



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 114293048 B

(45) 授权公告日 2022.08.02

(21) 申请号 202111629092.6

(22) 申请日 2021.12.28

(65) 同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 114293048 A

(43) 申请公布日 2022.04.08

(73) 专利权人 哈尔滨工业大学
地址 150001 黑龙江省哈尔滨市南岗区西
大直街92号
专利权人 辽宁中科博研科技有限公司

(72) 发明人 黄陆军 张财伟 安琦 陈润
王存玉 胡昌宇 王帅 耿林
张宏伟

(74) 专利代理机构 北京格允知识产权代理有限
公司 11609
专利代理师 谭辉

(51) Int.Cl.

G22C 1/04 (2006.01)
G22C 21/02 (2006.01)
B22F 3/14 (2006.01)
G22C 28/00 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 106906388 A, 2017.06.30
CN 112809002 A, 2021.05.18
CN 109487130 A, 2019.03.19
CN 111906314 A, 2020.11.10

审查员 张晓宇

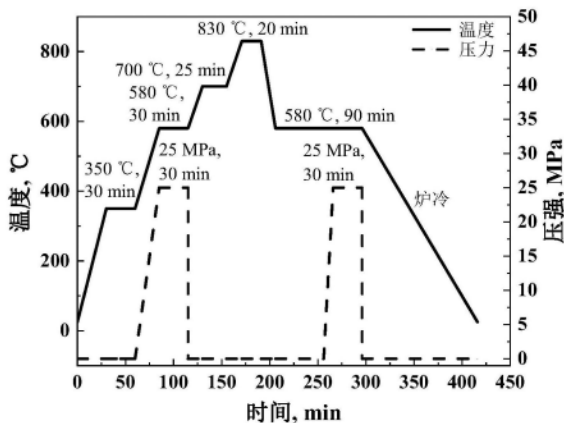
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54) 发明名称

一种高致密度、成分可控的高硅铝合金材料及制备方法

(57) 摘要

本发明属于合金加工技术领域,公开了一种高致密度、成分可控的高硅铝合金材料及制备方法。其中,制备方法包括如下步骤:将AlMgSi₁₀合金粉与硅粉混合后经多段热压烧结制备得到AlMgSi_x合金,其中X大于10。本发明的高硅铝合金材料具有较高的强度、弹性模量和致密度。



1. 一种高致密度、成分可控的高硅铝合金材料的制备方法,其特征在于:包括如下步骤:将 AlMgSi_{10} 合金粉与硅粉混合后经多段热压烧结制备得到 AlMgSi_x 合金,其中 x 大于10;

将 AlMgSi_{10} 合金粉与硅粉按比例混合得到混合粉料;

将所述的混合粉料进行多段热压烧结,所述的多段热压烧结的参数为:第一阶段:在 350°C 和 0MPa 的条件下烧结 30min ;第二阶段:在 580°C 和 25MPa 的条件下烧结 30min ;第三阶段:在高于液相线温度 10°C 和 0MPa 的条件下烧结不超过 30min ;第四阶段:在 580°C 和 25MPa 的条件下烧结 30min 。

2. 一种高致密度、成分可控的高硅铝合金材料,其特征在于,所述的高致密度、成分可控的高硅铝合金材料由权利要求1所述的制备方法制备而得。

3. 根据权利要求2所述的高致密度、成分可控的高硅铝合金材料,其特征在于,所述的合金中的硅的含量为 $20\text{wt}\%$ - $60\text{wt}\%$ 。

4. 根据权利要求2所述的高致密度、成分可控的高硅铝合金材料,其特征在于,所述的高致密度、成分可控的高硅铝合金材料的弹性模量大于或等于 80Gpa 。

5. 根据权利要求2所述的高致密度、成分可控的高硅铝合金材料,其特征在于,所述的高致密度、成分可控的高硅铝合金材料的抗压强度大于或等于 200MPa 。

6. 根据权利要求2所述的高致密度、成分可控的高硅铝合金材料,其特征在于,所述的高致密度、成分可控的高硅铝合金材料的致密度大于或等于 95% 。

一种高致密度、成分可控的高硅铝合金材料及制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及合金加工技术领域,尤其涉及一种高致密度、成分可控的高硅铝合金材料及制备方法。

