



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 112899510 B

(45) 授权公告日 2021.10.19

(21) 申请号 202110059612.8

G22C 32/00 (2006.01)

(22) 申请日 2021.01.18

G22C 29/10 (2006.01)

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 112899510 A

(56) 对比文件

CN 103781929 A, 2014.05.07

CN 111270103 A, 2020.06.12

(43) 申请公布日 2021.06.04

CN 108987126 A, 2018.12.11

(73) 专利权人 山东科技大学

CN 109666815 A, 2019.04.23

地址 266590 山东省青岛市经济技术开发区前湾港路579号山东科技大学

Nivedhita Vasudevan et al..Effect of Ni addition on the densification of TiC: A comparative study of conventional and microwave sintering.《International Journal of Refractory Metals & Hard Materials》.2019,

(72) 发明人 齐倩 赵子燕 姚树玉

审查员 吴启帆

(74) 专利代理机构 济南金迪知识产权代理有限公司 37219

代理人 段毅凡

(51) Int. Cl.

G22C 1/05 (2006.01)

G22C 19/03 (2006.01)

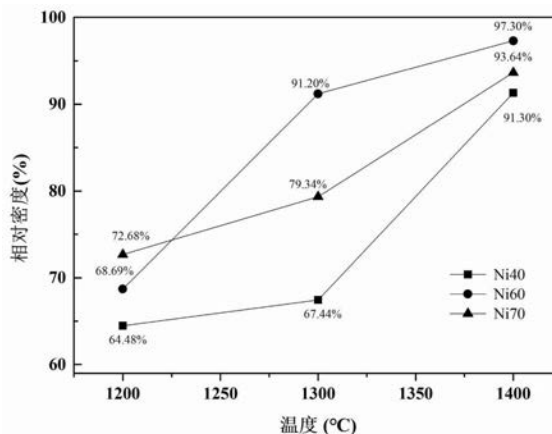
权利要求书1页 说明书6页 附图5页

(54) 发明名称

一种TiC/Ni复合材料的原位反应合成方法

(57) 摘要

本发明涉及一种TiC/Ni复合材料的原位反应合成方法,它是将原料Ni粉、Ti粉和石墨按比例混合均匀,冷压成型后制成坯体,然后控制加热速率对坯体进行氩气保护常压烧结或者真空烧结,在一定的温度下各组分之间进行放热化学反应,生成弥散分布的微观增强颗粒。主要用于航空航天、军事领域、交通运输工具、电子元器件、燃料电池连接体、陶瓷切削刀具材料等领域。本发明中将TiC/Ni复合材料的原位反应与致密化一步到位,不需要高能球磨和加压烧结等复杂过程,工艺方便简单,不受设备限制,成本低,可以有效解决现有原位反应合成高致密度TiC/Ni复合材料技术受到设备限制,工艺复杂、成本高等问题。



1. 一种TiC/Ni复合材料的原位反应合成方法,其特征在于,它是将原料Ni粉、Ti粉和石墨按比例混合均匀,冷压成型后制成坯体,然后控制加热速率对坯体进行氩气保护常压烧结或者真空烧结,在一定的温度下各组分之间进行放热化学反应,生成弥散分布的微观增强颗粒;其中 Ti粉和石墨按照等摩尔比例取粉,Ni含量占体系总质量的40-70wt%,具体包括以下步骤:

第一步:制备坯体

按照各组分设计的质量百分比称取Ni粉、Ti粉和石墨,将配比好的粉末混合均匀,将粉末冷压成型后制成坯体,Ni含量占体系总质量的40-70wt%;

第二步:将坯体置于管式炉中加热,烧结气氛采用常压氩气保护气氛或者真空气氛,烧结过程将原位反应与材料致密化一步到位,最后合成以TiC为增强相弥散分布于基体中的TiC/Ni复合材料;升温过程中,首先要求在温度低于1000°C时慢速升温,慢速升温速率范围为0.5-3°C/min,确保体系中Ti和石墨缓慢发生固相反应生成TiC,之后温度继续升高至1300°C~1400°C,出现液相,发生TiC在Ni-Ti熔体中的溶解-析出过程,气孔率降低,烧结完成。

2. 如权利要求1所述的TiC/Ni复合材料的原位反应合成方法,其特征在于,在1300°C~1400°C的保温时间为120min。

3. 如权利要求1所述的TiC/Ni复合材料的原位反应合成方法,其特征在于,所述Ni粉的粒径为1-3 μm ,纯度 $\geq 99.9\%$;所述Ti粉的粒径为1-3 μm ,纯度 $\geq 99.9\%$;所述石墨粉的粒径为1~5 μm ,纯度 $\geq 99.9\%$ 。

