



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 114277277 A

(43) 申请公布日 2022. 04. 05

(21) 申请号 202111608089.6

(22) 申请日 2021.12.22

(71) 申请人 重庆大学

地址 400000 重庆市沙坪坝区正街174号

(72) 发明人 杨鸿 周建新 罗小钧 邹勤

董志华 张昂 袁明 白生文

高瑜阳 宋江凤 蒋斌 潘复生

(74) 专利代理机构 重庆鼎慧峰合知识产权代理

事务所(普通合伙) 50236

代理人 周维锋

(51) Int. Cl.

G22C 1/10 (2006.01)

G22C 1/03 (2006.01)

G22C 23/02 (2006.01)

G22C 32/00 (2006.01)

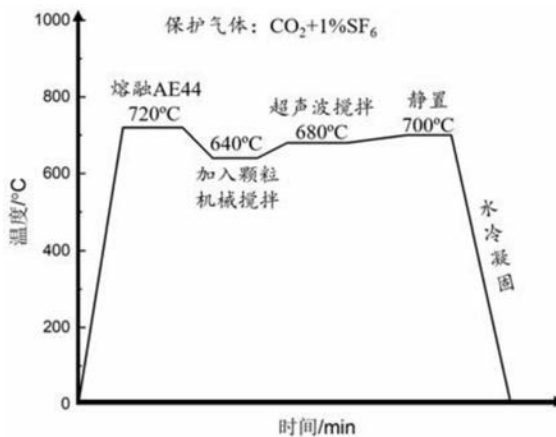
权利要求书1页 说明书7页 附图3页

(54) 发明名称

一种AlN/Al颗粒增强镁铝稀土基复合材料及其制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种AlN/Al颗粒增强镁铝稀土基复合材料,复合材料中各组分的质量百分比含量为:99-99.9%的镁基体合金和0.1-1%的AlN/Al复合颗粒,镁基体合金包括Al:4.17%, Mn:0.36%, Si:0.02%, RE:3.99%, 余量为Mg, 其中RE=50Ce-26La-15Nd-3Pr。本发明还公开了AlN/Al颗粒增强镁铝稀土基复合材料的制备方法。本发明通过机械球磨、机械搅拌和超声波搅拌相结合的方法,能够避免颗粒的燃烧或氧化,克服了AlN颗粒难以与镁基体合金润湿的难题,显著细化了镁基体合金的晶粒尺寸;所得复合材料组织致密,无明显界面反应,冶金质量优异,不含有明显缺陷或杂质。



1. 一种AlN/Al颗粒增强镁铝稀土基复合材料,其特征在于,所述复合材料中各组分的质量百分比含量为:99-99.9%的镁基体合金和0.1-1%的AlN/Al复合颗粒,所述镁基体合金包括Al:4.17%,Mn:0.36%,Si:0.02%,RE:3.99%,余量为Mg,其中RE=50Ce-26La-15Nd-3Pr。

2. 根据权利要求1所述的AlN/Al颗粒增强镁铝稀土基复合材料,其特征在于,所述AlN/Al复合颗粒包括AlN颗粒和Al颗粒,所述AlN颗粒的粒径为40nm,所述Al颗粒的粒径为10 $\mu$ m,所述AlN颗粒与Al颗粒的质量比为3:1。

3. 一种根据权利要求1或2所述的AlN/Al颗粒增强镁铝稀土基复合材料的制备方法,其特征在于,包括如下步骤:

1) AlN/Al复合颗粒的制备:在纯氩气保护的手套箱里,将上述质量百分比的AlN颗粒与Al颗粒在行星式球磨机进行混合球磨,球磨完成后,然后采用铝箔包覆球磨后的混合材料,制备得AlN/Al复合颗粒;

2) 镁基复合材料的熔炼铸造:将步骤1)获得的AlN/Al复合颗粒加入镁铝稀土熔体中,采用机械搅拌对AlN/Al复合颗粒进行初步分散的复合熔体;将复合熔体升温至液相线温度后,采用超声波对复合熔体进行进一步分散,静置保温和水冷凝固,得到AlN/Al颗粒增强镁铝稀土基复合材料。

4. 根据权利要求3所述的AlN/Al颗粒增强镁铝稀土基复合材料的制备方法,其特征在于,所述AlN颗粒与Al颗粒进行混合球磨时,球磨转速为80-120rpm,球磨时间为4-12h,球磨完成后静置24-48h。

5. 根据权利要求4所述的AlN/Al颗粒增强镁铝稀土基复合材料的制备方法,其特征在于,所述镁铝稀土熔体的制备过程为:

在体积比为99:1的CO<sub>2</sub>和SF<sub>6</sub>混合气体的保护下,将镁基体合金放入坩埚中随熔炼炉升温,升温至680-780 $^{\circ}$ C,直至完全熔化后,搅拌均匀,并刮除熔体表面浮渣,得镁铝稀土熔体。

6. 根据权利要求5所述的AlN/Al颗粒增强镁铝稀土基复合材料的制备方法,其特征在于,所述AlN/Al复合颗粒加入时,将镁铝稀土熔体降温至610-650 $^{\circ}$ C,机械搅拌速度为300-1000rpm,搅拌时间为5-10min。

