



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 110579501 A

(43)申请公布日 2019.12.17

(21)申请号 201910925192.X

(22)申请日 2019.09.27

(71)申请人 苏州大学

地址 215000 江苏省苏州市相城区济学路8号

(72)发明人 王东涛 长海博文 张孝足

张海涛 李新中 秦简 董其鹏

(74)专利代理机构 苏州集律知识产权代理事务所(普通合伙) 32269

代理人 安纪平

(51)Int.Cl.

G01N 23/2202(2018.01)

G01N 23/2251(2018.01)

G01N 1/32(2006.01)

G25F 3/04(2006.01)

权利要求书2页 说明书5页 附图2页

(54)发明名称

铝合金相的立体形态提取方法

(57)摘要

本发明揭示了一种铝合金相的立体形态提取方法,首先根据需要切取一定量的铝合金试样,打磨表面并超声清洗处理,接下来配制一定浓度的中性水溶液,铝合金试样作为阳极材料用导线与直流电源正极连接后放入中性水溶液中进行电解,将铝基体溶解而铝合金中的合金相保留在中性水溶液中沉降在烧杯底部,通过过滤、清洗、离心分离、干燥处理得到合金相样品,即可进行合金相的完整三维形貌观察。本发明可完整有效的提取铝合金中各种合金相,包括强酸强碱水溶液无法完整提取的化学计量比可变的铝合金相,从而可以全面高效的对其进行三维形貌观察及微观研究。



1. 一种铝合金相的立体形态提取方法,其特征在于,所述铝合金相包括铝合金凝固过程从液相中析出的化学计量比可变的多元金属间化合物和化学计量比固定的单相和/或多元合金相,所述提取方法包括如下步骤:

S1:切取一定量的铝合金试样,将表面打磨并超声清洗处理;

S2:配制一定浓度的中性电解质水溶液并加热;

S3:将试样作为阳极材料,用导线与直流电源正极连接后放入所述中性电解质水溶液中进行电解,铝合金试样浸入电解液中,连接部位及导线线置于空气中;

S4:电解完成后,先用筛网过滤掉电解后溶液中的残渣,再用过滤装置过滤得到残留在滤纸上的铝合金相;

S5:采用离心机将过滤得到的铝合金相和 $Al(OH)_3$ 混合物进行离心分离,去除上层浑浊液,得到底部铝合金相;

S6:将分离出的铝合金相进行超声清洗相表面附着的杂质;

S7:将清洗得到的铝合金相放入真空干燥箱中干燥处理后得到能在扫描电镜下进行三维形貌观察的铝合金相。

2. 根据权利要求1所述铝合金相的立体形态提取方法,其特征在于:所述铝合金相包括铝合金凝固过程从液相中析出化学计量比可变的多元金属间化合物,所述多元金属间化合物的组成元素包括Al元素和选自其他元素Fe, Si, Cu, Ni, Ti, Mn, Ca, V, Cr, Co, Zr, Sr, Y中的一种或多种。

3. 根据权利要求1所述铝合金相的立体形态提取方法,其特征在于:所述合金相包括铝合金凝固过程从液相中析出的化学计量比固定的金属间化合物和非金属相,包括 Mg_2Si 和Si相。

4. 根据权利要求1所述铝合金相的立体形态提取方法,其特征在于:所述合金相包括一元相、二元相、三元相、四元相和五元相。

5. 根据权利要求1所述铝合金相的立体形态提取方法,其特征在于:所述试样为片状,其厚度 $\leq 15mm$ 。

6. 根据权利要求1所述铝合金相的立体形态提取方法,其特征在于:所述S2中的中性电解质水溶液选自NaCl、KCl、 $CaCl_2$ 溶液中的一种,其浓度为0.001~15%,温度为40~100℃。

7. 根据权利要求4所述铝合金相的立体形态提取方法,其特征在于:所述S2中使用电化学电解手段溶解铝合金基体,铝合金相的萃取液为中性电解质水溶液,其中一元相的萃取液溶质浓度为10~15%;二元相和三元相的萃取液溶质浓度为5~10%,四元相和五元相的萃取液溶质浓度为0.001~5%。

8. 根据权利要求1所述铝合金相的立体形态提取方法,其特征在于:所述S3中的直流电源的设定电压值为8~40V,电流值为1~15A,电解时的阴极材料连接电源负极后浸入中性电解质水溶液中,所述阴极材料为惰性金属,铝合金试样与电源正极联接导线为Cu、Zn或Fe线材。

