

真空热压烧结时间对 Al-30%Sc 合金组织性能的影响^①

徐豪, 柏松, 王小锋

(中南大学 材料与工程学院, 湖南 长沙 410083)

摘要: 利用 X 射线衍射、扫描电镜及背散射电子衍射等方法, 研究了真空热压烧结时间对高钪铝合金 Al-30%Sc 合金相组成、显微组织及致密化的影响。结果表明, 在 630 °C/30 MPa 烧结条件下, 所制备合金样品均匀性良好, 随着烧结时间延长, 合金中 Al₃Sc 相含量减少, Al₂Sc 相含量增加, 合金致密度和晶粒尺寸无明显变化。

关键词: 铝钪合金; 靶材; 热压烧结; 烧结时间; 射频滤波器材料

中图分类号: TB302

文献标志码: A

doi: 10.3969/j.issn.0253-6099.2025.03.034

文章编号: 0253-6099(2025)03-0203-04

Effect of Vacuum Hot-Pressing Sintering Time on Microstructures and Properties of Al-30%Sc Alloy

XU Hao, BAI Song, WANG Xiaofeng

(School of Materials Science and Engineering, Central South University, Changsha 410083, Hunan, China)

Abstract: The effect of vacuum hot-pressing sintering time on phase composition, microstructure, and densification of Al-30%Sc aluminum alloy were investigated using X-ray diffraction, scanning electron microscopy and electron backscatter diffraction. Results show that after a sintering process at 630 °C under 30 MPa, the prepared alloy samples exhibit good uniformity. As sintering time prolongs, the content of Al₃Sc phase in the alloy decreases but the content of Al₂Sc phase increases, and the density and grain size remain virtually unchanged.

Key words: Al-Sc alloy; target material; hot-pressing sintering; sintering time; radio frequency filter material

含 Sc 铝合金具有低密度、高强度、良好的成形性和抗疲劳性等特点, 已应用于需要高性能结构材料的航空航天领域^[1-6]。物联网、5G 和卫星通信系统的兴起对材料性能提出了更高要求, 也为 Al-Sc 合金开辟了新的应用场景。射频滤波器是现代通信系统的关键部件之一^[7]。通信技术的进步对滤波器提出了更高要求^[8], 钪掺杂的氮化铝 (AlScN) 因其显著增强的压电响应系数和机电耦合系数, 成为高频射频滤波器领域的研究热点, 并展现出引领未来通信技术革新的巨大潜力^[3-4]。AlScN 薄膜的制备方法有金属有机化学气相沉积法^[9]、分子束外延法^[10]、磁控溅射法^[11]等。其中, 常用的磁控溅射法主要包括单金属靶材共溅射和 Al-Sc 合金靶材直接溅射。相比单金属靶材共溅射, 采用 Al-Sc 合金靶材直接溅射能显著提高薄膜成分和性能的均匀性, 同时降低制备难度, 更好满足高频射频滤波器的严

格要求。目前商用 Al-Sc 合金靶材要求组织均匀、晶粒尺寸不大于 100 μm、致密度不小于 98%。当前对低 Sc 含量 Al-Sc 合金靶材制备技术的研究较为成熟, 但对高 Sc 含量 Al-Sc 合金靶材研究较为有限。

本文以 Al-30%Sc 合金为研究对象, 研究真空热压烧结时间对靶材显微组织、相组成和致密度的影响, 为开发高性能、高 Sc 含量 Al-Sc 合金靶材制备技术提供参考。

1 实验材料和方法

本研究采用高纯度 Al (99.9%) 与 Sc (99.9%) 粉末制备高钪含量 (30%, 原子分数) 的 Al-Sc 合金。所选用的 Al 粉粒径 1~3 μm, Sc 粉粒径 50 μm。按目标 Sc 含量 30% 精确称重后, 将 Al 粉与 Sc 粉充分混匀。将混合均匀的粉末装入石墨模具, 放入 ZT-40-21Y 真空热压

① 收稿日期: 2024-12-01

基金项目: 福建省科技重大专项/专题项目 (2023HZ021005)

