



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 119753473 A

(43) 申请公布日 2025. 04. 04

(21) 申请号 202510037372.X

B22F 3/14 (2006.01)

(22) 申请日 2025.01.09

B22F 1/105 (2022.01)

(71) 申请人 燕山大学

地址 066000 河北省秦皇岛市河北大街西  
段438号

(72) 发明人 邹芹 李艳国 李园园

(74) 专利代理机构 镇江信众合一专利代理事务  
所(普通合伙) 32407

专利代理师 张杰

(51) Int. Cl.

G22C 29/06 (2006.01)

G22C 29/00 (2006.01)

G22C 1/051 (2023.01)

B22F 9/04 (2006.01)

B22F 3/105 (2006.01)

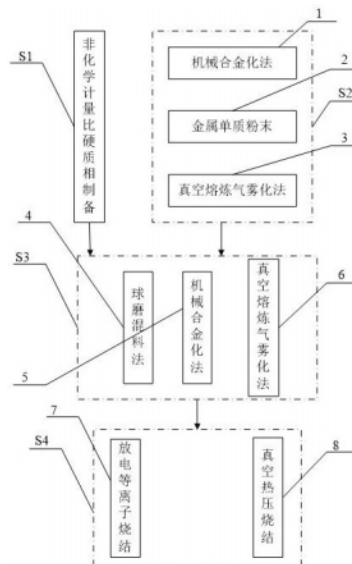
权利要求书1页 说明书6页 附图7页

(54) 发明名称

一种Ti<sub>3</sub>AlC<sub>2</sub>增强Fe基耐高温自润滑复合材料及其制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种耐高温Fe基自润滑复合材料。其中非化学计量比化合物为过渡族金属(Ti、V、Cr、Zr、Nb、Mo、Hf、Ta、W)的氮化物、碳化物或硼化物,固体润滑相包括M<sub>n+1</sub>AX<sub>n</sub>(n=1,2,3)族的一种三元层状化合物。耐高温Fe基自润滑复合材料的原料混合包含:将上述Fe合金原料、非化学计量比化合物原料和固体润滑相原料通过球磨混料法进行混合;或将上述Fe合金组元的金属单质粉末、非化学计量比化合物原料和固体润滑相原料通过球磨混料法进行混合,制备的复合粉体预压成型。最后,采用粉末冶金烧结方法制备耐高温Fe基自润滑复合材料烧结体。本发明采用多种粉体和烧结体制备方法合成耐高温Fe基自润滑复合材料,综合性能优异。



1. 一种 $Ti_3AlC_2$ 增强Fe基复合自润滑复合材料,其由Fe合金、非化学计量比化合物和固体润滑相构成,其特征在于,所述非化学计量比化合物包括过渡族金属的非化学计量比氮化物、碳化物或硼化物;所述固体润滑相包括 $M_{n+1}AX_n$  ( $n=1, 2, 3$ ) 族的一种三元层状化合物;耐高温Fe基复合材料中Fe合金的质量分数为25~50wt.%,非化学计量比化合物的质量分数为16.7~25wt.%,固体润滑相的质量分数为33.3~50wt.%。

2. 根据权利要求1所述的 $Ti_3AlC_2$ 增强Fe基复合自润滑复合材料,其特征在于,所述非化学计量比化合物包括过渡族金属(Ti、V、Cr、Zr、Nb、Mo、Hf、Ta、W)的非化学计量比氮化物、碳化物或硼化物。

3. 根据权利要求1所述的 $Ti_3AlC_2$ 增强Fe基复合自润滑复合材料,其特征在于,所述固体润滑剂为 $Ti_3SiC_2$ 、 $Ti_3AlC_2$ 、 $Ti_2AlC$ 、 $Ti_2AlN$ 、 $Ta_2AlC$ 等MAX材料。

4. 一种如权利要求1所述的 $Ti_3AlC_2$ 增强Fe基复合自润滑复合材料,其特征在于,其中TiCx粉体的制备见中国:CN108754275B。

5. 一种如权利要求1所述的 $Ti_3AlC_2$ 增强Fe基复合自润滑复合材料,其特征在于,其中固体润滑相的来源为市购。

6. 一种如权利要求1所述的 $Ti_3AlC_2$ 增强Fe基复合自润滑复合材料的制备方法,其特征在于,包括但不限于如下两种方法:

S1、复合粉体的制备包括两种方法:a氩气氛围中将既定配比的Fe合金粉末(Fe粉、Cu粉、Cr粉和Ni粉)、TiCx粉和 $Ti_3AlC_2$ 颗粒进行球磨,制得复合粉体,球料比为6:1,转速为200~400r/min,球磨时间2~10h;b氩气氛围中将既定配比的Fe粉、Cu粉、Cr粉、Ni粉、TiCx粉和 $Ti_3AlC_2$ 颗粒进行球磨,制得复合粉体,球料比为6:1,转速为200r/min,球磨时间2~10h;

S2、预压:将所述混合粉体在氩气氛围内或空气中烘干,并装入模具中预压成型,其中预压压力为20MPa,预压30s,得到预压原料块;

S3、预压原料的烧结方法有两种:(1)放电等离子烧结(SPS):将所述预压原料块进行放电等离子烧结,得到毛坯试件:首先,对样品缓慢施加压力至30MPa;然后,抽真空度至80~200Pa;接着,用5 min时间从室温加热到600 °C,在600 °C保温10 min;再以70 °C/min的升温速率从600 °C升到1000~1150 °C,保温10 min;随炉冷却,得到毛坯;将制备的毛坯进行表面磨削、去毛刺处理,得到耐高温Fe基自润滑复合材料;(2)真空热压烧结:将所述预压原料块进行真空热压烧结,得到毛坯试件;首先,对样品施加压力至30MPa;然后,抽真空度至80~200Pa;接着,以20 °C/min的升温速率从室温升到900 °C,在900 °C保温20 min;再以70 °C/min的升温速率从900 °C升到1000~1150 °C,保温10 min;随炉冷却,得到毛坯,将制备的毛坯进行表面磨削、去毛刺处理,得到耐高温Fe基自润滑复合材料。

7. 一种如权利要求6所述的 $Ti_3AlC_2$ 增强Fe基耐高温自润滑复合材料的制备方法,其特征在于,所述金属单质粉末的粒径为10~50 $\mu m$ ,所述非化学计量比化合物粉末的粒径为20~50 $\mu m$ ,所述固体润滑相颗粒的粒径为90~900 $\mu m$ 。

## 一种 $Ti_3AlC_2$ 增强Fe基耐高温自润滑复合材料及其制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及复合材料技术领域,具体为一种 $Ti_3AlC_2$ 增强Fe基耐高温自润滑复合材料的制备方法。

### 背景技术

[0002] 随着Fe合金的不断研发,性能不断改善,目前航空航天轴承、航天起落架等转动摩擦领域也在试图应用Fe基自润滑复合材料。由于三元层状化合物 $Ti_3SiC_2$ 和 $Ti_3AlC_2$ 兼有金属和陶瓷的优良特性,例如高熔点、高弹性模量、良好的耐腐蚀性以及自润滑性,可应用于耐磨材料、耐腐蚀件等方面,引起众多科研工作者的研究。