9. 根据权利要求1所述铝合金相的立体形态提取方法,其特征在于:所述S5中离心参数为3000~20000r/min,离心时间为7~15min,重复离心次数不小于3次。

10. 根据权利要求1所述铝合金相的立体形态提取方法,其特征在于:所述S6中的超声频率为20000~60000Hz,时间为5~15min,重复超声清洗次数不小于3次。

11. 根据权利要求1所述铝合金相的立体形态提取方法,其特征在于:所述S7中的干燥温度50~80°C,干燥时间为40~200min。

铝合金相的立体形态提取方法

技术领域

[0001] 本发明涉及铝合金材料领域,尤其是涉及一种铝合金相的立体形态提取方法。

背景技术

[0002] 铝合金由于具有密度低、比强度高、耐腐蚀等优点被广泛应用于航空航天、交通运输、电子产品等行业。铝合金中存在大量的非稳定态初生相和金属间化合物,其对材料性能具有重要的影响。但由于缺乏简单高效提取手段,目前关于铝合金相三维形貌研究还不完善。

[0003] 中国发明专利CN104928519A公开了一种提取Al-Mg-Si系铝合金中第二相的方法,其主要方法为将铝合金制成粉末,然后用足量4~6%NaOH溶液将铝合金基体腐蚀掉,过滤得到第二相。但NaOH溶液属于强碱,会腐蚀破坏铝合金中化学计量比可变金属间化合物的结构,对于多种化学计量比可变铝合金相的提取,该方法不适用。且使用强酸强碱操作安全性差、对环境产生污染、废液处理程序复杂。

[0004] 中国发明专利CN101760622A公开了一种从高硅镁合金中萃取Mg₂Si晶体的方法,其首先通过铣床将镁合金加工成碎粒,然后将其放入含有铵根离子和氯离子饱和盐水中进行腐蚀萃取得到Mg₂Si晶体。该方法获得Si、Mg₂Si晶体完整或带有缺陷,对于化学计量比可变金属间化合物的提取,该方法同样会破坏金属间化合物结构的完整性。该方法用强碱溶液对化合物进行萃取,也存在操作安全性差、对环境产生污染、废液处理程序复杂等问题。

发明内容

[0005] 针对目前铝合金相三维形态提取技术存在的缺陷和不足,本发明提出一种铝合金相的立体形态提取方法,通过简单高效的中性水溶液环境和电解手段,在剥离铝基体的同时保留完整的铝合金相,这对于不同种类铝合金相三维形貌和生长的研究有着重要的意义。

[0006] 为实现上述目的,本发明提出如下技术方案:一种铝合金相的立体形态提取方法,其特征在于包括如下步骤:

[0007] S1:切取一定量的铝合金试样,将表面打磨并超声清洗处理;

[0008] S2:配制一定浓度的中性电解质水溶液并加热;

[0009] S3:将试样作为阳极材料,用导线与直流电源正极连接后放入所述中性电解质水溶液中进行电解,

[0010] S4:电解完成后,先用筛网过滤掉电解后溶液中的残渣,再用过滤装置过滤得到残留在滤纸上的铝合金相;

[0011] S5:采用离心机将过滤得到的铝合金相和Al(OH)₃混合物进行离心分离,去除上层浑浊液,得到底部铝合金相;

[0012] S6:将分离出的铝合金相进行超声清洗相表面附着的杂质;

[0013] S7:将清洗得到的铝合金相放入真空干燥箱中干燥处理后得到能在扫描电镜下进

行三维形貌观察的铝合金相。

[0014] 优先地,所述铝合金相包括铝合金凝固过程从液相中析出化学计量比可变的多元金属间化合物,所述多元金属间化合物的组成元素包括Al元素和选自其他元素Fe, Si, Cu, Ni, Ti, Mn, Ca, V, Cr, Co, Zr, Sr, Y中的一种或多种。

[0015] 优先地,所述合金相包括铝合金凝固过程从液相中析出的化学计量比固定的金属间化合物和非金属相,包括Mg₂Si和Si相。

[0016] 优先地,所述合金相包括一元相、二元相、三元相、四元相和五元相。

[0017] 优先地,所述S1中的试样为片状,其厚度≤15mm。

[0018] 优先地,所述S2中使用电化学电解手段溶解铝合金基体,铝合金相的萃取液为中性电解质水溶液,其中一元相的萃取液溶质浓度为10~15%;二元相和三元相的萃取液溶质浓度为5~10%,四元相和五元相的萃取液溶质浓度为0.001~5%。

