

亚微米级 SiC 颗粒增强铝基复合材料的 拉伸性能与强化机制 *

才庆魁¹⁾ 贺春林²⁾ 赵明久³⁾ 毕敬³⁾ 刘常升²⁾

- 1) 沈阳大学材料科学与工程系, 沈阳 110044
2) 东北大学材料与冶金学院, 沈阳 110004
3) 中国科学院金属研究所, 沈阳 110016

摘要 用粉末冶金法制备了亚微米 SiC 颗粒增强纯铝基复合材料 (Al MMC), 对该材料的微观结构和拉伸性能进行了研究。结果表明, 15%SiC_p(150 nm)/Al MMC 的拉伸强度和屈服强度分别为 342.3 和 272.4 MPa, 比纯铝分别提高了 89.0% 和 117.9%, 其延伸率为 6.3%。拉伸断口观察表明, SiC_p/Al MMC 断裂机制为界面脱粘和 SiC 团聚体的脆断。该复合材料具有高强度的原因是基体的微观结构发生了变化, 用位错密度强化和弥散强化机制对 Al MMC 的强化作用进行了评估, 预测结果与实验值符合得很好。

关键词 亚微米 SiC 颗粒, 铝基复合材料, 显微结构, 拉伸性能

中图法分类号 TB331

文献标识码 A

文章编号 0412-1961(2003)08-0865-05

TENSILE PROPERTIES AND STRENGTHENING MECHANISMS OF PURE ALUMINUM MATRIX COMPOSITE REINFORCED WITH SUB- MICROMETRIC SiC PARTICLES

CAI Qingkui¹⁾, HE Chunlin²⁾, ZHAO Mingjiu³⁾, BI Jing³⁾, LIU Changsheng²⁾

1) Department of Materials Science and Engineering, Shenyang University, Shenyang 110044

2) School of Materials and Metallurgy, Northeastern University, Shenyang 110004

3) Institute of Metal Research, The Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016

Correspondent: He Chunlin, associate professor, Tel: (024)83687787, Fax: (024)23906316,

E-mail: chunlinhe@hotmail.com

Supported by the Specialized Research Fund for the Doctoral Program of Higher Education of China
(No.97014517)

Manuscript received 2002-09-02, in revised form 2003-02-12

ABSTRACT The sub-micrometric SiC particulates reinforced pure aluminum metal matrix composite (Al MMC) was fabricated by a powder metallurgy technique. The microstructure of the Al MMC was observed, and the tensile properties were measured. The results show that the 15% SiC_p (150 nm)/Al MMC exhibits an ultimate tensile strength of 342.3 MPa and a yield strength of 272.4 MPa, these values are 89.0% and 117.9% higher than those of the corresponding matrix respectively, and the elongation of the Al MMC is 6.3%. The tensile fracture surface shows that the damage mechanisms of the Al MMC involve interfacial failure and brittle damage of SiC agglomeration. The reason that the Al MMC has much higher yield strength is the change of matrix microstructure. Dislocation density and Orowan strengthening mechanisms are used to evaluate their effects on the matrix yield strength, and the predicted result is consistent with experimental result.

KEY WORDS sub-micron SiC particle, Aluminum matrix composite, microstructure, tensile property

* 高等学校博士学科点专项科研基金资助项目 97014517

收到初稿日期: 2002-09-02, 收到修改稿日期: 2003-02-12

作者简介: 才庆魁, 男, 1944 年生, 教授

颗粒增强铝金属基复合材料 (Al MMC) 的性能与增强相的尺寸有很大关系。广泛使用的颗粒大都在 3—30 μm 之间。研究表明, 增强相尺寸越小, 则增强效果越好^[1-3]。这是因为小颗粒不仅自身很少存在结构缺

陷,而且其周围还具有更高的热错配位错密度^[2-4]。也有报道^[5],0.15 μm的亚微米级 Al₂O₃ 颗粒增强 Al MMC 虽然具有较高的强度和塑性,但材料组织中不存在由热错配引起的位错,Al MMC 的强化机制有所改变。纳米颗粒对 Al 也表现出良好的强化作用^[6,7]。但因细小颗粒易于团聚,因而使其增强效果大为降低^[7,8]。