[0003] 冯绍亮[冯绍亮.  $Ti_3SiC_2$ 对Fe基滑动轴承材料摩擦磨损性能的影响[D].燕山大学, 2017.]采用SPS法制备了 $Ti_3SiC_2$ -Fe基复合材料,研究发现制备的Fe基复合材料的在室温和 $500^{\circ}C$ 时的摩擦磨损性能较差,其摩擦系数分别为0.432和0.333,对应磨损率是 $2.4 \times 10^{-4} mm^3 N^{-1} m^{-1}$ 和 $2.15 \times 10^{-4} mm^3 N^{-1} m^{-1}$ ,这主要是由于 $Ti_3SiC_2$ 与基体之间的界面结合较差。因此关勇[关勇.  $Ti_3SiC_2$ - $TiC_{0.4}$ -TiAl自润滑复合材料的制备及摩擦磨损性能研究[D].燕山大学, 2019.]采用添加非化学计量比 $TiC_{0.4}$ 作为结合剂,增强 $Ti_3SiC_2$ 与基体之间的界面结合。研究发现,在 $25^{\circ}C$ 和 $550^{\circ}C$ 条件下TiAl基复合材料都能实现有效减摩,这归因于 $TiC_{0.4}$ 使基体与 $Ti_3SiC_2$ 界面结合更完善,从而减少了 $Ti_3SiC_2$ 颗粒脱离基体而造成的磨粒磨损,从而降低了摩擦系数和磨损率,此时复合材料在室温和 $550^{\circ}C$ 时的摩擦系数分别是0.47和0.41,对应磨损率是0.095mg/m和0.015mg/m。同时有研究发现,不同的MAX相中,金属键的结合强度也不相似。胡洁琼等[胡洁琼, 谢明, 陈家林, 等.  $Ti_3AC_2$  (A=Si, Sn, Al, Ge)电子结构、弹性性质的第一性原理研究[J]. 物理学报, 2017, 66(5): 270-279.]通过计算发现 $Ti_3SiC_2$ 中Ti-Si键合强度要高于 $Ti_3AlC_2$ 中的Ti-Al键,这是导致 $Ti_3SiC_2$ 和 $Ti_3AlC_2$ 力学性能和表面特性不同的主要原因,故本研究中选用陶瓷相 $Ti_3AlC_2$ 作为固体润滑剂来提高Fe基复合材料的力学性能和耐磨性能。

[0004] 陈霖等研究 $Ti_3AlC_2$ /Fe基材料时在 $1300^{\circ}C$ 、30MPa、保温30min的热压条件下制得 $Ti_3AlC_2$ /Fe复合材料,复合材料在 $800^{\circ}C$ 热震之后,除30vol.% $Ti_3AlC_2$ /Fe之外其他试样强度基本不变或略有升高,并且热震前后材料的断裂方式基本不变,表现出良好的抗热震特性。证明了其良好的抗冲击性能。[陈霖, 翟洪祥, 黄振莺, 许浩.  $Ti_3AlC_2$ /Fe复合材料的制备及力学特性[J]. 人工晶体学报, 2015, 4(11): 3288-3291.];此时研究注意到 $Ti_3AlC_2$ 虽有良好的润滑性能,但是如果不能烧结之后很好地使 $Ti_3AlC_2$ 保存下来,那么同样不能达到润滑效果,此时陈新华等通过研究 $Ti_3AlC_2$ 与Fe在高温下的互相反应发现,当烧结温度为 $760-1045^{\circ}C$ 时, $Ti_3AlC_2$ 与Fe之间的反应较弱,并开始生成 $TiC_{0.6}$ 相,并且理论分析发现 $Ti_3AlC_2$ 中Al的析出是导致 $Ti_3AlC_2$ 在远低于其分解温度下就与Fe发生反应的主要因素。[陈新华, 翟洪祥, 宋鹏飞, 黄振莺.  $Ti_3AlC_2$ 与Fe在高温下的反应行为(英文)[J]. 稀有金属材料与工程, 2011, 40(S1): 499-502];于之前的研究之中 $Ti_3AlC_2$ 的混合金属材料的溶解温度过低将会导致 $Ti_3AlC_2$ 的大量分解,因此合适的烧结温度会使得材料制备成功,王秀娟等将

Ti<sub>3</sub>AlC<sub>2</sub>利用化学镀铜的方法制得Ti<sub>3</sub>AlC<sub>2</sub>-Cu材料之后和铜粉、Ti<sub>3</sub>AlC<sub>2</sub>材料在850°C下烧结制得的材料Ti<sub>3</sub>AlC<sub>2</sub>分布均匀,在较大摩擦压力之下,15vol.%含量的Ti<sub>3</sub>AlC<sub>2</sub>的摩擦系数最低可达0.15,并且经过化学镀铜之后磨损性能提升了将近20%。[王秀娟.Ti<sub>3</sub>AlC<sub>2</sub>/Cu复合材料的制备及其性能研究[D].合肥工业大学,2014];陈路路等研究Ti<sub>3</sub>AlC<sub>2</sub>材料与Fe基材料的温度效应,提出了在1400°C下,原料Ti<sub>3</sub>AlC<sub>2</sub>的体积含量从10 vol.%-40 vol.%变化时,Al都从Ti<sub>3</sub>AlC<sub>2</sub>中逃逸出来形成TiCx进而原位制备形成TiCx-Fe基复合材料。[陈路路.TiCx含量对热压制备TiCx-Fe基复合材料的影响[A].中国硅酸盐学会特种陶瓷分会.第十九届全国高技术陶瓷学术年会摘要集[C].中国硅酸盐学会特种陶瓷分会:2016:1];李静等采用机械合金化结合退火处理工艺制备了不同Al含量的Fe<sub>3</sub>Al粉体,并经真空热压烧结得到Fe<sub>3</sub>Al金属间化合物块体材料。Fe<sub>3</sub>Al烧结块体材料的室温力学性能较铸态有明显提高,其室温抗弯强度为1000~1400 MPa,压缩屈服强度和压缩应变分别为1150~1800 MPa和10%~15%,洛氏硬度为55~60HRC;Al含量的变化对其微观结构和力学性能均有一定的影响。[李静,尹衍升,刘英才,等.热压烧结FeAl金属间化合物的微观结构与力学性能[J].材料热处理学报(04).]。上述研究虽然证明了Ti<sub>3</sub>AlC<sub>2</sub>具有良好润滑性能,但Ti<sub>3</sub>AlC<sub>2</sub>易从基体中脱落,导致复合材料的整体性能,尤其是润滑性能受到影响。

## 发明内容

[0005] 本发明的目的在于提供一种Ti<sub>3</sub>AlC<sub>2</sub>增强Fe基自润滑复合材料及其制备方法,其中非化学计量比化合物TiCx起到结合剂的作用,以解决上述复合材料中Ti<sub>3</sub>AlC<sub>2</sub>在Fe基体中存在的问题。

