



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 109609814 B

(45)授权公告日 2020.03.20

(21)申请号 201811608128.0

G22C 1/10(2006.01)

(22)申请日 2018.12.27

G22C 1/03(2006.01)

(65)同一申请的已公布的文献号

审查员 刘春涛

申请公布号 CN 109609814 A

(43)申请公布日 2019.04.12

(73)专利权人 吉林大学

地址 130000 吉林省长春市前进大街2699号

(72)发明人 邱丰 佟昊天 姜启川 杨宏宇

(74)专利代理机构 北京远大卓悦知识产权代理

事务所(普通合伙) 11369

代理人 姜美洋

(51)Int.Cl.

G22C 21/02(2006.01)

G22C 32/00(2006.01)

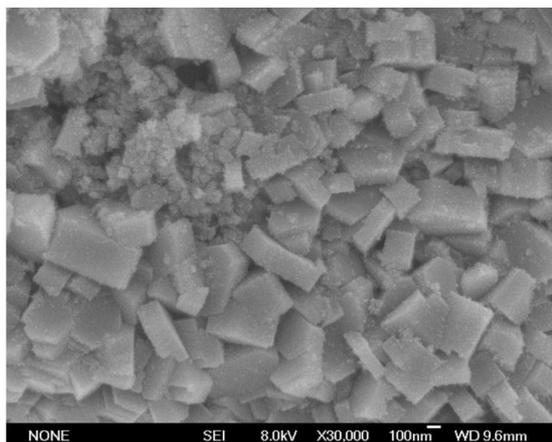
权利要求书2页 说明书16页 附图3页

(54)发明名称

一种双尺度陶瓷颗粒混杂高弹性模量高强度铝合金及其制备方法

(57)摘要

本发明公开一种双尺度陶瓷颗粒混杂高弹性模量高强度铝合金的制备方法,将Al粉、Ti粉以及B粉烧结原位内生纳米尺度TiB₂颗粒并外加微米SiC陶瓷颗粒制备高弹性模量高强度铝合金,并优化了纳米TiB₂和微米SiC陶瓷颗粒的含量,实现在铝基体中纳米尺寸陶瓷颗粒和微米尺寸陶瓷颗粒的叠加效应,提高铝合金的力学性能。



1. 一种双尺度陶瓷颗粒混杂高弹性模量高强度铝合金的制备方法,其特征在于,包括如下步骤:

步骤1:将高温氧化处理的SiC粉与Al-Si-Mg合金粉球磨混合,包裹铝箔制成圆柱形陶铝复合压坯,具体包括:

将粒度为5-20 μm 的SiC粉末、粒度为15-40 μm 的Al-Si-Mg合金粉配制成混合粉末,放入球磨罐中,球磨时间为24-96h,

其中,所述SiC粉与Al-Si-Mg合金粉的质量比为1:20-1:1.5,所述圆柱形陶铝复合压坯的致密度为60-75%;以及

所述球磨罐中盛有 $\Phi 4.5-\Phi 20\text{mm}$ 的ZrO₂陶瓷球,球料质量比为10:1,球料总体积为球罐容积的2/3,转速为20-90rpm,且正反转交替进行,间隔时间30min;

步骤2:将Al粉、Ti粉和B粉球磨混合,包裹铝箔制成圆柱形压坯,并进行真空烧结,具体包括:

以25-60K/min的速率升温至573K,真空除气,继续升温至763-783K,保温10-20min;

继续升温至1173-1193K,保温10min,降温至1073K,保温过程中对所述圆柱形压坯施加轴向25-55MPa的压力,保压20-90s,真空冷却至室温;

其中,所述圆柱形压坯的致密度为60-75%,所述Ti粉和B粉的质量比为1.85:1,真空烧结后所述圆柱形压坯中纳米TiB₂的质量分数为20wt.%;

步骤3:将Al-Si-Mg合金在1073-1123K下熔融精炼,按照质量比7:3-8:2分为第一部分Al-Si-Mg合金液和第二部分Al-Si-Mg合金液;

将所述圆柱形陶铝复合压坯置于第一部分Al-Si-Mg合金液中,机械搅拌120-300s,保温3-5min;

将所述圆柱形压坯置于第二部分Al-Si-Mg合金液中,机械搅拌60-180s,超声处理5-10min;

将第一部分Al-Si-Mg合金液与第二部分Al-Si-Mg合金液混合,机械搅拌2-5min,超声处理3-8min,保温3-5min,浇铸得到纳米TiB₂和微米SiC陶瓷颗粒强化的铝合金;

其中,所述纳米TiB₂和微米SiC陶瓷颗粒强化的铝合金的化学组成及其质量百分比为:Si:6.5%-10wt.%;Mg:0.3-0.7wt.%;TiB₂:0.1-0.5wt.%;SiC:2-8wt.%;余量为Al。

2. 如权利要求1所述的双尺度陶瓷颗粒混杂高弹性模量高强度铝合金的制备方法,其特征在于,步骤1中,SiC粉的高温氧化处理采用分段氧化方式对SiC进行高温氧化处理:

以20-100K/min的速率升温到573K,保温10min;

继续以20-100K/min的速率升温到973K,保温10min;

加热至预定温度973-1373K,保温1-12h。

3. 如权利要求1或2所述的双尺度陶瓷颗粒混杂高弹性模量高强度铝合金的制备方法,其特征在于,还包括对纳米TiB₂和微米SiC陶瓷颗粒强化的铝合金进行固溶处理,固溶温度为813K,固溶时间为6-15h,固溶处理后进行冷水淬火。

4. 如权利要求3所述的双尺度陶瓷颗粒混杂高弹性模量高强度铝合金的制备方法,其特征在于,还包括对固溶处理后的铝合金在空气中进行自然时效处理,时效时间为6-15h。

5. 如权利要求4所述的双尺度陶瓷颗粒混杂高弹性模量高强度铝合金的制备方法,其特征在于,还包括对自然时效处理后的铝合金进行人工时效处理,时效温度428-438K,时效

时间为6-15h。

6. 如权利要求1或2所述的双尺度陶瓷颗粒混杂高弹性模量高强度铝合金的制备方法,其特征在于,步骤3中,对Al-Si-Mg合金进行熔融精炼时,加入0.05-0.10wt.%的清渣剂对合金液进行精炼除渣,所述清渣剂的成分及质量百分比为:KCl:35wt.%;MgCl₂:30wt.%;AlF₃:5wt.%;Na₃AlF₆:15wt.%;Mg₃N₂:5wt.%;Na₂CO₃:5wt.%;C₂Cl₆:5wt.%。

7. 如权利要求6所述的双尺度陶瓷颗粒混杂高弹性模量高强度铝合金的制备方法,其特征在于,制备所述圆柱形陶铝复合压坯的压力为60-100MPa;制备所述圆柱形压坯的压力为60-100MPa。

8. 如权利要求1、2、4或5所述的双尺度陶瓷颗粒混杂高弹性模量高强度铝合金的制备方法,其特征在于,所述圆柱形压坯进行真空烧结时,真空压力小于等于10Pa。

9. 如权利要求8所述的双尺度陶瓷颗粒混杂高弹性模量高强度铝合金的制备方法,其特征在于,所述SiC粉末的粒径为5-20 μ m,Al-Si-Mg合金粉的粒径为15-40 μ m,Al粉的粒径为13-48 μ m,B粉的粒径为0.5-1 μ m,Ti粉的粒径为13-45 μ m。

一种双尺度陶瓷颗粒混杂高弹性模量高强度铝合金及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及高性能铝合金加工及其制备领域,更具体的是,本发明涉及一种双尺度陶瓷颗粒混杂高弹性模量高强度铝合金及其制备方法。

背景技术

[0002] 亚共晶Al-Si-Mg合金作为一种可热处理强化合金,其具有自然时效能力,强度较高,塑性较好。另外,该合金的铸造性能优良,流动性好、线收缩小,热裂倾向低、气密性高、耐蚀性好。但随着近几年汽车、轨道交通以及航空航天、军事领域的不断发展,对于所需的材料性能的要求也越来越高。在对于材料质轻的要求的同时,还需要合金材料保持较高的力学性能。通常强化合金的手段有热处理强化或颗粒强化剂,但通常所用的强化铝合金的强化剂在提高强度的同时往往会损害材料的塑性,因此开发出一种同时提高亚共晶Al-Si-Mg合金强塑形的强化剂成为目前的关键。含有内生陶瓷颗粒的金属陶瓷复合对于铝合金来说是一种较为理想的强化剂。纳米TiB₂陶瓷颗粒具有比强度高、熔点高、硬度高、耐腐蚀性较好以及电导率较高等特点。在Al-Ti-B体系中,利用原位内生反应得到含有纳米尺寸的TiB₂陶瓷颗粒的陶铝复合,该陶铝复合作为亚共晶Al-Si-Mg合金的纳米颗粒强化剂,经过本发明所述的技术手段加入到铝合金熔体中,其中TiB₂纳米陶瓷颗粒分散均匀,稳定存在;而SiC陶瓷颗粒具有高强度和硬度、可靠的化学稳定性、良好抗热冲击性能以及抗蠕变等特点,在国防、核能和空间技术、汽车工业及海洋工程等领域获得了广泛应用。在本发明的技术方案中,SiC颗粒为微米尺寸,通过氧化及球磨分散后制成压坯,加入熔体中。通过微米尺寸的SiC颗粒以及纳米尺寸的TiB₂微米尺寸混合强化,在保证铝合金有较高的刚度和弹性模量的同时,保证了其较好的强韧性,有着重要的实际应用价值。铝合金的弹性模量和刚度进一步提高,可以避免铝合金的较低的弹性模量的缺点,在更广泛的范围替代钢,实现高性能高刚度轻量化材料的开发,具有重要的应用前景。

