

[0025] (8) 冷却:

[0026] 将SiC增强Al基复合材料预成品自然冷却至660-670℃,保温1-3h,随炉冷却,待其冷却至室温,取出样品,得到SiC颗粒增强铝基复合材料成品。

[0027] 上述步骤(1)中,所述SiC粉体粒径分别为600目、300目、150目,按照质量比为1:1-1.2:2-2.4配料。

[0028] 上述步骤(2)中,水浴加热30-40℃,搅拌2-4h。

[0029] 上述步骤(3)中,得到SiC粉体表面上涂覆的复合层为TiO<sub>2</sub>溶胶与PVB的混合溶胶复合层。

[0030] 上述步骤(4)中,热处理工艺为:以4-5℃/min从室温升温到450-460℃,保温1-2h,再以4-5℃/min升温至800-850℃,保温2-4h。

[0031] 上述步骤(5)中,以Na<sub>3</sub>AlF<sub>6</sub>作为烧结助剂。添加的烧结助剂量为1wt%-5wt%。

[0032] 本发明方法制备的SiC增强Al基复合材料,其技术参数为:181.7-203.5Mpa、致密率为91.0%-95.3%。

[0033] 本发明方法制备的SiC增强Al基复合材料,其在电子封装、航空航天、化工或军工领域中的应用。

[0034] 本发明的基本机理为:在烧结温度为1050-1150℃,Ar气氛保护下,SiC颗粒表面的TiO<sub>2</sub>-C复合层与熔融Al在界面处发生了有利于SiC颗粒增强Al基复合材料界面结合的反应, $4Al(l) + 3TiO_2(s) + 3C(s) = 2Al_2O_3(s) + 3TiC(s)$ ,且反应产物中的TiC与熔融Al的润湿性良好,致使熔融Al与SiC颗粒间的界面结合性能进一步提高,材料的致密度增加。此外,原料中添加的适量的Na<sub>3</sub>AlF<sub>6</sub>破坏了Al液表面的Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>膜,促进Al的熔融;使得SiC颗粒表面的TiO<sub>2</sub>-C复合层即使被熔融Al完全破坏,多余的熔融Al与SiC表面的SiO<sub>2</sub>膜也会发生有利于界面结合的反应,从而提高SiC颗粒增强Al基复合材料的力学性能,同时降低其孔隙率。最终制备出高强度、高致密度、高体积分数的SiC颗粒增强Al基复合材料。

[0035] 本发明与现有SiC颗粒增强Al基复合材料制备技术相比,具有以下的主要优点:

[0036] 1、制备工艺简单,所制备的SiC颗粒增强Al基复合材料中SiC颗粒的体积分数较大、成分比例准确、增强体在Al基中分布均匀、烧结温度低、制作成本低廉。

[0037] 2、采用表面改性的方式,在110-1200℃氧化后SiC粉体的表面涂覆TiO<sub>2</sub>-C复合层,有效的提高了SiC颗粒与熔融金属Al间的界面结合。

[0038] 3、利用冰晶石(Na<sub>3</sub>AlF<sub>6</sub>)能够破坏金属Al粉表面的Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>膜的特点,通过控制加入原料中的Na<sub>3</sub>AlF<sub>6</sub>百分比含量达到控制SiC颗粒与熔融Al间的界面结合进程,避免不利的界面反应出现,降低了传统采用粉末冶金方法致密度不高的不足。

[0039] 4、最终制备出抗弯强度为181.7-203.5Mpa、致密率为91.0%-95.3%、体积分数为56.5%的SiC颗粒增强Al基复合材料。

[0040] 国内外大量的研究基本集中在低中体积分数的SiC增强Al基复合材料的研制开发,且部分技术多趋于成熟,而在高体积分数的SiC增强Al基复合材料的研究上进展缓慢。与低中体积分数的SiC增强Al基复合材料相比较,高体积分数的SiC增强Al基复合材料(≥50vol%)原材料具有的优势有:原料成本低,可近净成形复杂形状的构件,可以满足先进电子构件的轻量化、低成本化、高功率密度、高可靠性和长寿命设计要求,使得微波集成电路、大功率模块、微处理器盖板和高亮度发光二极管(LED)等在电子封装、航空航天、军工等领域有着广泛的应用。

