

液相法制造 C / Al 复合材料

王浩伟 (上海交通大学复合材料研究所, 上海, 200030)

商宝禄 周尧和 (西北工业大学 403 教研室, 西安, 710072)

LIQUID FABRICATING C / Al COMPOSITES

Wang Hao-wei

(Composite institute of Shanghai JiaoTong University, Shanghai, 200030)

Shang Bao-lu, Zhou Yao-he

(Faculty 403 of Northwestern Polytechnical University, Xi'an, 710072)

摘要 采用液相浸渗法制造 C / Al 复合材料, 研究了液相浸渗工艺参数对复合材料浸渗过程和性能的影响。液相浸渗压力是浸渗工艺的保证, 纤维预热温度是关键。实验取得 C(SiC) / Al 复合材料液相浸渗最优工艺条件, 所获得的复合材料抗拉强度高达 908MPa。

关键词 金属基复合材料, 液相浸渗, 制造工艺, 纤维涂层

Abstract Carbon fiber reinforced aluminium matrix (C / Al) composites have potential of high properties and wide application. And liquid infiltration is the most effective and economical fabrication processing for them. However, the improvement and stability of properties have been restricted because of interface reaction and non-wettability between carbon fiber and liquid aluminium, which is the cause of fabrication complication and high cost. This paper presents a solution. The highest tensile strength of samples is up to 908MPa, which is achieved by fiber coatings and optimizing the liquid infiltration processing. Through the study of the influence of parameters of liquid-infiltration on the infiltration processing, material microstructure and properties, it is found that the pressure of liquid-infiltration is on guarantee, and the preheating temperature of fiber is the key to infiltration processing; the optimum parameters of the infiltration processing of C(SiC) / Al composites are given experimentally.

Key words metal matrix composites, liquid infiltration, fabrication processing, fiber coatings

用液相法制造 C / Al 复合材料工艺较简单, 且可制造型面复杂的零件, 被认为是最有效而经济的方法。但液相法制造温度高, 致使 Al、C 之间发生化学反应, 而且 Al、C 之间如不润湿还给制造带来困难。目前 Al / C 复合材料性能很低, 其抗拉强度一般低于 700MPa^[1] 且不稳定。本文采用纤维表面涂层, 通过优化液相浸渗工艺, 获得复合材料抗拉强度高达 908MPa。通过研究工艺参数对液相浸渗过程和材料组织性能的影响, 取得了稳定可靠的液相浸渗优化工艺。

1 实验部分

1.1 原材料 基体为 ZL101 铝合金, 其铸态抗拉强度为 160MPa; 纤维为国产 1k 碳纤维, 单丝直径为 6~8 μ m, 抗拉强度为 3 170MPa。

1.2 实验方法 采用化学气相沉积在碳纤维表面涂覆 SiC 涂层。SiC 涂层对碳纤维有良

1991 年 10 月 17 日收到, 1992 年 7 月 21 日收到修改稿
航空科学基金资助课题

好的化学保护性,可以防止碳纤维与铝液的反应^[2]。由于铝液不润湿 SiC,给铝液对纤维预制型的浸渗带来困难。本文采用 SiC 框架涂层结构^[3],消除了预制型中细小尖角处的空隙,降低了完全浸渗预制型所需要的压力。

采用液相浸渗法制造复合材料试样,如图 1 所示。合金熔化后,放入下室,装置内抽真空后预热铸型和纤维至规定温度,然后在压缩空气的作用下将金属液充入铸型,凝固冷却后卸掉压力,取出试样。

1.3 拉伸性能 将浸渗成形的拉伸试样,于 Instron 1196 电子拉伸试验机上试验,拉伸速度为 1mm/min。每组试样 3~5 个,测其拉伸强度,并取其平均值。

2 实验结果与分析

2.1 工艺参数的选择 前期实验表明,纤维预热温度 T_f 和液相浸渗压力 P_f 对浸渗工艺影响显著,作为重点考察因素。其它工艺参数如下

A 合金液温度 T_m 对液态金属的充型能力有决定性影响,在一定温度范围内,充型能力随 T_m 的提高而直线上升^[4];低于 700℃,充型困难。但铝合金液在 800℃ 以上氧化、吸气严重,并加剧界面反应,影响基体材料以至复合材料性能,故选择 $T_m=750℃$,稍高于其常规浇注温度。

