

压制方式对闭孔泡沫铝泡孔结构的影响

王磊, 姚广春, 马佳, 华中胜
(东北大学 材料与冶金学院, 辽宁 沈阳 110004)

摘要: 以空气雾化的商业纯铝粉、镁粉和氢化钛粉末为原料,采用粉末冶金法成功地制备出了泡沫铝材料。利用 300dpi 扫描仪、扫描电镜(SEM)和万能力学试验机等检测方法系统研究了在不同压制压强和充分润滑条件下的单轴向冷压对泡沫铝的泡孔结构的影响和 400 MPa 压制压强下的冷压、热压和冷压后烧结对泡孔结构及准静态压缩性能的影响。结果表明:在压制模具充分润滑状态下,400 MPa 的单轴向冷压缩完全能够制备出满足实验要求的前驱体材料并能够得到泡孔结构均匀和压缩性能相同的泡沫铝材料。

关键词: 闭孔泡沫铝;压制方式;冷压;烧结;准静态压缩

中图分类号: TG 146.21

文献标志码: A

文章编号: 1005-3026(2010)03-0406-05

Effects of Compaction Methods on Cell Structures of Closed-Cell Aluminum Foams

WANG Lei, YAO Guang-chun, MA Jia, HUA Zhong-sheng

(School of Materials & Metallurgy, Northeastern University, Shenyang 110004, China. Correspondent: YAO Guang-chun, E-mail: gcyao@mail.neu.edu.cn)

Abstract: Aluminum foams were successfully prepared by a powder metallurgy method with commercially pure Al powder, Mg powder and TiH₂ powder as raw materials. The effects of cold uniaxial compacting pressures on cell structures of aluminum foams with fully lubricated dies and the effects of cold/hot compaction and sintering after cold compaction under the pressure 400 MPa on the cell structures and quasi-static compressibility of aluminum foams were both investigated via a scanner with the resolution of 300 dpi, SEM and universal testing machine. The results revealed that the high-quality precursors are available by uniaxial cold compaction under the pressure 400 MPa with aluminum foams provided as finish products of uniformly distributed cell structures and identical compressibilities.

Key words: closed-cell aluminum foams; compaction method; cold compaction; sintering; quasi-static compression

闭孔泡沫铝是一种集结构和功能为一体的,气相和固相均匀分散的复合材料,具有高比刚度、优良的吸能、阻尼、隔声降噪和电磁屏蔽等性能^[1-2],并广泛地应用于汽车制造和航空航天等领域^[3-4]。在闭孔泡沫铝的制备方法中,粉末冶金法由于具有近净成型的特点而越来越受到金属泡沫研究者的青睐^[5-6]。粉末冶金法制备泡沫铝工艺是将工业纯铝粉或者铝合金粉末,一定量镁粉和少量氢化钛粉末混合均匀,然后在一定的压力下通过不同的压制方式来实现粉末混合物的致

密化。对粉末冶金法制备泡沫铝前驱体而言,烧结是致密化的关键工艺之一,因此对粉末压块的烧结研究是必不可少的。而目前关于粉末冶金法制备泡沫铝致密化的主要手段是采用不同的压制方式,这主要包括单轴向冷压或热压、双轴向冷压或热压、挤压和轧制等^[7-8]。在这些压制方法中,热压、挤压或者轧制适用于成型能力较差的脆性铝合金粉末,而对于变形能力较好的塑性纯铝粉而言,虽然有文献报道过采用冷压就能达到致密化的目的^[9],但是对以纯铝粉为基体材料的粉末混

收稿日期: 2009-07-16

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(50774021)。

作者简介: 王磊(1978-),男,河南信阳人,东北大学博士研究生;姚广春(1947-),男,辽宁沈阳人,东北大学教授,博士生导师。

合物冷压再烧结的研究目前还没有报道过。

本文作者研究了在压制模具内表面充分润滑的条件下的单轴向压制方式(包括冷压和热压)和冷压后的前驱体烧结对以纯铝粉为基体材料的泡沫铝泡孔结构和准静态压缩性能的影响,并通过比较实验来尝试确定最佳压制工艺。