[0006] 耐高温Fe基自润滑复合材料,耐高温Fe基自润滑复合材料中Fe合金的质量分数为25~50wt.%,非化学计量比化合物TiC<sub>0.4</sub>的质量分数为16.7~25wt.%,固体润滑相Ti<sub>3</sub>AlC<sub>2</sub>的质量分数为33.3~50wt.%。

[0007] 本发明还提供耐高温Fe基自润滑复合材料制备方法,本制备工艺中耐高温Fe基自润滑复合材料制备方法包括以下步骤:S1非化学计量比化合物的制备;S2 Fe合金原料制备;S3原料混合;S4 SPS烧结,其中:

S1、非化学计量比化合物原料制备:其中TiCx粉体的制备见中国:CN108754275B;

S2、Fe合金粉体制备:以Fe合金组元的金属单质粉末作为原料,按既定配比称取各金属单质粉末后采用机械合金化法制得Fe合金粉末,球料比为6:1,转速为200r/min,球磨时间为4h;

S3、原料混合:包括两种方法其中:

a、氩气氛围中将既定配比的Fe合金粉末、TiCx粉和Ti<sub>3</sub>AlC<sub>2</sub>颗粒进行球磨,制得复合粉体,球料比为6:1,转速为200r/min,球磨时间2~10h;

b、氩气氛围中将既定配比的Cu粉、Cr粉、Ni粉和Fe粉、TiCx粉和Ti<sub>3</sub>AlC<sub>2</sub>颗粒进行球磨,制得复合粉体,球料比为6:1,转速为200r/min,球磨时间2h;

S4、粉末冶金烧结:包括方法(1)SPS烧结;(2)真空热压烧结中的任意一种,其中:

(1) SPS烧结:将步骤S3、原料混合得到的复合粉体进行预压,预压压力为20MPa,预压30s,然后进行SPS烧结,真空度为80~200Pa,烧结压力为30MPa,烧结温度为1000~1150°C,升温速率为70°C/min,保温时间为10min;然后降温卸压,制得耐高温Fe基自润滑复合材

料;

(2) 真空热压烧结:将步骤S3、原料混合得到的复合粉体进行预压,预压压力为20 MPa,预压30s,然后进行真空热压烧结,真空度为80~200Pa,烧结压力为30MPa,烧结温度为1000~1150°C,升温速率为70°C/min,保温时间为10min,然后降温卸压,制得耐高温Fe基自润滑复合材料;

本制备方法S3原料混合中制备耐高温Fe基自润滑复合材料复合粉体需预压成型。

[0008] 本制备方法中步骤S4粉末冶金烧结的方法(1)放电等离子烧结和(2)真空热压烧结中得到毛坯后将制备的毛坯进行表面磨削、去毛刺处理,得到耐高温Fe基自润滑复合材料。

[0009] 与现有技术相比,本发明的有益效果是:

本发明中耐高温Fe基自润滑复合材料的制备工艺,包括原料制备、混料及烧结工艺适用于所有Fe基自润滑复合材料的制备。

[0010] 本发明中所选用的Fe合金相可通过直接添加金属单质粉末来进行混料,同时可在空气中取料,可在一定程度上简化制备工艺,降低生产成本;

本发明以Fe材料自身独特的性能提高复合材料的力学性能。

[0011] 固体润滑相 $Ti_3AlC_2$ 的添加可提供良好的润滑效果,使其在25~500°C范围内具有稳定的摩擦系数。 $TiC_{0.4}$ 的添加可以提高各相之间的界面结合,同时提高复合材料的力学性能。

## 附图说明

[0012] 此处所说明的附图用来提供对本发明的进一步理解,构成本发明的一部分,本发明的示意性实施例及其说明用于解释本发明,并不构成对本发明的不当限定。在附图中:

图1是本发明实施例的耐高温Fe基自润滑复合材料制备工艺流程图;

图2是实施例1制得的耐高温Fe基自润滑复合材料XRD图;

图3是实施例1制得的耐高温Fe基自润滑复合材料的SEM图;

图4是图3中各区域原子含量百分比;

图5是实施例1制得的耐高温Fe基自润滑复合材料的烧结体表面面扫图;

图6是实施例1制得的耐高温Fe基自润滑复合材料烧结体断口形貌图;

图7是实施例1制得的耐高温Fe基自润滑复合材料烧结体摩擦磨损表面形貌图;

图8是图7中区域A原子含量百分比;

图9是实施例1制得的耐高温Fe基自润滑复合材料烧结体摩擦磨损断口的SEM图;

图10是实施例4制得的耐高温Fe基自润滑复合材料烧结体表面形貌图;

图11是图10中各区域的原子含量百分比;

图12是实施例4制得的耐高温Fe基自润滑复合材料室温摩擦磨损形貌图;

图13是实施例5制得的耐高温Fe基自润滑复合材料烧结体表面形貌图;

图14是实施例5制得的耐高温Fe基自润滑复合材料室温摩擦磨损形貌图。

## 具体实施方式

[0013] 需要说明的是,在不冲突的情况下,本发明中的实施例及实施例中的特征可以相

互组合。所描述的实施例仅仅是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。以下对至少一个示例性实施例的描述实际上仅仅是说明性的,决不作为对本发明及其应用或使用的任何限制。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。除非另外具体说明,否则在这些实施例中阐述的步骤的相对布置不限制本发明的范围。对于相关领域普通技术人员已知的技术、方法和设备可能不作详细讨论,但在适当情况下,所述技术、方法和设备应当被视为授权说明书的一部分。在这里示出和讨论的所有示例中,任项具体值应被解释为仅仅是示例性的,而不是作为限制。因此,示例性实施例的其它示例可以具有不同的值。

[0014] 下面将对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述。

[0015] 本发明公开了一种Ti<sub>3</sub>AlC<sub>2</sub>增强Fe基复合自润滑复合材料,其由Fe合金、非化学计量比化合物和固体润滑相构成,非化学计量比化合物包括过渡族金属的非化学计量比氮化物、碳化物或硼化物;固体润滑相包括Mn+1AX<sub>n</sub>(n=1,2,3)族的一种三元层状化合物;耐高温Fe基复合材料中Fe合金的质量分数为25~50wt.%,非化学计量比化合物的质量分数为16.7~25wt.%,固体润滑相的质量分数为33.3~50wt.%。

[0016] 非化学计量比化合物包括过渡族金属(Ti、V、Cr、Zr、Nb、Mo、Hf、Ta、W)的非化学计量比氮化物、碳化物或硼化物。

[0017] 固体润滑剂为Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub>、Ti<sub>3</sub>AlC<sub>2</sub>、Ti<sub>2</sub>AlC、Ti<sub>2</sub>AlN、Ta<sub>2</sub>AlC等MAX材料。其中TiC<sub>x</sub>粉体的制备见中国:CN108754275B。

