

# Al-Ti-B 中间合金的制备研究

李 军<sup>1,2</sup>, 吴恩辉<sup>1,2</sup>, 侯 静<sup>1,2</sup>, 徐 众<sup>1,2</sup>, 李 宏<sup>1,2</sup>, 龚 昊<sup>1,2</sup>

(1. 攀枝花学院钒钛学院, 四川 攀枝花 617000; 2. 钒钛资源综合利用四川省重点实验室, 四川 攀枝花 617000)

**摘要:**为了使铝材具有更好的组织性能, 常用 Al-Ti-B 中间合金作为晶粒细化剂。以  $\text{TiO}_2$ 、 $\text{B}_2\text{O}_3$  为原料, 铝热还原一步合成 Al-Ti-B 中间合金。研究表明,  $\text{CaO-CaF}_2$  为造渣剂, 且  $\text{Al}_2\text{O}_3 : \text{CaO} : \text{CaF}_2 = 1 : 1 : 1$ 、焙烧温度  $1550\text{ }^\circ\text{C}$ 、焙烧时间 30 min、 $\text{Al/TiO}_2$  大于 0.9 条件下, 合金与熔渣分离效果较好, 成功制备出 Al-Ti-B 中间合金, Ti、B 收率大于 80%。合金中 Al 和 B 含量可以根据原料中配铝量和  $\text{B}_2\text{O}_3$  配入量进行调控, 制备的 Al-Ti-B 中间合金的物相主要由 TiAl、 $\text{Ti}_3\text{Al}$ 、 $\text{Ti}_2\text{AlN}$  和  $\text{TiB}_2$  组成, 随着配铝量和  $\text{B}_2\text{O}_3$  配入量的增加, 合金中  $\text{Ti}_3\text{Al}$  和  $\text{Ti}_2\text{AlN}$  相消失, 物相由 TiAl 和  $\text{TiB}_2$  构成。

**关键词:** Al-Ti-B 中间合金; 铝热还原; 二氧化钛; 三氧化二硼; 物相组成

中图分类号: TF823, TG146.21

文献标志码: A

文章编号: 1004-7638(2023)03-0061-07

DOI: 10.7513/j.issn.1004-7638.2023.03.009

开放科学 (资源服务) 标识码 (OSID):



听语音  
与作者互动  
聊科研

## Research on the preparation of Al-Ti-B master alloy

Li Jun<sup>1,2</sup>, Wu Enhui<sup>1,2</sup>, Hou Jing<sup>1,2</sup>, Xu Zhong<sup>1,2</sup>, Li Hong<sup>1,2</sup>, Gong Hao<sup>1,2</sup>

(1. College of Vanadium and Titanium, Panzhihua University, Panzhihua 617000, Sichuan, China; 2. Vanadium and Titanium Resources Comprehensive Utilization Key Laboratory of Sichuan Province, Panzhihua 617000, Sichuan, China)

**Abstract:** Al-Ti-B master alloy is commonly used as grain refining agent to endow aluminum with better organizational properties. In this paper,  $\text{TiO}_2$  and  $\text{B}_2\text{O}_3$  are used as raw materials for the one-step synthesis of Al-Ti-B master alloy by aluminum thermal reduction. The results show that Al-Ti-B master alloy was successfully prepared under the conditions of  $\text{Al}_2\text{O}_3 : \text{CaO} : \text{CaF}_2 = 1 : 1 : 1$ , roasting temperature  $1550\text{ }^\circ\text{C}$ , roasting time 30 min and  $\text{Al/TiO}_2 > 0.9$ . The yield of Ti and B is higher than 80%. The Al and B contents of the alloy can be adjusted according to the amount of Al and  $\text{B}_2\text{O}_3$  in the raw material. The phase of the alloy changes to TiAl and  $\text{TiB}_2$  with the increase of the amount of Al and  $\text{B}_2\text{O}_3$ .

**Key words:** Al-Ti-B master alloy, aluminum thermal reduction, titanium dioxide, boron trioxide, phase composition

## 0 引言

铝材广泛应用于轨道交通、机械装备制造、电力、汽车制造、电子等高新技术行业。随着技术发展, 要求铝合金具有细小均匀的等轴晶以获得更

好的组织性能, 满足各行业的需求。目前铝合金晶粒细化的方法有机械振动法、电磁搅拌法、对流和超声波处理法及添加中间合金细化剂法, 其中添加中间合金作为晶粒细化剂是最经济有效的方法。

目前, 常用的铝合金晶粒细化剂有 Al-Ti-B 中

收稿日期: 2022-09-27

基金项目: 四川省科技计划项目(2020YFH0195); 工业固态废弃物土木工程综合利用四川省高等学校重点实验室项目(FQWLY-2021-Z-08)。

作者简介: 李军, 1986 年出生, 男, 重庆九龙人, 博士, 副研究员, 长期从事钒钛资源综合利用领域的研究工作, E-mail: [liudejun163@126.com](mailto:liudejun163@126.com)。