1 实 验

1.1 实验原料

本实验中所使用的基体材料是通过空气雾化的方法制备的铝粉末,发泡剂氢化钛和添加剂镁粉是市场上购买的。采用 Malvern Mastersizer 2000 激光粒度分析仪对实验中所用的粉末进行粒度分析,粉末粒度的具体特性如表 1 所示。

表 1 实验中所使用粉末的物理特征
Table 1 Physical characteristics of powdered materials used in experiment

材 料	质量分数/ %	中位径/ μm
Al 粉	99.0	117.078
TiH ₂ 粉	99.6	32.544
Mg 粉	98.0	129.325

1.2 实验方法

本实验采用的是单轴向压制方式,将质量分数为 1.0% 的 Mg 粉和 1.0% 氢化钛同铝粉在行星式球磨机进行混料,混料时间为 2 h,混料的球料比为 2.6:1。压制凹模为内径 50 mm 普通工具钢模具,冷压压强分别为 200, 400, 600 MPa; 然后对 400 MPa 冷压后前驱体进行热压,即将经过 450 $^{\circ}\text{C}$ 保温 30 min 的前驱体放入到经过 350 $^{\circ}\text{C}$ 保温 1 h 的压制模具内,在 400 MPa 的压强下保压 10 min 得到热压前驱体;冷压和热压都采用二硫化钼润滑脂润滑模具内壁,以保证模具内壁的充分润滑;为了同冷压和热压的致密度比较,对冷压后前驱体进行 450 $^{\circ}\text{C}$ + 1 h 的空气烧结处理。

发泡采用了额定功率为 5 kW 的直径为 200 mm,深度为 250 mm 的井式坩埚电阻炉,预先将发泡炉温度升到 800 $^{\circ}\text{C}$ 后将各种条件下制备的泡沫铝前驱体放入到炉内进行保温发泡,在一定的发泡时间内取出发泡后的泡沫体,通过水冷得到泡沫铝材料。

1.3 检测方法

采用线切割的方法将泡沫铝材料沿着其纵轴中心线切开,然后利用分辨率为 300 dpi 扫描仪来表征泡孔的表观形貌;利用 TH140 型数显里氏硬度计测定各种条件下制备的前驱体表面硬度;采用 SSX-550 型扫描电镜分析压制后前驱体的微

观形貌;对不同条件下制备的泡沫铝材料在 CMT-5105 型万能力学性能试验机上进行准静态压缩实验。

2 结果与讨论

2.1 压制压强对泡孔结构的影响

图 1 为前驱体端面硬度测定点示意图,图 2 显示了不同压制压强下上表面的硬度分布,其中图 2 横坐标中“0”的位置为前驱体端面中心,也即图 1 示意图中的圆心位置。从图 2 中可以看出,200 MPa 的压制压强相对于 400 和 600 MPa 的压强而言,硬度相差较大,而 400 和 600 MPa 的硬度值相差较小。这主要是由于压制压强达到一定程度后,前驱体的致密度已经达到了铝粉压制的致密度极限值,过高的压制压强导致其在硬度上的变化不明显。因此对于以工业纯铝粉为基体材料的前驱体而言,400 MPa 的压制压强就足够了,过大压制压强可能会导致前驱体出现裂纹和不必要的能量消耗。从图 2 中还可以看出,低压制压强的表面硬度较低,而高压制压强的表面硬度较高。这可以从能量守恒的角度加以解释,当压制压强增大时,对于较软的铝粉而言,在颗粒变形过程中,颗粒之间由于相互摩擦和变形需要消耗一部分压制压强所带来的能量,侧壁摩擦力也需要消耗一部分正压力的能量。因此,除了消耗在颗粒之间的摩擦以及颗粒相互挤压变形和模壁摩擦的能量之外,剩余的正压力都以内应力的形式保留在前驱体中。这样在能量损失一定的情况下,压制压强越大,则保留在前驱体中的能量越多。图 2 中的另外一个规律就是前驱体表面中心硬度高,靠近模壁一侧的硬度低,这主要是由于模具内壁同压制颗粒之间存在摩擦导致的,在前驱体端面中心颗粒同模壁摩擦明显小于模壁一侧的压力,因此在接近加压端面而远离模壁部分,压力最大,而远离加

