



# (12)发明专利

(10)授权公告号 CN 106544604 B

(45)授权公告日 2018.02.06

(21)申请号 201611123195.4

G22C 49/14(2006.01)

(22)申请日 2016.12.08

C22C 101/10(2006.01)

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 106544604 A

(56)对比文件

CN 103302293 A, 2013.09.18,

CN 104388848 A, 2015.03.04,

CN 102021503 A, 2011.04.20,

CN 102021357 A, 2011.04.20,

CN 102286709 A, 2011.12.21,

CN 101255537 A, 2008.09.03,

WO 0206549 A1, 2002.01.24,

贺毅强.海洋工程金属基复合材料的分类与制备.《材料热处理技术》.2011,第40卷(第14期),

(43)申请公布日 2017.03.29

(73)专利权人 淮海工学院

地址 222000 江苏省连云港市新浦区苍梧路59号淮海工学院机械系

审查员 王金永

(72)发明人 贺毅强 周海生 冯立超 陈志钢

(74)专利代理机构 西安恒泰知识产权代理事务所 61216

代理人 王芳

(51)Int.Cl.

G22C 47/18(2006.01)

G22C 49/06(2006.01)

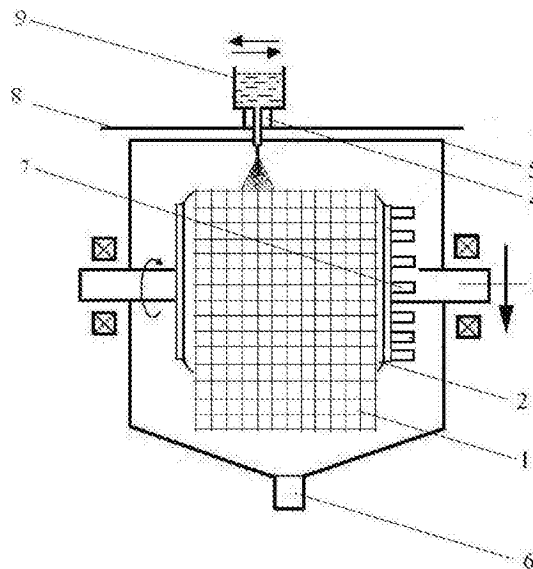
权利要求书1页 说明书5页 附图3页

(54)发明名称

一种纤维增强金属基复合材料的制备方法  
及装置

(57)摘要

本发明的目的之一是提供一种采用纤维增强金属基复合材料的制备方法,实现基体合金与纤维网及沉积层的良好结合,本发明的另一个目的是提供一种实现这种方法的装置及该装置的应用,该装置可实现纤维层之间的金属基体层的厚度控制,实现纤维均匀分布或者梯度纤维增强,该制备装置可用于熔融态的金属为铝合金、锡合金、铅合金、铜合金、铁合金、钛合金,管型基底为铝基、铜基、铁基、锡基、铅基的合金制备。本发明可以实现纤维层之间的金属基体层的厚度调整,基底旋转轴旋转间隔时间越短,金属基体层厚度越小,反之则越厚,且通过控制器可实现旋转间隔时间的渐进式调整,方便实现梯度纤维增强。



1. 一种纤维增强金属基复合材料的制备装置,包括壳体(5)、管型基底(2)和纤维网(1),所述纤维网(1)铺设于管型基底(2)上,所述壳体(5)下部加工有排气孔(6),其特征在于,在所述壳体(5)内还安装有:

旋转轴(3),所述旋转轴(3)轴向长度小于管型基底(2)的轴向长度;

加热器(7),用于加热旋转轴(3);

坩锅(8),用于放置熔融态的金属;

高压雾化器(4),所述高压雾化器(4)喷射孔处内置有喷嘴,喷嘴与喷射孔间隙配合采用环缝式气体雾化的方式,通过高压雾化气体在喷嘴出口端产生的负压将坩锅中熔融态的金属吸出;

所述坩锅(8)带动高压雾化器(4)可以实现水平移动;

所述管型基底(2)套于旋转轴(3)上,所述旋转轴(3)横穿过壳体(5)两侧,所述加热器(7)设置于旋转轴(3)上,所述坩锅(8)设置于壳体(5)上部,所述高压雾化器(4)设置于坩锅(8)下部并与坩锅(8)连通;

