

Al粉添加量对汽车用热压注成形 Al_2O_3 粉末组织和性能的影响

戴红霞^{1)✉}, 冯晓丽²⁾

1) 扬州工业职业技术学院智能制造学院, 扬州 225127 2) 扬州大学电气与能源动力工程学院, 扬州 225009

✉通信作者, E-mail: daizibi191319@126.com

摘要 选择 Al 粉作为 Al_2O_3 粉末材料的改性剂, 采用热压注工艺制备汽车用 Al_2O_3 粉末材料试样, 研究不同 Al 粉添加量(质量分数)对 Al_2O_3 粉末材料组织结构和力学性能的影响。结果表明: Al_2O_3 粉末热压注试样最大收缩率出现在长度方向, 最小收缩率出现于高度方向。随着 Al 粉质量分数的增加, Al_2O_3 粉末热压注试样收缩率表现出先减小, 后稳定增加, 最后再减小的变化规律, 弯曲强度和体积密度降低, 气孔率显著升高, 试样挠度增高, 浇注得到更大孔径的结构, 同时试样中大尺寸孔径数量也显著增多。随着 Al 粉质量分数的增加, 试样中 Al_2O_3 衍射峰不断上升, 玻璃相的变化不大。加入质量分数 8% 的 Al 粉后, 试样断口区域生成了明显的颗粒结构, 说明试样主要发生沿晶断裂。

关键词 Al_2O_3 粉末; Al 粉; 热压注; 收缩率; 力学性能

分类号 TQ174

Effects of Al powders addition on microstructure and properties of automobile Al_2O_3 powders prepared by hot-pressing molding

DAI Hong-xia^{1)✉}, FENG Xiao-li²⁾

1) Intelligent Manufacturing Institute, Yangzhou Polytechnic Institute, Yangzhou 225127, China

2) College of Electrical, Energy and Power Engineering, Yangzhou University, Yangzhou 225009, China

✉Corresponding author, E-mail: daizibi191319@126.com

ABSTRACT The automobile Al_2O_3 powder samples were prepared by hot-pressing molding, using Al powders as the modifying agents, the effects of Al powder content by mass on the microstructure and mechanical properties of Al_2O_3 powder samples were studied. The results show that, the maximum shrinkage rate appears in the length direction of Al_2O_3 powder samples and the minimum one appears in the height direction. With the increase of Al powders content by mass, the shrinkage rate of Al_2O_3 powder samples decreases first and then increases steadily, and finally decreases. With the increase of Al powders content by mass, the bending strength and volume density of Al_2O_3 powder samples decrease, while the porosity increase significantly. In addition, the Al_2O_3 powder samples show a larger deflection, the structure with larger pore diameter can be obtained by hot-pressing molding, and the number of larger pore in Al_2O_3 powder samples also increases significantly. With the increase of Al powders content by mass, the

diffraction peak of Al₂O₃ increases continuously, but the glass phase changes finitely. When the mass fraction of Al powders is 8%, the obvious grain structure is formed in the fracture area of Al₂O₃ powder samples and the intergranular fracture is mainly occurred.

KEY WORDS Al₂O₃ powders; Al powders; hot-pressing molding; shrinkage rate; mechanical properties

Al₂O₃粉末材料在汽车转向轴上应用极为广泛。汽车转向轴是汽车传动系统中需要承受极端工况的重要部件^[1-3],采用精密铸造技术来构建转向轴冷却通道时需要形成更加复杂结构,因此要求其能够承受更高的温度条件。材料在加工过程中受到各向异性、不均匀的注射成形压力以及结构突变等多种因素的影响,导致材料表现出明显的收缩率各向异性特征,并由此引起严重的收缩变形^[4-5]。