4. 如权利要求1所述的TiC/Ni复合材料的原位反应合成方法,其特征在于,制备坯体时采取的混合设备为行星式球磨,300转/分钟。

一种TiC/Ni复合材料的原位反应合成方法

技术领域

[0001] 本发明属于复合材料领域,涉及一种TiC/Ni复合材料的原位反应合成技术;具体的涉及一种以Ni粉、Ti粉和石墨为原料,通过无压反应烧结法制备而成的致密TiC/Ni复合材料。

背景技术

[0002] 颗粒增强金属基复合材料具有高的比强度、比模量、耐高温、耐磨损、热膨胀系数小以及尺寸稳定性好等优异性能,已成为复合材料的重要组成部分。颗粒增强金属基复合材料兼顾了金属良好的韧性和陶瓷的高耐磨性,具有单一金属或陶瓷材料不可比拟的优异性能,还具有较优异的断裂韧性及可塑性,作为切削工具和功能材料,广泛应用在各行各业,其对于当代工业生产技术的进步和生产效率的提升都有不可磨灭的推进作用。

[0003] WC-Co作为研究最早的金属陶瓷,已经应用于许多领域。但是W和Co 资源短缺,促进了无钨金属陶瓷的研制与开发,TiC金属陶瓷便应运而生。TiC 的熔点是3250℃,远高于WC的熔点(2630℃),且耐磨性好,密度只有 WC的1/3,抗氧化性能远高于WC。TiC金属陶瓷最初是用来填补WC金属陶瓷和陶瓷工具材料之间的空白,适于做高速精加工的工具。后来,由于TiC 金属陶瓷的韧性得到改善,不仅能满足钢材精加工,而且能够进行钢材和韧性铸铁的半精加工、粗加工和间断切制加工。经过发展,TiC金属陶瓷可以完全替代WC金属陶瓷,应用越来越广泛的领域。

[0004] 镍为第VIII族元素,其密度为8.9g/cm³,熔点与沸点分别是1455℃和 2915℃,其延展性能异常出色,具有熔点高、耐腐蚀性好且抗氧化性能优异,还具有较好的力学性能,在冷态和热态环境下都具备优异的机械加工性能。除此之外,还具有较出色的合金化性能,而且合金化性能较稳定,不会产生有害相,为增强镍的其它性能增加了可操作性。

[0005] 引入TiC到Ni基合金中制备TiC/Ni复合材料,可实现对镍基合金力学性能的调控,同时保持较高的导电性与抗氧化性能,是一种应用前景良好的复合材料。鲁益麟等选用纯Ni粉、Ti₃AlC₂粉作为原料,采用包含后挤压工序的真空热压烧结法合成Ti_{0.65}C/Ni基复合材料。张玉明等利用快速成型技术与燃烧合成技术,用分层实体制造法成功制备出TiC/Ni梯度功能复合材料。目前国内外对于该种材料制备与性能方面的研究不少,但是制备工艺繁琐复杂,条件和设备要求严格,成本高。Jöeleht等人采用高能球磨技术结合真空烧结,以Ti、石墨、Mo和Ni粉为原料制得(Ti,Mo)C/Ni复合材料,该过程需要高成本的高能球磨过程,难以实现工业化生产。H.Boutefnouchet等利用自蔓延高温合成法制备Ti-C-Ni体系,此种方法反应速度极高,所涉及的物理和化学现象复杂,使其难以优化燃烧过程并预测其氧化物组成和形貌影响;虽然能够制得TiC/Ni,但是残余较多孔隙,难以制备致密的复合材料,反应过程难以控制,需要同时加以热等静压或后续致密化措施,整个制备过程复杂繁琐且成品致密度不高。Tian等人使用等离子喷涂法制备了TiC/FeAl复合材料。该法方法需要大功率激光器将金属粉末熔化沉积到金属基板上,重复多层沉积后形成复合材料,设备造价高,能量转化率低,难以实现大规模推广使用。

[0006] 现有技术合成Ti-C-Ni体系的方法有多种,其中一种是采用原料TiC粉和 Ni粉加压烧结方法,比如中国专利申请公开号CN 109837447 A公开的一种 TiC-Ni硬质合金复合粉末及其应用;又比如中国专利授权公告号CN 103468995B公开的一种耐磨板用TiC-Ni-Mo硬质合金材料及制作方法。还有一种是直接采用原位反应烧结法。与本发明有关的是原位反应烧结法。

