

快速凝固Al-Zn-Mg-Cu系 合金粉末的特征研究*

李裕仁 侯淑娥 柴世昌
张录山 潘明祥 于桂复

一、绪 言

在快速凝固技术的应用研究中,有关铝合金的研究虽然只有十余年的历史,但是发展非常迅速,美国和苏联处于领先地位,他们已由试验室的研究阶段进入实用阶段。如美国在波音727和757飞机上分别试用了高强快速凝固粉末铝合金座椅导轨(合金牌号MR61)和主起落架梁撑杆及舱门作动筒配件(合金牌号7090)^[1-3];在F-18飞机动力辅助装置的压气机上试用了高温快速凝固粉末铝合金(Cu78)叶轮^[1,4]。

快速凝固技术的优点在于使合金的显微结构得到细化,增加合金元素的溶解度,扩大合金化元素的范围,形成新的介稳相,减少偏析以及容许添加氧化物及碳化物等弥散强化质点。采用快速凝固技术制取的粉末铝合金不仅具有较高的室温及高温强度,而且具有优越的耐腐蚀性,良好的断裂韧性及抗疲劳性能。

快速凝固粉末铝合金的性能水平取决于粉末颗粒的外观形貌、组织结构和粉末的压结工艺。而粉末的质量以及成品率又是快速凝固技术应用研究首先要解决的课题。它们与制粉方法和雾化工艺有关。

本工作是探讨普通气雾法工艺对Al-Zn-Mg-Cu系合金粉末粒度分布的影响,以及研究粉末颗粒的外观形貌和结晶特征,以便为研制新型合金打下基础。

表1 合金的化学成分(wt%)

Zn	Mg	Cu	Mn	Cr	Co	Ti	Zr	Fe	Si	Al
5.65	4.26	1.71	0.12	<0.05	0.57	0.30	0.49	0.11	0.078	余量

* 本课题为中国科学院科学基金资助课题。

二、试验条件

试验用材是7075合金中添加一定量的Ti、Zr和Co。每次熔量为1.5~2.0公斤。

合金化学成分见表1。雾化设备见图1。

试验时合金先在电阻坩埚炉中熔化和精炼,然后转移到保温炉中,待合金液的温度达到要求时,开始喷粉。雾化介质采用工业纯氮气,由8个气瓶并联,在气瓶出口处测气压。

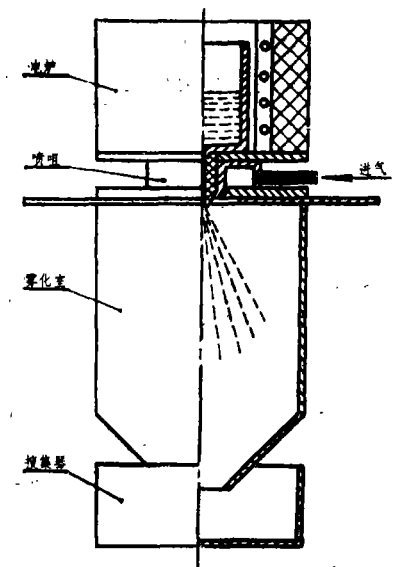


图1 雾化装置示意图

使用7个标准筛对制得的粉末进行过筛分级。标准筛的规格为75、100、110、190、200、320和360目。

粉末颗粒的外观形貌及结晶特征用JSM35扫描电镜观察分析。金相结构及合金元素分布的检查测定采用Neophot21光学显微镜及DX-201电镜和JCXA-733电子探针。金相试样用SY-甲和SY-乙胶粘结,然后按一般方法磨制腐蚀。

三、试验结果和讨论

1. 雾化工艺参数对粉末粒度分布的影响

(1) 雾化介质压力的影响 氮气压力分别选用8、12和16大气压,合金液温度均取800℃。试验结果见图2。一般铝合金取中粗粉末(40~150μm粒度分布范围)为成品。从图2可以看出,氮气压力对粉末的成品率几乎没有影响,但在成品的粉末中,气压低时,粗粉(80~140μm)所占的比例多些,随着气压的提高,细粉的比例增大。