为了有效提高Al₂O₃粉末材料的加工精度并改善其性能,应采取适当方法减小Al₂O₃粉末材料的收缩率,主要包括粒度级配和烧结制度调整,但上述方法都面临着制造成本过高、不易成形、实际调节能力不足以及容易发生机械损伤的问题^[6-9],相关方面吸引了很多学者进行研究。Liu等^[10]研究了熔融石英的双峰粒度分布对硅基陶瓷芯性能的影响,发现随着双峰粒度分布的扩大,陶瓷岩芯的收缩强度、抗弯强度和蠕变变形呈线性减小;以熔融石英粗颗粒作为骨架,能有效减轻了陶瓷基体的收缩,避免了抗弯强度的急剧下降。Li等^[11]研究了莫来石纤维含量对硅基陶瓷芯的力学性能的影响,发现在保持材料强度的前提下,莫来石纤维可以显著降低收缩,并且在1540℃时对岩芯试样蠕变试验纤维表面出现了许多增益。Al粉是耐火材料中的一种重要添加剂,具备良好的塑性特征,对氧有很高的亲合力,同时还能够发挥明显的体积效应^[12]。本文选择Al粉作为热压注成形Al₂O₃粉末材料改性剂,研究了添加不同含量Al粉(质量分数)的热压注成形Al₂O₃粉末材料收缩率、显微组织、力学性能及其物相成分的变化情况,为进一步改善热压注成形Al₂O₃粉末材料尺寸精度并提高模具设计效率提供了参考价值。

1 实验材料及方法

1.1 实验原料及制备

以Al₂O₃粉末为基体材料,以石蜡与聚乙烯混合物为增塑剂(增塑剂质量分数为10%),以Al粉为改性剂,通过搅拌的方式将上述物料混合成均匀分散的浆料,控制Al粉添加量分别为混合浆料总质量的0%、1%、3%、5%、8%。图1所示为所添加

Al粉的扫描电子显微镜(scanning electron microscope, SEM)形貌,表1所示为实验用原料的纯度与粒度分布。采用50t-MPI压注机将上述浆料压注为Al₂O₃粉末材料,再把制得的Al₂O₃粉末材料与工业Al₂O₃填料混合后一起进行焙烧处理,先以1.0·min⁻¹升温速率升温到480℃,然后以3.5·min⁻¹升温速率升温到1150℃,保温2 h,随后炉冷至室温,最后通过线切割制备成长宽高尺寸为12 mm×12 mm×60 mm的Al₂O₃粉末热压注试样以备测试。

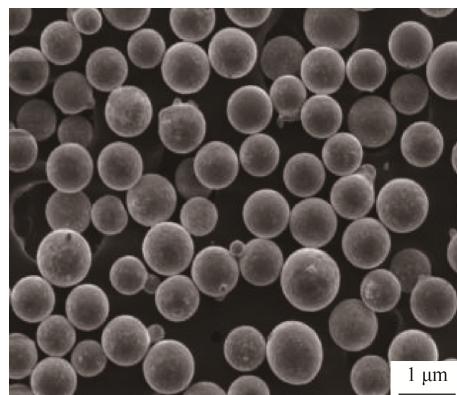


图1 实验用Al粉扫描电子显微形貌

Fig.1 SEM image of the Al powders used in experiment

表1 实验用原材料纯度及粒度特征

Table 1 Purity and particle size distribution of the raw materials used in experiment

原料	纯度 / %	粒度分布 / %		
		D ₁₀	D ₅₀	D ₉₀
增塑剂	99.95	7.5	34.4	104.0
Al ₂ O ₃	99.5	3.2	15.9	40.5
Al粉	99.5	—	1.0~3.0	—

1.2 测试方法

采用X'Pert Pro型X射线衍射仪(X-ray diffraction, XRD)分析试样的物相组成,利用BCPCAS4800型扫描电子显微镜观察试样的微观形貌,同时使用STA449F3+ASC型差热分析仪测试Al粉和热压注试样的热学性能,并按照HB5353-2008标准对试样的抗弯强度、体积密度以及气孔率进行测试。

