

闭孔 CNTs/Al 复合泡沫搅拌摩擦焊工艺研究

庞 秋¹, 于海洋^{2,3}, 胡志力^{2,3}

(1. 武汉科技大学 冶金装备及其控制省部共建教育部重点实验室, 湖北 武汉 430081)

(2. 武汉理工大学 现代汽车零部件技术湖北省重点实验室, 湖北 武汉 430070)

(3. 武汉理工大学 汽车零部件技术湖北省协同创新中心, 湖北 武汉 430070)

摘 要: 提出基于搅拌摩擦焊制备闭孔 CNTs/Al 复合泡沫新工艺, 解决制备大面积闭孔复合泡沫的难题。利用扫描电镜对不同焊接速度的闭孔 CNTs/Al 复合泡沫预制体及复合泡沫的微观组织进行分析; 采用红外线测温仪对焊接过程中预制体温度分布进行研究。利用电子万能试验机对纯 Al 泡沫和不同孔隙率闭孔泡沫的屈服应力和平台应力进行对比。结果表明, 当搅拌头旋转速度为 1000 r/min 时, 闭孔 CNTs/Al 复合泡沫预制体表面平滑而致密。同时, 增强体 CNTs 均匀分布在复合泡沫预制体横截面上。由发泡温度 650, 680 和 700 °C 对比可知, 最佳发泡温度为 680 °C 发泡 15 min, 泡孔结构均匀, 孔隙趋于圆形, 最大泡孔直径为 0.48 mm。室温压缩时, 闭孔复合泡沫的应力-应变曲线表现出脆性与韧性相结合的变形特征。孔隙率为 30.5% 时, 闭孔泡沫的屈服应力和平台应力值最大。同时, 与纯 Al 泡沫相比, 闭孔泡沫的屈服应力提高了 2~2.8 倍; 平台应力提高了 1.4~2.9 倍。

关键词: 搅拌摩擦焊; CNTs/Al 复合泡沫; 微观组织; 力学性能

中图分类号: TB383

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2020)08-2845-10

泡沫铝是一种具有独特结构和性能的一体化新型功能材料^[1,2]。由于具有轻质、比表面积大、比强度高、吸能性能好等优点, 在航空航天、汽车运输、军事等领域呈现出广阔的应用前景^[3]。其中, 闭孔泡沫铝由于其密度小、高比强度、比刚度和良好的吸声性能及电磁屏蔽等特性, 广泛应用于建筑装饰、机械制造、交通运输等领域^[4]。目前泡沫铝的制备方法较多, 主要有粉末冶金法^[5]、渗流铸造法^[6]、烧结法^[7]、预制体发泡法^[8]、熔体发泡法等^[9]。但是, 由于泡沫铝生产工艺复杂, 制备的样品尺寸小、强度低, 限制其应用范围。为了增强泡沫铝基体强度和泡孔壁的稳定性, 碳化硅(SiC)和氧化铝(Al₂O₃)等陶瓷增强材料被添加到基体中^[10,11]。然而, 由于增强相(SiC 和 Al₂O₃)为脆性材料, 提高泡沫铝强度的同时严重降低其韧性。因此, 选择合适的增强相成为了显著提高 Al 基复合材料性能的重要前提。

碳纳米管(CNTs)自 1991 年 Iijima^[12]发现以来, 因其具有较高的强度和模量、较好的热力学性能和电学性能备受关注, 鉴于此, 普遍认为 CNTs 是复合材料中最具发展前景的纳米增强体^[13]。将 CNTs 引入到金

属基体中以改善基体的强度、硬度、耐摩擦、磨损性能、耐冲击性能以及热稳定性, 是非常值得深入研究的课题。但是, 由于缠绕 CNTs 在金属基体中界面润湿性差、分散困难, 导致面临界面结合以及工艺性变差的技术难题^[14], 限制了它的广泛应用。

搅拌摩擦加工(friction stir processing, FSP)是一种新型、高效固相连接技术。利用搅拌头的高速旋转和移动使被加工材料发生剧烈塑性变形、混合, 实现微观结构的致密化、均匀化^[15]。王快社等^[16]用搅拌摩擦加工技术加工铸态 AZ31 镁合金, 搅拌区内组织为等轴细化晶粒。Guo 等^[17]通过 FSP 技术在 Al 基体中添加 Al₂O₃ 颗粒使材料的显微硬度和抗拉强度得到明显提高。近年来, 部分学者开始尝试利用 FSP 技术制备闭孔泡沫铝。例如: 日本学者 Hangai 提出以铝合金为原料, 利用搅拌摩擦加工技术成功制备泡沫 Al 的工艺路线^[18]。希腊学者 Papantoniou 提出采用搅拌摩擦加工路线制备 AA5083/nano-Al₂O₃ 复合泡沫^[19]。但是, 利用 FSP 技术制备闭孔 CNTs/Al 复合泡沫的研究目前还报道较少。

本研究首先利用搅拌摩擦焊(friction stir welding,

收稿日期: 2019-08-14

基金项目: 国家自然科学基金(51775397); 中国汽车产业创新发展联合基金(U1564202); 新能源汽车科学与关键技术学科创新引智基地资助(B17034); 湖北省高等学校优秀中青年科技创新团队计划项目(T201629)

作者简介: 庞 秋, 女, 1979 年生, 博士, 讲师, 武汉科技大学冶金装备及其控制省部共建教育部重点实验室, 湖北 武汉 430081, 电话: 027-87856733, E-mail: pqiuhit@126.com

FSW) 过程中搅拌头的高速旋转及多道次焊接, 将发泡剂 TiH_2 、稳定剂 Al_2O_3 和增强相 CNTs 均匀分散在 Al 基体中。然后, 分别在 650, 680 和 700 °C 热处理炉中进行不同时间发泡获得闭孔 CNTs/Al 复合泡沫。利用光学金相显微镜(OM)和扫描电镜(SEM/EDS)对不同焊接旋转参数 CNTs/Al 复合泡沫的组织形貌及 TiH_2 和 CNTs 粉末在基体中分布状态进行分析; 研究不同发泡温度和发泡时间对闭孔 CNTs/Al 复合泡沫组织形貌的影响; 同时, 采用红外线测温仪对焊接过程中的预制体温度分布进行研究。并且, 将常温条件下纯 Al 泡沫和不同孔隙率的闭孔 CNTs/Al 复合泡沫的准静态压缩力学性能进行分析及对比。

