

粉末冶金泡沫 Al-Si-Cu 发泡过程的微观结构演变

丁宇升¹, 高坤元², 王华东¹, 宋鹏¹, 陈明¹, 梁岳莹¹, 彭海春¹

(1. 航天特种材料及工艺技术研究所, 北京 100074)

(2. 北京工业大学 材料与制造学部 工业大数据应用技术国家工程实验室, 北京 100124)

摘要: 采用扫描电镜和能谱分析了泡沫 Al-Si-Cu 合金发泡过程的微观结构演变。将 Al 粉、Cu 粉、Si 粉按照 89:6:5 (质量比)混粉,并添加发泡剂 2%TiH₂(质量分数)和增稠剂 1.5%MnO₂(质量分数),经过 500 °C 热压后,泡沫铝可在 640 °C/12~20 min 发泡。微观结构分析显示,发泡前泡沫铝呈现球形的 Si、Al₂Cu、块状 TiH₂ 和扁片状 MnO₂ 相,发泡后泡沫铝孔壁内存在 3 类析出相:晶内细小的 Si、Al₂Cu 颗粒;晶界粗大离异共晶 Si、Al₂Cu 相;随机分布的块状 Al-Mn 相、MnO₂ 相和球形富 Ti 相。其中富 Ti 相是由 TiH₂ 分解 H₂ 后,与铝液反应产生的,具有 2 种不同的类型。2 类析出相心部都为 Ti 颗粒,第 1 类内壳为 $\tau_2(\text{Al}_{14}\text{Ti}_{33}\text{Si}_{53})$ 相薄层,外壳呈现枝晶形貌的 $\tau_1(\text{Al}_{20}\text{Ti}_{32}\text{Si}_{48})$ 和 τ_2 相;第 2 类外部为块状交替分布的 τ_1 和 (Al, Si)₃Ti 相。第 1 类富 Ti 相的 Si 成分明显高于第 2 类,可能是 2 类富 Ti 相分别形成于铝液中的富 Si 和贫 Si 区造成的。对泡沫铝发泡过程微观结构的分析有助于设计高性能可强化的泡沫铝。

关键词: 泡沫铝; 发泡; 微观结构; 析出相

中图分类号: TB383 文献标识码: A 文章编号: 1002-185X(2021)06-2134-10

泡沫铝作为一种轻质多孔材料,具有低密度,高比强度,较好的吸能、减振、电磁屏蔽等优势,在航空、航天、高铁、汽车制造等领域具有广泛的应用前景^[1]。泡沫铝的力学性能不仅受孔点阵结构、孔隙均匀性影响^[2],还受泡沫铝本身的成分和微观结构影响^[3,4]。目前有大量报道研究材料孔隙率与力学性能的定量关系^[5-12],并通过材料成分、发泡剂、增稠剂的含量以及退火工艺的精细设计优化,得到了孔隙均匀、力学性能稳定的泡沫铝材料^[13,6,13]。但是,对于微观结构特别是实体铝合金中通常涉及的析出相对泡沫铝力学性能的影响,目前研究相对较少^[4,11,14-16]。

在有限的泡沫铝中析出相的研究显示,Al-7Si% (质量分数)泡沫铝^[14]在发泡前基体存在球状 Si 和 TiH₂ 颗粒,发泡后形成沿晶界析出的共晶 Si。这些一次相在铝合金中,作为降低延伸率的有害相,没有通过均匀化退火消除或球化。进而在 AA6061 泡沫铝中进行了时效强化的设计^[4,15],合金时效态的硬度、强度和能量吸收能力都具有显著的提高,显示出了泡沫铝时效强化的潜力。但是泡沫铝的相邻位置的硬度 (HV) 有着明显的波动 (超过 400 MPa),已经远超过 6XXX 系铝合金时效态的波动范围,推测其原因可能是均匀化退火和时效退火是参考铝合金设计的,工艺并不完

全匹配泡沫铝。因此,需要基于泡沫铝铸态组织本身的微观结构特点进行设计。另外,TiH₂ 是泡沫铝中最常用的发泡剂^[17],发泡时分解 H₂ 后,形成的 Ti 颗粒可以和铝液反应^[18]。而 Ti 是铝合金中有效的微合金元素,不仅在凝固过程中发生包晶反应产生晶粒细化剂 Al₃Ti^[19-21],还可以在退火中产生弥散 Al₃Ti 二次相^[22,23],从而产生时效强化效果。Ti 元素能否和铝液反应,从而起到在实体铝中类似的作用,也值得研究。总之,要想从析出相的角度设计并提高泡沫铝的性能,对泡沫铝发泡过程的微观结构分析是前提条件。

本研究选用一种粉末冶金法常用的 Al-6Si-5Cu (质量分数,%) 泡沫铝。这种成分的泡沫铝不仅可以单独发泡使用,由于熔点远低于常用的铝合金还可作为三明治泡沫铝板的心材,实现皮材与心材的一体化发泡。首先,探究粉末冶金法制备的 Al-6Si-5Cu 泡沫铝发泡过程中孔的产生过程;然后对发泡前和发泡后典型孔径状态的样品,进行微观结构观察,探究其发泡过程中析出相的变化,重点关注一次相和 Ti 元素在泡沫铝中的存在形式;最后分别分析发泡过程中熔化、起泡和凝固过程的微观结构演变。

1 实验

收稿日期: 2020-06-15

基金项目: 国家自然科学基金 (51671005); 北京市自然科学基金项目 (2202009)

作者简介: 丁宇升,男,1990 年生,博士,航天特种材料及工艺技术研究所,北京 100074,电话: 010-88536942, E-mail: 1025135757@qq.com

采用纯度 >99.9% 的 Al 粉、Cu 粉、Si 粉按照质量比 89:6:5 进行配料,并添加发泡剂粉 2% TiH₂ 和增稠剂粉 1.5% MnO₂。其中, Si 粉粒度 ≤ 38 μm,其余粉体粒度均为 ≤ 48 μm。机械混粉 30 min 后采用 RYJ-600ZG 型热压机,在 500 °C/100 MPa 热压 3 h,然后将样品进行 480 °C/2 d 的退火。将退火后的样品切成 10 mm×8 mm×8 mm 的长方体后放入氧化铝坩埚内在 640 °C 进行发泡。在发泡过程中采用热电偶测量样品表面温度,发泡后将样品夹出炉子,空气中冷却。

将发泡后的样品进行厚度测量,采用游标卡尺,选择最高点到底面的距离为样品厚度。对典型样品的截面进行拍照,采用 Photoshop 增大图像的对比度后,使用 Smileview 软件识别孔所占的面积分数,定为泡沫铝的孔隙率。孔所占的面积分数 δ ,根据公式 $\delta = S_p/S_t \times 100\%$ 计算,其中 S_p 和 S_t 分别是孔隙面积和泡沫铝区域总面积。将孔假设为圆形,基于每个孔的面积计算当量圆直径,其平均值定为泡沫铝的孔径。对发泡前后的样品进行扫描电镜 (SEM) 观察和 X 射线能谱 (EDS) 分析。SEM 的样品经 2000# 砂纸磨光和机械抛光后,在 FEI Helios 4000i 场发射扫描电镜下进行观察。EDS 分析采用牛津 Xplore 30 能谱探测器测试。

