



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101525716 B

(45) 授权公告日 2011.04.20

(21) 申请号 200910116604.1

(22) 申请日 2009.04.21

(73) 专利权人 合肥工业大学

地址 230009 安徽省合肥市包河区屯溪路
193 号

(72) 发明人 吴玉程 任榕 汪峰涛 汤文明
郑治祥

(74) 专利代理机构 安徽省合肥新安专利代理有
限责任公司 34101

代理人 何梅生

(51) Int. Cl.

C22C 32/00 (2006.01)

C22C 1/05 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 1092113 A, 1994.09.14,

CN 1210097 A, 1999.03.10,

任榕 等. 退火诱导机械合金化

Fe42.5Al42.5Ti5B10 合金的结构演变与晶粒生
长动力学. 《物理学报》. 2008, 第 57 卷 (第 9
期), 5774-5781.

审查员 刘彤

权利要求书 1 页 说明书 5 页

(54) 发明名称

铁铝金属间化合物-二硼化钛复合材料及制
备方法

(57) 摘要

铁铝金属间化合物-二硼化钛复合材料及制
备方法,其特征是按原子百分比的构成为:铁铝
金属间化合物 85%~95%,二硼化钛 5%~15%。
本发明采用机械合金化结合热压烧结方法制备铁
铝金属间化合物-二硼化钛复合材料,可以避开
普通冶金方法的高温熔化、凝固过程,在室温下
实现合金化,减少成分偏析以及增强相不能均匀
分布对性能的影响,工艺条件相对简单经济;得
到精细的纳米晶结构的同时可以引入均匀的弥散
相,且产量较高。

1. 一种铁铝金属间化合物 - 二硼化钛复合材料的制备方法，其特征是按如下步骤进行：

a、将 Fe 粉、Al 粉、Ti 粉和非晶态 B 粉按 42.5 ~ 47.5%、42.5 ~ 47.5%、1.67 ~ 5% 和 3.33 ~ 10% 的原子百分比配料，放入不锈钢球磨罐中，于球磨机上以 150 转 / 分钟的转速低速混粉 0.5 小时，使粉末混合均匀；

b、按重量百分比，向不锈钢球磨罐中添加占粉末总重 1% 的过程控制剂，所述的过程控制剂为易挥发性有机溶剂；

c、在氩气保护下将混合粉末球磨 40 ~ 50 小时，得到机械合金化复合粉末；

d、将所述机械合金化的复合粉末放入真空管式低温炉中，通入流动的氩气作为保护气氛，以 5°C / 分钟的速度升温至 350°C，保温 0.5 小时后随炉冷却至室温，出炉获得退火复合粉末；

e、将退火后的复合粉末置于惰性石墨模具内，放入真空热压烧结炉中，以 10°C / 分钟的速度升温至 450°C 时开始加压，保温 0.5 小时，初始压力为 10MPa，然后仍以 10°C / 分钟的加热速度加热至 1200°C 并将压力增加至 25MPa，保温 1 小时，随炉冷却至室温，出炉获得 TiB₂/FeAl 复合材料。

2. 根据权利要求 1 所述的铁铝金属间化合物 - 二硼化钛复合材料的制备方法，其特征是所述步骤 a 中，Fe 粉、Al 粉的粒度 < 10 μ m，Ti 粉、非晶态 B 粉的粒度 < 45 μ m。

3. 根据权利要求 1 所述的铁铝金属间化合物 - 二硼化钛复合材料的制备方法，其特征是所述步骤 b 中，过程控制剂为正庚烷。

4. 根据权利要求 1 所述的铁铝金属间化合物 - 二硼化钛复合材料的制备方法，其特征是所述步骤 c 中，球磨机的转速为 700 转 / 分钟，球料重量比为 10 : 1。

铁铝金属间化合物 - 二硼化钛复合材料及制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及铁铝金属间化合物 - 二硼化钛复合材料及其制备方法，特别是涉及一种利用机械合金化制备铁铝金属间化合物 - 二硼化钛复合材料的方法。