1 实验

采用熔点 580 °C 的 Al-Si-Cu 压铸铝合金 ADC12 板材来代替传统使用的铝合金粉末; 发泡剂采用粒度为 45 μm 的 TiH_2 粉末; 泡沫稳定剂采用粒度为 1 μm 的 Al_2O_3 粉末; 增强相 CNTs 采用化学气相沉积法(CVD)制备, 管径为 60~100 nm, 管长为 1~2 μm , 纯度>95%。首先, 利用行星式球磨机将发泡剂 TiH_2 、稳定剂 Al_2O_3 和增强相 CNTs 在转速 250 r/min, 球磨 90 min, 将混合后粉末均匀平铺于 2 块 ADC12 板材间, 工艺示意图如图 1 所示; 然后, 采用不同焊接工艺参数(旋转速度: 800~1800 r/min; 焊接速度: 300 mm/min) 进行搅拌摩擦焊多道次反复焊接。利用线切割机将样品切成 20 mm×20 mm, 随后利用热处理炉对泡沫预制体进行发泡, 参考相关文献[20,21]的数据, 预制体发泡温度选择 3 个温度点, 分别为 650、680 和 700 °C, 保温时间为 8~15 min。

利用光学金相显微镜(OM)和扫描电镜(SEM/EDS)对不同焊接工艺参数 CNTs/Al 复合泡沫的组织形貌及 TiH_2 和 CNTs 粉末在基体中分布状态进行分析; 研究不同发泡温度和发泡时间对闭孔 CNTs/Al 复合泡沫组织形貌的影响; 采用 Instron5569 万能电子拉伸试验机对闭孔 CNTs/Al 复合泡沫进行室温压缩性能试验, 研究了不同孔隙率的闭孔 CNTs/Al 复合泡沫的准静态压

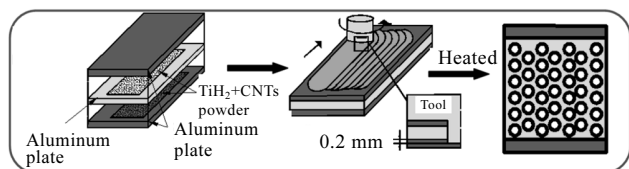


图 1 搅拌摩擦焊工艺制备闭孔 CNTs/Al 复合泡沫预制体示意图

Fig.1 Schematic illustrations of closed-cell CNTs/Al foam precursor by multipass friction stir welding process

缩性能。同时, 为了研究增强相 CNTs 对复合泡沫力学性能的影响, 采用相同的焊接工艺制备闭孔纯 Al 泡沫, 对纯 Al 泡沫和不同孔隙率的闭孔 CNTs/Al 复合泡沫的屈服应力和平台应力进行对比分析。

2 结果与讨论

2.1 不同旋转速度对闭孔 CNTs/Al 复合泡沫预制体组织形貌的影响

图 2 所示为旋转速度 800 r/min 多道次搅拌摩擦焊后闭孔 CNTs/Al 复合泡沫预制体表面宏观形貌。从图中可以看出, 搅拌头旋转速度为 800 r/min, 焊接速度 300 mm/min 时多道次焊接时, CNTs/Al 复合泡沫预制体焊缝表面不平整, 存在部分孔洞、飞边等缺陷。试验结果表明, 此时的热输入量不足, 导致焊缝金属热塑性不够, 流动性不好, 出现孔洞缺陷。

图 3 所示为旋转速度 1000~1300 r/min 多道次搅拌摩擦焊后闭孔 CNTs/Al 复合泡沫预制体表面宏观形貌。从图中可以看出, 焊接旋转速度对闭孔 CNTs/Al 复合泡沫预制体表面产生较大的影响, 使得预制体表面产生不同的组织形貌。当搅拌头旋转速度为 1000 r/min, 焊接速度 300 mm/min 时多道次焊接, 如图 3a 所示, CNTs/Al 复合泡沫预制体表面变得平滑而致密, 具有较好的连续性。这是因为旋转速度 1000 r/min 时, 摩擦产生足够的热量, 使铝基体容易达到其塑性变形温度, 减小孔洞等内部缺陷的产生。

图 3b 给出了搅拌头旋转速度 1200 r/min, 焊接速度 300 mm/min 条件下多道次焊接后 CNTs/Al 复合泡沫预制体的宏观形貌。从图中可以看出, 随着搅拌头旋转速度增加, 预制体表面出现部分连续的孔洞, 并且表面飞边形状变得连续。这是由于搅拌头旋转速度增加, 摩擦带来的热量增加, ADC12 铝板在搅拌头高速旋转作用下, 母材塑性变形进一步增加, 导致熔化

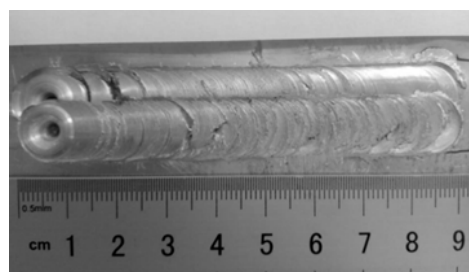


图 2 旋转速度 800 r/min 多道次搅拌摩擦焊后 CNTs/Al 复合泡沫预制体表面宏观形貌

Fig.2 Surface morphology of CNTs/Al foam precursor by multipass FSW at a rotation speed of 800 r/min

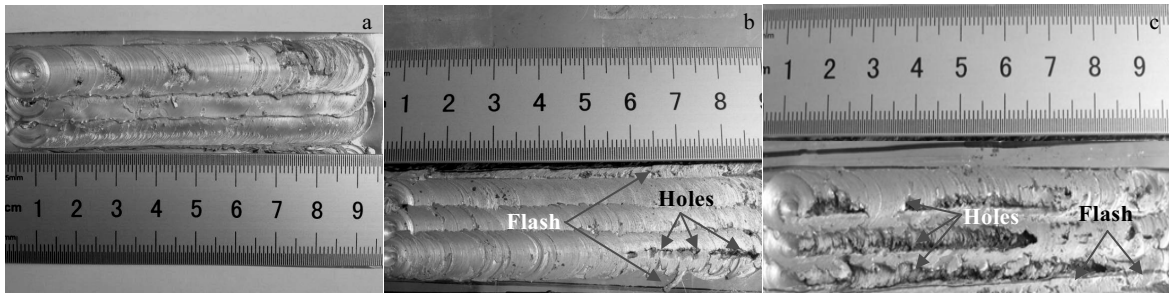


图 3 1000~1300 r/min 多道次搅拌摩擦焊后 CNTs/Al 复合泡沫预制体表面宏观形貌

Fig.3 Surface morphologies of CNTs/Al foam precursor by multipass FSW at different rotation speeds: (a) 1000 r/min, (b) 1200 r/min, and (c) 1300 r/min