发明内容

[0003] 本发明的一个目的是设计开发了一种双尺度陶瓷颗粒混杂高弹性模量高强度铝合金,其通过原位内生纳米TiB₂和外加微米SiC陶瓷颗粒制备高弹性模量高强度铝合金,并优化了纳米TiB₂和微米SiC陶瓷颗粒的含量,提高铝合金的力学性能。

[0004] 本发明的另一个目的是设计开发了一种双尺度陶瓷颗粒混杂高弹性模量高强度铝合金的制备方法,将Al粉、Ti粉以及B粉烧结原位内生纳米尺度TiB₂颗粒并外加微米SiC陶瓷颗粒制备高弹性模量高强度铝合金,并优化了纳米TiB₂和微米SiC陶瓷颗粒的含量,实现在铝基体中纳米尺寸陶瓷颗粒和微米尺寸陶瓷颗粒的叠加效应,提高铝合金的力学性能。

[0005] 本发明提供的技术方案为:

[0006] 一种双尺度陶瓷颗粒混杂高弹性模量高强度铝合金的制备方法,包括如下步骤:

[0007] 步骤1:将高温氧化处理的SiC粉与Al-Si-Mg合金粉球磨混合,包裹铝箔制成圆柱形陶铝复合压坯,具体包括:

[0008] 将粒度为5-20 μm 的SiC粉末、粒度为15-40 μm 的Al-Si-Mg合金粉配制成混合粉末,放入球磨罐中,球磨时间为24-96h,

[0009] 其中,所述SiC粉与Al-Si-Mg合金粉的质量比为1:20-1:1.5,所述圆柱形陶铝复合压坯的致密度为60-75%;以及

[0010] 所述球磨罐中盛有 $\Phi 4.5-\Phi 20\text{mm}$ 的ZrO₂陶瓷球,球料质量比为10:1,球料总体积为球罐容积的2/3,转速为20-90rpm,且正反转交替进行,间隔时间30min;

[0011] 步骤2:将Al粉、Ti粉和B粉球磨混合,包裹铝箔制成圆柱形压坯,并进行真空烧结,具体包括:

[0012] 以25-60K/min的速率升温至573K,真空除气,继续升温至763-783K,保温10-20min;

[0013] 继续升温至1173-1193K,保温10min,降温至1073K,保温过程中对所述圆柱形压坯施加轴向25-55MPa的压力,保压20-90s,真空冷却至室温;

[0014] 其中,所述圆柱形压坯的致密度为60-75%,所述Ti粉和B粉的质量比为1.85:1,真空烧结后所述圆柱形压坯中纳米TiB₂的质量分数为20wt.%;

[0015] 步骤3:将Al-Si-Mg合金在1073-1123K下熔融精炼,按照质量比7:3-8:2分为第一部分Al-Si-Mg合金液和第二部分Al-Si-Mg合金液;

[0016] 将所述圆柱形陶铝复合压坯置于第一部分Al-Si-Mg合金液中,机械搅拌120-300s,保温3-5min;

[0017] 将所述圆柱形压坯置于第二部分Al-Si-Mg合金液中,机械搅拌60-180s,超声处理5-10min;

[0018] 将第一部分Al-Si-Mg合金液与第二部分Al-Si-Mg合金液混合,机械搅拌2-5min,超声处理3-8min,保温3-5min,浇铸得到纳米TiB₂和微米SiC陶瓷颗粒强化的铝合金;

[0019] 其中,所述纳米TiB₂和微米SiC陶瓷颗粒强化的铝合金的化学组成及其质量百分比为:Si:6.5%-10wt.%;Mg:0.3-0.7wt.%;TiB₂:0.1-0.5wt.%;SiC:2-8wt.%;余量为Al。

[0020] 优选的是,步骤1中,SiC粉的高温氧化处理采用分段氧化方式对SiC进行高温氧化处理:

[0021] 以20-100K/min的速率升温到573K,保温10min;

[0022] 继续以20-100K/min的速率升温到973K,保温10min;

[0023] 加热至预定温度973-1373K,保温1-12h。

[0024] 优选的是,还包括对纳米TiB₂和微米SiC陶瓷颗粒强化的铝合金进行固溶处理,固溶温度为813K,固溶时间为6-15h,固溶处理后进行冷水淬火。

[0025] 优选的是,还包括对固溶处理后的铝合金在空气中进行自然时效处理,时效时间为6-15h。

[0026] 优选的是,还包括对自然时效处理后的铝合金进行人工时效处理,时效温度428-438K,时效时间为6-15h。

[0027] 优选的是,步骤3中,对Al-Si-Mg合金进行熔融精炼时,加入0.05-0.10wt.%的清

渣剂对合金液进行精炼除渣,所述清渣剂的成分及质量百分比为:KCl:35wt.%;MgCl₂:30wt.%;AlF₃:5wt.%;Na₃AlF₆:15wt.%;Mg₃N₂:5wt.%;Na₂CO₃:5wt.%;C₂Cl₆:5wt.%。

[0028] 优选的是,制备所述圆柱形陶铝复合压坯的压力为60-100MPa;制备所述圆柱形压坯的压力为60-100MPa。

[0029] 优选的是,所述圆柱形压坯进行真空烧结时,真空压力小于等于10Pa。

[0030] 优选的是,所述SiC粉末的粒径为5-20 μ m,Al-Si-Mg合金粉的粒径为15-40 μ m,Al粉的粒径为13-48 μ m,B粉的粒径为0.5-1 μ m,钛粉的粒径为13-45 μ m。

[0031] 本发明所述的有益效果:

[0032] (1) 本发明设计开发了一种双尺度陶瓷颗粒混杂高弹性模量高强度铝合金,其通过原位内生纳米TiB₂和外加微米SiC陶瓷颗粒制备高弹性模量高强度铝合金,并优化了纳米TiB₂和微米SiC陶瓷颗粒的含量,纳米陶瓷颗粒在铝基体内稳定存在,界面结合良好,分散均匀,实现陶铝复合材料中纳米TiB₂颗粒和微米SiC陶瓷颗粒的均匀分布。

[0033] (2) 本发明设计开发了一种双尺度陶瓷颗粒混杂高弹性模量高强度铝合金的制备方法,将Al粉、Ti粉以及B粉烧结原位内生纳米尺度TiB₂颗粒并外加微米SiC陶瓷颗粒制备高弹性模量高强度铝合金,并优化了纳米TiB₂和微米SiC陶瓷颗粒的含量,实现陶铝复合材料中TiB₂颗粒的均匀分布,配合微米尺寸的SiC颗粒,实现在铝基体中纳米尺寸陶瓷颗粒和微米尺寸陶瓷颗粒的叠加效应,双相陶瓷颗粒在铝基体内稳定存在,界面结合良好,分散均匀,实现陶铝复合材料中TiB₂和SiC颗粒的双相双尺度分布,且双相双尺度颗粒稳定存在,内生陶瓷颗粒与铝合金基体不会发生界面反应,颗粒尺寸为纳米、微米混杂,不会降低复合材料的塑性,具有重要的应用价值。整体操作简单,节约成本,具有重要的经济效益。

附图说明

[0034] 图1为本发明实施例1制备的圆柱形压坯中TiB₂的颗粒形貌图。

[0035] 图2为本发明实施例1制备的圆柱形陶铝复合压坯中SiC的颗粒形貌图。

[0036] 图3为本发明实施例2制备的圆柱形压坯中TiB₂的颗粒形貌图。

[0037] 图4为本发明实施例2制备的圆柱形陶铝复合压坯中SiC的颗粒形貌图。

[0038] 图5为本发明实施例3制备的圆柱形压坯中TiB₂的颗粒形貌图。

[0039] 图6为本发明实施例3制备的圆柱形陶铝复合压坯中SiC的颗粒形貌图。

具体实施方式

[0040] 下面结合附图对本发明做进一步的详细说明,以令本领域技术人员参照说明书文字能够据以实施。

[0041] 本发明提供一种双尺度陶瓷颗粒混杂高弹性模量高强度铝合金,所述双尺度陶瓷颗粒混杂高弹性模量高强度铝合金化学组成及其质量百分比为:Si:6.5%-10wt.%;Mg:0.3-0.7wt.%;TiB₂:0.1-0.5wt.%;SiC:2-8wt.%;余量为Al。

[0042] 本发明提供的双尺度陶瓷颗粒混杂高弹性模量高强度铝合金,其通过原位内生纳米TiB₂和外加微米SiC陶瓷颗粒制备高弹性模量高强度铝合金,并优化了纳米TiB₂和微米SiC陶瓷颗粒的含量,纳米陶瓷颗粒在铝基体内稳定存在,界面结合良好,分散均匀,实现陶铝复合材料中纳米TiB₂颗粒和微米SiC陶瓷颗粒的均匀分布。