所述坩锅(8)带动高压雾化器(4)进行水平移动通过电机驱动滑动式导轨装置(9)实现,水平移动周期为15s~30s/次,所述滑动式导轨装置(9)设置于壳体(5)上部;

所述旋转轴(3)采用电机驱动,通过控制器控制,每60s~120s旋转一次,每次旋转 $2.4^{\circ}$ ~ $4.8^{\circ}$ 。

2. 如权利要求1所述纤维增强金属基复合材料的制备装置,其特征在于,所述喷嘴距纤维网(1)的高度为150~300mm,喷嘴内径为3.0~4.5mm,高压雾化气体压力为0.6~0.8MPa,高压雾化器(4)雾化锥角为 $25^{\circ}$ ~ $40^{\circ}$ 。

3. 如权利要求1所述纤维增强金属基复合材料的制备装置,其特征在于,所述坩锅(8)为石墨坩锅或者陶瓷坩锅,坩锅(8)表面涂敷钝化层,所述钝化层为氧化锌涂层。

4. 如权利要求1所述纤维增强金属基复合材料的制备装置,其特征在于,所述熔融态的金属的熔融时的温度高于金属熔点 $300\sim 350^{\circ}\text{C}$ 。

5. 权利要求1所述纤维增强金属基复合材料的制备装置的应用,该制备装置可用于熔融态的金属为铝合金、锡合金、铅合金、铜合金、铁合金和钛合金,管型基底为铝基、铜基、铁基、锡基和铅基的合金制备。

## 一种纤维增强金属基复合材料的制备方法及其装置

### 技术领域

[0001] 本发明涉及纤维增强金属基复合材料,具体涉及一种喷射沉积纤维增强金属基复合材料管材制备方法及其设备。

### 背景技术

[0002] 连续纤维增强金属基复合材料的制备方法可以分为三大种类,分别为固态法、液态法和涂层热压法。固态法将金属粉末或金属箔与纤维按设计要求以一定的含量、分布、方向混合排布在一起,再经加压、加热,将金属基体与增强物复合黏结在一起,形成复合材料。整个固态复合工艺过程处于较低的温度,金属基体与增强相均处于固态,各组成成分间的界面反应不严重。液态法是指基体金属处于熔融状态下与固态增强材料复合在一起的方法。液态法所适用的金属基体主要为较低熔点的材料,如镁、铝和锌合金等,对于熔点高的钛基和镍基复合材料应用较少。液态法可以分为液态渗透法、压力铸造法等。涂层法是将基体材料沉积或涂覆到增强纤维上,然后将带基体的纤维进行复合,从而制成致密的复合材料。

[0003] 专利CN200710018342.6首先向预先处理的金属粉末与纤维的混合物中加入有机溶剂,混合均匀,蒸干有机溶剂,通过对模具加压将混合物压实,制备出具有预定外型的生坯,将制备的生坯放入真空或有惰性气体保护的高温炉中烧结获得梯度分布的纤维增强金属基梯度复合材料。专利CN201110253656.0公开了一种连续纤维增强金属基复合材料型材的制备方法:将连续纤维制成连续纤维预制体,并对该连续纤维预制体进行表面涂层处理,将连续纤维预制体浸入熔化的基体金属中浸渗处理,再采用成形模具对基体金属为固-液两相共存状态的复合材料进行成形处理制备金属基复合材料。专利CN200810064731.7将纤维预制件制备完成后,在纤维预制件中加入金属丝,纤维预制件与复合材料基体通过加热进行金属液浸渗,冷却后即完成对连续纤维增强金属基复合材料的补强。

[0004] 以上方法具有各自的优势,但同时也存在一定局限性。固态法工艺复杂且难以制备大尺寸复合材料,浸渍法工艺也较复杂,且难以控制增强纤维与金属基体的界面反应,涂层法工艺也较复杂,受热作用时间长,不利于复合材料的性能。

### 发明内容

[0005] 针对现有技术存在的问题,本发明的目的之一是提供一种采用纤维增强金属基复合材料的制备方法,实现基体合金与纤维网及沉积层的良好结合;

[0006] 为实现上述目的,本发明采取的技术方案如下:

[0007] 一种纤维增强金属基复合材料的制备方法,该制备方法包括,将铺设纤维网的高温管型基底套于旋转轴上,旋转轴可带动纤维网及管型基底按角度旋转,通过旋转轴上方设置的可水平移动的高压雾化器实现熔融态的金属周期性水平方向喷射,通过熔融态的金属周期性的水平方向喷射间歇配合纤维网及管型基底的旋转,使熔融态的金属透过纤维网的网孔沉积在管型基底上,将纤维网与管型基底及其熔融态金属结合,获得纤维增强金

