

泡沫铝夹芯板粉末冶金发泡机理的 SR-CT 研究

祖国胤, 孙溪, 黄鹏, 孙世亮

(东北大学, 辽宁 沈阳 110819)

摘要: 利用同步辐射装置的 SR-CT, 通过图像的断层扫描及 3D 重建, 对轧制复合-粉末冶金发泡工艺制备的泡沫铝夹芯板 (AFS) 进行了泡孔结构演化的研究, 分析了发泡过程中孔隙率的变化及大尺寸连通孔的形成原因。研究表明: 具有微米级空间分辨率的 SR-CT 可清晰地观测到泡孔萌生及生长各阶段的泡沫结构。泡孔在发泡 15~30 s 阶段生成, 形状为垂直于轧制方向的类裂纹孔。发泡 45 s 时, 泡孔开始发生明显合并, 继续延长发泡时间易导致形成大尺寸连通孔。芯层泡沫铝的孔隙率在泡孔的萌生阶段及合并阶段增长幅度较大, 减少混料时发泡剂的“团聚”及提高芯层粉末致密度可获得良好的芯层泡沫结构。

关键词: 泡沫铝夹芯板; SR-CT; 粉末冶金; 发泡机理; 孔隙率

中图分类号: TF125.6

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2017)10-3141-05

泡沫铝夹芯板 (aluminum foam sandwich, AFS) 是一种具有结构功能一体化特点的新型复合材料。该种材料具有密度低、比刚度高、抗冲击性能理想等特点, 在汽车制造、航空航天、军事国防、建筑交通等领域具有广阔的应用前景^[1-3]。在泡沫铝夹芯板的主要制备方法中, 通过包套轧制-粉末冶金技术制备的夹芯板材料的粉末利用率高、板形质量好、泡孔均匀、界面结合强度高^[4], 是一种适合工业化推广的短流程、近终成形制备方法。

研究泡沫铝在发泡初期内部泡孔结构的演化行为对材料制备具有重要意义。然而, 由于泡沫铝样品发泡初期内部泡孔尺寸为微米数量级, 且为高温动态过程, 常规检测手段并不能清楚地看到发泡初期内部泡孔演化过程。而高分辨率透射电镜、扫描电镜等虽然能够提供较高分辨率的图像, 但这些方法在制样时多会破坏样品原有的内部结构, 无法实现对样品的无损检测。因此, 目前对泡沫铝粉末冶金发泡机理的认识尚不全面, 特别是对其发泡初期的泡孔演化研究鲜有报道。

同步辐射光源的 X 射线断层扫描 (SR-CT) 技术, 是一种用来表征材料三维结构的无损探测方法。近年来, 利用 SR-CT 装置高亮度、高准直性、高分辨率、高精度和重复性好等优点, 材料科学工作者开展了金属凝固过程组织演化、材料微裂纹的萌生及扩展等相关研究^[5-7]。本研究应用 SR-CT 技术对泡沫铝内部泡

孔微结构进行断层扫描及图像重建, 旨在通过分析不同发泡时间泡沫铝重建图像横截面与纵截面泡孔分布情况及孔隙率变化, 得出发泡初期泡孔的演化规律。研究成果可为泡沫铝制备工艺的改进和材料的优化设计提供有益的参考。

1 实验

采用包套轧制法制备发泡预制体。包套轧制可以提高面板/芯层界面的结合强度, 克服粉末流失、成材率低等缺点。包套轧制-粉末冶金法工艺流程见图 1。

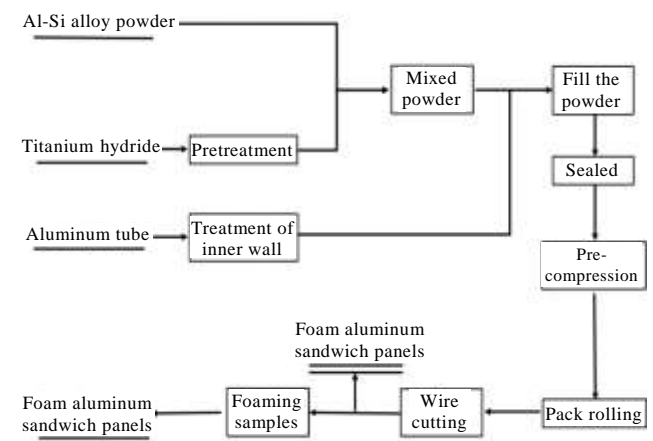


图 1 包套轧制-粉末冶金法制备工艺流程图

Fig.1 Flow chart of pack rolling/powder metallurgy foaming process

收稿日期: 2016-10-02

基金项目: 国家自然科学基金 (U1332110); 辽宁省“百千万人才工程”项目 (2013921071); 中央高校基本科研业务费 (N140204003)

