

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 200510016511.3

[51] Int. Cl.

C22C 1/04 (2006.01)

B22F 9/04 (2006.01)

B22F 3/12 (2006.01)

C22C 21/00 (2006.01)

[43] 公开日 2006 年 7 月 12 日

[11] 公开号 CN 1800424A

[22] 申请日 2005.1.5

[21] 申请号 200510016511.3

[71] 申请人 中国科学院长春光学精密机械与物理研究所

地址 130031 吉林省长春市东南湖大路 16 号

[72] 发明人 罗劲松

[74] 专利代理机构 长春科宇专利代理有限责任公司

代理人 李恩庆

权利要求书 1 页 说明书 4 页

[54] 发明名称

制备纳米 SiC 增强铝基复合材料的方法

[57] 摘要

本发明属于金属材料技术领域，是一种制备纳米 SiC 增强铝基复合材料的方法。以碳化硅和铝为原料，在手套箱 Ar 气保护下配料成为混合料。混合料中 SiC 的含量按体积百分比计为 5% – 30%。用高能振动磨将混合料球磨 20 – 30 小时后，在压片机和加热系统下进行热等静压处理，压力为 600MP – 800MP，温度 200 – 250℃，处理时间 1 – 2 小时，自然冷却取出。然后在高温真空热压炉中真空热压，热压温度为 600℃ – 700℃，压力为 30MP – 40MP，升温时间 2 小时，保温 0.5 小时。本发明在热等静压时，材料的致密度可以达到 80 – 90%，后经热压烧结，材料的最终致密度能达到 90 – 99%。本发明即避免了界面反应发生，同时又有利于材料的滑移和位错的形成，降低了孔隙率，提高了材料的致密度。

1、一种制备纳米 SiC 增强铝基复合材料的方法，其特征是：

(1) 选取纯度为 99.9% 以上的碳化硅 SiC、纯度为 99% 以上的铝 Al、作为原料，在手套箱 Ar 气保护下配料，并使碳化硅 SiC 和铝 Al 混合，混合料中 SiC 的含量按体积百分比计为 5%—30%；

(2) 上述混合料在高能振动磨下球磨 20—30 小时；

(3) 取出球磨后粉料，在压片机和加热系统下进行热等静压处理，压力为 600MP—800MP，温度 200—250℃，处理时间 1—2 小时，自然冷却取出；

(4) 将热等静压处理后的混合料，在高温真空热压炉中真空热压；高温真空热压炉的温度为 600℃—700℃，压力为 30MP—40MP，升温时间 2 小时；保温 0.5 小时后降至室温，取出材料。

2、根据权利要求 1 所述的制备纳米 SiC 增强铝基复合材料的方法，其特征是原料碳化硅 SiC 的粒度为 20—40nm，铝 Al 粒度为 100—200 目。

3、根据权利要求 1 或 2 所述的制备纳米 SiC 增强铝基复合材料的方法，其特征是真空热压过程中，在高温阶段 700℃—400℃ 时降温缓慢，降温时间 2 小时，在 400℃ 至室温时快速降温，降温时间 1 小时。

4、根据权利要求 3 所述的制备纳米 SiC 增强铝基复合材料的方法，其特征是在真空热压降温时，高温真空热压炉系统采用循环水冷却方法。

5、根据权利要求 4 所述的制备纳米 SiC 增强铝基复合材料的方法，其特征是所用的球磨机为 2MZS-3 高能振动球磨机，压片机为 769YP-15A 粉末压片机，热压炉为 TGR80/5000 真空热压炉。

制备纳米 SiC 增强铝基复合材料的方法

技术领域

本发明属于金属材料技术领域，涉及金属基复合材料和纳米材料，具体地说是一种制备纳米 SiC 增强铝基复合材料的方法。

背景技术

近年来，颗粒增强铝基复合材料以其特有的高比强度、高比模量、耐磨及耐高温等优良性能，已逐步被航空航天工业所认可，并开始规模化应用。同时在汽车的活塞和刹车系统等领域中也有广泛的应用。

ROY 和 Komamenis 等于 1984 年首次提出了纳米复合材料 (nanocomposites) 的概念，即由两种或两种以上的吉布斯固相至少在一个方向以纳米级大小 (1—100nm) 复合而成的复合材料。

金属基纳米复合材料是由纳米级金属或非金属粒子均匀地弥散在金属及合金基体中而成，较之传统的金属基复合材料，其比强度、比模量、耐磨性、导电、导热性能均有大幅度的提高。

由于纳米材料的比表面积大，孔隙率大，制成的金属基纳米复合材料很难致密。而致密度是决定材料力学性能的重要因素。如何提高材料的致密度，是纳米相增强金属基复合材料的优化最重要问题。以往我们在纳米 SiC 增强铝基复合材料成型处理过程中，多采用冷等静压的方法，压力可达到 600MP—800MP，这在常温下，很容易实现。不过，材料的致密度普遍很低，只有 70% 左右，通过最后的热压烧结，最终材料的致密度基本在 90% 以内。