背景技术

[0002] 高硅铝合金材料具有热膨胀系数低、导热性好、硬度高、比强度高、耐磨性好、比重小等诸多突出优点,在汽车、电子、航空、航天等领域具有广泛应用,尤其是在电子封装材料和汽车发动机活塞材料等领域,具有广泛的应用潜力。目前常用的几种制备高硅铝合金材料的工艺存在以下问题:(1)采用熔炼铸造的方法制备高硅铝合金材料会使组织中产生粗大的板片状初晶硅和针状的共晶硅,严重割裂了基体,尖端处还会产生应力集中,降低了强度、塑性和耐磨性,恶化了切削加工性能;(2)喷射沉积法制备的材料组织中硅相得到细化,但合金中出现大量孔洞,致密度低;(3)压力浸渗法虽然可以提高材料的致密度,但Si预制体制备困难,在大压力下易出现裂纹。因此传统方法制备的高硅铝合金材料存在很多缺陷,无法满足大多数领域的使用需求。

[0003] 热压烧结法是把混合均匀后的合金粉末装在模腔内,在加压的同时使粉末加热到烧结温度,从而制备成致密而均匀制品的工艺。与传统的熔炼铸造、喷射沉积、压力浸渗以及RS/PM技术相比,具有以下优势:(1)压制和烧结一并完成,可大大降低压制压力和烧结时间;(2)减少材料中的孔隙,增加材料的致密度;(3)烧结温度低,保温时间短,并且在三向压应力的加持下,可以有效细化初晶硅,改善初晶硅的形貌;(4)热压压力仅为冷压成形的1/10,可以压制大型制件;(5)合金成分易于设计与调控,通过控制Si含量实现成分调控,且初晶硅强化相分布均匀。但传统单一固相热压烧结过程中高含量Si相阻碍AlMgSi₁₀基体材料的扩散,造成难以形成冶金结合;单一液相烧结过程中低熔点液相在加压过程中易挤出,导致成分难以准确控制。

发明内容

[0004] 本发明要解决的技术问题在于,针对现有技术中的缺陷,提供一种高致密度、成分可控的高硅铝合金材料及制备方法,本发明的高致密度、成分可控的高硅铝合金材料具有较高的强度、弹性模量和致密度。

[0005] 本发明的目的是通过如下技术方案实现的:

[0006] 一种高致密度、成分可控的高硅铝合金材料的制备方法,包括如下步骤:包括如下步骤:将AlMgSi₁₀合金粉与硅粉混合后经多段热压烧结制备得到AlMgSi_x合金,其中X大于10。

[0007] 进一步的,包括如下步骤:

[0008] 将AlMgSi₁₀合金粉与硅粉按比例混合得到混合粉料;

[0009] 将所述的混合粉料进行多段热压烧结:所述的多段热压烧结的参数为:第一阶段:在350℃和0MPa的条件下烧结30min;第二阶段:在580℃和25MPa的条件下烧结30min;第三

阶段：在高于液相线温度10℃和0MPa的条件下烧结不超过30min；第四阶段：在580℃和25MPa的条件下烧结30min。

[0010] 一种高致密度、成分可控的高硅铝合金材料，所述的高致密度、成分可控的高硅铝合金材料由上述的制备方法制备而得。

[0011] 进一步的，所述的合金中的硅的含量为20wt%-60wt%。

[0012] 进一步的，所述的高致密度、成分可控的高硅铝合金材料的弹性模量大于或等于80Gpa。

[0013] 进一步的，所述的高致密度、成分可控的高硅铝合金材料的抗压强度大于或等于200MPa。

[0014] 进一步的，所述的高致密度、成分可控的高硅铝合金材料的致密度大于或等于95%。

[0015] 相对于现有技术本发明具有以下有益技术效果：

[0016] 本申请采用AlMgSi10合金粉末替代纯铝粉，增加松装密度，有利于提高最终致密度，并加入硅粉以提高和控制硅含量，形成MgSi细小弥散第二相可以进一步提高强度与弹性模量。混合均匀后采用“固相加液相再加固相”多段烧结，提高合金的致密度并细化初晶硅和共晶硅。

[0017] 以AlMgSi10合金粉末为基体，配入硅粉，将混合均匀的粉末装入模具，放入热压烧结炉中，然后经过除挥发性杂质相、固相烧结、液相烧结以及固相致密化等过程，从而制备出Si晶粒细小且均匀分布、材料致密度高的高硅铝合金材料。