2 结果与分析

2.1 收缩率分析

图 2 为添加不同质量分数 Al 粉的 Al_2O_3 粉末热压注试样收缩率变化曲线，由图可知，试样的收缩率在长、宽、高方向上明显不同，试样最大收缩率出现在长度方向，最小收缩率出现在高度方向。整体上来看，随着 Al 粉添加量的增加，试样收缩率表现出先减小，后稳定增加，最后再减小的变化规律。当 Al 粉质量分数由 0 增加至 1%，试样各方向收缩率都发生了减小的现象，这说明加入 Al 粉能够对试样收缩率起到显著的抑制作用；随着加入铝粉的质量分数从 1% 增加到 3%，试样各方向收缩率持续升高，这主要是因为 Al 粉发生氧化，生成具有较高活性的 Al_2O_3 ，经煅烧后，原先的玻璃相组织逐渐获得了更强的粘滞流动能力，从而引起 Al_2O_3 粉末材料收缩率增高。粉体颗粒表面获得更高的自由能为试样二次收缩创造了更大的空间，提供了驱动力，促进了二次收缩的过程。当加入质量分数为 8% 的 Al 粉后，试样组织中各颗粒之间的距离较大，无法达到较高的粘滞流动性，因此阻碍了试样收缩程度的提高。

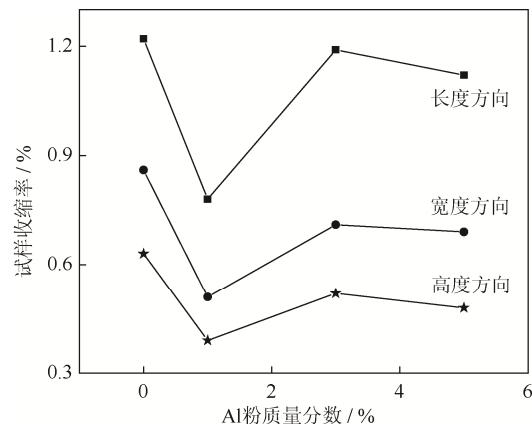


图 2 Al 粉质量分数对 Al_2O_3 粉末热压注试样收缩率的影响

Fig.2 Effect of the Al powder content by mass on the shrinkage rate of Al_2O_3 powder samples prepared by hot-pressing molding

2.2 物理性能分析

Al_2O_3 粉末材料的析晶程度对于气孔率、体积密度以及抗弯强度具有重要影响。表 2 显示了添加不同质量分数 Al 粉的 Al_2O_3 粉末热压注试样物理性能。可以发现，当 Al 粉添加量增加后， Al_2O_3 粉末材料试样的抗弯强度与体积密度都出现了减小的情况，而气孔率则发生了显著升高。试样室温抗弯强度减小了约 50%，从最初的 28.26 MPa 下降到 16.42 MPa；

气孔率则发生了显著升高，从 25.12% 增大为 28.25%。当 Al 粉质量分数为 8% 时，试样获得 30.08% 的最大气孔率，同时体积密度减小至 $1.61 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ 的最小值，抗弯强度也减小至 11.06 MPa 的最小值。

表 2 添加不同质量分数 Al 粉的 Al_2O_3 粉末热压注试样物理性能

Table 2 Physical properties of the Al_2O_3 powder samples added by Al powders in different mass fractions

Al 粉质量分数 / %	气孔率 / %	体积密度 / ($\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$)	抗弯强度 / MPa
0	25.12	1.75	28.26
1	28.25	1.71	16.42
3	29.12	1.68	15.16
5	29.74	1.65	14.38
8	30.08	1.61	11.06

图 3 为添加不同质量分数 Al 粉的 Al_2O_3 粉末热压注试样高温挠度测试结果。根据图 3 可知，随着 Al 粉添加量的增加， Al_2O_3 粉末热压注试样的挠度增大；当 Al 粉质量分数未超过 2% 时，试样只发生了较小程度的挠度上升，符合定向凝固的条件；当 Al 粉加入量增加，试样挠度恶化现象加速。加入 Al 粉的烧结试样达到了很高的气孔率，在不同颗粒间形成了松散的骨架组织，降低了高温液相的粘滞流动性，这使得在玻璃相发生完全析晶之前，试样就已经出现了软化变形的结果。 Al_2O_3 具有较高的活性，当氧原子扩散到玻璃相的氧缺位中时，可以提高整体原子排列结构的有序性，从而抑制析出方石英的过程，引起试样抗高温变形能力的下降。