2 结果与讨论

2.1 泡沫铝的发泡过程气泡演变

图 1 给出了泡沫铝 640 °C 发泡过程样品表面温度和样品厚度随退火时间的变化曲线。从图中可以看出,样品在退火约 5 min 时,达到固相线 T_S (522 °C),开始熔化,当达到 10 min 时,超过液相线 T_L (607 °C),但是此时样品没有明显起泡。超过 12 min 后,样品厚

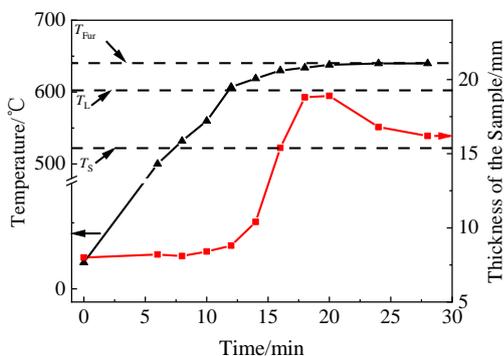


图 1 泡沫铝 640 °C 发泡过程样品表面温度和厚度随退火时间的变化曲线

Fig.1 Variation of temperature and thickness of the Al foam sample with the annealing time at 640 °C

度开始增加,并随退火时间延长快速增加。泡沫铝没有在熔化过程中起泡的原因是测量温度为表面温度,内部的熔化过程晚于表面。当退火时间达到 18~20 min 时样品厚度达到最大值,进一步延长退火时间样品厚度开始下降。

选择样品厚度快速增加的 640 °C/16 min 和最大厚度的 640 °C/20 min 进行截面的观察,照片如图 2 所示。640 °C/16 min 的样品孔径为 1.3 ± 0.4 mm,孔隙率为 72%,孔径较为均匀,孔基本为球型。由于该状态样品的厚度还在增加中,气体没有释放完全,此时样品处于“欠发泡状态”。640 °C/20 min 的样品孔径为 2.9 ± 1.6 mm,孔隙率为 84%,该状态孔径明显更大,且孔径变得不均,局部出现大孔,有些大孔的边界从圆弧形变为多边形,说明孔已经发生明显的合并、粗化。由于该状态样品厚度最厚,样品内含气量最多,称该状态为“峰发泡状态”。

2.2 发泡前样品的 SEM 和 EDS 分析

对发泡前的样品进行 SEM 观察和 EDS 分析,其结果如图 3 所示。其中图 3a 为 SEM 背散射电子 (BSE) 照片,对图 3a 中的析出相和基体进行 EDS 点扫和区域面扫,对应面扫 EDS 峰位标定,点扫和面扫的结果如图 3b 和 3c 所示。图 3a 中的球形相、块状相、扁片相通过 EDS 的点扫 (点 2~4),分别标定为 Al₂Cu 相、TiH₂ 相和 MnO₂ 相 (其中点 3 中 EDS 测量结果为 Ti,但是由于 EDS 无法测量 H,之前的工艺中没有 H₂ 产生,因此推测为 TiH₂ 相)。除此之外 EDS 的结果还显示了细小的球形 Si 相 (图 3c 中点 5)。这些 Si 相在 BSE 几乎观察不到,是由于 Si 与基体原子系数差别很小,BSE 衬度不明显。基体的成分也在图 3a 中点 1 测出,Cu 和 Si 分别为 1.1% 和 0.8% (原子分数) (见图 3b),成分接近于扩散退火温度 470 °C 的 Cu 和 Si 平衡溶解度,表明 Cu 和 Si 已经扩散至基体。总之,发泡前驱体基本密实,无明显微观缺陷,包含球形的 Si 相和 Al₂Cu 相、块状 TiH₂ 相及扁片 MnO₂ 相。

