

SiC_f/Ti 基复合材料基体织构的 EBSD 研究

黄 斌, 杨延清, 陈艳霞, 陈 彦

(西北工业大学 凝固技术国家重点实验室, 陕西 西安 710072)

摘 要: 利用电子背散射衍射技术(EBSD)研究了箔-纤维-箔法和纤维涂层法这两种制备方法对 SiC_f/Ti 复合材料基体织构的影响。结果表明, 箔-纤维-箔法制备的 SiC_f/Ti-6Al-4V 复合材料中基体钛合金的不同区域有不同的织构类型。纤维涂层法制备的 SiC_f/Super α₂ 复合材料基体中的织构为纤维织构, 这正符合复合材料各向异性的特征, 为复合材料获得较好的力学性能提供了可能。

关键词: Ti 基复合材料; 织构; 电子背散射衍射 (EBSD)

中图分类号: TB333

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2015)01-0209-05

连续 SiC 纤维增强钛合金基复合材料 (SiC_f/Ti) 具有高的比强度和比模量、良好的耐温性和高温结构稳定性, 作为高性能结构材料, 在航空航天领域有极大的应用价值^[1-4]。由于连续 SiC 纤维在其性能上的各向异性, SiC 纤维增强 Ti 基复合材料 (SiC_f/Ti) 轴向和横向性能也呈现出了很强的各向异性。同时, 由于复合材料制备工艺的影响, 在制备过程中复合材料基体中有可能产生织构, 这些织构同样可能影响复合材料的最终性能, 因此研究基体织构对于复合材料性能的提升同样具有重要的意义。但是截至目前, 国内外关于 SiC_f/Ti 复合材料基体中的织构研究仍然较少^[5,6]。

连续纤维增强金属基复合材料的制备方法发展到现在已经有好几种, 例如: 箔-纤维-箔法 (foil-fiber-foil, 简称 FFF, 如图 1 所示)^[7-9]、浆料带铸造法 (slurry tape casting)^[10,11]、等离子喷涂法 (plasma spray)^[8,12] 及纤维涂层法 (matrix coated fiber, 简称 MCF, 如图 2 所示)^[7-9,13-20] 等。其中, FFF 法因为其方法简单易行、微观组织可控、化学成分精确以及杂质含量少等特点被很多研究者采用, 而 MCF 法具有纤维分布均匀、易于制备复杂形状构件、纤维和基体界面无杂质干扰等优点, 应用最为广泛。由于这两种制备方法自身的特点, 必然会对制备的复合材料基体的织构有一定的影响, 进而影响所制备复合材料的最终性能。但是, 截止到目前, 关于这两种制备方法对复合材料基体织构影响的研究并不多见。因此研究不同制备方法的复合材料基体织构的特征对于复合材料制备工艺的改进以及性能优化均具有很强的现实意义。

本实验利用电子背散射衍射 (EBSD) 技术, 研究 FFF 法和 MCF 法 2 种复合材料制备方法对复合材料基体织构的影响, 以求为实验制备 SiC_f/Ti 复合材料提供基体织构方面的参考, 为进一步提高 SiC_f/Ti 复合材料的最终性能提供理论依据。

1 实 验

为考察 2 种复合材料制备方法对基体织构的影响, 采用 FFF 法制备的是 SiC_f/Ti-6Al-4V 复合材料, 而采用 MCF 法制备的是 SCS-6 SiC/Super α₂ 复合材料。虽然 2 种材料所用纤维和基体均不同, 但其典型的制备工艺特征均能在所制成的复合材料中得到准确反映。因此, 在一定程度上可以用于 2 种制备方法对复合材料基体织构影响的研究。鉴于 FFF 法制备复合材料的特点, 考察了复合材料中不同部位基体的织构, 如图 3a 所示的纤维间区域 (Interfiber) 和纤维层间区域 (Interlayer) 2 个不同的部位, 分别分析其织构成分。2 种方法所制备复合材料样品的宏观坐标系如图 3b 所示。此外, 为了对比复合材料基体在制备前与制备后的织构差异, 对原始 Ti-6Al-4V 箔材也一并进行织构分析。由于 Ti-6Al-4V 的组织主要为 α 相而 Super α₂ 合金的组织中主要为 α₂ 相, 因此对于 2 种基体 Ti-6Al-4V 和 Super α₂ 的织构研究中, 只考虑 α 相和 α₂ 相中的织构。