作者简介: 徐豪 (2001—), 男, 湖南邵阳人, 硕士研究生, 主要从事铝钪合金靶材制备技术研究。E-mail: hao.xu@csu.edu.cn

通信作者: 柏松 (1984—), 男, 江苏盐城人, 副教授, 主要从事铝合金组织调控与强韧化研究。E-mail: baisongmse@163.com

机进行烧结,具体真空热压烧结参数及样品编号见表1。在 Al-Sc 合金烧结过程中,1~3 h 是致密化关键阶段;Al 的熔点为 660 °C,630 °C 能使 Al 维持高扩散速率,又能防止局部熔融造成成分偏析,并促进 Al 和 Sc 原子扩散;30 MPa 是石墨模具可承受的安全压力。烧结后样品随炉冷却至室温。

表1 Al-30%Sc 合金真空热压烧结参数及样品编号

Table 1 Parameters of vacuum hot-pressing sintering of Al-30%Sc alloys and sample number

样品编号	烧结温度/°C	烧结压力/MPa	烧结时间/h	升温速率/(°C·min ⁻¹)
1#	630	30	1	10
2#	630	30	2	10
3#	630	30	3	10

采用固体密度仪测量烧结后样品的密度,每个样品重复测量 5 次,取平均值以计算致密度。使用配备 Cu 靶的 X 射线衍射仪(XRD)分析合金相组成,利用 Jade 9 软件标定物相并通过相峰列表模拟衍射图,计算各物相含量。采用配备能谱仪(EDS)的 Tescan Mira3 场发射扫描电镜(SEM)观察合金微观形貌并测量成分含量。通过配备 Oxford 探测器的 Tescan Mira4 场发射 SEM 进行电子背散射衍射(EBSD)分析。利用 AZtecCrystal 软件分析 EBSD 数据,获取合金晶粒组织信息。

2 实验结果及分析

2.1 合金致密度

将不同真空热压烧结制度下所得合金样品的密度与该合金理论密度 3.04 g/cm³[12] 对比,得到各合金样品致密度,结果如表 2 所示。可见,630 °C 下真空热压烧结 1 h,样品密度为 2.832 g/cm³,致密度为 93.16%,延长烧结时间,其密度不会进一步提升,致密度也不会发生太大改变。从材料烧结动力学角度分析,在烧结初期,随着烧结时间增加,烧结驱动力较大,原子扩散和物质迁移迅速,使得材料致密化进程加快。然而,当烧结时间达到一定程度后,烧结驱动力与阻力逐渐达到

表2 真空热压烧结合金样品的密度及致密度

Table 2 Density and compactness of alloy samples prepared by vacuum hot-pressing sintering

样品编号	密度/(g·cm ⁻³)	致密度/%
1#	2.832	93.16
2#	2.824	92.89
3#	2.826	92.96

平衡状态。在本实验中,630 °C 下烧结 1 h 左右,烧结过程已基本达到平衡,继续延长,原子扩散和物质迁移的速率减缓,难以显著改善致密度。

2.2 XRD 分析

不同真空热压烧结制度下所得合金样品的 XRD 图谱见图 1。由图 1 可见,3 个样品的衍射峰位基本一致,主要由 Al₃Sc 和 Al₂Sc 两相构成,其中 Al₃Sc 相衍射峰较明显,为主要相,Al₂Sc 相为次要相。

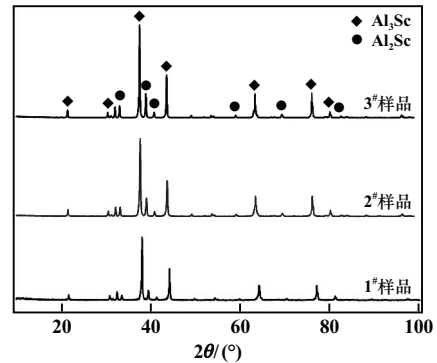


图1 合金样品的 XRD 图谱

Fig.1 XRD patterns of alloy samples

在 XRD 衍射图中,特征峰位表明样品的晶体结构符合面心立方(FCC)晶体结构。典型的 Al FCC 衍射峰分别出现在 $2\theta = 38^\circ$ (111)、 $2\theta = 44^\circ$ (200)、 $2\theta = 65^\circ$ (220) 等位置。采用相峰列表模拟衍射图法(通过调整模拟衍射图中各物相的含量,使模拟衍射图与实验衍射图尽可能吻合,此时所得到的物相含量即为样品中各物相的实际含量),计算不同样品中的物相含量,结果如图 2 所示。可见随着烧结时间延长,Al₃Sc 相含量从 84.0%降低至 77.4%,Al₂Sc 相含量则从 16.0%升高至 22.6%。Al₃Sc 相是 Al-Sc 合金中稳定的金属间化合物,具有 Ni₃Al 型 L1₂ 结构,空间群为 Pm $\bar{3}$ m,通常在较低温度和较低 Sc 原子分数下形成。从 Al-Sc 相图[13]可知,在更长烧结时间下,Al₂Sc 相比 Al₃Sc 相更稳定。当烧结