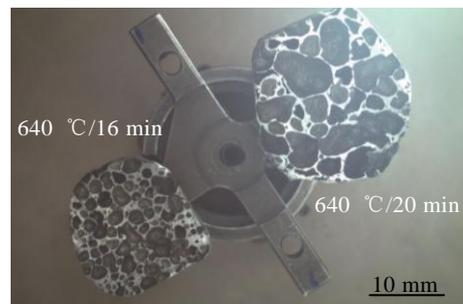


图 2 泡沫铝 640 °C/16 min 和 640 °C/20 min 发泡的截面照片

Fig.2 Section images of samples annealed at 640 °C for 16 and 20 min

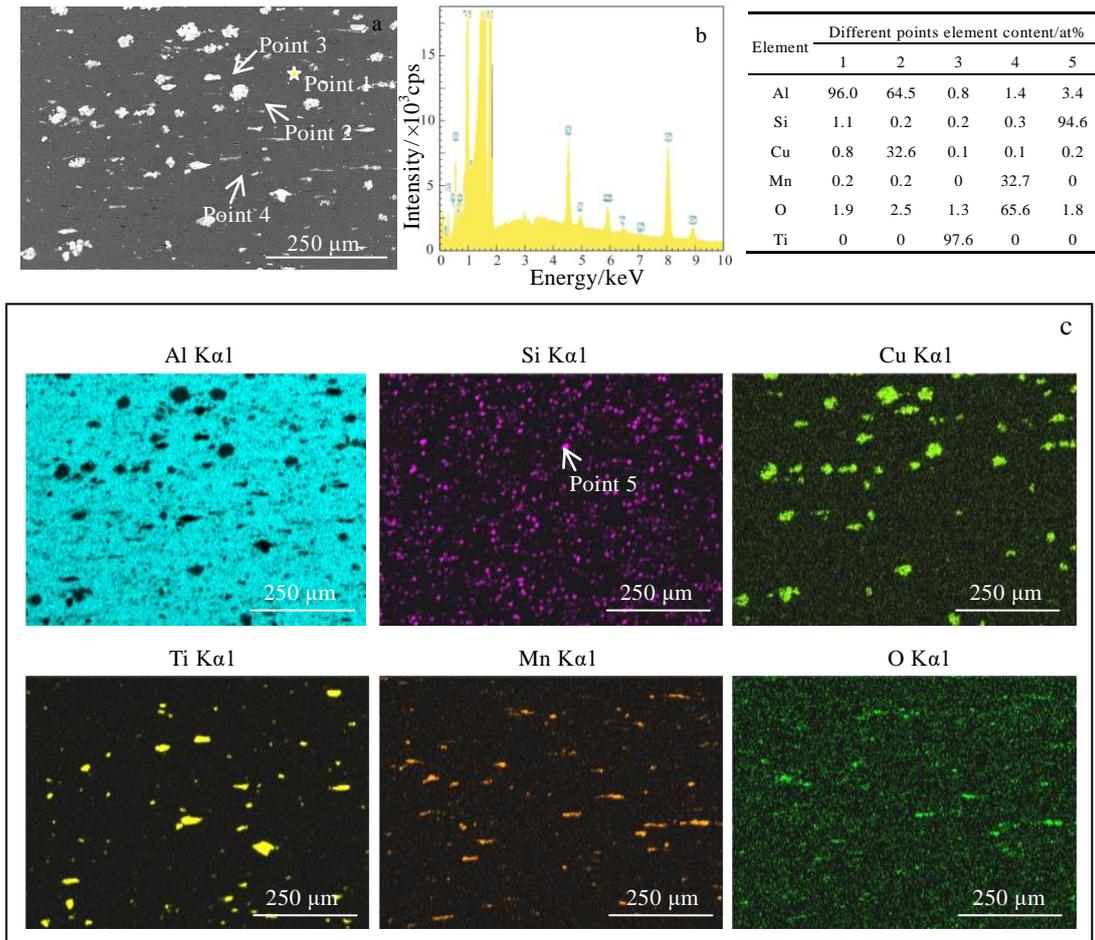


图 3 泡沫铝前躯体的 SEM-BSE 照片、EDS 能谱、图 3a 中不同位置的 EDS 成分及 EDS 元素面扫描

Fig.3 SEM-BSE image (a), EDS spectrum corresponding to Fig.3a (b), and EDS element mapping of the sample before foaming (c)

2.3 发泡后样品的 SEM 和 EDS 分析

将欠发泡 (640 °C/16 min) 和峰发泡 (640 °C/20 min) 的样品机械抛光后进行 SEM 观察。其中峰发泡样品的低倍 SEM 二次电子 (SE) 照片如图 4 所示, 峰发泡的样品孔壁厚度并不均匀, 最薄处厚度可达 50 μm, 较厚处超过 800 μm。在孔壁内, 发现了少量直径 30~200 μm 尺寸的球形小孔, 用白色箭头标出。这表

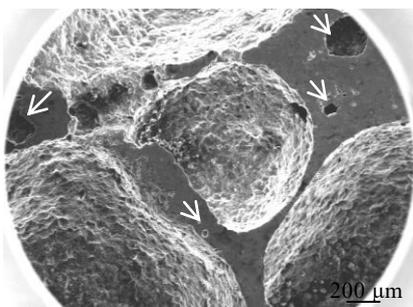


图 4 峰发泡样品的 SEM-SE 照片

Fig.4 SEM-SE image of peak foaming sample

明即使是在孔明显粗化的峰发泡状态, 孔壁内依旧稀疏存在着少量的细小微米孔。

对欠发泡和峰发泡孔壁内进行 SEM-BSE 观察和 EDS 分析, 结果显示析出相的种类和形貌较为类似, 这里给出峰发泡的 SEM-BSE 照片和 EDS 分析, 如图 5 和图 6 所示。从图 5a、5b 的低倍 SEM-BSE 照片、EDS 元素分析结果和 EDS 面扫描中可以看出超过 10 μm 的大尺寸的析出相包含晶界的共晶 Al₂Cu 相 (点 2)、Si 相 (点 3), 随机分布的 MnO₂ 相 (点 4) 和富 Ti 相。除此之外还存在少量分布的菱形相, 在图中白框所示。对白框内菱形相和周围基体进行高倍 SEM 观察和 EDS 成分分析及 EDS 元素面扫描分析, 如图 6 所示。根据图 6b EDS 元素面扫描分析可知, 菱形相为 Al₆Mn 相, 周围的基体内还存在 3~5 μm 的 Si 颗粒和 1~3 μm 的 Al₂Cu 相。

值得注意的是, 富 Ti 相呈现明显的核壳结构的特点, 其放大的 SEM-BSE 照片如图 7 所示, 呈现 2 种形貌的特点。第 2 类富 Ti 相心部为块状或球状白亮相,

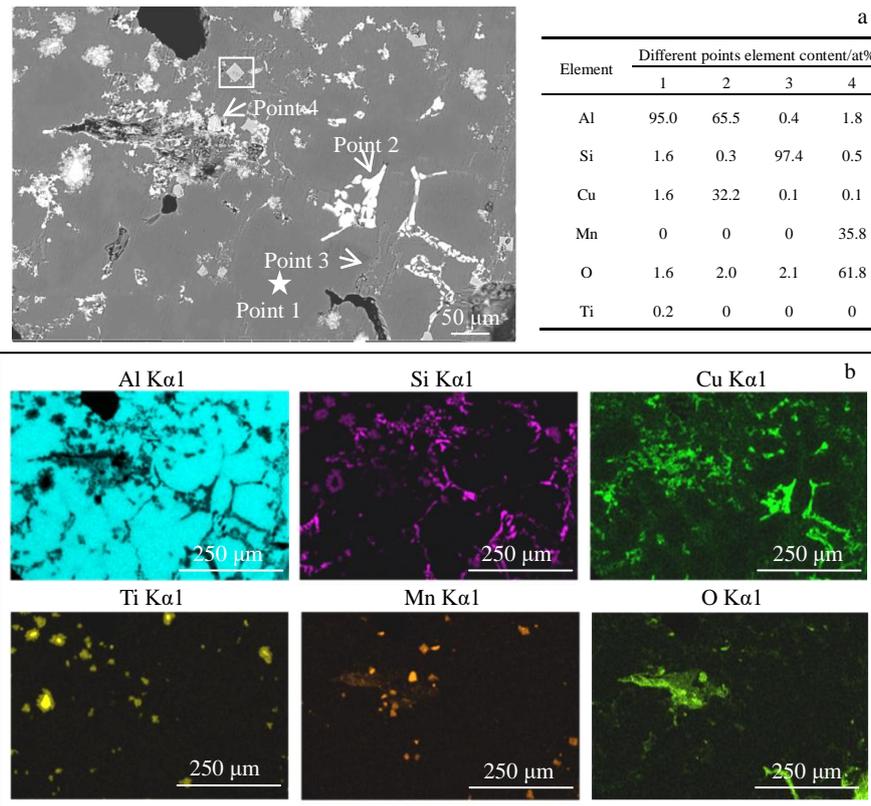


图 5 峰发泡样品的 SEM-BSE 照片和 EDS 分析结果及 EDS 元素面扫描

Fig.5 SEM-BSE image and EDS analysis results (a); EDS element mapping (b) of peak foaming sample

