

粉末粒度对快速凝固 Al-8.32Fe-3.4Ce 合金组织和性能的影响

中国科学院金属研究所 黄春 陈桂云 王国志 张永昌

用金相和扫描电镜观察等方法观察了尺寸不同的 Al-Fe-Ce 合金粉末的形貌与组织结构, 并通过室温和高温拉伸、高温热暴露等试验对比了由不同粒度的粉末制成的 Al-8.32Fe-3.4Ce 合金性能及组织。研究结果发现, 由细小粉末热挤压成形的试样, 室温拉伸强度高达 560MPa, 而粗大粉末制成的试样强度只有 450MPa。两种试样经热暴露后的拉伸性能也有很大差距。这充分表明了反映急冷速度的粉末粒度对合金和组织性能的巨大影响。

关键词: 快速凝固, 铝铁铈合金, 粉末粒度, 组织和性能

Effect of Powder Size on the Structure and Properties of a Rapidly Solidified Al-8.32Fe-3.4Ce Alloy

Huang Chun Chen Guiyun Wang Guozhi Zhang Yongchang
(Institute of Metal Research, Academia Sinica)

The morphology and microstructure of Al-8.32Fe-3.4Ce alloy powders with different particulate size is observed by optical and SEM. The mechanical properties of Al-Fe-Ce alloy made from different particle size have been determined by using room temperature tensile test, elevated temperature tensile test and high temperature exposure test. The experimental results show that a room temperature tensile strength of 560 MPa has been achieved in as-extruded samples made from fine powders. However, the tensile strength of as-extruded samples made from fine coarse powders only shows 450MPa. The room temperature tensile strength of two kinds of samples subjected high temperature exposure at 315°C also shows large difference. This obviously indicated the tremendous influence of powder size on the structure and mechanical properties of Al-Fe-Ce alloy.

Keywords: rapid solidification, Al-Fe-Ce alloy, powder size, structure and properties

一、引言

快速凝固获得的均匀细小的组织可改进铝合金的性能。由于快凝能固溶大量的过渡族或稀土元素, 提高了铝合金的热稳定性。研究表明, 一些快凝 Al-Fe 基合金在 300~350°C 仍有良好的热稳定性^[1-3]。

关于快速凝固 Al-8Fe-4Ce 合金的力学性能国外早有一系列报道^[4], 其室温拉伸强度在 500MPa 以上。国内近年来也开展了同类合金的研究, 但是国内报道的该合金的力学性能都偏低^[5-7]。为了找出原因, 以便提高其力学性能, 本文研究了粉末粒度对 Al-Fe-Ce 合金的组织 and 性能的影响, 发现粉末粒度是影响其力学性能的关键因素。

二、实验

快凝 Al-Fe-Ce 合金是在自行研制的超声气体雾化

装置上制得的, 该装置的内部结构示意图如图 1 所示。

将熔好的母合金装入石墨坩锅中, 石墨坩锅放入感应圈中, 封闭超声雾化装置, 打开真空机组抽真空。在真空下将母合金熔化, 充入氩气使装置内压力略大于 1 个大气压。合金溶液达 900°C 时, 拔出石墨柱塞, 同时启动雾化开关, 金属液流经雾化喷嘴, 该喷嘴采用 Hartmann 激波管, 使高压气体产生频率为 20000~100000Hz 的脉动气流, 此气流撞击金属液流, 将其破碎成液滴, 随后在飞行过程中冷却成固态粉末。

雾化粉末大部分落在雾化器底部的收集筒中, 更细的粉末进入旋风分离器, 其中一部分收集在细粉收集器中。

粉末分别经 80 目和 150 目筛子过筛, 分成粒度不同的两种粉末, 采用岛津 SA-CP3 离心粒度测定仪测定粉末粒度和其分布。将两种不同粒度的粉末分别装入铝合金筒内, 预压实至理论密度的 70% 左右, 经 100°C 真空

除气 3h 至 10^{-5} 托并密封。最后在 400℃ 挤压成 $\phi 14\text{mm}$ 的圆棒，挤压比为 13:1。部分挤压棒直接机械加工成 $\phi 4\text{mm}$ ，标距 20mm 的圆柱形拉伸试样，进行室温和高温拉伸试验。部分棒材经 315℃ 暴露不同时间后，同样加工成拉伸试样，进行室温拉伸试验。