B 较高的凝固压力 P_c 可提高复合材料铸件补缩能力,防止析出性气孔的产生。对非润湿系统,还可阻止因毛细作用力产生的金属液回流,提高材料致密度。一般 P_c 应大于或等于浸渗压力 P_f 。

C 试样取出温度 $T_r < 400℃$,低于合金固相线温度。保证基体在压力下凝固。

在浸渗前对上下室抽真空,以降低或消除铸型内气体反压力;同时可有效减少液态金属中气体含量,降低基体中产生气孔的倾向^[4]。

冷却速度 V_c 和充填速度 V_f 受上述参数及装置条件限制。

表 1 工艺参数与复合材料抗拉强度

实验号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	I	II	III	IV	极差
$T_f / ^\circ\text{C}$	700	700	700	650	650	650	600	600	600	550	550	550	6680	750.3	743.3	183.3	82.3 (567.0)
P_f MPa	1.5	1.0	0.5	1.5	1.0	0.5	1.5	1.0	0.5	1.5	1.0	0.5	793.5 (733.8)	695.0 (521.3)	673.3 (505.0)		120 (228.8)
$\bar{\sigma}$ MPa	711.7	646.5	645.9	760.6	757.0	733.3	908.2	681.6	640.6	554.6							343.6 (908.2)

注:括号内数值为包括 $T_f=550℃$ 时的统计结果, $V_f=0.35$,按 ROM 计算 $\bar{\sigma}_b=1\ 213\text{MPa}$ 。

表 1 为其它参数固定,不同 P_f 和 T_f 下所获得的复合材料抗拉强度。当 T_f 在 600~700℃ 内变化时, P_f 作用显著,当 T_f 扩展至 550~700℃ 内变化时, T_f 的作用显著。 T_f 是液相浸渗法中起决定性作用的工艺参数。只有 T_f 在适当的范围内,浸渗压力 P_f 才能起作用。由上述结果得出本实验条件下液相浸渗法制造 C(SiC)/Al 复合材料的优化工艺参数为:浸渗压力 $P_f \geq 1.5\text{MPa}$,纤维预热温度 T_f 为 600~650℃。

2.2 液相浸渗压力的作用

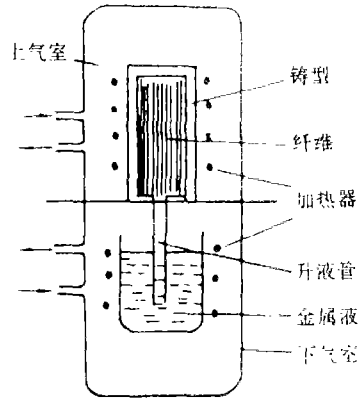


图 1 液相浸渗装置示意图

在液态金属浸渗纤维的过程中,存在着多种阻力,浸渗效果取决于外加压力克服各种阻力的能力。由于其中的毛细作用力、凝固阻力等在一定条件下可达无穷大,故外界压力越高、浸渗越完全,则材料强度越高。图 2 为实验所得材料抗拉强度与浸渗压力关系曲线, T_f 一定, $\bar{\sigma}_b$ 均随 P_L 的提高而提高。

成束碳纤维涂覆 SiC 涂层后,仍为束簇纤维,在铸型中呈不均匀分布。金属液沿纤维轴向浸渗时,其过程是由下至上,先充填纤维束间大空间(阻力最小),然后沿纤维径向浸渗纤维束内较小空间(与纤维束内轴向金属液流共同充填),金属液主要由束间补给。最后充填纤维束内细小尖角等区域。其过程随外压的升高逐步进行,当外界压力有限时,浸渗停留在相应的阶段。图 3(a)~3(c)显示了浸渗的不同阶段。

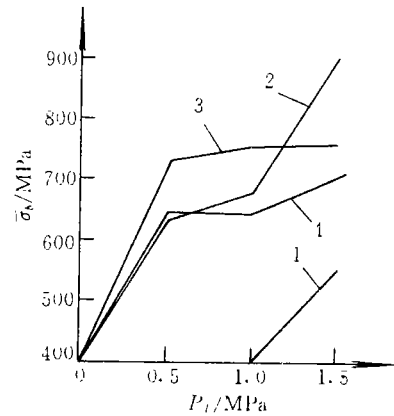


图2 材料抗拉强度随浸渗压力变化曲线 (曲线 1— $T_f=550^{\circ}\text{C}$; 曲线 2— $T_f=600^{\circ}\text{C}$; 曲线 3— $T_f=650^{\circ}\text{C}$; 曲线 4— $T_f=700^{\circ}\text{C}$)