属基复合材料。

[0008] 所述纤维网为碳纤维网、碳化硅纤维网、氧化铝纤维网、氧化硅纤维网、氮化硅纤维布、氮化硼纤维,所述纤维网丝束为1000~2000根每束,网孔为5mm×5mm~10mm×1mm。

[0009] 本发明的另一个目的是提供一种实现这种方法的装置及该装置的应用,该装置可实现纤维层之间的金属基基层的厚度控制,实现纤维均匀分布或者梯度纤维增强;

[0010] 为实现上述目的,本发明采取的技术方案如下:

[0011] 一种纤维增强金属基复合材料的制备装置,包括壳体、管型基底和纤维网,所述纤维网铺设于管型基底上,所述壳体下部加工有排气孔,其特征在于,在所述壳体内还安装有:旋转轴,所述旋转轴轴向长度小于管型基底的轴向长度;

[0012] 加热器,用于加热旋转轴;坩锅,用于放置熔融态的金属;

[0013] 高压雾化器,所述高压雾化器喷射孔处内置有喷嘴,喷嘴与喷射孔间隙配合采用环缝式气体雾化的方式,通过高压雾化气体在喷嘴出口端产生的负压将坩锅中熔融态的金属吸出;

[0014] 所述坩锅带动高压雾化器可以实现水平移动。

[0015] 所述管型基底套于旋转轴上,所述旋转轴横穿过壳体两侧,所述加热器设置于旋转轴上,所述坩锅设置于壳体上部,所述高压雾化器设置于坩锅下部并与坩锅连通。

[0016] 所述喷嘴距纤维网的高度为150~300mm,喷嘴内径为3.0~4.5mm,高压雾化气体压力为0.6~0.8MPa,高压雾化器雾化锥角为25°~40°。

[0017] 所述坩锅为石墨坩锅或者陶瓷坩锅,坩锅表面涂敷钝化层,所述钝化层为氧化锌涂层。

[0018] 所述熔融态的金属的熔融时的温度高于金属熔点300~350℃。

[0019] 所述坩锅带动高压雾化器进行水平移动通过电机驱动滑动式导轨装置实现,水平移动周期为15s~30s/次,所述滑动式导轨装置设置于壳体上部。

[0020] 所述旋转轴采用电机驱动,通过控制器控制,每60s~120s旋转一次,每次旋转2.4°~4.8°。

[0021] 该制备装置可用于熔融态的金属为铝合金、锡合金、铅合金、铜合金、铁合金、钛合金,管型基底为铝基、铜基、铁基、锡基、铅基的合金制备。

[0022] 本发明具有的有益效果有:

[0023] (1) 本发明所采用的纤维网缠绕式,基体合金通过纤维网孔与纤维下方沉积层结合在一起,无需对纤维网进行预处理,可以实现基体合金与纤维网的良好结合,且同时实现与下方沉积层的结合。

[0024] (2) 本发明通过滑动式导轨装置水平移动周期长短的调整,可以实现纤维层之间的金属基基层的厚度调整,水平移动周期越短,金属基体层厚度越小,反之则越厚,且通过控制器可实现水平移动周期时间的渐进式调整,方便实现梯度纤维增强。

[0025] (3) 本发明因采用雾化沉积的方式加入金属基基层,合金在雾化沉积过程中冷却速率快,可以获得具有微米级甚至百纳米级的晶粒和纳米级的弥散粒子,有利于提高基体合金的力学性能。与固态法制备的纤维增强复合材料相比,可以简化制备工艺,能减少制备过程中对合金基体的氧化,降低基体合金的氧含量;与液态法和涂层法相比,本发明具有合金基体冷却速率快,合金基体的显微组织细小、固溶度高且偏小的特点,且能避免过渡的界