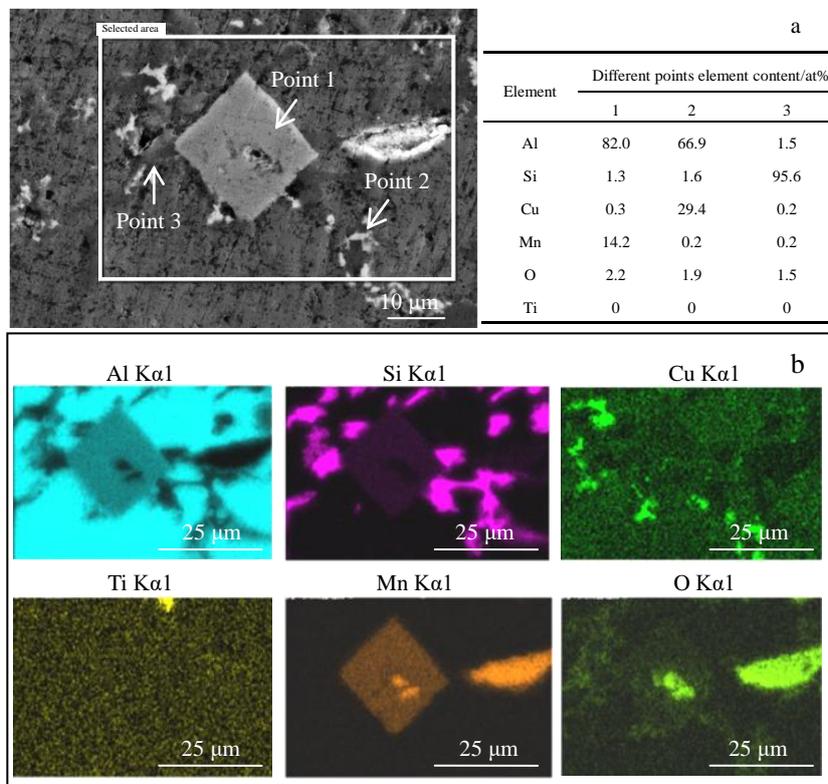


图 6 图 5a 中白框区域的峰发泡样品的 SEM 放大照片和 EDS 分析结果及 EDS 元素面扫描

Fig.6 SEM image enlarged from the white rectangle of Fig.5a and EDS analysis results (a); EDS element mapping (b) of peak foaming sample

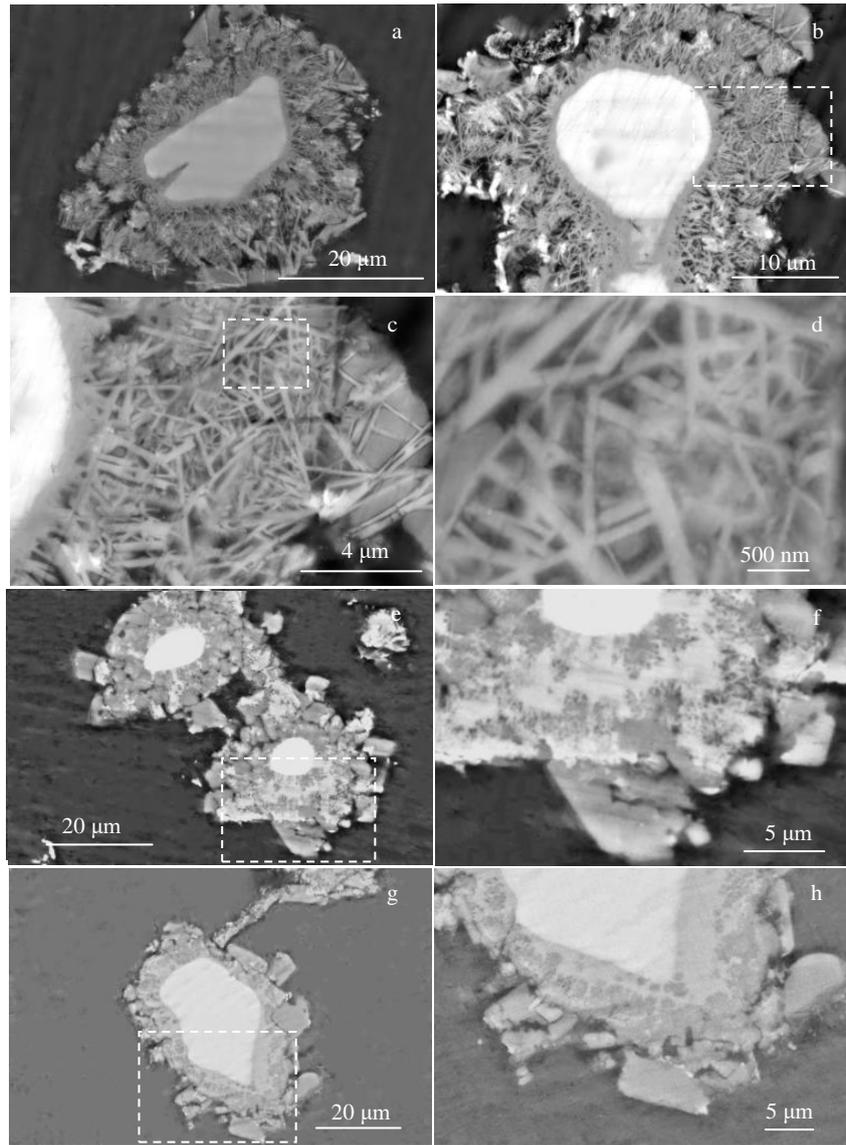


图 7 2 种类型的富 Ti 相的 SEM-BSE 照片

Fig.7 SEM-BSE images of two kinds of Ti-rich particles in the under foaming sample (a, e, f) and the peak foaming sample(b, c, d, g, h): (a, b) dendrite type particles; (c, d) local enlarged image from white rectangle of Fig.7b and 7c; (e, g) lump type particles; (f, h) local enlarged image from white rectangle of Fig.7e and 7g

其外部包裹着一层约 1 μm 厚的浅色相，在外侧呈现厚度约 10 μm 的枝晶形貌，如图 7a 和 7b 所示。图 7b 中枝晶区的放大图如图 7c 和 7d 所示，枝晶区呈现棒状形貌，长度 1~4 μm，宽度 100~200 nm。称这类析出相为“枝晶型”富 Ti 相。对这类析出相的 EDS 元素面扫描和线扫描如图 8 所示。由图 8b 的 EDS 面扫描显示富 Ti 相心部以 Ti 为主，内壳富含 Ti 和 Si，枝晶区域的枝晶内和枝晶间的成分有所区别，枝晶内 Si 含量明显高于枝晶间，Al 含量明显低于枝晶间。富 Cu 相位于富 Ti 相的外侧，是由于 Al-Ti-Si 相的形成将基体中 Cu 元素排到外围的铝液中造成的。图 8d 中的 EDS 线扫描显示，析出相心部

为 Ti，内壳的成分约为 $\tau_2(\text{Al}_{14}\text{Ti}_{33}\text{Si}_{53})$ 接近于报道中 700 °C 形成的 $\tau_2(\text{Al}_{8-15}\text{Ti}_{30-33}\text{Si}_{55-62})$ 相的成分区间的下限^[24,25]。在外侧枝晶区，析出相成分波动从枝晶内的 $\tau_2(\text{Al}_{14}\text{Ti}_{33}\text{Si}_{53})$ 到枝晶间的 $\tau_1(\text{Al}_{20}\text{Ti}_{32}\text{Si}_{48})$ 和 τ_2 相，分别对应 τ_2 和 $\tau_1(\text{Al}_{15-19}\text{Ti}_{32-33}\text{Si}_{48-52})$ 相^[24,26]。进入基体区后 Ti 的含量依旧超过 0.5%，表明部分的 Ti 经过扩散已经进入铝基体中。总之，该类富 Ti 相从心部到表面依次为金属 Ti、 τ_2 相薄层、枝晶形貌的 τ_1 和 τ_2 相、部分区域富 Cu 相、铝基体。

