

等温锻造对碳化硅颗粒增强铝基 复合材料断裂韧性的影响

魏少华, 聂俊辉, 刘彦强, 左 涛, 郝心想, 马自力, 樊建中

(北京有色金属研究总院 国家有色金属复合材料工程技术研究中心, 北京 100088)

摘 要: 开展了粉末冶金法制备的 20%SiC_p/2009Al 复合材料坯锭的等温锻造实验, 通过金相观察、扫描电镜(SEM)、拉伸和断裂韧性测试等方法研究了不同变形量对锻件微观组织和力学性能的影响。结果表明, 随着等温锻造变形量的增大, SiC 颗粒分布更加均匀, 锻件的强度和塑性显著提高。通过 SEM 对材料断裂韧性裂纹扩展路径观察发现, 主裂纹扩展发生在 SiC 颗粒偏聚区域的铝基体中。复合材料的断裂方式为以基体韧性断裂和增强体脆性断裂这 2 种方式为主。

关键词: SiC_p/Al 复合材料; 等温锻造; 断裂韧性; SiC 颗粒分布

中图分类号: TB333

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2017)11-3464-05

SiC_p/Al 复合材料具有高的比强度和比刚度、耐疲劳、导热性能好、热膨胀系数小、良好的尺寸稳定性等优异的综合性能^[1], 在航空航天领域作为结构材料具有广泛的应用前景。由铸造法、粉末冶金法等传统方法制备的 SiC_p/Al 复合材料坯锭断裂韧性较低, 难以满足航空航天领域结构材料的需求, 很大程度上限制了复合材料在该领域的广泛应用^[2-4]。因此, 国内外学者在如何提高复合材料断裂韧性方面做了大量工作, 并取得了一定进展, 研究工作主要集中在基体合金成分^[5,6]、增强颗粒体积分数和粒度形貌^[7,8]、基体-增强颗粒界面^[9,10]以及热处理工艺^[11-14]等方面。本研究提出通过大变形量的等温锻造来改善粉末冶金法制备的 SiC_p/Al 复合材料的微观组织, 以期达到提高材料断裂韧性的目的, 着重研究不同变形量对锻件 SiC_p 分布和复合材料力学性能的影响, 并通过对裂纹扩展路径的分析来揭示材料的断裂机理。

1 实 验

所用的材料为 20%SiC_p/2009Al 复合材料, 增强体颗粒为 α -SiC 颗粒, 平均粒度为 6 μm , 体积分数为 20%; 基体合金为 2009 Al, 粉末平均粒度为 50 μm , 其主要合金元素 Cu、Mg 名义含量分别为 4.0%、1.0%。

选用的复合材料采用粉末冶金方法制备。首先把 SiC_p 和 2009 Al 粉末按照体积比 1:4 进行机械混合, 球料比 1:1, 混料时间 20 h; 然后把混合完毕的复合粉末

装入热压模具内, 在 10^{-3} Pa 和 620 $^{\circ}\text{C}$ 下真空热压成型为 $\Phi 68$ mm \times 80 mm 的坯锭。根据已有的研究基础, 本实验复合材料坯锭等温锻造温度选择 480 $^{\circ}\text{C}$, 锻件两端面加石墨润滑, 锻造速率为 2 mm/s, 并且严格控制每道次的压下量, 具体等温锻造工艺参数如表 1 所示。对于需多道次锻造的坯锭, 在每道次锻造后要经过退火处理, 以便于消除残余应力, 退火工艺为在 480 $^{\circ}\text{C}$ 下保温 1 h。

锻件变形量 ε 计算公式如下:

$$\text{单向镦粗: } \varepsilon = \frac{h_0 - h}{h_0} \times 100\% \quad (1)$$

式中: h_0 为锻件变形前原始高度; h 为锻件变形后高度。

复合材料的拉伸试样按照标准 GB/T 228.1-2010 制成 $\Phi 5$ mm 的标准拉伸试样, 断裂韧性试样按照标准 GB/T 4161-2007 制备, 2 种试样的取样方向都为弦(与锻造方向垂直), 如图 1 所示, 材料的热处理工艺为: 500 $^{\circ}\text{C}$ 固溶 1 h/淬水/T4。

复合材料的断裂韧性用三点弯曲法测试, 依据国标 GB/T 4161-2007 制成长 55 mm、宽 5 mm、高 10 mm 的长方体试样。采用线切割技术, 用 0.08 mm 的钼丝直接切出长度符合裂纹长度标准的人工切口, 作为有效裂纹源。