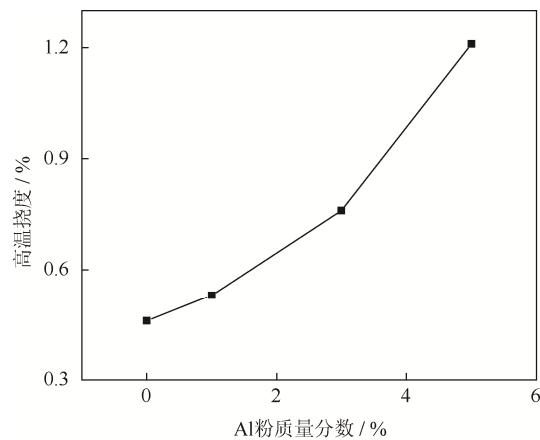


图 3 Al 粉质量分数对 Al_2O_3 粉末热压注试样高温挠度的影响

Fig.3 Effect of the Al powder content by mass on the high temperature deflection of the Al_2O_3 powder samples

图4为不同Al粉添加量条件下浇注得到的试样孔径分布规律。可以明显发现,在 Al_2O_3 粉末热压注试样中出现了具有双峰特征的孔径分布。当Al粉添加量增加后,浇注得到了具有更大孔径结构的试样,同时大尺寸孔径也显著增多。这是因为 Al_2O_3 粉末材料为多孔结构,较多的Al粉有助于铸造过程中腐蚀剂的渗透,进而增加 Al_2O_3 粉末材料的溶蚀速率,易于形成大尺寸孔径。

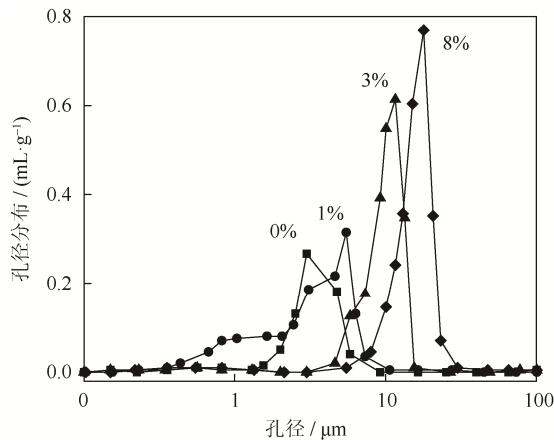


图4 添加不同质量分数Al粉的 Al_2O_3 粉末材料孔径分布
Fig.4 Pore size distribution of the Al_2O_3 powder samples added by Al powders in different mass fractions

2.3 组织分析

图5显示了不同Al粉添加量下 Al_2O_3 粉末热压注试样的X射线衍射图谱。可以发现,随着Al粉

添加量的增加, Al_2O_3 试样衍射峰不断上升,玻璃相的变化不大,说明Al粉加入对烧结过程中玻璃相的析出影响不大。

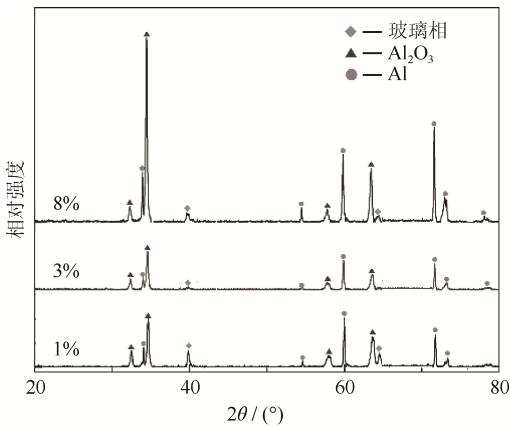


图5 添加不同质量分数Al粉的 Al_2O_3 粉末材料X射线衍射图谱
Fig.5 XRD patterns of the Al_2O_3 powder samples added by Al powders in different mass fractions