背景技术

[0002] 铁铝基金属间化合物由于强度高、抗氧化和抗硫化腐蚀性能优良，而其韧性又高于普通的陶瓷材料，是航空材料和高温结构材料领域内具有重要应用潜力的新材料。然而，同其它金属间化合物一样，其室温环境下的脆性及温度超过 600℃时强度急剧下降的两大问题阻碍了其实际应用。为此许多研究者试图通过细化晶粒和复合强韧化来解决成型及应用问题。在 Fe-Al 金属间化合物基体中加入非连续的增强相（如短纤维、晶须及颗粒等），通过调节复合材料内的应力分布、阻止裂纹扩展和充分发挥增强相的作用，能使 Fe-Al 金属间化合物基复合材料具有良好的综合性能。其中，用颗粒作为增强剂，其原料的均匀分散与烧结致密化都比短纤维及晶须复合材料简便易行。因此，尽管颗粒的强韧化效果不如晶须与纤维，但如颗粒种类、粒径和含量选择得当，仍有一定的韧化效果，同时会带来高温强度、高温蠕变性能的改善。

[0003] 传统的 FeAl 金属间化合物材料制备方法为熔炼法和熔铸法。由于 FeAl 金属间化合物材料的熔点高，用熔炼法制备比较困难，并且，熔炼中材料容易产生成分偏析。用熔铸法制得的金属间化合物存在中温低塑区，加工性能差。

[0004] 由于 FeAl 金属间化合物熔点很高，妨碍了传统的铸锭冶金成型，增强相在熔融的金属间化合物中稳定性显著降低，导致增强相溶解，复合材料的成分发生变化；同时，含有增强相的熔体黏度较高，流动性低，因此采用液态成型工艺进行制备受到一定限制。

发明内容

[0005] 本发明是为避免上述现有技术所存在的不足之处，提供一种相对密度高、具有较高的抗弯强度、硬度和断裂韧性的铁铝金属间化合物 - 二硼化钛复合材料，是以铁铝金属间化合物材料为基体，以二硼化钛陶瓷颗粒为增强体；

[0006] 本发明同时提供铁铝金属间化合物 - 二硼化钛复合材料的制备方法。

[0007] 本发明解决技术问题采用如下技术方案：

[0008] 本发明铁铝金属间化合物 - 二硼化钛复合材料，其特点是按原子百分比的构成为：铁铝金属间化合物 85%~95%，二硼化钛 5%~15%。

[0009] 本发明铁铝金属间化合物 - 二硼化钛复合材料，其特点也在于：

[0010] 按原子百分比的构成为：铁铝金属间化合物 90%，二硼化钛 10%。

[0011] 所述铁铝金属间化合物中铁铝元素的原子比为 1 : 1，二硼化钛中钛硼元素的原子比为 1 : 2。

[0012] 本发明铁铝金属间化合物 - 二硼化钛复合材料制备方法的特点是按如下步骤进行：

[0013] a、将Fe粉、Al粉、Ti粉和非晶态B粉按42.5~47.5%、42.5~47.5%、1.67~5%和3.33~10%的原子百分比配料，放入不锈钢球磨罐中，于球磨机上以150转/分钟的转速低速混粉0.5小时，使粉末混合均匀；

[0014] b、按重量百分比，向不锈钢球磨罐中添加占粉末总重1%的过程控制剂，所述的过程控制剂为易挥发性有机溶剂；

[0015] c、在氩气保护下将混合粉末球磨40~50小时，得到机械合金化复合粉末；

[0016] d、将所述机械合金化的复合粉末放入真空管式低温炉中，通入流动的氩气作为保护气氛，以5℃/分钟的速度升温至350℃，保温0.5小时后随炉冷却至室温，出炉获得退火复合粉末；

[0017] e、将退火后的复合粉末置于惰性石墨模具内，放入真空热压烧结炉中，以10℃/分钟的速度升温至450℃时开始加压，保温0.5小时，初始压力为10MPa，然后仍以10℃/分钟的加热速度加热至1200℃并将压力增加至25MPa，保温1小时，随炉冷却至室温，出炉获得TiB₂/FeAl复合材料。

[0018] 本发明制备方法的特点也在于：

[0019] 所述步骤a中，Fe粉、Al粉的粒度<10μm，Ti粉、非晶态B粉的粒度<45μm。

[0020] 步骤b中的过程控制剂为正庚烷。

[0021] 所述步骤c中球磨机的转速为700转/分钟，球料重量比为10:1。

[0022] 与已有技术相比，本发明有益效果体现在：

[0023] 1、本发明基于铁铝金属间化合物和二硼化钛的优良性能，利用二硼化钛颗粒强韧化效应，以及纳米效应，使复合材料相对密度能够达到96%以上，具有较高的抗弯强度、硬度和断裂韧性，实现了对增强相和制备条件进行选择优化，改善铁铝金属间化合物的综合性能。

[0024] 2、本发明采用TiB₂颗粒作为增强相。TiB₂与Fe-Al金属间化合物有良好的界面物理、化学相容性，选择TiB₂作为制造Fe-Al金属间化合物基复合材料的增强相是非常合适的。