母材在搅拌头旋转时，焊接压力较大破坏“挤压模”，出现部分缺陷^[22]。当搅拌头旋转速度增加至 1300 r/min，从图 3c 中可以看出，闭孔 CNTs/Al 复合泡沫预制体表面孔洞迅速增加，孔洞形状尺寸明显增大，产生连续孔洞。并且预制体表面不平滑，发泡剂、稳定剂及增强体 CNTs 出现部分流失，没有完全包裹在 ADC12 铝基体中。

图 4 所示为旋转速度 1800 r/min 多道次搅拌摩擦焊后闭孔 CNTs/Al 复合泡沫预制体表面宏观形貌。从图中可以看出，旋转速度为 1800 r/min 时，焊缝表面粗糙，前进侧、后退侧均产生大量的连续孔洞、飞边及沟槽等缺陷。这主要由于搅拌头高速旋转，热输入量增加，使得母材得以充分熔化，在高速旋转作用下熔化母材被甩出，产生严重孔洞及飞边。同时，由于过多的热量输入，部分 TiH_2 出现分解，最终导致 CNTs/Al 复合泡沫预制体发泡。

图 5 分别给出了搅拌头旋转速度 1000 和 1200 r/min，焊接速度 300 mm/min 条件下闭孔 CNTs/Al 复合泡沫预制体的横截面 SEM 形貌。从图 5 中可以看出，在搅拌焊接过程中，搅拌区的金属和夹层中的发泡剂

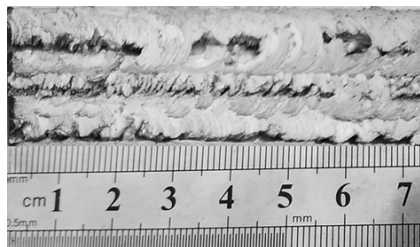


图 4 1800 r/min 多道次搅拌摩擦焊后 CNTs/Al 复合泡沫预制体表面宏观形貌

Fig.4 Surface morphology of CNTs/Al foam precursor by multipass FSW at a rotation speed of 1800 r/min

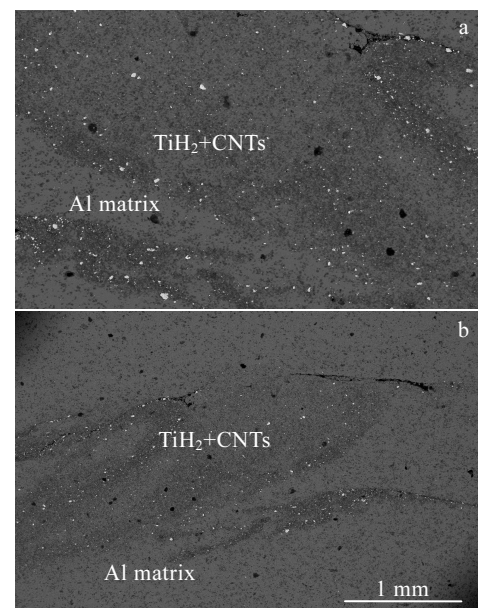


图 5 多道次搅拌摩擦焊后 CNTs/Al 泡沫预制体横截面形貌
Fig.5 Cross section morphologies of CNTs/Al foam precursor by multipass FSW at different rotation speeds: (a) 1000 r/min and (b) 1200 r/min

TiH_2 、稳定剂 Al_2O_3 及增强体 CNTs 受到搅拌头强烈的高速旋转搅拌摩擦作用，使得焊核区金属和夹层中混合粉末发生一定的塑性变形和流动。从图 5a 中可以发现，在搅拌头旋转速度 1000 r/min 作用下，铝板夹层中的粉末被均匀分布到 Al 基体中，其中白色小颗粒为 TiH_2 ，灰黑色部分为 Al_2O_3 和 CNTs，并且搅拌摩擦作用产生足够的热量，使得铝基体容易达到其塑性变形温度，有效减少横截面内孔洞等内部缺陷。

图 5b 所示为在搅拌头旋转速度 1200 r/min，焊接速度 300 mm/min 条件下多道次焊接后预制体横截面形貌。随着搅拌头旋转速度增加，发泡剂 TiH_2 、稳定

剂 Al_2O_3 及增强体 CNTs 没有完全均匀分布在闭孔 CNTs/Al 复合泡沫预制体横截面上, 夹层中的混合粉末在搅拌头强烈的高速旋转搅拌下多集中于搅拌头的前进侧。这是因为在此条件下, 搅拌焊摩擦产热较多, Al 合金板产生较强塑性变形, 焊接过程中温度场在前进侧温度略微高于后退侧, 并且前进侧压力大于后退侧。同时, 与搅拌头旋转速度 1000 r/min (如图 5a 所示)相比, CNTs/Al 复合泡沫预制体的横截面中发泡剂 TiH_2 、稳定剂 Al_2O_3 及增强体 CNTs 的分布量明显降低, 主要由于复合泡沫预制体表面出现连续的孔洞(如图 5b 所示), 导致夹层中的混合粉末在焊接中部分发生流失。

为了进一步分析多道次搅拌摩擦焊后闭孔 CNTs/Al 复合泡沫预制体横截面上发泡剂 TiH_2 、稳定剂 Al_2O_3 及增强体 CNTs 的分布情况, 图 6 给出了搅拌头旋转速度 1000 r/min, 焊接速度 300 mm/min 条件下 CNTs/Al 复合泡沫预制体的横截面 SEM 形貌和 EDS 分析。从图中扫描结果可以看出, 增强体 CNTs 含量在铝基体中几乎均匀分布, 并且复合泡沫预制体致密度较高, 图中白色部分为 TiH_2 粉, 灰黑色小颗粒为 Al_2O_3 和 CNTs。试验结果表明: 搅拌摩擦焊过程中, 利用搅拌头强烈的高速旋转及多道次焊接能够使 TiH_2 、 Al_2O_3 和 CNTs 混合粉末在铝基体中均匀混合。

图 7 所示为搅拌头旋转速度 1200 r/min, 焊接速度 300 mm/min 条件下, 闭孔 CNTs/Al 复合泡沫预制

体横截面 SEM 形貌和 EDS 分析。与图 6 相比可以看出, 随着旋转速度增加至 1200 r/min, 多道次搅拌摩擦焊后 CNTs/Al 泡沫预制体横截面上白色 TiH_2 含量降低, 部分出现分布不均匀, 同时, 增强体 CNTs 含量在铝基体中基本均匀分布。预制体横截面分析表明: 搅拌摩擦焊旋转速度对混合粉末在铝基体中分布产生较强影响。试验中选择搅拌头旋转速度为 1000 r/min 较适合。