[0018] 其中固体润滑相的来源为市购。

[0019] 图1是本发明实施例的耐高温Fe基自润滑复合材料制备工艺流程图,以下将以实施例1-实施例5具体说明。

#### 实施例1

[0020] 耐高温Fe基自润滑复合材料由Fe合金原料35wt.%、非化学计量比化合物TiC<sub>0.4</sub>粉含量为16.67wt.%和固体润滑相Ti<sub>3</sub>AlC<sub>2</sub>颗粒含量为43.33wt.%组成。其中Fe合金粉体的制备见中国:CN109022992A, TiC<sub>x</sub>粉体的制备见中国:CN108754275B;然后将Fe合金粉末、TiC<sub>x</sub>粉末和Ti<sub>3</sub>AlC<sub>2</sub>颗粒按比例装入钢球球磨罐中,按照球料质量比6:1装入钢磨球,在氩气气氛中进行球磨混料(转速为200r/min,球磨时间为2h,每转1h停机30min进行散热),在手套箱中取料;其中钢磨球的直径分别为8mm和5mm,大、中球的质量比6:1;将混合料装入石墨模具中预压,预压压力为20MPa,预压30s。然后进行SPS烧结,真空度为40 Pa,加压至30MPa;接着,用5 min时间从室温加热到600 °C,在600 °C保温10 min;再以70 °C/min的升温速率从600 °C升到1100 °C,保温10 min。随炉冷却,得到毛坯。将毛坯表面进行磨抛处理,得到耐高温Fe基自润滑复合材料。参考图2-图9可知,此时得到的Fe基自润滑复合材料试样的密度、硬度、室温摩擦系数和磨损率、500°C时的摩擦系数和磨损率分别是5.3g/cm<sup>3</sup>、10.1GPa、0.52和4.5×10<sup>-9</sup>mm<sup>3</sup>N<sup>-1</sup>m<sup>-1</sup>、0.45和7.4×10<sup>-9</sup>mm<sup>3</sup>N<sup>-1</sup>m<sup>-1</sup>。

#### 实施例2

[0021] 耐高温Fe基自润滑复合材料由Fe合计原料50wt.%、非化学计量比化合物TiC<sub>0.4</sub>粉含量为16.67wt.%和固体润滑相Ti<sub>3</sub>AlC<sub>2</sub>颗粒含量为33.33wt.%组成。其中Fe合金粉体的制备见中国:CN109022992A, TiC<sub>x</sub>粉体的制备见中国:CN108754275B;然后将Fe合金粉末、TiC<sub>x</sub>粉末和Ti<sub>3</sub>AlC<sub>2</sub>颗粒按比例装入钢球球磨罐中,按照球料质量比6:1装入钢磨球,在氩气气氛中

进行球磨混料(转速为200r/min,球磨时间为2h,每转1h停机30min进行散热),在手套箱中取料;其中钢磨球的直径分别为8mm和5mm,大、中球的质量比6:1;将混合料装入石墨模具中预压,预压压力为20MPa,预压30s。然后进行SPS烧结,真空度为40Pa,加压至30MPa;接着,用5min时间从室温加热到600°C,在600°C保温10min;再以70°C/min的升温速率从600°C升到1150°C,保温10min。随炉冷却,得到毛坯。将毛坯表面进行磨抛处理,得到耐高温Fe基自润滑复合材料。此时得到的Fe基自润滑复合材料试样的密度、硬度、室温摩擦系数和磨损率分别是5.6g/cm<sup>3</sup>、8.9GPa、0.65和5.6×10<sup>-6</sup>mm<sup>3</sup>N<sup>-1</sup>m<sup>-1</sup>。

#### 实施例3

[0022] 耐高温Fe基自润滑复合材料由Fe合金原料35 wt.%、非化学计量比化合物TiC<sub>0.4</sub>粉含量为32.5 wt.%和固体润滑相Ti<sub>3</sub>AlC<sub>2</sub>颗粒含量为32.5 wt.%组成。其中Fe合金粉体的制备见中国:CN109022992A, TiC<sub>x</sub>粉体的制备见中国:CN108754275B;然后将Fe合金粉末、TiC<sub>x</sub>粉末和Ti<sub>3</sub>AlC<sub>2</sub>颗粒按比例装入钢球球磨罐中,按照球料质量比6:1装入钢磨球,在氩气气氛中进行球磨混料(转速为200r/min,球磨时间为2h,每转1h停机30min进行散热),在手套箱中取料;其中钢磨球的直径分别为8mm和5mm,大、中球的质量比6:1;将混合料装入石墨模具中预压,预压压力为20MPa,预30s。然后进行SPS烧结,真空度为40Pa,加压至30MPa;接着,用5min时间从室温加热到600°C,在600°C保温10 min;再以70°C/min的升温速率从600°C升到1100°C,保温10min。随炉冷却,得到毛坯。将毛坯表面进行磨抛处理,得到耐高温Fe基自润滑复合材料。此时得到的Fe基自润滑复合材料试样的密度、硬度、室温摩擦系数和磨损率分别是5.4g/cm<sup>3</sup>、10.7GPa、0.72和1.7×10<sup>-8</sup>mm<sup>3</sup>N<sup>-1</sup>m<sup>-1</sup>。

#### 实施例4

[0023] 耐高温Fe基自润滑复合材料由Fe合金原料35 wt.%、Ti粉11.81 wt.%、TiC粉9.86 wt.%和固体润滑相Ti<sub>3</sub>AlC<sub>2</sub>颗粒43.33 wt.%组成。其中Fe合金粉体的制备见中国:CN109022992A,然后将Fe合金粉末、TiC粉末、Ti粉和Ti<sub>3</sub>AlC<sub>2</sub>颗粒按比例装入钢球球磨罐中,按照球料质量比6:1装入钢磨球,在氩气气氛中进行球磨混料(转速为200r/min,球磨时间为2h,每转1h停机30min进行散热),在手套箱中取料;其中钢磨球的直径分别为8mm和5mm,大、中球的质量比6:1;将混合料装入石墨模具中预压,预压压力为20MPa,预压30s。然后进行SPS烧结,真空度为40Pa,加压至30MPa;接着,用5min时间从室温加热到600°C,在600°C保温10min;再以70°C/min的升温速率从600°C升到1100°C,保温10min。随炉冷却,得到毛坯。将毛坯表面进行磨抛处理,得到耐高温Fe基自润滑复合材料。参考图10-图12可知,此时得到的Fe基自润滑复合材料试样的密度、硬度、室温摩擦系数和磨损率分别是5.4g/cm<sup>3</sup>、10.6GPa、0.61和2.2×10<sup>-8</sup>mm<sup>3</sup>N<sup>-1</sup>m<sup>-1</sup>。