为了便于理论分析,本文拟采用纯铝为基体,选取亚微米级 SiC 颗粒为增强体,对 Al MMC 的拉伸性能、组织结构进行研究,并对复合材料的增强机制进行探讨。

1 实验材料与方法

1.1 原材料的选择

本实验所用的基体原料为惰性气体雾化纯铝粉,铝粉纯度为 99.9%,粉体平均粒度为 6 μm。增强相 SiC 粉的粒度范围为 50—500 nm,平均尺寸为 150 nm,纯度为 97%—98%,为 β 晶型,其形貌见图 1 所示。

1.2 SiC_p/Al MMC 的制备

亚微米 SiC 粉体在具有较好分散性的丙酮和异丙醇混合液中超声波分散 30 min 后,立即将其倒入装有钢球和铝粉的球磨罐中,并用行星式球磨机进行湿混,球磨机转速为 130—160 r/min,球磨时间为 8 h。球磨后的粉体,于真空干燥箱中干燥。为了比较,纯铝也经过相同的球磨湿混过程。

球磨混合粉经过冷压成型,真空除气处理和 630 °C,10⁻³ Pa 条件下真空热压 40 min 后,即制得相对密度达 90% 以上的坯锭。烧结坯锭经机加工后,封装于工业纯铝的包套内,于 420 °C 进行热挤,挤压比为 40 : 1。挤出的复合材料为直径 14 mm 的棒材。

1.3 SiC_p/Al MMC 的拉伸实验

试样由经过挤压的棒材车削加工而成,轴向与挤压方向平行。标距长度和直径分别为 40 mm 和 8 mm。拉伸实验在置于大气中的电子拉伸实验机上进行,应变速率为 4.17 × 10⁻⁴ s⁻¹,测试结果取三次平均值。



图 1 亚微米 SiC 粉的形貌

Fig.1 TEM image of the sub-micron SiC powders

1.4 SiC_p/Al MMC 的拉伸断口观察

对拉伸断口进行 SEM 观察,用 EDXS 对特征点进行能谱分析,以确定复合材料的微观断裂机制。

1.5 SiC_p/Al MMC 的组织观察

取 SiC_p/Al 纵断面,在金相显微镜下观察组织特征;用线切割方法截取 SiC_p/Al 纵断面 0.5 mm 厚薄片,用砂纸打磨后,进行离子减薄。用 Philips CM20 透射电子显微镜 (TEM) 和 JEOL-2010 高分辨电子显微镜 (HREM) 观察微观组织结构。

2 实验结果

2.1 亚微米 SiC_p/Al MMC 组织

图 2 显示挤压态 15%SiC_p(150 nm)/Al MMC 的金相组织细腻。尽管在光镜下较难分辨所用的亚微米级 SiC 颗粒,但仍可见 SiC(暗颗粒)在基体(亮组织)中的分布基本均匀。

TEM 观察发现,亚微米级 SiC_p/Al MMC 中 SiC 颗粒周围分布着大量位错。因为位错由 SiC 与 Al 间较大的热膨胀差引起,因此,位错在 SiC 的尖角处的基体中相对较多,见图 3a。SiC 颗粒在基体中分布相对均匀,很少出现团聚。偶有的团集体尺寸也相对较小,每个团集体中 SiC 粒子数也仅有几个,见图 3b。由图 3b 可见,团集体内部结构疏松(见图中箭头指处),边缘粒子与基体结合仍良好,没有脱粘发生。高分辨图像表明, SiC 与基体结合良好,但界面有约 1 nm 反应层,见图 4。