图 8 所示为红外线测温仪视频中搅拌摩擦焊不同焊接工艺条件下, 闭孔 CNTs/Al 复合泡沫预制体焊接温度曲线。整体上, 搅拌摩擦焊接过程中相应的温度-时间($T-t$)曲线经历了 2 个阶段, 即: 快速升温 and 缓慢冷却阶段。其中, 图 8a 给出了旋转速度 1000 r/min 时, 搅拌摩擦焊接温度-时间($T-t$)曲线。从图中可以看出, 在 $t=30$ s 时, 当工具插入 ADC12 铝板时, 由于焊接初期工件表面温度较低, 工件与周围环境的热对流较小, 搅拌头快速旋转, 摩擦产生热量, 搅拌针温度迅速上升达到 180 °C 左右, 这主要由于搅拌头旋转速度增加, 使得搅拌头与样品之间摩擦产生较多热量, 如图 8a 所示。随着搅拌时间的延长, 在焊接 60~120 s 时间范围内, CNTs/Al 复合泡沫预制体表面高温区域增加, 在 $t=120$ s 时, 最高温度曲线值为 415 °C, 这主要是由于焊接过程中直接摩擦加热和随后的传导热量减少。

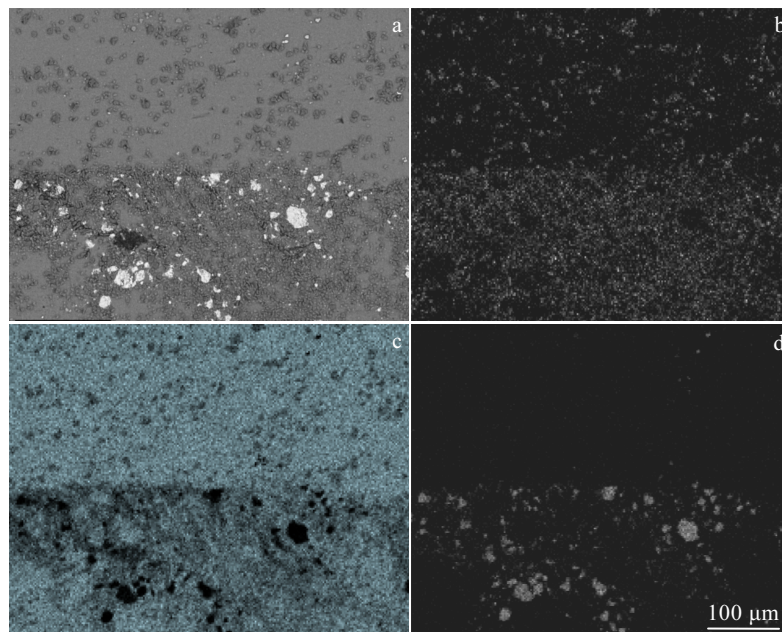


图 6 1000 r/min 下搅拌摩擦焊 CNTs/Al 泡沫预制体截面 SEM 形貌和 EDS 分析

Fig.6 SEM image (a) and EDS maps of the relevant elements in the CNTs/Al precursor foam by multipass FSW at 1000 r/min: (b) C, (c) Al, and (d) Ti

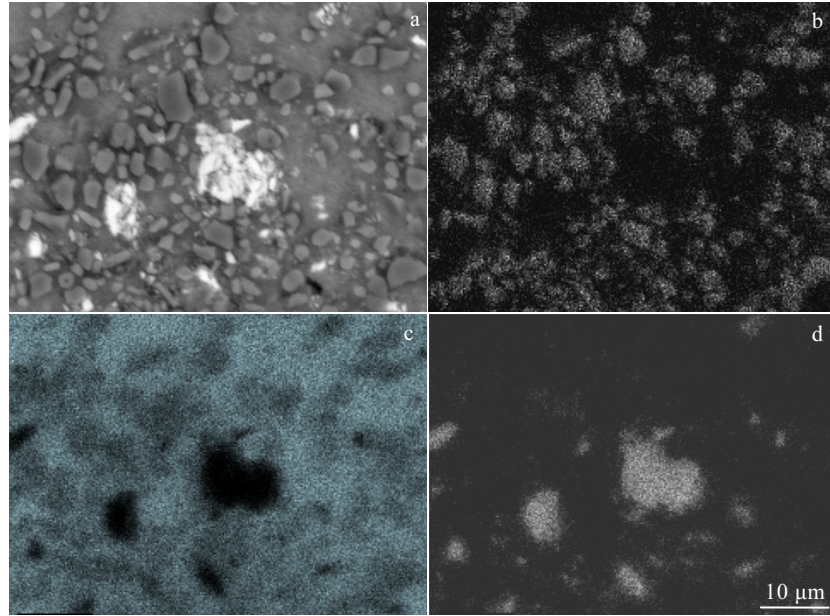


图 7 1200 r/min 下搅拌摩擦焊 CNTs/Al 泡沫预制体截面 SEM 形貌和 EDS 分析

Fig.7 SEM image (a) and EDS maps of the relevant elements in the CNTs/Al precursor foam by multipass FSW at 1200 r/min: (b) C, (c) Al, and (d) Ti

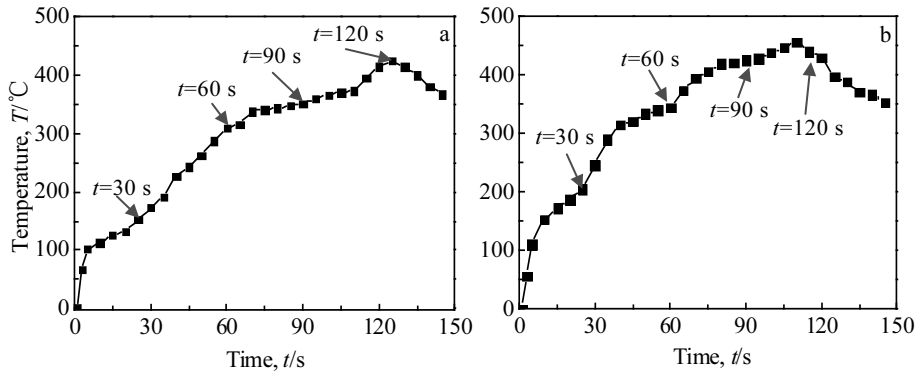


图 8 搅拌摩擦焊不同旋转速度 CNTs/Al 泡沫温度-时间关系曲线

Fig.8 T-t relationship curves of CNTs/Al foam at different rotation speeds of FSW: (a) 1000 r/min and (b) 1200 r/min