[0007] 中国专利申请公开号CN 104775046 A公开了一种TiC-Ni₃Al复合材料及其制备方法,它是以Ti粉、Ni粉、Al粉、石墨粉及B粉为原料,采用高能球磨在氩气保护下通过气压烧结诱发自蔓延燃烧反应合成。该技术存在的缺陷是:不但需要成本高的高能球磨工序,而且采用反应速度极高、对合成材料形貌不好把控的自蔓延燃烧反应,合成的材料致密度差,为了提高致密度,后期又采用3-6MPa的有压烧结,使得合成工艺更加复杂。

[0008] 中国专利公开号CN101649398B公开了一种原位反应合成TiC_x颗粒增强镍基复合材料的方法,所述的内容包括三部分进行,第一部分为混合粉末的制备:粉末材料由Ti、C、Al、Fe、Mo组成,其中,Al粉:8-12wt.%, Fe粉:12-15wt.%, Mo粉:3-5wt.%, 石墨C粉:8-12wt.%, 余量为Ti粉,粉末中Ti粉重量与C粉重量的比值需满足(5-6.7):1的关系。第二部分为粉芯片的制备:将Ni箔卷成直径16-25mm的圆筒,在圆筒内灌入球磨混料后的混合粉末。第三部分为熔炼及浇铸工艺:利用真空中频感应熔炼炉制备 TiC_x/Ni复合材料。该技术存在以下缺陷:一是制备过程复杂,混合粉料的制备与粉芯片的制备分为两个部分制成,二是工艺条件要求较高,利用真空中频感应熔炼炉制备,仅整个熔炼浇铸工艺过程步骤就涵盖七步,对压力和温度有较高的要求,且所制备的TiC_x颗粒增强镍基复合致密度较低。

[0009] 因此,有必要开发一种成本低、易操作、可实现工业化生产的、材料致密度保持优良的原位反应合成技术。

发明内容

[0010] 针对现有TiC/Ni复合材料边烧结边加压原位反应合成技术中受设备限制,工艺复杂,成本高等问题,本发明提供一种TiC/Ni复合材料的原位反应合成方法,通过不加压反应烧结制得致密的TiC/Ni复合材料。

[0011] 为达到上述目的,本发明的TiC/Ni复合材料的原位反应合成方法,是将原料Ni粉、Ti粉和石墨按一定的比例混合均匀,冷压成型后制成坯体,然后以一定的加热速率对坯体进行氩气保护常压烧结或者真空烧结,在一定的温度下各组分之间进行放热化学反应,生成弥散分布的微观增强颗粒。

[0012] 具体来讲:

[0013] 第一步:制备坯体

[0014] 按照各组分设计的质量百分比称取Ni粉、Ti粉和石墨,将配比好的粉末混合均匀,将粉末冷压成型后制成坯体,其中Ti粉和石墨按照等摩尔比例取粉,Ni含量占体系总质量的0—100wt%,不包括端值,优选40-70wt%。

[0015] 第二步:将坯体置于管式炉中加热,烧结气氛采用常压氩气保护气氛或者真空气氛,烧结过程将原位反应与材料致密化一步到位,最后合成以TiC 为增强相弥散分布于基体中的TiC/Ni复合材料;升温过程中,首先要求在温度低于1000℃时慢速升温,确保体系中Ti和石墨缓慢发生固相反应生成TiC,之后温度继续升高至1300℃~1400℃,出现液相,发

生TiC在Ni-Ti熔体中的“溶解-析出”过程,气孔率降低,烧结完成,由此,制备得到不无压反应烧结 TiC/Ni复合材料。

[0016] 进一步:所述的缓缓升温速率范围为:0.5-3°C/min;

[0017] 进一步:在1300°C~1400°C的保温时间为120min。

[0018] 进一步:所述Ni粉的粒径为1-3 μm ,纯度 $\geq 99.9\%$;所述Ti粉的粒径为1-3 μm ,纯度 $\geq 99.9\%$;所述石墨粉的粒径为1~5 μm ,纯度 $\geq 99.9\%$ 。

[0019] 进一步:为了提高粉体的可成型性,坯体内需加入微量粘结剂,例如酚醛树脂、聚乙烯醇缩丁醛酯(简称PVB)、聚乙烯醇脂(简称PVA)等,本发明此处所用的粘结剂为3wt.%的PVB酒精溶液。

[0020] 进一步:制备坯体时采取的混合设备为行星式球磨,300转/分钟,球磨溶剂为3wt.%的PVB酒精溶液;压制所采用的方法为干压成型方法,将混合粉末装入指定尺寸的模具内,施加一定大小的压力(例如4~6MPa)使粉末成型,成型后进一步冷等静压成型,制备成坯体。