#### 实施例5

[0024] 耐高温Fe基自润滑复合材料由Fe粉31.71 wt.%、Cu粉2.45 wt.%、Cr粉0.28 wt.%、Ni粉0.56 wt.%、非化学计量比化合物TiC<sub>0.4</sub>粉16.67 wt.%和固体润滑相Ti<sub>3</sub>AlC<sub>2</sub>颗粒43.33 wt.%组成。其中Fe合金粉体的制备见中国:CN109022992A, TiC<sub>x</sub>粉体的制备见中国:CN108754275B;然后将Fe合金粉末、TiC<sub>x</sub>粉末和Ti<sub>3</sub>AlC<sub>2</sub>颗粒按比例装入钢球球磨罐中,按照球料质量比6:1装入钢磨球,在氩气气氛中进行球磨混料(转速为200r/min,球磨时间为2h,每转1h停机30min进行散热),在手套箱中取料;其中钢磨球的直径分别为8mm和5mm,大、中球的质量比6:1;将混合料装入石墨模具中预压,预压压力为20MPa,预压30s。然后进行SPS

烧结,真空度为40Pa,加压至30MPa;接着,用5min时间从室温加热到600°C,在600°C保温10min;再以70°C/min的升温速率从600°C升到1100°C,保温10min。随炉冷却,得到毛坯。将毛坯表面进行磨抛处理,得到耐高温Fe基自润滑复合材料。参考图13-图14可知,此时得到的Fe基自润滑复合材料试样的密度、硬度、室温摩擦系数和磨损率分别是 $5.4\text{g}/\text{cm}^3$ 、10.2GPa、0.51和 $1.5\times 10^{-8}\text{mm}^3\text{N}^{-1}\text{m}^{-1}$ 。

[0025] 综上所述,本发明耐高温Fe基自润滑复合材料的制备工艺,包括原料制备、混料及烧结工艺适用于所有Fe基自润滑复合材料的制备。发明中所选用的Fe合金相可通过直接添加金属单质粉末来进行混料,同时可在空气中取料,可在一定程度上简化制备工艺,降低生产成本;本发明以Fe材料自身独特的性能提高复合材料的力学性能。固体润滑相 $\text{Ti}_3\text{AlC}_2$ 的添加可提供良好的润滑效果,使其在25~500°C范围内具有稳定的摩擦系数。 $\text{TiC}_{0.4}$ 的添加可以提高各相之间的界面结合,同时提高复合材料的力学性能。

[0026] 需要说明的是,本文非化学计量比化合物包括过渡族金属(Ti、V、Cr、Zr、Nb、Mo、Hf、Ta、W)的非化学计量比氮化物、碳化物或硼化物。本文固体润滑剂为 $\text{Ti}_3\text{SiC}_2$ 、 $\text{Ti}_3\text{AlC}_2$ 、 $\text{Ti}_2\text{AlC}$ 、 $\text{Ti}_2\text{AlN}$ 、 $\text{Ta}_2\text{AlC}$ 等MAXFe材料。在本文中,诸如第一和第二等之类的关系术语仅仅用来将一个实体或者操作与另一个实体或操作区分开来,而不一定要求或者暗示这些实体或操作之间存在任何这种实际的关系或者顺序。而且,术语“包括”、“包含”或者其任何其他变体意在涵盖非排他性的包含,从而使得包括一系列要素的过程、方法、物品或者设备不仅包括那些要素,而且还包括没有明确列出的其他要素,或者是还包括为这种过程、方法、物品或者设备所固有的要素。显然,所描述的实施例仅仅是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

[0027] 尽管已经示出和描述了本发明的实施例,对于本领域的普通技术人员而言,可以理解在不脱离本发明的原理和精神的情况下可以对这些实施例进行多种变化、修改、替换和变型,本发明的范围由所附权利要求及其等同物限定。