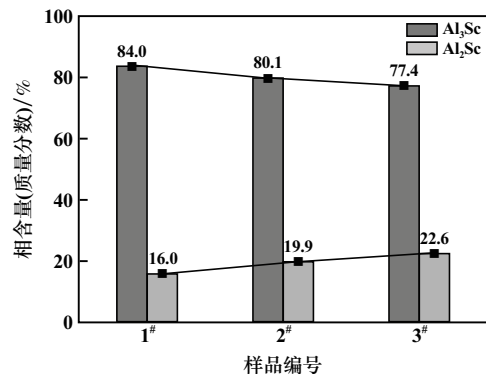


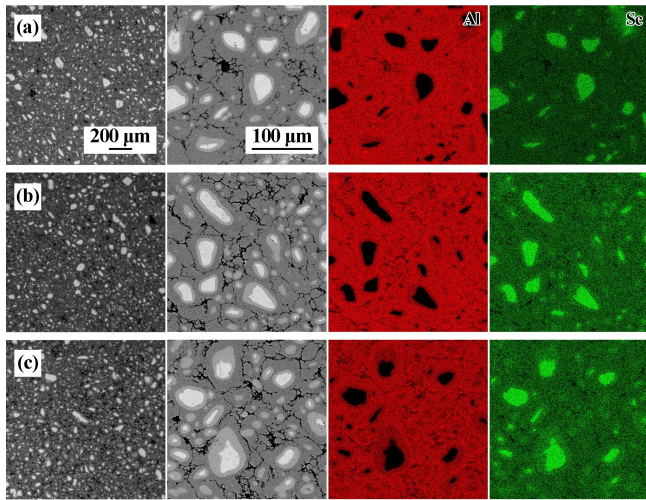
图2 不同烧结样品中物相的计算含量

Fig.2 Calculated contents of phases in different sintered samples

时间延长时,Sc 原子能更有效地向 Al₃Sc 相扩散并发生反应,从而导致 Al₃Sc 相含量的减少,形成更多 Al₂Sc 相。

2.3 SEM 分析

不同烧结样品的 SEM 形貌及元素面分布图如图 3 所示。由低倍形貌可观察到,3 个样品中白色颗粒状相均匀分布于深灰色基体之中;从高倍形貌中可以看到,在白色颗粒相和深灰色基体之间还存在浅灰色过渡区。元素面分布图显示,白色颗粒相 Sc 含量很高,几乎没有 Al,即为纯 Sc 颗粒,而深灰色基体和浅灰色过渡区含有 Al 和 Sc 元素。



(a) 1#样品; (b) 2#样品; (c) 3#样品

图3 烧结样品的 SEM 形貌及元素面分布图

Fig.3 SEM and element distribution of sintered samples

对 1#和 3#样品中不同衬度的高倍组织进行 EDS 分析,结果如图 4 所示。EDS 结果表明,深灰色相(点 1 和点 4 处)中 Al/Sc 原子比接近 3:1,可判定基体为 Al₃Sc 相^[14-16]。这与 XRD 中 Al₃Sc 相衍射峰一致。点 3 和点 6 处白色相 EDS 结果表明其为含少量 Al 的 Sc 颗粒。点 2 和点 5 处厚度为 4~8 μm、浅灰色过渡区的 Al/Sc 原子比接近 2:1,可知其为 Al₂Sc 相。

SEM 分析可见基体中存在细微的裂纹与孔洞结构。这些缺陷的存在表明当前烧结参数不足以实现样品的充分致密化,这可能是烧结压力不足所致。Al 和 Sc 高温下形成的 Al₃Sc、Al₂Sc 相属于金属间化合物,其熔点高,难以发生变形使裂纹或孔洞闭合来提升样品致密度,故而致密度较低。