第 2 类富 Ti 相心部为块状或球状白亮相，外壳为 2 种交替分布的析出相 τ_1 和 $(\text{Al, Si})_3\text{Ti}$ 相，如图 7e~7h 所示，

将这类析出相称为“块状型”富 Ti 相。对图 7e 的析出相进行 EDS 面扫描、线扫描和点扫描分析, 结果如图 9 所示。基于图 9a 的点扫结果, 图 9b 的面扫结果, 和图 9c 的点扫描结果可知, 心部白亮相为 Ti, 外侧块状区域的较亮的相为 τ_1 相, 较暗相成分比例 (Al+Si):Ti \approx 3.1:1, 其中 Si 含量为 13.4%(原子分数)。Ding 等人在 700 °C 通过试验获得 Al-Ti-Si 三元相成分和结构分析^[20], 其中包含 Al_3Ti 相, Al:Ti=3:1 而 Si 在 Al_3Ti 相中的溶解度为 13.6%, Si 占据 Al 的位置, 即形成 (Al, Si) $_3$ Ti 相。因此, 可以推测 SEM 较暗相为 (Al, Si) $_3$ Ti 相^[27]。而富 Cu 相也在这类富 Ti 相的周围观察到。总之, 该类富 Ti 相从心部到表面依次为金属 Ti、块状交替分布的 τ_1 和 (Al, Si) $_3$ Ti 相、部分区域富 Cu 相、铝基体。

富 Ti 相是由 TiH_2 释放 H_2 后剩余的金属 Ti 与铝液反应产生的。2 类富 Ti 相都具有心部未反应完全剩余的 Ti 心, 中间区域反应生成的 Al-Ti-Si 相, 和最外侧的富 Cu 相。2 类富 Ti 相的主要区别是形成的 Al-Ti-Si 相的种类和形貌有所区别。枝晶型析出相包括 τ_2 内层和 τ_2 、 τ_1 相

的枝晶外层, 块状型析出相为块状 τ_1 和 (Al, Si) $_3$ Ti 相。

从成分上分析产生的 3 种析出相, τ_2 、 τ_1 和 (Al, Si) $_3$ Ti 相中 Si 含量有明显差别, 分别为 53.48% 和 13.4%(原子分数)。也就是说, τ_2 、 τ_1 相组成的枝晶型富 Ti 相的 Si 含量明显高于 τ_1 和 (Al, Si) $_3$ Ti 组成的块状型富 Ti 相。在 Ti 和 Si 含量仅为 5.7% 的铝液中反应生成的析出相中, Si 的成分均远高于基体成分, 一方面说明富 Si 的 τ_2 和 τ_1 相在 Al-Ti 体系中比 Al-Ti 二元相更容易形成。另一方面, 析出相需要不断消耗铝液中的 Si 生长。基于发泡前的微观分析, Si 含量在铝中分布并不均匀, 由直径约 15 μm 的 Si 球和 Si 含量 1.1% 的铝固溶体组成。Duarte 等人采用 Al-7Si(质量分数, %)合金粉和发泡剂混合后压实发泡后微观结构分析发现^[14], Si 在熔化后的铝液中短时间内没有完全的均匀分布, 只有经历了 714 °C/50 min 后 Si 在铝里才完全均匀。在本试验体系中, 选用的原材料是 Al 粉和 Si 粉, Si 颗粒的尺寸更大, 熔化后更难均匀; 发泡过程铝液温度为 640 °C, 仅比液相线高 33 °C, Al-Ti-Si 相的产生时间也比较短。因此, 可以推测在析

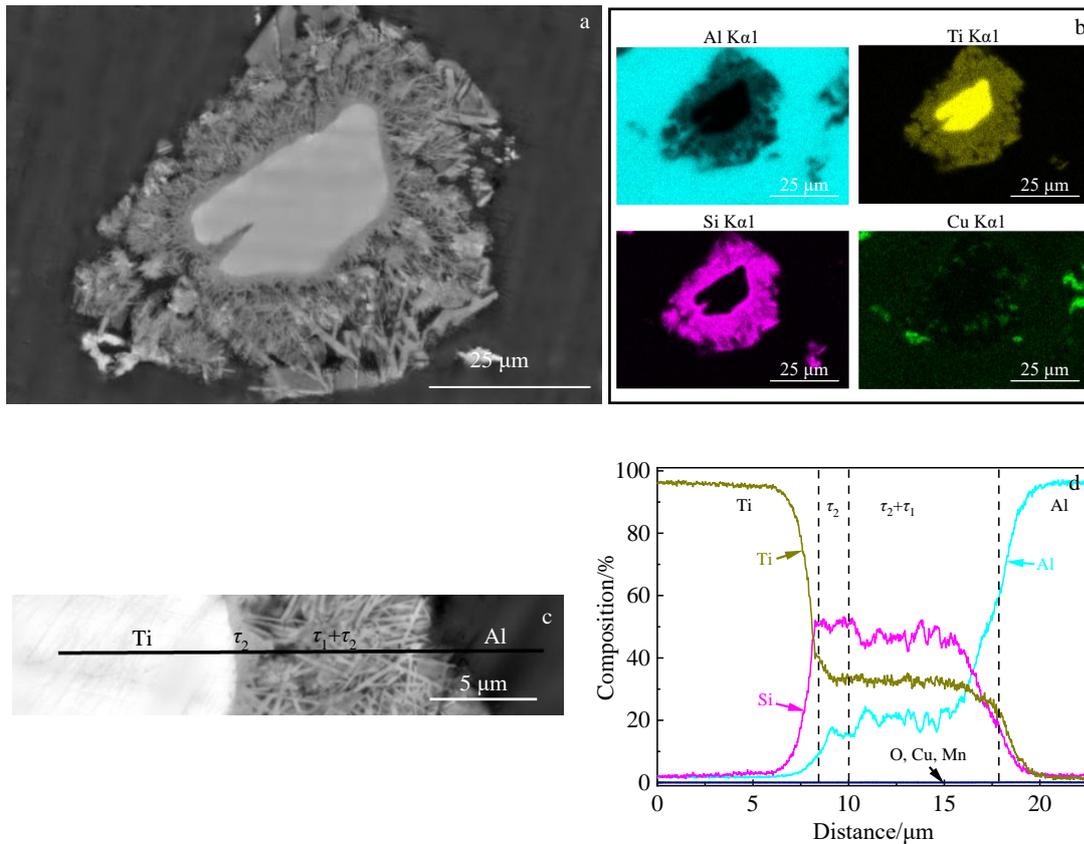


图 8 枝晶型富 Ti 相的 SEM 像和 EDS 面扫描及线扫描分析

Fig.8 SEM images and EDS analysis of dendrite type particles: (a, c) SEM-BSE images; (b) EDS element mapping of Fig.8a; (d) EDS element line scanning along line marked in Fig.8c