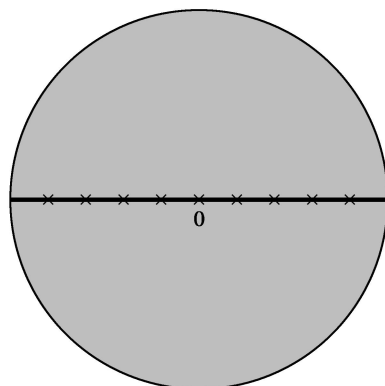


图 1 硬度测定点分布示意图

Fig. 1 Schematic of measurement points for hardness distribution

压端面靠近模壁的部分,压力逐渐降低,这反应在硬度上的变化就如图 2 所示,中部高两端低。

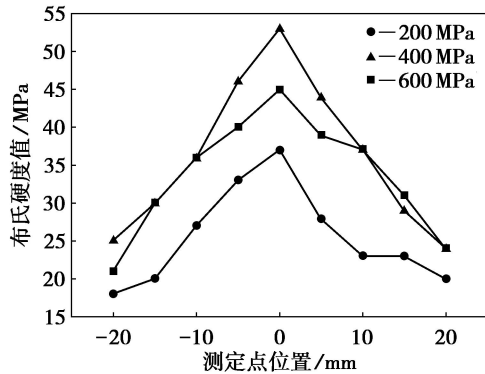


图 2 不同压制压强下端面硬度分布

Fig. 2 Hardness distribution on precursors' end surface under different compacting pressures

在不考虑模壁摩擦造成的压力损失而导致前驱体上下端面密度差的情况下^[10],对三种压制压强下得到的前驱体采用阿基米德排水法测定其真密度,每个压强下的样品选取 4 个团块求平均值,如表 2 所示。从表 2 中可以发现,200 MPa 下制备的前驱体密度明显小于 400 和 600 MPa,而后两者的密度相近,这也从侧面反应了图 2 中硬度分布的趋势。

表 2 不同压制压强下的密度值
Table 2 Density values under different compacting pressures g cm^{-3}

样品号	压强/MPa		
	200	400	600
1	2.46	2.63	2.68
2	2.44	2.60	2.66
3	2.48	2.64	2.65
4	2.50	2.62	2.67
平均值	2.47	2.62	2.67

图 3 显示了前驱体在不同压制压强下发泡后泡孔结构的对比。从图 3 中可以发现,在 200 MPa (见图 3a) 压强下,发泡后的泡孔多成不规则形状或者产生了畸变,泡孔大小极不均匀且左侧壁出现了实铝层。在 400, 600 MPa 的压强下,泡孔表面形貌多是属于典型的多边形(主要是五边形的泡孔),没有出现明显的泡孔畸变。图 3a 中侧部实铝层的出现是由于此处氢气大量溢出,此部分已经没有氢化钛的分解而不能形成泡孔,导致了实铝层的出现,同由于重力和毛细作用而导致的底部实铝层是有区别的。从图 3 中还可以看出,三种压强下的膨胀区别很小,这说明三者有大约相同体积的氢气留在泡沫体中形成了泡孔。因此在模具充分润滑的条件下,单轴向冷压缩采用 400 MPa 就可以了。