[0043] 本发明还提供一种双尺度陶瓷颗粒混杂高弹性模量高强度铝合金的制备方法,包括如下步骤:

[0044] 步骤一、微米SiC陶瓷颗粒的预处理

[0045] (1) SiC表面氧化处理

[0046] i. 将SiC粉末平铺在直径为100mm、高度为20mm的高纯刚玉坩埚上,厚度约为0.3-0.8mm,然后将刚玉坩埚放入高温箱式电阻炉内锻烧,采用分段氧化方式对SiC进行高温氧化处理;

[0047] 具体分段氧化工艺如下:

[0048] 以速率为20-100K/min升温到573K,保温10min,继续以速率为20-100K/min升温到973K,保温10min,然后加热到预定温度973-1373K,保温1-12h。

[0049] (2) 球磨预分散处理

[0050] i. 取粒度为5-20 μm 的SiC粉末、粒度为15-40 μm 的Al-Si-Mg (Si:6.5%-10wt.%, Mg:0.3-0.7wt.%, 余量为铝) 合金粉,按照SiC与Al-Si-Mg合金粉质量比1:20-1:1.5,配制成混合粉末;

[0051] ii. 将配制好的混合粉料放入球磨罐中。罐中盛有 $\Phi 4.5$ - $\Phi 20$ mm的ZrO₂陶瓷球,球料质量比为10:1,球料总体积为球罐容积的2/3,转速为20-90rpm (正反转交替进行,间隔时间30min)、球磨时间24-96h。

[0052] (3) 含有SiC颗粒压坯的制备

[0053] 将球磨混料的粉料取出,用铝箔包好,在液压机上冷压制成直径为 $\Phi 30$ - $\Phi 45$ 的轴向压力致密化的圆柱形陶铝复合压坯,压力60-100MPa;致密度为60-75%。

[0054] 步骤二、含有内生纳米TiB₂颗粒的强化剂的制备

[0055] (1) Al-Ti-B反应压坯的制备

[0056] i. 硼粉球磨活化预处理,将硼粉放入球磨罐中,用球磨机将硼粉以200-300r/min的速度球磨活化处理1-3h。

[0057] ii. 称取一定量所需的粒度约13-48 μm 的铝粉,球磨处理后粒度约为0.5-1 μm 的硼粉以及粒度约为13-45 μm 的钛粉备用;

[0058] 将铝粉、钛粉、硼粉按以下配比配制成100g混合粉末制成Al-Ti-B压坯 (Ti/B质量比为1.85:1)。其中Al-Ti-B体系中反应生成纳米TiB₂陶瓷颗粒的质量分数为20wt.%。体系中铝粉、钛粉、硼粉各自重量分别为:铝粉:80克;钛粉:12.97克;硼粉:7.03克;配制成100克混合粉末。

[0059] iii. 将配制好的粉料与氧化锆磨球放入混料机中,混料机以30-60r/min的速度均匀混合8-32h;其中ZrO₂磨球和混合粉末的质量比是8:1;其中球磨罐中盛有直径分别为5mm、7mm、11mm、15mm、20mm、22mm的ZrO₂球,每种10个,ZrO₂球质量共800g。

[0060] iv. 将球磨混料的粉料取出,将球磨混好的粉料用铝箔包好,在液压机上冷压制成 $\Phi 30$ 圆柱形压坯,压力60-100MPa;高35-45mm;致密度为60-75%。

[0061] (2) 压坯烧结原位反应:

[0062] i. 将上述步骤中制得的 $\Phi 30$ 圆柱形压坯放入内腔直径为 $\Phi 32$ mm的圆柱形石墨模具中。在压坯顶部放置一高强石墨压杆,固定压坯在模具中的位置。

[0063] ii. 将石墨模具、连同压杆和 $\Phi 30$ 圆柱形压坯放入到真空热爆炉中,关闭炉门,后

抽真空至炉内压力低于10Pa;

[0064] iii. 开始加热,加热速度设置为25-60K/min;温度升高至573K时,进行真空除气;待温度升高至763-783K时,为了使石墨模具温度与圆柱形压坯温度保持一致,保温10-20min。

[0065] iv. 加热升温至1173K-1193K至观察到炉内气压明显增加后,保温10min,随后将温度降到1073K,保温过程中同时对圆柱形压坯施加轴向25-55MPa压力,保压时间20-90s;反应后并经轴向压力致密化的圆柱形陶铝复合随炉在真空中冷却至室温。

[0066] 步骤三、未强化Al-Si-Mg合金的制备

[0067] (1) 将预先称量好的铝合金放置于坩埚中并随坩埚一起放入坩埚式电阻熔炼炉内,升温至1073K;Al-Si-Mg合金的成分为,Si:6.5%-10wt.%,Mg:0.3-0.7wt.%,余量为铝;本步骤所述的坩埚命名为坩埚A。

[0068] (2) 待合金完全熔化后并保温30min,加入0.05-0.10wt.%的清渣剂对合金液进行精炼除渣,打渣处理后保温10min。得到未强化Al-Si-Mg合金。

[0069] 所述清渣剂的成分及质量百分比为:KCl:35wt.%;MgCl₂:30wt.%;AlF₃:5wt.%;Na₃AlF₆:15wt.%;Mg₃N₂:5wt.%;Na₂CO₃:5wt.%;C₂Cl₆:5wt.%。

[0070] (3) 另取一个干燥的坩埚放入坩埚式电阻熔炼炉内,此坩埚命名为坩埚B,将炉温调整至1073-1123K;将坩埚A中除渣后的未强化Al-Si-Mg合金总含量的约20-30%的合金液,沿坩埚壁缓慢倒入坩埚B中,保温10-20min;随后坩埚A始终保持1073K保温;

[0071] 步骤四、微米SiC颗粒和纳米TiB₂颗粒复合强化处理Al-Si-Mg合金

[0072] (1) 将含有TiB₂陶瓷颗粒的强化剂加入到坩埚B的合金液中,使得纳米TiB₂和微米SiC陶瓷颗粒强化的铝合金中TiB₂的质量分数为0.1-0.5wt.%,采用机械搅拌处理熔体60-180s;对坩埚B中的混合合金液采用超声处理熔体5-10min,促进纳米TiB₂颗粒的均匀分散。

[0073] (2) 将含有微米SiC陶瓷颗粒的强化剂加入到坩埚A的合金液中,使得纳米TiB₂和微米SiC陶瓷颗粒强化的铝合金中SiC的质量分数为2-8wt.%,采用机械搅拌处理熔体120-300s,随后保温3-5m。

[0074] (3) 将坩埚B中的金属液倒入坩埚A中,与坩埚A中的铝合金液混合到一起;对混合合金液机械搅拌处理熔体2-5min,随后采用超声处理处理时间为3-8min。超声辅助分散结束后,移除超声设备,保温3-5min。

[0075] (4) 将搅拌处理后的金属液浇铸到金属型模具(45#钢,尺寸为200mm×150mm×20mm)内,得到纳米TiB₂和微米SiC陶瓷颗粒强化铝合金的板状试样,板状铸坯的厚度为20mm。

[0076] 步骤五、强化后的Al-Si-Mg合金的热处理

[0077] (1) 固溶处理:将强化后的铝合金在高温烘箱中进行固溶处理,固溶温度813K,固溶时间为6-15h,固溶处理后进行冷水淬火;

[0078] (2) 自然时效处理:在空气中进行自然时效处理,时效时间为6-15h;

[0079] (3) 人工时效处理:在电热鼓风干燥箱中进行人工时效处理,时效温度428-438K,时效时间为6-15h。

[0080] 实施例1

[0081] 本实例制备方法包括以下步骤:

[0082] 步骤一,微米SiC陶瓷颗粒的预处理

[0083] (1) SiC表面氧化处理:

[0084] i. 将SiC粉末平铺在直径为100mm、高度为20mm的高纯刚玉坩埚上,厚度约为0.5mm,然后将刚玉坩埚放入高温箱式电阻炉内煅烧,采用分段氧化方式对SiCp进行高温氧化处理,具体分段氧化工艺如下:以速率为30K/min升温到573K,573K保温10min,继续以速率为50K/min升温到973K,保温10min,然后加热到预定温度1373K,保温2h。

[0085] (2) 球磨预分散处理:

[0086] i. 取粒度为10 μ m的SiC粉末、粒度为40 μ m的Al-Si-Mg (Si:7wt.%, Mg:0.7wt.%, 余量为铝)合金粉末,按照SiC与Al-Si-Mg合金粉质量比1:1.5,配制成混合粉末;

[0087] ii. 将配制好的混合粉料放入球磨罐中。罐中盛有 Φ 20mm的ZrO₂陶瓷球,球料质量比为10:1,球料总体积为球罐容积的2/3,转速为50rpm(正反转交替进行,间隔时间30min)、球磨时间48h。

[0088] (3) 含有SiC颗粒压坯的制备:

[0089] 将球磨混料的粉料取出,用铝箔包好,在液压机上冷压制成直径为 Φ 30的轴向压力致密化的圆柱形陶铝复合压坯,压力80MPa;致密度为65%。

[0090] 步骤二,含有内生纳米TiB₂颗粒的强化剂的制备

[0091] (1) Al-Ti-B反应压坯的制备:

[0092] i. 硼粉球磨活化预处理,将硼粉放入球磨罐中,用球磨机将硼粉以300r/min的速度球磨活化处理2h。

[0093] ii. 称取一定量所需的粒度约48 μ m的铝粉,球磨处理后粒度约为0.5 μ m的硼粉以及粒度约为13 μ m的钛粉备用;

[0094] 将铝粉、钛粉、硼粉按以下配比配制成100g混合粉末制成Al-Ti-B压坯(Ti/B质量比为1.85:1)。其中Al-Ti-B体系中反应生成纳米TiB₂陶瓷颗粒的质量分数为20wt.%。体系中铝粉、钛粉、硼粉各自重量分别为:铝粉:80克;钛粉:12.97克;硼粉:7.03克;配制成100克混合粉末。

[0095] iii. 将配制好的粉料与氧化锆磨球放入混料机中,混料机以50r/min的速度均匀混合16h;其中ZrO₂磨球和混合粉末的质量比是8:1;其中球磨罐中盛有直径分别为5mm、7mm、11mm、15mm、20mm、22mm的ZrO₂球,每种10个,ZrO₂球质量共800g。

[0096] iv. 将球磨混料的粉料取出,将球磨混好的粉料用铝箔包好,在液压机上冷压制成 Φ 30圆柱形压坯,压力80MPa;高40mm;致密度为65%。

[0097] (2) 压坯烧结原位反应:

[0098] i. 将上述步骤中制得的 Φ 30圆柱形压坯放入内腔直径为 Φ 32mm的圆柱形石墨模具中。在压坯顶部放置一高强石墨压杆,固定压坯在模具中的位置。

[0099] ii. 将石墨模具、连同压杆和 Φ 30圆柱形压坯放入到真空热爆炉中,关闭炉门,后抽真空至炉内压力低于10Pa;

[0100] iii. 开始加热,加热速度设置为40K/min;温度升高至573K时,进行真空除气;待温度升高至783K时,为了使石墨模具温度与圆柱形压坯温度保持一致,保温20min。

[0101] iv. 加热升温至1173K至观察到炉内气压明显增加后,保温10min,随后将温度降到1073K,保温过程中同时对圆柱形压坯施加轴向40MPa压力,保压时间60s;反应后并经轴向压力致密化的圆柱形陶铝复合随炉在真空中冷却至室温。

[0102] 步骤三,未强化Al-Si-Mg合金的制备

[0103] (1) 将预先称量好的铝合金放置于坩埚中并随坩埚一起放入坩埚式电阻熔炼炉内,升温至1073K;Al-Si-Mg合金的成分为,Si:7wt.%,Mg:0.7wt.%,余量为铝;本步骤所述的坩埚命名为坩埚A。

[0104] (2) 待合金完全熔化后并保温30min,加入0.10wt.%的清渣剂对合金液进行精炼除渣,打渣处理后保温10min。得到未强化Al-Si-Mg合金。

[0105] (3) 另取一个干燥的坩埚放入坩埚式电阻熔炼炉内,此坩埚命名为坩埚B,将炉温调整至1123K;将坩埚A中除渣后未强化的Al-Si-Mg合金总含量的约20%的合金液,沿坩埚壁缓慢倒入坩埚B中,保温10min;随后坩埚A始终保持1073K保温;

[0106] 步骤四,微米SiC颗粒和纳米TiB₂颗粒复合强化处理Al-Si-Mg合金,具体如下:

[0107] (1) 将含有TiB₂陶瓷颗粒的强化剂加入到坩埚B所述的合金液中,,使得纳米TiB₂和微米SiC陶瓷颗粒强化的铝合金中TiB₂的质量分数为0.1wt.%,采用机械搅拌处理熔体80s;对坩埚B中的混合合金液采用超声处理熔体5min,促进纳米TiB₂颗粒的均匀分散;

[0108] (2) 将含有微米SiC陶瓷颗粒的强化剂加入到坩埚A的合金液中,使得纳米TiB₂和微米SiC陶瓷颗粒强化的铝合金中SiC的质量分数为2wt.%,采用机械搅拌处理熔体300s。随后保温3min;

[0109] (3) 将坩埚B中的金属液倒入坩埚A中,与坩埚A中的铝合金液混合到一起;对混合合金液机械搅拌处理熔体5min,随后采用超声处理处理时间为5min。超声辅助分散结束后,移除超声设备,保温3min。

[0110] (4) 将搅拌处理后的金属液浇铸到金属型模具内,得到纳米TiB₂和微米SiC陶瓷颗粒强化铝合金的板状试样,板状铸坯的厚度为20mm。

[0111] 步骤五,强化后的Al-Si-Mg合金的热处理

[0112] (1) 固溶处理:将强化后的铝合金在高温烘箱中进行固溶处理,固溶温度813K,固溶时间为10h,固溶处理后进行冷水淬火;

[0113] (2) 自然时效处理:在空气中进行自然时效处理,时效时间为8h;

[0114] (3) 人工时效处理:在电热鼓风干燥箱中进行人工时效处理,时效温度438K,时效时间为10h。

[0115] 0.1wt.%纳米TiB₂颗粒(如图1)和2wt.%SiC陶瓷颗粒(如图2)的复合强化处理的Al-Si-Mg合金的弹性模量、拉伸强度和断裂应变分别为:77.8GPa、331MPa、8.5%,比未强化的Al-Si-Mg合金(弹性模量:70.5GPa、拉伸强度:282MPa、断裂应变分别为:7.6%)的性能分别提高了10.3%、17.3%、11.8%。弹性模量和强度提高显著,并且提高了材料的塑性。

[0116] 实施例2

[0117] 步骤一,微米SiC陶瓷颗粒的预处理,具体如下:

[0118] (1) SiC表面氧化处理:

[0119] i. 将SiC粉末平铺在直径为100mm、高度为20mm的高纯刚玉坩埚上,厚度约为0.8mm,然后将刚玉坩埚放入高温箱式电阻炉内锻烧,采用分段氧化方式对SiC进行高温氧化处理,具体分段氧化工艺如下:以速率为50K/min升温到573K,573K保温10min,继续以速率为60K/min升温到973K,保温10min,然后加热到预定温度1273K,保温5h。

[0120] (2) 球磨预分散处理:

[0121] i.取粒度为6 μm 的SiC粉末、粒度为15 μm 的Al-Si-Mg(Si:9wt.%,Mg:0.5wt.%,余量为铝)合金粉末,按照SiC与Al-Si-Mg合金粉质量比1:3,配制成混合粉末;

[0122] ii.将配制好的混合粉料放入球磨罐中。罐中盛有 $\Phi 10\text{mm}$ 的ZrO₂陶瓷球,球料质量比为10:1,球料总体积为球罐容积的2/3,转速为70rpm(正反转交替进行,间隔时间30min)、球磨时间24h。

[0123] (3)含有SiC颗粒压坯的制备:

[0124] 将球磨混料的粉料取出,用铝箔包好,在液压机上冷压制直径为 $\Phi 45$ 的轴向压力致密化的圆柱形陶铝复合压坯,压力100MPa;致密度为75%。

[0125] 步骤二,含有内生纳米TiB₂颗粒的强化剂的制备,具体如下:

[0126] (1)Al-Ti-B反应压坯的制备:

[0127] i.硼粉球磨活化预处理,将硼粉放入球磨罐中,用球磨机将硼粉以200r/min的速度球磨活化处理3h。

[0128] ii.称取一定量所需的粒度约13 μm 的铝粉,球磨处理后粒度约为1 μm 的硼粉以及粒度约为45 μm 的钛粉备用;

[0129] 将铝粉、钛粉、硼粉按以下配比配制成100g混合粉末制成Al-Ti-B压坯(Ti/B质量比为1.85:1)。其中Al-Ti-B体系中反应生成纳米TiB₂陶瓷颗粒的质量分数为20wt.%。体系中铝粉、钛粉、硼粉各自重量分别为:铝粉:80克;钛粉:12.97克;硼粉:7.03克;配制成100克混合粉末。

[0130] iii.将配制好的粉料与氧化锆磨球放入混料机中,混料机以60r/min的速度均匀混合8h;其中ZrO₂磨球和混合粉末的质量比是8:1;其中球磨罐中盛有直径分别为5mm、7mm、11mm、15mm、20mm、22mm的ZrO₂球,每种10个,ZrO₂球质量共800g。

[0131] iv.将球磨混料的粉料取出,将球磨混好的粉料用铝箔包好,在液压机上冷压制 $\Phi 30$ 圆柱形压坯,压力100MPa;高35mm;致密度为75%。

[0132] (2)压坯烧结原位反应:

[0133] i.将上述步骤中制得的 $\Phi 30$ 圆柱形压坯放入内腔直径为 $\Phi 32\text{mm}$ 的圆柱形石墨模具中。在压坯顶部放置一高强石墨压杆,固定压坯在模具中的位置。

[0134] ii.将石墨模具、连同压杆和 $\Phi 30$ 圆柱形压坯放入到真空热爆炉中,关闭炉门,后抽真空至炉内压力低于10Pa;

[0135] iii.开始加热,加热速度设置为25K/min;温度升高至573K时,进行真空除气;待温度升高至763K时,为了使石墨模具温度与圆柱形压坯温度保持一致,保温10min。