图 8b 给出了旋转速度 1200 r/min 时，搅拌摩擦焊过程中温度-时间(T-t)曲线，从图中可以看出，增加搅拌头旋转速度，在焊接时间 0~60 s 阶段，闭孔 CNTs/Al 复合泡沫预制体温度-时间(T-t)曲线与旋转速度 1000 r/min 时整体上相一致，然而，焊接过程中搅拌头的温度提高非常迅速，在 t=30 s 时，搅拌针温度迅速上升达到 216 °C 左右；t=60 s 后复合泡沫预制体温度迅速上升至 300 °C 以上，同时随着焊接时间的延长，焊接过程中温度不断增加，焊接时间 75~100 s 阶段，搅拌针温度在 406~438 °C 之间。t=110 s 时，最高温度曲线值为 470 °C。这主要由于搅拌头旋转速度增加，使得

搅拌头与样品间摩擦产生的热量增加，提高了焊接接头的温度，此时材料达到塑化状态，可实现良好的固态连接。

2.2 不同发泡温度对闭孔 CNTs/Al 复合泡沫组织形貌的影响

图 9 给出了闭孔 CNTs/Al 复合泡沫预制体在 650 °C 时发泡不同时间后 CNTs/Al 复合泡沫横截面微观组织形貌。从图中可以看出，在 650 °C 发泡 8 min 后，由于发泡温度低、时间短，TiH₂ 的分解量较少，发泡动力不足，泡孔长大受到较大的阻力作用，CNTs/Al 复合泡沫横截面出现大量不规则孔洞，气孔较小，孔

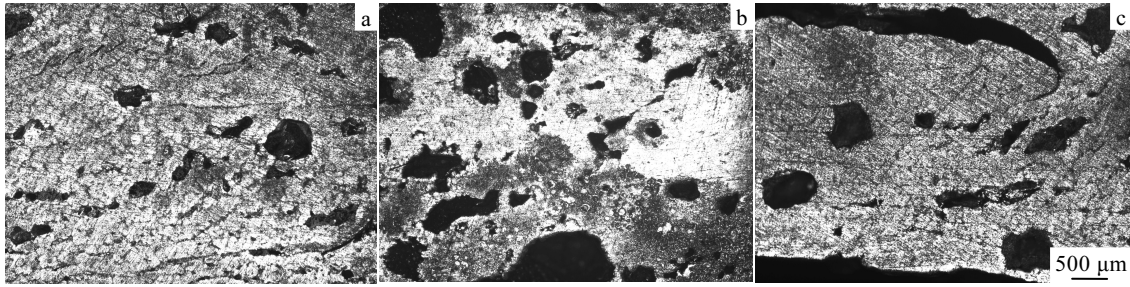


图 9 在 650 °C 时发泡不同时间 CNTs/Al 复合泡沫横截面组织形貌

Fig.9 Cross-section morphologies of CNTs/Al composite foams fabricated at 650 °C: (a) $t=8$ min, (b) $t=15$ min, and (c) $t=18$ min

形杂乱无章；增加发泡时间至 15 min 可以发现，泡沫体出现了大面积的泡孔，细小的微孔开始长大，但泡孔形状仍然不是圆形孔洞。同时，底部泡孔数量明显多于顶部。进一步延长发泡时间至 18 min，复合泡沫膨胀率继续增大，横截面出现部分近似圆形气孔，并且部分泡孔结构较大，出现了坍塌缺陷，形成许多连通孔，如图 9c 所示。

图 10 给出了闭孔 CNTs/Al 复合泡沫预制体在 680 °C 时发泡不同时间后 CNTs/Al 复合泡沫横截面微观组织形貌。从图 10a 中可以看出，680 °C 发泡 8 min 后，泡沫体出现了大面积的泡孔，泡孔结构分布均匀，孔径尺寸大小相差较大，平均孔径为 200 μm。随着发泡时间的延长，在 680 °C 发泡 15 min 后，如图 10b 所示，整个泡沫体膨胀率增长到最大，泡孔结构均匀，孔隙趋于圆形，没有出现明显的坍塌缺陷，平均泡孔孔径为 300 μm，最大泡孔直径为 0.48 mm。增加发泡时间至 18 min，随着温度增加，大量小孔径的孔隙消失，并且孔形规则度随发泡时间的延长降低。泡孔不能一直保持膨胀高度，部分坍塌的泡孔缩小、合并，密度越来越小，而孔越来越大。同时，圆形的泡孔被拉长变成椭圆形状，孔径大小分布不均匀，如图 10c 所示。

与粉末冶金方法相比^[23]，本研究利用搅拌摩擦焊工艺制备泡沫孔径分布较规则。

图 11 所示为闭孔 CNTs/Al 复合泡沫预制体在 700 °C 时发泡不同时间后 CNTs/Al 复合泡沫横截面微观组织形貌。与图 10 对比可以发现，选择 700 °C 时发泡，由于发泡温度较高，TiH₂ 迅速大量分解，闭孔 CNTs/Al 复合泡沫横截面上的孔径差异增大，泡沫体出现了大量大孔径的泡孔(平均孔径为 140 μm)，研究结果与文献[24]一致。图 11a 给出了 700 °C 发泡 8 min 后复合泡沫截面形貌，可以发现部分泡孔发生合并，并且部分泡孔形状保持圆形孔洞。延长发泡时间至 15 min (如图 11b 所示)，泡孔膨胀到一定程度后，底部泡沫出现破裂和坍塌，中部泡沫合并形成大而不规则的气孔。同时，样品底部泡壁增厚，并出现实体层，这是由于重力作用引起胞孔壁熔体自上而下流动。延长发泡时间至 18 min，泡孔逐渐缩小，如图 11c 所示。

图 12 所示为 680 °C 发泡 15 min 后 CNTs/Al 复合泡沫透射电子显微镜(TEM)形貌及泡沫中 CNTs 形貌。从图 12a 中可以看出，基材内部弥散分布着短棒状第二相，并且第二相分布比较均匀。图 12b 给出了复合泡沫中 CNTs 形貌，从图中可以看出，复合材料中 Al

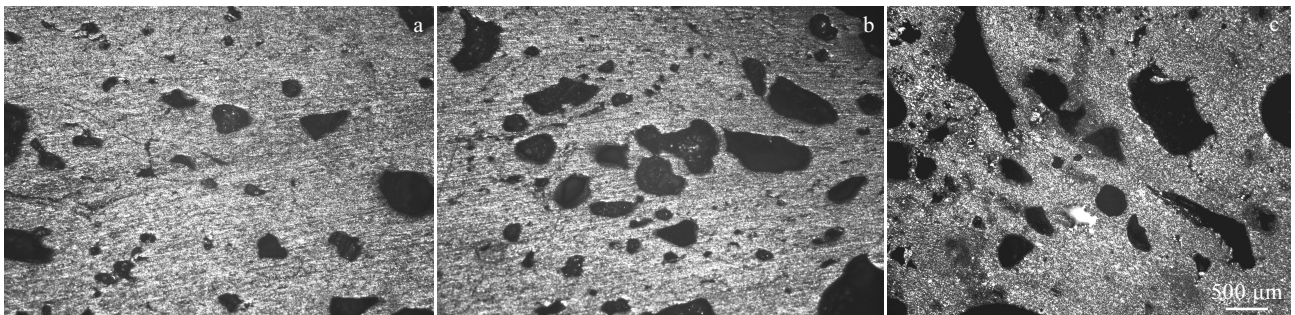


图 10 在 680 °C 时发泡不同时间 CNTs/Al 复合泡沫横截面组织形貌

Fig.10 Cross-section morphologies of CNTs/Al composite foams fabricated at 680 °C: (a) $t=8$ min, (b) $t=15$ min, and (c) $t=18$ min