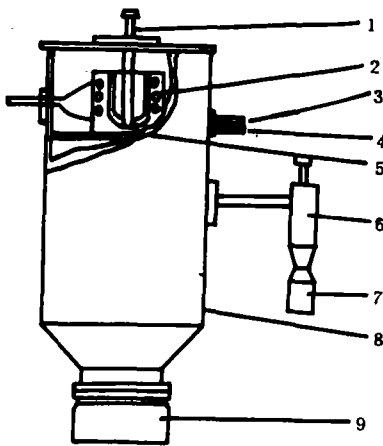


图1 超声气体雾化装置示意图

1. 石墨柱塞

2. 感应熔炼线圈

3. 高压气体入口

4. 接真空机组

5. 超声雾化喷嘴

6. 旋风分离器

7. 细粉收集器

8. 罐体

9. 粉末收集器

用金相和扫描电镜分别观察粉末、拉伸试样的形貌和组织，用 TEM 观察了合金的精细结构，薄膜样品在 MTP-1 型双喷减薄器上用 20% 硝酸、80% 甲醇的电解液减薄，温度为 -25℃，电压 50V。

三、实验结果及讨论

表 1 给出了两种不同粉末的平均粒度及其粒度分布。从表 1 可见，A₁ 粉末平均粒度为 19.39 μm （以下简称细粉）。A₂ 为 52.99 μm （简称粗粉）。从粉末的形貌（图 2）观察中发现：粗粉的表面极粗糙，并吸附了细小颗粒，形成许多卫星组织，而细粉表面光滑，这是由于冷却速度不同而造成的。细粉的冷却速度快，直接冷却至心部，因而形成较规则的形貌，表面光滑，而粗粉颗粒直径较大，从液态冷至固态的时间较长，此时细粉末颗粒已经凝固了，但粗颗粒尚未完全凝固，因而粘附了一些细粉末，形成表面粗糙和形状畸变的形貌。

雾化粉末的内部组织如图 3 所示。快速凝固组织不仅取决于冷却速度 T，而且取决于温度梯度 G 和固液界面速率 R。平面、胞状和树枝结构由 G/R 比值决定^[8]。如要由树枝状变成胞状，或由胞状变成平面凝固，必须增加 T，同时减少 G/R 比值。本实验观察表明，所选的细粉的内部均为胞状结构，组织均匀细小。随粉末颗粒尺寸的增大，胞晶的尺寸也随之增大。在粗粉内部观察到了细化的树枝晶结构，出现胞状晶与树枝晶共存现象，

材料工程

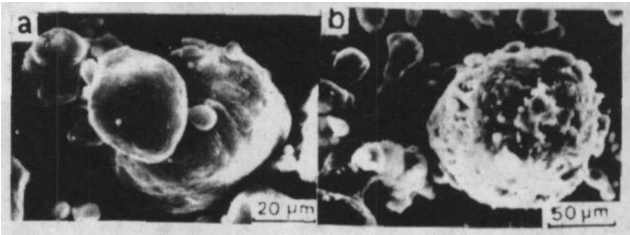


图2 粉末表面形貌

- (a) 细粉（平均粒度 19.39 μm ）

(b) 粗粉（平均粒度 52.99 μm ）

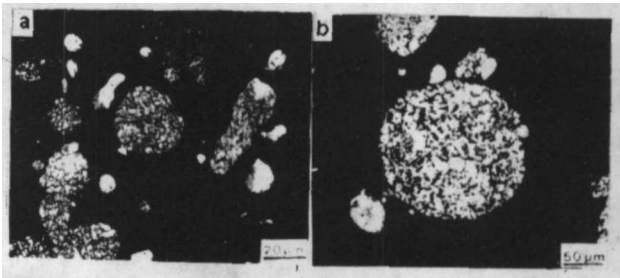


图3 合金粉末的显微组织

- (a) 细粉（平均粒度 19.39 μm ）

(b) 粗粉（平均粒度 52.99 μm ）

表 1 两种不同粉末的平均粒度及其分布

直径 (μm)	A ₁ (-150 目)	A ₂ (-80 目)
	重量 (%)	重量 (%)
100~150		9.5
80~100	4.1	11.8
60~80	5.4	22.3
50~60	4.6	9.2
40~50	6.7	7.1
30~40	11.1	12.7
20~30	16.3	12.6
15~20	14.7	6.1
10~15	14.2	4.7
8~10	7.8	1.2
6~8	5.2	1.1
5~6	3.4	0.5
4~5	3.1	0.5
3~4	2.4	0.4
0~3	1.0	0.4
平均粒度 (μm)	19.39	52.99

