



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 116237522 A

(43) 申请公布日 2023. 06. 09

(21) 申请号 202310250803.1

(22) 申请日 2023.03.13

(71) 申请人 山东大学

地址 250061 山东省济南市历下区经十路
17923号

(72) 发明人 陈良 阙标华 钱丽华 李志刚
赵国群 张存生

(74) 专利代理机构 济南圣达知识产权代理有限
公司 37221

专利代理师 王磊

(51) Int. Cl.

B22F 7/04 (2006.01)

B22F 9/04 (2006.01)

B22F 3/14 (2006.01)

C22C 32/00 (2006.01)

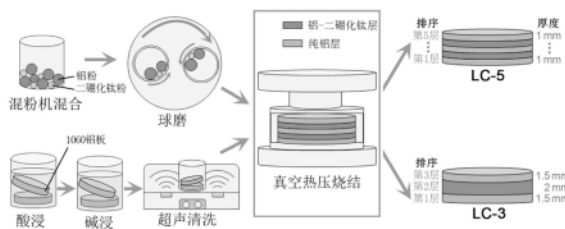
权利要求书1页 说明书6页 附图3页

(54) 发明名称

一种多层结构的铝基复合材料及其制备方法

(57) 摘要

本发明属于先进有色金属材料,涉及一种多层结构的铝基复合材料及其制备方法。采用混粉机将铝粉和TiB₂颗粒进行混粉至少10h获得混合粉末,将混合粉末进行球磨获得混合细粉;在模具中堆叠铝板和所述混合细粉,使得模具内形成至少两层铝板和至少一层混合细粉层,模具内的最下层和最上层均为铝板;将堆叠后模具内的层状物料进行真空热压烧结处理,即得;堆叠混合细粉层的方式为:采用平铺筛网控制混合细粉平铺至铝板表面;平铺筛网的筛孔孔径略大于混合细粉的粒径;真空热压烧结处理的烧结温度为略小于铝的熔融温度。本发明的制备方法具有流程短的优势,制备的多层结构的铝基复合材料具有界面结合稳定和性能优异等优势。



1. 一种多层结构的铝基复合材料的制备方法,其特征是,采用混粉机将铝粉和 TiB_2 颗粒进行混粉至少10h获得混合粉末,将混合粉末进行球磨获得混合细粉;在模具中堆叠铝板和所述混合细粉,使得模具内形成至少两层铝板和至少一层混合细粉层,模具内的最下层和最上层均为铝板;将堆叠后模具内的层状物料进行真空热压烧结处理,即得;

其中,堆叠混合细粉层的方式为:采用平铺筛网控制混合细粉平铺至铝板表面;所述平铺筛网的筛孔孔径略大于混合细粉的粒径;

所述真空热压烧结处理的烧结温度为略小于铝的熔融温度。

2. 如权利要求1所述的多层结构的铝基复合材料的制备方法,其特征是,采用平铺筛网控制设定重量的混合细粉平铺至铝板表面。

3. 如权利要求1所述的多层结构的铝基复合材料的制备方法,其特征是,混粉时间至少为12h;优选为12~18h。

4. 如权利要求1所述的多层结构的铝基复合材料的制备方法,其特征是, TiB_2 颗粒为铝粉和 TiB_2 颗粒总质量的1.0~30.0%,优选为10.0~20.0%。

5. 如权利要求1所述的多层结构的铝基复合材料的制备方法,其特征是,球磨在真空条件下进行。

6. 如权利要求1所述的多层结构的铝基复合材料的制备方法,其特征是,混合细粉中粒径的目数为100~200目。

7. 如权利要求1所述的多层结构的铝基复合材料的制备方法,其特征是,真空热压烧结处理中采用程序升温;升温速率为2~20°C/min,优选为5~15°C/min。

8. 如权利要求1所述的多层结构的铝基复合材料的制备方法,其特征是,真空热压烧结处理中,先升温至90~110°C进行干燥,然后升温至设定温度烧结。

9. 如权利要求1所述的多层结构的铝基复合材料的制备方法,其特征是,真空热压烧结处理中,室温升温至设定温度时,施加的压强为4~6MPa;在设定温度条件烧结过程中,施加的压强为30~35MPa。