间合金、Al-Ti-B-RE 中间合金<sup>[1]</sup>、Al-Ti-C 中间合金<sup>[2-3]</sup>等, 由于 Al-Ti-B 中间合金制备工艺成熟、晶粒细化效果好, 是工业中最常用的晶粒细化剂, 约有 75% 的铝合金生产企业使用 Al-Ti-B 进行晶粒的细化<sup>[4]</sup>。Al-Ti-B 中间合金中经常使用的成分标准为 Al-5Ti-1B、Al-5Ti-0.6B 和 Al-5Ti-0.2B<sup>[4]</sup>。制备 Al-Ti-B 中间合金晶粒细化剂的主要方法有: 氟盐反应法<sup>[5-7]</sup>、纯钛颗粒法<sup>[8-11]</sup>、氧化物法<sup>[12]</sup>、电解法<sup>[13]</sup>、自蔓延高温合成法<sup>[14]</sup>。

Al-Ti-B 中间合金的现有制备方法在环保、成本、产品质量等方面都还存在一些问题。为了进一步降低 Al-Ti-B 中间合金的制备成本及减少环境方面的污染, 笔者研究了以钛的氧化物和硼的氧化物

为原料, 采用电铝热还原工艺一步合成制备 Al-Ti-B 中间合金, 通过 Factsage 热力学软件理论计算和试验研究, 系统探索制备了 Al-Ti-B 中间合金的工艺参数。

## 1 试验

### 1.1 试验原料

铝粉 (Al, 分析纯)、三氧化二硼 (B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 分析纯)、氟化钙 (CaF<sub>2</sub>, 分析纯)、氧化钙 (CaO, 分析纯) 购买于上海展云化工有限公司。钛白粉购买于攀枝花某硫酸法钛白粉厂, 对钛白粉原料进行 XRD 和 SEM 分析, 见图 1, 从图 1 可以看出, 钛白粉物相为 Anatase TiO<sub>2</sub>, 为锐钛型晶型, 粒径为 400 ~ 600 nm。

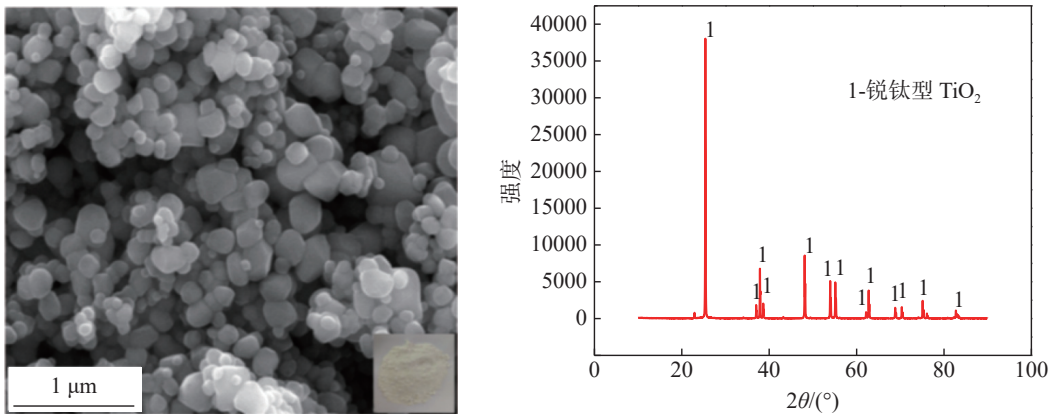


图 1 锐钛型钛白粉 XRD 和 SEM 分析  
Fig. 1 XRD and SEM analysis of anatase titanium dioxide powder

### 1.2 试验方法

将钛白粉、铝粉、三氧化二硼、氧化钙、氟化钙按原料配比混合均匀得到混合物料, 将混合物料装入刚玉坩埚中; 将高温炉升到设定的温度后, 把刚玉坩埚放入高温炉内进行焙烧; 焙烧结束后, 将刚玉坩

埚从炉内取出进行自然冷却, 待温度冷却后, 渣-金分离得到 Al-Ti-B 中间合金。对合金进行化学成分分析和物相表征, 并计算 Ti、B 元素的收率。试验过程如图 2 所示。

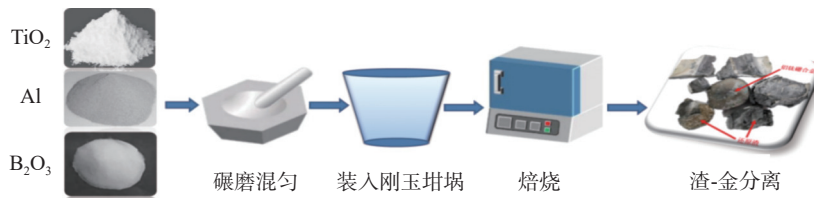


图 2 Al-Ti-B 中间合金制备工艺流程示意  
Fig. 2 Schematic diagram of process flow for Al-Ti-B master alloy

Ti、B 元素收率的计算公式如式(1)所示:

$$\delta = \frac{b}{B} \times 100\% \quad (1)$$

式中,  $b$  为合金中各元素的质量,  $g$ ;  $B$  为原料中各元素的质量,  $g$ 。

### 1.3 分析与表征

采用日本理学 D/Max-2550 型 X 射线衍射仪对不同工艺条件下制备的 Al-Ti-B 中间合金和还原渣物相组成进行表征。用 JSM-6700F 型扫描电子显

显微镜原料进行微观组织形貌表征。

采用 X 射线荧光光谱分析 (X Ray Fluorescence) 和 PerkinElmerP400 型电感耦合等离子体原子发射光谱仪 (ICP-AES) 对样品进行成分分析。