将使用金刚石切割机切割好的复合材料试样经镶嵌、预磨后, 使用绒布及研磨膏进行机械抛光处理。

收稿日期: 2014-01-28

基金项目: 国家自然科学基金 (51201135); 西北工业大学基础研究基金 (JC201110)

作者简介: 黄 斌, 男, 1979 年生, 博士, 讲师, 西北工业大学凝固技术国家重点实验室, 陕西 西安 710072, 电话: 029-88493450-8003, E-mail: huangbin@nwpu.edu.cn

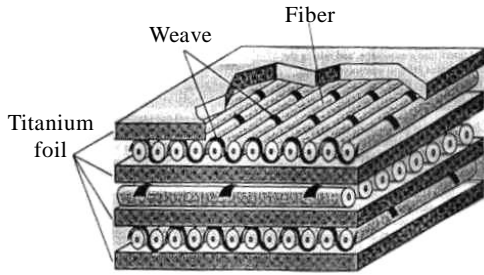


图 1 箔-纤维-箔法示意图

Fig.1 Schematic of the foil-fiber-foil method

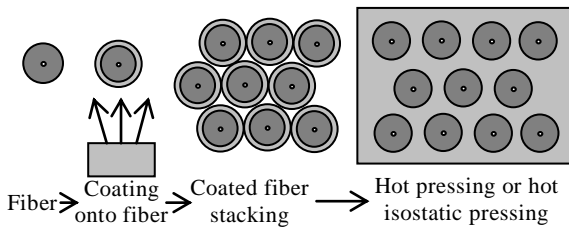


图 2 纤维涂层法示意图

Fig.2 Schematic of the matrix coated fiber method

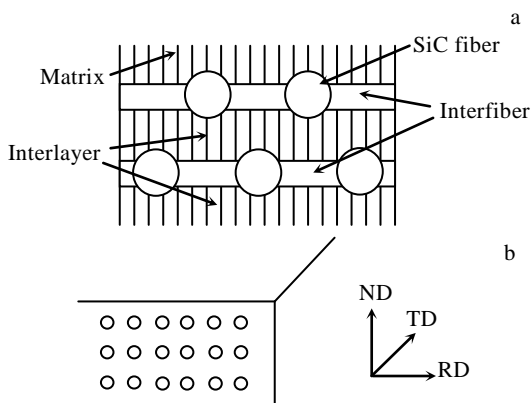


图 3 纤维间区域与纤维层间区域在复合材料基体中位置的示意图及 2 种方法所制备复合材料样品的宏观坐标系

Fig.3 Schematic for the interfiber zone and interlayer zone in the matrix of the composite (a) and macro-coordinate for the composites fabricated by the two methods (b)

样品经过机械抛光后，表面存在应变层，因此需要去除表面应变层^[14]。本研究采用离子刻蚀法去除表面应变层。离子刻蚀需要注意刻蚀参数的调整，例如刻蚀电流、电压、刻蚀时间以及样品的旋转等。离子刻蚀采用美国 Gatan 公司生产的精密离子刻蚀镀膜仪 (Precision Etching and Coating System, PECS)，型号为 682。

本研究样品观察采用德国 ZEISS 公司生产的场

发射扫描电子显微镜，型号为 SUPRA55。SUPRA55 扫描电子显微镜上装配丹麦 HKL 公司生产的电子背散射衍射系统。

2 结果

图 4 为不同工艺制备的 SiC_f/Ti 复合材料基体晶粒取向欧拉角分布图，欧拉角的定义可参考文献[21]。图 4 中不同的颜色代表不同的欧拉角，也就代表不同的晶粒取向。从图中可以直观地看出，FFF 法制备的复合材料中 2 个不同部位基体的晶粒大小几乎没有差别，但其晶粒取向分布有较为明显的差异，而 MCF 法制备的复合材料基体的晶粒细小且均匀，这与 MCF 法制备工艺有直接关系。由于所考察的部位位于 Ti-6Al-4V 箔材的端面，因此，晶粒的变形并不明显。

图 5 为不同工艺制备的 SiC_f/Ti 复合材料基体织构分布所对应的极图。从图中可以看出，FFF 法制备的 SiC_f/Ti-6Al-4V 复合材料基体的纤维间区，晶粒取向集中在 (0001) 附近，其极密度最高为 6.71，这种织构基极向横向偏离法向， $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 指向横向。在基体的纤维层间区，同样是晶粒取向集中在 (0001) 方向附近。相比纤维间区域的织构所不同的是，纤维层间区域的织构基极向轧向偏离法向，且 $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ 指向横向，其极密度最高为 6.47。从 Ti-6Al-4V 箔材的取向分布图和极图分析可知，箔材中的晶粒取向也集中在 (0001) 取向附近，但其集中程度比 FFF 法制备复合材料中的 2 个区域的集中程度高， $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ 指向横向，且基极向轧向偏离法向。据此可以看出，Ti-6Al-4V 箔材中的织构类型与纤维层间区域的织构较为相似。MCF 法制备的