出相产生前铝液中的 Si 没有均匀分布。在 Si 富集区更容易形成 Si 含量更高的枝晶型富 Ti 相。在 Si 贫瘠区更容易形成 Si 含量较低的块状型富 Ti 相，这可能是 Ti 周围产生 2 类析出相的原因。

2.4 发泡过程微观结构演变

基于泡沫铝的发泡过程的分析 and 发泡前后微观结构

的观察, 分析了发泡过程的析出相的演变, 如图 10 所示。其中图 10a 是以峰发泡样品为例的升温降温曲线, 将曲线和析出相变化相关联的部分分为熔化段、发泡段、铝液凝固段和共晶凝固段, 在图中分别用 A~D 标出。基于 JmatPro 软件, 计算了 Al-6Si-5Cu(质量分数, %)合金不同温度的平衡析出相含量, 用于分析熔化和凝固过程的

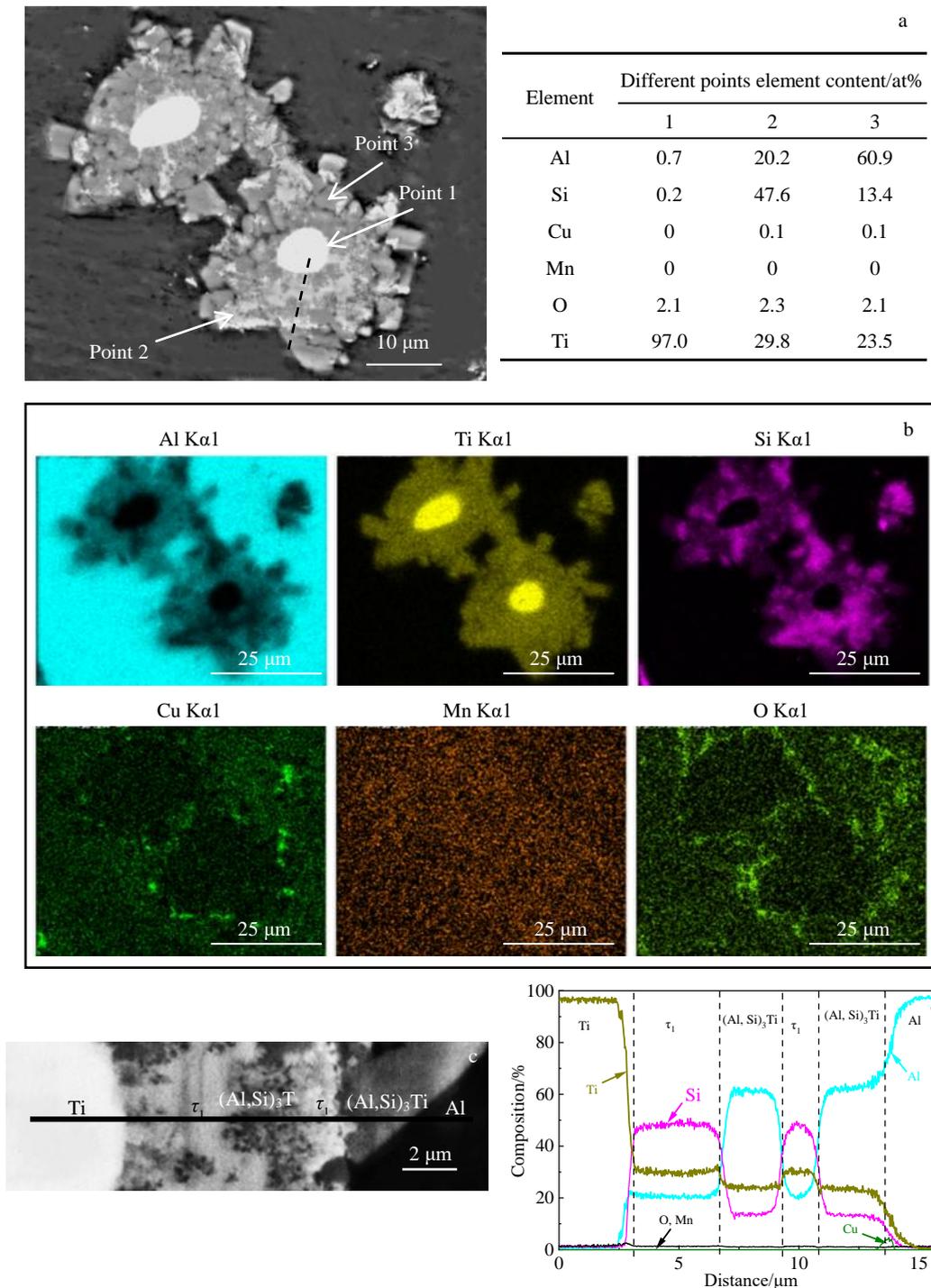


图 9 块状型富 Ti 相的 SEM 照片和 EDS 面扫描及线扫描分析

Fig.9 SEM images and EDS analysis of lump type particles: (a) SEM-BSE image and EDS analysis results of different points; (b) EDS element mapping of the different points marked in Fig.9a; (c) local enlarged image of the dash line region of Fig.9a; (d) EDS element line scanning along line marked in Fig.9d

析出相, 如图 10b 所示。析出相的演变过程的示意图如图 10c~10h 所示。其中图 10c 和 10h 是根据 2.2 和 2.3 节的 SEM 观察得出的发泡前后样品的微观结构。发泡前包含球形的 Si、Al₂Cu 相、块状 TiH₂ 相和扁片 MnO₂ 相, 发泡后包含晶内细小 Si、Al₂Cu 颗粒; 晶界 Si、Al₂Cu 相, 以及 MnO₂ 相和 2 类富 Ti 相。发泡的中间过程图 10d~10g 通过温度曲线和相含量的计算推得。其中图 10c 和 10d 是样品熔化前后的微观结构示意图, 显示了 A 段熔化过程的微观结构变化, 主要包括铝的熔化和 Al₂Cu 和 Si 相的溶解, 即 $Al(s)+Si+Al_2Cu \rightarrow Al-Si-Cu(l)$ 。在熔

化初期, 由于扩散不及时, 在较小区域内, 原始 Si 颗粒和周围铝基体存在 Si 含量的差别; 在较大区域内, 由于 Si 颗粒的分布不均, 也会出现 Si 含量的区域差别, 将铝液的 Si 富集区和贫瘠区, 也在图 10d 中示意性地标出。

熔化后的 B 区间首先发生的是 TiH₂ 的分解形成 Ti 颗粒, 即 $TiH_2 \rightarrow Ti+H_2 \uparrow$, 如图 10e 所示。随着 H₂ 产生、合并和转移, Ti 颗粒与铝液接触, 和铝液反应生成 Al-Ti-Si 相。其中富 Si 区产生枝晶型析出相, 反应过程首先发生 $Ti+Al-Si-Cu(l) \rightarrow \tau_2+Al-Cu(l)$, 形成内部薄层的 τ_2 相; 随着铝液中 Si 含量降低, 反应变为