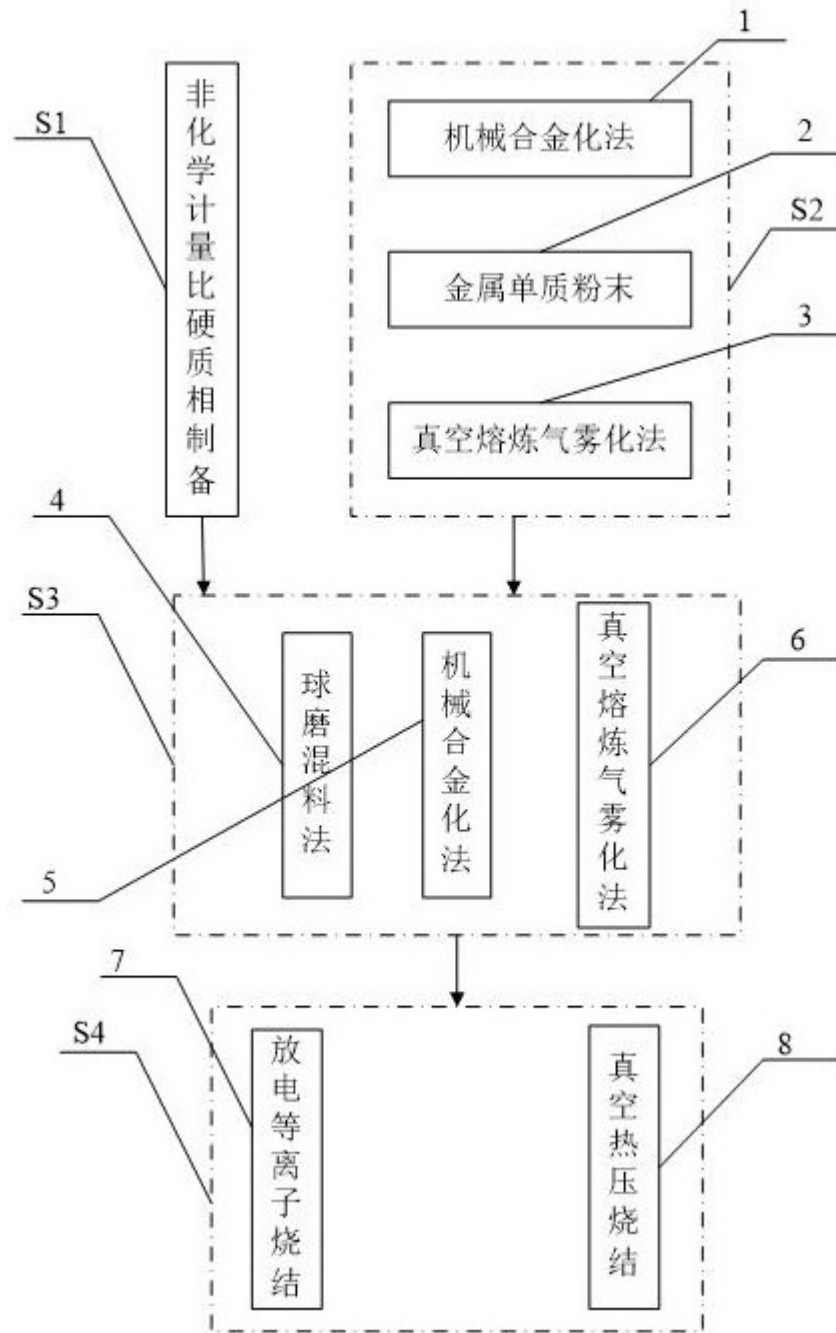


图 1

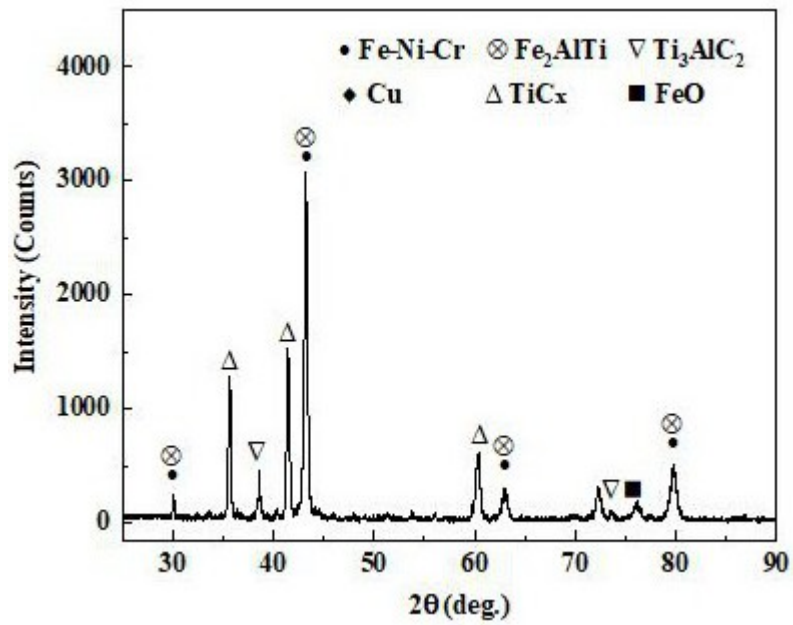


图 2

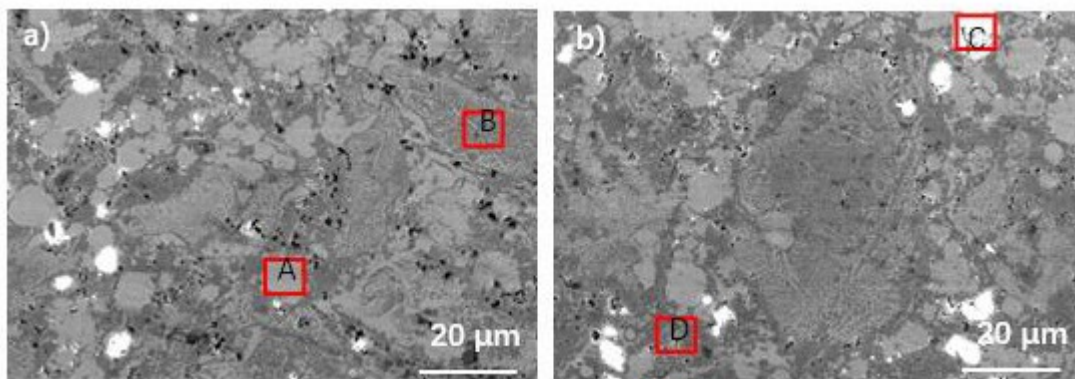


图 3

Atom%	Ti	Al	C	Fe	Cu	Cr	Ni	O
A	19.15	12.29	3.94	56.96	4.18	0.67	1.05	1.76
B	10.23	6.61	10.23	25.20	2.05	0.22	0.67	0.21
C	18.66	28.89	1.67	3.66	0.29	0.05	0.20	46.57
D	65.95	1.74	15.47	11.75	1.23	0.36	0.35	3.16