Al₃Sc 是富 Al 相(Al 原子分数占 75%),其形成需要 Sc 原子进入 Al 基体以满足化学计量比。根据 Al-Sc 相图^[13],630 °C 下 Sc 在 Al 中的固溶度极低,一旦 Sc 原子扩散至 Al 基体,会迅速与 Al 结合成 Al₃Sc 相。Sc

颗粒边缘至 Al 基体的 Sc 原子分数从 100%逐渐降至 25%,而 Al 原子分数反向递增,直接证明 Sc 向外扩散。Sc 的扩散主导浅灰色过渡区形成;Sc 原子从颗粒核心向外扩散,与 Al 结合形成 Al₂Sc。

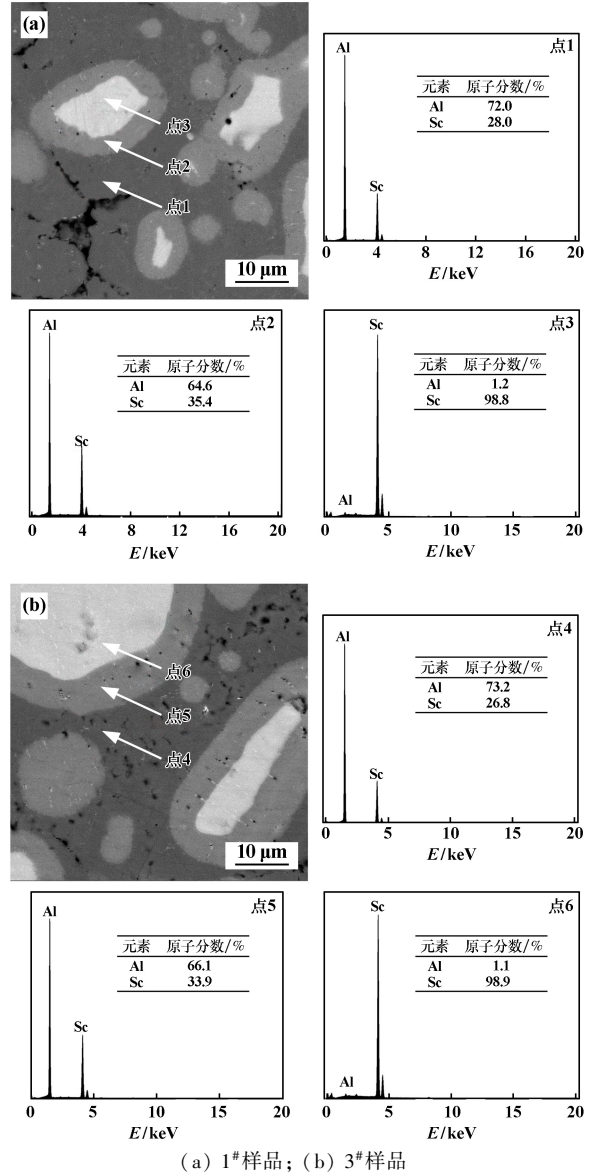


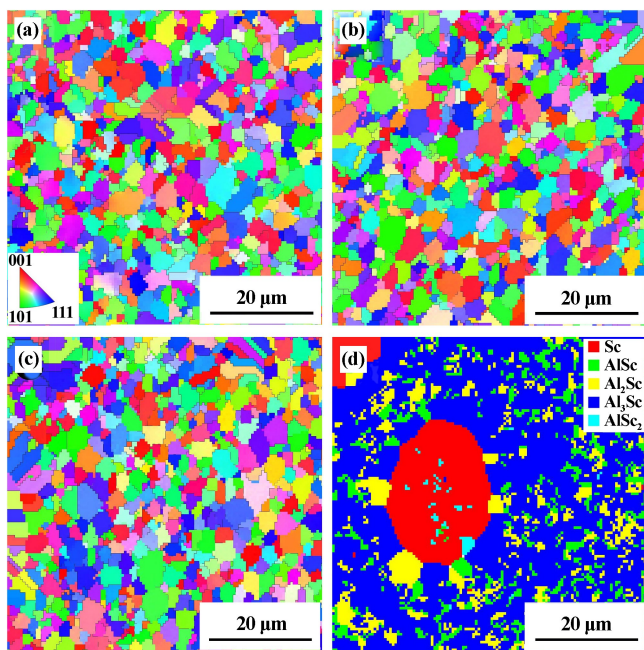
图4 1#和 3# 烧结样品的 EDS 分析

Fig.4 EDS analysis of sintered samples 1# and 3#

2.4 EBSD 分析

不同烧结制度下合金样品的 EBSD 结果如图 5 所示。其中图 5(a)~(c)是不同样品基体的晶粒形貌,图 5(d)是 3#样品 Sc 颗粒周边区域不同相组成的分布。由图 5 可见,不同烧结制度下样品的基体晶粒均为等轴晶形态,晶粒细小且无明显取向,统计结果如表 3 所示。不同样品的晶粒尺寸基本相同,平均晶粒尺寸约为 2.8 μm,即在 630 °C 下延长烧结时间对晶粒大小没有明显影响。由图 5(d)可以看出,除了 Sc、

Al_3Sc 和 Al_2Sc 相外,在 Sc 内部存在微量的 AlSc_2 相,在 Al_3Sc 基体中有少量 AlSc 相。 AlSc 和 AlSc_2 相的含量较低,故在 XRD 分析中未能检测出明显的衍射峰。



(a) 1#样品; (b) 2#样品; (c), (d) 3#样品

图5 不同烧结制度下合金样品的 EBSD 图

Fig. 5 EBSD images of microstructures of different sintered alloy samples

表3 不同合金样品基体的平均晶粒尺寸

Table 3 Average grain size of matrixes in different alloy samples

样品编号	平均晶粒尺寸/ μm
1#	2.70 ± 0.72
2#	2.79 ± 0.77
3#	2.82 ± 0.80

3 结论

1) 高纯 Al 粉和 Sc 粉经真空热压烧结制备的 Al-30%Sc 合金的基体为 Al_3Sc 相,基体中分布着 Sc 颗粒,在 Sc 颗粒和基体之间存在由 Al_2Sc 相组成的过渡层。

2) 随着烧结时间从 1 h 延长至 3 h,合金中 Al_3Sc 相含量从 84.0% 降至 77.4%, Al_2Sc 相含量从 16.0% 升至 22.6%。

3) 真空热压烧结制备的 Al-30%Sc 合金基体晶粒细小,平均尺寸约 $2.8 \mu\text{m}$,延长烧结时间,基体晶粒尺寸未发生显著变化。

参考文献 (References):

[1] 陈立佳,孙雪盼,马春艳,等. 含钪、钇的 Al-0.8% Mg-0.6% Si 合金