## 附图说明

[0041] 图1是本发明材料中添加1wt%Na<sub>3</sub>AlF<sub>6</sub>的SiC颗粒增强Al基复合材料样品XRD图谱。

[0042] 图2是本发明材料中添加1wt%Na<sub>3</sub>AlF<sub>6</sub>的SiC颗粒增强Al基复合材料样品SEM图谱。

## 具体实施方式

[0043] 下面结合实施例及附图对本发明作进一步说明,但不限定本发明。

[0044] 实施例1:

[0045] 1、SiC粉体的氧化处理:

[0046] 将SiC粉体(粒径分别为600目、300目、150目,按照质量比1:1:2配料)放置高温电炉中,1100℃下氧化处理2h,使其表面形成一层致密的SiO<sub>2</sub>层。

[0047] 2、TiO<sub>2</sub>溶胶的制备:

[0048] 将水和酒精按照质量比1:9配置成混合溶液,其中水的质量为5g,加入冰醋酸(CH<sub>3</sub>COOH)调节pH值至2,在其中取12g混合溶液,将钛酸丁酯(C<sub>16</sub>H<sub>36</sub>O<sub>4</sub>Ti)和混合溶液按照质量比6:1混合,水浴加热(30℃)并搅拌2h后,得到透明稳定的TiO<sub>2</sub>溶胶。

[0049] 3、SiC粉体表面涂覆:将TiO<sub>2</sub>溶胶与PVB的混合溶胶按照加入SiC粉体质量的10%加入到氧化处理后的SiC粉体中,用KNM型快速研磨机混料2h。

[0050] 4、还原气氛下高温煅烧:将经过上述处理后的SiC粉体置于还原气氛下进行热处理(以5℃/min从室温升温到450℃,保温1h,再以5℃/min升温至800℃,保温2h),得到形貌致密的TiO<sub>2</sub>-C复合层。

[0051] 5、混料:设置氧化处理后的SiC占混合原料的体积分数为50%,金属Al粉占混合原料的体积分数为49%,Na<sub>3</sub>AlF<sub>6</sub>的添加量为混合原料的1wt%,将混合原料放置KNM型快速研磨机中混合2h,得到均匀性良好的混合原料。

[0052] 6、成型:向均匀性良好混合原料中加入5wt%PVB,搅拌均匀后,100℃干燥处理1h,用粉末压片机压制成型形成预成体,再将预成体用冷等静压器处理1h,得到SiC增强Al基复合材料生胚。

[0053] 7、Ar气氛保护烧结:

[0054] 将SiC增强Al基复合材料生胚放置管式气氛炉中,设置烧结温度为1050℃,Ar气氛下保护烧结,升温速率3℃/min,到达预定温度后保温2h,得到SiC增强Al基复合材料预成品。

[0055] 8、冷却:

[0056] 将SiC增强Al基复合材料预成品自然冷却至660℃,保温1h,随炉冷却,待其冷却至室温,取出样品,得到SiC颗粒增强铝基复合材料成品。

[0057] 9、实验测试:

[0058] 所得到的SiC颗粒增强铝基复合材料成品的抗弯强度为181.7Mpa、致密率为91.0%。

[0059] 实施例2:

[0060] 1、SiC粉体的氧化处理:

[0061] 将SiC粉体(粒径分别为600目、300目、150目,按照质量比1:1.2:2.4配料)放置高

温电炉中,1200℃下氧化处理3h,使其表面形成一层致密的SiO<sub>2</sub>层。

[0062] 2、TiO<sub>2</sub>溶胶的制备:

[0063] 将水和酒精按照质量比1:11配置成混合溶液,其中水的质量为8g,加入冰醋酸(CH<sub>3</sub>COOH)调节pH值至4,在其中取12g混合溶液,将钛酸丁酯(C<sub>16</sub>H<sub>36</sub>O<sub>4</sub>Ti)和混合溶液按照质量比9:1混合,水浴加热(40℃)并搅拌4h后,得到透明稳定的TiO<sub>2</sub>溶胶。

[0064] 3、SiC粉体表面涂覆:将TiO<sub>2</sub>溶胶与PVB的混合溶胶按照加入SiC粉体质量的15%加入到氧化处理后的SiC粉体中,用KNM型快速研磨机混料4h。