## 2 铝热还原过程相平衡及渣系性质模拟计算

### 2.1 铝热还原过程相平衡模拟计算

采用 Factsage 热力学软件中“Equilib”模块对铝热还原过程进行相平衡模拟计算, 分析不同配比条件下得到的产物种类和质量, 为试验过程选择合适的原料配比提供理论依据。

纯的 100 gTiO<sub>2</sub> 在不同配铝条件下还原过程相平衡计算结果见图 3, 从图 3 可以看出, 配铝系数为 Al/TiO<sub>2</sub><0.25 时, 生成物主要为钛的低价钛氧化物 (Ti<sub>3</sub>O<sub>5</sub>, Ti<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, TiO); 配铝系数为 0.25<Al/TiO<sub>2</sub><0.8 时, 低价钛氧化物 (Ti<sub>3</sub>O<sub>5</sub>, Ti<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) 消失, 生成物主要为 TiO 和 TiAl, 随着配铝量增加, TiO 逐渐减少, TiAl 相不断增加; 当配铝系数大于 0.8 后, 生成物中 TiO 消失, TiAl<sub>3</sub> 开始产生, 随着配铝量增加, TiAl<sub>3</sub> 不断增加。

纯的 100 gB<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 在不同配铝条件下还原过程相平衡计算结果见图 4, 从图 4 可以看出, B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 与 Al 反应生成 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 生成的 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 与 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 结合生成了 (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)<sub>9</sub>(B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, 随着配铝量的增加, 反应生成的 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 和 (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)<sub>9</sub>(B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)<sub>2</sub> 相越多, 当配铝系数大于 0.85 后, B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 被还原完全, (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)<sub>9</sub>(B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)<sub>2</sub> 消失, 主要生成 AlB<sub>12</sub> 相, 随着配铝量进一步增加, AlB<sub>12</sub> 相减少, AlB<sub>2</sub> 相增加。

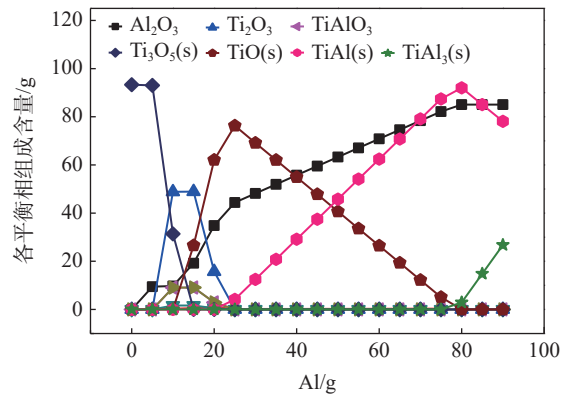


图 3 纯的 TiO<sub>2</sub> 在不同配铝条件下的相平衡计算结果  
Fig. 3 Calculation result of phase equilibrium of pure TiO<sub>2</sub> under different aluminum preparation conditions

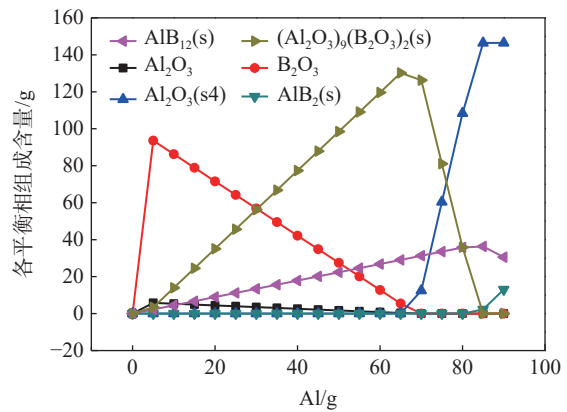
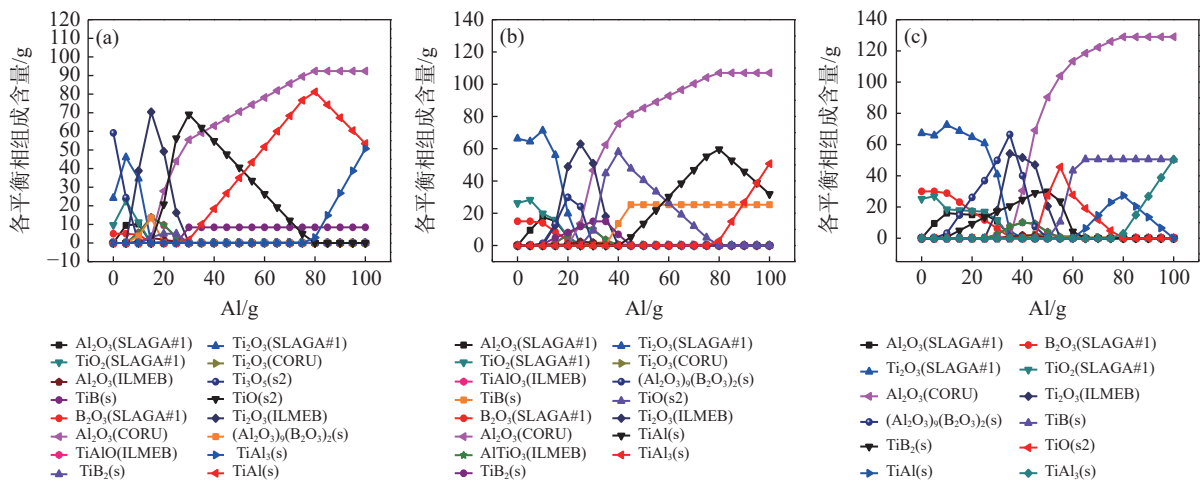