2.2 SiC_p/Al MMC 的拉伸性能

15% SiC_p(150 nm)/Al MMC 和纯铝的拉伸性能见表 1。由表 1 可见,亚微米级 SiC 颗粒对纯铝的增强效果明显,MMC 屈服强度和最大拉伸强度较基体分别提高了 117.9% 和 89.0%。但 SiC_p/Al MMC 的相对延伸率却较基体有较大的下降。可以看出, SiC_p/Al MMC 的强度增加是以牺牲塑性为代价的。

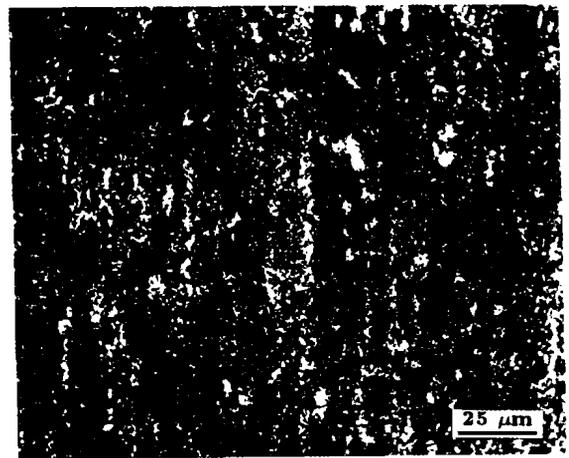


图 2 15%SiC_p(150 nm)/Al MMC 金相组织

Fig.2 Metallograph of 15% SiC_p(150 nm)/Al MMC (White region-Al, dark region-SiC)

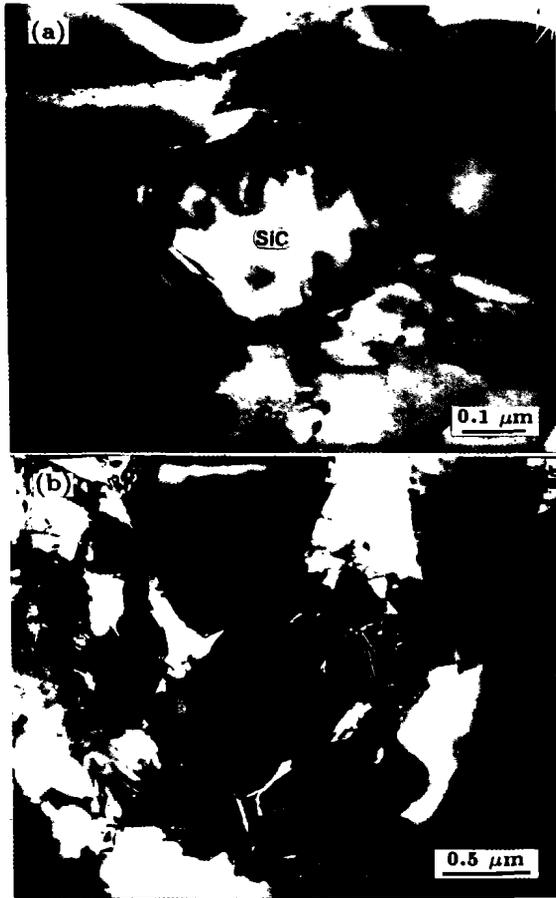


图 3 15% SiC_p (150 nm)/Al MMC TEM 组织
 Fig.3 TEM micrographs of 15% SiC_p (150 nm)/Al MMC showing dislocation distribution near a SiC particle (a) and aggregation of SiC particles (b), the arrows in Fig.3b indicating pores in the aggregaion

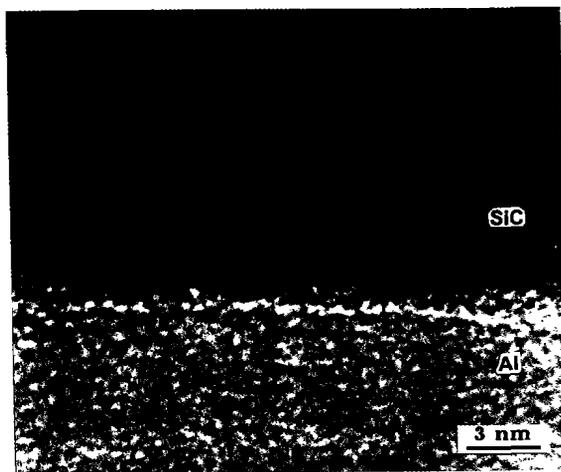


图 4 SiC/Al 界面 HREM 像
 Fig.4 High resolution electron micrograph of the SiC/Al interface, showing the existence of an interfacial reaction layer