[0065] 4、还原气氛下高温煅烧:将经过上述处理后的SiC粉体置于还原气氛下进行热处理(以5℃/min从室温升温到460℃,保温2h,再以5℃/min升温至850℃,保温4h),得到形貌致密的TiO<sub>2</sub>-C复合层。

[0066] 5、混料:设置氧化处理后的SiC占混合原料的体积分数为65%,金属Al粉占混合原料的体积分数为30%,Na<sub>3</sub>AlF<sub>6</sub>的添加量为混合原料的5wt%,将混合原料放置KNM型快速研磨机中混合2-4h,得到均匀性良好的混合原料。

[0067] 6、成型:向均匀性良好混合原料中加入8wt%PVB,搅拌均匀后,110℃干燥处理2h,用粉末压片机压制成型形成预成体,再将预成体用冷等静压器处理2h,得到SiC增强Al基复合材料生胚。

[0068] 7、Ar气氛保护烧结:

[0069] 将SiC增强Al基复合材料生胚放置管式气氛炉中,设置烧结温度为1150℃,Ar气氛下保护烧结,升温速率4℃/min,到达预定温度后保温3h,得到SiC增强Al基复合材料预成品。

[0070] 8、冷却:

[0071] 将SiC增强Al基复合材料预成品自然冷却至670℃,保温3h,随炉冷却,待其冷却至室温,取出样品,得到SiC颗粒增强铝基复合材料成品。

[0072] 9、实验测试:

[0073] 所得到的SiC颗粒增强铝基复合材料成品的抗弯强度为203.5Mpa、致密率为95.3%。

[0074] 实施例3:

[0075] 1、SiC粉体的氧化处理:

[0076] 将SiC粉体(粒径分别为600目、300目、150目,按照质量比1:1.1:2配料)放置高温电炉中,1200℃下氧化处理2h,使其表面形成一层致密的SiO<sub>2</sub>层。

[0077] 2、TiO<sub>2</sub>溶胶的制备:

[0078] 将水和酒精按照质量分数1:10配置成混合溶液,其中水的质量为8g,加入冰醋酸(CH<sub>3</sub>COOH)调节pH值至4,在其中取12g混合溶液,将钛酸丁酯(C<sub>16</sub>H<sub>36</sub>O<sub>4</sub>Ti)和混合溶液按照7:1混合,水浴加热(40℃)并搅拌2h后,得到透明稳定的TiO<sub>2</sub>溶胶。

[0079] 3、SiC粉体表面涂覆:将TiO<sub>2</sub>溶胶与PVB的混合溶胶按照加入SiC粉体质量的12%加入到氧化处理后的SiC粉体中,用KNM型快速研磨机混料3h。

[0080] 4、还原气氛下高温煅烧:将经过上述处理后的SiC粉体置于还原气氛下进行热处理(以5℃/min从室温升温到450℃,保温2h,再以5℃/min升温至800℃,保温2h),得到形貌致密的TiO<sub>2</sub>-C复合层。



[0081] 5、混料:设置氧化处理后的SiC占混合原料的体积分数为55%,金属Al粉占混合原料的体积分数为40%, $\text{Na}_3\text{AlF}_6$ 的添加量为混合原料的5wt%,将混合原料放置KNM型快速研磨机中混合2h,得到均匀性良好的混合原料。

[0082] 6、成型:向均匀性良好混合原料中加入5wt%PVB,搅拌均匀后,100℃干燥处理2h,用粉末压片机压制成型形成预成体,再将预成体用冷等静压器处理2h,得到SiC增强Al基复合材料生胚。

[0083] 7、Ar气氛保护烧结:

[0084] 将SiC增强Al基复合材料生胚放置管式气氛炉中,设置烧结温度为1150℃,Ar气氛下保护烧结,升温速率4℃/min,到达预定温度后保温2h,得到SiC增强Al基复合材料预成品。

[0085] 8、冷却:

[0086] 将SiC增强Al基复合材料预成品自然冷却至670℃,保温1,随炉冷却,待其冷却至室温,取出样品,得到SiC颗粒增强铝基复合材料成品。

[0087] 9、实验测试:

[0088] 所得到的SiC颗粒增强铝基复合材料成品的抗弯强度为192.4Mpa、致密率为92.3%。

[0089] 实施例4:

[0090] 1、SiC粉体的氧化处理:

[0091] 将SiC粉体(粒径分别为600目、300目、150目,按照质量比1:1:2.4配料)放置高温电炉中,1150℃下氧化处理2h,使其表面形成一层致密的 $\text{SiO}_2$ 层。

[0092] 2、 $\text{TiO}_2$ 溶胶的制备:

[0093] 将水和酒精按照质量分数1:9配置成混合溶液,其中水的质量为8g,加入冰醋酸( $\text{CH}_3\text{COOH}$ )调节pH值至3,在其中取12g混合溶液,将钛酸丁酯( $\text{C}_{16}\text{H}_{36}\text{O}_4\text{Ti}$ )和混合溶液按照7:1混合,水浴加热(30℃)并搅拌4h后,得到透明稳定的 $\text{TiO}_2$ 溶胶。

[0094] 3、SiC粉体表面涂覆:将 $\text{TiO}_2$ 溶胶与PVB的混合溶胶按照加入SiC粉体质量的11%加入到氧化处理后的SiC粉体中,用KNM型快速研磨机混料3h。

[0095] 4、还原气氛下高温煅烧:将经过上述处理后的SiC粉体置于还原气氛下进行热处理(以5℃/min从室温升温到460℃,保温2h,再以5℃/min升温至800℃,保温3h),得到形貌致密的 $\text{TiO}_2$ -C复合层。

[0096] 5、混料:设置氧化处理后的SiC占混合原料的体积分数为60%,金属Al粉占混合原料的体积分数为38%, $\text{Na}_3\text{AlF}_6$ 的添加量为混合原料的2wt%,将混合原料放置KNM型快速研磨机中混合4h,得到均匀性良好的混合原料。

[0097] 6、成型:向均匀性良好混合原料中加入7wt%PVB,搅拌均匀后,108℃干燥处理1h,用粉末压片机压制成型形成预成体,再将预成体用冷等静压器处理1-2h,得到SiC增强Al基复合材料生胚。

[0098] 7、Ar气氛保护烧结:

[0099] 将SiC增强Al基复合材料生胚放置管式气氛炉中,设置烧结温度为1050℃,Ar气氛下保护烧结,升温速率3℃/min,到达预定温度后保温3h,得到SiC增强Al基复合材料预成品。

[0100] 8、冷却:

[0101] 将SiC增强Al基复合材料预成品自然冷却至660℃,保温2h,随炉冷却,待其冷却至室温,取出样品,得到SiC颗粒增强铝基复合材料成品。

[0102] 9、实验测试:

[0103] 所得到的SiC颗粒增强铝基复合材料成品的抗弯强度为193.6Mpa、致密率为94.2%。

[0104] 实施例5:

[0105] 1、SiC粉体的氧化处理:

[0106] 将SiC粉体(粒径分别为600目、300目、150目,按照质量比1:1.2:2.2配料)放置高温电炉中,1100℃下氧化处理3h,使其表面形成一层致密的SiO<sub>2</sub>层。

[0107] 2、TiO<sub>2</sub>溶胶的制备:

[0108] 将水和酒精按照质量分数1:9-11配置成混合溶液,其中水的质量为8g,加入冰醋酸(CH<sub>3</sub>COOH)调节pH值至2,在其中取12g混合溶液,将钛酸丁酯(C<sub>16</sub>H<sub>36</sub>O<sub>4</sub>Ti)和混合溶液按照8:1混合,水浴加热(40℃)并搅拌2h后,得到透明稳定的TiO<sub>2</sub>溶胶。

[0109] 3、SiC粉体表面涂覆:将TiO<sub>2</sub>溶胶与PVB的混合溶胶按照加入SiC粉体质量的13%加入到氧化处理后的SiC粉体中,用KNM型快速研磨机混料4h。

[0110] 4、还原气氛下高温煅烧:将经过上述处理后的SiC粉体置于还原气氛下进行热处理(以4℃/min从室温升温到450℃,保温2h,再以4℃/min升温至850℃,保温3h),得到形貌致密的TiO<sub>2</sub>-C复合层。