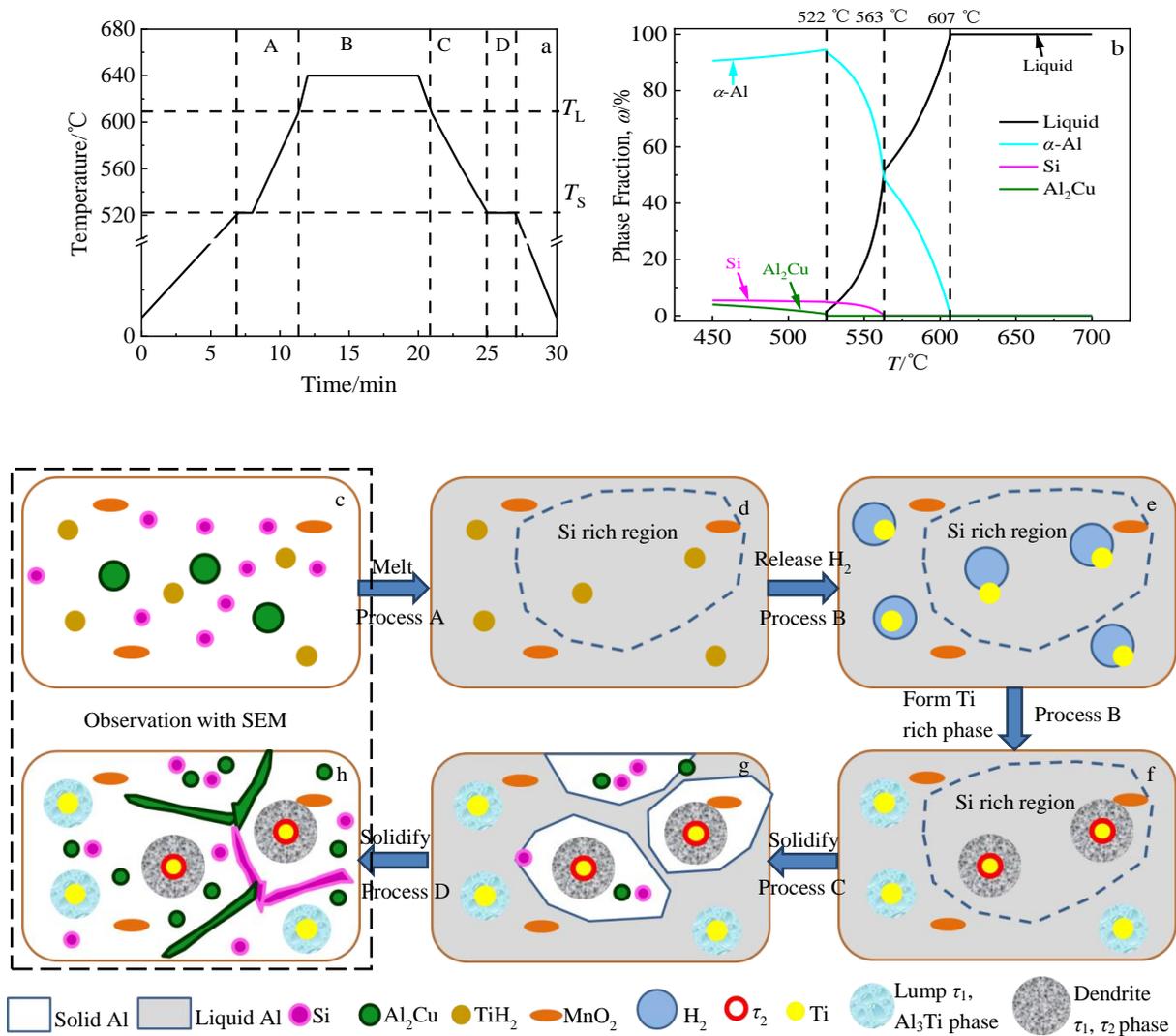


图 10 发泡过程样品温度变化曲线、Al-6Si-5Cu 合金相含量随温度变化曲线及发泡过程微观结构演变示意图

Fig.10 Microstructure evolution analysis of the foaming process: (a) temperature as the function of annealing time; (b) equilibrium phase fraction as the function of temperature of Al-6Si-5Cu(wt%); (c~h) schematic diagrams of microstructure evolution upon foaming process; (c) before foaming; (d) after melting; (e) dissolution of TiH₂; (f) formation of two types of Ti rich particles; (g) formation of Si and Al₂Cu particles in the early stage of solidification; (h) formation of grain boundary Si and Al₂Cu in the later stage of solidification

Ti+Al-Si-Cu(L)→ τ_2 + τ_1 +Al-Cu(l), 形成 τ_2 + τ_1 枝晶外层。贫 Si 区产生块状型析出相, 反应过程为 Ti+Al-Si-Cu(l)→ τ_1 +(Al, Si)₃Ti+Al-Cu(l), 如图 10f 所示。空冷降温低于液相线后, 开始进入 C 区间, 凝固阶段主要为晶内的 α -Al 形成的过程, 同时伴有 Al₂Cu 和 Si 的析出, 如图 10g 所示。这些析出相包括基于图 10b 推算的平衡 Si 颗粒, 还包括非平衡凝固条件下, 固液界面前端(或枝晶间)浓度超过固态铝中的最大固溶度, 从而析出的 Al₂Cu 和 Si 相。

当进入凝固的最后阶段 D 区间时, 晶界处富 Cu 富 Si 的铝液发生离异共晶, 形成粗大的晶界 Si 和 Al₂Cu 相。如图 10h 所示。

最终发泡后的泡沫铝的微观结构包含原始 MnO₂ 相, 熔化后和铝液反应形成的枝晶型和块状型球形富 Ti 相, 凝固前期晶内产生的细小 Si、Al₂Cu 颗粒, 凝固最后阶段晶界共晶 Si、Al₂Cu 相。

为了后续提高泡沫铝的力学性能, 这些对延伸率有害的晶界粗大 Si 相和 Al₂Cu 相, 可以后续通过均匀化退火实现回熔和球化。回熔后的 Cu 元素也可以进一步针对 Al₂Cu 相设计时效工艺。另外靠近和远离富 Ti 相的铝基体中分别检测到了 Ti 含量为 0.5% 和 0.3% (原子分数), 可在后续产生微合金元素产生作用^[19-21,28,29]。

3 结 论

1) 泡沫铝在 640 °C 发泡时, 12 min 开始起泡, 18~20 min 达到峰值, 之后开始坍塌。

2) 发泡前实体铝呈现球形的 Si、Al₂Cu、块状 TiH₂ 和压扁的 MnO₂ 相。发泡后孔壁内呈现晶内细小 Si、Al₂Cu 颗粒; 晶界 Si、Al₂Cu 相; 以及块状 Al-Mn 相、MnO₂ 相和球形富 Ti 相。