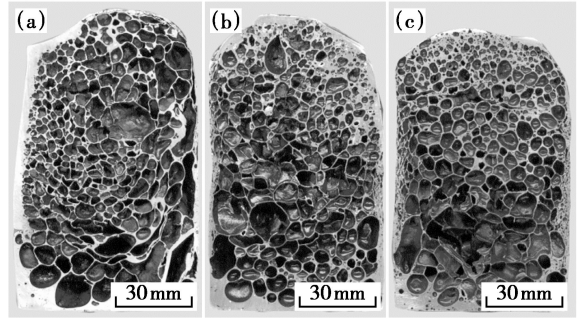


图 3 不同压制压强下前驱体发泡后的泡孔结构对比

Fig. 3 Comparison of cell structures of precursors under different compacting pressures

(a) —200 MPa; (b) —400 MPa; (c) —600 MPa.

(发泡温度:800 ;发泡时间:120 s)

2.2 冷压、热压和冷压后烧结对泡孔结构的影响

图 4 为 400 MPa 的压制压强下的冷压、热压和冷压后在 450 + 1 h 空气中烧结的前驱体 SEM 照片。图中灰色点状和块状为缺陷,白色点状和块状为氢化钛颗粒。从图 4 中可以发现,冷压后的前驱体中缺陷较多,热压其次,最少的是 450 + 1 h 烧结的前驱体样品。这说明了此温度下烧结有利于消除内部缺陷。由于前驱体中添加了能同铝粉表面的氧化铝反应的镁元素,在铝粉的烧结过程中,在 275 时就发生了镁同铝粉表面氧化铝的反应,使得铝粉颗粒之间在烧结过程中实现的是新鲜金属界面之间的接触,这就导致了颗粒之间的冶金结合,促进了铝粉的烧结^[11],这也是烧结后的前驱体微观结构致密的主要原因之一。

图 5 是前驱体三种处理方式后上表面的硬度分布,其中图 5a 是前驱体上表面(与凸模接触的表面)某任意直径方向上的硬度分布,从图 5 中可以看出其分布规律同图 2。热压和烧结所得到的硬度值明显低于冷压后的前驱体。图 5b 是在前驱体上端面以圆心为中心,取直径为 4 mm 圆的圆内硬度分布,可以发现在同一个前驱体上硬度分布是均匀的,但是热压和烧结得到的硬度明显低于冷压前驱体,这主要是由于热压和烧结过程中,颗粒之间的内应力消除所导致的,特别是前驱体 450 + 1 h 的烧结,对于降低由于正压力造成的内应力导致的硬度升高是最明显的。对工业纯铝块进行了硬度测定,发现对于实体的工业纯铝(成分近似于铝粉)而言硬度一般在 22 ~ 24 MPa 之间,这同烧结实验中得到的硬度分布是一致的,这说明烧结促进了粉末压块的冶金结合,对粉末冶金法制备的泡沫铝前驱体的致密化起到了关键作用。烧结过后的团块在镁的作用下,消