[0111] 5、混料:设置氧化处理后的SiC占混合原料的体积分数为57%,金属Al粉占混合原料的体积分数为39%,Na<sub>3</sub>AlF<sub>6</sub>的添加量为混合原料的4wt%,将混合原料放置KNM型快速研磨机中混合3h,得到均匀性良好的混合原料。

[0112] 6、成型:向均匀性良好混合原料中加入6wt%PVB,搅拌均匀后,100℃干燥处理2h,用粉末压片机压制成型形成预成体,再将预成体用冷等静压器处理2h,得到SiC增强Al基复合材料生胚。

[0113] 7、Ar气氛保护烧结:

[0114] 将SiC增强Al基复合材料生胚放置管式气氛炉中,设置烧结温度为1050-1150℃,Ar气氛下保护烧结,升温速率3℃/min,到达预定温度后保温3h,得到SiC增强Al基复合材料预成品。

[0115] 8、冷却:

[0116] 将SiC增强Al基复合材料预成品自然冷却至670℃,保温3h,随炉冷却,待其冷却至室温,取出样品,得到SiC颗粒增强铝基复合材料成品。

[0117] 9、实验测试:

[0118] 所得到的SiC颗粒增强铝基复合材料成品的抗弯强度为192.6Mpa、致密率为92.6%。

[0119] 实施例6:

[0120] 1、SiC粉体的氧化处理:

[0121] 将SiC粉体(粒径分别为600目、300目、150目,按照质量比1:1.2:2.4配料)放置高温电炉中,1150℃下氧化处理2h,使其表面形成一层致密的SiO<sub>2</sub>层。

[0122] 2、TiO<sub>2</sub>溶胶的制备:

[0123] 将水和酒精按照质量分数1:11配置成混合溶液,其中水的质量为8g,加入冰醋酸(CH<sub>3</sub>COOH)调节pH值至4,在其中取12g混合溶液,将钛酸丁酯(C<sub>16</sub>H<sub>36</sub>O<sub>4</sub>Ti)和混合溶液按照8:1混合,水浴加热(40℃)并搅拌3h后,得到透明稳定的TiO<sub>2</sub>溶胶。

[0124] 3、SiC粉体表面涂覆:将TiO<sub>2</sub>溶胶与PVB的混合溶胶按照加入SiC粉体质量的14%加入到氧化处理后的SiC粉体中,用KNM型快速研磨机混料2h。

[0125] 4、还原气氛下高温煅烧:将经过上述处理后的SiC粉体置于还原气氛下进行热处理(以5℃/min从室温升温到450℃,保温2h,再以4℃/min升温至850℃,保温3h),得到形貌致密的TiO<sub>2</sub>-C复合层。

[0126] 5、混料:设置氧化处理后的SiC占混合原料的体积分数为53%,金属Al粉占混合原料的体积分数为42%,Na<sub>3</sub>AlF<sub>6</sub>的添加量为混合原料的4wt%,将混合原料放置KNM型快速研磨机中混合4h,得到均匀性良好的混合原料。

[0127] 6、成型:向均匀性良好混合原料中加入6wt%PVB,搅拌均匀后,110℃干燥处理1h,用粉末压片机压制成型形成预成体,再将预成体用冷等静压器处理1h,得到SiC增强Al基复合材料生胚。

[0128] 7、Ar气氛保护烧结:

[0129] 将SiC增强Al基复合材料生胚放置管式气氛炉中,设置烧结温度为1000℃,Ar气氛下保护烧结,升温速率4℃/min,到达预定温度后保温2h,得到SiC增强Al基复合材料预成品。

[0130] 8、冷却:

[0131] 将SiC增强Al基复合材料预成品自然冷却至670℃,保温2h,随炉冷却,待其冷却至室温,取出样品,得到SiC颗粒增强铝基复合材料成品。

[0132] 9、实验测试:

[0133] 所得到的SiC颗粒增强铝基复合材料成品的抗弯强度为198.9Mpa、致密率为94.6%。

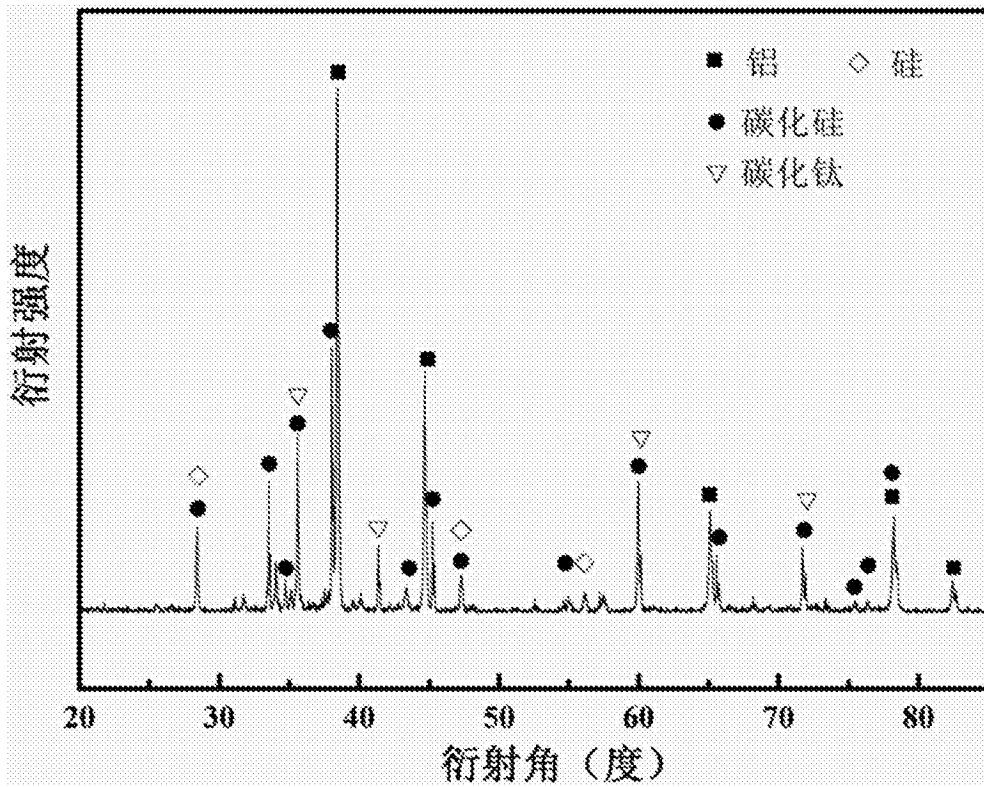


图1

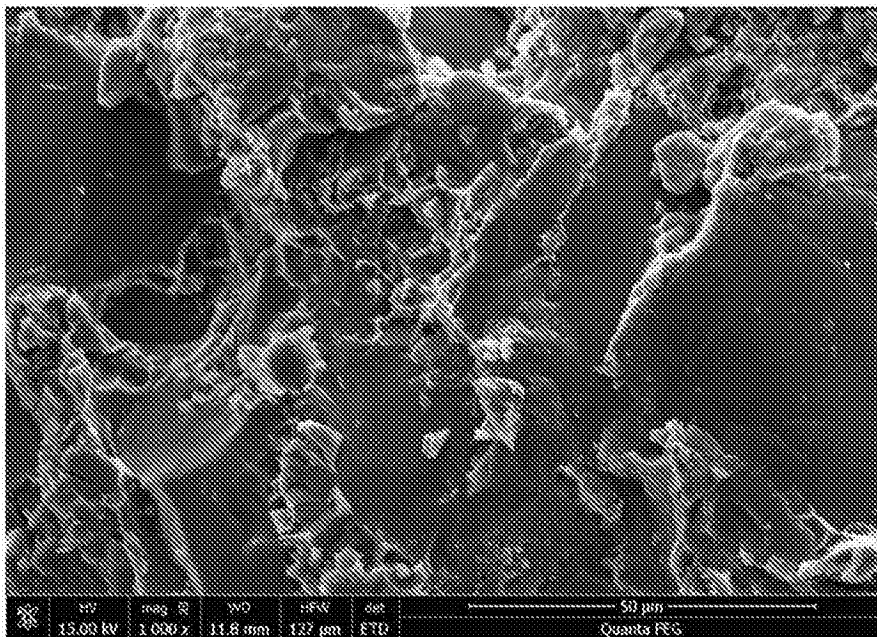


图2