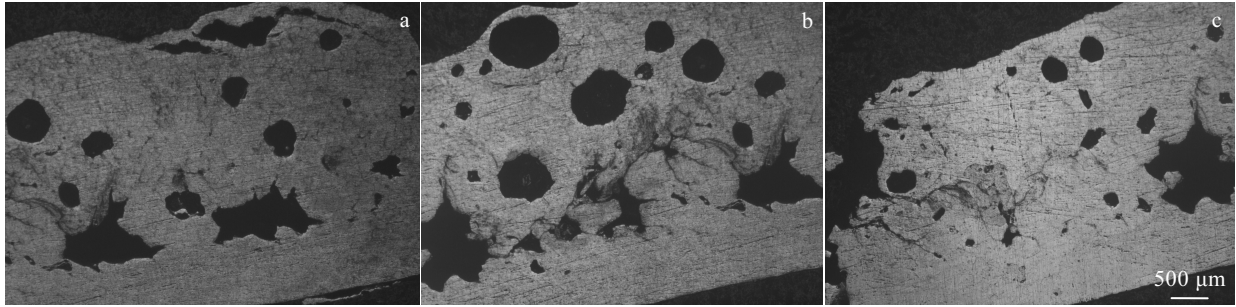


图 11 在 700 °C 时发泡不同时间 CNTs/Al 复合泡沫横截面组织形貌

Fig.11 Cross-section morphologies of CNTs/Al composite foams fabricated at 700 °C: (a) $t=8$ min, (b) $t=15$ min, and (c) $t=18$ min

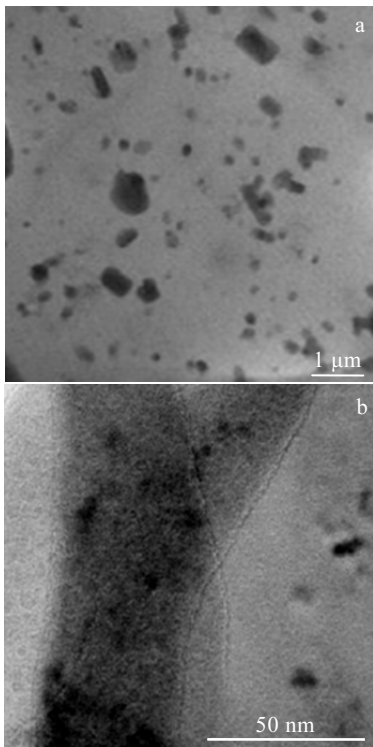


图 12 在 680 °C 时发泡 15 min 后 CNTs/Al 复合泡沫 TEM 形貌
Fig.12 TEM morphologies of CNTs/Al composite foam (a) and CNTs in the foam (b) fabricated at 680 °C for 15 min

基体与 CNTs 结合良好, CNTs 结构较完整, 并且在 CNTs 的管壁存在一层过渡层。结果表明: CNTs 与铝基体的润湿性较好, 导致形成良好界面结合。

2.3 不同发泡温度和保温时间对闭孔 CNTs/Al 复合泡沫孔隙率的影响

不同发泡温度条件下 CNTs/Al 复合泡沫的孔隙率测算采用如下公式:

$$P = (\rho_{\text{precursor}} - \rho_{\text{specimen}}) / \rho_{\text{precursor}} \times 100\% \quad (1)$$

其中, P 为复合泡沫的孔隙率(%), $\rho_{\text{precursor}}$ 为复合泡沫预制体的密度(g/cm^3), ρ_{specimen} 为复合泡沫的密度(g/cm^3)。

图 13 所示为不同发泡温度条件下 CNTs/Al 复合泡沫的孔隙率与保温时间的关系曲线。从孔隙率随保温时间的变化曲线可以看出, CNTs/Al 复合泡沫发泡过程分为: 快速膨胀(I)、气孔长大合并(II)、泡沫坍塌(III)3 个阶段^[25]。在第 1 个阶段气孔形核过程中(8~12 min), 样品的孔隙率快速增加, 孔的数量也迅速增加; 第 2 阶段为气孔长大合并阶段(12~18 min), 在该阶段孔隙率缓慢增加, 从样品横截面形貌观察可以看出主要发生孔径增大和圆形成度改善的变化, 此时孔的形貌从小孔径偏平孔洞迅速膨胀成为圆形孔洞; 第 3 阶段为泡沫坍塌阶段(18~20 min), 在此阶段 CNTs/Al 复合泡沫的孔隙率有下降趋势, 圆形气孔发生破裂、坍塌, 孔的形状变得不规则。从图中对比可以发现, 选择 680 °C 发泡时, CNTs/Al 复合泡沫的孔隙率较高, 其值达到 45.8%。

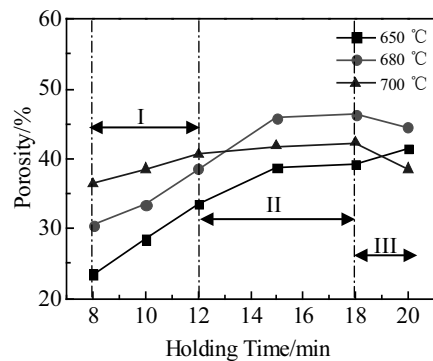


图 13 不同发泡温度 CNTs/Al 复合泡沫的孔隙率与发泡时间的关系

Fig.13 Relationship between porosity and foaming time of CNTs/Al composite foam at different foaming temperatures

图 14 所示为不同发泡温度 CNTs/Al 复合泡沫的平均泡孔直径与发泡时间的关系曲线。从图中可以看出, 第 1 阶段为快速膨胀阶段, 随着温度从 650 °C 升高到 700 °C, 泡孔平均直径迅速增加。例如: 当 650 °C 发泡 10 min 时泡沫的平均泡孔直径为 0.2 mm, 发泡 15 min 时泡孔直径为 0.35 mm; 680 °C 发泡 10 和 15 min 时泡沫的平均泡孔直径为 0.25 和 0.48 mm; 700 °C 发泡 10 和 15 min 时泡沫的平均泡孔直径为 0.38 和 0.4 mm。同时, 随着发泡时间的延长, 大量小孔径泡孔逐渐膨胀成大孔径泡孔。进一步延长发泡时间(18~20 min), 大孔径泡孔的平均直径减少, 这是由于泡孔增加到一定程度出现气孔破裂, 泡沫坍塌的过程, 导致致密化程度增加。