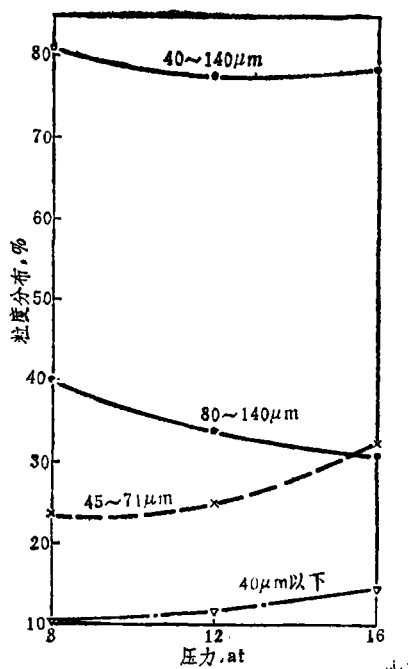


图2 氮气压力与粉末粒度分布的关系

(2) 合金液温度的影响 合金液温度分别选770、800、860℃,氮气压力均取16大气压。其结果见图3。从图3可以看出,合金液的温度为800℃时,铝粉的成品率最高,当升到

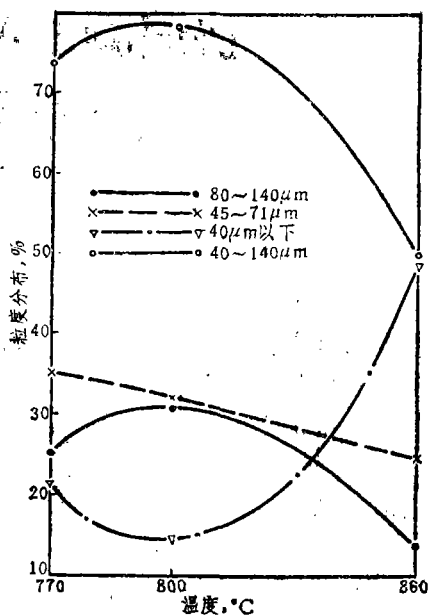


图3 铝液温度与粉末粒度分布的关系

860℃时,铝粉的成品率明显下降,而细粉(40μm以下的)显著增多。上述结果表明,合金液温度愈高,雾化的铝粉愈细。

2. 粉末颗粒的外观形貌与结晶特征

(1) 用扫描电镜对铝粉的外观形貌进行了观察,结果发现各种工艺条件下的铝粉颗粒均不是球形。其规则程度随颗粒大小而异,粒度愈大愈不规则,粒度小较规则,多数呈椭圆形或液滴形,表面较光滑。但合金液温度愈高,形状愈不规则,表面也愈粗糙,这可能因合金温度高,被破碎的液滴氧化严重造成的(图4)。

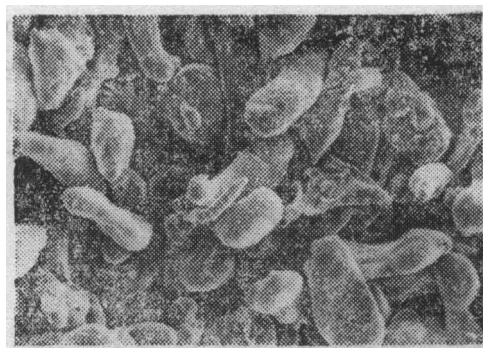
(2) 粉末颗粒的结晶形态如图5所示,主要有两种特征即胞状和树枝状。颗粒愈大晶胞愈粗,颗粒愈小晶胞愈细。

