



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101294875 B

(45) 授权公告日 2011.01.26

(21) 申请号 200810016497.0

CN 1403613 A, 2003.03.19, 全文.

(22) 申请日 2008.06.07

朱学纯. 5A66 铝合金光谱分析标准样品的制备和定值. 《化学分析计量》. 2003, 第 12 卷 (第 2 期), 1-3.

(73) 专利权人 中国铝业股份有限公司
地址 100082 北京市西直门北大街 62 号

审查员 胡玉连

(72) 发明人 孙敏 刘俊东 孟祥永 刘彬
杨颖卓

(74) 专利代理机构 北京市德权律师事务所
11302

代理人 王建国

(51) Int. Cl.

G01N 1/28 (2006.01)

G01N 1/00 (2006.01)

G01N 21/25 (2006.01)

G01N 31/00 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 1837785 A, 2006.09.27, 全文.

WO 97/00978 A1, 1997.01.09, 全文.

CN 1696637 A, 2005.11.16, 全文.

权利要求书 1 页 说明书 4 页

(54) 发明名称

多元素铝合金标准样品的制备方法

(57) 摘要

本发明涉及一种多元素铝合金标准样品的制备方法,用于制备多元素铝合金标准样品,依次经过配料、熔炼、铸造、均匀化处理、挤压和后加工处理而制得,其特征在于标准样品是在纯铝中均匀的含有:Si、Fe、Cu、Mg、Mn、Zn、Sn、Pb、Ni、Ti、Cr、Sr、Ca、V、Ga、Zr、Cd、Be、B 和 P 共计 20 种化学元素,依次经过配料、熔炼、铸造、均匀化处理、挤压和后加工处理,最后根据标准样品要求制作标准样品。能够获得多种类化学元素的铝合金标准样品,而且成份均匀、稳定性好。

1. 一种多元素铝合金标准样品的制备方法,依次经过配料、熔炼、铸造、均匀化处理、挤压和后加工处理而制得,其特征在于标准样品是在纯铝中均匀的含有:Si、Fe、Cu、Mg、Mn、Zn、Sn、Pb、Ni、Ti、Cr、Sr、Ca、V、Ga、Zr、Cd、Be、B和P共计20种化学元素,按照下列步骤制备:

1) 配料:准备纯铝及中间合金炉料;

2) 熔炼:在中频炉中进行熔炼,然后转入保温炉内静置,各炉料的加入方法如下:

(1) 纯铝的加入方法:先将纯铝充分干燥后,再加入中频炉内通电升温;

(2) Si和Fe的加入方法:纯铝熔化成铝液,加入Si,让铝液包覆在Si表面,Fe以短丝状单质形态加入;

(3) Cu、Ni、Pb、Zn和Sn的加入方法:向铝液中加入,期间进行搅拌;

(4) Al-Mn、Al-Cr、Al-Zr和Al-Ti加入方法:向铝液中加入,不断搅拌;

(5) Mg、Al-B、Al-Cd、Al-Be、Al-V、Al-Ca、Al-P和Al-Sr的加入方法:在保温炉内加入,用铝箔包裹依次加入;

(6) Ga的加入方法:采用冰箱冷藏降温,铝箔多层包裹,借助钟罩快速压入;

3) 铸造:用半连续铸造机进行铸造,在流槽上用玻璃丝布和陶瓷过滤板进行双级过滤,铸造工艺控制参数为:铸造温度:690-720℃;初降速度:80-90mm/min;铸造速度:100-140mm/min;水冷强度:0.1-0.3MPa;

4) 均匀化处理:经均匀性检验合格的铸锭放入均热炉中进行均匀化处理,均热炉温度 $535 \pm 5^\circ\text{C}$,保温7小时,取出空冷;

5) 挤压:将均匀化处理后的铸棒车皮,在压机上挤压,获得长棒;

6) 后加工处理:根据标准样品要求制作标准样品。

2. 根据权利要求1所述的多元素铝合金标准样品的制备方法,其特征在于铸造过程中:

(1) 在保温炉底部对铝液持续进行吹气搅拌;

(2) 在流槽上,在分流盘上游施加机械搅拌。

多元素铝合金标准样品的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种多元素铝合金标准样品的制备方法,用于制备多元素铝合金标准样品。

背景技术

[0002] 近年来,汽车轻量化已越来越受到人们的关注。铝合金材料是实现汽车轻量化的首选材料。随着科学技术的快速发展,新型铝合金产品不断地被开发并投入市场,一些新型材料中还加入了微量元素。随着人们对质量要求的不断提高,目前铝合金生产企业及下游客户都对铝合金元素分析提出了更高的要求,特别是对微量元素的分析显得尤为迫切。目前,现有的多元素铝合金标准样品一般是依次经过熔炼、调整化学成份、铸造、成份均匀性初检、均匀化处理、挤压、锯切、均匀性分析、定值等工序制备而成的。这些多元素标准样品通常只含有 8 ~ 10 个元素,既不能满足生产检测的要求,也无法满足新产品开发等科研的需要。例如,目前国内现有的 A356 标准样品,不但成分指标与目前国家新修订的文字标准成分之间差异性很大,而且与近几年我国市场上新研制开发的铝合金产品不相适应。英国 MBH 公司有类似铸铝的光谱标准样品,但是硅的化学成分范围不合理。美国国家标准局 NIST 标准样品体系有 A356 单点化学与单点光谱标准样品,但是硅与铁成分偏高,单点不成系列化。

[0003] 目前,国内外铝合金标准样品存在的共同问题是:化学元素种类少、成份均匀性及稳定性差异较大,造成这些问题的主要原因是制备工艺过程没有控制好。

发明内容

[0004] 本发明的目的在于提供一种多元素铝合金标准样品的制备方法,能够获得多种类化学元素的铝合金标准样品,而且成份均匀、稳定性好。

[0005] 本发明所述的多元素铝合金标准样品的制备方法,依次经过配料、熔炼、铸造、均匀化处理、挤压和后加工处理而制得,其标准样品是在纯铝中均匀的含有:Si、Fe、Cu、Mg、Mn、Zn、Sn、Pb、Ni、Ti、Cr、Sr、Ca、V、Ga、Zr、Cd、Be、B 和 P 共计 20 种化学元素,按照下列步骤制备:

[0006] 1) 配料:准备纯铝及中间合金炉料,配料时应考虑元素的烧损、挥发等损耗,对中间合金还要准确掌握主元素及杂质元素的含量。

[0007] 2) 熔炼:先在中频炉中进行熔炼,然后转入保温炉内静置。此工艺及设备条件保证了标准样品中各元素的充分扩散、吸收及均匀性分布,各炉料的加入方法如下:

[0008] (1) 纯铝(或精铝)的加入方法:先将纯铝(或精铝)充分干燥后,再加入中频炉内通电升温;

[0009] (2) Si 和 Fe 的加入方法:纯铝熔化成铝液,加入 Si,让铝液包覆在 Si 表面,以减少 Si 的烧损,Fe 以短丝状单质形态加入,Fe 在中频炉中受电磁感应作用而被迅速加热,熔化速度比较快;

[0010] (3) Cu、Ni、Pb、Zn 和 Sn 的加入方法：向铝液中加入，期间搅拌几次，防止元素重力偏析严重；

[0011] (4) Al-Mn、Al-Cr、Al-Zr 和 Al-Ti 加入方法：向铝液中加入，搅拌，加速溶解和扩散；

[0012] (5) Mg、Al-B、Al-Cd、Al-Be、Al-V、Al-Ca、Al-P 和 Al-Sr 的加入方法：这些元素由于烧损率较大，或挥发性严重，因而放在保温炉内加入，用铝箔包裹按照以上顺序依次加入；