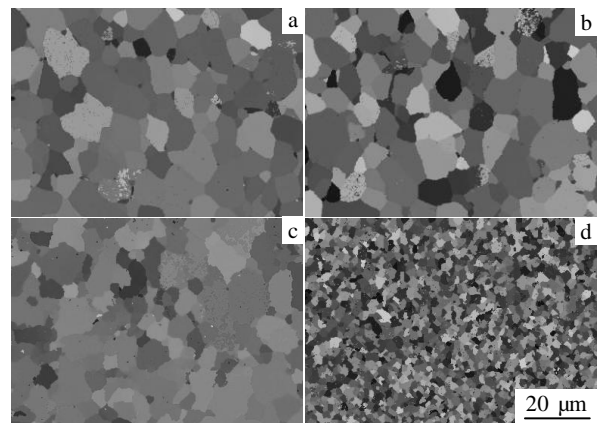


图 4 SiC_f/Ti 复合材料基体晶粒取向欧拉角分布图

Fig.4 Euler angle orientation distribution for the matrix in the SiC_f/Ti composites: (a) interfiber zone in the composite by FFF, (b) interlayer zone in the composite by FFF, (c) Ti-6Al-4V foil, and (d) matrix in the composite by MCF

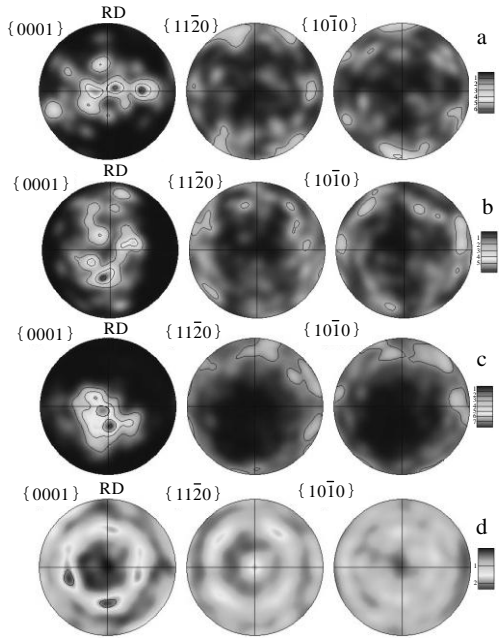


图 5 SiC_f/Ti 复合材料基体取向分布图对应的极图

Fig.5 Pole figure for the matrix in the SiC_f/Ti composites: (a) interfiber zone in the composite by FFF, (b) interlayer zone in the composite by FFF, (c) Ti-6Al-4V foil, and (d) matrix in the composite by MCF

复合材料基体中的织构为 {11 $\bar{2}$ 0} 的纤维织构, 但其极密度最高仅为 2.35, 相对于上述 FFF 法制备复合材料中基体的织构较弱。

图 6 为不同工艺制备的 SiC_f/Ti 复合材料基体取向分布的 ODF 图。通过对比 ODF 图的 $\phi_2=0^\circ$ 和 $\phi_2=30^\circ$ 2 个截面, 可以进一步详细了解复合材料基体中的织构成分。

图 6a 为制备态 SiC_f/Ti-6Al-4V 复合材料基体中纤维间区域织构分布的 ODF 图的 2 个截面。在 $\phi_2=0^\circ$ 的截面图中, 织构的成分有基面织构 (0001)[4 $\bar{1}$ 30] 与 (0001)[13580], 以及 ($\bar{1}$ 2 $\bar{1}$ 12)[10 $\bar{1}$ 0]、($\bar{2}$ 423)[10 $\bar{1}$ 0] 和 ($\bar{1}$ 2 $\bar{1}$ 6)[2201]。在 $\phi_2=30^\circ$ 的截面图中, 织构成分为 (01 $\bar{1}$ 5)[5501] 和 (02 $\bar{2}$ 3)[2 $\bar{1}$ 10]。其中, (01 $\bar{1}$ 5)[5501] 织构是 FFF 法制备态复合材料纤维间区域中最强的织构。