2.4 不同孔隙率对闭孔 CNTs/Al 复合泡沫力学性能的影响

图 15 所示为 680 °C 时发泡不同时间条件下纯 Al 和 CNTs/Al 复合泡沫准静态压缩应力-应变曲线。从图中可以看出, 在应变速率为 0.01 mm/s 条件下, 闭孔 CNTs/Al 复合泡沫准静态压缩应力-应变曲线呈现典型泡沫金属的 3 个变形阶段, 即线弹性阶段、塑性屈服平台阶段及致密化阶段。开始阶段的弹性变形区域(应变值为 0%~6%), 从开始变形到应力峰值, 由于泡孔壁的弹性弯曲, 复合泡沫应力-应变曲线近似为斜直线。在塑性屈服平台阶段(应变为 6%~60%), 复合泡沫应力-应变曲线中应力值出现上下平缓波动, 在此过程中, 复合泡沫孔壁发生弯曲, 泡沫孔洞出现塑性变形。同时, 在塑性屈服平台阶段, 纯 Al 泡沫和 CNTs/Al 复合泡沫表现出 2 种变形特征, 其中, 纯铝泡沫作为典型的韧性金属泡沫, 具有较强的塑性变形能力, 破

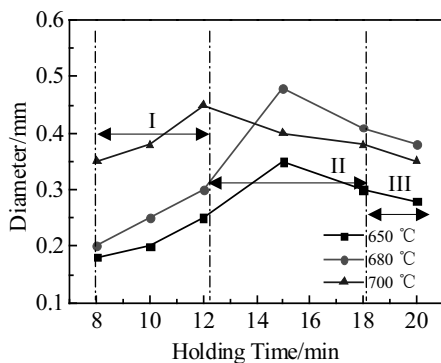


图 14 不同发泡温度条件下 CNTs/Al 复合泡沫的泡孔直径与发泡时间的关系

Fig.14 Relationship between average pore diameter and foaming time of CNTs/Al composite foam at different foaming temperatures

坏方式主要是由于孔壁的弯曲, 因此, 其应力-应变曲线表现出平滑、稳定的应力上升。

然而, 闭孔 CNTs/Al 复合泡沫的应力-应变曲线表现出脆性与韧性相结合的变形特征, 由于泡孔壁的微小变形而引起应力呈现锯齿状波动, 如图 15 所示。但是, 与已发表的陶瓷相增强铝复合泡沫文献相比^[26], 闭孔 CNTs/Al 复合泡沫的应力-应变曲线波动较小, 这主要是因为 CNTs 自身具有较强的韧性。但是, 由于 CNTs 与铝基体相容性较小, 导致 CNTs/Al 复合泡沫在压缩过程中表现出脆性变形行为。同时, 从图 15 中可以看出, 孔隙率对泡沫材料的屈服强度有较大影响, CNTs/Al 复合泡沫的屈服强度随着孔隙率的增加而减少。在准静态压缩应变速率 0.01 mm/s 条件下, 纯 Al 泡沫的最大屈服应力为 2.7 MPa; 不同孔隙率 CNTs/Al 复合泡沫的最大屈服应力值分别为 8.0, 8.5, 9.6, 10.3 MPa; 平台应力分别为 5.1, 5.7, 7.2, 8.5 MPa。当复合泡沫孔隙率为 30.5%时, 闭孔 CNTs/Al 复合泡沫的屈服应力和平台应力值最大。与纯 Al 泡沫相比, 闭孔 CNTs/Al 复合泡沫表现的屈服应力提高了 2~2.8 倍; 平台应力提高了 1.4~2.9 倍, 如表 1 所示。因此, CNTs/

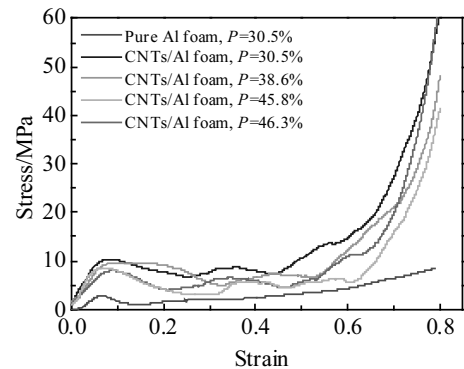


图 15 纯 Al 和不同孔隙率 CNTs/Al 复合泡沫准静态压缩应力-应变曲线

Fig.15 Compressive stress-strain curves of the pure Al foam and CNTs/Al composite foams with various porosities at quasi-static strain rate of 0.01 mm/s

表 1 纯 Al 泡沫和不同孔隙率 CNTs/Al 复合泡沫的应力值对比
Table 1 Stress values of pure Al foam and CNTs/Al composite foams with different porosities

Foam composition	Porosity/%	Strain rate, $\dot{\epsilon}/s^{-1}$	Yield stress, σ_{p1}/MPa	Platform stress, $\sigma_{0.1}/MPa$
Pure Al	30.5	0.01	2.7	2.2
CNTs/Al	30.5	0.01	10.3	8.5
CNTs/Al	38.6	0.01	9.6	7.2
CNTs/Al	45.8	0.01	8.0	5.1
CNTs/Al	46.3	0.01	8.5	5.7

Al 复合泡沫的力学性能明显优于纯 Al 泡沫材料。

3 结 论

1) 采用多道次搅拌摩擦焊制备闭孔 CNTs/Al 复合泡沫预制体, 利用搅拌头强烈的高速旋转搅拌可以实现 TiH₂ 和 CNTs 粉末在铝基体中均匀分布, 最佳的制备工艺条件为: 搅拌头旋转速度 1000 r/min, 焊接速度 300 mm/min。

2) 当搅拌头旋转速度 1000 r/min, 焊接速度 300 mm/min 时, 在 $t=120$ s, 峰值温度达到 415 °C; 当旋转速度增加至 1200 r/min, 由于搅拌头旋转速度增加, 使得摩擦产生的热量增加, 当焊接时间 $t=110$ s 时, 最高温度值为 470 °C。

3) 闭孔 CNTs/Al 复合泡沫预制体发泡过程大致分为 3 个阶段: 快速膨胀阶段、气孔长大合并阶段、泡沫坍塌阶段。同时, 随着发泡温度升高, 大量小孔径泡孔逐渐膨胀成大孔径泡孔。最佳发泡温度为 680 °C 发泡 15 min 后, 最大平均泡孔直径为 0.48 mm, 泡孔结构均匀, 气孔数量多, 孔隙趋于圆形。