图 4 纯的 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 在不同配铝条件下的相平衡计算结果  
Fig. 4 Calculation result of phase equilibrium of pure B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> under different aluminum preparation conditions

以 100 gTiO<sub>2</sub> 和不同质量的 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 为原料, 在不同配铝条件下的相平衡计算结果见图 5。



(a) 原料中 5 gB<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; (b) 原料中 15 gB<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; (c) 原料中 30 gB<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

图 5 不同 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 含量和配铝条件下相平衡计算结果

Fig. 5 Calculation results of phase equilibrium with different B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> content and aluminum

从图5可以看出,配铝系数大于0.8后, TiO<sub>2</sub> 反应完全,合金中的主要物质为 TiAl 相和 TiB 相,随着配铝量增加, TiAl 相减少, TiAl<sub>3</sub> 相不断增加。原料中 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 含量增加,生成物中 TiAl 相含量减少,而 TiB 相含量不断增加。

配铝量对铝热还原过程有两方面的重要影响:

- ① 钛收率的影响: 配铝量少,原料中 TiO<sub>2</sub> 还原不充分,产生大量低价钛(TiO),钛收率较低;
- ② 渣-金分离的影响: 还原不充分产生的大量低价钛会进入还原渣中,导致还原渣的粘度急剧上升,造成渣金分离困难。从理论计算分析来看,要保证钛、硼收率高且渣金分离效果好,配铝系数 (Al/TiO<sub>2</sub>) 应控制在 0.8 以上。

### 2.2 铝热还原渣系成分及含量模拟计算

采用“Phase Diagram”模块对还原渣系的相图及液相线图进行模拟计算,为试验选择合适的渣系类型和成分提供理论依据。

以 TiO<sub>2</sub> 和 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 的混合物为原料,铝热还原后产生 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 渣, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 渣熔点高(2050 °C)、粘度大,如果不加造渣剂,产生的合金与渣难以分离, CaO 和 CaF<sub>2</sub> 是常用的造渣剂,采用 Factsage 热力学软件中“Phase Diagram”模块绘制了 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-CaO-CaF<sub>2</sub> 三元渣系液相线,见图6。从图6可以看出,该渣系较大的成分范围内熔化温度在 1 300 ~ 1 500 °C。当焙烧温度控制在 1 550 °C 时,在较大成分范围内的渣系都是液态渣系。

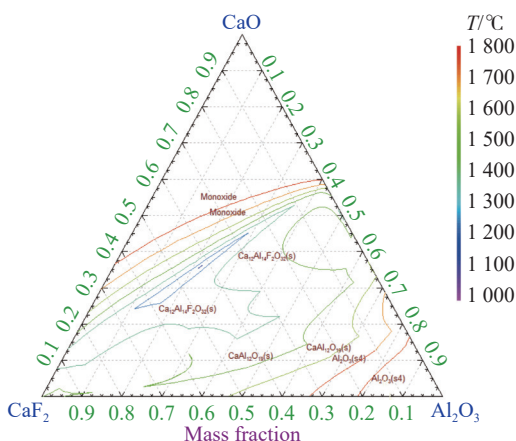


图6 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-CaO-CaF<sub>2</sub> 三元渣系液相线图

Fig. 6 Liquid phase diagram of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-CaO-CaF<sub>2</sub> ternary slag system

图7为不同 CaF<sub>2</sub> 加入量和温度条件下 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-CaO-CaF<sub>2</sub> 三元渣系粘度计算结果,从图7可以看出,随着温度的升高和 CaF<sub>2</sub> 含量的增加,渣系粘度不断

降低;图8为不同 CaF<sub>2</sub> 加入量和温度条件下 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-CaO-CaF<sub>2</sub> 三元渣系密度的变化曲线,从图8可以看出,温度变化对渣系密度影响较小,随着 CaF<sub>2</sub> 含量增加,渣系密度不断降低。加入 CaF<sub>2</sub> 可以有效降低渣系粘度和密度,促进渣-金分离。