这表明粗粉有较低的冷却速度，而细粉冷却速度较高，这就保证了细粉有较高的过饱和度和细小组织。

图 4 给出了挤压态 A₁ 和 A₂ 合金的室温和高温拉伸性能，可见 A₁ 合金的室温抗拉强度高达 560MPa，而 A₂

合金与之相差 110MPa。随拉伸温度的升高,两者强度均降低,但 A₁ 的强度始终高于 A₂,只是高温时两者强度差距变小了。

图 5 是 A₁ 和 A₂ 合金的挤压态电镜照片。A₁ 合金中有大量的沉淀相,呈细小均匀分布,外形成条状或棒状(图 5a),而 A₂ 合金中的弥散相数量就少得多,间距也大得多(图 5b)。这是由于细粉凝固速度快,在凝固过程中,有较高的过饱和度,固溶了大量的 Fe、Ce 元素,在随后

的热挤压过程中析出的沉淀相细小而均匀,而且数量多。另外在粉末中形成的沉淀相的尺寸与粒度有关^[9],粒度大的粉末沉淀相尺寸也较大、但数量少,而粒度小的粉末对应为较小的沉淀相,但数量多。因而沉淀相数量多而间距小的 A₁ 合金位错阻力大,该合金的强度比 A₂ 合金高得多。

图 6 是 A₁ 和 A₂ 合金经 315℃ 热暴露不同时间后的室温拉伸性能,经 50h 热暴露后室温拉伸强度下降迅

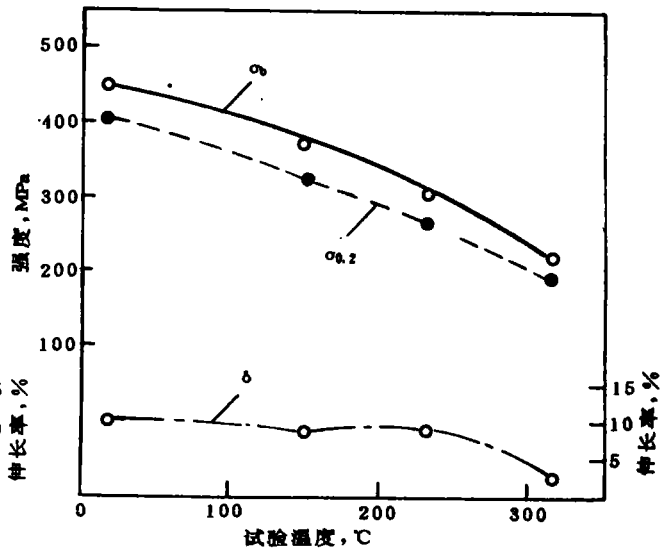
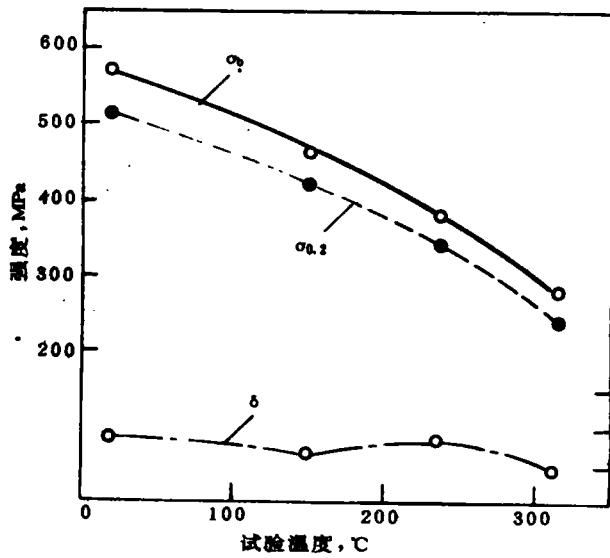