面反应。

### 附图说明

[0026] 图1为本发明纤维增强金属基复合材料制备装置的结构示意图；

[0027] 图2为图1所示装置制备纤维增强金属基复合材料原理图；

[0028] 图3为实施例1制备的纤维增强金属基复合材料结构示意图；

[0029] 图4为实施例2中制备的C纤维增强Al基复合材料扫描电镜显微组织图；

[0030] 图5为实施例2中制备的C纤维增强Al基复合材料投射电镜照片。

[0031] 以下结合附图和实施例对本发明的具体内容作进一步详细地说明。

[0032] 图中各标号的含义为：1-纤维网，2-管型基底，3-旋转轴，4-高压雾化器，5-壳体，6-排气孔，7-加热器，8-坩锅，9-滑动式导轨装置。

### 具体实施方式

[0033] 以下给出本发明的具体实施例，需要说明的是本发明并不局限于以下具体实施例，凡在本申请技术方案基础上做的等同变换均落入本发明的保护范围。

[0034] 本发明采用环缝式气体雾化的方式，采用金属熔体通过坩锅下端的喷嘴进入环缝型雾化器，通过雾化器环缝喷出的环形高压气流以锥 $30^{\circ}$ 的雾化锥将熔体破碎雾化成液滴。使用时，喷嘴与坩锅需放在炉中加热至一定温度，而且喷嘴和雾化器中间有两毫米间隙，石墨喷嘴与雾化器上的环缝组成起来，使环缝的高压气体聚焦在喷嘴的中心线上，且通过高压气体作用，在石墨喷嘴出口端形成负压区，使金属液更好地从喷嘴中流出，因此不能直接用一般的高压雾化器。

[0035] 同时，采用熔融态金属的好处在于，熔融温度提高有利于降低熔体的黏度，提高熔体的流动性，有利于雾化沉积时的雾化，获得较为细小的熔滴，提高熔滴雾化沉积时的冷却速率，获得偏析小、显微组织细小的沉积金属基体。熔融温度一般高于合金熔点约 $300\sim 320^{\circ}\text{C}$ ，但过高的熔体温度会导致熔体吸氧增强，造成基体合金的氧含量升高。

[0036] 实施例1

[0037] 采用本发明的制备装置制备纤维增强金属基复合材料时，先将金属或者合金熔融，熔融温度高于合金熔点约 $300\sim 350^{\circ}\text{C}$ 。熔融的金属舀入表面涂敷氧化锌涂层的坩锅中，坩锅提前预热；坩锅底部连接喷嘴，喷嘴内径为 $3.0\sim 4.5\text{mm}$ 。喷嘴插入雾化器中，采用环缝式气体雾化的方式，雾化气体压力为 $0.6\sim 0.8\text{MPa}$ ，采用氮气雾化，雾化锥角为 $30^{\circ}$ ，通过高压雾化气体在喷嘴出口端产生负压，将坩锅中的熔融态的金属吸出，熔融态的金属经喷嘴吸出时被高压雾化气体撞击、破碎，雾化成数百微米的金属熔滴。喷嘴下端距离沉积基底上表面的纤维网 $150\sim 300\text{mm}$ 。坩锅固定在高压雾化器上，高压雾化器固定在滑动式导轨装置上，可提高腔体密封性，滑动装置采用伺服电机驱动，可编程控制，水平移动距离为 $500\text{mm}$ ，周期为 $15\text{s}\sim 30\text{s}$ 。雾化的熔滴在过冷且未凝固前通过纤维网的网孔撞击并平铺在已沉积的基底表面，轴筒轴向长度小于沉积基底铝管的轴向长度，防止铝合金沉积在旋转轴上导致沉积基底与管材无法取下；旋转轴筒采用电热管加热，沉积时通过旋转轴表面热量传递给基底；所述旋转轴采用伺服电机驱动，通过控制系统编程控制，采用步进式旋转，配合扫描装置，每 $60\text{s}\sim 120\text{s}$ 旋转一次，每次旋转 $2.4\sim 4.8^{\circ}$ ，旋转一周共旋转 $75\sim 150$ 次；

[0038] 通过雾化沉积制备纤维增强金属基复合材料的过程如图2所示,经高压雾化器雾化后的熔融态金属熔滴飞行至纤维网。其沉积过程分为三步:①刚开始沉积时,如图2(a)所示,少数熔滴粘附在纤维网上,大多数熔滴穿过纤维网网孔撞击并平铺在之前沉积好的基底沉积层表面,随着沉积的继续,沉积层厚度增加;②当纤维网下的沉积层厚度增加,纤维网与沉积层之间的间隙被填充,随着沉积层厚度继续增加,网孔被沉积金属填充,然后纤维网被沉积金属覆盖;③当纤维网被沉积金属覆盖时,熔融态金属熔滴继续撞击并平铺在沉积层表面,沉积层厚度继续增加,沉积层的厚度由所设计的纤维增强相的体积分数决定。当沉积层的厚度满足要求时,通过预先编程的控制器发出指令,电机驱动旋转轴筒旋转 $2.4\sim 4.8^\circ$ ,再进行下一区域的沉积。