7. 根据权利要求6所述的AlN/Al颗粒增强镁铝稀土基复合材料的制备方法,其特征在于,所述机械搅拌为:在坩埚中上部和下部来回搅拌2-5min,待AlN/Al复合颗粒完全浸没至镁铝稀土熔体后,在坩埚中部位位置定点搅拌3-5min。

8. 根据权利要求5所述的AlN/Al颗粒增强镁铝稀土基复合材料的制备方法,其特征在于,所述AlN/Al复合颗粒加入后,用搅拌勺将铝箔包覆的AlN/Al复合颗粒摁压至坩埚底部30-100s,直至AlN/Al复合颗粒被释放进镁铝稀土熔体且完全被镁铝稀土熔体液包裹。

9. 根据权利要求3所述的AlN/Al颗粒增强镁铝稀土基复合材料的制备方法,其特征在于,在镁铝稀土熔体中加入所述AlN/Al复合颗粒且进行机械搅拌均匀后,得复合熔体,将复合熔体升温至680-720 $^{\circ}$ C,采用超声波分散复合熔体,所述超声波的功率为150-300W,分散时间为5-10min。

10. 根据权利要求9所述的AlN/Al颗粒增强镁铝稀土基复合材料的制备方法,其特征在于,所述复合熔体经超声波分散均匀后,扒去复合熔体表面的浮渣,且将复合熔体的温度保持在700 $^{\circ}$ C,静置5-20min后,水冷凝固。

## 一种AlN/Al颗粒增强镁铝稀土基复合材料及其制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于金属基复合材料技术领域,具体涉及一种AlN/Al颗粒增强镁铝稀土基复合材料及其制备方法。

### 背景技术

[0002] 镁合金作为最轻的金属结构材料,具有比强度高、切削性能好和电磁屏蔽性能优异等优点,在汽车、航空航天和电子产业等方面具有极其广阔的应用前景。但镁合金具有密排六方结构,铸态组织晶粒粗大,其强度和塑性较差,极大地限制了其广泛应用。根据Hall-Petch公式( $\sigma = \sigma_0 + kd^{-1/2}$ ),通过细化镁合金的晶粒尺寸,能够明显提高镁合金的力学性能。晶粒细化还可以显著降低铸件的热裂倾向和铸造缺陷,改善第二相的尺寸和分散。目前,镁合金中最有效的晶粒细化元素是Zr(锆)。但是由于Zr元素很容易与Al元素发生包晶反应生成Al<sub>3</sub>Zr,因此它不能用于含Al镁合金的晶粒细化。

[0003] 据报道,纳米或微米尺寸的陶瓷颗粒,如碳化硅(SiC)、碳化钛(TiC)、氮化铝(AlN)等,具有高强度、高弹性模量、高热稳定性等优点,能够作为 $\alpha$ -Mg基体的异质形核基体,有效细化镁合金的晶粒尺寸。其中,AlN颗粒具有跟Mg一样的密排六方结构,晶体学匹配性好;同时,AlN颗粒不易与镁基体发生界面反应,AlN/Mg的界面结合强度高,能够同时增加镁合金的强度、杨氏模量、耐磨性和高温蠕变性能等。但是AlN颗粒(尤其是纳米级)在熔炼温度低于720℃时与镁基体的润湿性较差;直接通过外加法加入AlN颗粒极易造成颗粒的团聚,AlN颗粒不易在熔体中均匀分散,从而影响其晶粒细化效应。通过内生法加入Mg<sub>3</sub>N<sub>2</sub>能够原位生成AlN颗粒,但AlN颗粒尺寸较粗大且难以控制。为了提高AlN颗粒跟镁熔体的润湿性,有效改善颗粒的分散特征并显著细化晶粒,有必要研究外加AlN颗粒增强镁基复合材料的制备技术及其晶粒细化方法,实现AlN增强镁基制备综合性能优异的复合材料。

### 发明内容

[0004] 本发明旨在至少在一定程度上解决相关技术中的技术问题之一。为此,本发明的主要目的在于提供一种AlN/Al颗粒增强镁铝稀土基复合材料及其制备方法,旨在解决现有AlN颗粒的润湿性差,不能实现均匀、稳定分散导致复合材料的晶粒尺寸粗大的问题。

[0005] 本发明的目的是通过以下技术方案实现的:

[0006] 第一方面,一种AlN/Al颗粒增强镁铝稀土基复合材料,所述复合材料中各组分的质量百分比含量为:99-99.9%的镁基体合金和0.1-1%的AlN/Al复合颗粒,所述镁基体合金包括Al:4.17%,Mn:0.36%,Si:0.02%,RE:3.99%,余量为Mg,其中RE=50Ce-26La-15Nd-3Pr。

[0007] 优选地,其中所述AlN/Al复合颗粒包括AlN颗粒和Al颗粒,所述AlN颗粒的粒径为40nm,所述Al颗粒的粒径为10 $\mu$ m,所述AlN颗粒与Al颗粒的质量比为3:1。

[0008] 第二方面,上述AlN/Al颗粒增强镁铝稀土基复合材料的制备方法,包括如下步骤:

[0009] 1) AlN/Al复合颗粒的制备:在纯氩气保护的手套箱里,将上述质量百分比的AlN颗

粒与Al颗粒在行星式球磨机进行混合球磨,球磨完成后,然后采用铝箔包覆球磨后的混合材料,制备得AlN/Al复合颗粒;