图6显示了不同Al粉添加量下的 Al_2O_3 粉末热压注试样的断口显微形貌。如图6所示,未加入Al粉的 Al_2O_3 基体组织较为致密,在断口区域形成了许多大颗粒,此时组织中主要发生穿晶断裂,在大颗粒表面也形成了明显的微裂纹;当加入质量分数8%的Al粉时,试样断口区域出现了明显的颗粒结构,此时组织主要发生沿晶断裂。

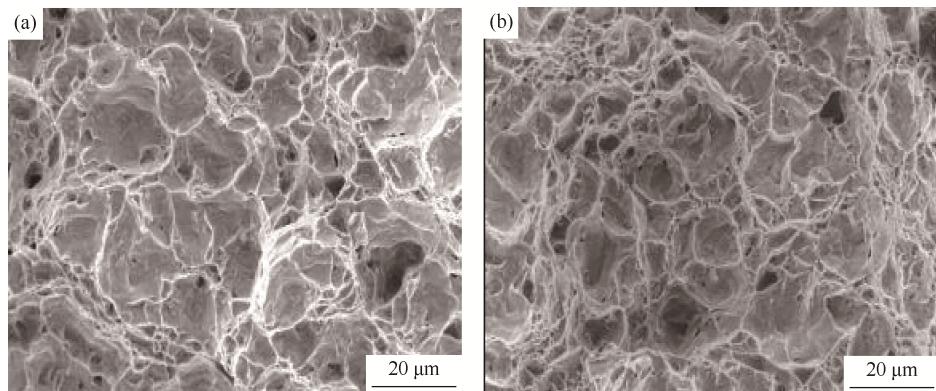


图6 添加不同质量分数Al粉的 Al_2O_3 粉末热压注试样断口显微形貌:(a) 0%;(b) 8%
Fig.6 Fracture morphology of the Al_2O_3 powder samples added by Al powders in different mass fractions: (a) 0; (b) 8%

3 结论

(1) Al_2O_3 粉末热压注试样最大收缩率出现在长度方向,最小收缩率出现在高度方向。随着Al

粉质量分数的增加,试样收缩率表现出先减小,后稳定增加,最后再降低的变化规律。当Al粉质量分数为3%时,试样收缩率较优,其长、宽、高方向上的收缩率分别为1.24%、0.72%、0.52%。

(2) 随着 Al 粉质量分数的增加, Al_2O_3 粉末热压注试样的弯曲强度与体积密度都出现了减小的情况, 而气孔率则发生了显著提高, 试样挠度升高, 浇注得到更大孔径的结构, 同时大尺寸孔径也显著增高。

(3) 随着 Al 粉质量分数的增加, Al_2O_3 粉末热压注试样的衍射峰不断上升, 玻璃相变化不大。加入质量分数 8% 的 Al 粉后, 试样断口区域出现明显的颗粒结构, 基本主要发生沿晶断裂。