作者简介: 祖国胤, 男, 1977 年生, 博士, 教授, 东北大学材料与冶金学院, 辽宁 沈阳 110819, 电话: 024-83686462, E-mail: zugy@neu.edu.cn

轧制坯料包套采用 $\Phi 40 \text{ mm} \times$ 壁厚 2 mm 的 3003 铝合金管, 芯层粉末选用空气雾化法生产的 AlSi12 合金粉, 粉末粒度 $\leq 104 \mu\text{m}$ 。发泡剂为粒度 $\leq 147 \mu\text{m}$ 的 TiH_2 粉末。混料前对发泡剂采用 $500 \text{ }^\circ\text{C}$ 保温 1 h 的预氧化处理, 以使其分解释放氢气的峰值温度与发泡温度相匹配。混合粉末中发泡剂的质量分数为 1% 。实验原料的化学成分见表 1。

包套坯料的轧制压下率为 $60\% \sim 70\%$ 。将轧后的预制体线切割成 $50 \text{ mm} \times 50 \text{ mm}$ 的样品, 在不锈钢模具内进行受限发泡, 发泡工艺为 $770 \text{ }^\circ\text{C}$ 发泡 90 s 。每隔 15 s 将发泡模具从炉中取出, 并进行喷淋强制冷却, 以获得不同发泡阶段的泡孔结构信息。

采用同步辐射装置的 SR-CT 对发泡试样的泡孔结构进行扫描。其 X 射线光速能量为 20 keV , 空间分辨率为 $10 \mu\text{m}$ 。利用 Imagej 软件对扫描信息进行截面断层、3D 重建及孔隙率统计。

将制备的泡沫铝夹芯板试样进行线切割, 制成图 2 所示的 $\Phi 3 \text{ mm} \times X \text{ mm}$ 规格的扫描样品。由于侧重研究泡沫铝夹芯板发泡初期的泡孔演化行为, 故选取发泡 15 s 、 30 s 、 45 s 、 60 s 的泡沫铝夹芯板样品进行测试。

2 结果与分析

2.1 泡沫铝夹芯板纵截面的 SR-CT 表征及分析

采用 SR-CT 对圆柱状泡沫铝夹芯板样品进行了断层扫描及 3D 重建。图 3a、3b、3c 分别展现了预制体发泡 15 s 、 30 s 及 45 s 的圆柱样品中心纵截面的断层图像。

表 1 铝-硅合金粉与 3003 铝合金的化学成分

Table 1 Chemical composition of Al-Si powder and AA3003 ($\omega/\%$)

| Material | Al | Si | Mn | Fe | Zn | O | Other |
|----------|-------|-------|---------|-------------|------|-------------|-------------|
| AlSi12 | 87~88 | 11~13 | — | ≤ 0.01 | — | ≤ 0.01 | ≤ 0.01 |
| AA3003 | Bal. | 0.6 | 1.0~1.5 | 0.7 | 0.10 | — | — |



图 2 泡沫铝夹芯板的 SR-CT 测试样品

Fig.2 SR-CT test sample of AFS

从图中可以清晰地看到, 芯层与面板之间的界面(两端为铝面板, 中间为芯层)并没有出现裂纹与缝隙, 表明面板与芯层结合牢固, 实现了理想的冶金结合。

在图 3a 中没有发现明显的泡孔。根据 SR-CT 的元素衬度原理^[8], 图中白色亮点为发泡剂 TiH_2 或其分解后氧化形成的 TiO_2 相。图 3b 显示发泡 30 s 时出现了典型的泡沫结构, 泡孔较均匀地分布在夹芯板芯层, 且从 SR-CT 图像中能够更加清晰地看到发泡初期泡孔主要沿横向生长, TiH_2 多分布在泡孔周围, 如箭头所示部分泡孔已经开始合并成尺寸较大的孔。图 3c 表明发泡 45 s 时泡孔大量合并, 沿横向长大的泡孔开始沿纵向(轧制方向)扩展, 而在发泡初期已经合并的泡孔开始演变成近圆孔。此时泡孔结构开始变得不均匀, 发泡早期形成的较大的气孔很可能在发泡后期演化为大尺寸连通孔。