图 4

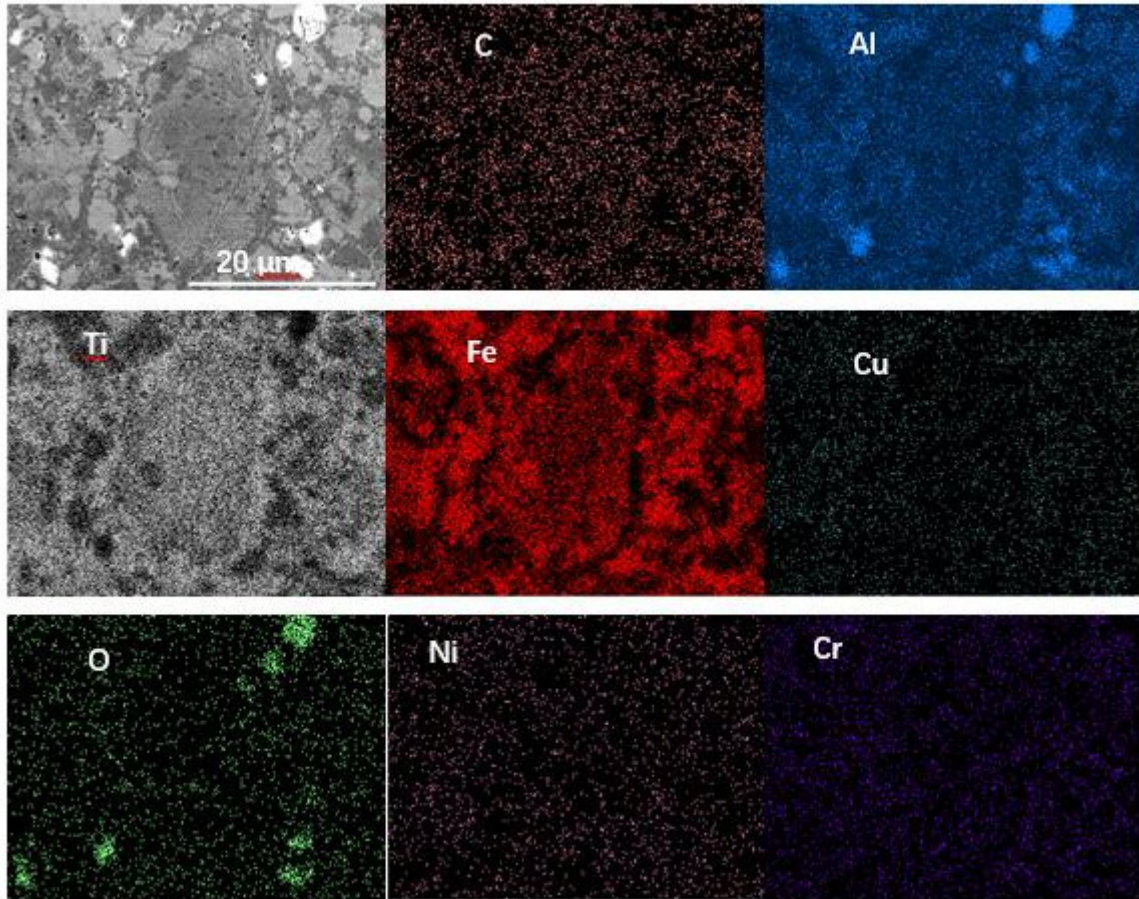


图 5

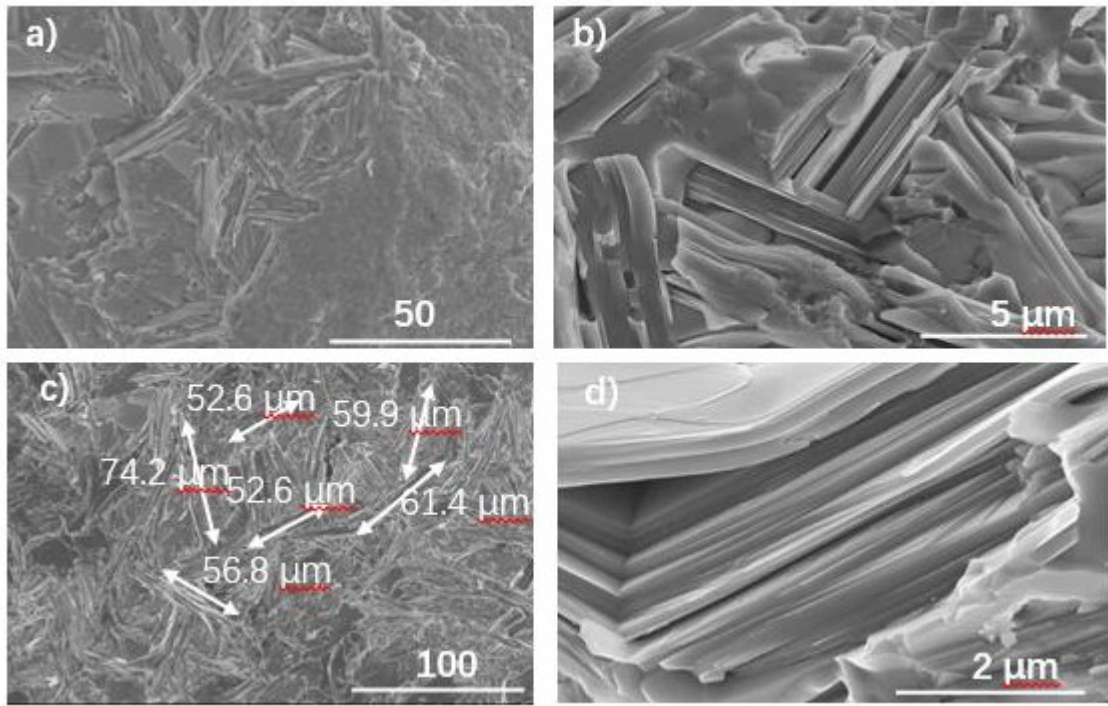


图 6

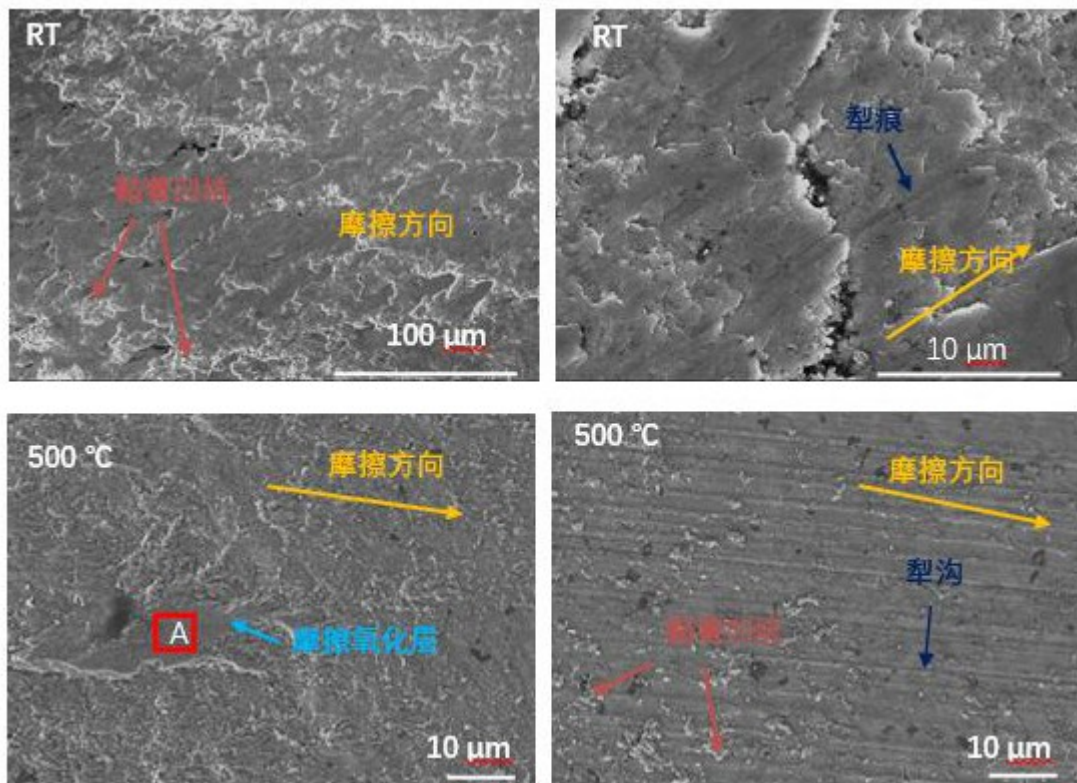


图 7

Atom	Ti	Al	C	Fe	Cu	Cr	Ni	O
A	7.0	1.8	14.03	33.7	0.32	0.2	0.15	42.8

图 8

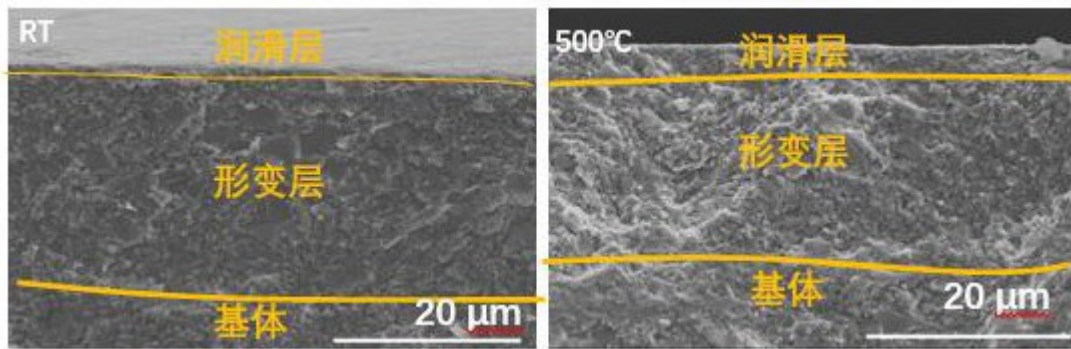


图 9

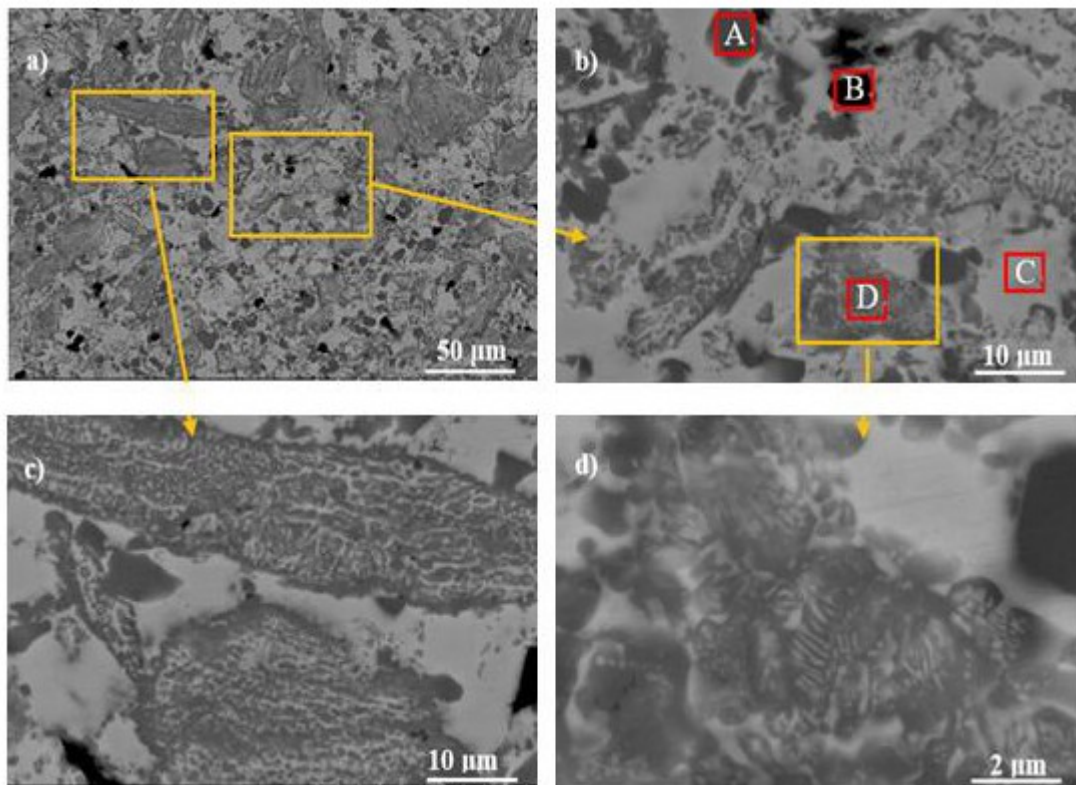


图 10

Atom (%)	Ti	Al	C	Fe	Cu	Cr	Ni	O