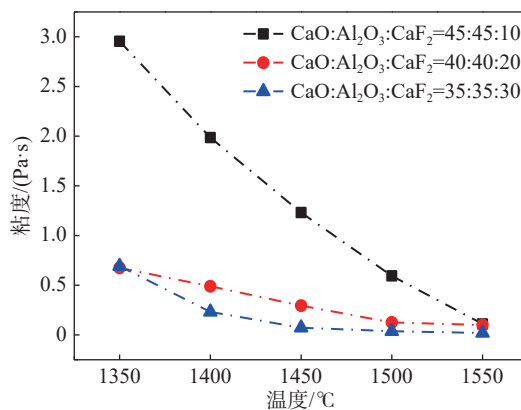


图7 不同 CaF<sub>2</sub> 渣系的粘度曲线

Fig. 7 Viscosity curves of different CaF<sub>2</sub> slag systems

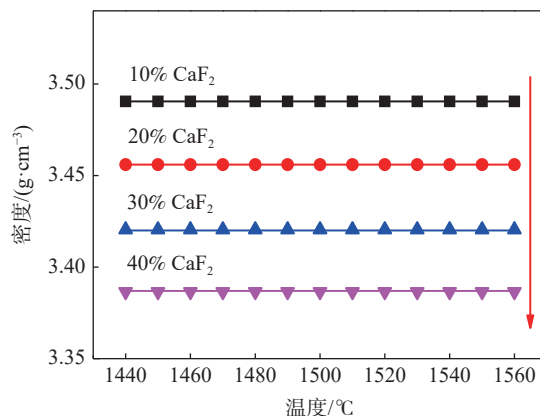


图8 不同 CaF<sub>2</sub> 渣系的密度曲线

Fig. 8 Density curves of different CaF<sub>2</sub> slag systems

表1 原料配比

Table 1 Raw material ratio

序号	钛白粉	铝粉	氧化硼	氧化钙	氟化钙
1 <sup>#</sup>	150	135	0	127.5	63.75
2 <sup>#</sup>	150	135	5	134.9	67.45
3 <sup>#</sup>	150	135	10	142.3	71.10
4 <sup>#</sup>	150	135	15	149.6	74.80
5 <sup>#</sup>	150	135	5	134.9	134.90
6 <sup>#</sup>	150	135	15	149.6	149.60
7 <sup>#</sup>	150	135	30	171.5	171.50
8 <sup>#</sup>	150	181.3	30	171.5	171.50

## 3 试验结果及讨论

### 3.1 不同原料比对渣-金分离效果的影响规律

通过 Factsage 软件理论计算,配铝系数(Al/TiO<sub>2</sub>) 大于 0.8 时 TiO<sub>2</sub> 还原较为完全,故原料配比设计时

配铝系数( $Al/TiO_2$ )为 0.9; 通过渣系相图、粘度、密度等理化性质理论计算分析,  $Al_2O_3 : CaO : CaF_2$  为 1 : 1 : 0.5 时, 渣系的粘度和密度较小, 有利于渣-金分离。以 Factsage 软件计算的相平衡计算结果和渣系相图理论计算结果为基础, 通过试验研究探索不同配铝量、氟化钙加入量和  $B_2O_3$  加入量对渣-金分离、合金中 Ti、Al、B 成分变化及 Ti、B 收率的影响规律, 具体原料配比设计见表 1。固定条件为还原温度 1 550 °C, 焙烧时间 30 min。

3.1.1 氟化钙的配入量对渣-金分离的影响规律

1<sup>#</sup> ~ 4<sup>#</sup>渣系配比为  $Al_2O_3 : CaO : CaF_2=1 : 1 : 0.5$ , 试验结果见图 9。从图 9 可以看出, 1<sup>#</sup>配比没有添加三氧化二硼, 渣-金分离效果较好, 制备出 TiAl 合金。2<sup>#</sup>加入 5 g  $B_2O_3$  有合金小块生成, 但没有聚集

长大, 而随着原料中  $B_2O_3$  配入量的增加, 3<sup>#</sup>、4<sup>#</sup>配比条件下渣-金不分, 主要原因是  $B_2O_3$  被 Al 还原进入合金中, 而硼的密度较小(2.34 g/cm<sup>3</sup>), 生成的 Al-Ti-B 合金质量变轻, 难以在渣中沉降长大, 需要进一步降低熔渣的粘度。5<sup>#</sup>渣系配比为  $Al_2O_3 : CaO : CaF_2=1 : 1 : 1$ , 增加了氟化钙的配入量, 渣-金分离效果较好, 成功制备出 Al-Ti-B 合金。

3.1.2 配铝量和  $B_2O_3$  的配入量对渣-金分离的影响规律

图 10 为 6<sup>#</sup>、7<sup>#</sup>、8<sup>#</sup>配比条件下试验结果。从图 10 可以看出, 6<sup>#</sup>配比条件下渣-金分离效果较好, 而原料中  $B_2O_3$  的含量增加到 30 g(7<sup>#</sup>配比), 渣-金不分。8<sup>#</sup>配比中提高了配铝量, 渣-金分离效果较好, 制备出高含 B 量的 Al-Ti-B 合金。

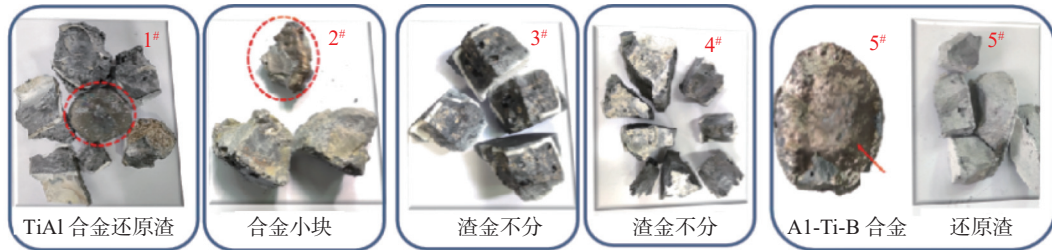


图 9 氟化钙的配入量对渣-金分离效果宏观形貌  
Fig. 9 Macroscopic morphology of slag-gold separation with different dosage of  $CaF_2$