2.3 SiC_p/Al MMC 的拉伸断裂行为

图 5 为 15% SiC_p (150 nm)/Al MMC 的拉伸断口形貌。由图可见，MMC 断口韧窝数目非常多，而且韧窝多数很小，也见一些微米大小的较大韧窝。在较小韧窝底部可见细小颗粒，尺寸与 SiC 颗粒大小相当，SiC 颗粒可能有利于基体中韧窝形核。因此，小韧窝可能为单个小的 SiC 颗粒造成，也可能为 SiC 颗粒间的基体塑性变形引起。能谱分析确认，较大韧窝多由 SiC 颗粒团聚引起。在大韧窝边缘均匀分布若干细小韧窝，其大小与断口上的较小韧窝尺寸相当。而在大韧窝底部，多含有团聚颗粒，断裂形式为脆断，可能是团聚体内部疏松所致；在 SiC 颗粒团聚体中央常出现与断口垂直的二次裂纹，如图 5 的中心处，这说明团聚的 SiC 颗粒有利于大韧窝及二次裂纹的形核。此外，观察表明团聚的 SiC 与基体结合良好，未见界面撕脱现象，这表明 Al MMC 的断裂首先从 SiC 团聚体开始。

实验中还表明，在较低放大倍数下，断口表面即有众多二次裂纹。

3 实验结果讨论

3.1 SiC_p/Al MMC 的位错密度

SiC_p/Al MMC 由制备温度冷却下来时，因 SiC 与 Al 间的热膨胀系数差异，会产生应力。应力通过扩散和位错形核的方式得到松弛。假设在 693—523 K 温度范围，可在基体中形成位错，继续冷却将不能形成位错^[9-11]，

表 1 复合材料的拉伸性能

Table 1 Tensile properties of 15% SiC_p/Al composite and aluminum

Material	Ultimate tensile strength, MPa	Yield strength MPa	Relative elongation, %
MMC	342.3	272.4	6.3
Al	181.2	125.0	26.2

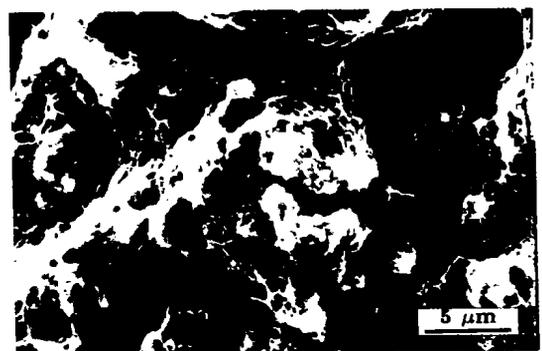


图 5 SiC_p (150 nm)/Al MMC 拉伸断口形貌
 Fig.5 SEM micrograph of tensile fracture surface of SiC_p (150 nm)/Al MMC, showing the mixed features of fine dimples and brittle failure of SiC particle aggregations

而是在基体中形成残余热应力. 进一步假设在温度 693—523 K 范围产生的所有热应变全部以形成位错的方式松弛, 扩散过程引起的松弛将不发生. SiC 颗粒与 Al 间较大的热膨胀系数差导致的热错配 δ 为

$$\delta = d\Delta\alpha\Delta T \quad (1)$$

其中 d 为 SiC 颗粒直径, $\Delta\alpha$ 为 SiC_p 与 Al 间的热膨胀系数差, $\Delta\alpha$ 随温度降低而减少^[11], 此处取 573 K 时的值, 即 $\Delta\alpha = \Delta\alpha_{Al} - \Delta\alpha_{SiC} = 23.7 \times 10^{-6} / K$; 温差 $\Delta T = 170$ K. 热错配以向基体中释放位错环方式松弛, 由此在每个颗粒周围产生的位错数为