[0021] 下面根据反应机理说明本发明的优点:

[0022] 本发明中,在无压反应烧结低温阶段(小于1000°C),缓慢升温,在氩气气氛保护下或者在真空气氛下,Ti和石墨通过扩散发生固相反应形成不规则形貌的TiC,同时Ni和Ti发生固相反应形成NiTi₂,NiTi和Ni₃Ti等金属间化合物,该阶段通过降低升温速率来控制反应速率,避免反应速度过快,放热量大,发生膨胀现象导致气孔率增加,以确保后期致密化的顺利进行。随着温度升高超过金属间化合物熔点或低共熔点,出现Ni-Ti液相,促进C在Ni中的溶解扩散,同时前期生成的TiC溶解到Ni-Ti液相中,达到TiC饱和点后析出规则形貌的TiC,此外,液相出现后,伴随着TiC的“溶解-析出”过程,坯体开始收缩,复合材料的致密度提高,完成液相烧结过程(1400°C左右),制备的TiC/Ni复合材料,颗粒分布均匀,无团聚,TiC颗粒均匀的分散在镍基体中。与其它TiC/Ni复合材料的原位合成技术相比,上述工艺不需额外的高能球磨技术和加压烧结设备,过程简单,易操作且低能低耗,更适用于复合材料的批量化生产。

[0023] 2、本发明煅烧初期阶段采取缓慢升温速率方式,在这个缓慢的过程当中生成了碳化钛,不会像自蔓延燃烧反应那种爆炸似的反应突然成了火球,体系的孔隙率在固相反应阶段是浮动不大的,所以当后期出现液相时,才会实现常压氩气气氛或真空气氛烧结。

[0024] 3、本发明中Ni粉选用纯度在99.9%以上,粒径为1 μm 的Ni粉;Ti粉选用纯度在99.9%以上,粒径为1 μm 的Ti粉;石墨粉选用纯度在99.9%以上,粒径为1~5 μm 的石墨粉。由此,颗粒具有较大的比表面积,促进原位反应的进行。坯体中Ni含量范围无限制,可根据所需样品的性能要求进行调节。

[0025] 4、本发明以低成本的Ni粉、Ti粉和石墨粉为原料,采用不加压的反应烧结法,使用常用的管式炉,制备出来的材料相对密度大于90%,致密化效果明显,是一种工艺简单,成本低,可实现工业化生产的原位反应合成技术。有效解决了现有TiC/Ni复合材料原位反应合成技术中受设备限制,工艺复杂,成本高的问题,为TiC/Ni复合材料的广泛应用及产业化生产提供了技术支持。该复合材料可用作切削刀具、耐磨件及燃料电池连接体等。

[0026] 长期以来,本领域技术人员形成一种惯性思维,即:如果要想提高材料的致密度边加压边烧结是一种方式,这就导致原位合成致密度较高的TiC/Ni 复合材料成本居高不下。

本发明反其道行之,在不提高煅烧温度的前提下,通过控制升温速率,改变反应机理,不加压烧结,从而实现低成本制备高致密度的TiC/Ni复合材料,具有突出的实质性特点和显著的进步。

附图说明

[0027] 为更清楚地说明本发明实施例的技术方案,下面将对实施例描述所使用的附图作简单介绍。

[0028] 图1(a)、图1(b)、图1(c)为按本发明方法制备的实施例中镍含量分别为60wt%、40wt%、70wt%的TiC/Ni复合材料在烧结致密化前、后的物相分析图;

[0029] 图2为按本发明方法制备的实施例中镍含量分别为60wt%、40wt%、70wt%的TiC/Ni复合材料在烧结前、后的微观形貌图片;其中图2(a)为未烧结前坯体的微观形貌分析图,图2(b)为实施例中镍含量为60wt%烧结后的TiC/Ni复合材料的微观形貌图片;图2(c)为实施例中镍含量为40wt%烧结后的TiC/Ni复合材料的微观形貌图片;图2(d)为实施例中镍含量为70wt%烧结后的TiC/Ni复合材料的微观形貌图片。