10. 一种多层结构的铝基复合材料,其特征是,由权利要求1~9任一所述的制备方法获得。

一种多层结构的铝基复合材料及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于先进有色金属材料,涉及一种多层结构的铝基复合材料及其制备方法。

背景技术

[0002] 公开该背景技术部分的信息仅仅旨在增加对本发明的总体背景的理解,而不必然被视为承认或以任何形式暗示该信息构成已经成为本领域一般技术人员所公知的现有技术。

[0003] 颗粒增强铝基复合材料是在铝基体中加入 Al_2O_3 、SiC、 B_4C 、TiC和 TiB_2 等硬质陶瓷颗粒,可显著提高材料强度,但通常也会造成塑性下降。发明人拟采用多层结构以解决塑性下降的问题。

[0004] 传统的多层金属结构的制备方法包括轧制叠合、热挤压结合、摩擦焊结合、热锻结合等。但上述制备方法多数以金属板材作或金属箔为原材料的前提下进行多层金属结构的堆叠,而对于金属粉末原材料制备多层金属结构的研究非常有限。经过发明人研究了解,目前金属粉末原材料制备多层金属结构的方法有:1.利用硬质陶瓷颗粒作为增强相喷涂在金属板表面,然后将喷涂金属板、增韧金属箔和未喷涂的金属板依次堆叠并进行轧制结合。然而,发明人发现,该方法的缺点是喷涂的硬质颗粒仅附着在金属板表层,不能同金属板内部均匀混合,颗粒增强效果有限。2.将金属粉体烧结制备坯体,再堆叠,然后热压或冷轧、退火处理。然而,该方法采用金属粉体冶金过程和板材堆叠过程分步导致工序较长。

发明内容

[0005] 为了解决现有技术的不足,本发明的目的是提供一种多层结构的铝基复合材料及其制备方法,本发明的制备方法具有流程短的优势,制备的多层结构的铝基复合材料具有界面结合稳定和性能优异等优势。

[0006] 为了实现上述目的,本发明的技术方案为:

[0007] 一方面,一种多层结构的铝基复合材料的制备方法,采用混粉机将铝粉和 TiB_2 颗粒进行混粉至少10h获得混合粉末,将混合粉末进行球磨获得混合细粉;在模具中堆叠铝板和所述混合细粉,使得模具内形成至少两层铝板和至少一层混合细粉层,模具内的最下层和最上层均为铝板;将堆叠后模具内的层状物料进行真空热压烧结处理,即得;

[0008] 其中,堆叠混合细粉层的方式为:采用平铺筛网控制混合细粉平铺至铝板表面;所述平铺筛网的筛孔孔径略大于混合细粉的粒径;

[0009] 所述真空热压烧结处理的烧结温度为略小于铝的熔融温度。

[0010] 本发明采用将铝粉和 TiB_2 颗粒混合后的混合粉末直接填铺制备铝层之间,再通过一步真空热压烧结获得,以铝基复合材料作为“硬”层,以纯铝作为“软”层的交替堆垛成为多层结构,通过“硬”层和“软”层之间的界面结合,以同时提高铝基复合材料的强度和塑性。

[0011] TiB_2 颗粒在“硬”层中分散程度以及界面结合的微观形貌均为影响多层结构铝基

复合材料的性能的因素。然而,研究发现,首先,将铝粉和 TiB_2 颗粒混合后填铺,难以填铺平整,不能填铺平整会使得细粉层与铝板之间出现较大缝隙,该较大缝隙难以通过粉末自身的流动性去除,从而难以获得结合良好的界面;其次,金属粉末的混合一般仅采用一种方式(尤其是球磨)进行混合,而铝粉和 TiB_2 颗粒仅采用球磨混合后,在形成的多层结构的铝基复合材料中,难以均匀分布,存在聚集和粘连的问题;以上问题均会影响本发明采用预填铺混合粉末一步真空热压烧结后获得多层结构的铝基复合材料的性能。