[0136] iv.加热升温至1193K至观察到炉内气压明显增加后,保温10min,随后将温度降到1073K,保温过程中同时对圆柱形压坯施加轴向55MPa压力,保压时间90s;反应后并经轴向压力致密化的圆柱形陶铝复合随炉在真空中冷却至室温。

[0137] 步骤三,未强化Al-Si-Mg合金的制备

[0138] (1)将预先称量好的铝合金放置于坩埚中并随坩埚一起放入坩埚式电阻熔炼炉内,升温至1073K;Al-Si-Mg合金的成分为,Si:9wt.%,Mg:0.5wt.%,余量为铝;本步骤所述的坩埚命名为坩埚A。

[0139] (2)待合金完全熔化后并保温30min,加入0.05wt.%的清渣剂对合金液进行精炼除渣,打渣处理后保温10min。得到未强化Al-Si-Mg合金。

[0140] (3) 另取一个干燥的坩埚放入坩埚式电阻熔炼炉内,此坩埚命名为坩埚B,将炉温调整至1073K;将坩埚A中除渣后未强化Al-Si-Mg合金总含量的约30%的合金液,沿坩埚壁缓慢倒入坩埚B中,保温20min;随后坩埚A始终保持1073K保温;

[0141] 步骤四,微米SiC颗粒和纳米TiB₂颗粒复合强化处理Al-Si-Mg合金,具体如下:

[0142] (1) 将含有TiB₂陶瓷颗粒的强化剂加入到坩埚B所述的合金液中,使得纳米TiB₂和微米SiC陶瓷颗粒强化的铝合金中TiB₂的质量分数为0.3wt.%,采用机械搅拌处理熔体120s;对坩埚B中的混合合金液采用超声处理熔体10min,促进纳米TiB₂颗粒的均匀分散;

[0143] (2) 将含有微米SiC陶瓷颗粒的强化剂加入到坩埚A的合金液中,使得纳米TiB₂和微米SiC陶瓷颗粒强化的铝合金中SiC的质量分数为5wt.%,采用机械搅拌处理熔体180s。随后保温5min;

[0144] (3) 将坩埚B中的金属液倒入坩埚A中,与坩埚A中的铝合金液混合到一起;对混合合金液机械搅拌处理熔体3min,随后采用超声处理处理时间为8min。超声辅助分散结束后,移除超声设备,保温5min。

[0145] (4) 将搅拌处理后的金属液浇铸到金属型模具内,得到纳米TiB₂和微米SiC陶瓷颗粒强化铝合金的板状试样,板状铸坯的厚度为20mm。

[0146] 步骤五,强化后的Al-Si-Mg合金的热处理

[0147] (1) 固溶处理:将强化后的铝合金在高温烘箱中进行固溶处理,固溶温度813K,固溶时间为15h,固溶处理后进行冷水淬火;

[0148] (2) 自然时效处理:在空气中进行自然时效处理,时效时间为10h;

[0149] (3) 人工时效处理:在电热鼓风干燥箱中进行人工时效处理,时效温度428K,时效时间为15h。

[0150] 0.3wt.%纳米TiB₂颗粒(如图3)和5wt.%SiC陶瓷颗粒(如图4)的复合强化处理Al-Si-Mg合金的弹性模量、拉伸强度和断裂应变分别为:84.7GPa、375MPa、8.1%,比未强化的Al-Si-Mg合金(弹性模量:70.5GPa、拉伸强度:282MPa、断裂应变分别为:7.6%)的性能分别提高了20.1%、33.0%、5.2%。弹性模量和强度提高显著。

[0151] 实施例3

[0152] 本实例的制备方法包括以下步骤:

[0153] 步骤一,微米SiC陶瓷颗粒的预处理

[0154] (1) SiC表面氧化处理:

[0155] i. 将SiC粉末平铺在直径为100mm、高度为20mm的高纯刚玉坩埚上,厚度约为0.3mm,然后将刚玉坩埚放入高温箱式电阻炉内锻烧,采用分段氧化方式对SiC进行高温氧化处理,具体分段氧化工艺如下:以速率为80K/min升温到573K,573K保温10min,继续以速率为80K/min升温到973K,保温10min,然后加热到预定温度973K,保温12h。

[0156] (2) 球磨预分散处理:

[0157] i. 取粒度为15 μ m的SiC粉末、粒度为20 μ m的Al-Si-Mg(Si:9.5wt.%,Mg:0.3wt.%,余量为铝)合金粉末,按照SiC与Al-Si-Mg合金粉质量比1:4,配制成混合粉末;

[0158] ii. 将配制好的混合粉料放入球磨罐中。罐中盛有 Φ 5mm的ZrO₂陶瓷球,球料质量比为10:1,球料总体积为球罐容积的2/3,转速为20rpm(正反转交替进行,间隔时间30min)、球磨时间96h。

[0159] (3) 含有SiC颗粒压坯的制备:

[0160] 将球磨混料的粉料取出,用铝箔包好,在液压机上冷压制成直径为 $\Phi 45$ 的轴向压力致密化的圆柱形陶铝复合压坯,压力60MPa;致密度为60%。

[0161] 步骤二,含有内生纳米TiB₂颗粒的强化剂的制备,具体如下:

[0162] (1) Al-Ti-B反应压坯的制备

[0163] i. 硼粉球磨活化预处理,将硼粉放入球磨罐中,用球磨机将硼粉以260r/min的速度球磨活化处理1h。

[0164] ii. 称取一定量所需的粒度约25 μ m的铝粉,球磨处理后粒度约为0.5 μ m的硼粉以及粒度约为25 μ m的钛粉备用;

[0165] 将铝粉、钛粉、硼粉按以下配比配制成100g混合粉末制成Al-Ti-B压坯(Ti/B质量比为1.85:1)。其中Al-Ti-B体系中反应生成纳米TiB₂陶瓷颗粒的质量分数为20wt.%。体系中铝粉、钛粉、硼粉各自重量分别为:铝粉:80克;钛粉:12.97克;硼粉:7.03克;配制成100克混合粉末。

[0166] iii. 将配制好的粉料与氧化锆磨球放入混料机中,混料机以30r/min的速度均匀混合32h;其中ZrO₂磨球和混合粉末的质量比是8:1;其中球磨罐中盛有直径分别为5mm、7mm、11mm、15mm、20mm、22mm的ZrO₂球,每种10个,ZrO₂球质量共800g。

[0167] iv. 将球磨混料的粉料取出,将球磨混好的粉料用铝箔包好,在液压机上冷压制成 $\Phi 30$ 圆柱形压坯,压力60MPa;高45mm;致密度为60%。

[0168] (2) 压坯烧结原位反应:

[0169] i. 将上述步骤中制得的 $\Phi 30$ 圆柱形压坯放入内腔直径为 $\Phi 32$ mm的圆柱形石墨模具中。在压坯顶部放置一高强石墨压杆,固定压坯在模具中的位置。

[0170] ii. 将石墨模具、连同压杆和 $\Phi 30$ 圆柱形压坯放入到真空热爆炉中,关闭炉门,后抽真空至炉内压力低于10Pa;

[0171] iii. 开始加热,加热速度设置为25K/min;温度升高至573K时,进行真空除气;待温度升高至773K时,为了使石墨模具温度与圆柱形压坯温度保持一致,保温15min。

[0172] iv. 加热升温至1183K至观察到炉内气压明显增加后,保温10min,随后将温度降到1073K,保温过程中同时对圆柱形压坯施加轴向25MPa压力,保压时间30s;反应后并经轴向压力致密化的圆柱形陶铝复合随炉在真空中冷却至室温。

[0173] 步骤三,未强化Al-Si-Mg合金的制备

[0174] (1) 将预先称量好的铝合金放置于坩埚中并随坩埚一起放入坩埚式电阻熔炼炉内,升温至1073K;Al-Si-Mg合金的成分为,Si:9.5wt.%,Mg:0.3wt.%,余量为铝;本步骤所述的坩埚命名为坩埚A。

[0175] (2) 待合金完全熔化后并保温30min,加入0.10wt.%的清渣剂对合金液进行精炼除渣,打渣处理后保温10min。得到未强化Al-Si-Mg合金。

[0176] (3) 另取一个干燥的坩埚放入坩埚式电阻熔炼炉内,此坩埚命名为坩埚B,将炉温调整至1123K;将坩埚A中除渣后未强化Al-Si-Mg合金总含量的约25%的合金液,沿坩埚壁缓慢倒入坩埚B中,保温15min;随后坩埚A始终保持1073K保温;

[0177] 步骤四,微米SiC颗粒和纳米TiB₂颗粒复合强化处理Al-Si-Mg合金

[0178] (1) 将含有TiB₂陶瓷颗粒的强化剂加入到坩埚B所述的合金液中,使得纳米TiB₂和

微米SiC陶瓷颗粒强化的铝合金中TiB₂的质量分数为0.5wt.%,采用机械搅拌处理熔体180s;对坩埚B中的混合合金液采用超声处理熔体9min,促进纳米TiB₂颗粒的均匀分散;

[0179] (2) 将含有微米SiC陶瓷颗粒的强化剂加入到坩埚A的合金液中,使得纳米TiB₂和微米SiC陶瓷颗粒强化的铝合金中SiC的质量分数为8wt.%,采用机械搅拌处理熔体260s。随后保温4min;