2.2 泡沫铝夹芯板横截面的 SR-CT 表征及分析

研究中选取了夹芯板不同位置、不同发泡时间的横截面断层扫描图像。由于粉末冶金泡沫铝的各局部泡孔差异性较大, 因此分别选取靠近上、下面板 5 mm 及中心横截面位置的断层形貌进行分析, 结果如图 4 所示。由图 4a、4b、4c 显示, 发泡时间 15 s 时, 芯层内未出现明显的泡孔结构。

发泡 30 s 时不同区域横截面的泡孔结构分别如图 4d、4e、4f 所示。图 4d 中的气泡孔径非常微小, 形状不规则, 但在横截面上分布较为均匀, 微小的泡孔基本都是围绕在发泡剂 TiH_2 周围。从图 4e 中可以看出, 局部气泡有长大趋势, 在小范围区域内发生了合并。而在图 4f 中, 部分小范围的合并泡孔已经开始“团聚”, 孔径达到约 0.5 mm 。这些特征在图 3 中发泡时间 30 s 的

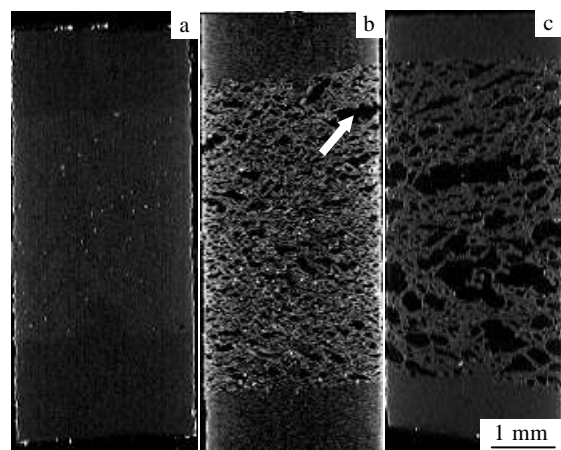


图 3 不同发泡时间的泡沫铝夹芯板 SR-CT 纵截面断层图像

Fig.3 SR-CT images in the vertical section of AFS for different foming time: (a) 15 s , (b) 30 s , and (c) 45 s