3) 富 Ti 相是由 TiH₂ 分解 H₂ 后与铝液反应产生的, 呈现 2 种不同形貌。第 1 类心部为 Ti 颗粒, 内壳为 τ_2 (Al₁₄Ti₃₃Si₅₃) 相薄层, 外壳呈现枝晶形貌的 τ_1 (Al₂₀Ti₃₂Si₄₈) 和 τ_2 相; 第 2 类心部为 Ti, 外部为块状交替分布的 τ_1 和 (Al, Si)₃Ti 相。第 1 类富 Ti 相的 Si 成分明显高于第 2 类, 是由于铝液继承了熔化前固态铝和 Si 的成分, 造成 Si 含量分布不均匀, 而 2 类富 Ti 相分别形成于铝液中的富 Si 和贫 Si 区造成的。

参考文献 References

[1] Banhart J. *Progress in Materials Science*[J], 2001, 46(6): 559
 [2] Xiong J, Du Y, Mousanezhad D *et al. Advanced Engineering Materials*[J], 2019, 21(1): 1
 [3] Helwig H M, Garcia-Moreno F, Banhart J. *Journal of Materials Science*[J], 2011, 46(15): 5227

[4] Lehmhus D, Banhart J. *Materials Science and Engineering A*[J], 2003, 349(1-2): 98
 [5] Cao X Q, Wang Z H, Ma H W *et al. Transactions of Nonferrous Metals Society of China*[J], 2006, 16(2): 351
 [6] Duarte I, Oliveira M S A. *Powder Metallurgy*[J], 2012, 12: 47
 [7] Duarte I, Vesenjajk M, Krstulovicopara L. *Composite Structures*[J], 2014, 109(109): 48
 [8] Novak N, Vesenjajk M, Duarte I *et al. Materials*[J], 2019, 12: 24
 [9] Ulbin M, Vesenjajk M, Borovinsek M *et al. Advanced Engineering Materials*[J], 2018, 20(8): 164
 [10] Campana F, Mancini E, Pilone D *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2016, 651(10): 657
 [11] Byakova A, Gnyloskurenko S, Vlasov A *et al. Advances in Materials Science and Engineering*[J], 2019, 19(1): 1
 [12] Ding Y, Gao K, Huang H *et al. Materials & Design*[J], 2019, 174: 107 778
 [13] Patel P, Bhingole P P, Makwana D. *Materials Today: Proceedings*[J], 2018, 5(9): 20 391
 [14] Duarte I, Banhart J. *Acta Materialia*[J], 2000, 48(9): 2349
 [15] Lázaro J, Solórzano E, Escudero J *et al. Metals*[J], 2012, 2(4): 508
 [16] Khan K L, Mahajan P, Prasad R *et al. Transactions of the Indian Institute of Metals*[J], 2008, 61(2): 111
 [17] Ibrahim A, Körner C, Singer R F. *Advanced Engineering Materials*[J], 2008, 10(9): 845.
 [18] Papadopoulos D P, Omar H, Stergioudi F *et al. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*[J], 2011, 382(1-3): 118
 [19] Wang X, Han Q. *The Minerals, Metals & Materials Society Symposia on Light Metal TMS Annual Meeting & Exhibition*[C]. London: TMS, 2016
 [20] Ding Y, Wu X, Gao K *et al. Materials Characterization*[J], 2020, 161: 110
 [21] Ding Y, Gao K, Guo S *et al. Materials Characterization*[J], 2019, 147: 262
 [22] Knipling K E, Dunand D C, Seidman D N. *Acta Materialia*[J], 2008, 56(1): 114
 [23] Ding Y, Gao K, Xiong X *et al. Scripta Materialia*[J], 2019, 171: 26
 [24] Li Z, Liao C, Liu Y *et al. Journal of Phase Equilibria and Diffusion*[J], 2014, 35(5): 564
 [25] Cao L, Wu X, Zhu S *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2014, 598: 207.
 [26] Azevedo C R D F, Flower H M. *Materials Science and Technology*[J], 2000, 16(4): 372

- [27] Raghavan V. *Journal of Phase Equilibria and Diffusion*[J], 2005, 23(4-6): 305
26(2): 171
- [28] Zhao X Q, Zheng F, Liang Y *et al. Materials Letters*[J], 1995, 23(4-6): 305
- [29] Ding Y, Gao K, Guo S *et al. Rare Metal Materials and Engineering*[J], 2020, 49(5): 1803

Microstructure Evolution During Foaming of Al-Si-Cu Foam Produced by Powder Metallurgy Method

Ding Yusheng¹, Gao Kunyuan², Wang Huadong¹, Song Peng¹, Chen Ming¹, Liang Yueying¹, Peng Haichun¹

(1. Aerospace Institute of Advanced Materials & Processing Technology, Beijing 100074, China)

(2. Faculty of Materials and Manufacturing, National Engineering Laboratory for Industrial Big-data Application Technology,

Beijing University of Technology, Beijing 100124, China)

Abstract: The microstructure evolution in Al-Si-Cu foam during foaming process was studied by the scanning electron microscope. Through mixing the powder to the composition of Al-6Si-5Cu-2TiH₂-1.5MnO₂(wt%), and using the hot pressure process at 500 °C, the Al foam could be foamed homogeneously at 640 °C for 12~20 min. The corresponding microstructure analysis shows that the sample before foaming contains spherical Si, Al₂Cu, lump-shaped TiH₂ and flat MnO₂ phase. After foaming, it shows that the millimeter-scale main hole with the sparse micrometer-scale pores inside the hole wall. The precipitates in hole wall are intragrain small Si and Al₂Cu particles, and grain boundary eutectic Si and Al₂Cu phases, as well as randomly distributed lump-like Al-Mn phase, MnO₂ phase and spherical Ti-rich phase. Therein, the Ti-rich phase, formed by the reaction of liquid Al and TiH₂ after releasing H₂, exhibits two types of morphology. The first one consists of a Ti core, a thin layer of τ_2 (Al₁₄Ti₃₃Si₅₃) inner shell, and the mixed dendrite-like τ_1 (Al₂₀Ti₃₂Si₄₈) and τ_2 phases outer shell. The second type of morphology consists of Ti core, and a mixed lump-like τ_1 and (Al, Si)₃Ti shell. The composition of Si in the first type is much higher than that of the second type. That is mainly because the Si composition in liquid Al is not uniform due to the inheritance of the original microstructure of solid Al and Si, and the two types of Ti-rich phase form in the Si rich and Si poor regions. The microstructure analysis of foaming process can be the foundation for designing the aging strengthening aluminum foam.

Key words: aluminum foam; foaming process; microstructure; precipitates

Corresponding author: Ding Yusheng, Ph. D., Aerospace Institute of Advanced Materials & Processing Technology, Beijing 100074, P. R. China, Tel: 0086-10-88536942, E-mail: 1025135757@qq.com