4) 闭孔 CNTs/Al 复合泡沫的应力-应变曲线表现出脆性与韧性相结合的变形特征, 复合泡沫的屈服强度随着孔隙率的增加而减少, 最大屈服应力和平台应力值分别为 10.3 和 8.5 MPa。与纯 Al 泡沫相比, 闭孔 CNTs/Al 复合泡沫表现的屈服应力提高了 2~2.8 倍; 平台应力提高了 1.4~2.9 倍。

参考文献 References

- [1] Zhao Wanxiang(赵万祥), Zhao Naiqin(赵乃勤), Guo Xinquan(郭新权). *Heat Treatment of Metals(金属热处理)*[J], 2004, 29(6): 7
- [2] Banhart J. *Advanced Engineering Materials*[J], 2013, 15: 82
- [3] Ashby M F, Evans A G, Fleck N A et al. *Metal Foams: A Design Guide*[M]. New York: Butterworth-Heinemann Press, 2000: 43
- [4] Shi Shaoqing(石少卿), Kang Jianguo(康建功), Sui Shunbin(隋顺彬). *Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2011, 40(S2): 150
- [5] Michailidis N, Stergioudi F. *Materials and Design*[J], 2011, 32: 1559
- [6] Mondal D P, Das S, Ramakrishnan N et al. *Composites Part A Applied Science & Manufacturing*[J], 2009, 40: 279
- [7] Mostafa A, Mansour B. *International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials*[J], 2018, 24(1): 94
- [8] Kennedy A R. *Scripta Materialia*[J], 2002, 47 (11): 763
- [9] Yang Donghui, Chen Jianqing, Wang Lei et al. *Journal of Iron and Steel Research International*[J], 2018, 25: 90
- [10] Nowacki J, Moraniec K. *Journal of Materials Engineering and Performance*[J], 2015, 24: 426
- [11] Omar M Y, Xiang C, Gupta N et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2015, 43: 156
- [12] Iijima S. *Nature*[J], 1991, 354: 56
- [13] Meng Xin, Liu Tao, Shi Chunsheng et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2015, 633: 103
- [14] Long Wenyuan(龙文元), Chen Benlong(陈本隆), Shen Xianjun(沈先君). *Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2018, 47(7): 2240
- [15] Padhy G K, Wu C S, Gao S. *Journal of Materials Science & Technology*[J], 2018, 34: 1
- [16] Wang Kuaishe(王快社), Wang Wen(王文), Guo Wei(郭韡). *Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2010, 39(7): 1275
- [17] Guo J F, Liu J, Sun C N. *Materials Science and Engineering A*[J], 2014, 602(4): 143
- [18] Hangai Y, Yoshida H, Kuwazuru O et al. *Materials Transactions*[J], 2013, 54: 1057
- [19] Papantoniou I G, Kyriakopoulou H P, Pantelis D I et al. *Journal of Materials Science*[J], 2018, 53: 3817
- [20] Hangai Y, Kamada H, Utsunomiya T et al. *Materials Transactions*[J], 2013, 54(8): 1268
- [21] Papantoniou I G, Kyriakopoulou H P, Pantelis D I et al. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*[J], 2018, 97: 675
- [22] Liu Huijie(刘会杰), Pan Qing(潘庆), Kong Qingwei(孔庆伟) et al. *Welding & Joining(焊接)*[J], 2007(2): 17
- [23] Geramipour T, Oveisi H. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*[J], 2017, 27(7): 1569
- [24] Sun Guoliang(孙国梁), Shi Jijun(石纪军), Deng Yixing(邓一星) et al. *Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2007, 36(S1): 570
- [25] Yang Hao(杨皓), Zuo Xiaoqing(左孝青), Wang Jun(王俊) et al. *Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2016, 45(11): 2992
- [26] Ci L J, Ryu Z Y, Jin-Phillipp N Y et al. *Acta Materialia*[J], 2006, 54: 5367

Study on Friction Stir Welding Process of Closed-Cell CNTs/Al Composite Foam

Pang Qiu¹, Yu Haiyang^{2,3}, Hu Zhili^{2,3}

(1. Key Laboratory of Metallurgical Equipment and Control Technology of Ministry of Education,
Wuhan University of Science and Technology, Wuhan 430081, China)

(2. Hubei Key Laboratory of Advanced Technology of Automobile Components, Wuhan University of Technology, Wuhan 430070, China)

(3. Hubei Collaborative Innovation Center for Automotive Components Technology,
Wuhan University of Technology, Wuhan 430070, China)

Abstract: A new preparation process for closed-cell CNTs/Al composite foam based on friction stir welding was proposed. The microstructure and elemental composition of the CNTs/Al composite foams with different rotation speeds (1000~1300 r/min) were analyzed by scanning electron microscopy (SEM) and energy dispersive analysis (EDS), respectively. The temperature distribution of the CNTs/Al precursor foam was studied by infrared thermometer and numerical simulation. The mechanical properties of pure Al foam and the CNTs/Al composite foam with different porosities were compared and analyzed by the quasi-static compression test. The results show that when the rotation speed of the stirring is 1000 r/min, the surface of the CNTs/Al precursor foam is smooth and dense. Simultaneously, a blowing agent TiH_2 , a stabilization agent Al_2O_3 and reinforced phase CNTs are uniformly distributed on the cross section of the composite foam. The comparison between the foaming temperature of 650, 680 and 700 °C shows that the optimum foaming condition is 680 °C for 15 min. Then the pore structure is uniform and mainly consists of circular pores, the maximum pore diameter is 0.48 mm and the structure of CNTs in the composite foam is relatively complete, which is well combined with the Al matrix. Infrared thermometer and numerical simulation temperature field show that the temperature gradually decreases with the increase of the distance to the center of the stirring head, and the peak welding temperature is located in the stirring head which exhibits a bowl-shaped distribution. The stress-strain curves of the CNTs/Al composite foam show the deformation characteristics combining brittleness and ductility at room temperature. When the porosity is 30.5%, the yield stress and platform stress values of the CNTs/Al composite foam are the largest. Compared with that of the pure Al foam, the yield stress of the CNTs/Al composite foam is increased by about 2~2.8 times, and the platform stress is increased by about 1.4~2.9 times.

Key words: friction stir welding; CNTs/Al composite foam; microstructures; mechanical properties

Corresponding author: Hu Zhili, Ph. D., Associate Professor, School of Automotive Engineering, Wuhan University of Technology, Wuhan 430070, P. R. China, Tel: 0086-27-87856733, E-mail: zhiilihuhit@163.com