$$N = \frac{\delta}{b} = \frac{d\Delta\alpha\Delta T}{b} \quad (2)$$

式中 $b = 0.286$ nm 为 Burgers 矢量模. 对于尺寸为 150 nm 的颗粒, 由式 (2) 得 $N = 2.1$. 对于本文所用亚微米颗粒, 其尺寸范围从 50—500 nm, 对较小颗粒如 $d = 100$ nm, 尽管根据上式计算, 热错配为 $\delta = 1.4 b$, 位错刚好在一个独立的 SiC 粒子周围产生, 但是这个“失配判据”可能不适于判断小颗粒周围是否会产生位错^[11], 其原因有二: 一是研究发现, 位错形核对应一个最小粒子尺寸, 对本研究的应力值来说, 小 SiC 颗粒尺寸 (100 nm 以下) 可能正好低于这个最小值. 第二, 小颗粒周围会以扩散方式松弛热应力. 因此, 对亚微米 SiC, 这里仅考虑 100 nm 以上的颗粒, 取平均粒径为 200 nm, 设这部分粒子占总数的 2/3. 热错配应变松弛导致基体中位错密度增加可用下式估算^[10]:

$$\Delta\rho = \frac{12\Delta\alpha\Delta TV_p}{bd} \quad (3)$$

式中 V_p 为 SiC 的体积分数. 由式 (3) 可得, 基体中位错密度增加量为 $8.45 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$.

很显然, 在较大的团聚体周围, 可以形成位错, 但很难对此位错密度进行预测. 微观结构研究表明, 在这些团聚体内部和周围存在位错. 但小颗粒团聚体内的位错多被束缚而无法进入基体. 因此, 它们对位错密度增强的贡献通常很小.

3.2 屈服强度

亚微米颗粒增强 Al MMC 的强化作用主要来源于微观结构改变而引起的强化, 如位错强化和 Orowan 机制强化作用.

位错密度引起的强度增量可用下式估算^[10]:

$$\Delta\sigma_{dis} = \alpha Gb\sqrt{\Delta\rho} \quad (4)$$

式中 $\alpha = 1.25$ ^[12]; b 为 Burgers 矢量; $G = 2.64 \times 10^4$ MPa 为剪模量. 将式 (3) 计算结果代入式 (4) 可得, 基体中位错密度增加所引起的强度增量为 86.8 MPa.

Orowan 机制引起的材料强度增量可用式 (5)^[10] 来预测

$$\Delta\sigma_{or} = 2Gb/\lambda \quad (5)$$

式中 λ 为颗粒间距. 假设增强相为等轴粒子, 并以立方体形式均匀分布于基体中, λ 可表达为^[7]

$$\lambda = \left(\frac{\pi}{6V_p}\right)^{\frac{1}{3}} d \approx 0.806V_p^{-\frac{1}{3}} \cdot d \quad (6)$$

由式 (5) 和 (6) 预测的强度增量为 66.5 MPa. 由于细小颗粒不可避免地出现团聚现象, 使得实际的弥散强化作用略低于 Orowan 强化作用预测值.

假设 MMC 屈服强度的增量 $\Delta\sigma_{yc}$ 可视为每个机制引起增量的线性叠加^[13], 则 $\Delta\sigma_{yc} = \Delta\sigma_{dis} + \Delta\sigma_{or} = 153.3$ MPa, 与实验测量值的 147.4 MPa 符合得很好.