常温拉伸力学性能和断裂韧性的测试在 AMSLER-100-20 万能材料试验机上进行, 同组测试 3 个试样, 其结果取平均值。测试拉伸时, 拉伸速率为 0.5 mm/min。

收稿日期: 2016-11-15

基金项目: 国家重点基础研究发展计划(“973”计划)(2012CB619606); 国家高技术研究发展计划(“863”计划)(2013AA031201)

作者简介: 魏少华, 男, 1983 年生, 博士生, 北京有色金属研究总院, 北京 100088, 电话: 010-60689792, E-mail: weishaohua666@163.com

表 1 复合材料等温锻造工艺参数
Table 1 Isothermal forging processing parameters of composites

| Serial number | Billet size/mm | Forging height, h /mm | | | | Total deformation/% |
|---------------|---------------------|-------------------------|----------------|---------------|----------------|---------------------|
| | | First forging | Second forging | Third forging | Fourth forging | |
| 0# | $\Phi 68 \times 80$ | 80 | | | | 0 |
| 1# | $\Phi 68 \times 80$ | 60 | | | | 25 |
| 2# | $\Phi 68 \times 80$ | 60 | 40 | | | 50 |
| 3# | $\Phi 68 \times 80$ | 60 | 40 | 20 | | 75 |
| 4# | $\Phi 68 \times 80$ | 60 | 40 | 20 | 10 | 87.5 |

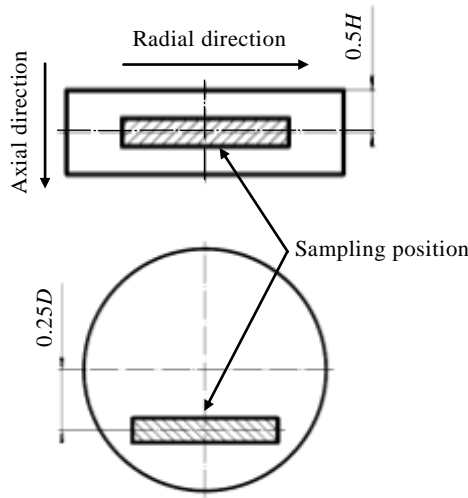


图 1 复合材料锻件拉伸和断裂韧性试样取样位置示意图
Fig.1 Schematic diagram of tensile and fracture toughness samples of as-forged composites

断裂韧性的测试和计算依据国标 GB/T 4161-2007 进行，试样跨距 40 mm，横梁压下速度 0.5 mm/min。

在 ZEISS-Axiovert 200 MAT 光学显微镜下观察复合材料的金相显微组织。采用日立 S-4800 场发射扫描电镜对复合材料的拉伸和断裂韧性试样断口进行观察。

2 结果与讨论

2.1 微观组织

图 2 给出了 0#~4#复合材料沿锻造轴向上中心部位的金相显微组织，图中白色区域为铝基体，灰色区域为 SiC 颗粒。从图中可以看出，粉末冶金法制备的复合材料组织致密，无孔洞、疏松等缺陷。在未变形的复合材料热压锭 0#(如图 2a)中，铝基体呈现近球形，保持了铝粉末原始球形形貌，而 SiC 颗粒团聚于铝粉末之间的间隙分布很不均匀。这种颗粒分布不均匀现象是由于现有制备工艺所选原材料 SiC 颗粒与铝粉末尺寸差距较大所导致的。经等温锻造后，铝基体已经发生了一定程度的变形，在锻压方向上被压扁，呈条带状分布，并且随着变形量逐渐增加，铝基体变形量增大，尺寸较小的 SiC 颗粒逐渐进入变形后的铝基体中且分布越来越均匀，使得锻件整体组织变得均匀。这种 SiC 颗粒的均匀分布有利于提高锻件的力学性能。

对于颗粒增强金属基复合材料而言，由于增强体颗粒不能进行塑性变形，所以其高温塑性变形是通过基体的塑性变形来实现的。等温锻造变形时，SiC 颗粒对基体的变形有明显的阻碍作用，在剪切应力作用下大长径比的 SiC 颗粒会随着铝基体的流动发生一