[0012] 首先,本发明采用混料机对铝粉和 TiB_2 颗粒混合至少10h,能够保证铝粉和 TiB_2 颗粒的分散均匀,提高“硬”层性能,同时能够避免其他混合方式(例如搅拌等)引入杂质,从而避免杂质的引入影响多层结构的铝基复合材料的性能。其次,本发明采用平铺筛网控制设定重量的混合细粉平铺至铝板表面,其中,平铺筛网的筛孔孔径略大于混合细粉的粒径,能够控制混合细粉通过筛网的时间,保证混合细粉缓慢落在铝板表面,从而控制落在铝板表面混合细粉层的平整性;而若平铺筛网的筛孔孔径远大于混合细粉的粒径,则会导致混合细粉迅速通过筛孔落在铝板表面,容易使填铺的混合细粉层出现若干凹凸形貌,难以保证混合细粉层的平整性;本发明通过采用平铺筛网控制混合细粉平铺至铝板表面,保证混合细粉层的平整性使得“硬”层和“软”层厚度均匀,同时铝板和铝粉之前存在一定的粗糙度,促进机械互锁,而且铝粉具有很好的流动性,能够扩散和填充界面处的细小孔隙,界面能够浸润粘接,能够使各层之间的界面结合良好且保持平直,界面的结合良好能够提升界面结合强度,有效避免界面由于缺陷造成的脱粘;层状材料在一定外部应力条件下需要额外的拔出功、摩擦功等破坏功,即提高其强度。进而保证提高铝基复合材料的强度和塑性。

[0013] 另外,真空热压烧结处理的烧结温度的温度是依据基体的熔点确定,其不能高于基体的熔点温度,否则会破坏基体的晶粒,从而破坏基体性能,而其温度过低,难以保证各层之间良好的结合。本发明真空热压烧结后在界面上没有观察到微孔、裂纹或其他缺陷。进一步保证了多层结构的铝基复合材料性能的提高。

[0014] 另一方面,一种多层结构的铝基复合材料,由上述制备方法获得。

[0015] 本发明的有益效果为:

[0016] 本发明利用铝板、纯铝粉和 TiB_2 颗粒作为原始材料,将铝粉同 TiB_2 颗粒进行混合和球磨后,在模具中均匀平铺在铝板上,并与铝板交替堆叠,然后进行真空热压烧结形成层状 $Al/Al-TiB_2$ 复合材料。本发明具有流程短、界面结合稳定和性能优异等优势。

附图说明

[0017] 构成本发明的一部分的说明书附图用来提供对本发明的进一步理解,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。

[0018] 图1为本发明实施例中多层结构的铝基复合材料的制备过程流程图;

[0019] 图2为本发明实施例1制备的5层结构的 $Al/Al-TiB_2$ 的剖面图;

[0020] 图3为本发明实施例2制备的3层结构的 $Al/Al-TiB_2$ 的剖面图;

[0021] 图4为本发明实施例1制备的5层结构的 $Al/Al-TiB_2$ 的SEM图;

[0022] 图5为本发明实施例2制备的3层结构的 $Al/Al-TiB_2$ 的SEM图;

[0023] 图6为本发明实施例1~2制备的 $Al/Al-TiB_2$ 、对比例1制备的 $Al-TiB_2$ 的弯曲性能图。

具体实施方式

[0024] 应该指出,以下详细说明都是示例性的,旨在对本发明提供进一步的说明。除非另有指明,本文使用的所有技术和科学术语具有与本发明所属技术领域的普通技术人员通常理解相同含义。

[0025] 需要注意的是,这里所使用的术语仅是为了描述具体实施方式,而非意图限制根据本发明的示例性实施方式。如在这里所使用的,除非上下文另外明确指出,否则单数形式也意图包括复数形式,此外,还应当理解的是,当在本说明书中使用术语“包含”和/或“包括”时,其指明存在特征、步骤、操作、器件、组件和/或它们的组合。

[0026] 鉴于现有采用金属粉末制备多层结构复合材料存在性能差、工序较长等问题,本发明提出了一种多层结构的铝基复合材料及其制备方法。

[0027] 本发明的一种典型实施方式,提供了一种多层结构的铝基复合材料的制备方法,采用混粉机将铝粉和 TiB_2 颗粒进行混粉至少10h获得混合粉末,将混合粉末进行球磨获得混合细粉;在模具中堆叠铝板和所述混合细粉,使得模具内形成至少两层铝板和至少一层混合细粉层,模具内的最下层和最上层均为铝板;将堆叠后模具内的层状物料进行真空热压烧结处理,即得;