[0039] 通过沉积→旋转→沉积→旋转→沉积→…,实现熔融态金属在纤维网的逐层式沉积,获得纤维增强金属基复合材料结构示意图如图3所示,纤维增强网从垂直于轴向截面看为螺线式分布,两层纤维增强网之间为金属基体,金属基体的厚度由旋转轴的旋转间隔和旋转角度决定,旋转间隔时间越长,旋转角度越小,则纤维网增强之间的金属基体厚度越大。如果旋转间隔时间保持不变,则可获得增强纤维均匀分布的复合材料,如果间隔时间等速变化,则可获得具有梯度纤维增强的金属基复合材料。

[0040] 实施例2:

[0041] 本实施例采用的纤维网为东丽生产的丝束为1000根每束,网孔为 $5\text{mm}\times 5\text{mm}$ 的碳纤维网,采用坩锅移动式多层雾化沉积设备,采用Al-7Si合金作为基体,先将基体合金在井式炉中熔融,熔融温度为 $980^\circ\text{C}$ ,熔融温度高于合金熔点约 $320^\circ\text{C}$ 。熔融的金属舀入表面涂敷氧化锌涂层的石墨坩锅中,防止铝合金溶液与石墨坩锅发生反应,石墨坩锅容积为1.5L,石墨坩锅提前预热,预热至温度为 $800^\circ\text{C}$ ;石墨坩锅底部连接石墨喷嘴,喷嘴内径为3.2mm。石墨喷嘴插入雾化器中,雾化器采用30Cr合金钢制备,采用环缝式气体雾化的方式,雾化气体压力为0.8MPa,采用氮气雾化,雾化锥角为 $30^\circ$ ,通过高压雾化气体在石墨喷嘴出口端产生负压,将坩锅中的金属熔体吸出。熔体经石墨喷嘴吸出时被高压雾化气体撞击、破碎,雾化成数百微米的金属熔滴。喷嘴下端距离沉积基底上表面的纤维网200mm。石墨坩锅固定在雾化器上,雾化器固定在滑动式导化装置上,提高腔体密封性,滑动装置采用伺服电机驱动,可编程控制,扫描距离为500mm,扫描周期为30s。雾化的熔滴在过冷且未凝固前通过纤维网的网孔撞击并平铺在已沉积的沉积层表面。管型沉积基底为纯铝管,厚度为5mm,外径为310mm,轴向长度为510mm,铝管外表面进行麻纹化处理,增加基底表面的粗糙度,使熔滴更容易附着在基底表面,且不容易开裂;旋转轴筒外径为300mm,采用45钢钢管制成,厚度为40mm,与中心轴采用轮辐式结构焊接,轴筒轴向长度为500mm,轴筒轴向长度小于沉积基底铝管的轴向长度,防止铝合金沉积在旋转轴上导致沉积基底与管材无法取下;旋转轴筒采用电热管加热,旋转轴筒与纯铝基底接触良好,沉积前通过旋转轴筒表面热量传递给纯铝管沉积基底,使沉积基底表面温度达 $500^\circ\text{C}$ ;所述旋转轴采用伺服电机驱动,通过控制系统编程控制,采用步进式旋转,配合扫描装置,每120s旋转一次,每次旋转 $4.8^\circ$ ;

[0042] 通过雾化沉积制备C纤维增强Al-Si基复合材料的过程如下:经雾化器雾化后的Al-Si熔滴飞行至纤维网,刚开始沉积时,少数Al-Si熔滴粘附在纤维网上,大多数Al-Si熔滴穿过纤维网网孔撞击并平铺在之前沉积好的Al-Si沉积层表面,随着沉积的继续,Al-Si沉积层厚度增加;②当纤维网下的Al-Si沉积层厚度增加,纤维网与Al-Si沉积层之间的

间隙被填充,随着Al-Si沉积层厚度继续增加,网孔被沉积Al-Si合金填充,然后纤维网被沉积Al-Si层覆盖;③当纤维网被沉积Al-Si合金覆盖时,Al-Si合金熔滴继续撞击并平铺在沉积层表面,沉积层厚度继续增加。旋转间隔时间达120s,通过预先编程的控制器发出指令,电机驱动旋转轴筒旋转 $4.8^{\circ}$ ,再进行下一区域的沉积。