[0010] 2) 镁基复合材料的熔炼铸造:将步骤1)获得的AlN/Al复合颗粒加入镁铝稀土熔体中,采用机械搅拌对AlN/Al复合颗粒进行初步分散,得复合熔体;升温至液相线温度后,采用超声波对复合熔体进行进一步分散,静置保温和水冷凝固,得到AlN/Al颗粒增强镁铝稀土基复合材料。

[0011] 优选地,其中所述AlN颗粒与Al颗粒进行混合球磨时,球磨转速为80-120rpm,球磨时间为4-12h,球磨完成后静置24-48h。

[0012] 优选地,其中所述镁铝稀土熔体的制备过程为:

[0013] 在体积比为99:1的CO<sub>2</sub>和SF<sub>6</sub>混合气体的保护下,将镁基体合金放入坩埚中随熔炼炉升温,升温至680-780℃,直至完全熔化后,搅拌均匀,并刮除熔体表面浮渣,得镁铝稀土熔体。

[0014] 优选地,其中所述AlN/Al复合颗粒加入时,将镁铝稀土熔体降温至610-650℃,机械搅拌速度为300-1000rpm,搅拌时间为5-10min。

[0015] 优选地,其中所述机械搅拌为:在坩埚中上部和下部来回搅拌2-5min,待AlN/Al复合颗粒完全浸没至镁铝稀土熔体后,在坩埚的中部位置定点搅拌3-5min。

[0016] 优选地,其中所述AlN/Al复合颗粒加入后,用搅拌勺将铝箔包覆的AlN/Al复合颗粒摁压至坩埚底部30-100s,直至AlN/Al复合颗粒被释放进镁铝稀土熔体且完全被镁铝稀土熔体液包裹。

[0017] 优选地,其中在镁铝稀土熔体中加入所述AlN/Al复合颗粒且进行机械搅拌均匀后,得复合熔体,将复合熔体升温至680-720℃,采用超声波分散复合熔体,所述超声波的功率为150-300W,分散时间为5-10min。

[0018] 优选地,其中所述复合熔体经超声波分散均匀后,扒去复合熔体表面的浮渣,且将复合熔体的温度保持在700℃,静置5-20min后,水冷凝固。

[0019] 与现有技术相比,本发明至少具有以下优点:

[0020] 本发明所提供的AlN/Al颗粒增强镁铝稀土基复合材料的制备方法,首先,通过机械球磨将AlN颗粒和Al颗粒进行预分散,减少了AlN颗粒的暴露面,降低了表面水汽和氧含量,从而提高了AlN颗粒与镁熔体的润湿性,促进AlN颗粒的均匀分散;然后在稍高于镁基体合金的半固态温度时采用机械搅拌加入AlN/Al复合颗粒,避免了AlN/Al复合颗粒的烧损和氧化,减少了杂质的形成;最后在液相线温度时对AlN/Al复合颗粒和复合熔体进行超声波分散搅拌,通过调控搅拌后的静置时间,制备出晶粒尺寸小,界面结合良好,无明显界面反应的AlN/Al颗粒增强镁铝稀土基复合材料。

## 附图说明

[0021] 图1为实施例2中AlN/Al颗粒增强镁铝稀土基复合材料的制备方法的工艺流程图;

[0022] 图2为未添加AlN复合颗粒的镁铝稀土合金AE44铸态合金的金相显微组织图;

[0023] 图3为实施例1制备的复合材料的的金相显微组织图;

[0024] 图4为实施例2制备的复合材料的的金相显微组织图;

[0025] 图5为实施例3制备的复合材料的的金相显微组织图;

[0026] 图6为实施例4制备的复合材料的的金相显微组织图。

### 具体实施方式

[0027] 下面结合附图和实施例对本发明作进一步详述,以下实施例只是描述性的,不是限定性的,不能以此限定本发明的保护范围。

[0028] 当以范围、优选范围、或者优选的数值上限以及下限的形式表述某个量、浓度或其它值或参数的时候,应当理解相当于具体揭示了通过将任意一对范围上限或优选数值与任意范围下限或优选数值结合起来的任何范围,而不考虑该范围是否具体揭示。除非另外指出,本文所列出的数值范围值在包括范围的端点,和该范围之内所有整数和分数。

[0029] 除非另外说明,本文中所有的百分比、份数、比值等均是按重量计。

[0030] 本文的材料、方法和实施例均是示例性的,并且除非特别说明,不应理解为限制性的

[0031] 本发明实施例中采用的镁基体合金、AlN和Al为市购产品,其中镁基体合金采用商业镁铝稀土合金AE44,其作为基体;其中AlN颗粒为纳米颗粒,其作为增强体;其中商业镁铝稀土合金AE44的化学成分重量百分比分别为:4.17%Al,0.36%Mn,0.02%Si,3.99%RE(RE=50Ce-26La-15Nd-3Pr),剩余含量为Mg;所选AlN颗粒的粒径为40nm(纯净度>99.9%),球形;Al颗粒的粒径为10 $\mu$ m,且纯度为>99.90%。

[0032] 本发明实施例中采用的金相显微镜型号为OLYMPUS PMG3;

[0033] 实施例1

[0034] 本发明所提供的AlN/Al颗粒增强镁铝稀土基复合材料的制备方法,包括以下步骤:

[0035] 1) 镁基体及增强体的选择。采用商业镁铝稀土合金AE44作为镁基体,以纳米陶瓷AlN颗粒为增强体。其中镁铝稀土合金AE44的化学成分重量百分比分别为:4.17%Al,0.36%Mn,0.02%Si,3.99%RE(RE=50Ce-26La-15Nd-3Pr),剩余含量为Mg;所选AlN颗粒的粒径为40nm(纯净度>99.9%),球形;其中Al颗粒的粒径为10 $\mu$ m,且纯度为>99.90%;

[0036] 2) AlN/Al复合颗粒的制备:在纯氩气保护的手套箱里,将质量比为3:1的AlN颗粒与Al颗粒在行星式球磨机进行混合球磨,具体为该球磨机采用正反转交替进行30min,间隔时间10min,球磨转速为100rpm,球磨时间为12h,球磨完成后静置24h,静置完成后,采用铝箔包覆球磨静置后的混合材料,获得铝箔包覆的AlN/Al复合颗粒;

[0037] 3) 镁基复合材料的熔炼铸造:在体积比为99:1的CO<sub>2</sub>和SF<sub>6</sub>混合气体的保护下,将1.5kg的镁铝稀土合金AE44放置于坩埚中随熔炼炉升温,升温至720 $^{\circ}$ C,直至完全熔化后,搅拌均匀,并刮除熔体表面浮渣,得镁铝稀土熔体;然后将镁铝稀土熔体降温至610 $^{\circ}$ C后,将步骤2)获得的铝箔包覆的AlN/Al复合颗粒按照镁铝稀土合金AE44的0.5%质量百分比加入镁铝稀土熔体中,加入过程中用搅拌勺将铝箔包覆的AlN/Al复合颗粒摁压至坩埚底部100s,直至AlN/Al复合颗粒被释放进镁铝稀土熔体且完全被镁铝稀土熔体液包裹;接着采用叶片式搅拌桨将AlN/Al复合颗粒机械分散至镁铝稀土熔体中,搅拌速度为1000rpm,机械搅拌时,在坩埚中上部和下部来回机械搅拌2min,待AlN/Al复合颗粒完全浸没至镁铝稀土熔体后,再在坩埚中部位位置定点搅拌3min,使AlN/Al复合颗粒均匀分散在镁铝稀土熔体中,得复合熔体;待机械搅拌完成后,将复合熔体升温至680 $^{\circ}$ C,把预热好的超声波搅拌器置于复合

熔体中,超声波搅拌头浸入液面4-5cm处,功率为150W,分散时间为10min;待复合熔体经超声波分散均匀后,扒去复合熔体表面的浮渣,且将复合熔体的温度升至700℃,静置5min后,水冷凝固,得到AlN/Al颗粒增强镁铝稀土基复合材料。

[0038] 本实施例对制备所得的AlN/Al颗粒增强镁铝稀土基复合材料的组织进行表征,如图3所示,当加入0.5%的AlN/Al复合颗粒制备所得的复合材料,其晶粒大小约为297.6μm。

[0039] 实施例2

[0040] 本发明所提供的AlN/Al颗粒增强镁铝稀土基复合材料的制备方法,包括以下步骤:

[0041] 1) 镁基体及增强体的选择。采用商业镁铝稀土合金AE44作为镁基体,以纳米陶瓷AlN颗粒为增强体。其中镁铝稀土合金AE44的化学成分重量百分比分别为:4.17%Al, 0.36%Mn, 0.02%Si, 3.99%RE (RE=50Ce-26La-15Nd-3Pr), 剩余含量为Mg;所选AlN颗粒的粒径为40nm(纯净度>99.9%),球形;其中Al颗粒的粒径为10μm,且纯度为>99.90%;

[0042] 2) AlN/Al复合颗粒的制备:在纯氩气保护的手套箱里,将上述质量比为3:1的AlN颗粒与Al颗粒在行星式球磨机进行混合球磨;具体为该球磨机采用正反转交替进行30min,间隔时间10min,球磨转速为80rpm,球磨时间为12h,球磨完成后静置32h,静置完成后,采用铝箔包覆球磨静置后的混合材料,获得铝箔包覆的AlN/Al复合颗粒;

[0043] 3) 镁基复合材料的熔炼铸造:在体积比为99:1的CO<sub>2</sub>和SF<sub>6</sub>混合气体的保护下,将1.5kg的镁铝稀土合金AE44放置于坩埚中随熔炼炉升温,升温至720℃,直至完全熔化后,搅拌均匀,并刮除熔体表面浮渣,得镁铝稀土熔体;然后将镁铝稀土熔体降温至640℃后,将步骤2)获得的铝箔包覆的AlN/Al复合颗粒按照镁铝稀土合金AE44的1.0%质量百分比加入镁铝稀土熔体中,用搅拌勺将铝箔包覆的AlN/Al复合颗粒摁压至坩埚底部30s,直至AlN/Al复合颗粒被释放进镁铝稀土熔体且完全被镁铝稀土熔体液包裹;接着采用叶片式搅拌桨将AlN/Al复合颗粒机械分散至镁铝稀土熔体中,搅拌速度为500rpm,机械搅拌时,在坩埚中上部和下部来回机械搅拌5min,待AlN/Al复合颗粒完全浸没至镁铝稀土熔体后,再在坩埚中部位位置定点搅拌5min,使AlN/Al复合颗粒均匀分散在镁铝稀土熔体中,得复合熔体;待机械搅拌完成后,将复合熔体升温至680℃,把预热好的超声波搅拌器置于复合熔体中,超声波搅拌头浸入液面4-5cm处,功率为300W,分散时间为5min;待复合熔体经超声波分散均匀后,扒去复合熔体表面的浮渣,且将复合熔体的温度升至700℃,静置5min后,水冷凝固,得到AlN/Al颗粒增强镁铝稀土基复合材料。