[0028] 其中,堆叠混合细粉层的方式为:采用平铺筛网控制混合细粉平铺至铝板表面;所述平铺筛网的筛孔孔径略大于混合细粉的粒径;

[0029] 所述真空热压烧结处理的烧结温度为略小于铝的熔融温度。

[0030] 本发明所述平铺筛网的筛孔孔径略大于混合细粉的粒径中的“略大于”是按照常规筛网级别以筛分混合细粉的筛分筛网的目数和平铺筛网的目数进行比较,常规筛网级别小一个级别为略大于,例如混合细粉的筛分筛网的目数为200目,则平铺筛网的目数为150目。

[0031] 本发明真空热压烧结处理的烧结温度为略小于铝的熔融温度中的“略小于”是指其温度范围为 $550\sim 650^{\circ}C$ 。

[0032] 本发明所述的铝板为纯铝制板。

[0033] 由于真空热压烧结后混合细粉层的厚度会发生改变,因此控制“硬”层的厚度是该方法的另一个难题,在一些实施例中,采用平铺筛网控制设定重量的混合细粉平铺至铝板表面。由于真空热压烧结后混合细粉层的密度已知,而且其在模具中进行,真空热压烧结后的体积是确定的,因此可通过控制平铺混合细粉的重量也确定最终形成的多层结构中混合细粉层的厚度。

[0034] 混粉的目的为将铝粉和 TiB_2 颗粒混合均匀,当混粉至少10h时,能够基本保障铝粉和 TiB_2 颗粒混合均匀。当混粉时间越长,混合效果更好,而当混粉至一定时间后,混合效果保持不变。在一些实施例中,混粉时间至少为12h。能够保证铝粉和 TiB_2 颗粒混合均匀。优选为12~18h。若混粉时间过长,会导致时间成本和经济成本的增加。

[0035] 在一些实施例中, TiB_2 颗粒为铝粉和 TiB_2 颗粒总质量的1.0~30.0%,进一步优选为10.0~20.0%。

[0036] 铝粉活性较高,为了避免球磨过程中的安全问题,球磨在惰性气氛或真空条件下进行,在一些实施例中,球磨在真空条件下进行。

[0037] 在一些实施例中,混合细粉中粒径的目数为100~200目。

[0038] 在一些实施例中,真空热压烧结处理中采用程序升温。升温速率为 $2\sim 20^{\circ}\text{C}/\text{min}$,优选为 $5\sim 15^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 。

[0039] 在一些实施例中,真空热压烧结处理中,先升温至 $90\sim 110^{\circ}\text{C}$ 进行干燥,然后升温至设定温度烧结。本发明所述的设定温度为真空热压烧结处理中烧结温度。所述设定温度为 $550\sim 650^{\circ}\text{C}$,优选为 $590\sim 610^{\circ}\text{C}$ 。升温至 $90\sim 110^{\circ}\text{C}$ 进行干燥 $20\sim 40\text{min}$ 。升温制备至设定温度烧结时间为 $2\sim 4\text{h}$ 。

[0040] 在一些实施例中,真空热压烧结处理中,室温升温至设定温度时,施加的压强为 $4\sim 6\text{MPa}$;在设定温度条件烧结过程中,施加的压强为 $30\sim 35\text{MPa}$ 。

[0041] 本发明的另一种实施方式,提供了一种多层结构的铝基复合材料,由上述制备方法获得。

[0042] 为了使得本领域技术人员能够更加清楚地了解本发明的技术方案,以下将结合具体的实施例详细说明本发明的技术方案。

[0043] 实施例1

[0044] 5层结构的铝基复合材料($\text{Al}/\text{Al}-\text{TiB}_2$)的制备方法,如图1所示,包括如下步骤:

[0045] (1)将1060铝板采用线切割制成若干个直径 55mm ,厚度 1mm 的薄片。

[0046] (2)将步骤(1)所得的薄片浸入到 10% 体积分数的氢氟酸溶液中进行酸浸10秒钟以去除铝板表面氧化层,取出后用无水乙醇冲洗。

[0047] (3)将步骤(2)清洗后薄片浸没在 10% 质量分数的氢氧化钠溶液进行碱浸10秒钟以中和残余氢氟酸,取出后用无水乙醇冲洗。

[0048] (4)将步骤(3)冲洗后的铝板浸没在无水乙醇溶液中,并利用超声清洗10分钟,取出用无水乙醇冲洗并浸没在密闭的无水乙醇中备用。

[0049] (5)称量 406.5g 铝粉和 93.5g TiB_2 颗粒共计 500g 粉末混合并装罐,在混粉机上混合 12h 。

[0050] (6)将混合均匀后的混合粉末装入球磨罐中,并在球磨罐中放入粒径分别为 5mm 、 8mm 和 10mm 的不锈钢球,并确保不锈钢球同混合粉的质量比为 5 。

[0051] (7)将步骤(6)中配置好的球磨罐进行抽真空处理,并放置在行星球磨机以正转 30min ,反转 30min 的交替旋转方式球磨 3h 。

[0052] (8)将步骤(7)中球磨后的粉末分别通过 100 目和 200 目的筛网以分离不锈钢球和混合粉末。

[0053] (9)将步骤(4)中金属铝板从无水乙醇中取出干燥后,放置在内径 55mm 的石墨模具中作为层状复合材料第1层。

[0054] (10)称量出 7.2g 混合细粉均匀平铺在步骤(9)所述的第1层铝板上,作为层状复合材料第2层。铺平后细粉的厚度大约为 1mm ,所称量细粉的质量由铝粉和 TiB_2 颗粒的质量比 18.7% 及其各自的密度计算所得。平铺的过程为:将混合细粉置于 150 目筛网,通过 150 目筛网将混合细粉缓慢平铺在铝板上。

[0055] (11)在步骤(10)基础上,继续铺上 1mm 厚铝板作为第3层。重复步骤(10)完成复合材料的第4层,最后铺上 1mm 厚铝板作为第5层,总厚度共计 5mm 。

[0056] (12)将步骤(11)堆叠好的石墨模具放置在真空热压烧结炉中进行烧结处理。其中,升温程序为以 $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速度将烧结炉腔体温度上升到 100°C ,保温 30min 以干燥粉

末;后续继续以10℃/min的速度将烧结炉腔体温度上升到600℃并保温2小时。室温升温至600℃时,施加的压强为5MPa;在600℃保温2h时,施加的压强为30MPa。烧结完成后关闭升温程序,并将样品留在烧结炉内进行随炉冷却,降温到低于100℃后取出样品,即为5层结构的Al/Al-TiB₂,记为LC-5。

[0057] 实施例2

[0058] 3层结构的铝基复合材料(Al/Al-TiB₂)的制备方法,如图1所示,包括如下步骤:

[0059] (1)将1060铝板采用线切割制成若干个直径为55mm,厚度为1.5mm的薄片。

[0060] (2)将步骤(1)所得的薄片浸入到10%体积分数的氢氟酸溶液中进行酸浸10秒钟以去除铝板表面氧化层,取出后用无水乙醇冲洗。

[0061] (3)将步骤(2)清洗后薄片浸没在10%质量分数的氢氧化钠溶液进行碱浸10秒钟以中和残余氢氟酸,取出后用无水乙醇冲洗。

[0062] (4)将步骤(3)冲洗后的铝板浸没在无水乙醇溶液中,并利用超声清洗10分钟,取出用无水乙醇冲洗并浸没在密闭的无水乙醇中备用。

[0063] (5)称量406.5g铝粉和93.5g TiB₂颗粒共计500g粉末混合并装罐,在混粉机上混合12小时。

[0064] (6)将混合均匀后的混合粉末装入球磨罐中,并在球磨罐中放入粒径分别为5mm、8mm和10mm的不锈钢球,并确保不锈钢球同混合粉的质量比为5。

[0065] (7)将步骤(6)中配置好的球磨罐进行抽真空处理,并放置在行星球磨机上以正转30分钟,反转30分钟的交替旋转方式球磨3小时。

[0066] (8)将步骤(7)中球磨后的粉末分别通过100目和200目的筛网以分离不锈钢球和混合细粉。

[0067] (9)将步骤(4)中金属铝板从无水乙醇中取出干燥后,放置在内径55mm的石墨模具中作为层状复合材料第1层。

[0068] (10)称量出14.4g混合细粉均匀平铺在步骤(9)所述的第1层铝板上,作为层状复合材料第2层。铺平后粉末的厚度大约为2mm,所称量细粉的质量由铝粉和TiB₂颗粒的质量比18.7%及其各自的密度计算所得。平铺的过程为:将混合细粉置于150目筛网,通过150目筛网将混合细粉缓慢平铺在铝板上。