现有的制备纳米 SiC 增强铝基复合材料或金属基纳米复合材料的方法大致可分为固态法和液态法两类。

液态法主要有铸造法、喷射沉积法和渗透法；固态法主要有热压法和挤压法。

液态法中基体的熔点都很高，容易发生有害的界面反应 $3\text{SiC} + 4\text{Al} \rightarrow \text{Al}_4\text{C}_3 + 3\text{Si}$ 。SiC 存在铝液中，使溶液粘度提高，流动性降低，铸造时充

填性能差。

热压法优点是增强体 SiC 的加入量可以任意调节,成分比例准确,体积份数控制方便。挤压法优点制备温度比较低,缺点是工艺复杂,设备要求高。在用固态法制备纳米 SiC 增强铝基复合材料或金属基纳米复合材料中,对冷压制坯这一工序,以往传统多采用冷等静压法,或取消这一工序。最终金属基纳米复合材料在高温环境烧结易发生有害的界面反应,界面反应生成 Al₄C₃层很脆易断裂。同时材料的滑移和位错效果不明显。材料内气体不易排出,致使孔隙率较大,很难提高材料的致密度。

发明内容

为了提高铝基复合材料的致密度,本发明在固态法中采用二步加压,目的是提供一种制备纳米 SiC 增强铝基复合材料的方法。

为了制备 SiC 增强铝基复合材料,本发明使用热压法。其特征是在热压法中采用二步加压法,所述的二步加压法是指要经过两次加压的工序:热等静压的制坯成形和热压烧结。

本发明所用的原料是粉末状,将粉末状的原料经过热压,制备 SiC 增强铝基复合材料。

本发明将原料按所需的量进行配料,原料经过配料后在高能球磨机械混粉。在温度 200—250℃,压力 600MP—800MP 的条件下,热等静压制坯,即本发明所述的第一步加压;在温度 600℃—700℃,压力 30MP—40MP 条件下,高温热压烧结,即本发明所述的第二步加压。第一步加压和第二步加压就是本发明所述的二步加压法。

为了更清楚地理解本发明,详细叙述制备纳米 SiC 增强铝基复合材料的过程。

(1) 选取纯度为 99.9%以上、粒度为 20—40nm 的碳化硅 SiC,纯度为 99%以上、粒度为 100—200 目的铝 Al,作为原料,在手套箱 Ar 气保护下配料,并使碳化硅 SiC 和铝 Al 混合,成为混合料。在 SiC 和 Al 的混合料中, SiC 的含量按体积百分比计为 5%—30%。

(2) 上述混合料在高能振动磨下球磨，20—30 小时。

(3) 取出球磨后粉料，在压片机和加热系统下进行热等静压处理，压力为 600MP—800MP，温度 200—250℃，处理时间 1—2 小时，自然冷却取出。

(4) 将热等静压处理后的混合料，在高温真空热压炉中真空热压。高温真空热压炉的温度为 600℃—700℃，压力为 30MP—40MP，升温时间 2 小时，保温 0.5 小时。在高温阶段 700℃—400℃ 时降温缓慢，降温时间 2 小时，在 400℃ 至室温时快速降温，降温时间 1 小时。在真空热压降温时，高温真空热压炉系统采用循环水冷却方法。达到室温后，取出材料。

本发明在材料成型处理过程中，使用 220℃—250℃，600MP—800MP 下热等静压，材料的致密度可以达到 80—90%，后经热压烧结，材料的最终致密度普遍能达到 90—99%，对纳米 SiC 增强铝基复合材料的力学性能的提高，起到关键性的作用。

本发明采用二步加压法在较低温度加压，即避免了界面反应发生，同时又有利于材料的滑移和位错的形成，降低了孔隙率，提高了材料的致密度，为最后的真空热压烧结降低了压力和温度条件。这样使纳米复合金属基陶瓷的制备工艺简单，降低了设备的要求，是一个很好的改进。

采用传统的方法，材料的致密度 90% 都很难实现。用本发明，纳米 SiC 和 Al 掺杂体积比为 5%—30% 的陶瓷材料，材料的致密度基本在 95% 以上，最高可达 99% 以上。

具体实施方法

制备 SiC 和 Al 掺杂体积比 5%、30nmSiC 增强铝基复合材料

(1) 选用黑龙江中超纳米公司的 30nm SiC，纯度 99.9% 和上海化学试剂 100—200 目 Al，纯度 99%。按 5%SiC 和 95%Al 混合，在手套箱里通入 Ar 保护气体。

(2) 用温州市新矿粉体机械有限公司生产的 2MZS-3 高能振动球磨机，将上述混合料球磨 20—30 小时。

(3) 取出球磨后粉料，在天津市科器高新技术公司 769YP-15A 粉末压片机和加热系统下进行热等静压处理，温度 200—250℃，1—2 小时，自然冷却取出。

(4) 用西安新惠科技实业公司生产的 TGR80/5000 真空热压炉，在高温真空热压炉，650℃—700℃，30MP—40MP 下真空热压。在高温阶段 400—700℃降温缓慢，在室温—400℃快速降温，系统采用循环水冷却方法。达到室温后，取出材料