[0044] 本实施例对制备所得的AlN/Al颗粒增强镁铝稀土基复合材料的组织进行表征,当向镁铝稀土合金AE44中添加1%的AlN/Al复合颗粒后,该镁基复合材料的微观组织致密,无明显缺陷和杂质,冶金质量优异。如图4所示,该材料的晶粒尺寸进一步细化到约为194.7μm。同时可以看出,随着AlN/Al复合颗粒的含量增加,该复合材料的晶粒细化效应变得更加显著。

[0045] 实施例3

[0046] 本发明所提供的AlN/Al颗粒增强镁铝稀土基复合材料的制备方法,包括以下步骤:

[0047] 1) 镁基体及增强体的选择。采用商业镁铝稀土合金AE44作为基体,以纳米陶瓷AlN颗粒为增强体。其中镁铝稀土合金AE44的化学成分重量百分比分别为:4.17%Al, 0.36%

Mn, 0.02%Si, 3.99%RE (RE=50Ce-26La-15Nd-3Pr), 剩余含量为Mg;所选AlN颗粒的粒径为40nm(纯净度>99.9%),球形;其中Al颗粒的粒径为10 $\mu$ m,且纯度为>99.90%;

[0048] 2) AlN/Al复合颗粒的制备:在纯氩气保护的手套箱里,将上述质量比为3:1的AlN颗粒与Al颗粒在行星式球磨机进行混合球磨,球磨完成后,然后采用铝箔包覆球磨后的混合材料;具体为该球磨机采用正反转交替进行30min,间隔时间10min,球磨转速为120rpm,球磨时间为4h,球磨完成后静置36h,静置完成后,采用铝箔包覆球磨静置后的混合材料,获得铝箔包覆的AlN/Al复合颗粒;

[0049] 3) 镁基复合材料的熔炼铸造:在体积比为99:1的CO<sub>2</sub>和SF<sub>6</sub>混合气体的保护下,将1.5kg的镁铝稀土合金AE44放置于坩埚中随熔炼炉升温,升温至720 $^{\circ}$ C,直至完全熔化后,搅拌均匀,并刮除熔体表面浮渣,得镁铝稀土熔体;然后将镁铝稀土熔体降温至650 $^{\circ}$ C后,将步骤2)获得的铝箔包覆的AlN/Al复合颗粒按照镁铝稀土合金AE44的0.5%质量百分比加入镁铝稀土熔体中,用搅拌勺将铝箔包覆的AlN/Al复合颗粒摁压至坩埚底部60s,直至AlN/Al复合颗粒被释放进镁铝稀土熔体且完全被镁铝稀土熔体液包裹;接着采用叶片式搅拌桨将AlN/Al复合颗粒机械分散至镁铝稀土熔体中,搅拌速度为1000rpm,机械搅拌时,在坩埚中上部和下部来回机械搅拌4min,待AlN/Al复合颗粒完全浸没至镁铝稀土熔体后,再在坩埚中部位位置定点搅拌4min,使AlN/Al复合颗粒均匀分散在镁铝稀土熔体中,得复合熔体;待机械搅拌完成后,将复合熔体升温至700 $^{\circ}$ C,把预热好的超声波搅拌器置于复合熔体中,超声波搅拌头浸入液面4-5cm处,功率为150W,分散时间为10min;待复合熔体经超声波分散均匀后,扒去复合熔体表面的浮渣,且将复合熔体的温度升至700 $^{\circ}$ C,静置15min后,水冷凝固,得到AlN/Al颗粒增强镁铝稀土基复合材料。

[0050] 本实施例对制备所得的AlN/Al颗粒增强镁铝稀土基复合材料的组织进行表征,如图5所示,在镁铝稀土合金AE44中添加1%的AlN/Al复合颗粒并静置15min后,相比未添加颗粒的镁铝稀土合金AE44,该复合材料的晶粒尺寸仍然得到了明显细,约为376.0 $\mu$ m;同时能够发现,相比实例1,随着静置时间的延长,AlN/Al颗粒的晶粒细化效应逐步降低。

[0051] 实施例4

[0052] 本发明所提供的AlN/Al颗粒增强镁铝稀土基复合材料的制备方法,包括以下步骤:

[0053] 1) 镁基体及增强体的选择.采用商业镁铝稀土合金AE44作为基体,以纳米陶瓷AlN颗粒为增强体.其中镁铝稀土合金AE44的化学成分重量百分比分别为:4.17%Al,0.36%Mn,0.02%Si,3.99%RE (RE=50Ce-26La-15Nd-3Pr), 剩余含量为Mg;所选AlN颗粒的粒径为40nm(纯净度>99.9%),球形;其中Al颗粒的粒径为10 $\mu$ m,且纯度为>99.90%;