[0030] 图3为按本发明方法制备的实施例中镍含量分别为60wt%、40wt%、70wt%的TiC/Ni复合材料的相对密度随烧结温度的变化曲线图。

[0031] 图4(a)是本发明坯体煅烧前的实物外观图;图4(b)是图4(a)所示的坯体利用本发明方法但是控制升温速率在5°C/min煅烧后的实物外观图。

具体实施方式

[0032] 以下结合附图和下述实施方式进一步说明本发明,应理解,下述实施方式仅用于说明本发明,而非限制本发明。

[0033] 下面进一步举例实施案例以详细说明本发明。同样应理解,以下实施例只用于对本发明进行进一步说明,不能理解为对本发明保护范围的限制,本领域的技术人员根据本发明的上述内容做出一些非本质的改进和调整均属于本发明的保护范围。下述示例具体的工艺参数等也仅是合适范围中的一个示例,即本领域技术人员可以通过本文的说明做合适的范围内选择,而并非要限定于下文示例的具体数值。实施例中无论Ni粉掺量多少,Ti粉和石墨粉的掺量始终是等摩尔配比。

[0034] 实施例一:以Ni的质量分数为总体系的60wt%为例

[0035] ①混合粉末的制备: Ni粉(纯度 $\geq 99.9\%$,粒度1-3 μm); Ti粉(纯度 $\geq 99.9\%$,粒度1-3 μm); 石墨粉(纯度 $\geq 99.9\%$,粒度1~5 μm),将三种粉体和3wt.%PVB以乙醇为溶剂用行星球磨机混合均匀;

[0036] ②坯体制备:将①得到的混合粉末装入直径为13.00mm的圆柱形模具内,施加4-6MPa的压力,制备成直径为13.00mm的圆柱形压片样品,并对样品进行冷等静压成型,制备成坯体。

[0037] ③不加压反应烧结:将②得到的坯体置于管式炉中,并通入常压氩气进行气氛保护,按照1°C/min升温速率缓慢升温,待炉内温度升至1300°C,保温120min即可得到以TiC为增强相弥散分布于镍基体中的TiC/Ni复合材料。

[0038] 实施例一制备的镍含量为60wt%的TiC/Ni复合材料在煅烧前后的物相分析图见

图1 (a), 煅烧前后的微观形貌分析图见图2 (a) 和2 (b)。

[0039] 由图1 (a) 烧结前后物相分析对比可知, 烧结后TiC/Ni复合材料的物相组成只有TiC和Ni两相组成, 无残余的Ti和石墨, 说明通过常压氩气气氛反应烧结法, 石墨和Ti反应生成TiC, 成功制得TiC/Ni复合材料。由图2 (a) 和2 (b) 可知烧结前后坯体微观形貌发生改变, 烧结后增强颗粒全部为原位反应生成的TiC颗粒, 在复合材料中所占的质量分数较高, 未发现石墨颗粒, 其中TiC颗粒均匀分布在金属基体内, 呈现面心立方结构, 颗粒和基体之间的界面干净, 结合紧密, 无团聚。

[0040] 由图3可知, Ni的质量分数为60wt.%时所制备的TiC/Ni复合材料的相对密度在1300℃达到91.20%, 在1400℃相对密度达到为97.30%, 此时所制备的的TiC/Ni复合材料致密化效果明显。

[0041] 实施例二: 以Ni的质量分数为总体系的40wt%为例

[0042] ①混合粉末的制备: Ni粉 (纯度 $\geq 99.9\%$, 粒度1-3 μm); Ti粉 (纯度 $\geq 99.9\%$, 粒度1-3 μm); 石墨粉 (纯度 $\geq 99.9\%$, 粒度1~5 μm), 将三种粉体和3wt.%PVB 以乙醇为溶剂用行星球磨机混合均匀;

[0043] ②坯体制备: 将①得到的混合粉末装入直径为13.00mm的圆柱形模具内, 施加4-6MPa的压力, 制备成直径为13.00mm的圆柱形压片样品, 并对样品进行冷等静压成型, 制备成坯体。

[0044] ③不加压反应烧结: 将②得到的坯体置于管式炉中, 并通入常压氩气进行气氛保护, 按照1℃/min升温速率缓慢升温, 待炉内温度升至1300℃, 保温120min即可得到以TiC为增强相弥散分布于镍基体中的TiC/Ni复合材料。

[0045] 实施例二制备的镍含量为40wt%的TiC/Ni复合材料在煅烧前后的物相分析图见图1 (b), 煅烧后的微观形貌分析见图2 (a) 和图2 (c)。

[0046] 由图1 (b) 烧结前后物相分析对比可知, 烧结后TiC/Ni复合材料的物相组成只有TiC和Ni两相组成, 无残余的Ti和石墨, 说明通过常压氩气气氛反应烧结法, 石墨和Ti反应生成TiC, 成功制得TiC/Ni复合材料。此时由于镍含量较小, 在烧结后TiC的相对含量以及峰值明显大于Ni的相对含量。由图 2 (c) 可知烧结后坯体微观形貌发生改变, 烧结后增强颗粒全部为原位反应生成的TiC颗粒, 在复合材料中所占的质量分数较高, 未发现石墨颗粒, 其中TiC颗粒均匀分布在金属基体内, 呈现面心立方结构, 颗粒和基体之间的界面干净, 结合紧密, 无团聚。