的低周疲劳行为[J]. 中国稀土学报, 2011, 29(1): 29-35.

CHEN Lijia, SUN Xuepan, MA Chunyan, et al. Low-cycle fatigue behavior of Al-0.8% Mg-0.6% Si alloys containing scandium and erbium[J]. Journal of the Chinese Society of Rare Earths, 2011, 29(1): 29-35.

[2] 王屹波,杨昇,蔡彬. 铝热还原制备 Al-Sc 合金的热力学调控[J]. 中国稀土学报, 2020, 38(6): 775-780.

WANG Yibo, YANG Sheng, CAI Bin. Thermodynamic control of preparation of Al-Sc alloy by aluminothermic reduction[J]. Journal of the Chinese Society of Rare Earths, 2020, 38(6): 775-780.

[3] MOREIRA M, BJURSTRÖM J, KATARDJEV I, et al. Aluminum scandium nitride thin-film bulk acoustic resonators for wide band applications[J]. Vacuum, 2011, 86(1): 23-26.

[4] WANG J, PARK M, MERTIN S, et al. A film bulk acoustic resonator based on ferroelectric aluminum scandium nitride films[J]. Journal of Microelectromechanical Systems, 2020, 29(5): 741-747.

[5] 成义锐,孙小涵,贺永东,等. Sc 对 Al-8.5Zn-2.3Mg-2.4Cu 合金组织与性能的影响[J]. 矿冶工程, 2024, 44(5): 142-147.

CHENG Yirui, SUN Xiaohan, HE Yongdong, et al. Effect of Sc on microstructure and properties of Al-8.5Zn-2.3Mg-2.4Cu alloy[J]. Mining and Metallurgical Engineering, 2024, 44(5): 142-147.

[6] VAN DALEN M E, DUNAND D C, SEIDMAN D N. Effects of Ti additions on the nanostructure and creep properties of precipitation-strengthened Al-Sc alloys[J]. Acta Materialia, 2005, 53(15): 4225-4235.