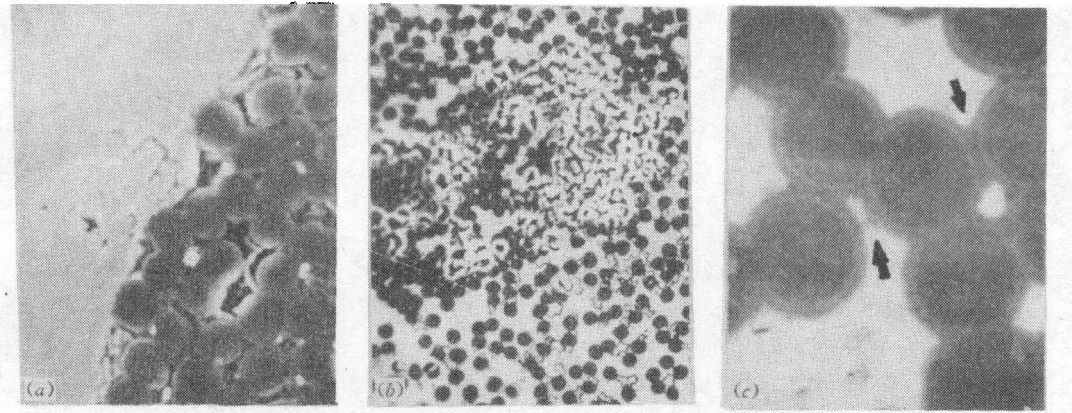


图3 工艺参数与浸渗结果

(a) $T_f=550^{\circ}\text{C}$, $P_L=1.5\text{MPa}$, $\times 800$; (b) $T_f=600^{\circ}\text{C}$, $P_L=1.0\text{MPa}$, $\times 250$;

(c) $T_f=600^{\circ}\text{C}$, $P_L=1.5\text{MPa}$, $\times 2000$;

当 $T_f=550^{\circ}\text{C}$ 时, $P_L < 1.0\text{MPa}$, 不能形成完整的复合材料试样; P_L 提高至 1.5MPa , 可完成对纤维束间大空间的完全充填(图 3(a))。

当 $T_f=600^{\circ}\text{C}$ 时, $P_L=1.0\text{MPa}$, 金属液沿纤维径向浸渗纤维束内空间, 但充填不完整(图 3(b)), 当 P_L 提高至 1.5MPa 时, 纤维束内充填完整(图 3(c))。显而易见, 对纤维束的充填越完整, 复合材料的性能越高。

2.3 纤维预热温度的作用 纤维预热降低某些阻力, 促进浸渗的进行。如随纤维预热温度的提高, 纤维与金属液之间的润湿性改善, 作为非润湿系统的主要阻力——毛细反作用力降低。同时, 金属液冷却速度降低, 金属液粘度随浸渗的进行而增大的趋势减缓, 粘滞阻力相对减小。更重要的是随 T_f 提高, 金属液中形核与核长大时间推迟, 速度降低, 凝固阻力降低。图 3(a)与图 3(c)相比, 在相同浸渗压力时, 浸渗效果相差甚远, 说明 T_f 在浸渗过程中起关键作用。

纤维预热温度通过控制浸渗过程阻力而限制了浸渗压力的作用。只有当 T_f 达一定

值,使上述阻力降低到外界有限压力可以克服的水平时, P_L 才能起作用。 T_f 低于此值,压力提高无益于浸渗。对 C(SiC)/Al 复合材料,实验得出 T_f 最低为 550℃。

图 4 为实验所得复合材料强度随纤维预热温度的变化曲线,表明 T_f 低于一定值时,强度显上升趋势。 T_f 高于此温度,强度呈下降趋势。强度开始下降的纤维临界温度 T_{fc} 为: $P_L = 1.5\text{MPa}$ 时, $T_{fc} = 600^\circ\text{C}$; $P_L < 1.0\text{MPa}$ 时, $T_{fc} = 650^\circ\text{C}$ 。这是由于 T_f 通过对浸渗效果和界面反应两方面的作用结果。由于 SiC 涂层稳定,界面反应较少,浸渗效果是影响 C(SiC)/Al 复合材料强度的主要因素。