[0180] (3) 将坩埚B中的金属液倒入坩埚A中,与坩埚A中的铝合金液混合到一起;对混合合金液机械搅拌处理熔体4min,随后采用超声处理处理时间为7min。超声辅助分散结束后,移除超声设备,保温4min。

[0181] (4) 将搅拌处理后的金属液浇铸到金属型模具内,得到纳米TiB₂和微米SiC陶瓷颗粒强化铝合金的板状试样,板状铸坯的厚度为20mm。

[0182] 步骤五,强化后的Al-Si-Mg合金的热处理

[0183] (1) 固溶处理:将强化后的铝合金在高温烘箱中进行固溶处理,固溶温度813K,固溶时间为15h,固溶处理后进行冷水淬火;

[0184] (2) 自然时效处理:在空气中进行自然时效处理,时效时间为14h;

[0185] (3) 人工时效处理:在电热鼓风干燥箱中进行人工时效处理,时效温度433K,时效时间为13h。

[0186] 0.5wt.%纳米TiB₂颗粒(如图5)和8wt.%SiC陶瓷颗粒(如图6)的复合强化处理的Al-Si-Mg合金的弹性模量、拉伸强度和断裂应变分别为:92.3GPa、405MPa、7.7%,比未强化的Al-Si-Mg合金(弹性模量:70.5GPa、拉伸强度:282MPa、断裂应变分别为:7.6%)的性能分别提高了30.9%、43.6%、1.3%。弹性模量和强度提高显著。

[0187] 对比例1

[0188] 本对比例中未加入纳米TiB₂颗粒和微米SiC陶瓷颗粒时,基体亚共晶铝硅合金AlSi₈Mg_{0.5}合金的制备过程包括:

[0189] (1) 将预先称量好的铝合金放置于坩埚中并随坩埚一起放入坩埚式电阻熔炼炉内,升温至1073K;Al-Si-Mg合金的成分为,Si:8wt.%,Mg:0.5wt.%,余量为铝;

[0190] (2) 待合金完全熔化后并保温30min,加入0.05wt.%的清渣剂对合金液进行精炼除渣,打渣处理后保温10min。得到未强化Al-Si-Mg合金,进行除气精炼、扒渣;经过最后除渣处理的铝液直接进行浇铸到金属型模具中成板状铝合金铸坯,板状铸坯的厚度为20mm;

[0191] (3) 固溶处理:将铝合金在高温烘箱中进行固溶处理,固溶温度813K,固溶时间为6h,固溶处理后进行冷水淬火;

[0192] (4) 自然时效处理:在空气中进行自然时效处理,时效时间为8h;

[0193] (5) 人工时效处理:在电热鼓风干燥箱中进行人工时效处理,时效温度438K,时效时间为10h。

[0194] 本对比例中制备的未加入纳米TiB₂颗粒和微米SiC陶瓷颗粒的基体亚共晶铝硅合金AlSi₈Mg_{0.5}合金的弹性模量、拉伸强度和断裂应变分别为:70.5GPa、282MPa、7.6%。

[0195] 对比例2

[0196] 本对比例(对比少量添加内生纳米TiB₂颗粒和微米SiC陶瓷颗粒的情况下铝合金的强化效果)制备方法包括以下步骤:

[0197] 步骤一,微米SiC陶瓷颗粒的预处理,具体如下:

[0198] (1) SiC表面氧化处理:

[0199] i. 将SiC粉末平铺在直径为100mm、高度为20mm的高纯刚玉坩埚上,厚度约为0.5mm,然后将刚玉坩埚放入高温箱式电阻炉内锻烧,采用分段氧化方式对SiC进行高温氧化处理,具体分段氧化工艺如下:以速率为30K/min升温到573K,573K保温10min,继续以速率为50K/min升温到973K,保温10min,然后加热到预定温度1373K,保温2h。

[0200] (2) 球磨预分散处理:

[0201] i. 取粒度为10 μ m的SiC粉末、粒度为40 μ m的Al-Si-Mg (Si:7.5wt.%, Mg:0.65wt.%, 余量为铝) 合金粉末,按照SiC与Al-Si-Mg合金粉质量比1:1.5,配制成混合粉末;

[0202] ii. 将配制好的混合粉料放入球磨罐中。罐中盛有 Φ 20mm的ZrO₂陶瓷球,球料质量比为10:1,球料总体积为球罐容积的2/3,转速为50rpm(正反转交替进行,间隔时间30min)、球磨时间48h。

[0203] (3) 含有SiC颗粒压坯的制备:

[0204] 将球磨混料的粉料取出,用铝箔包好,在液压机上冷压制成直径为 Φ 30的轴向压力致密化的圆柱形陶铝复合压坯,压力80MPa;致密度为65%。

[0205] 步骤二,含有内生纳米TiB₂颗粒的强化剂的制备,具体如下:

[0206] (1) Al-Ti-B反应压坯的制备:

[0207] i. 硼粉球磨活化预处理,将硼粉放入球磨罐中,用球磨机将硼粉以300r/min的速度球磨活化处理2h。

[0208] ii. 称取一定量所需的粒度约48 μ m的铝粉,球磨处理后粒度约为0.5 μ m的硼粉以及粒度约为13 μ m的钛粉备用;

[0209] 将铝粉、钛粉、硼粉按以下配比配制成100g混合粉末制成Al-Ti-B压坯(Ti/B质量比为1.85:1)。其中Al-Ti-B体系中反应生成纳米TiB₂陶瓷颗粒的质量分数为20wt.%。体系中铝粉、钛粉、硼粉各自重量分别为:铝粉:80克;钛粉:12.97克;硼粉:7.03克;配制成100克混合粉末。

[0210] iii. 将配制好的粉料与氧化锆磨球放入混料机中,混料机以50r/min的速度均匀混合16h;其中ZrO₂磨球和混合粉末的质量比是8:1;其中球磨罐中盛有直径分别为5mm、7mm、11mm、15mm、20mm、22mm的ZrO₂球,每种10个,ZrO₂球质量共800g。

[0211] iv. 将球磨混料的粉料取出,将球磨混好的粉料用铝箔包好,在液压机上冷压制成 Φ 30圆柱形压坯,压力80MPa;高40mm;致密度为65%。

[0212] (2) 压坯烧结原位反应

[0213] i. 将上述步骤中制得的 Φ 30圆柱形压坯放入内腔直径为 Φ 32mm的圆柱形石墨模具中。在压坯顶部放置一高强石墨压杆,固定压坯在模具中的位置。

[0214] ii. 将石墨模具、连同压杆和 Φ 30圆柱形压坯放入到真空热爆炉中,关闭炉门,后抽真空至炉内压力低于10Pa;

[0215] iii. 开始加热,加热速度设置为40K/min;温度升高至573K时,进行真空除气;待温度升高至783K时,为了使石墨模具温度与圆柱形压坯温度保持一致,保温20min。

[0216] iv. 加热升温至1173K至观察到炉内气压明显增加后,保温10min,随后将温度降到1073K,保温过程中同时对圆柱形压坯施加轴向40MPa压力,保压时间60s;反应后并经轴向

压力致密化的圆柱形陶铝复合随炉在真空中冷却至室温。

[0217] 步骤三,未强化Al-Si-Mg合金的制备

[0218] (1) 将预先称量好的铝合金放置于坩埚中并随坩埚一起放入坩埚式电阻熔炼炉内,升温至1073K;Al-Si-Mg合金的成分为,Si:7.5wt.%,Mg:0.65wt.%,余量为铝;本步骤所述的坩埚命名为坩埚A。

[0219] (2) 待合金完全熔化后并保温30min,加入0.10wt.%的清渣剂对合金液进行精炼除渣,打渣处理后保温10min。得到未强化Al-Si-Mg合金。

[0220] (3) 另取一个干燥的坩埚放入坩埚式电阻熔炼炉内,此坩埚命名为坩埚B,将炉温调整至1123K;将坩埚A中除渣后未强化Al-Si-Mg合金总含量的约20%的合金液,沿坩埚壁缓慢倒入坩埚B中,保温10min;随后坩埚A始终保持1073K保温;

[0221] 步骤四,微米SiC颗粒和纳米TiB₂颗粒复合强化处理Al-Si-Mg合金

[0222] (1) 将含有TiB₂陶瓷颗粒的强化剂加入到坩埚B所述的合金液中,使得纳米TiB₂和微米SiC陶瓷颗粒强化的铝合金中TiB₂的质量分数为0.05wt.%,采用机械搅拌处理熔体80s;对坩埚B中的混合合金液采用超声处理熔体5min,促进纳米TiB₂颗粒的均匀分散;

[0223] (2) 将含有微米SiC陶瓷颗粒的强化剂加入到坩埚A的合金液中,使得纳米TiB₂和微米SiC陶瓷颗粒强化的铝合金中SiC的质量分数为1wt.%,采用机械搅拌处理熔体300s。随后保温3min;

[0224] (3) 将坩埚B中的金属液倒入坩埚A中,与坩埚A中的铝合金液混合到一起;对混合合金液机械搅拌处理熔体5min,随后采用超声处理处理时间为5min。超声辅助分散结束后,移除超声设备,保温3min。