[0047] 由图3可知, Ni的质量分数为40wt.%时所制备的TiC/Ni复合材料的相对密度在1200℃和1300℃致密度较低, 随着温度的升高在1400℃时相对密度达到为91.30%, 此时所制备的的TiC/Ni复合材料致密化效果明显。

[0048] 实施例3: 以Ni的质量分数为总体系的70wt%为例

[0049] ①混合粉末的制备: Ni粉 (纯度 $\geq 99.9\%$, 粒度1-3 μm); Ti粉 (纯度 $\geq 99.9\%$, 粒度1-3 μm); 石墨粉 (纯度 $\geq 99.9\%$, 粒度1~5 μm), 将三种粉体和3wt.%PVB 以乙醇为溶剂用行星球磨机混合均匀;

[0050] ②坯体制备: 将①得到的混合粉末装入直径为13.00mm的圆柱形模具内, 施加4-6MPa的压力, 制备成直径为13.00mm的圆柱形压片样品, 并对样品进行冷等静压成型, 制备成坯体。

[0051] ③不加压反应烧结:将②得到的坯体置于管式炉中,并通入常压氩气进行气氛保护,按照1°C/min升温速率缓慢升温,待炉内温度升至1300°C,保温120min即可得到以TiC为增强相弥散分布于镍基体中的TiC/Ni复合材料。

[0052] 实施例三制备的镍含量为70wt%的TiC/Ni复合材料在煅烧前后的物相分析图见图1(c),煅烧后的微观形貌分析图见图2(a)和图2(d)。

[0053] 由图1(c)烧结前后物相分析对比可知,烧结后TiC/Ni复合材料的物相组成只有TiC和Ni两相组成,无残余的Ti和石墨,说明通过常压氩气气氛反应烧结法,石墨和Ti反应生成TiC,成功制得TiC/Ni复合材料。其中由于Ni的含量较高,烧结前后样品中的Ni的相对含量较TiC来说,此时的峰值较高。由图2(d)可知烧结前后坯体微观形貌发生改变,烧结后增强颗粒全部为原位反应生成的TiC颗粒,在复合材料中所占的质量分数较高,未发现石墨颗粒,其中TiC颗粒均匀分布在金属基体内,呈现面心立方结构,颗粒和基体之间的界面干净,结合紧密,无团聚。

[0054] 由图3可知,Ni的质量分数为70wt.%时所制备的TiC/Ni复合材料的相对密度在1400°C相对密度达到为93.64%,此时所制备的的TiC/Ni复合材料致密化效果明显。

[0055] 为了证明本发明控制升温速率的重要性,将本发明制作的图4(a)所示的坯体,在不改变别的参数前提下控制升温速率为5°C/min,利用本发明方法制备出来的TiC/Ni复合材料外观图见图4(b),比较4(a)和图4(b)发现,当升温速率为5°C/min时煅烧出来的坯体比煅烧前高度明显增加,因为升温速率过快,使物相之间反应剧烈,发生膨胀现象,气孔率增加,材料不致密。这说明本发明的升温速率把控在0.5-3°C/min是很重要的。

[0056] 本发明三个实施例仅改变了体系中Ni的质量分数,工艺条件并没有改变,这是为了便于分析实验结果,并不能作为对本发明工艺参数的限制,另外,本发明实施例中只做了Ni质量分数占体系40%、60%、70%的实例,理论上讲,体系中Ni含量范围是无限制的,只要在0-100范围内取值,均可按照本发明的方法制备出致密化的TiC/Ni复合材料,至于Ni含量多少,本领域技术人员通过设计产品的性能,并基于自己的专业知识不需要付出创新性的劳动是完全可以推断出来的。所以说上述实施例并不作为对本发明的限制,本发明的保护范围以权利要求书记载的为准,任何在此基础上所做的适应性改进都在本发明的保护范围之内。