[0069] (11)在步骤(10)基础上,继续铺上1.5mm厚铝板作为第3层,层状复合材料总厚度为5mm。

[0070] (12)将步骤(11)堆叠好的石墨模具放置在真空热压烧结炉中进行烧结处理。其中,升温程序为以10℃/min的速度将烧结炉腔体温度上升到100℃,保温30min以干燥粉末;后续继续以10℃/min的速度将烧结炉腔体温度上升到600℃并保温2小时。室温升温至600℃时,施加的压强为5MPa;在600℃保温2h时,施加的压强为30MPa。烧结完成后关闭升温程序,并将样品留在烧结炉内进行随炉冷却,降温到低于100℃后取出样品,即为3层结构的Al/Al-TiB₂,记为LC-3。

[0071] 对比例1

[0072] (1)称量406.5g铝粉和93.5g TiB₂颗粒共计500g粉末混合并装罐,在混粉机上混合12小时。

[0073] (2)将混合均匀后的混合粉末装入球磨罐中,并在球磨罐中放入粒径分别为5mm、

8mm和10mm的不锈钢球,并确保不锈钢球同混合粉的质量比为5。

[0074] (3)将步骤(2)中配置好的球磨罐进行抽真空处理,并放置在行星球磨机上以正转30分钟,反转30分钟的交替旋转方式球磨3小时。

[0075] (4)将步骤(3)中球磨后的粉末分别通过100目和200目的筛网以分离不锈钢球和混合细粉。

[0076] (5)称量出36.0g混合细粉均匀平铺在内径55mm的石墨模具中,作为层状复合材料第1层。铺平后粉末的厚度大约为5mm,所称量细粉的质量由铝粉和 TiB_2 颗粒的质量比18.7%及其各自的密度计算所得。平铺的过程为:将混合细粉置于150目筛网,通过150目筛网将混合细粉缓慢平铺在石墨模具中。

[0077] (6)将步骤(5)堆叠好的石墨模具放置在真空热压烧结炉中进行烧结处理。其中,升温程序为以 $10^{\circ}C/min$ 的速度将烧结炉腔体温度上升到 $100^{\circ}C$,保温30min以干燥粉末;后续继续以 $10^{\circ}C/min$ 的速度将烧结炉腔体温度上升到 $600^{\circ}C$ 并保温2小时。室温升温至 $600^{\circ}C$ 时,施加的压强为5MPa;在 $600^{\circ}C$ 保温2h时,施加的压强为30MPa。烧结完成后关闭升温程序,并将样品留在烧结炉内进行随炉冷却,降温到低于 $100^{\circ}C$ 后取出样品,即为1层结构的Al- TiB_2 ,记为LC-1。

[0078] 如图2和图3所示,多层结构中每层厚度均匀,且Al/Al- TiB_2 界面平直。从图4可清晰看出 TiB_2 颗粒均匀地分布在Al基体中,没有聚集和粘连,而且几乎没有微孔。从图5中可看出铝板和Al- TiB_2 层结合良好,在界面上没有观察到微孔、裂纹或其他缺陷。

[0079] 图6中,LC-3、LC-5、LC-1的弯曲强度由高到低分别为110.0MPa、94.2MPa、91.3MPa,与单层LC-1相比,LC-5和LC-3的塑性和强度都相应提高。

[0080] 结合图5和图6可知,界面上没有观察到微孔、裂纹或其他缺陷,且整体弯曲强度得到提高,说明LC-5和LC-3的界面结合稳定。

[0081] 以上所述仅为本发明的优选实施例而已,并不用于限制本发明,对于本领域的技术人员来说,本发明可以有各种更改和变化。凡在本发明的精神和原则之内,所作的任何修改、等同替换、改进等,均应包含在本发明的保护范围之内。