[7] 韩茜茜,欧毅,李志刚,等. Band 40 波段体声波滤波器设计[J]. 微纳电子技术, 2016, 53(7): 444-448.

HAN Xixi, OU Yi, LI Zhigang, et al. Design of a bulk acoustic wave filter for Band 40 [J]. Micronanoelectronic Technology, 2016, 53(7): 444-448.

[8] 陶桂龙,支国伟,罗添友,等. 空腔型薄膜体声波滤波器的关键技术进展[J]. 无机材料学报, 2025, 40(2): 128-144.

TAO Guilong, ZHI Guowei, LUO Tianyou, et al. Progress on key technologies of cavity structured thin film bulk acoustic wave filter[J]. Journal of Inorganic Materials, 2025, 40(2): 128-144.

[9] MANZ C, LEONE S, KIRSTE L, et al. Improved AlScN/GaN heterostructures grown by metal-organic chemical vapor deposition[J]. Semiconductor Science and Technology, 2021, 36(3): 034003.

[10] PARK M, WANG J, DARGIS R, et al. Super high-frequency scandium aluminum nitride crystalline film bulk acoustic resonators[C]// IEEE International Ultrasonics Symposium (IUS), 2019: 1689-1692.

[11] 王兴权,王宇,何金江,等. 高频滤波器器件中 AlSc 材料的应用及研究进展[J]. 稀有金属, 2023, 47(2): 303-314.

WANG Xingquan, WANG Yu, HE Jinjiang, et al. Application and research progress of AlSc material for high frequency filter[J]. Chinese Journal of Rare Metals, 2023, 47(2): 303-314.

[12] 蔡新志,苏紫珊,冉成义,等. 30at% 铝钪合金靶材的制备与显微组织[J]. 世界有色金属, 2024(4): 1-3.

CAI Xinzhi, SU Zishan, RAN Chengyi, et al. Microstructure and preparation of the 30at% aluminum scandium target[J]. World Non-ferrous Metals, 2024(4): 1-3.

(下转第 211 页)

产物。铁闪锌矿煅烧后其禁带宽度一定程度降低,光催化性能得以提升,240 min内,铁闪锌矿、660℃煅烧产物和1200℃煅烧产物对亚甲基蓝的降解率分别为19.6%、98.5%和80.6%。通过自由基捕获实验发现亚甲基蓝的降解中 $\cdot\text{O}^{2-}$ 和 $\cdot\text{OH}$ 是重要的反应活性物质。铁闪锌矿煅烧产物中,三元异质结比二元异质结更有利于光生载流子的有效分离,提升光催化性能。

参考文献(References):