[0225] (4) 将搅拌处理后的金属液浇铸到金属型模具内,得到纳米TiB₂和微米SiC陶瓷颗粒强化铝合金的板状试样,板状铸坯的厚度为20mm。

[0226] 步骤五,强化后的Al-Si-Mg合金的热处理

[0227] (1) 固溶处理:将强化后的铝合金在高温烘箱中进行固溶处理,固溶温度813K,固溶时间为10h,固溶处理后进行冷水淬火;

[0228] (2) 自然时效处理:在空气中进行自然时效处理,时效时间为8h;

[0229] (3) 人工时效处理:在电热鼓风干燥箱中进行人工时效处理,时效温度438K,时效时间为10h。

[0230] 0.05wt.%纳米TiB₂颗粒和1wt.%SiC陶瓷颗粒的复合强化处理Al-Si-Mg合金的弹性模量、拉伸强度和断裂应变分别为:73.6GPa、309MPa、7.9%,比未强化的Al-Si-Mg合金(弹性模量:70.5GPa、拉伸强度:282MPa、断裂应变分别为:7.6%)的性能分别提高了4.3%、9.5%、2.6%。弹性模量、强度、断裂应变都没有显著提高,显然,少量的陶瓷颗粒的添加不足以显著的提高铝合金的性能。

[0231] 对比例3

[0232] 本对比例(对比大量添加内生纳米TiB₂颗粒和微米SiC陶瓷颗粒的情况下铝合金的强化效果)的制备方法包括以下步骤:

[0233] 步骤一,微米SiC陶瓷颗粒的预处理

[0234] (1) SiC表面氧化处理:

[0235] i. 将SiC粉末平铺在直径为100mm、高度为20mm的高纯刚玉坩埚上,厚度约为

0.3mm,然后将刚玉坩埚放入高温箱式电阻炉内锻烧,采用分段氧化方式对SiCp进行高温氧化处理,具体分段氧化工艺如下:以速率为80K/min升温到573K,573K保温10min,继续以速率为80K/min升温到973K,保温10min,然后加热到预定温度973K,保温12h。

[0236] (2) 球磨预分散处理:

[0237] i. 取粒度为15 μ m的SiC粉末、粒度为20 μ m的Al-Si-Mg (Si:9.3wt.%, Mg:0.3wt.%, 余量为铝) 合金粉末,按照SiC与Al-Si-Mg合金粉质量比1:4,配制成混合粉末;

[0238] ii. 将配制好的混合粉料放入球磨罐中。罐中盛有 Φ 5mm的ZrO₂陶瓷球,球料质量比为10:1,球料总体积为球罐容积的2/3,转速为20rpm(正反转交替进行,间隔时间30min)、球磨时间96h。

[0239] (3) 含有SiC颗粒压坯的制备:

[0240] 将球磨混料的粉料取出,用铝箔包好,在液压机上冷压制成直径为 Φ 45的轴向压力致密化的圆柱形陶铝复合压坯,压力60MPa;致密度为60%。

[0241] 步骤二,含有内生纳米TiB₂颗粒的强化剂的制备

[0242] (1) Al-Ti-B反应压坯的制备:

[0243] i. 硼粉球磨活化预处理,将硼粉放入球磨罐中,用球磨机将硼粉以260r/min的速度球磨活化处理1h。

[0244] ii. 称取一定量所需的粒度约25 μ m的铝粉,球磨处理后粒度约为0.5 μ m的硼粉以及粒度约为25 μ m的钛粉备用;

[0245] 将铝粉、钛粉、硼粉按以下配比配制成100g混合粉末制成Al-Ti-B压坯(Ti/B质量比为1.85:1)。其中Al-Ti-B体系中反应生成纳米TiB₂陶瓷颗粒的质量分数为20wt.%。体系中铝粉、钛粉、硼粉各自重量分别为:铝粉:80克;钛粉:12.97克;硼粉:7.03克;配制成100克混合粉末。

[0246] iii. 将配制好的粉料与氧化锆磨球放入混料机中,混料机以30r/min的速度均匀混合32h;其中ZrO₂磨球和混合粉末的质量比是8:1;其中球磨罐中盛有直径分别为5mm、7mm、11mm、15mm、20mm、22mm的ZrO₂球,每种10个,ZrO₂球质量共800g。

[0247] iv. 将球磨混料的粉料取出,将球磨混好的粉料用铝箔包好,在液压机上冷压制成 Φ 30圆柱形压坯,压力60MPa;高45mm;致密度为60%。

[0248] (2) 压坯烧结原位反应:

[0249] i. 将上述步骤中制得的 Φ 30圆柱形压坯放入内腔直径为 Φ 32mm的圆柱形石墨模具中。在压坯顶部放置一高强石墨压杆,固定压坯在模具中的位置。

[0250] ii. 将石墨模具、连同压杆和 Φ 30圆柱形压坯放入到真空热爆炉中,关闭炉门,后抽真空至炉内压力低于10Pa;

[0251] iii. 开始加热,加热速度设置为25K/min;温度升高至573K时,进行真空除气;待温度升高至773K时,为了使石墨模具温度与圆柱形压坯温度保持一致,保温15min。

[0252] iv. 加热升温至1183K至观察到炉内气压明显增加后,保温10min,随后将温度降到1073K,保温过程中同时对圆柱形压坯施加轴向25MPa压力,保压时间30s;反应后并经轴向压力致密化的圆柱形陶铝复合随炉在真空中冷却至室温。

[0253] 步骤三,未强化Al-Si-Mg合金的制备

[0254] (1) 将预先称量好的铝合金放置于坩埚中并随坩埚一起放入坩埚式电阻熔炼炉

内,升温至1073K;Al-Si-Mg合金的成分为,Si:9.3wt.%,Mg:0.3wt.%,余量为铝;本步骤所述的坩埚命名为坩埚A。

[0255] (2) 待合金完全熔化后并保温30min,加入0.05wt.%的清渣剂对合金液进行精炼除渣,打渣处理后保温10min。得到未强化Al-Si-Mg合金。

[0256] (3) 另取一个干燥的坩埚放入坩埚式电阻熔炼炉内,此坩埚命名为坩埚B,将炉温调整至1123K;将坩埚A中除渣后未强化Al-Si-Mg合金总含量的约25%的合金液,沿坩埚壁缓慢倒入坩埚B中,保温15min;随后坩埚A始终保持1073K保温;

[0257] 步骤四,微米SiC颗粒和纳米TiB₂颗粒复合强化处理Al-Si-Mg合金

[0258] (1) 将含有TiB₂陶瓷颗粒的强化剂加入到坩埚B所述的合金液中,使得纳米TiB₂和微米SiC陶瓷颗粒强化的铝合金中TiB₂的质量分数为0.6wt.%,采用机械搅拌处理熔体180s;对坩埚B中的混合合金液采用超声处理熔体9min,促进纳米TiB₂颗粒的均匀分散;

[0259] (2) 将含有微米SiC陶瓷颗粒的强化剂加入到坩埚A的合金液中,使得纳米TiB₂和微米SiC陶瓷颗粒强化的铝合金中SiC的质量分数为9wt.%,采用机械搅拌处理熔体260s。随后保温4min;

[0260] (3) 将坩埚B中的金属液倒入坩埚A中,与坩埚A中的铝合金液混合到一起;对混合合金液机械搅拌处理熔体4min,随后采用超声处理处理时间为7min。超声辅助分散结束后,移除超声设备,保温4min。

[0261] (4) 将搅拌处理后的金属液浇铸到金属型模具内,得到纳米TiB₂和微米SiC陶瓷颗粒强化铝合金的板状试样,板状铸坯的厚度为20mm。

[0262] 步骤五,强化后的Al-Si-Mg合金的热处理

[0263] (1) 固溶处理:将强化后的铝合金在高温烘箱中进行固溶处理,固溶温度813K,固溶时间为15h,固溶处理后进行冷水淬火;

[0264] (2) 自然时效处理:在空气中进行自然时效处理,时效时间为14h;

[0265] (3) 人工时效处理:在电热鼓风干燥箱中进行人工时效处理,时效温度433K,时效时间为13h。

[0266] 0.6wt.%纳米TiB₂颗粒和9wt.%SiC陶瓷颗粒的复合强化处理Al-Si-Mg合金的弹性模量、拉伸强度和断裂应变分别为:96.2GPa、392MPa、4.3%,比未强化的Al-Si-Mg合金(弹性模量:70.5GPa、拉伸强度:282MPa、断裂应变分别为:7.6%)的性能分别提高了36.5%、39.0%、-43.5%。虽然弹性模量和强度提高显著,但是强度不如0.5wt.%纳米TiB₂颗粒和8wt.%SiC陶瓷颗粒的复合强化处理Al-Si-Mg合金的强度,并且断裂应变大幅降低。

[0267] 实施例1-3和对比例1-3的力学性能测试结果如表1所示。

[0268] 表1实施例1-3和对比例1-3的力学性能测试结果

[0269]

样品	弹性模量 (GPa)	抗拉强度 (MPa)	断裂应变 (%)
实施例1	77.8	331	8.5
实施例2	84.7	375	8.1
实施例3	92.3	405	7.7
对比例1	70.5	282	7.6
对比例2	73.6	309	7.9
对比例3	96.2	392	4.3