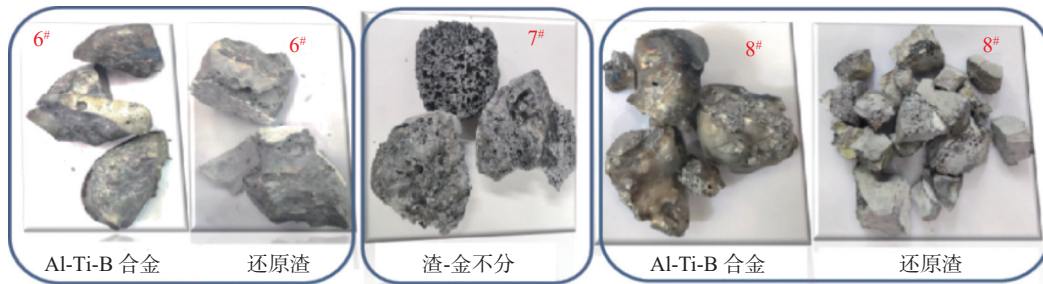


图 10 不同原料比对渣-金分离效果宏观形貌  
Fig. 10 Macroscopic morphologies of slag-gold separation with different raw material ratio

将不同条件下生成的还原渣进行了 XRF 和 XRD 分析, 见表 2 和图 11。结合 XRF 和 XRD 分析结果可以看出, 5<sup>#</sup>熔渣中仅含有少量的  $TiO_2$ , 说明  $TiO_2$  被 Al 较好地还原进入合金中, 熔渣主要物相为  $Ca_{12}Al_{14}O_{32}F_2$ ,  $CaAl_4O_7$ ,  $CaF_2$ 。原料中随着三氧化二硼配入量增加, 还原  $B_2O_3$  消耗了大量的铝, 导致还原  $TiO_2$  的铝不足, 熔渣中含有大量未还原的  $TiO_2$ (7<sup>#</sup>熔渣中含有 11.61% 的  $TiO_2$ ), 与还原渣中  $CaO$  结合生成了  $CaTiO_3$  相, 与 7<sup>#</sup>渣的 XRD 分析结果一致, 见图 11。

表 2 还原熔渣 XRF 分析  
Table 2 XRF analysis of reduced slag %

编号	$Al_2O_3$	CaO	$CaF_2$	$TiO_2$	MgO	$Fe_2O_3$
5 <sup>#</sup>	47.3	42.6	8.72	0.43	0.32	0.32
6 <sup>#</sup>	47.1	34.6	9.88	5.83	1.14	0.49
7 <sup>#</sup>	45.5	32.5	11.5	11.61	0.52	0.38

图 12 为 Factsage 软件绘制的  $TiO_2$  含量在 1 550 °C 条件下对  $CaO-Al_2O_3-CaF_2-TiO_2$  渣系粘度的影响规律。从图 12 可以看出, 在 1 550 °C 条件下, 随着  $TiO_2$  含量的增加, 还原渣的粘度不断增大。主

要是因为未还原的  $\text{TiO}_2$  与  $\text{CaO}$  结合生成的高熔点的  $\text{CaTiO}_3$  (熔点为  $1975^\circ\text{C}$ ), 在还原温度为  $1550^\circ\text{C}$  条件下以固态颗粒存在于熔渣中, 当渣中有较多的固体化合物存在时, 形成分散状的高熔点的固相质点, 在液相熔渣中形成相界面, 从而产生内摩擦力, 因此熔渣的粘度增大, 流动性变差, 渣-金分离困难。以上试验结果表明, 要渣-金分离效果好, 必须保证配铝系数 ( $\text{Al}/\text{TiO}_2$  质量比) 大于 0.9; 要增加合金中硼含量, 原料中的配铝量必须相应的增加。

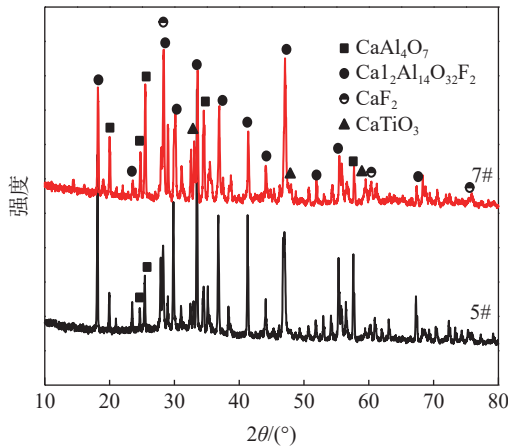


图 11 还原渣 XRD 分析  
Fig. 11 XRD analysis of reduced slag

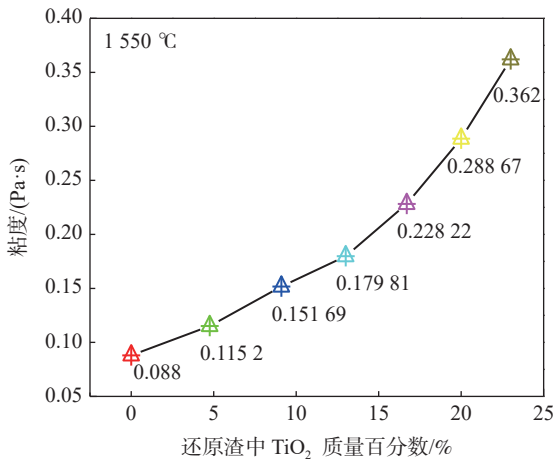


图 12  $\text{TiO}_2$  含量对  $\text{CaO-Al}_2\text{O}_3\text{-CaF}_2\text{-TiO}_2$  渣系粘度的影响  
Fig. 12 Effect of  $\text{TiO}_2$  content on viscosity of  $\text{CaO-Al}_2\text{O}_3\text{-CaF}_2\text{-TiO}_2$  slag system