图 4 粉末粒度对合金力学性能的影响

(a) A₁ 合金, 由细粉 (19.39μm) 制成

(b) A₂ 合金, 由粗粉 (52.99μm) 制成

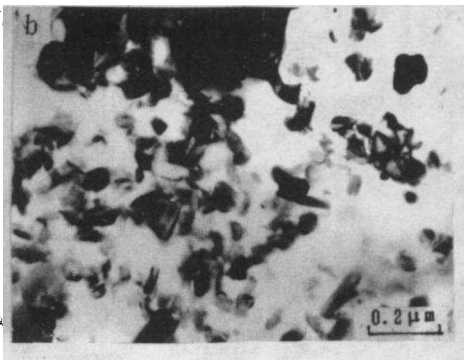
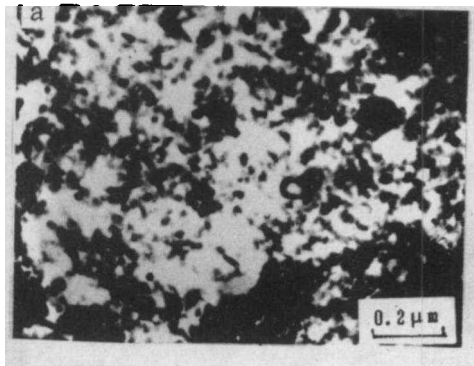


图 5 合金挤压态的透射电镜照片

(a) A₁ 合金, 由细粉制成

(b) A₂ 合金, 由粗粉制成

速, 50h 之后强度基本上保持平稳。对比 A₁ 和 A₂ 合金, 经 315℃ 热暴露后, A₁ 合金仍有较高的室温拉伸强度。图 7a 是 A₁ 合金挤压态的金相组织, 可见沉淀相均匀细小。经 50h 保温后析出相聚集长大, 成孤岛状(图 7b)。再结晶晶粒也已长大, 因而强度下降明显。热暴露时间延长至 100h 孤岛已联成片(图 7c)。由于在 315℃ 下, Fe、Ce 原子的扩散能力有限, 沉淀相在一定时间内长大后较稳定, 沉淀相长大缓慢, 加上沉淀相进一步析出, 使其数量增多, 故 100h 热暴露后, 合金的 σ_b 与 $\sigma_{0.2}$ 较 50h