[0019] 优先地,所述S2中的中性电解质水溶液选自NaCl、KCl、CaCl₂溶液中的一种,其浓度为0.001~15%,温度为40~100℃。

[0020] 优先地,所述S3中的直流电源的设定电压值为8~40V,电流值为1~15A,电解时的阴极材料连接电源负极后浸入中性电解质水溶液中,所述阴极材料为惰性金属。

[0021] 优先地,所述S5中离心参数为3000~20000r/min,离心时间为7~15min,重复离心次数不小于3次。

[0022] 优先地,所述S6中的超声频率为20000~60000Hz,时间为5~15min,重复超声清洗次数不小于3次。

[0023] 优先地,所述S7中的干燥温度50~80℃,干燥时间为40~200min。

[0024] 本发明可以完整有效的提取铝合金中各种合金相,包括强酸强碱水溶液无法完整提取的化学计量比可变的铝合金相,从而可以全面高效的对其进行三维形貌观察及微观研究。

附图说明

[0025] 图1是本发明所提取含Fe相微观形貌图;

[0026] 图2是实例1所提取含Fe相微观形貌及能谱图;

[0027] 图3是实例2所提取TiAl₃相微观形貌及能谱图;

[0028] 图4是实例3所提取Si相微观形貌及能谱图。

具体实施方式

[0029] 下面将结合本发明的附图,对本发明实施例的技术方案进行清楚、完整的描述。

[0030] 本发明所揭示的一种铝合金相的立体形态提取方法,其中铝合金相包括铝合金凝固过程从液相中析出的Al, Fe, Cu, Ni, Ti等形成的化学计量比可变的金属间化合物,以及铝合金凝固过程从液相中析出的Mg₂Si、Si等化学计量比固定的金属间化合物和非金属相,铝合金相的不同元素组元个数包括一元、二元、三元、四元和五元。具体的提取方法包括如下步骤:

[0031] S1:切取一定量的片状铝合金试样,试样的厚度≤15mm,试样用砂纸打磨表面并超声清洗;

[0032] S2:用去离子水配制浓度为0.001~15%的中性电解质水溶液作为萃取液并通过水浴加热的方式加热至40~100℃,使用电化学电解手段溶解铝合金基体,其中中性电解质水溶液选自NaCl、KCl、CaCl₂溶液中的一种,且中性电解质水溶液的浓度根据铝合金相元相的不同而不同,具体来说,一元相的电解质水溶液的溶质浓度为10~15%;二元和三元相的萃取液溶质浓度为5~10%,四元和五元相的萃取液溶质浓度为0.001~5%。

[0033] S3:将试样作为阳极材料,用导线与电压值为8~40V,电流值为1~15A的直流电源正极连接后放入所述中性电解质水溶液中进行电解,阴极材料连接电源负极后浸入中性电解质水溶液中,接通电源并调节电压电流值,铝合金基体开始分解,金属间化合物沉降;其中所述铝合金试样与电源正极联接导线为Cu、Zn、Fe等线材,所述阴极材料为惰性金属,电解方式为铝合金试样浸入电解液中,连接部位及导线置于空气中。

[0034] S4:电解完成后,先用孔径为20~40目的筛网过滤掉电解后溶液中的残渣,再用过滤装置过滤得到残留在滤纸上的金属间化合物;

[0035] S5:采用离心机将过滤得到的铝合金相和Al(OH)₃混合物进行离心分离,离心参数为3000~20000r/min,离心时间为7~15min,重复离心次数不小于3次,离心完成后去除上层浑浊液,得到底部铝合金相;

[0036] S6:将分离出的铝合金相放入酒精中超声清洗相表面附着的杂质,超声频率为20000~60000Hz,时间为5~15min,重复超声清洗次数不小于3次;

[0037] S7:将清洗得到的铝合金相放入温度为50~80℃的真空干燥箱中干燥40~200min后,即可在扫描电镜下进行三维形貌观察,如图1所示为本发明提取含Fe的相微观形貌图。

[0038] 以下通过具体的实施例1至实施例3说明本发明的实现过程。

[0039] 实施例1

[0040] 本实施例从Al-4%Si-0.3%Mg-0.3%Fe-0.4%Mn-0.2%Cr合金中提取含Fe相,具体步骤如下:

[0041] (1)切取一块尺寸为50×40×15mm的铝合金试样;

[0042] (2)预处理:将试样在1000目砂纸上打磨表面并超声清洗5min;

[0043] (3)配制电解液:用去离子水作为溶剂配制200ml浓度4%的NaCl电解液并将盛有电解液的烧杯放入盛有1000ml热水的烧杯中进行水浴加热,水温保持在80℃;

[0044] (4)电解:将试样一角钻孔用铜线与直流电源正极连接后放入电解液中,铜线及铜线与试样连接处置于空气中。负极材料采用铅块,将其连接电源负极后部分浸入电解液中,接通电源并调节电压值为40V,电流值为15A,铝合金材料即开始分解;

[0045] (5)过滤:先用20目筛网过滤掉电解液中固体残渣,再用慢速滤纸过滤得到残留在滤纸上的铁相;

[0046] (6)离心:离心机设定转速20000r/min,离心时间设定为7min,并将该过程重复进行四次。经4次离心处理后,铁相沉降在离心管底部,除上层浑浊液得到底部铁相;

[0047] (7)清洗:设定超声频率为20000Hz,将离心分离得到的铁相放入酒精中超声清洗5min,并将该过程重复进行3次;

[0048] (8)干燥:将超声清洗后的铁相放入真空干燥箱中40℃干燥60min,即可得到所需铁相样品;

[0049] 本实施例所提取铁相微观形貌及能谱图如图2所示,铁相结构完整,形貌轮廓清

晰。其化学成分及含量如表1。

[0050] 表1提铁相化学成分 (wt%)

元素	Al	Si	Mn	Fe	Cr
含量	58.36	13.96	15.06	5.12	7.50

[0052] 实施例2

[0053] 本实施例从Al-10%Ti合金中提取TiAl₃相,具体步骤如下:

[0054] (1) 切取一块尺寸为60×30×12mm的铝合金试样;

[0055] (2) 预处理:将试样在1000目砂纸上打磨表面并超声清洗8min;

[0056] (3) 配制电解液:用去离子水作为溶剂配制200ml浓度8%的KCl₂电解液并将盛有电解液的烧杯放入盛有1000ml热水的烧杯中进行水浴加热,水温保持在40℃;

[0057] (4) 电解:将试样一角钻孔用铜线与直流电源正极连接后放入电解液中,铜线及铜线与试样连接处置于空气中。负极材料采用锡块,将其连接电源负极后部分浸入电解液中,接通电源并调节电压值为25V,电流值为9A,铝合金材料即开始分解;

[0058] (5) 过滤:先用30目筛网过滤掉电解液中固体残渣,再用慢速滤纸过滤得到残留在滤纸上的TiAl₃相;

[0059] (6) 离心:离心机设定转速10000r/min,离心时间设定为10min,并将该过程重复进行5次。经5次离心处理后,TiAl₃相沉降在离心管底部,除上层浑浊液得到底部TiAl₃相;

[0060] (7) 清洗:设定超声频率为40000Hz,将离心分离得到的TiAl₃相放入酒精中超声清洗10min,并将该过程重复进行3次;

[0061] (8) 干燥:将超声清洗后的TiAl₃相放入真空干燥箱中80℃干燥60min,即可得到所需TiAl₃相样品;

[0062] 本实施例所提取TiAl₃相微观形貌及能谱图如图3所示,TiAl₃相结构完整,形貌轮廓清晰。其化学成分及含量如表2。

[0063] 表2 TiAl₃相化学成分 (wt%)

元素	Al	Ti	Si
含量	60.53	35.05	4.42

[0065] 实施例3

[0066] 本实施例从Al-10%Si合金中提取Si相,具体步骤如下:

[0067] (1) 切取一块尺寸为40×30×8mm的铝合金试样;

[0068] (2) 预处理:将试样在1000目砂纸上打磨表面并超声清洗5min;

[0069] (3) 配制电解液:用去离子水作为溶剂配制200ml浓度13%的CaCl₂电解液并将盛有电解液的烧杯放入盛有1000ml热水的烧杯中进行水浴加热,水温保持在100℃;

[0070] (4) 电解:将试样一角钻孔用铜线与直流电源正极连接后放入电解液中,铜线及铜线与试样连接处置于空气中。负极材料采用铅块,将其连接电源负极后部分浸入电解液中,接通电源并调节电压值为8V,电流值为4A,铝合金材料即开始分解;