参 考 文 献

- [1] Liu J Q, Peng L H, Qin S. Effect of Si_3N_4 on crystallinity of fused silica crucibles during casting. *Refractories*, 2016, 50(4): 248
(刘金秋, 彭立华, 秦善. Si_3N_4 添加量对熔融石英坩埚在铸造过程中析晶的影响. 耐火材料, 2016, 50(4): 248)
- [2] Kang H F, Li F, Zhao Y J, et al. Research status on ceramic cores and shells for superalloy hollow blades investment casting. *J Mater Eng*, 2013(8): 85
(康海峰, 李飞, 赵彦杰, 等. 高温合金空心叶片精密铸造用陶瓷型芯与型壳的研究现状. 材料工程, 2013(8): 85)
- [3] Ni F, Fu L H, Deng P, et al. Effects of $\text{SiO}_2\text{--B}_2\text{O}_3\text{--Al}_2\text{O}_3$ scaling powder on microstructures and properties of $\text{Cu}\text{--C}\text{--SnO}_2$ porous materials sintered by powders. *Powder Metall Technol*, 2018, 36(5): 335
(倪锋, 傅丽华, 邓攀, 等. $\text{SiO}_2\text{--B}_2\text{O}_3\text{--Al}_2\text{O}_3$ 助焊剂对粉末烧结 $\text{Cu}\text{--C}\text{--SnO}_2$ 多孔材料组织与性能的影响. 粉末冶金技术, 2018, 36(5): 335)
- [4] Mao J W, Ding S Y, Li Y J, et al. Preparation of plasma sprayed $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$ composite powder by sol-gel method. *China Surf Eng*, 2018, 31(3): 143
(毛家玮, 丁思宇, 李永甲, 等. 等离子喷涂 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$ 复合粉末的 Sol-Gel 法制备. 中国表面工程, 2018, 31(3): 143)
- [5] Wang Y M, Xiong X, Shi Q L, et al. Preparation and application of partial noncrystallization ZrO_2 -based powders for cold spraying by high energy ball milling. *Mater Sci Eng Powder Metall*, 2017, 22(5): 622
(王跃明, 熊翔, 时启龙, 等. 部分非晶化 $\text{ZrO}_2/\text{Y}_2\text{O}_3$ 基冷喷涂粉末的制备及应用. 粉末冶金材料科学与工程, 2017, 22(5): 622)
- [6] Shi Y L, Lin T, Qi C F, et al. Influence of co-precipitation reaction parameters and dispersant on performance of $\text{Cu}\text{--Al}_2\text{O}_3$ powders. *Powder Metall Ind*, 2017, 27(1): 16
(石永亮, 林涛, 戚翠芬, 等. 共沉淀反应条件与分散剂对 $\text{Cu}\text{--Al}_2\text{O}_3$ 粉末性能的影响. 粉末冶金工业, 2017, 27(1): 16)
- [7] Fu J, Shang F, Li H Q, et al. Research on rheology of feedstock for $\text{Ni}\text{--Al}_2\text{O}_3$ powder injection molding. *Powder Metall Ind*, 2016, 26(1): 20
(付杰, 尚峰, 李化强, 等. $\text{Ni}\text{--Al}_2\text{O}_3$ 粉末注射成形喂料的流变学研究. 粉末冶金工业, 2016, 26(1): 20)
- [8] Feng W, Wang W H, Wang X Z, et al. Size calculation method of ceramic core locators for hollow turbine blade investment casting wax patterns. *Acta Aeronaut Astronaut Sin*, 2013, 34(1): 181
(冯炜, 汪文虎, 王孝忠, 等. 空心涡轮叶片精铸蜡型陶芯定位元件尺寸计算方法. 航空学报, 2013, 34(1): 181)
- [9] Li B, Sun C B, Liu Y, et al. Effect of ceramic core powder particle size on inner cavity dimensions of casting. *Foundry*, 2015, 64(10): 1025
(李波, 孙长波, 刘艳, 等. 陶瓷型芯粉料粒度对铸件内腔尺寸的影响. 铸造, 2015, 64(10): 1025)
- [10] Liu X G, Li X, Tang D Z, et al. Effect of bimodal granularity distribution on the properties of silica-based ceramic cores. *Mater Sci Forum*, 2017, 898: 1724
- [11] Li X, Yao J S, Liu X G, et al. Microstructure and performance of fused silica-based ceramic core reinforced by mullite fiber. *Mater Sci Forum*, 2016, 848: 228
- [12] Lu Z L, Fan Y X, Yang D S, et al. The effect of SiC whisker on the performances of Al_2O_3 matrixceramics mould for hollow turbine blade // 2013 IEEE International Symposium on Assembly and Manufacturing. Xi'an, 2013: 85