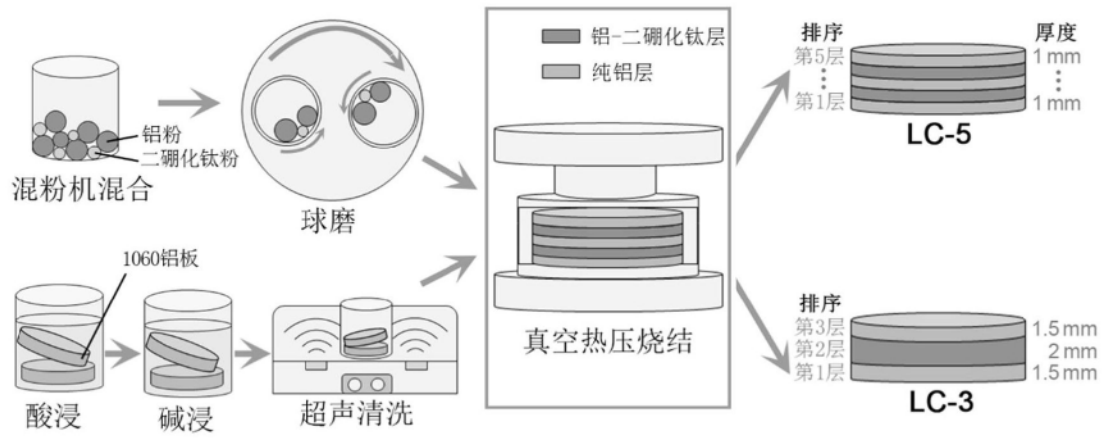


图1



图2

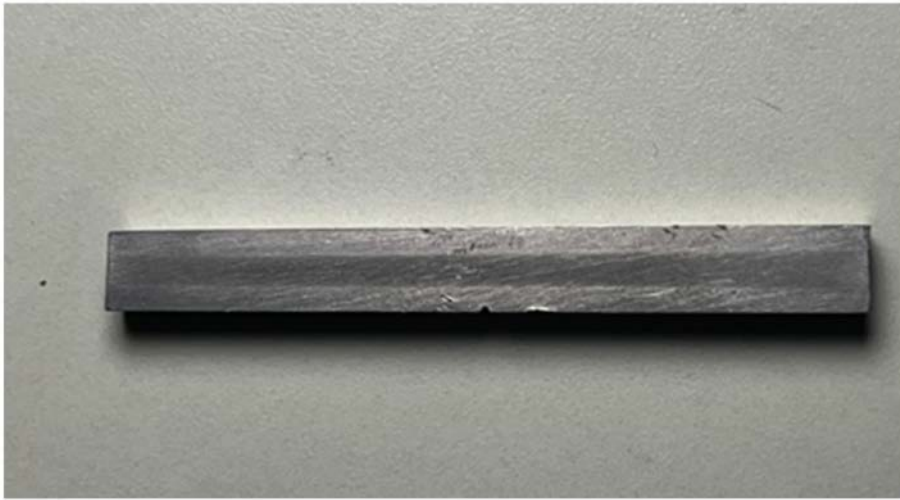


图3