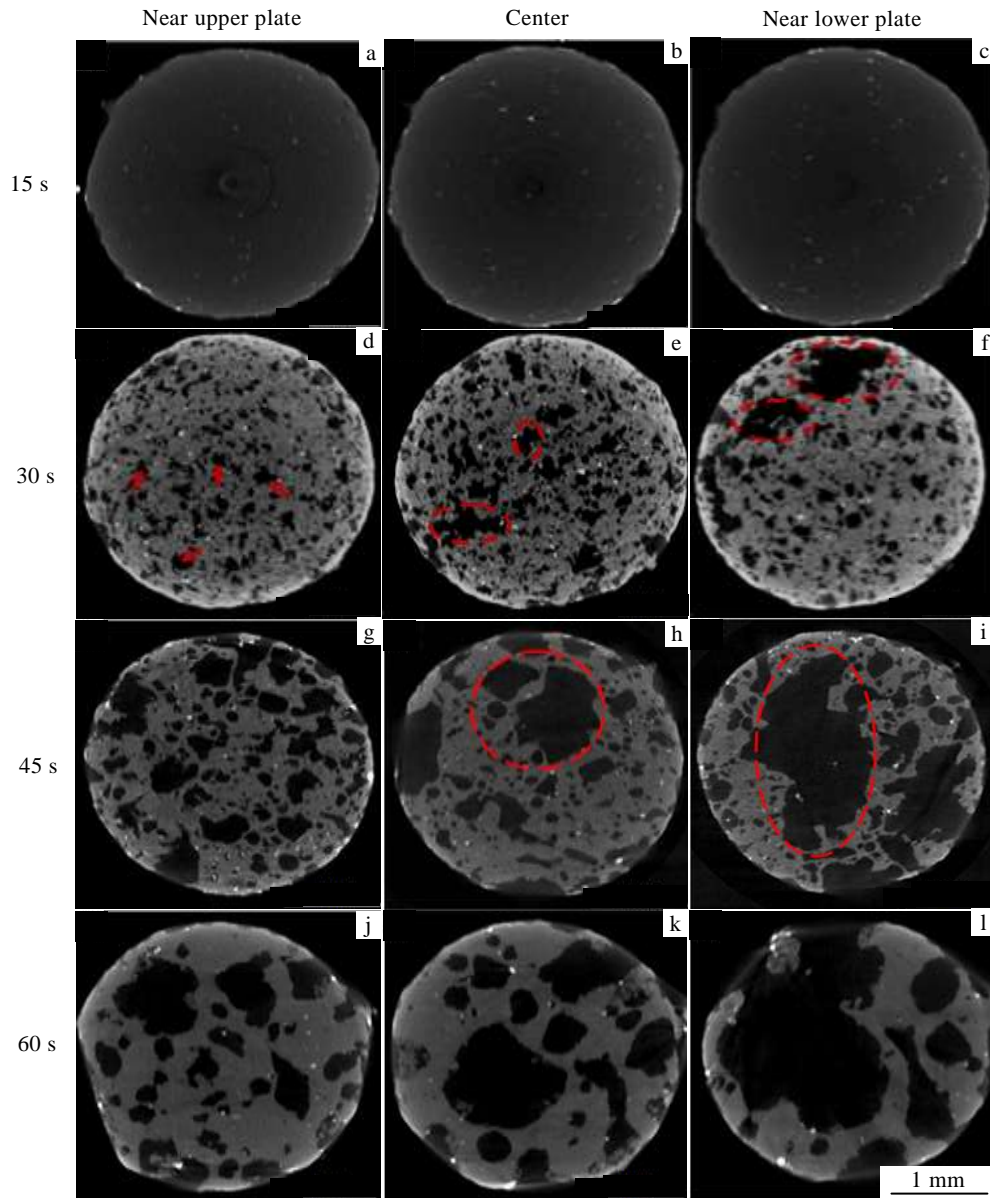


图 4 不同发泡时间，不同位置泡沫铝夹芯板横截面断层图像

Fig.4 Cross sectional SR-CT images for different positions of AFS for different foaming time

夹芯板宏观形貌图像中并不能反映出来，这体现出 SR-CT 在对样品内部进行微结构分析方面的优势。

图 4g, 4h, 4i 为发泡 45 s 时的泡孔结构，从中可以更加清晰地看出气泡逐渐合并的过程。随着发泡时间的延长，气泡的长大与合并在同时进行。图 4g 中一部分合并后的泡孔孔径达到约 0.5 mm，多数泡孔孔径较发泡 30 s 时显著增大。图 4h 及图 4i 反映了明显的气泡合并过程。当两个气泡分别长大，相邻的泡壁互相接触并逐渐变薄时，在表面张力及热毛细力的共同作用下^[9]，两个气泡最终合并成一个大气泡，其孔径约为 1.5 mm。

图 4j、4k、4l 分别为发泡时间 60 s 时的 SR-CT

横截面断层形貌。显示不同截面的泡孔结构存在较大差异。靠近上面板区域的泡孔相对均匀，大尺寸泡孔较少；由图 4k 可见样品中心横截面泡孔尺寸差异较大，泡孔近圆形生长，且发泡剂 TiH_2 分解后多贮存在泡壁上。图 4l 显示靠近下面板区域存在着大尺寸奇异孔，泡孔的合并非常明显，泡孔的形状基本呈椭圆形或圆形。合并后的大尺寸泡孔孔径约为 2 mm，这些区域在发泡后期会形成大尺寸裂纹等缺陷。

泡沫铝夹芯板芯层不同高度横截面孔结构的差异主要取决于发泡过程中的热传递。由于实验中采用钢质模具内受限发泡，下面板直接与模具接触，在热传导的作用下，这一区域的升温速率最快，也最早形成微泡孔。

而当出现大量泡孔后，芯层形成气/液/固三相共存的体系，因存在大量气相而导致传热效果变差，温度梯度效应更加明显。提高发泡温度有利于改善气/液/固三相的传热效果，但会导致泡沫稳定性变差。而随着熔体粘度的提高，泡孔的长大速率变慢，体系内气相比例降低，泡壁厚度变厚。此外，粉末冶金发泡属于原位作用过程，无法通过搅拌及外场作用调控传热、传质，故最终导致整体泡孔结构存在一定差异。采用红外加热等整体加热方式有望改善并解决这一问题，但对于大规格粉末冶金泡沫铝制品，仍需要进一步攻克发泡与凝固过程中的传热及缺陷控制等技术难题。