除了包覆在铝粉表面的氧化铝，使得原来大部分以机械结合的颗粒在烧结后实现了冶金结合，消

除了残余应力和正压力导致的内应力，降低了先驱体的表面硬度。

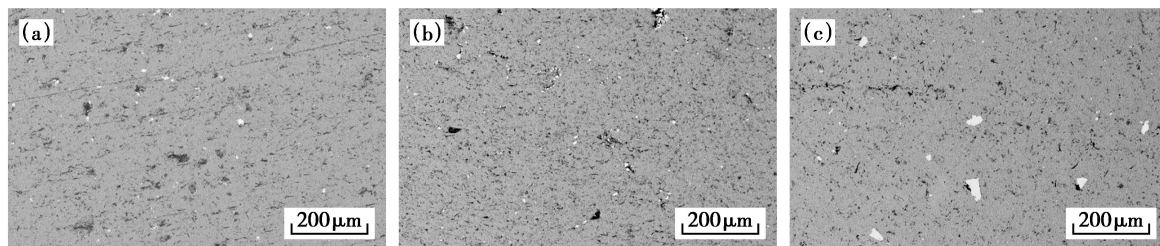


图 4 先驱体不同处理方式的 SEM 形貌

Fig. 4 SEM images of morphology of precursors treated by different methods

(a) —冷压；(b) —热压；(c) —450 + 1 h 的烧结。

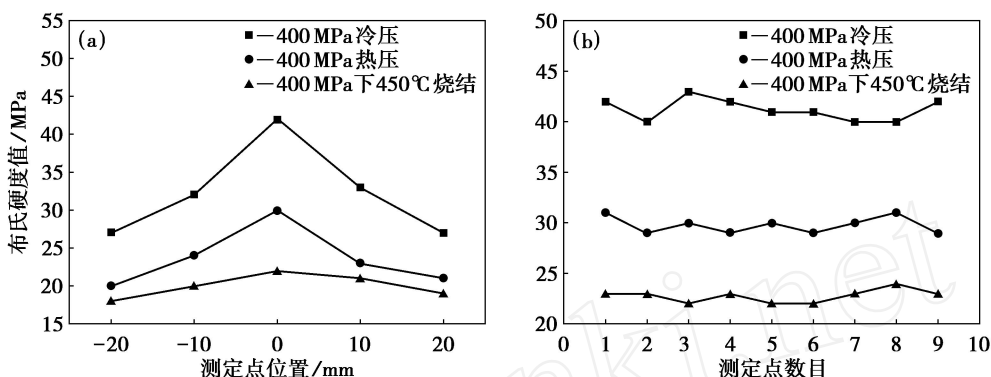


图 5 不同压制方式下的先驱体端面硬度分布

Fig. 5 Hardness distribution on precursors' surface by different compacting methods

(a) —端面任意直径方向上的硬度分布；(b) —端面圆心周围的硬度分布。

图 6 为 400 MPa 压力下的冷压、热压和冷压后烧结的前驱体发泡后得到的泡沫体泡孔结构图。从图中可以发现三种处理方式下的泡孔结构在相同的发泡时间下没有明显的区别，在图 6a, 6b 和 6c 的左侧图片中泡孔表现出来的都是多边形泡孔，没有发现明显的实铝层在泡沫体底部的出现；随着发泡时间的延长，即在发泡后期，由于重力和毛细作用的加剧，导致了泡壁和布拉德边界上的液体沿着其自身形成的通道在重力作用下向下流动和毛细作用下泡壁的变薄，最终结果是大量泡孔破裂的出现，泡孔的破裂自然会

而且大量的液体下排会使得这些液体在泡沫体底部累积，形成一定厚度的实铝层，如图 6a, 6b 和 6c 右侧的照片所示。在图 6a 右侧的泡沫体还出现了中部颈缩现象，图 6b 右侧泡沫体的上部出现了坍塌，这些都是后期发泡由于泡沫的不稳定所带来的不利影响。从图 6a, 6b 和 6c 右侧的照片的比较还可以发现，热压先驱体发泡后的泡沫体高度明显低于冷压和冷压后烧结的泡沫体高度，这主要是由于热压先驱体发泡后的泡沫体由于没有及时冷却，在发泡后期迅速坍塌，导致其膨胀率明显降低。