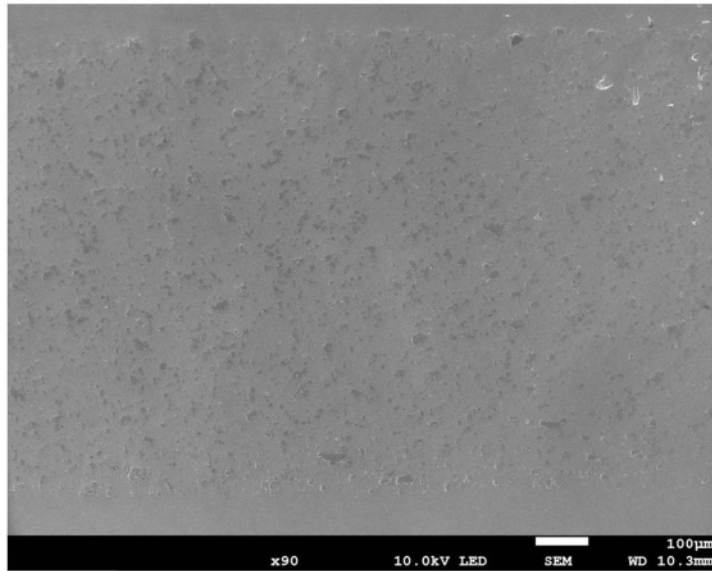


图4

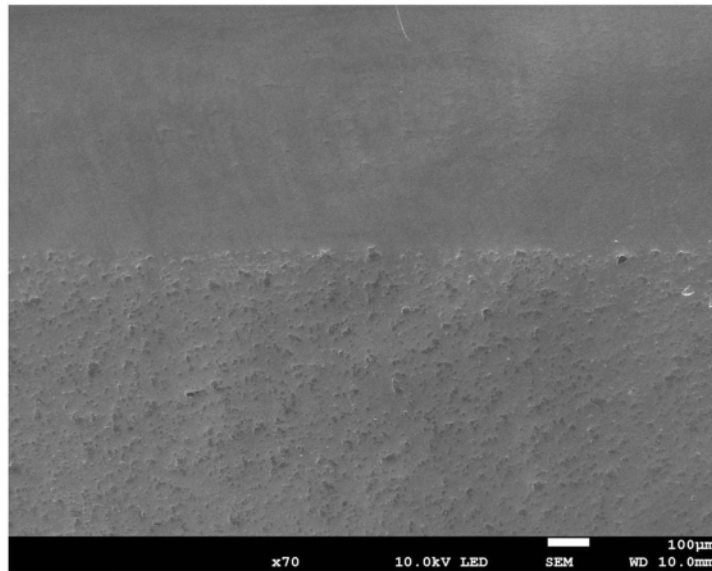


图5

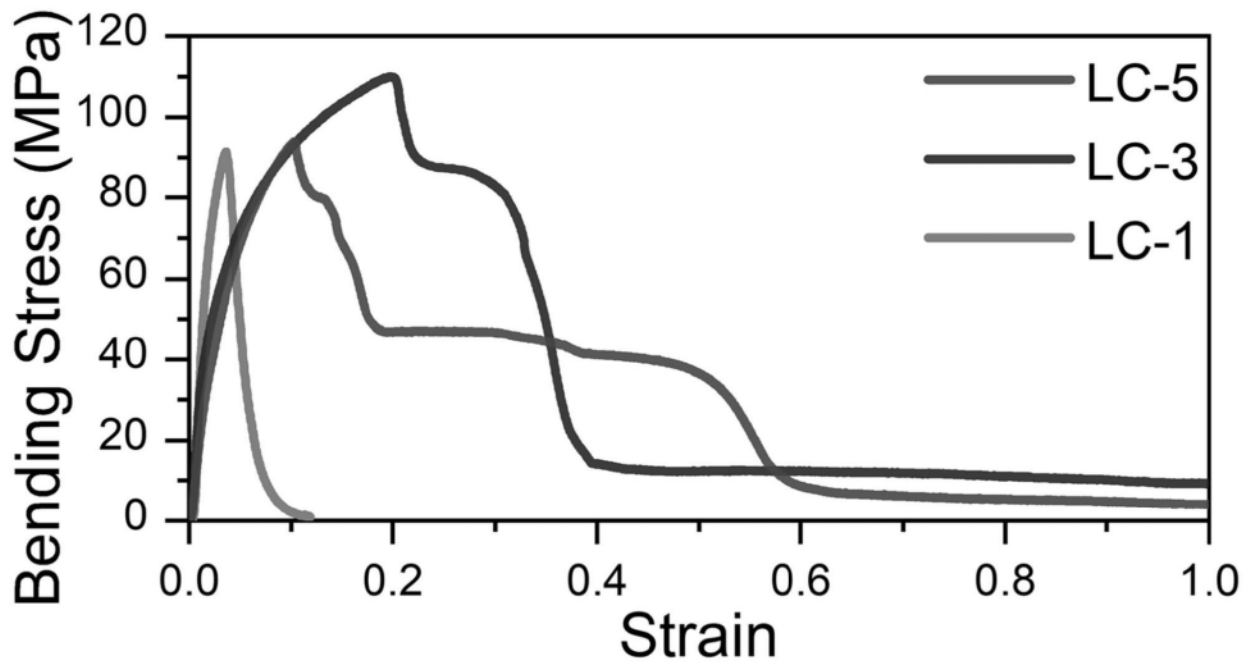


图6