附图说明

[0018] 图1是本发明一实施例中AlMgSi30合金热压烧结工艺图(实施例2)；

[0019] 图2是本发明一实施例中通过多段热压烧结法制备的AlMgSi20合金扫描电镜组织(实施例1)。

具体实施方式

[0020] 为使本发明实施例的目的、技术方案和优点更加清楚，下面将结合本发明实施例中的附图，对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述，显然，所描述的实施例是本发明的一部分实施例，而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例，本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动的前提下所获得的所有其他实施例，都属于本发明保护的范围。

[0021] 申请人经大量研究发现：(1)传统熔铸法制备高硅铝合金组织中初晶硅和共晶硅粗大，严重割裂基体，造成材料的强度、硬度和塑性低；(2)采用传统喷射沉积方法或者以纯铝为原料进行粉末冶金制备的材料中多孔隙、致密度低，从而增大材料的热膨胀系数和降低材料的热导率；(3)传统压力浸渗法存在Si预制体制备困难与易出现开裂等问题。

[0022] 本申请创新的“固相加液相再加固相”多段热压烧结方法通过在固相烧结阶段加压致密化，液相阶段过程不加压使AlMgSi10基体与Si之间达到冶金结合，最后降温到固相线温度以下再次加压，增加材料的致密度。因此通过多段热压烧结方法可以有效制备出Si晶粒细小且均匀分布、材料致密度高的高硅铝合金材料。

[0023] 一种高致密度、成分可控的高硅铝合金材料的制备方法，包括如下步骤：包括如下

步骤:将AlMgSi₁₀合金粉与硅粉混合后经多段热压烧结制备得到AlMgSi_x合金,其中X大于10。

[0024] 在本发明的一些实施例中,一种高致密度、成分可控的高硅铝合金材料的制备方法包括如下步骤:

[0025] 将AlMgSi₁₀合金粉与硅粉按比例混合得到混合粉料;

[0026] 将所述的混合粉料进行多段热压烧结:所述的多段热压烧结的参数为:第一阶段:350℃和0MPa条件下烧结30min;第二阶段:580℃和25MPa条件下烧结30min;第三阶段:高于液相线温度10℃和0MPa条件下烧结不超过30min;第四阶段:580℃和25MPa条件下烧结30min。

[0027] 第一阶段在350℃保温30min,使混料过程中加入的过程控制剂充分挥发;第二阶段为固相烧结阶段,在580℃,施加25MPa的压力,保温保压30min,形成少量铝硅固溶体,增加材料致密度;第三阶段为液相烧结阶段,烧结温度很高,因此保温时间少于30min,为了减缓升温速度,降低起泡现象的发生,采取分段升温,在700℃保温25min中,在升温到830℃;第四阶段是在温度降到580℃后,无压保温60min使材料冷却,然后加压到25MPa,保压30min,无压保温60min为了使液态合金冷却,防止加压过程中液态合金挤出,改变合金成分,污染模具。

[0028] 本发明采用AlMgSi₁₀合金粉末替代纯铝粉可增加松装密度有利于提高最终致密度(纯铝球磨过程中不易破碎,易形成片状,而AlMgSi₁₀硬度大塑性低易破碎,所以松装密度大),以及析出细小MgSi弥散强化相,提高强度与模量。基体AlMgSi₁₀合金粉末与Si粉按照一定比例配比球磨混合均匀后,放入石墨模具中,采用真空热压烧结炉进行“固相加液相再加固相”多段烧结,随炉冷却后得到高硅铝合金材料。

[0029] 采用行星球磨混粉结合固相加液相多段热压烧结的粉末冶金新工艺,通过AlMgSi₁₀粉末代替纯Al粉从而增加松装密度,成功制备出组织均匀、致密度高的不同硅含量的高硅铝合金材料。与传统铸造法制备的高硅铝合金材料相比,具有以下优势:(1)在热压烧结过程中,在压应力的加持下,有效抑制了初晶硅晶粒的长大;(2)在二次加压致密化的过程中,压应力进一步起到细化初晶硅的作用;(3)多段热压烧结工艺有效提高了合金的致密度;;(4)硅含量易于精确调控;(4)通过形成MgSi细小弥散强化相进一步提高强度与弹性模量。