图 6b 为使用 FFF 法制备 SiC_f/Ti-6Al-4V 复合材料基体纤维层间区域的织构分布的 ODF 图的 2 个截面。与纤维间区域织构所不同的是, 纤维层间区域织构中缺少了基面织构的成分。在 $\phi_2=0^\circ$ 的截面图中, 织构的成分有 ($\bar{1}$ 2 $\bar{1}$ 8)[198 $\bar{1}$ 13]、($\bar{1}$ 2 $\bar{1}$ 7)[11326] 和 ($\bar{1}$ 2 $\bar{1}$ 1)[45115]。在 $\phi_2=30^\circ$ 的截面图中, 存在的织构成分有 (01 $\bar{1}$ 5)[3411]、(02 $\bar{2}$ 5)[1322] 和 (01 $\bar{1}$ 5)[292273]。

图 6c 为原始 Ti-6Al-4V 箔材中织构分布的 ODF 图的两个截面。总体上看, Ti-6Al-4V 箔材中的织构与

所制复合材料的纤维层间区域织构有所相似, 而与纤

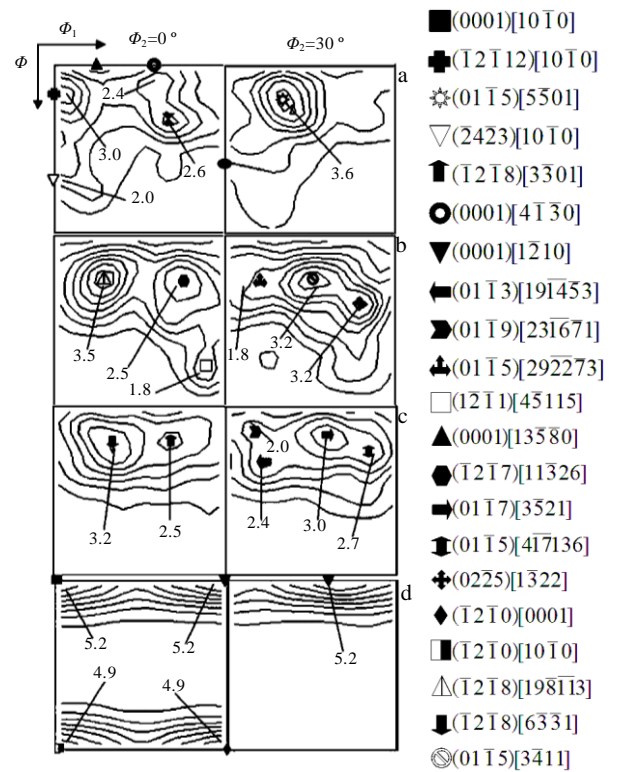


图 6 SiC_f/Ti 复合材料基体取向分布的 ODF 图

Fig.6 ODF for the matrix in the SiC_f/Ti composites: (a) interfiber zone in the composite by FFF, (b) interlayer zone in the composite by FFF, (c) Ti-6Al-4V foil used in FFF method, and (d) matrix in the composite by MCF

维间区域中的织构相差甚远。这与之前从极图所得出的结论一致。在 $\phi_2=0^\circ$ 的截面图中, 织构的成分有 ($\bar{1}$ 2 $\bar{1}$ 8)[6331] 和 ($\bar{1}$ 2 $\bar{1}$ 8)[3301]。在 $\phi_2=30^\circ$ 的截面图中, 存在的织构成分有 (01 $\bar{1}$ 7)[3521]、(01 $\bar{1}$ 5)[417136]、(01 $\bar{1}$ 9)[231671] 以及 (01 $\bar{1}$ 3)[191453]。

图 6d 为采用 MCF 法制备的 SiC_f/Super α_2 复合材料基体中织构分布的 ODF 图的 2 个截面。与 FFF 法制备的复合材料中 2 个区域以及所使用箔材中的织构均不同, MCF 法制备的 SiC_f/Super α_2 复合材料基体中的织构具有明显的纤维织构特征。在 $\phi_2=0^\circ$ 的截面图中, 存在有 2 种类型的纤维织构, 分别是 (0001) 平行于轧面的纤维织构以及 ($\bar{1}$ 2 $\bar{1}$ 0) 平行于轧面的纤维织构。这与图 5 中极图的分析结果一致。在 $\phi_2=0^\circ$ 以及 $\phi_2=30^\circ$ 的截面图中, (0001) 平行于轧面的纤维织构其峰值分布在 (0001)[10 $\bar{1}$ 0] 以及 (0001) $\bar{1}$ 12 处, 而 ($\bar{1}$ 2 $\bar{1}$ 0) 平行于轧面的纤维织构其峰值分布在 ($\bar{1}$ 2 $\bar{1}$ 1) (1 $\bar{0}$ 1 以及 ($\bar{1}$ 2 $\bar{1}$ 0)[0001] 处。