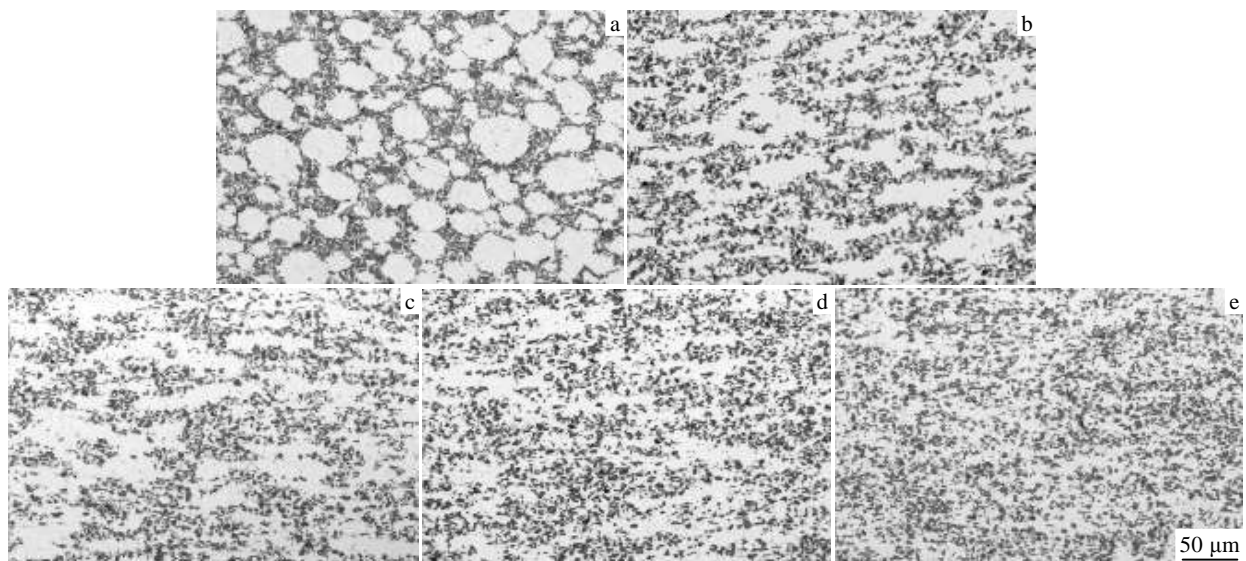


图 2 复合材料沿锻造轴向上中心部位的金相显微组织

Fig.2 Microstructures in the center of composites on the longitudinal direction: (a) 0#, (b) 1#, (c) 2#, (d) 3#, and (e) 4#

定的转动，分布也将发生变化，如图 3 所示，SiC 颗粒呈锻造流线分布，即 SiC 颗粒长轴方向平行于铝基体流动方向，而且 SiC 颗粒分布更加均匀。另外，由于所选 SiC 颗粒粒度较小，等温锻造变形过程中并未引起 SiC 颗粒破碎，颗粒形状也没有明显变化。

2.2 拉伸性能

图 4 给出了经不同变形量锻造后复合材料锻件的拉伸性能。从图中可以看出，随着变形量的增大，锻件的抗拉强度 (R_m) 和延伸率 (A) 都有较大幅度的提高，抗拉强度可增加到 500 MPa，提高了约 60 MPa，延伸率从 3% 增加到 7%，而屈服强度 ($R_{p0.2}$) 变化程度较小，仅有数兆帕的提升。

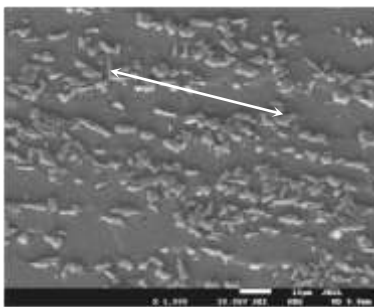


图 3 3#锻件 SEM 显微组织

Fig.3 SEM micrograph of 3# composites

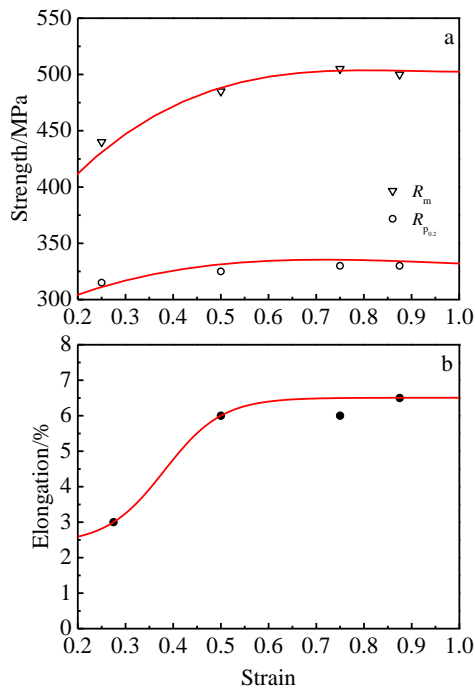


图 4 复合材料锻件的拉伸性能

Fig.4 Tensile properties of as-forged composites: (a) tensile strength R_m and yield strength $R_{p0.2}$ and (b) elongation