[0025] 3、本发明采用机械合金化结合热压烧结方法制备铁铝金属间化合物-二硼化钛复合材料，可以避免普通冶金方法的高温熔化、凝固过程，在室温下实现合金化，减少成分偏析以及增强相不能均匀分布对性能的影响，工艺条件相对简单经济；得到精细的纳米晶结构的同时可以引入均匀的弥散相，且产量较高。

[0026] 4、经本发明方法制备的铁铝金属间化合物-二硼化钛复合材料经性能实验测定：其主要指标是，抗弯强度为1210MPa~1360MPa，维氏硬度为635~758(HV10)，断裂韧性为5.78MPa·m^{1/2}~9.04MPa·m^{1/2}。

[0027] 5、本发明铁铝金属间化合物-二硼化钛复合材料在航空材料和高温结构材料领域内具有应用潜力。

[0028] 以下通过具体实施方式对本发明作进一步说明。

具体实施方式

[0029] 实施例1，按以下步骤制备TiB₂/FeAl复合材料：

[0030] 1、原料混粉

[0031] 以粒度为 $10\ \mu\text{m}$ 、质量分数为 99% 的 Fe 粉，粒度为 $10\ \mu\text{m}$ 、质量分数为 98% 的 Al 粉，粒度为 $45\ \mu\text{m}$ 、质量分数为 99% 的 Ti 粉和粒度为 $45\ \mu\text{m}$ 、质量分数为 98% 的非晶态 B 粉为原料，按照 Fe : Al : Ti : B = 47.5 : 47.5 : 1.67 : 3.33 的原子比，将复合粉末放入内容积为 100 毫升的不锈钢球磨罐中，在 GN-2 型高能球磨机上低速混粉，使原料混合均匀，混粉时间为 0.5 小时。

[0032] 2、机械合金化制粉

[0033] 具体工艺参数设置为：

[0034] 球料比：10 : 1；

[0035] 填充系数：0.5；

[0036] 球磨时间：40 小时；

[0037] 球磨机转速：700 转 / 分钟；

[0038] 保护气氛：氩气；

[0039] 过程控制剂：正庚烷（按重量百分比，为粉末总重的 1%）。

[0040] 按照上述工艺参数，将复合粉末在 GN-2 型高能球磨机上进行机械合金化。

[0041] 3、低温退火

[0042] 将经机械合金化的复合粉末放入陶瓷烧舟中，然后把烧舟放入真空管式高温炉中进行低温退火处理，通入流动的氩气作为保护气氛，以 $5^\circ\text{C} / \text{分钟}$ 的速度升温至 350°C ，保温 0.5 小时，随炉冷却至室温，出炉获得消除应力后的退火复合粉末。

[0043] 4、热压烧结

[0044] 将退火后的复合粉末置于惰性石墨模具内，放入真空热压烧结炉中，以 $10^\circ\text{C} / \text{分钟}$ 的速度升温至 450°C ，保温 0.5 小时，同时开始加压（初始压力为 10MPa），然后仍以 $10^\circ\text{C} / \text{分钟}$ 的加热速度加热至 1200°C ，并将压力增加至 25MPa，保温 1 小时。烧结后的坯件随炉冷却至室温出炉，得到 TiB_2/FeAl 复合材料。

[0045] 通过以上工艺制备的 TiB_2/FeAl 复合材料的具体性能如下，如表 1 中第一组数组所列：

[0046] 抗弯强度（室温）：1360MPa；

[0047] 硬度（维氏）：635HV10；

[0048] 断裂韧性： $8.35\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 。

[0049] 实施例 2，按以下步骤制备 TiB_2/FeAl 复合材料：

[0050] 1、原料混粉

[0051] 以粒度为 $10\ \mu\text{m}$ 、质量分数为 99% 的 Fe 粉，粒度为 $10\ \mu\text{m}$ 、质量分数为 98% 的 Al 粉，粒度为 $45\ \mu\text{m}$ 、质量分数为 99% 的 Ti 粉和粒度为 $45\ \mu\text{m}$ 、质量分数为 98% 的非晶态 B 粉为原料，按照 Fe : Al : Ti : B = 45 : 45 : 3.33 : 6.67 的原子比，将复合粉末放入内容积为 100 毫升的不锈钢球磨罐中，在 GN-2 型高能球磨机上低速混粉，使原料混合均匀，混粉时间为 0.5 小时。