- [1] 汪灵. 矿物材料学原理[M]. 北京:地质出版社, 2023.
WANG Ling. Principles of mineral materials science[M]. Beijing: Geological Publishing House, 2023.
- [2] LIU X W, ZHANG X, LIU Y Y, et al. Influence of ZnS crystal morphology on adsorption-photocatalytic efficiency of pseudocrystal ZnS nanomaterials for methylene blue degradation[J]. Journal of Molecular Structure, 2022, 1256: 1325-14.
- [3] 黄娇, 顾帼华, 王艳红, 等. 方解石对铁闪锌矿生物浸出行为的影响及机理探讨[J]. 矿冶工程, 2022, 42(5): 92-97.
HUANG Jiao, GU Guohua, WANG Yanhong, et al. Effect of calcite on bioleaching of marmatite and discussion of its mechanism[J]. Mining and Metallurgical Engineering, 2022, 42(5): 92-97.
- [4] 张一兵, 陈楠. 紫外光照下改性 A-TiO₂ 降解番红花红 T[J]. 矿冶工程, 2020, 40(3): 133-137.
ZHANG Yibing, CHEN Nan. Photocatalytic degradation of safranin T by the modified A-TiO₂ under ultraviolet light[J]. Mining and Metallurgical Engineering, 2020, 40(3): 133-137.
- [5] 周珊, 陶辉锦, 尹健, 等. 不同实验因素对氧化锌光催化性能的影响[J]. 矿冶工程, 2017, 37(5): 95-98.
ZHOU Shan, TAO Huijin, YIN Jian, et al. Influences of different experimental factors on photocatalytic performance of zinc oxide[J]. Mining and Metallurgical Engineering, 2017, 37(5): 95-98.
- [6] 张瀚文, 习小明, 卓晓军, 等. TiO₂-CNTs 复合光催化剂的制备及其光催化性能[J]. 矿冶工程, 2024, 44(6): 151-155.
ZHANG Hanwen, XI Xiaoming, ZHUO Xiaojun, et al. Preparation and photocatalytic performance of TiO₂-CNTs composite photocatalyst[J]. Mining and Metallurgical Engineering, 2024, 44(6): 151-155.
- [7] 周自成, 刘悦, 李英, 等. 纳米 Mn₃O₄ 的快速制备及其对亚甲基蓝的类芬顿催化氧化性能[J]. 矿冶工程, 2020, 40(4): 153-155.
ZHOU Zicheng, LIU Yue, LI Ying, et al. Simple and rapid preparation of nano-Mn₃O₄ and its fenton-like catalytic oxidation of methylene blue[J]. Mining and Metallurgical Engineering, 2020, 40(4): 153-155.
- [8] 周晓燕, 汤洪波, 周健. Ag-AgI/Bi₂WO₆ 光催化剂的制备及其光催化性能[J]. 矿冶工程, 2022, 42(1): 152-155.
ZHOU Xiaoyan, TANG Hongbo, ZHOU Jian. Preparation and photocatalytic performance of photocatalyst of Ag-AgI/Bi₂WO₆[J]. Mining and Metallurgical Engineering, 2022, 42(1): 152-155.
- [9] LIU X, MIAO X, ZHANG X, et al. Influence of crystal planes exposure ratio on photocatalytic and antimicrobial properties of m-BiVO₄ under LED visible light[J]. Inorganic Chemistry Communications, 2023, 148: 110357.
- [10] 刘晓文, 谢岚, 陈颖洁, 等. CuS 花状空心微球制备工艺及其光降解性能研究[J]. 矿冶工程, 2019, 39(2): 120-124.
LIU Xiaowen, XIE Lan, CHEN Yingjie, et al. Preparation and photodegradation property of flower-like CuS hollow microspheres[J]. Mining and Metallurgical Engineering, 2019, 39(2): 120-124.
- [11] 刘晓文, 陈颖洁, 刘梦佳, 等. ZnS/ZnO/rGO 复合材料的制备及其光催化性能研究[J]. 矿冶工程, 2020, 40(2): 131-135.
LIU Xiaowen, CHEN Yingjie, LIU Mengjia, et al. Preparation and photocatalytic properties of ZnS/ZnO/rGO composite[J]. Mining and Metallurgical Engineering, 2020, 40(2): 131-135.
- 引用本文: 王远凡, 赵宇霏, 张鑫, 等. 铁闪锌矿及其煅烧产物的光催化性能研究[J]. 矿冶工程, 2025, 45(3): 207-211.
WANG Yuanfan, ZHAO Yufei, ZHANG Xin, et al. Photocatalytic properties of marmatite and its calcined product[J]. Mining and Metallurgical Engineering, 2025, 45(3): 207-211.
- [13] SHEVCHENKO M O, KUDIN V G, BEREZUTSKII V V, et al. Thermodynamic properties of Al-Sc alloys[J]. Powder Metallurgy and Metal Ceramics, 2014, 53(3): 243-249.
- [14] HYDE K B, NORMAN A F, PRANGNELL P B. The effect of cooling rate on the morphology of primary Al₃Sc intermetallic particles in Al-Sc alloys[J]. Acta Materialia, 2001, 49(8): 1327-1337.
- [15] RADMILOVIC V, TOLLEY A, MARQUIS E A, et al. Monodisperse Al₃(LiScZr) core/shell precipitates in Al alloys[J]. Scripta Materialia, 2008, 58(7): 529-532.
- [16] ZHANG X, REN X, LI H, et al. Interfacial properties and fracture behavior of the L1₂-Al₃Sc//Al interface: Insights from a first-principles study[J]. Applied Surface Science, 2020, 515: 146017.
- 引用本文: 徐豪, 柏松, 王小锋. 真空热压烧结时间对 Al-30%Sc 合金组织性能的影响[J]. 矿冶工程, 2025, 45(3): 203-206.
XU Hao, BAI Song, WANG Xiaofeng, et al. Effect of vacuum hot-pressing sintering time on microstructures and properties of Al-30%Sc alloy[J]. Mining and Metallurgical Engineering, 2025, 45(3): 203-206.

(上接第 206 页)