众所周知,颗粒大小与冷却速度有关,颗粒大冷速小,颗粒小则反之。显然,在本试验的冷却速度变化范围内,随着冷速的变化,晶胞生长前沿界面失稳,使结晶形态发生变化。

通过光学显微镜对金相试样的观察同样证明,不同大小颗粒内的晶胞形状不一、细密不均。同时还发现在同一颗粒内的不同区域也存

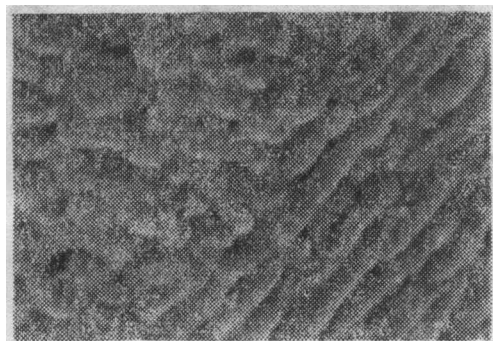


(a) 71~80μm

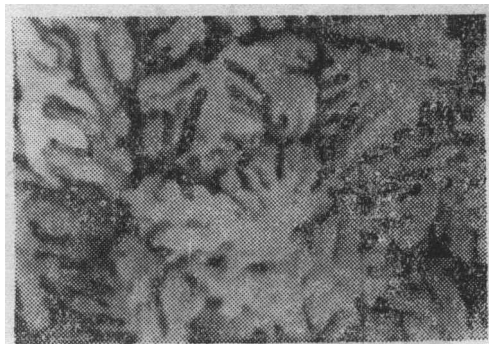


(b) 140~154μm

图 4 粉末颗粒的外观形貌 × 50 (800°C, 16大气压)



(a) 未腐蚀 × 3000



(b) HF腐蚀 × 2000

图 5 粉末颗粒的表面结晶形态

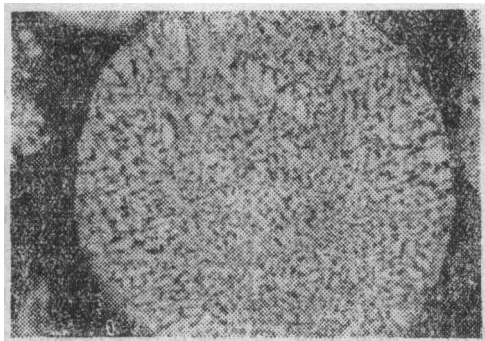
在这种明显的差异(图6)。这说明即使在很小的颗粒内,各部位的成核和生长条件也是不一致的。因此反映在晶胞的形状和尺寸上也不一致,有的部位呈胞状,有的部位呈树枝状,尺寸有大有小。

(3) 采用数理统计与回归分析得出该合金的树枝状结晶二次枝晶间距与冷却速度间的数学关系式为: $d = 41Q^{-0.395}$

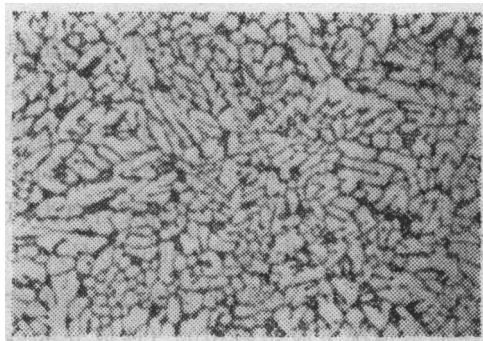
式中 d 为二次枝晶间距(μm), Q 为冷却速度($^{\circ}\text{C/s}$)。