[0052] 2、机械合金化制粉

[0053] 具体工艺参数设置为：

[0054] 球料比：10 : 1；

- [0055] 填充系数：0.5；
- [0056] 球磨时间：45 小时；
- [0057] 球磨机转速：700 转 / 分钟；
- [0058] 保护气氛：氩气；
- [0059] 过程控制剂：正庚烷（按重量百分比，为粉末总重的 1%）。
- [0060] 按照上述工艺参数，将复合粉末在 GN-2 型高能球磨机上进行机械合金化。
- [0061] 3、低温退火
- [0062] 将经机械合金化的复合粉末放入陶瓷烧舟中，然后把烧舟放入真空管式高温炉中进行低温退火处理，通入流动的高纯氩气作为保护气氛，以 5℃ / 分钟的速度升温至 350℃，保温 0.5 小时，随炉冷却至室温，出炉获得消除应力后的退火复合粉末。
- [0063] 4、热压烧结
- [0064] 将退火后的复合粉末置于惰性石墨模具内，放入真空热压烧结炉中，以 10℃ / 分钟的速度升温至 450℃，保温 0.5 小时，同时开始加压（初始压力为 10MPa），然后仍以 10℃ / 分钟的加热速度加热至 1200℃，并将压力增加至 25MPa，保温 1 小时。烧结后的坯件随炉冷却至室温出炉，得到 TiB₂/FeAl 复合材料。
- [0065] 通过以上工艺制备的 TiB₂/FeAl 复合材料的具体性能如下，如表 1 中第二组数组所列：
- [0066] 抗弯强度（室温）：1320MPa；
- [0067] 硬度（维氏）：745HV10；
- [0068] 断裂韧性：9.04MPa · m^{1/2}。
- [0069] 实施例 3，按以下步骤制备 TiB₂/FeAl 复合材料：
- [0070] 1、原料混粉
- [0071] 以粒度为 10 μ m、质量分数为 99% 的 Fe 粉、粒度为 10 μ m、质量分数为 98% 的 Al 粉、粒度为 45 μ m、质量分数为 99% 的 Ti 粉和粒度为 45 μ m、质量分数为 98% 的非晶态 B 粉为原料，按照 Fe : Al : Ti : B = 42.5 : 42.5 : 5 : 10 的原子比，将复合粉末放入容积为 100 毫升的不锈钢球磨罐中，在 GN-2 型高能球磨机上低速混粉，使原料混合均匀，混粉时间为 0.5 小时。
- [0072] 2、机械合金化制粉
- [0073] 具体工艺参数设置为：
- [0074] 球料比：10 : 1；
- [0075] 填充系数：0.5；
- [0076] 球磨时间：50 小时；
- [0077] 球磨机转速：700 转 / 分钟；
- [0078] 保护气氛：氩气；
- [0079] 过程控制剂：正庚烷（按重量百分比，粉末总重的 1%）。
- [0080] 按照上述工艺参数，将复合粉末在 GN-2 型高能球磨机上进行机械合金化。
- [0081] 3、低温退火
- [0082] 将经机械合金化的复合粉末放入陶瓷烧舟中，然后把烧舟放入真空管式高温炉中进行低温退火处理，通入流动的高纯氩气作为保护气氛，以 5℃ / 分钟的速度升温至

350℃，保温 0.5 小时，随炉冷却至室温，出炉获得消除应力后的退火复合粉末。

[0083] 4、热压烧结

[0084] 将退火后的复合粉末置于惰性石墨模具内，放入真空热压烧结炉中，以 10℃ / 分钟的速度升温至 450℃，保温 0.5 小时，同时开始加压（初始压力为 10MPa），然后仍以 10℃ / 分钟的加热速度加热至 1200℃，并将压力增加至 25MPa，保温 1 小时。烧结后的坯件随炉冷却至室温出炉，得到 TiB₂/FeAl 复合材料。

[0085] 通过以上工艺制备的 TiB₂/FeAl 复合材料的具体性能如下，如表 1 中第三组数组所列：

[0086] 抗弯强度（室温）：1210MPa；

[0087] 硬度（维氏）：758HV10；

[0088] 断裂韧性：5.78MPa · m^{1/2}。

[0089] 表 1 本发明制备的复合材料抗弯强度、硬度及断裂韧性

[0090]

组成成分（原子百分比）		烧结温度 /℃	烧结压力 /MPa	力学性能		
二硼化钛	铁铝金属间化合物			抗弯强度 /MPa	硬度 /HV10	断裂韧性 /MPa·m ^{1/2}
5	95	1200	25	1360	635	8.35
10	90	1200	25	1320	745	9.04
15	85	1200	25	1210	758	5.78