A	47.10	6.08	34.81	16.89	1.39	0.29	0.46	0.21
B	4.11	30.42	24.03	3.34	0.47	0.09	0.27	37.28
C	27.32	16.36	15.25	35.44	1.20	0.67	1.23	1.69
D	44.07	7.8	29.42	15.93	1.59	0.35	0.72	0.31

图 11

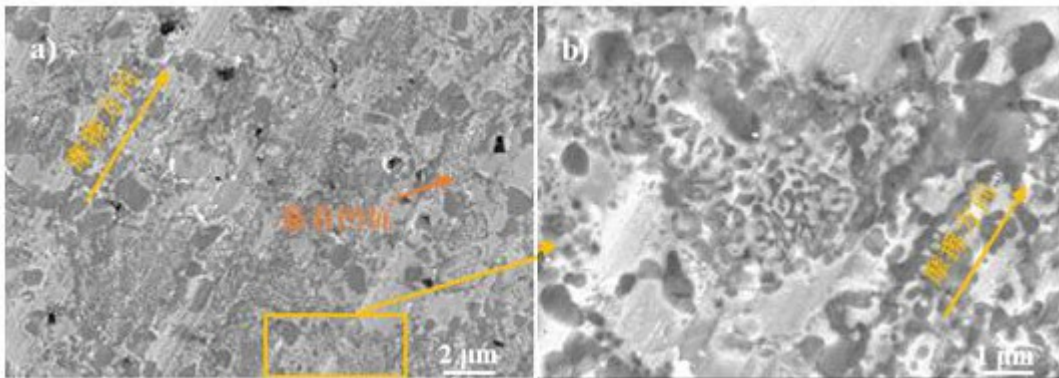


图 12

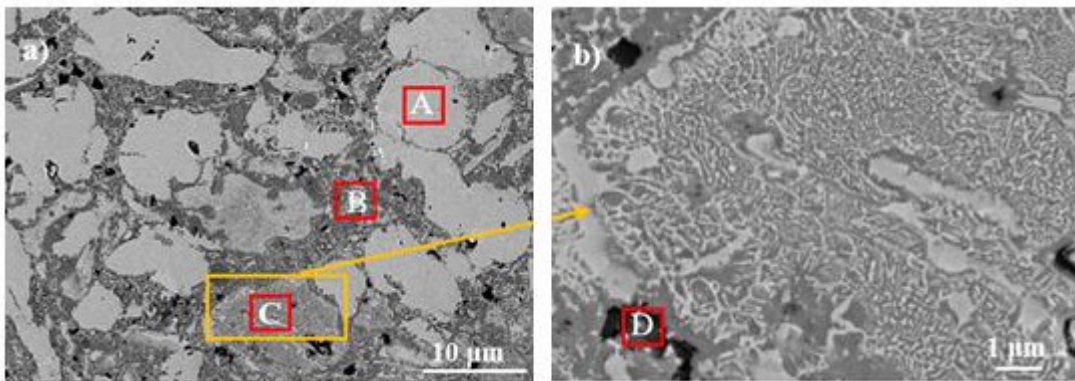


图 13

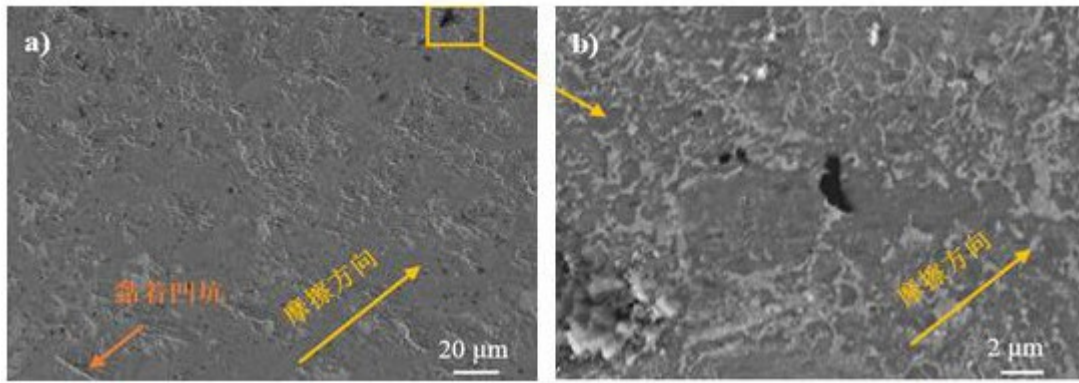


图 14