3 讨论

综上所述, FFF 法制备的 $\text{SiC}_f/\text{Ti-6Al-4V}$ 复合材料的 2 个区域以及 Ti-6Al-4V 箔材的织构之间有着一定的关系: 纤维层间区域的织构与 Ti-6Al-4V 箔材中的织构较为相似, 对应主要织构成分的轧制平面几乎平行, 其中 Ti-6Al-4V 箔材中织构的轧制平面与基面(0001)之间的夹角较小一些, 轧制方向上两者相差不大。此外, 纤维层间区域的织构成分中出现了新的织构。纤维间区域中的织构与上两者之间的差别较大, 出现了新的织构成分, 而且产生了一部分基面织构。在 $\Phi_2=0^\circ$ 的截面图中, 织构成分有向纤维织构发展的趋势, 而在 $\Phi_2=30^\circ$ 的截面图中, 织构成分有向单一成分织构发展的趋势。

位于纤维间区域的 Ti-6Al-4V 箔材在热压过程中需要经过较大的塑性变形, 才能填满纤维之间的空隙, 多数晶粒因为大变形量的塑性变形而失去了之前的晶粒取向特征, 而位于纤维层间区域的 Ti-6Al-4V 箔材在热压的过程中的塑性变形量较小, 基本继承了 Ti-6Al-4V 箔材的织构成分。因此, 纤维层间区域的织构类型与 Ti-6Al-4V 箔材中的织构类型较为相似, 而纤维间区域的织构与 Ti-6Al-4V 箔材中的织构存在较大差异。Carre`re^[5]对于 FFF 法制备的 SiC 纤维增强 Ti-6242 复合材料中织构的研究也有类似的结果产生。但是 Carre`re 得出的结论是纤维层间区域的织构保持了基体箔材的织构, 是因为他们采用极图研究织构, 较为粗略。本研究从 ODF 的结果分析, 纤维层间区域的织构并不是保持了 Ti-6Al-4V 箔材织构, 严格地说, 相比纤维层间区域的织构, Ti-6Al-4V 箔材中的织构其轧制平面与基面(0001)之间的夹角较小, 但复合材料纤维层间区域的织构整体强度较高。Ti-6Al-4V 箔材为冷轧而成, 而复合材料是将经过再结晶的 Ti-6Al-4V 箔材热压而成, 且制备复合材料时的压力比 Ti-6Al-4V 箔材冷轧时的压力小得多, 因此复合材料基体中的纤维层间区域与 Ti-6Al-4V 箔材织构必定存在一定的差别。同时由于复合材料制备过程中存在回复、再结晶以及动态再结晶过程, 使得在复合材料中的基体织构较制备前 Ti-6Al-4V 箔材的织构复杂, 出现了一些 Ti-6Al-4V 箔材中没有的织构成分, 例如纤维层间区域中的织构 $(\bar{1}\bar{2}\bar{1})[4\bar{5}115]$ 。

MCF 法制备的 $\text{SiC}_f/\text{Super } \alpha_2$ 复合材料中的织构较为明显, 为(0001)平行于轧面的纤维织构以及 $(\bar{1}\bar{2}\bar{1}0)$ 平行于轧面的纤维织构。这正符合复合材料各向异性的特征, 为复合材料在轴向获得较好的力学性能提供了可能。相比之下, FFF 法制备的复合材料则没有这样

的优势, 这也更进一步证实了 MCF 法在制备长纤维增强金属基复合材料方面的优越性。因此, 在复合材料制备过程中, 有条件时要尽量选用 MCF 法制备。

4 结论

1) FFF 法制备的 $\text{SiC}_f/\text{Ti-6Al-4V}$ 复合材料的纤维间、纤维层间区域以及 Ti-6Al-4V 箔材的织构之间有着一定的关系: 纤维层间区域的织构与 Ti-6Al-4V 箔材中的织构较为相似, 对应主要织构成分的轧制平面几乎平行, 其中 Ti-6Al-4V 箔材中织构的轧制平面与基面(0001)之间的夹角较小一些, 轧制方向上两者相差不大。纤维间区域中的织构与上两者之间的差别较大, 出现了新的织构成分。