当 $T_f < T_{fc}$ 时,因 T_f 较低,界面反应很小, $T_f = 600^\circ\text{C}$ 条件下界面经激光拉曼光谱分析表明无 Al_4C_3 形成(图 5(a)),此时浸渗的完整性决定了复合材料强度。在浸渗压力的共同作用下,随 T_f 提高,浸渗阻力减小,浸渗趋于完整,复合材料强度呈上升趋势。

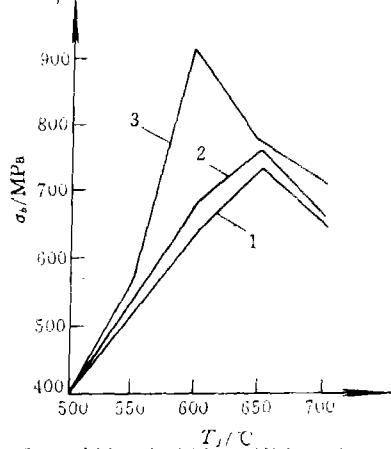
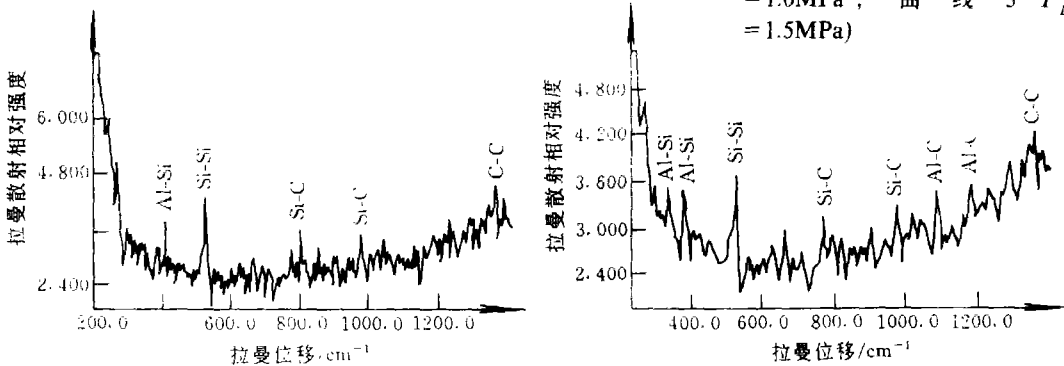


图4 材料强度随纤维预热温度变化的实验曲线 (曲线 1— $P_L = 0.5\text{MPa}$; 曲线 2— $P_L = 1.0\text{MPa}$; 曲线 3— $P_L = 1.5\text{MPa}$)



(a) 图 5 C(SiC)/Al 界面反应的光谱分析

(a) $T_f < T_{fc}$; (b) $T_f > T_{fc}$

当 $T_f > T_{fc}$ 时,已完成对纤维的浸渗,此时浸渗完整性降为次要矛盾,界面反应决定复合材料的强度。由于 Al-SiC 反应的限制环节是 SiC 在 Al 液中的溶解^[5],随 T_f 升高,金属液冷却速度降低, SiC 涂层在液相中停留时间延长,被溶解量增多,即界面反应加剧,引起材料强度的降低。 $T_f = 700^\circ\text{C}$ 条件下的 C(SiC)/Al 界面激光拉曼光谱分析证明有大量的 Al_4C_3 形成(图 5(b))。

参 考 文 献

- 1 Harris S J. Guest Editorial: Metal-Matrix Composites. Composites Science and Technology, 1989; 35: 99~103
- 2 王浩伟, 商宝禄, 周尧和. 镍涂层在 C/Al 复合材料中的行为 第三届中国青年材料科学研讨会论文集(下). 大连 1991, 369~371
- 3 王浩伟, 商宝禄, 周尧和. 低压液相浸渗制造高强度 C/Al 复合材料. 西北工业大学学报, 1992; 10(3):1~5
- 4 李庆春. 铸件形成理论基础. 北京: 机械工业出版社, 1982. 46~48, 187~204
- 5 Lin R Y, et al. Interfacial Reaction of Al/SiC Composite during Casting. Interface in Metal-Matrix Composites. California. TMS. A1990; 153~164