[0043] 本实施例中的加热装置在沉积层达到3mm时断开加热电源,并采用循环水对旋转轴筒进行冷却,通过冷却的旋转轴筒对接触的铝基底进行冷却,加快对沉积Al-Si合金的冷却。

[0044] 本实施例中的旋转角度过大时会造成沉积表面凸凹不平,从而造成部分碳纤维网下面的Al-Si合金沉积厚度不够,而使部分碳纤维与Al-Si基体未接触,造成复合材料中的缺陷。

[0045] 本实施例中的C<sub>f</sub>/Al-Si复合材料管材中,如图4所示,C纤维与基体结合良好,基体组织致密均匀,未发现明显的孔洞。

[0046] 从图5可以看出,基体铝合金的晶粒细小,约为300~500nm,且过饱和基体中析出的20~60nm细小沉淀相阻碍位错运动而强化了合金,形成位错缠结区域。

[0047] 本实施例的纤维增强金属基复合材料的制备装置包括移动式坩锅、雾化器、扫描装置、管型沉积基底、纤维网、旋转轴、控制装置。所述装置特征如下:

[0048] 所述移动式坩锅为石墨坩锅,表面涂敷氧化锌涂层,防止铝合金溶液与石墨坩锅发生反应,石墨坩锅容积为1.5L;

[0049] 所述雾化器采用环缝式雾化装置,雾化压力为0.6~1.0MPa,雾化锥角为 $30^{\circ}$ ,采用氮气作为雾化气体,雾化器下端喷嘴距沉积基底表面的高度为150~300mm;

[0050] 扫描装置采用滑动式导化装置,提高腔体密封性,滑动装置采用伺服电机驱动,可编程控制,扫描距离为500mm,扫描周期为15s~30s;

[0051] 所述管型沉积基底为金属管,厚度为5mm,外径为310mm,轴向长度为510mm;

[0052] 所述旋转轴轴筒外径为300mm,轴筒轴向长度为500mm,轴筒轴向长度小于沉积基底铝管的轴向长度,防止铝合金沉积在旋转轴筒上导致沉积基底与管材无法取下;旋转轴采用电热管加热,沉积时通过旋转轴筒表面热量传递给纯铝管沉积基底,使沉积基底表面温度达 $500^{\circ}\text{C}$ ;所述旋转轴筒采用伺服电机驱动,通过控制系统编程控制,采用步进式旋转,配合扫描装置,每60s~120s旋转一次,每次旋转 $4.8^{\circ}$ ,旋转一周共旋转75次;

[0053] 所述C纤维网的碳纤维丝束为1000根每束,网孔为 $5\text{mm}\times 5\text{mm}$ ;

[0054] 实施例3

[0055] 利用本发明的制备装置用于制备C纤维增强铝基复合材料板材时:

[0056] 合金熔体的雾化压力为0.8MPa,雾化锥角为 $30^{\circ}$ ,沉积高度为200mm;

[0057] C纤维网的碳纤维丝束为1000根每束,网孔为 $5\text{mm}\times 5\text{mm}$ ;

[0058] 用上述纤维增强金属基复合材料制备装置制备C纤维增强铝基复合材料板材时,沉积基底加热温度为 $500^{\circ}\text{C}$ ,保温30min,雾化器的扫描周期为15s,旋转轴带动沉积基底旋转,每120s旋转 $4.8^{\circ}$ ,通过铝合金在C纤维网上的逐层沉积,制备出C纤维分布均匀的铝基复合材料。