[0054] 2) AlN/Al复合颗粒的制备:在纯氩气保护的手套箱里,将上述质量比为3:1的AlN颗粒与Al颗粒在行星式球磨机进行混合球磨,球磨完成后,然后采用铝箔包覆球磨后的混合材料;具体为该球磨机采用正反转交替进行30min,间隔时间10min,球磨转速为100rpm,球磨时间为8h,球磨完成后静置48h,静置完成后,采用铝箔包覆球磨静置后的混合材料,获得铝箔包覆的AlN/Al复合颗粒;

[0055] 3) 镁基复合材料的熔炼铸造:在体积比为99:1的CO<sub>2</sub>和SF<sub>6</sub>混合气体的保护下,将1.5kg的镁铝稀土合金AE44放置于坩埚中随熔炼炉升温,升温至720 $^{\circ}$ C,直至完全熔化后,搅拌均匀,并刮除熔体表面浮渣,得镁铝稀土熔体;然后将镁铝稀土熔体降温至640 $^{\circ}$ C后,将步

骤2)获得的铝箔包覆的AlN/Al复合颗粒按照镁铝稀土合金AE44的1.0%质量百分比加入镁铝稀土熔体中,用搅拌勺将铝箔包覆的AlN/Al复合颗粒摁压至坩埚底部40s,直至AlN/Al复合颗粒被释放进镁铝稀土熔体且完全被镁铝稀土熔体液包裹;接着采用叶片式搅拌桨将AlN/Al复合颗粒机械分散至镁铝稀土熔体中,搅拌速度为800rpm,机械搅拌时,在坩埚中上部和下部来回机械搅拌2min,待AlN/Al复合颗粒完全浸没至镁铝稀土熔体后,再在坩埚中部位位置定点搅拌3min,使AlN/Al复合颗粒均匀分散在镁铝稀土熔体中,得复合熔体;待机械搅拌完成后,将复合熔体升温至680℃,把预热好的超声波搅拌器置于复合熔体中,超声波搅拌头浸入液面4-5cm处,功率为200W,分散时间为5min;待复合熔体经超声波分散均匀后,扒去复合熔体表面的浮渣,且将复合熔体的温度升至700℃,静置20min后,水凝固,得到AlN/Al颗粒增强镁铝稀土基复合材料。

[0056] 本实施例对制备所得的AlN/Al颗粒增强镁铝稀土基复合材料的组织进行表征,由图6可以发现,相比未添加AlN/Al复合颗粒的镁铝稀土合金AE44,该复合材料的微观显微组织也得到了明显细化,平均晶粒尺寸约为375.1 $\mu\text{m}$ ;同时相比实例2,随着静置时间从5min增加到20min,该复合材料的平均晶粒尺寸有长大的趋势。

[0057] 对比例1

[0058] 采用商业镁铝稀土合金AE44作为基体。在体积比为99:1的CO<sub>2</sub>和SF<sub>6</sub>混合气体的保护下,将1.5kg的镁铝稀土合金AE44放置于坩埚中随熔炼炉升温,升温至720℃,直至完全熔化后,搅拌均匀,并刮除熔体表面浮渣,得镁铝稀土熔体;然后将镁铝稀土熔体浇铸至金属模具中凝固冷却,得镁铝稀土合金,对该镁铝稀土合金的组织进行表征,具体如图2所示,从图中可以看出该镁铝稀土合金的晶粒呈粗大的树枝晶状;根据Linear intercept方法测得该合金的晶粒大小约为1550 $\mu\text{m}$ 。

[0059] 对比例2

[0060] 本对比例涉及一种AlN/Al颗粒增强镁铝稀土基复合材料,该镁铝稀土基复合材料的组分与实施例3相同,该镁铝稀土基复合材料的制备方法与实施例3基本相同,不同之处在于步骤3),具体为:在体积比为99:1的CO<sub>2</sub>和SF<sub>6</sub>混合气体的保护下,将1.5kg的镁铝稀土合金AE44放置于坩埚中随熔炼炉升温,升温至720℃,直至完全熔化后,搅拌均匀,并刮除熔体表面浮渣,得镁铝稀土熔体;然后将镁铝稀土熔体降温至650℃后,将步骤2)获得的铝箔包覆的AlN/Al复合颗粒按照镁铝稀土合金AE44的0.5%质量百分比加入镁铝稀土熔体中,用搅拌勺将铝箔包覆的AlN/Al复合颗粒摁压至坩埚底部60s,直至AlN/Al复合颗粒被释放进镁铝稀土熔体且完全被镁铝稀土熔体液包裹;接着采用叶片式搅拌桨将AlN/Al复合颗粒机械分散至镁铝稀土熔体中,搅拌速度为1000rpm,机械搅拌时,在坩埚中上部和下部来回机械搅拌4min,待AlN/Al复合颗粒完全浸没至镁铝稀土熔体后,再在坩埚中部位位置定点搅拌4min,使AlN/Al复合颗粒均匀分散在镁铝稀土熔体中,得复合熔体;待机械搅拌完成后,将复合熔体升温至700℃,把预热好的超声波搅拌器置于复合熔体中,超声波搅拌头浸入液面4-5cm处,功率为150W,分散时间为10min;待复合熔体经超声波分散均匀后,扒去复合熔体表面的浮渣,且将复合熔体的温度升至700℃,静置30min后,水凝固,得到AlN/Al颗粒增强镁铝稀土基复合材料。

[0061] 本实施例对制备所得的AlN/Al颗粒增强镁铝稀土基复合材料的组织进行表征,发现在镁铝稀土合金AE44中添加0.5%的AlN/Al复合颗粒并静置30min后,相比未添加颗粒的