[0013] (6) Ga 的加入方法：Ga 的熔点很低，只有 29.78℃，采用冰箱冷藏降温，铝箔多层包裹，借助钟罩快速压入，使其短时间内熔入铝液中。

[0014] 3) 铸造：用半连续铸造机进行铸造，在流槽上用玻璃丝布和陶瓷过滤板进行双级过滤，铸造工艺控制参数为：铸造温度（分流盘）：690-720℃；初降速度：80-90mm/min；铸造速度：100-140mm/min；水冷强度：0.1-0.3MPa。为了提高元素分布的均匀性，铸造过程中还采取了以下措施：

[0015] (1) 铸造过程中，在保温炉底部对铝液持续进行吹气搅拌，这样既保证了良好的除气除渣效果，又使铝液始终处于流动状态，防止了元素的重力偏析及分布不均匀现象。

[0016] (2) 在流槽上，在分流盘上游，如距分流盘 80cm 左右的地方施加一个平稳的机械搅拌，搅拌头为石墨转子，搅拌以不破坏液面的稳定为宜。

[0017] 4) 均匀化处理：经均匀性检验合格的铸锭放入均热炉中进行均匀化处理，均热炉温度 $535 \pm 5^\circ\text{C}$ ，保温 7 小时，取出空冷。

[0018] 5) 挤压：将均匀化处理后的铸棒车皮，在压机（如 1000t 油压机）上挤压，获得长棒，尺寸一般为 $\Phi 60\text{mm} \times 5000\text{mm}$ 。

[0019] 6) 后加工处理及包装：

[0020] a、对光谱分析用标准样品，将挤压后的棒材精车，加工成 $\Phi 60\text{mm} \times 35\text{mm}$ 的小圆块，打上编号，制成块状光谱标准样品。

[0021] b、对化学分析用标准样品，挤压后经光谱均匀性检验合格的圆棒用车床去皮 3 ~ 5mm，然后用多齿刀以 12 ~ 18r/min 的转速车制成屑，车屑经过筛后加工成 0.12 ~ 0.18mm，混合均匀后装瓶，制成化学分析用标准样品。

[0022] 与现有技术相比，有益效果如下：

[0023] 技术方面：

[0024] 1) 采用中频炉熔炼和保温炉静置相结合的工艺方法，对提高元素的吸收率和分布均匀性效果明显。中频炉熔炼时，电磁感应作用使铝液始终处于对流运动状态，加速了合金元素的溶解、扩散和均匀性分布。铝液在保温炉内静置时，有助于除气除渣，提高合金熔体质量。

[0025] 2) 研究确定了合金元素的加入顺序和加入方法，将所要加入的炉料按照难溶元素、大比重金属元素、易烧损易挥发元素等进行分类，确定了合理的加入顺序和加入方法。对于难溶元素放在中频炉熔炼时加入，对于大比重元素应采取加强熔体搅拌，提高冷却速度等措施，防止重力偏析，对于易烧损易挥发元素，则应考虑在保温炉内铸造前加入，采用铝箔包裹、快速压入的方式加入。

[0026] 3) 铸造过程中，在保温炉底部对铝液持续进行吹气搅拌，在流槽上增加适当的机械搅拌，通过实施以上两措施明显提高了元素的分布均匀性，避免了部分元素的重力偏析。

[0027] 4) 利用本发明制备的标准样品元素种类多(20个),经检验,内部组织细密,成分均匀,晶粒细小,断面整洁,无夹渣现象,各元素工作曲线线性关系良好。

[0028] 经济及社会效益:

[0029] 1) 本发明获得多元素铝合金标准样品属于高附加值产品,在市场上具有较高的售价,如果按每套标准样品售价3000元计算,生产200套,可折合价值60万元,另外还可以同时生产价值10万元的化学分析标准样品,从而实现吨铝利润不低于25万元。

[0030] 2) 提供了一种多元素铝合金标准样品的制备方法,所制备的标准样品填补了国内外同时含多个元素(20个)系列化铝合金光谱与化学分析用标准样品的空白。

[0031] 3) 本发明在多元素的联合加入及其分布均匀化方面作了较大改进,提高了铝合金标准样品的质量和品质,使该标准样品在更大程度上满足了生产和科研的需要,具有重要现实意义。