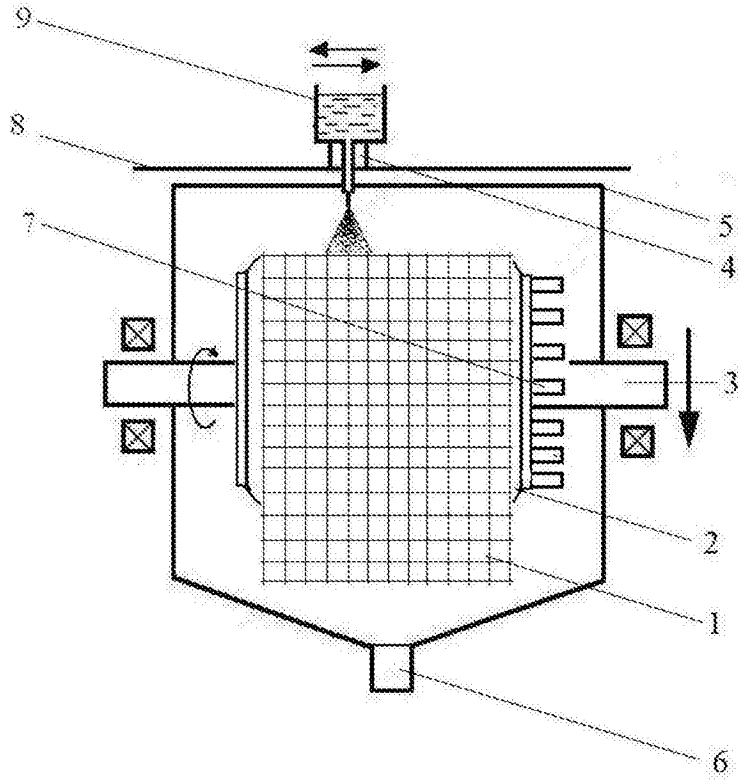


图1

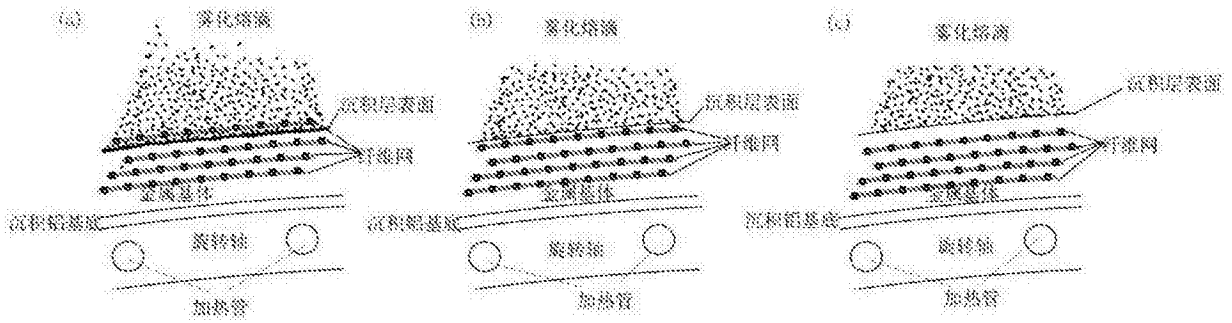


图2



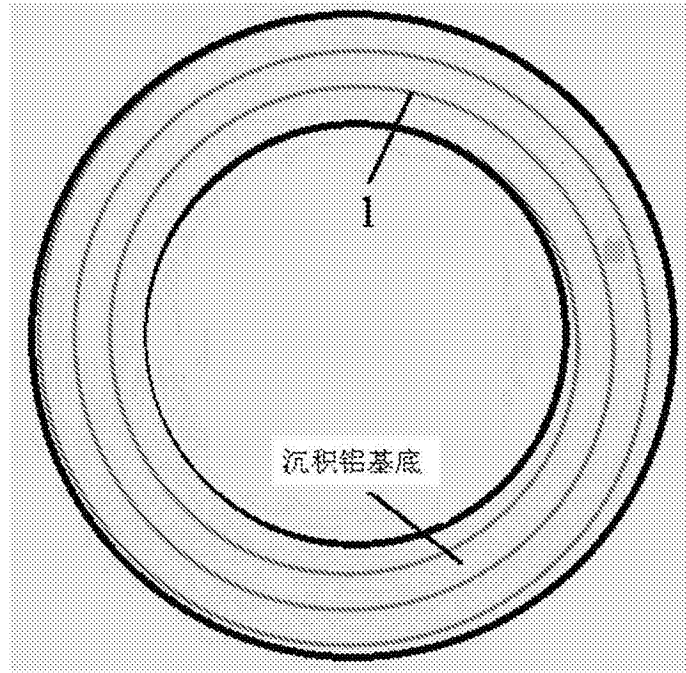