根据该公式计算得出,此法雾化的粉末颗粒为40~154μm,尺寸范围的冷却速度达 $10^3 \sim 10^4 ^{\circ}\text{C/s}$ 。

(4) 通过电镜对粉末颗粒的金相试样复型进行观察(图7a)以及用扫描电镜观察经腐蚀的粉末颗粒表面(图7b)均可发现,在颗粒的



(a) 70~80μm

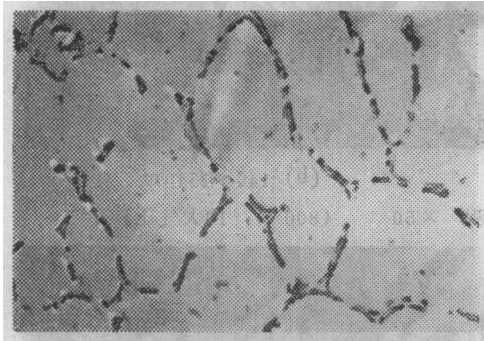


(b) 140~154μm

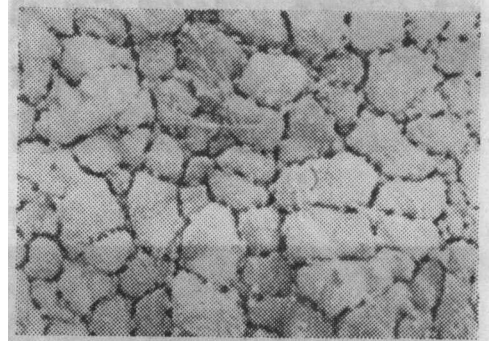
图 6 粉末颗粒的金相组织 × 1000

枝晶间有长为 $0.3\sim 0.5$ 、宽为 $0.1\sim 0.2\mu\text{m}$ 的小质点排成串，形成一定形状的网络。这些小质点是合金液滴或粉末颗粒在冷却过程中析出的第二相微小金属间化合物。经电子探针分析

确定，粉末颗粒中的合金元素分布在枝晶间的数量超出基体中的数量(图8)。这说明粉末颗粒中的合金元素很多是以这些小质点的形式偏聚在枝晶间。

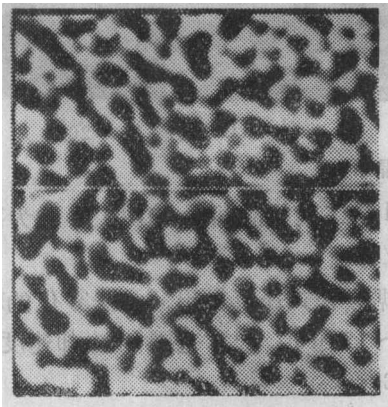


(a) 复型电镜照片 $\times 10000$

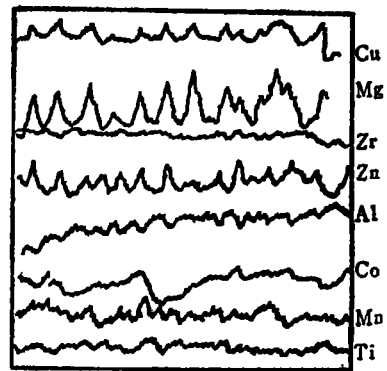


(b) HF酸蚀，STM二次电子图象 $\times 2700$

图7 粉末颗粒内枝晶胞间微细质点的形貌



(a) 取样部位 $\times 3600$

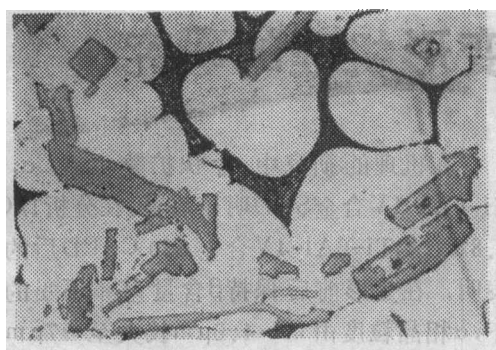


(b) 背散射电子图象 (JCXA-733)