热暴露后略高, 但这种强度的提高是有限的。

四、结 论

1. 快凝 Al-Fe-Ce 合金粉末中, 细粉内形成胞状组织, 粗粉内形成树枝晶与胞状晶共存组织, 胞晶尺寸随粉末粒度的增大而增大。

2. 原始粉末颗粒尺寸对挤压成形后的 Al-Fe-Ce 合金组织和性能有很大的影响, 由细小粉末热挤压成形的

材料,室温拉伸强度高达 560MPa,而粗粉热挤压制成的材料的强度要低 110MPa。两种材料经高温热暴露后的

室温力学性能也有很大差距,这充分表明快速凝固速度对合金组织和性能的巨大影响。

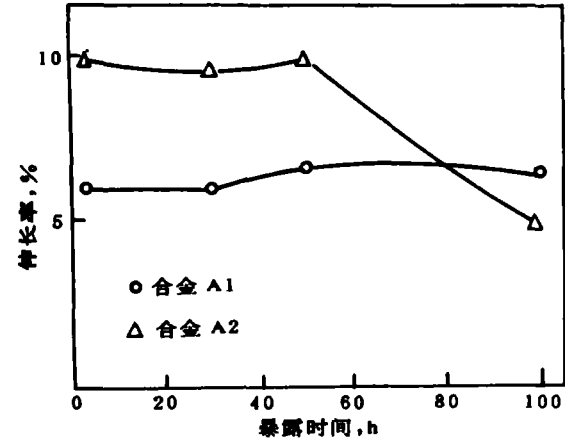


图 6 315℃下热暴露时间对 Al1 和 Al2 合金室温强度和塑性的影响

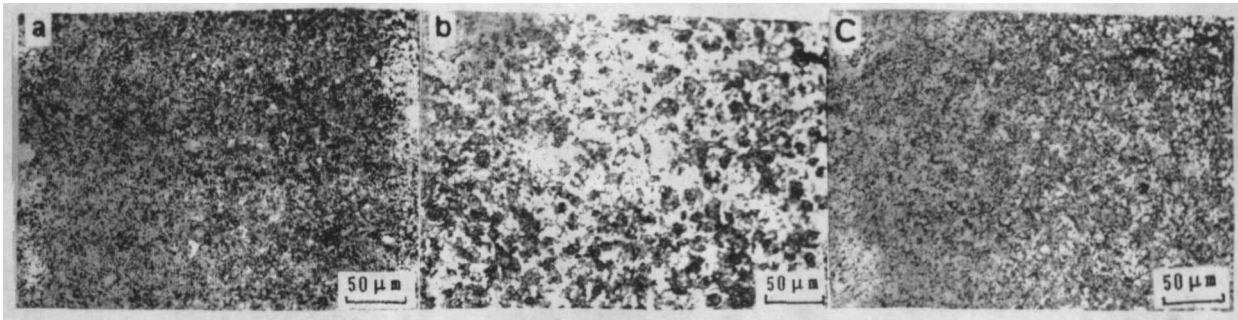
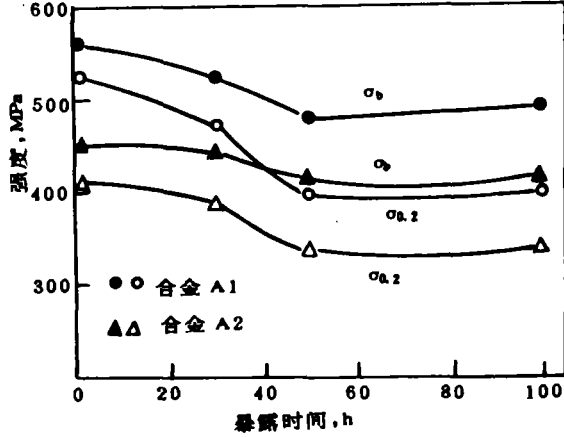


图 7 Al1 合金在 315℃下经过不同时间热暴露后的金相组织
(a) 挤压态 (b) 热暴露 50h (c) 热暴露 100h

参考文献

1. R. A. Rainen et al., J. of Metals, 1988, 40 (5), 16
2. P. P. Millan Jr. J. of Metals, 1983, 35 (3), 76
3. G. W. Kuhlman. Aluminum, 1985, 8, 573
4. Y. M. Kim. Industrial Heating, 1988, 55 (5), 31
5. 吴越等, 材料科学进展, 1989, 第 6 期 第 505 页

6. 黎文献等, 中南矿业学院学报, 1991, 第 22 卷增刊 第 1 期, 第 104 页
7. 汤亚力等, 粉末冶金技术 1992, 第 10 卷 第 2 期 第 115 页
8. J. E. Smugeresky. Metall. Trans A, 1982, 13A (9), 1535
9. M. J. Koczak et al., High-strength Powder Metallurgy Aluminum Alloys, The Metallurgical Society of AIME, 1982, P297

(上接第 36 页)

本工作测出的纯铁晶格常数的精度比纯镍高。原因是在测量纯铁和纯镍的 Kossel 花样时, 分别选用了长线段和短线段进行测量。显然, 在使用同一种长度测量仪器时, 长线段的相对测量误差 ($\Delta L/L$) 比短线段要小。

在 X 射线衍射技术中, 为了提高晶格常数的测量精度, 应选择大 θ 角的衍射谱线进行测量计算。因此, 在 Kossel 技术中应选择小 ϕ ($90^\circ - \theta$) 角的吸收锥所产生的 Kossel 线进行测量计算。Kossel 技术中的“虚晶面理论”能为找到更小的 ϕ 角的吸收锥提供更多的机会。

结 论

本工作建立的透射 Kossel 衍射实验技术和分析方法能精确测定镍、铁单晶 (或大晶粒) 试样的晶格常数, 对于铁单晶, 其精度可达:

$$\sigma = \pm 0.000022\text{nm}, \Delta a/a = 1.54 \times 10^{-4}.$$

在此对王冠英同志的支持和帮助表示感谢。

参考文献 (略)