### 3.2 不同原料配比对钛、硼收率及合金物相的影响规律

对制备的合金进行了化学分析, 分析结果见表 3。从分析结果可以看出, 原料中三氧化二硼被铝还原进入合金中, 随着配入量的增加, 制备的合金中硼含量不断增加。合金中铝含量随着配铝量的增加而增加。根据合金成分和得到的合金质量计算钛和硼的

收率, 计算结果见图 13, 从图 13 可以看出, 钛、硼的收率都高于 80%, 5# 配比条件下钛收率最高达到 88.2%, 硼收率最高达到 87.9%。

表 3 制备的 Ti-Al-B 中间合金化学分析  
Table 3 Chemical analysis of prepared Ti-Al-B master alloys

编号	w/%						合金质量/g
	Ti	Al	B	Ca	Si	Mg	
5#	57.5	34.7	1.02	5.86	0.74	0.26	138
6#	55.6	31.6	3.13	6.25	1.14	0.42	130
8#	51.3	41.4	5.03	1.66	1.35	0.142	153

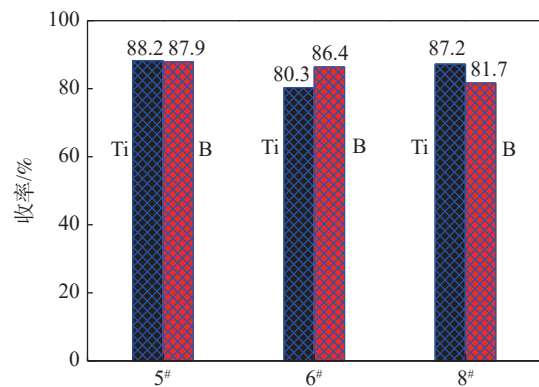


图 13 不同配比条件下 Ti、B 收率  
Fig. 13 Yield of Ti and B under different raw material ratios

对制备的 Al-Ti-B 中间合金进行了 XRD 分析, 见图 14, 从图 14 可以看出, 原料中没有配入三氧化二硼时制备的钛铝合金主要物相由  $\text{TiAl}$ ,  $\text{Ti}_3\text{Al}$  和  $\text{Ti}_2\text{AlN}$  组成。原料中配入三氧化二硼时, 制备的 Al-Ti-B 中间合金物相中产生了  $\text{TiB}_2$  相, 随着三氧化二硼配入量的增加,  $\text{TiB}_2$  峰明显增强。配铝量增加, 8# 合金中  $\text{Ti}_3\text{Al}$  和  $\text{Ti}_2\text{AlN}$  相消失, 主要的物相为  $\text{TiAl}$  和  $\text{TiB}_2$  相。

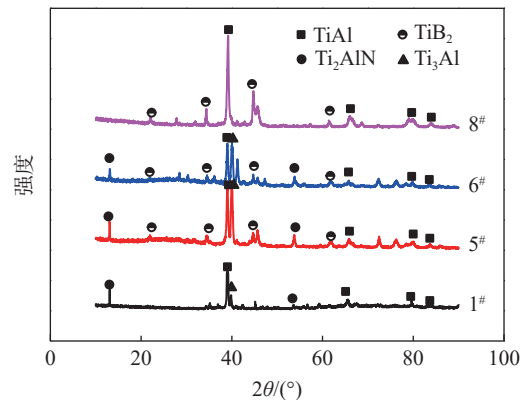


图 14 不同条件下制备的 Al-Ti-B 中间合金 XRD 分析  
Fig. 14 XRD analysis of as-prepared Al-Ti-B master alloys under different conditions

## 4 结论

1)通过不同工艺条件下的试验探索可以看出,以  $\text{TiO}_2$  和  $\text{B}_2\text{O}_3$  为原料,采用铝热还原工艺可一步合成 Ti、B 含量高的 Al-Ti-B 中间合金。 $\text{CaO}$  和  $\text{CaF}_2$  为较适宜的造渣剂,  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{CaO}:\text{CaF}_2=1:1:1$ 、焙烧温度  $1\ 550\ ^\circ\text{C}$ 、 $\text{Al}/\text{TiO}_2$  大于 0.9 为较适宜的工艺参数,合金与熔渣分离效果较好。

2) $\text{TiO}_2$  和  $\text{B}_2\text{O}_3$  中 Ti 元素和 B 元素被 Al 较好地还原进入合金中,合金中 Al 和 B 含量可以根据原料中配铝量和  $\text{B}_2\text{O}_3$  配入量进行调控,Ti、B 收率