3.3 SiC_p/Al MMC 的最大拉伸强度、延性和拉伸断口形貌

亚微米颗粒增强 Al MMC, 因位错强化和弥散强化作用, 使其拉伸强度达到较高的值. 但因 SiC 含量较高, 细小颗粒不可避免地出现团聚现象. 由于在 Al MMC 压制压力和烧结温度下, SiC 颗粒团聚体不能被压实, 也不能实现烧结, 所以, 团聚体内部会存在大量亚微米以下的孔隙 (见图 3b). 当 MMC 受力时, 外力就会由基体通过结合良好的界面传递给这些大的团聚体. 其结果因团聚体内部疏松的结构而在外应力较低时即率先开裂. 于是其他未团聚区域受力骤然增加, 引起 MMC 的过早断裂. 结果使 MMC 的最大拉伸强度有所降低, 塑性明显下降. 由此可见, 团聚体对 MMC 的拉伸性能的影响, 类似于具有临界裂纹尺寸的大颗粒的行为^[2,3].

较大的颗粒团聚体, 可因热错配松弛, 产生位错, 因而对基体强度有一定的贡献. 但这种强化作用会因团聚体的疏松而被抵消. 对于在基体中分散较好的单个 SiC 小颗粒, 因自身无缺陷, 又与基体结合良好, 其对强度贡献较大.

拉伸断口形貌表明, 亚微米颗粒增强 Al MMC 的断裂机制为颗粒与基体间的界面脱粘以及 SiC 团聚体的脆性开裂. 脱粘多发生在单个 SiC 小颗粒与基体的界面, 形成与颗粒大小相当的韧窝. 大量的界面脱粘可使 MMC 的拉伸强度增加^[3]. 由于团聚体中边缘部分的颗粒与基体间的结合仍很好, 因此, 团聚体开裂的结果是形成较大的脆性断口, 并在其边缘分布有若干个小韧窝, 这些小韧窝为团聚体边缘部分的颗粒与基体界面脱粘引起. 此外, 颗粒间基体的韧性断裂, 也会形成小韧窝.

4 结论

(1) SiC_p(150 nm)/Al MMC 的拉伸强度和屈服强度分别为 342.3 MPa 和 272.4 MPa, 比纯铝分别提高 89.0% 和 117.9%. MMC 的延伸率为 6.3%.

(2) MMC 具有高强度的原因是基体的微观结构发生了变化, MMC 的增强机制为位错强化和弥散强化二种机制组成.

(3) SiC_p(150 nm)/Al MMC 断裂机制为界面脱粘和团聚体颗粒的脆断.

参考文献

- [1] Lü Y X, Bi J, Chen L Q, Zhao M J. *Acta Metall Sin*, 1998; 34: 1188
(吕毓雄, 毕敬, 陈礼清, 赵明久. 金属学报, 1998; 34: 1188)
- [2] Doel T J A, Brown P. *Comp Part A*, 1996; 27A: 655
- [3] Varma V K, Kamat S V, Kutumbarao V V. *Mater Sci Technol*, 2001; 17: 93
- [4] Arsenault R J, Shi N. *Mater Sci Eng*, 1986; 81: 175
- [5] Wu G H, Zhao Y C, Ma S L. *Acta Mater Comp Sin*, 1998; 15(3): 21
(武高辉, 赵永春, 马森林. 复合材料学报, 1998; 15(3): 21)
- [6] Malchere A, Grosbras M, Demenet J L, Bresson L, Gaffet E. *Mater Sci Forum*, 1996; 225-227: 763
- [7] Ma Z Y, Li Y L, Liang Y, Zhang F, Bi J, Tjong S C. *Mater Sci Eng*, 1996; A219: 229
- [8] Xiao Y L. *PhD Thesis*, Institute of Metal Research, The Chinese Academy of Sciences, Shenyang, 1996
(肖永亮. 中国科学院金属研究所博士论文, 沈阳, 1996)
- [9] Arsenault R J, Wang L, Feng C R. *Acta Metall Mater*, 1991; 39: 47
- [10] Miller W S, Humphreys F J. *Scr Metall Mater*, 1991; 25: 33
- [11] Barlow C Y, Hansen N. *Acta Metall Mater*, 1991; 39: 1971
- [12] Hansen N. *Acta Metall*, 1977; 25: 863
- [13] Sekine H, Chent R. *Composites*, 1995; 26: 183