镁铝稀土合金AE44,该复合材料的晶粒尺寸不能得到明显细化,平均晶粒尺寸约为863 $\mu\text{m}$ ;这是因为当延长静置时间后,由于AlN陶瓷颗粒跟镁基体的密度差,复合材料中的AlN陶瓷颗粒会逐渐沉降至坩埚底部,从而降低其晶粒细化效应。

[0062] 对比例3

[0063] 本对比例涉及一种AlN/Al颗粒增强镁铝稀土基复合材料,该镁铝稀土基复合材料的组分与实施例3基本相同,该镁铝稀土基复合材料的制备方法与实施例3相同,不同之处在于步骤3),具体为:在体积比为99:1的CO<sub>2</sub>和SF<sub>6</sub>混合气体的保护下,将1.5kg的镁铝稀土合金AE44放置于坩埚中随熔炼炉升温,升温至720 $^{\circ}\text{C}$ ,直至完全熔化后,搅拌均匀,并刮除熔体表面浮渣,得镁铝稀土熔体;然后将镁铝稀土熔体降温至650 $^{\circ}\text{C}$ 后,将步骤2)获得的铝箔包覆的AlN/Al复合颗粒按照镁铝稀土合金AE44的3%质量百分比加入镁铝稀土熔体中,用搅拌勺将铝箔包覆的AlN/Al复合颗粒摁压至坩埚底部60s,直至AlN/Al复合颗粒被释放进镁铝稀土熔体且完全被镁铝稀土熔体液包裹;接着采用叶片式搅拌桨将AlN/Al复合颗粒机械分散至镁铝稀土熔体中,搅拌速度为1000rpm,机械搅拌时,在坩埚中上部和下部来回机械搅拌4min,待AlN/Al复合颗粒完全浸没至镁铝稀土熔体后,再在坩埚中部位位置定点搅拌4min,使AlN/Al复合颗粒均匀分散在镁铝稀土熔体中,得复合熔体;待机械搅拌完成后,将复合熔体升温至700 $^{\circ}\text{C}$ ,把预热好的超声波搅拌器置于复合熔体中,超声波搅拌头浸入液面4-5cm处,功率为150W,分散时间为10min;待复合熔体经超声波分散均匀后,扒去复合熔体表面的浮渣,且将复合熔体的温度升至700 $^{\circ}\text{C}$ ,静置10min后,水冷凝固,得到AlN/Al颗粒增强镁铝稀土基复合材料。

[0064] 本实施例对制备所得的AlN/Al颗粒增强镁铝稀土基复合材料的组织进行表征,发现在镁铝稀土合金AE44中添加3%的AlN/Al复合颗粒,相比未添加颗粒的镁铝稀土合金AE44,该复合材料的晶粒尺寸不能得到明显细化,平均晶粒尺寸约为1021 $\mu\text{m}$ 。这是因为当显著增加颗粒的含量后,由于纳米颗粒较大的比表面积,在熔炼过程中很容易造成局部团聚,从而降低其晶粒细化效应。

[0065] 综合所述,本发明通过机械球磨、机械搅拌和超声波搅拌相结合的方法,成功制备了AlN颗粒增强镁铝稀土基复合材料,克服了AlN复合颗粒难以与镁基体合金润湿的难题,显著细化了镁铝稀土合金AE44的晶粒尺寸;本发明所提供的AlN颗粒增强镁铝稀土基复合材料的制备方法,能够避免AlN颗粒的燃烧或氧化,所得复合材料组织致密,晶粒尺寸小,无明显界面反应,冶金质量优异,不含有明显缺陷或杂质。

[0066] 以上,仅为本发明较佳的具体实施方式,但发明的保护范围并不局限于此,任何熟悉本技术领域的技术人员在本发明揭露的技术范围内,可轻易想到的变化或替换,都应涵盖在本发明的保护范围之内。因此,本发明的保护范围应该以权利要求书的保护范围为准。