图3

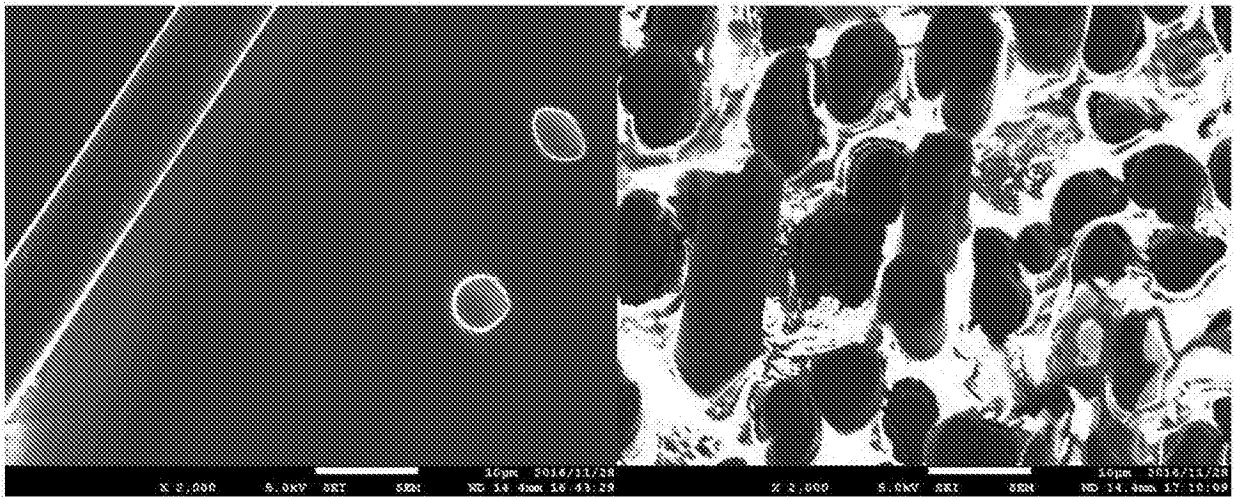


图4

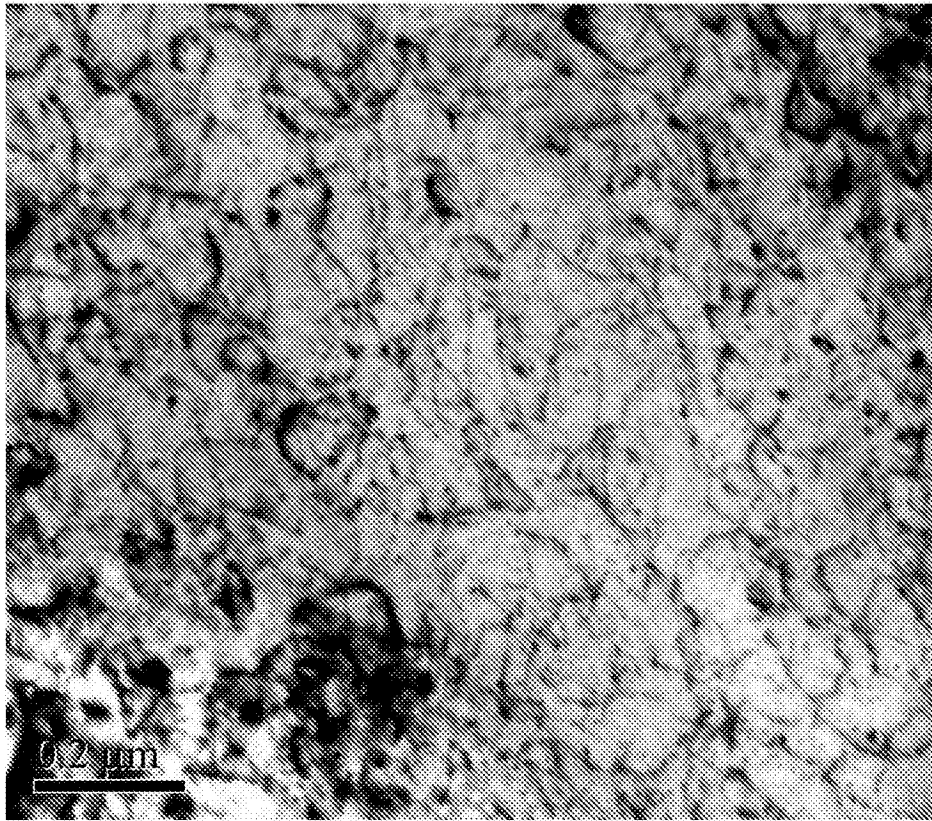


图5