[0030] 实验结果发现,随着外加Si含量的增加,Al之间的扩散逐渐困难,热压烧结温度逐渐升高,初晶硅也有长大的趋势,但整体长大不明显。

[0031] 本发明采用“固相加液相再加固相”多段热压烧结工艺,固相烧结和液相烧结相结合,使铝硅合金充分溶解,大大提高硅在合金中的硅溶解量,并使合金中铝和硅达到冶金结合,提高铝和硅之间的结合强度;在第一阶段的固相加压烧结的过程中,形成部分铝硅固溶体;在液相烧结过程中,不施加压力,低熔点液相AlMgSi₁₀相不被挤出;降温到580℃后再次进行加压致密化处理,使合金致密度大大提升。

[0032] 一种高致密度、成分可控的高硅铝合金材料,所述的高致密度、成分可控的高硅铝合金材料由上述的制备方法制备而得。

[0033] 在本发明的一些实施例中,所述的合金中的硅的含量为20wt%-60wt%。

[0034] 在本发明的一些实施例中,所述的高致密度、成分可控的高硅铝合金材料的弹性

模量大于或等于80Gpa。

[0035] 在本发明的一些实施例中,所述的高致密度、成分可控的高硅铝合金材料的抗压强度大于或等于200MPa。

[0036] 在本发明的一些实施例中,所述的高致密度、成分可控的高硅铝合金材料的致密度大于或等于95%。

[0037] 下面结合具体实施的案例进行进一步阐述:

[0038] 实施例1

[0039] 采用AlMgSi10合金粉末为基体,外加Si粉,通过行星球磨使混合粉末混合均匀,设计合金中Si的质量分数为20wt.%,采用多段热压烧结工艺;所述的多段热压烧结的参数为:第一阶段:350℃和0MPa条件下烧结30min;第二阶段:580℃和25MPa条件下烧结30min;第三阶段:高于液相线温度10℃和0MPa条件下烧结不超过30min;第四阶段:580℃和25MPa条件下烧结30min。得到AlMgSi20合金,合金的致密度高达99.86%,抗压强度为270.9MPa,弹性模量为88.33GPa,热膨胀系数为 $17.2 \times 10^{-6} \text{K}^{-1}$,热导率为186.4W/(m×K)。

[0040] 图2为实施例1对应的扫描图。从图中可以观察到,初晶硅晶粒细小,尺寸在50μm以下,均匀分布于基体中,并且在组织中没有观察到明显的孔隙,体现出合金的致密度极高。

[0041] 实施例2

[0042] 结合附图1,采用AlMgSi10合金粉末为基体,外加Si粉,通过行星球磨使混合粉末混合均匀,设计合金中Si的质量分数为30wt.%,采用多段热压烧结工艺(工艺参数如图1所示);得到AlMgSi30合金,合金的致密度为98.06%,抗压强度为227.8MPa,弹性模量为95.83GPa,热膨胀系数为 $14.9 \times 10^{-6} \text{K}^{-1}$,热导率为152.3W/(m×K)。

[0043] 实施例3

[0044] 采用AlMgSi10合金粉末为基体,外加Si粉,通过行星球磨使混合粉末混合均匀,设计合金中Si的质量分数为40wt.%,采用多段热压烧结工艺;所述的多段热压烧结的参数为:第一阶段:350℃和0MPa条件下烧结30min;第二阶段:580℃和25MPa条件下烧结30min;第三阶段:高于液相线温度10℃和0MPa条件下烧结不超过30min;第四阶段:580℃和25MPa条件下烧结30min。得到AlMgSi40合金,合金的致密度为97.38%,抗压强度为205.8MPa,弹性模量为103.76GPa,热膨胀系数为 $12.2 \times 10^{-6} \text{K}^{-1}$,热导率为127.6W/(m×K)。

[0045] 最后应说明的是:以上实施例仅用以说明本发明的技术方案,而非对其限制;尽管参照前述实施例对本发明进行了详细的说明,本领域的普通技术人员应当理解:其依然可以对前述各实施例所记载的技术方案进行修改,或者对其中部分技术特征进行等同替换;而这些修改或者替换,并不使相应技术方案的本质脱离本发明各实施例技术方案的精神和范围。