[0071] (5) 过滤:先用40目筛网过滤掉电解液中固体残渣,再用慢速滤纸过滤得到残留在滤纸上的硅相;

[0072] (6) 离心:离心机设定转速3000r/min,离心时间设定为15min,并将该过程重复进行6次。经6次离心处理后,Si相沉降在离心管底部,除上层浑浊液得到底部Si相;

[0073] (7) 清洗:设定超声频率为60000Hz,将离心分离得到的Si相放入酒精中超声清洗15min,并将该过程重复进行5次;

[0074] (8) 干燥:将超声清洗后的Si相放入真空干燥箱中40℃干燥200min,即可得到所需Si相样品;

[0075] 本实施例所提取Si相微观形貌及能谱结果如图4所示,Si相结构完整,形貌轮廓清晰。其化学成分及含量如表3。

[0076] 表3提取Si相化学成分 (wt%)

[0077]	元素	Si
	含量	100

[0078] 本发明的技术内容及技术特征已揭示如上,然而熟悉本领域的技术人员仍可能基于本发明的教示及揭示而作种种不背离本发明精神的替换及修饰,因此,本发明保护范围应不限于实施例所揭示的内容,而应包括各种不背离本发明的替换及修饰,并为本专利申请权利要求所涵盖。

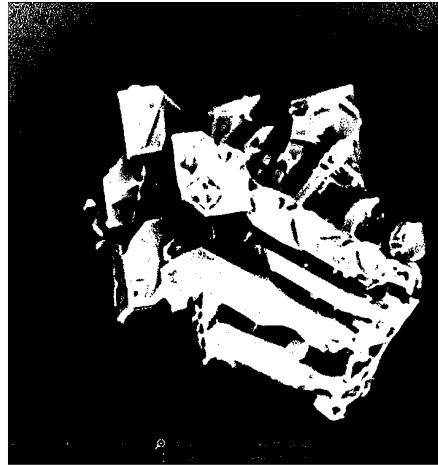


图1

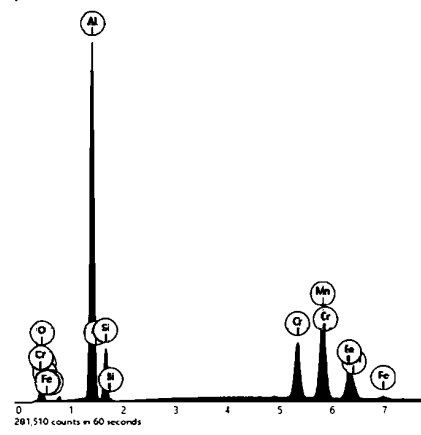


图2

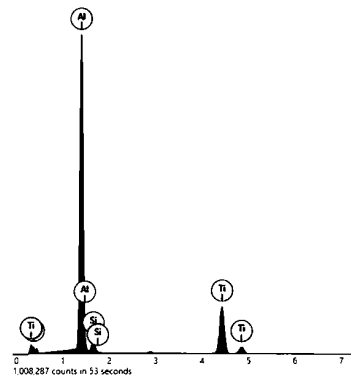


图3

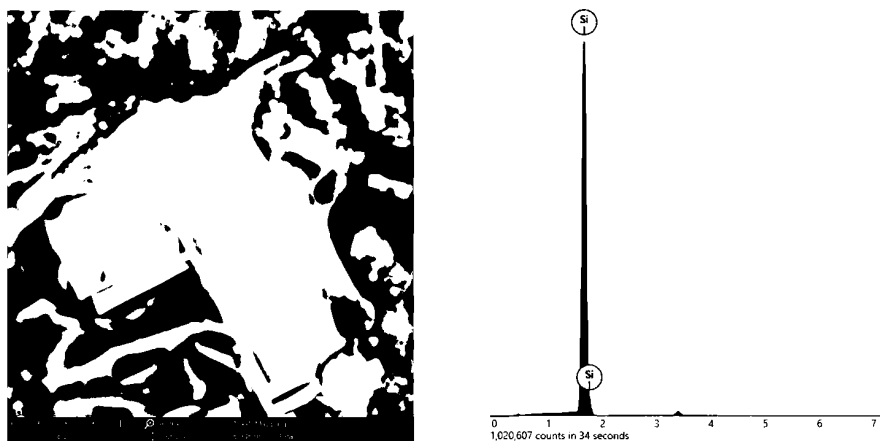


图4