图8 粉末颗粒内元素分布图

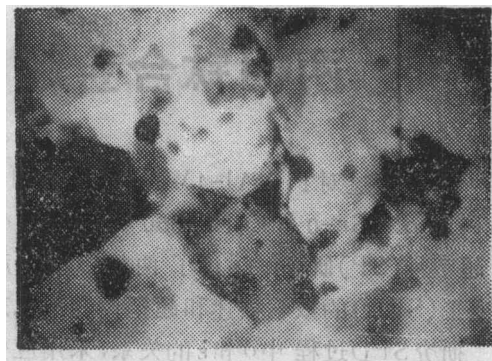
以上的结果表明该合金粉末的金相组织在普通光学显微镜下是单相的(图6)。根据合金元素含量(表1)分析: Ti、Zr和Co的含量分别为 0.3 、 0.49 和 0.57% ，都超过了它们在铝固溶体中的平衡溶解度(其溶解度各自为: Ti, $0.2\sim 0.3-527^{\circ}\text{C}$; Zr, $0.28-660.5^{\circ}\text{C}$; Co, $0.02-657^{\circ}\text{C}$)^[6]，所以这种成分合金的金相组织在通常情况下应是多相的(该成分的铸锭合金金相组织如图9所示)。但是由于合金液自较高温度骤然冷却，冷却速度比溶质的扩散

速度快，使合金元素来不及聚集析出，或已析出的来不及长大，形成普通光学显微镜下难以观察到的小质点，按 Hotch 的见解^[1]，其中还有可能是新的介稳相。因此，在通常条件下应形成多相组织的合金成分，在快速凝固时却形成单相合金，即形成一种亚稳态的过饱和固溶体，或者只有电镜才能观察到的弥散质点(图10)。由此可见，合金液在快速冷却时，在平衡相图上标注的共晶或包晶点成分发生右移，这说明现有的平衡相图规律对于快速凝固的亚



× 500

图9 Al-5.65Zn-4.26Mg-1.17Cu-0.12Mn-0.57Co-0.49Zr-0.30Ti铸锭合金金相组织 0.5HF



× 6000

图10 铝合金粉末TEM照片

形式偏聚在枝晶间的倾向。

刘年青、张德福、董玉琢、王淑芝、冯立增等同志参加了部分测试工作，在此表示谢意。

参考文献

- [1] Hotch, J.E., ASM, (1984), 38~39, 387~395.
- [2] Kler, E., ASM, (1983), 235~246.
- [3] Domalavage, P.K.etal, Metall. Trans., 14A (1983), 8, 1599~1606.
- [4] Millan, P.P., J.of Metal, (1983), 3, 76~83.
- [5] Mondolfo, L. F., Aluminum Alloys Structure and Properties, Butterworth and Co., Ltd., (1976), 247~249, 375~378, 413~415.

四、结 语

1. 通过普通气雾法氮气雾化的Al-Zn-Mg-Cu系合金粉末粒度范围为40~154μm的可达70%，所达到的冷却速度为 $10^3 \sim 10^4$ ℃/s。

2. 普通气雾法的Al-Zn-Mg-Cu系合金粉末呈椭圆形、液滴形或其它不规则形状，颗粒内的枝晶网呈胞状和树枝状。

3. 粉末颗粒内的合金元素有以微细质点的

(上接第24页) 集中程度，延长产生脱粘时间。增塑剂用量进一步增加，将降低粘接力，以致增塑的PVB打入楔子时立即脱粘。中间层中加入少量的硅偶联剂能显著提高夹层的耐久性。

结 论

不增塑的PVB中间层高的弹性模量，在较低温度下应力松弛能力差，是夹层玻璃边缘脱粘的重要原因。

改性的PVB中间层可改善夹层应力松弛性能，提高夹层边缘抗应力脱粘能力和耐久性。

涂底胶可提高夹层的界面粘接力，改善各种PVB夹层的抗应力脱粘能力。中间层中加入少量硅偶联剂同样可起到提高粘接力的作用。

(上接第47页) 车所得结果可靠性要大得多，并且试验费比一次试车要低得多，尤其对那些寿命长的零部件，经济效果更显著。其次，基于发动机延寿、定寿是一项长期的涉及许多专业领域而且是不断发展的系统工程，必须有一个包括各主要专业在内的强有力的组织，按照系统管理的方法组织实施。

“发动机结构完整性”这一技术思想，是关系到航空工程技术领域的全局性问题，技术发达国家对此十分重视。在“对外开放”的今天，我们不仅应该引进技术，也应引进先进的技术思想。只有这样，才能将我国的航空技术水平提高一步。