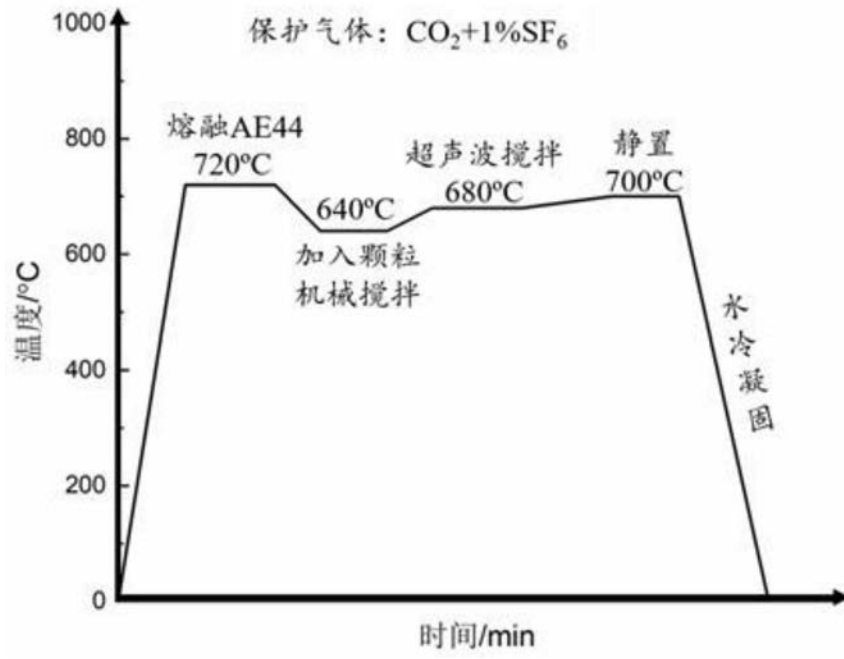


图1

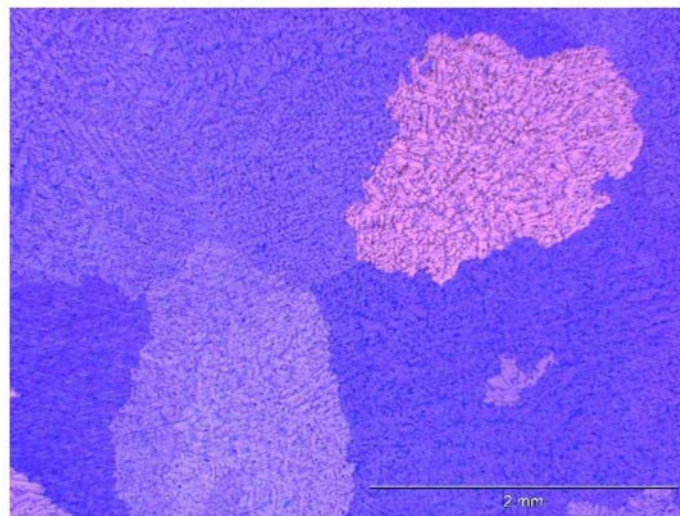


图2

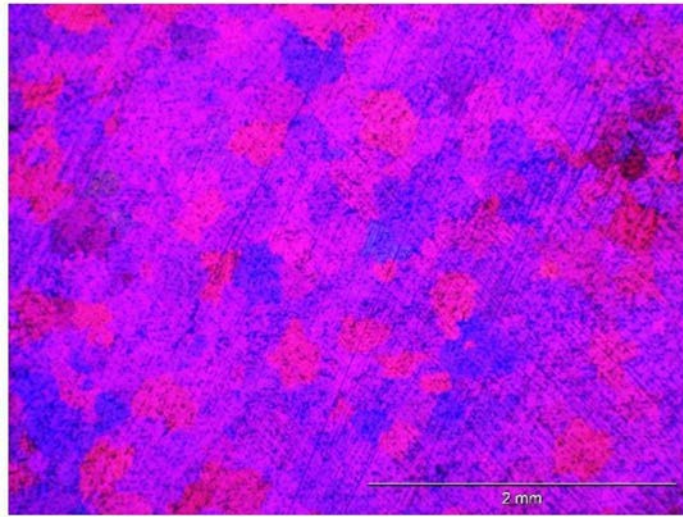


图3

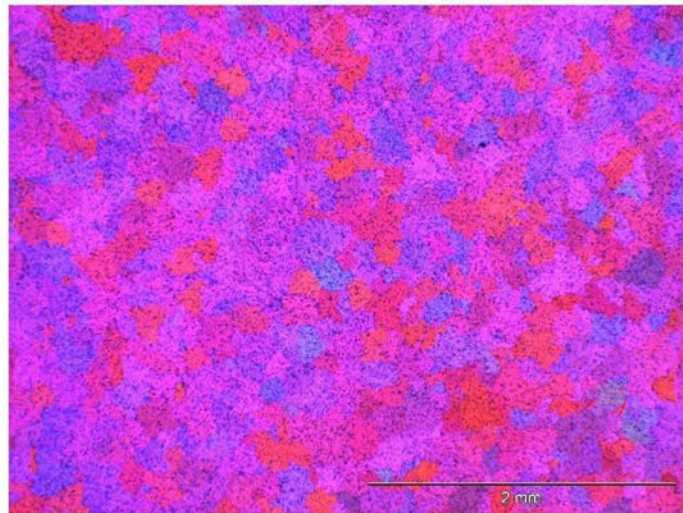


图4

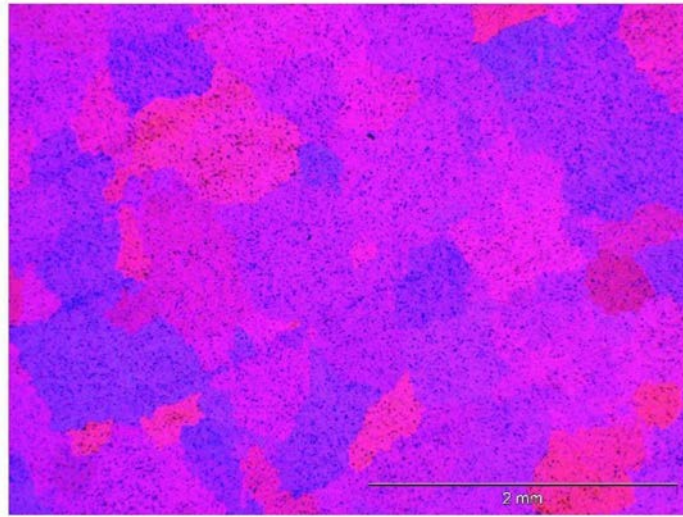


图5



图6