2.3 泡沫铝夹芯板横、纵截面的孔隙率分析

泡沫铝夹芯板芯层孔隙率的变化可以从总体上反映整个粉末冶金发泡过程的泡孔生长及演化特点^[10]。图 5 为不同发泡时间中心横截面及纵截面的孔隙率统计结果。由图可以看出，在 60 s 的发泡过程中，横、纵截面的孔隙率均随时间的增加而增加，这一过程经历了泡孔的形核、长大及合并等阶段。横截面方向上，在发泡时间 30 s 至 45 s 的泡孔长大阶段，孔隙率增长幅度不大。发泡时间为 15 s 时，孔隙率为 0，而发泡时间为 30 s 时的平均孔隙率达到 17.12%；发泡时间为 45 s 时的平均孔隙率为 23.56%，发泡时间为 60 s 的平均孔隙率为 45.18%，增长了 21.62%，以上是两个孔隙率增加幅度比较大的阶段，分别对应着发泡过程中气泡形成与大面积合并的两个时间段。

由图 5 可见，与样品横截面的孔隙率变化趋势相类似，样品纵截面也是在泡孔形成与大面积合并阶段的孔隙率增长最显著。控制泡孔的大面积合并是获得高质量均匀泡沫结构的关键，而避免泡孔合并的关键则在于保证在泡孔萌生阶段的微孔生长速率趋于一致，即在发泡 15~30 s 的阶段少生成尺寸显著高于平均泡孔尺寸的“大”孔。由于小尺寸泡孔的表面曲率大，表面能高，其长大过程就是减小表面能。因此，

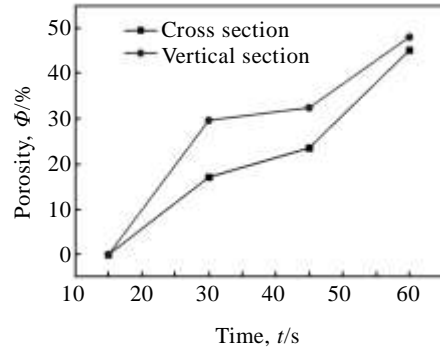


图 5 发泡时间对泡沫铝夹芯板孔隙率的影响

Fig.5 Effect of foaming time on the porosities of AFS

当小尺寸泡孔与周围的“大”孔在生长、扩展过程中接近时，在对称压力平衡机制的作用下，小尺寸泡孔表现为被“大”孔合并。发泡时间的延长使基体粘度降低，泡孔液膜变薄，稳定性变差，更容易发生泡孔的合并。在混料阶段保证发泡剂不出现大面积“团聚”，通过控制轧制复合过程，使芯层获得尽可能高的粉末致密度，这两条途径可有效减少在泡孔萌生阶段“大”孔形成的几率，进而降低后期泡孔的大面积合并，获得理想的芯层泡沫结构。

2.4 泡沫铝夹芯板微区泡孔结构分析

采用 SR-CT 对泡沫铝夹芯板材料进行无损分析的优势在于可以利用图像分析软件，对不同微区的泡孔结构进行多方向、多维度断层处理，从而实现从局部到整体对泡沫结构的完整认识。图 6 是发泡 30 s 的泡沫铝夹芯板不同位置的三向截面图像，分别为圆柱样品中心、1/2 半径及 1/4 半径处。由图可见，各区域的泡孔结构差异不大，均较为均匀，沿芯层纵向泡孔多为长扁孔，横截面上泡孔则近圆形，反映实际泡孔主要为椭球形。较为均匀的、高的粉末致密度是获得良好芯层泡沫结构的关键。

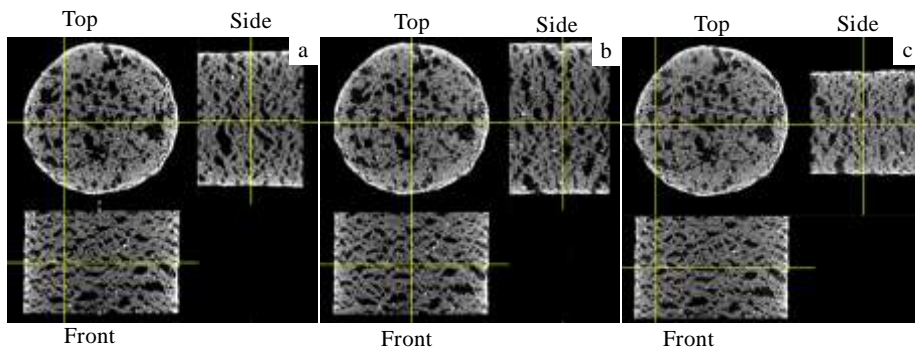


图 6 发泡 30 s 时泡沫铝夹芯板不同区域的三向截面图像

Fig.6 SR-CT images in three directions of different regions of AFS for foaming time of 30 s: (a) 1/2R, (b) center, and (c) 1/4R