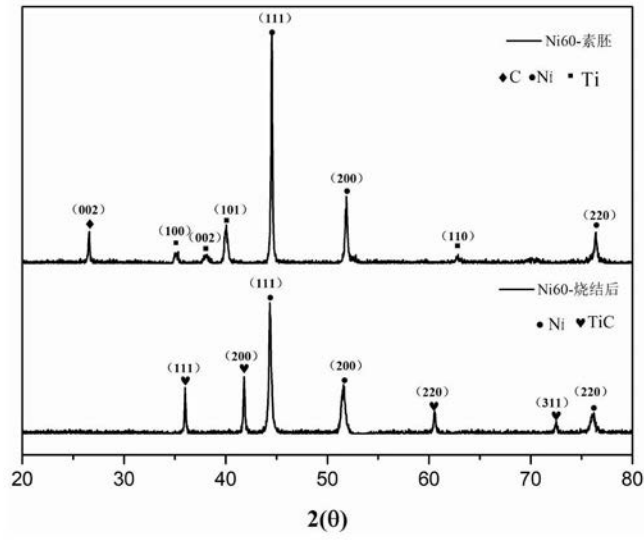


图1 (a)

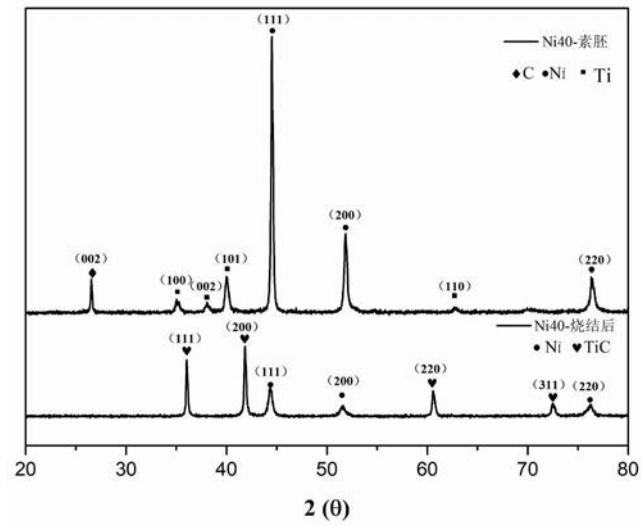


图1 (b)

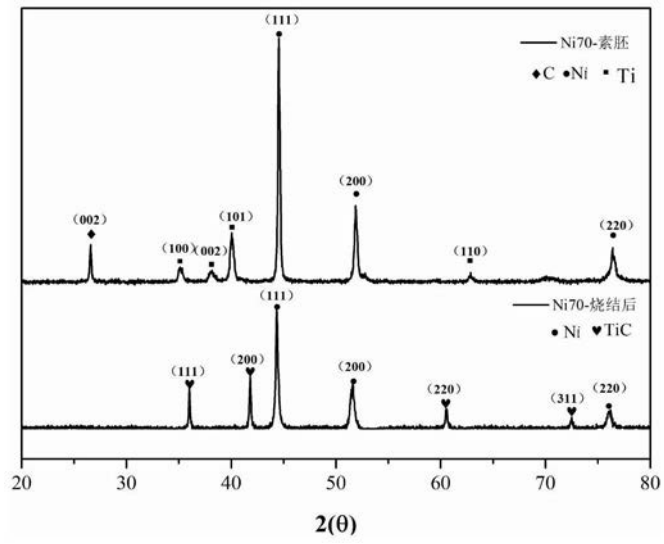


图1 (c)

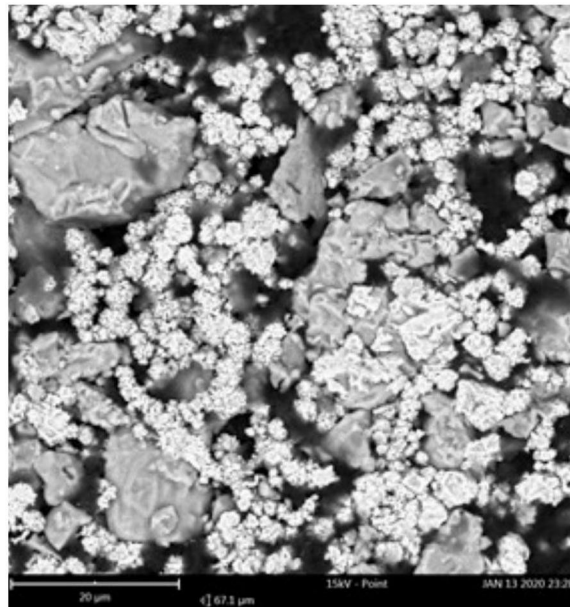


图2 (a)