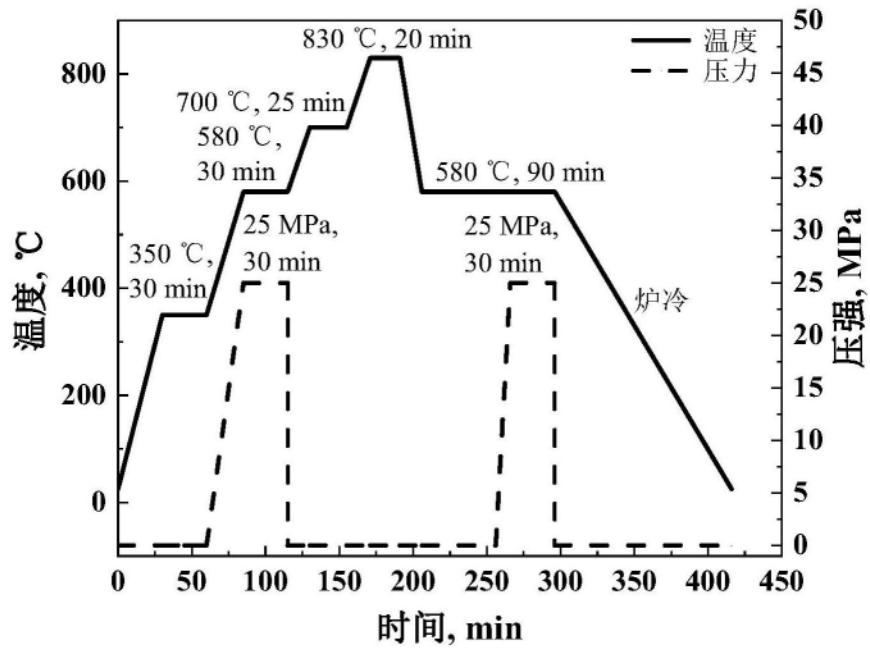


图1

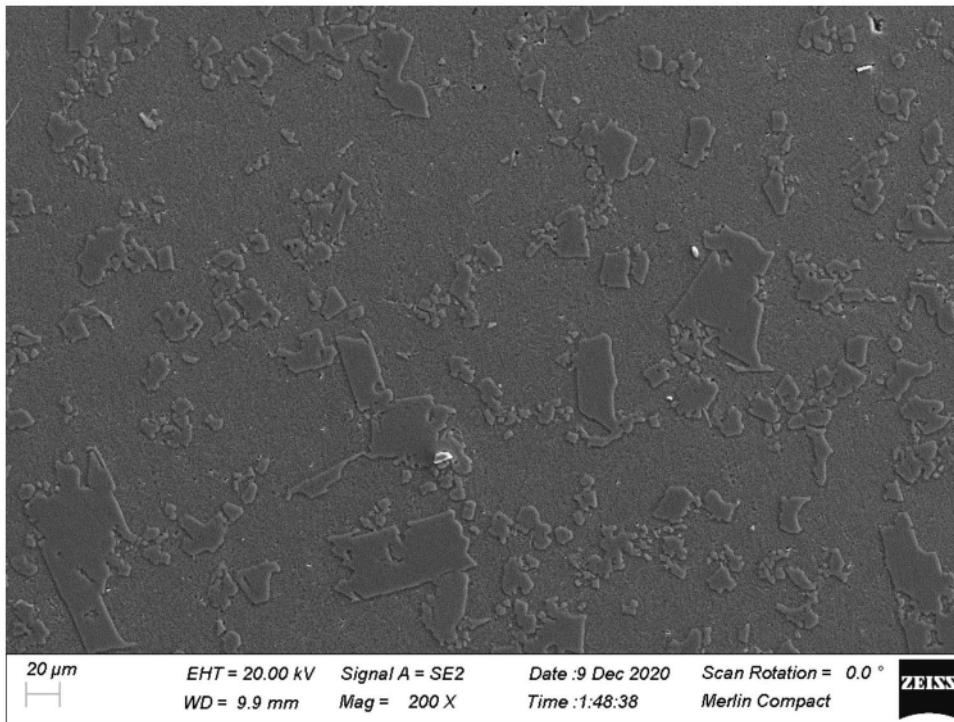


图2