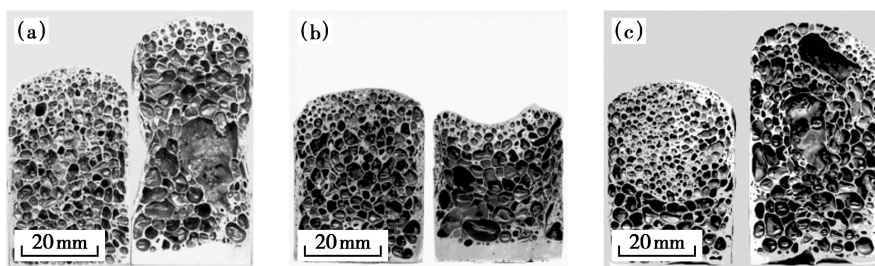


图 6 不同压制方式条件下先驱体发泡后泡孔结构

Fig. 6 Cell structures of foamed samples by different compaction methods

(a) —冷压；(b) —热压；(c) —冷压后 450 + 1 h 烧结。

发泡温度：800；发泡时间：120 s (a, b 和 c 图左侧样品) 和 160 s (a, b 和 c 图右侧样品)。

3 结 论

1) 对不同压制压强下前驱体上端面硬度值的研究发现,200 MPa 压制压强下表现出来的布氏硬度值要明显小于 400 和 600 MPa 的值,而且发泡后泡沫体泡孔结构不均匀,侧壁出现了实铝层。

2) 通过粉末混合物 400 MPa 下的冷压、热压和 450 + 1 h 的烧结处理实验发现,450 + 1 h 的烧结工艺有效减少了前驱体中的宏观和微观缺陷,但是在泡孔结构和演变规律上三者没有明显区别。

3) 对于采用商业纯铝粉制备的泡沫铝材料而言,在模具内壁充分润滑的条件下,400 MPa 的单轴向冷压缩就能满足实验要求,这大大降低了能量消耗,简化了前驱体的制备工艺,节约了制造成本。

参考文献:

- [1] Banhart J. Metal foams: production and stability[J]. *Adv Eng Mater*, 2006,8(9):781 - 794.
- [2] 魏丽,姚广春,张晓明,等.粉末冶金法制备泡沫铝材料[J].东北大学学报:自然科学版,2003,24(11):1701 - 1704.
(Wei Li, Yao Guang-chun, Zhang Xiao-ming, et al. Preparation of foam aluminium by powder metallurgy process [J]. *Journal of Northeastern University: Natural Science*, 2003,24(11):1701 - 1704.)
- [3] Schwingel D, Seeliger H W, Vecchionacci C, et al. Aluminium foam sandwich structures for space applications [J]. *Acta Astronaut*, 2007,61:326 - 330.
- [4] Banhart J. Aluminium foams for lighter vehicles[J]. *Int J Vehicle Design*, 2005,37:114 - 125.
- [5] Kennedy A R, Asavavisithchai S. Effect of ceramic particle additions on foam expansion and stability in compacted Al-TiH₂ powder precursors[J]. *Adv Eng Mater*, 2004,6(6):400 - 402.
- [6] Baumgärtner F, Duarte I, Banhart J. Industrialization of powder compact foaming process [J]. *Adv Eng Mater*, 2000,2(4):168 - 174.
- [7] Kennedy A R. Effect of compaction density on foamability of Al-TiH₂ powder compacts [J]. *Powder Metall*, 2002,45(1):75 - 79.
- [8] Bonaccorsi L, Proverbio E. Powder compaction effect on foaming behavior of uni-axial pressed PM precursors [J]. *Adv Eng Mater*, 2006,8(9):864 - 869.
- [9] Asavavisithchai S, Kennedy A R. The effect of compaction method on the expansion and stability of aluminium foams [J]. *Adv Eng Mater*, 2006,8(9):810 - 815.
- [10] 黄培云.粉末冶金原理[M].北京:冶金工业出版社,2004:204 - 205.
(Huang Pei-yun. Powder metallurgy principle[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2004:204 - 205.)
- [11] Lumley R N, Sercombe T B, Schaffer G B. Surface oxide and the role of magnesium during the sintering of aluminum [J]. *Metall Mater Trans A*, 1999,30(2):457 - 463.
- [4] Hillenbrand H G, Liessem A, Biermann K, et al. Development of high strength pipelines strength material and pipe production technology for grade X120 line pipe[C] International Pipeline Conference. Calgary: ASME, 2004:4 - 8.
- [5] 范玉然,刘宇,李焯铮,等. X100 高强度管线钢冲击韧性分析[J]. 科学技术与工程, 2008,24(8):6468 - 6472.
(Fan Yu-ran, Liu Yu, Li Ye-zheng, et al. Impact toughness analysis of X100 high strength pipeline steel [J]. *Science Technology and Engineering*, 2008,24(8):6468 - 6472.)
- [6] Yang Z, Kim C B, Feng Y R, et al. Abnormal fracture appearance in drop-weight tear test specimens of pipeline steel [J]. *Materials Science and Engineering A*, 2007,483/484(15):1 - 3.
- [7] 杨政,郭万林,董惠茹,等. X70 管线钢冲击韧性实验研究[J]. 金属学报, 2003,39(2):159 - 163.
(Yang zheng, Guo Wan-lin, Dong Hui-ru, et al. The Charpy notch impact test of X70 pipeline steels [J]. *Acta Metallurgica Sinica*, 2003,39(2):159 - 163.)
- [8] 高彩茹,李洪斌,刘相华,等. 400 MPa 级超级钢的脆性转变温度[J]. 东北大学学报:自然科学版, 2003,24(11):1057 - 1060.
(Gao Cai-ru, Li Hong-bin, Liu Xiang-hua, et al. Brittle transition temperature of 400 MPa supersteel [J]. *Journal of Northeastern University: Natural Science*, 2003,24(11):1057 - 1060.)
- [9] Shin S Y, Hwang B, Lee S, et al. Correlation of microstructure and Charpy impact properties in API X70 and X80 line-pipe steels[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2007,458:281 - 289.
- [10] Shin S Y, Hwang B, Kimb S, et al. Fracture toughness analysis in transition temperature region of API X70 pipeline steels[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2006,429:196 - 204.