3 结 论

1) 应用 SR-CT 技术可以实现对包套轧制-粉末冶金法制备的泡沫铝夹芯板内部泡孔微结构的图像重建。夹芯板在发泡 30 s 时获得了较为理想的芯层泡沫结构, 各局部的差异不大。

2) 发泡初期, 泡孔形状不规则, 更容易沿横向扩展, 形成类裂纹孔。随着发泡时间的延长, 泡孔沿纵向生长, 形状逐渐过渡到椭圆形。泡孔在发泡 45~60 s 时会集中长大合并。

3) 泡沫铝夹芯板芯层孔隙率随发泡时间延长而增加, 但发泡时间过长易导致形成大尺寸连通孔等缺陷。

参考文献 References

- [1] Hao Qingxian(郝青显), Qiu Sawei(邱飒蔚), Hu Yuebo(胡曰博). *Rare Metal Materials and Engineering* (稀有金属材料与工程)[J], 2015, 44(3): 548
- [2] Palano F, Nobile R, Dattoma V *et al. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*[J], 2013, 36(12): 1275
- [3] Zeng Fei(曾斐), Pan Yi(潘艺), Hu Shisheng(胡时胜). *Explosion and Shock Waves*(爆炸与冲击) [J], 2002, 22(4): 359
- [4] Zu Guoyin(祖国胤), Zhang Min(张敏), Yao Guangchun(姚广春). *Rare Metal Materials and Engineering* (稀有金属材料与工程)[J], 2008, 37(3): 485
- [5] Hirano T, Usami K, Tanaka Y *et al. Journal of Materials Research*[J], 1995,10(2): 382
- [6] Wang Tongmin(王同敏), Wang Kun(王琨), Zhu Jing(朱晶) *et al. Physics* (物理) [J], 2012, 41(4): 245
- [7] Bravin A, Keyrilainen J, Fernandez M *et al. Physics in Medicine and Biology*[J], 2007, 52(8): 2206
- [8] Xu F, Li Y, Hu X *et al. Materials Letters*[J], 2012, 67(1): 163
- [9] Zuo Xiaoqing(左孝青), Pan Xiaoliang(潘晓亮), Gao Zhi(高芝). *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报) [J], 2006,16(12): 2043
- [10] Zhou Xiangyang(周向阳), Liu Xiquan(刘希泉), Li Jili(李吉力). *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报) [J], 2008, 18(1): 87

Study on Powder Metallurgical Foaming Mechanism of Aluminum Foam Sandwich Using SR-CT

Zu Guoyin, Sun Xi, Huang Peng, Sun Shiliang
(Northeastern University, Shenyang 110819, China)

Abstract: The research of cellular structure evolution of aluminum foam sandwich (AFS) made by the pack rolling/powder metallurgy foaming process has been done using SR-CT, and the variation of porosity of aluminum foam and formation of oversized connected pores have been analyzed. The results show that the cellular structure can be observed clearly during the appearing and growing stages by SR-CT with the spatial resolution of micrometer. The bubble hole similar to spalttupfel which is perpendicular to the rolling direction is generated between 15 s and 30 s, and then there is an obvious merging at about 45 s. With time going on, the oversized connected hole forms more easily. The porosity of aluminum foam increases quickly at the stage of appearing and merging process. So in order to gain excellent foaming structure of sandwich layer, the reduction of the reunion of foaming agent during mixing material and improvement of powder relative density of the sandwich layer is necessary.

Key words: aluminum foam sandwich; SR-CT; powder metallurgy; foaming mechanism; porosity

Corresponding author: Zu Guoyin, Ph. D., Professor, School of Materials & Metallurgy, Northeastern University, Shenyang 110819, P. R. China, Tel: 0086-24-83686462, E-mail: zugy@smm.neu.edu.cn