2) MCF 法制备的 $\text{SiC}_f/\text{Super } \alpha_2$ 复合材料中的织构较为明显, 为(0001)平行于轧面的纤维织构以及 $(\bar{1}\bar{2}\bar{1}0)$ 平行于轧面的纤维织构。这正符合复合材料各向异性的特征, 为复合材料在轴向获得较好的力学性能提供了可能。

参考文献 References

- [1] Zhang Heshan(张和善). *Aviation Engineering & Maintenance* (航空制造工程)[J], 1998(1): 12
- [2] Weber C H, Chen X, Connell S J *et al. Acta Metallurgica et Materialia*[J], 1994, 42(10): 3443
- [3] Smith P R, Graves J A, Rhodes C G. *Metall Trans*[J], 1994, A25: 1267
- [4] Sandhu S, Tsakiroopoulos P, Wood M J *et al. Key Engineering Materials*[J], 1997, 127-131: 671
- [5] Carre`re N, Boivin D, Valle R *et al. Scripta Mater*[J], 2001, 44: 867
- [6] Rangawamy P, Daymond M R, Bourke M A M *et al. Metallurgical and Materials Transactions*[J], 2000, A31: 889
- [7] Luo Guozhen(罗国珍). *Rare Metal Materials and Engineering* (稀有金属材料与工程)[J], 1997, 26(2): 1
- [8] Vassel A. *Materials Science and Engineering*[J], 1999, A263: 305
- [9] Guo Z X, Derby B. *Progress in Materials Science*[J], 1995, 39: 411
- [10] Guo Z X, Beeley N R F. *Advanced Engineering Materials*[J], 2001, 3(4): 223
- [11] Beeley N R F, Guo Z X. *Materials Science and Engineering* [J], 2004, A365: 341
- [12] Blucher J T, Narusawa U, Katsumata M *et al. Composites*[J], 2001, A32: 1759
- [13] Wang Haili(王海丽), Yang Yanqing(杨延清), Feng

- Guanghai(冯广海) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2012, 41(4): 635
- [14] Xue Chunling(薛春岭), Yang Yanqing(杨延清), Luo Xian(罗贤) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering* (稀有金属材料与工程)[J], 2012, 41(4): 653
- [15] Ward-Close C M, Chandrasekaran L, Robertson J G *et al.* *Materials Science and Engineering*[J], 1999, A263: 314
- [16] Dai Zhiqiang(代志强), Yang Yanqing(杨延清), Zhang Wei(张伟) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2012, 41(5): 790
- [17] Yang Yanqing(杨延清), Zhu Yan(朱艳), Chen Yan(陈彦) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2002, 31(3): 201
- [18] Peng H X, Dunne F P E, Grant P S *et al.* *Acta Materialia*[J], 2005, 53: 617
- [19] Peng H X, Dunne F P E, Baik K H *et al.* *Materials Science and Engineering*[J], 2003, A346: 246
- [20] Subramanian P R, Krishnamurthy S, Keller S T *et al.* *Materials Science and Engineering*[J], 1998, A244: 1
- [21] Yang Ping(杨平). *The Technology of Electron Back-Scattering Diffraction and Its Application*(电子背散射衍射技术及应用)[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2007: 70

Studies on Texture in Matrix of SiC_f/Ti Composite by EBSD

Huang Bin, Yang Yanqing, Chen Yanxia, Chen Yan

(State Key Laboratory of Solidification Processing, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China)

Abstract: The effects of two fabrication methods, foil-fiber-foil (FFF) and matrix coated fiber (MCF), on the texture in the matrix of SiC_f/Ti composites were investigated by electron back-scatter diffraction (EBSD). The results show that the texture is different between different zones in the matrix of SiC_f/Ti-6Al-4V composite fabricated by FFF. However, there is some fiber texture in the matrix of SiC_f/Super α₂ composite fabricated by MCF, which is in accordance with the characteristic of anisotropy for composites. This will be beneficial to obtain the high performance composite.

Key words: titanium matrix composite; texture; electron back-scatter diffraction (EBSD)

Corresponding author: Huang Bin, Ph. D., Lecturer, State Key Laboratory of Solidification Processing, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, P. R. China, Tel: 0086-29-88493450-8003, E-mail: huangbin@nwpu.edu.cn