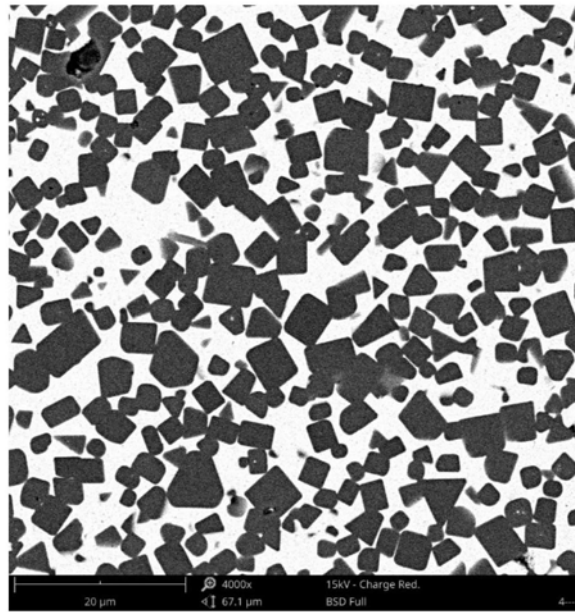


图2 (b)

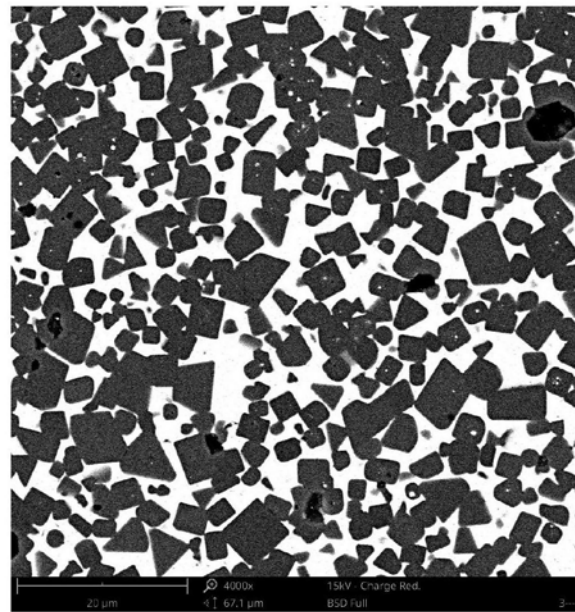


图2 (c)

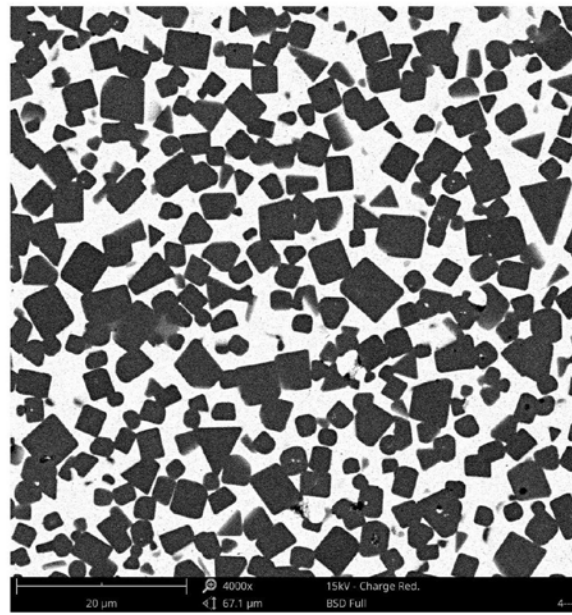


图2 (d)

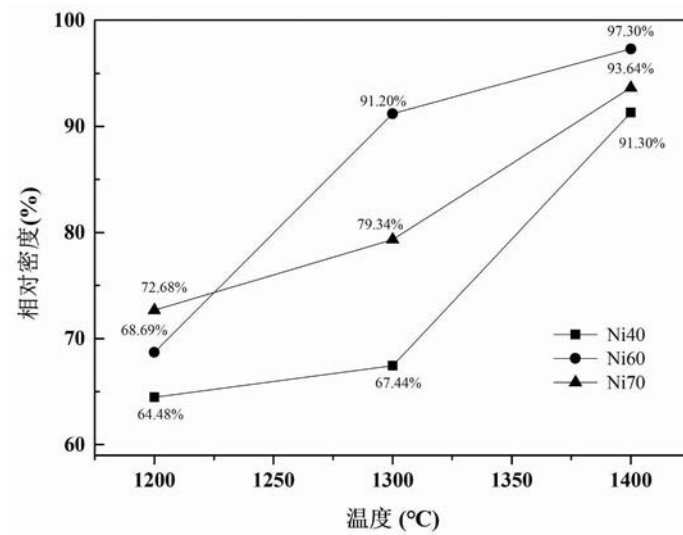


图3



图4 (a)



图4 (b)