[0270] 本发明设计开发的双尺度陶瓷颗粒混杂高弹性模量高强度铝合金的制备方法,将Al粉、Ti粉以及B粉烧结原位内生纳米尺度 TiB_2 颗粒并外加微米SiC陶瓷颗粒制备高弹性模量高强度铝合金,并优化了纳米 TiB_2 和微米SiC陶瓷颗粒的含量,实现陶铝复合材料中 TiB_2 颗粒的均匀分布,配合微米尺寸的SiC颗粒,实现在铝基体中纳米尺寸陶瓷颗粒和微米尺寸陶瓷颗粒的叠加效应,双相陶瓷颗粒在铝基体内稳定存在,界面结合良好,分散均匀,实现陶铝复合材料中 TiB_2 和SiC颗粒的双相双尺度分布,且双相双尺度颗粒稳定存在,内生陶瓷颗粒与铝合金基体不会发生界面反应,颗粒尺寸为纳米、微米混杂,不会降低复合材料的塑性,具有重要的应用价值。整体操作简单,节约成本,具有重要的经济效益。

[0271] 尽管本发明的实施方案已公开如上,但其并不仅仅限于说明书和实施方式中所列运用,它完全可以被适用于各种适合本发明的领域,对于熟悉本领域的人员而言,可容易地实现另外的修改,因此在不背离权利要求及等同范围所限定的一般概念下,本发明并不限于特定的细节和这里示出与描述的图例。

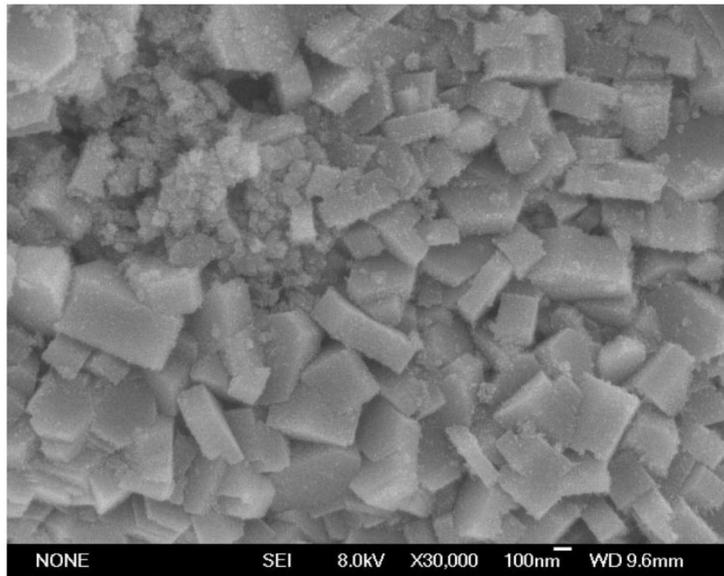


图1

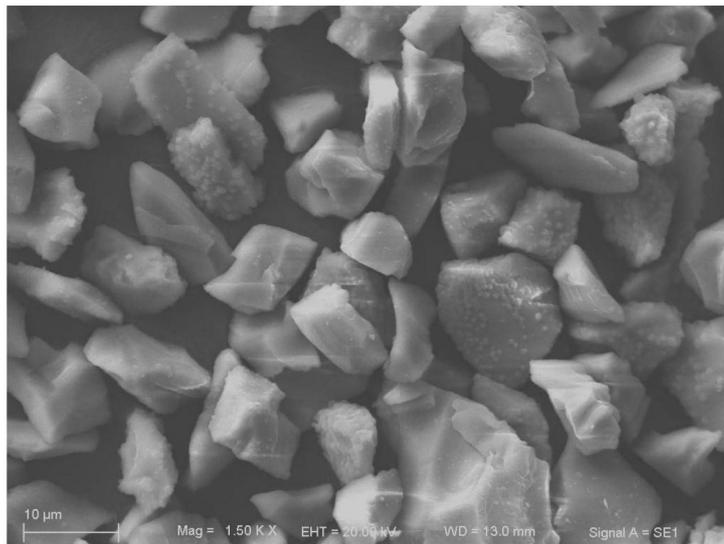


图2

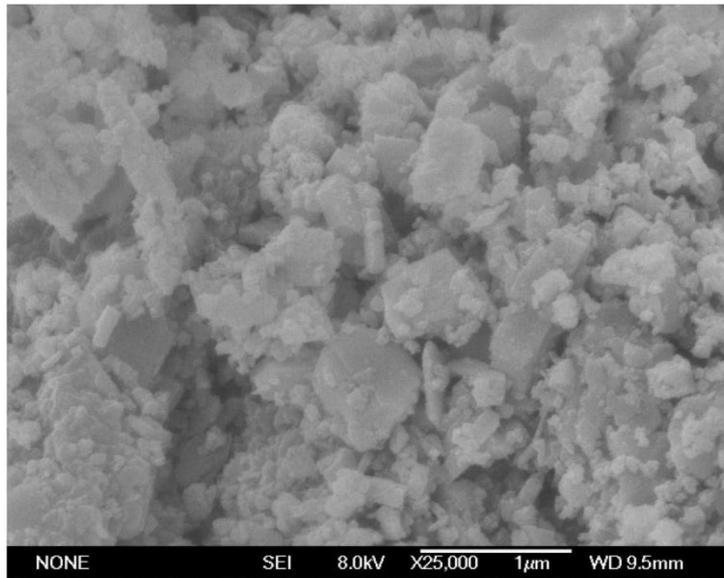


图3

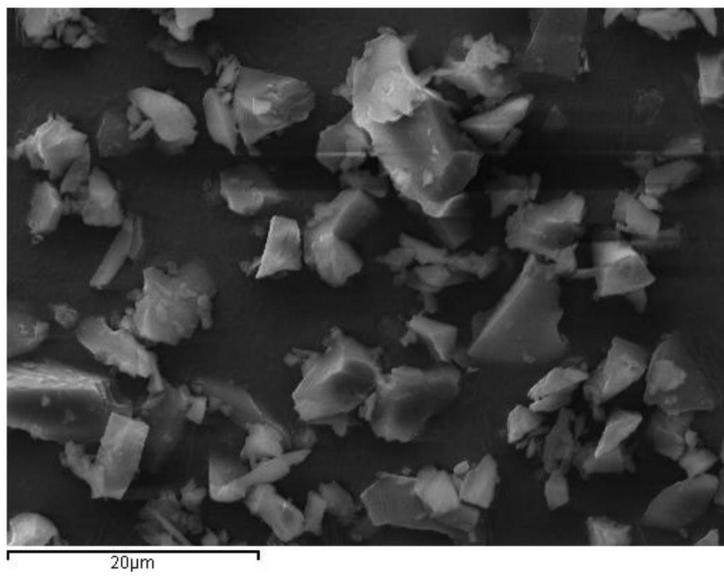


图4

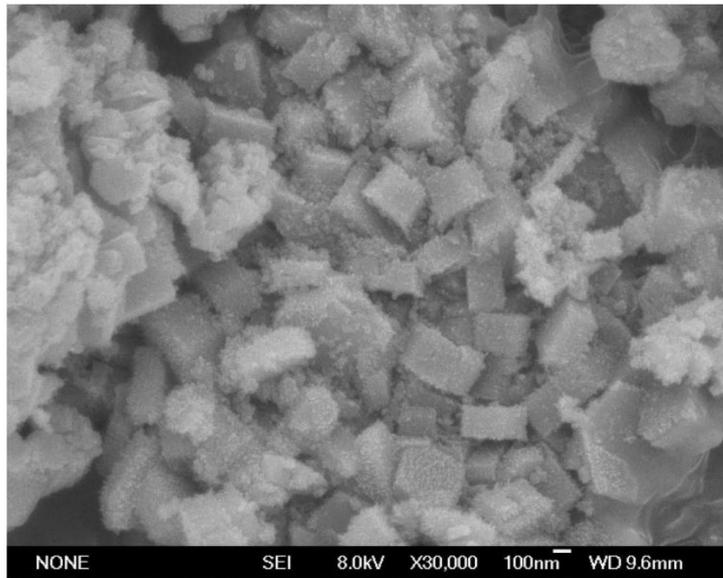


图5

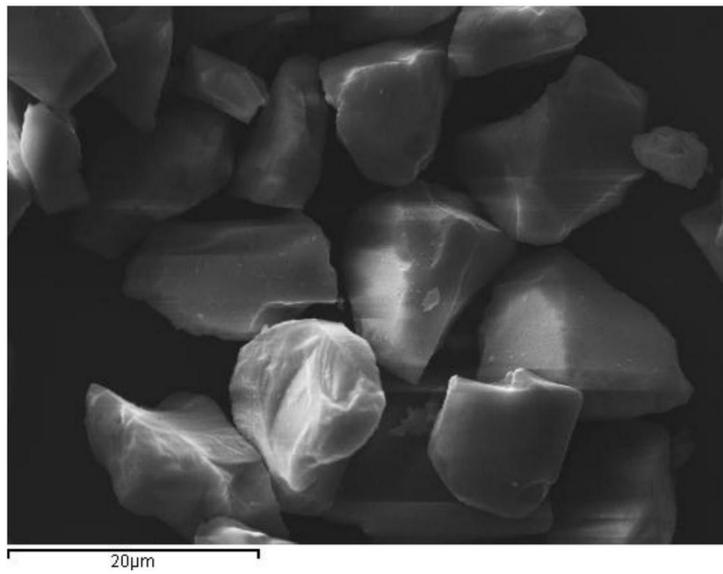


图6