具体实施方式

[0032] 下面结合实施例对本发明作进一步说明。

[0033] 实施例1

[0034] 本发明需要制备的铝合金标准样品是在纯铝中含有以下化学元素:Si、Fe、Cu、Mg、Mn、Zn、Sn、Pb、Ni、Ti、Cr、Sr、Ca、V、Ga、Zr、Cd、Be、B和P,各元素的重量百分比如下:Si:7.22, Fe:0.214, Cu:0.051, Mg:0.288, Mn:0.121, Zn:0.090, Sn:0.084, Pb:0.044, Ni:0.045, Ti:0.043, Cr:0.019, Sr:0.016, Ca:0.0006, V:0.032, Ga:0.059, Zr:0.0060, Cd:0.0061, Be:0.010, B:0.0006, P:0.0062。

[0035] 依次按照下列步骤制备:

[0036] 1) 配料:精选纯铝及中间合金等炉料,配料时应考虑元素的烧损、挥发等损耗,对中间合金还要准确掌握主元素及杂质元素的含量。

[0037] 2) 熔炼:先在500kg中频炉中进行熔炼,然后转入保温炉内静置。各炉料的加入方法如下:

[0038] (1) 纯铝(或精铝)的加入方法:先将纯铝充分干燥后,再加入中频炉内通电升温。

[0039] (2) Si和Fe的加入方法:纯铝熔化成铝液,加入Si,让铝液包覆在Si表面,Fe以短丝状单质形态加入。

[0040] (3) Cu、Ni、Pb、Zn和Sn的加入方法:向铝液中加入,期间搅拌3-5次。

[0041] (4) Al-Mn、Al-Cr、Al-Zr和Al-Ti加入方法:向铝液中加入,不断搅拌。

[0042] (5) Mg、Al-B、Al-Cd、Al-Be、Al-V、Al-Ca、Al-P和Al-Sr的加入方法:在保温炉内加入,用铝箔包裹按照以上顺序依次加入。

[0043] (6) Ga的加入方法:采用冰箱冷藏降温,用铝箔包裹3-5层,借助钟罩快速压入,使其尽快熔入铝液中。

[0044] 3) 铸造:用半连续铸造机进行铸造,在流槽上用玻璃丝布和陶瓷过滤板进行双级过滤,铸造工艺控制参数为:铸造温度(分流盘):695-710℃;初降速度:85mm/min;铸造速度:120mm/min;水冷强度:0.2MPa。为了提高元素分布的均匀性,铸造过程中还可以采取以下措施:

[0045] (1) 在保温炉底部对铝液持续进行吹气搅拌,既保证了良好的除气除渣效果,又使铝液始终处于流动状态,防止了元素的重力偏析及分布不均匀现象。

[0046] (2) 在流槽上游距分流盘 80cm 处施加一个平稳的机械搅拌,搅拌头为石墨转子,搅拌强度适中,以不破坏液面的稳定为宜。

[0047] 4) 均匀化处理:经均匀性检验合格的铸锭放入均热炉中进行均匀化处理,均热炉温度 $535 \pm 5^{\circ}\text{C}$,保温 7 小时,空冷。

[0048] 5) 挤压:将均匀化处理后的铸棒车皮,在 1000t 油压机上挤压,获得 $\Phi 60\text{mm} \times 5000\text{mm}$ 的长棒。

[0049] 6) 加工、包装:

[0050] a、对光谱分析用标准样品,将挤压后的棒材精车,加工成 $\Phi 60\text{mm} \times 35\text{mm}$ 的小圆块,打上编号,制成块状光谱标准样品。

[0051] b、对化学分析用标准样品,挤压后经光谱均匀性检验合格的圆棒用车床去皮 3 ~ 5mm,然后用多齿刀以 12 ~ 18r/min 的转速车制成屑,车屑经过筛后加工成 0.12 ~ 0.18mm,混合均匀后装瓶,制成化学分析用标准样品。

[0052] 利用本发明制备方法,可以制备不同含量元素组成的铝合金标准样品,也可以制备其它类似的标准样品。