(上接第 388 页)

- [4] Hillenbrand H G, Liessem A, Biermann K, et al. Development of high strength pipelines strength material and pipe production technology for grade X120 line pipe[C] International Pipeline Conference. Calgary: ASME, 2004:4 - 8.
- [5] 范玉然,刘宇,李焯铮,等. X100 高强度管线钢冲击韧性分析[J]. 科学技术与工程, 2008,24(8):6468 - 6472.
(Fan Yu-ran, Liu Yu, Li Ye-zheng, et al. Impact toughness analysis of X100 high strength pipeline steel [J]. *Science Technology and Engineering*, 2008,24(8):6468 - 6472.)
- [6] Yang Z, Kim C B, Feng Y R, et al. Abnormal fracture appearance in drop-weight tear test specimens of pipeline steel [J]. *Materials Science and Engineering A*, 2007,483/484(15):1 - 3.
- [7] 杨政,郭万林,董惠茹,等. X70 管线钢冲击韧性实验研究[J]. 金属学报, 2003,39(2):159 - 163.
(Yang zheng, Guo Wan-lin, Dong Hui-ru, et al. The Charpy notch impact test of X70 pipeline steels [J]. *Acta Metallurgica Sinica*, 2003,39(2):159 - 163.)
- [8] 高彩茹,李洪斌,刘相华,等. 400 MPa 级超级钢的脆性转变温度[J]. 东北大学学报:自然科学版, 2003,24(11):1057 - 1060.
(Gao Cai-ru, Li Hong-bin, Liu Xiang-hua, et al. Brittle transition temperature of 400 MPa supersteel [J]. *Journal of Northeastern University: Natural Science*, 2003,24(11):1057 - 1060.)
- [9] Shin S Y, Hwang B, Lee S, et al. Correlation of microstructure and Charpy impact properties in API X70 and X80 line-pipe steels[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2007,458:281 - 289.
- [10] Shin S Y, Hwang B, Kimb S, et al. Fracture toughness analysis in transition temperature region of API X70 pipeline steels[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2006,429:196 - 204.