大于 80%。

3)Al-Ti-B 中间合金的物相可以根据原料的配比进行调控。随着配铝量增加,合金的物相由  $\text{TiAl}$ 、 $\text{Ti}_3\text{Al}$ 、 $\text{Ti}_2\text{AlN}$  和  $\text{TiB}_2$  转变为  $\text{TiAl}$  和  $\text{TiB}_2$  相。随着  $\text{B}_2\text{O}_3$  配入量的增加,合金中  $\text{TiB}_2$  相的峰不断增强。

4)试验主要研究了基于铝热还原工艺制备 Al-Ti-B 中间合金的工艺参数,而该工艺制备的 Al-Ti-B 中间合金对铝合金的晶粒细化效果需要进一步探究。下一步将进行放大试验研究,验证工业化应用的可行性。

## 参考文献

- [1] Marcantonio J A, Mondolfo L F. Grain refinement in aluminum alloyed with titanium and boron[J]. Metallurgical Transaction, 1971, (2): 465-471.
- [2] Hadia M A, Ghatneya A A, Niazi A. Study on the grain refinement of aluminum with Al-Ti-C[J]. Light Metals, 1996, 46(3): 729-736.
- [3] Brinkman H J, Zupazi F, Duszezyk J, et al. Production of Al-Ti-C grain refiner alloys by reactive synthesis of elemental powders[J]. Mater Research, 2000, 15(12): 2620-2635.
- [4] Wei Shaobo, Wang Pan, Niu Zhipeng, et al. Research progress of grain refiners for aluminum alloy[J]. Casting Technology, 2013, 34(1): 3.  
(卫少波,王璠,牛志鹏,等. 铝合金晶粒细化剂的研究进展[J]. 铸造技术, 2013, 34(1): 3.)
- [5] Chen Yajun, Xu Qingyan, Huang Tianyou. Process optimization for manufacturing of Al-Ti-B master alloy by reaction of complex halide salts with molten aluminum[J]. Copper Engineering, 2005, (4): 45-48.  
(陈亚军,许庆彦,黄天佑. 氟盐法制备Al-Ti-B中间合金工艺优化[J]. 铜业工程, 2005, (4): 45-48.)
- [6] Chen Yajun, Xu Qingyan, Huang Tianyou, et al. Research on manufacturing of Al-Ti-B master alloy by reaction of complex halide salts with molten aluminum[J]. Foundry Technology, 2006, 27(6): 601-604.  
(陈亚军,许庆彦,黄天佑,等. 氟盐法制备Al-Ti-B中间合金的研究[J]. 铸造技术, 2006, 27(6): 601-604.)
- [7] Lu Haifeng. Research and review of preparation technology of Al-Ti-B as high performance aluminum alloy grain refiner[J]. Light Metals, 2021, (7): 42-46.  
(卢海峰. 高性能铝合金晶粒细化剂Al-Ti-B研究及制备技术综述[J]. 轻金属, 2021, (7): 42-46.)
- [8] Lan Huafeng, Zhu Zhengfeng, Guo Peng. Research on the preparation of Al-Ti-B master alloy by pure Ti[J]. China Foundry Machinery & Technology, 2004, (4): 13-15.  
(兰晔峰,朱正锋,郭朋. 纯钛颗粒法制备Al-Ti-B中间合金的探讨[J]. 中国铸造装备与技术, 2004, (4): 13-15.)
- [9] Lan Huafeng, Zhang Jijun, Zhu Zhengfeng, et al. Research on the reaction mechanism of melt preparation of Al-Ti-B master alloy[J]. Special Casting & Nonferrous Alloys, 2006, 26(1): 12-14.  
(兰晔峰,张继军,朱正锋,等. 制备Al-Ti-B中间合金熔体反应机理的研究[J]. 特种铸造及有色合金, 2006, 26(1): 12-14.)
- [10] Wei Liangjie. The research on the optimization preparing process and grain refining performance of Al-Ti-B master alloy[D]. Nanning: Guangxi University, 2015.  
(韦良杰. Al-Ti-B中间合金细化剂的制备工艺优化与细化性能研究[D]. 南宁: 广西大学, 2015.)
- [11] Lin Chunmei, Feng Yicheng, Zhang Dejun. Preparation of Al-Ti-B master alloy by pure Ti particles and  $\text{KBF}_4$ [J]. Hot Working Technology, 2015, 44(16): 165-167.  
(林春梅,冯义成,张德军. 采用纯钛粉和氟硼酸钾制备Al-Ti-B合金研究[J]. 热加工工艺, 2015, 44(16): 165-167.)
- [12] Zhang Mingjun. Two-step production method of aluminum-titanium-boron master alloy[J]. Light Metals, 1989, (11): 51-55.  
(张明俊. 铝-钛-硼中间合金的两步生产法[J]. 轻金属, 1989, (11): 51-55.)
- [13] Liu Zhiyong, Wang Mingxing, Weng Yonggang, et al. Crystal nucleation and growth of Al-based alloys produced by electrolysis[J]. Journal of Materials Science and Technology, 2003, 19(5): 427-430.
- [14] Zhuang Hongyu, Pan Xueming. Effect of  $\text{TiH}_2$  on microstructure and refinement behavior of synthesized Al-Ti-B alloy[J]. Special Casting and Nonferrous Alloys, 2007, 27(11): 887-890.  
(庄洪宇,潘学民.  $\text{TiH}_2$ 对合成Al-Ti-B合金组织及细化行为的影响[J]. 特种铸造及有色合金, 2007, 27(11): 887-890.)