2.3 断裂韧性

表 2 给出了复合材料锻件的断裂韧性试验结果。由表 2 可知，随着变形量的增大，锻件的断裂韧性值逐步提高，从 18.2 增加到 25.0 $MPa \cdot m^{1/2}$ ，这与抗拉强度的变化趋势一致，而且同组 3 个试样断裂韧性值的标准偏差逐步降低。由此可见，大变形量的等温锻造不仅可以提高锻件的断裂韧性，而且能够改善锻件整体组织均匀性。

结合锻件拉伸性能、断裂韧性、微观组织与变形量之间的变化趋势可知，随着变形量的增加，SiC 颗粒的团聚现象逐步得到改善，锻件的强度和塑性同时得到提高，达到一定程度后 SiC 颗粒分布接近均匀弥散分布状态，且锻件的强度和塑性均达到一个稳定状态，受变形量的影响很小。所以大变形量的等温锻造可以明显改善 SiC 颗粒分布均匀性，显著提高材料的强度和塑性。

2.4 裂纹扩展路径

复合材料锻件的断裂韧性裂纹扩展路径如图 5 所示。从图中可以看出，不同变形量锻件断裂韧性裂纹扩展路径基本一致，与 SiC 颗粒分布均匀性存在密切联系。断裂韧性的裂纹主要是在 SiC 颗粒偏聚区域的铝基体中扩展，而大尺寸、无 SiC 颗粒的铝基体中无主裂纹穿过 (如图 5a 和 5b 所示)。

在断裂韧性主裂纹附近的微观组织中发现 3 种特征微观组织 (如图 6 所示): (1) SiC 颗粒尖角处的铝基体中存在大量的微孔; (2) 一些大长径比的 SiC 颗粒发生断裂 (如图 6 圆圈处); (3) 极少数 SiC 颗粒-基体界面开裂 (如图 6a 箭头所指处)。由此可以推断: 在裂纹扩展方向上, SiC 颗粒尖角处的铝基体开裂和 SiC 颗粒自身断裂形成许多短裂纹, 成为复合材料断裂的主要裂纹源, 短裂纹不断长大并通过铝基体塑性变形连接形成长裂纹, 最终导致复合材料断裂。

通常, 增强体尺寸越大其本身所含缺陷的几率更大, 越容易发生断裂。相对于近球形 SiC 颗粒而言, 在受载时梭形 SiC 颗粒中的等效应力分布很不均匀^[15,16], 颗粒尖角处的应力集中很大, 即使颗粒自身无缺陷且 SiC-Al 界面结合良好, 颗粒尖角在外加应变水平较低

表 2 复合材料锻件断裂韧性试验结果

Table 2 Fracture toughness K_{3C} test results of composites ($MPa \cdot m^{1/2}$)

| Serial number | Sample 1 | Sample 2 | Sample 3 | Average | Valid or not | Standard deviation |
|---------------|----------|----------|----------|---------|--------------|--------------------|
| 1# | 18.2 | 20.0 | 19.6 | 19.3 | Valid | 0.95 |
| 2# | 22.4 | 23.5 | 22.5 | 22.8 | Valid | 0.61 |
| 3# | 24.5 | 23.5 | 23.7 | 23.9 | Valid | 0.53 |
| 4# | 24.5 | 24.3 | 25.0 | 24.6 | Valid | 0.36 |

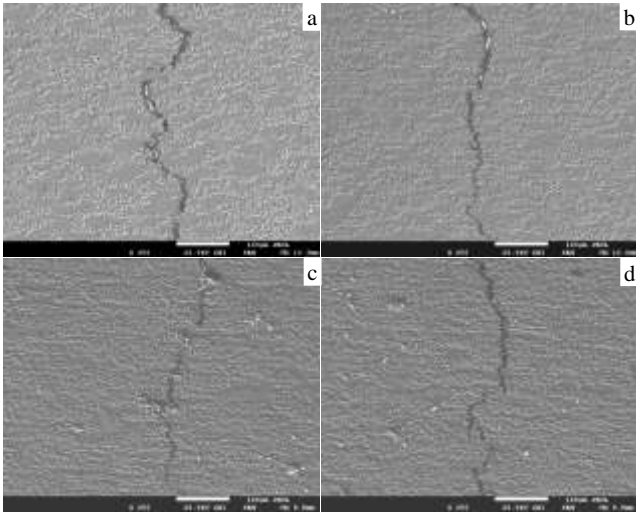


图 5 复合材料断裂韧性裂纹扩展路径 SEM 照片

Fig.5 SEM images of fracture toughness crack propagation paths in the composites: (a) 1#, (b) 2#, (c) 3#, and (d) 4#

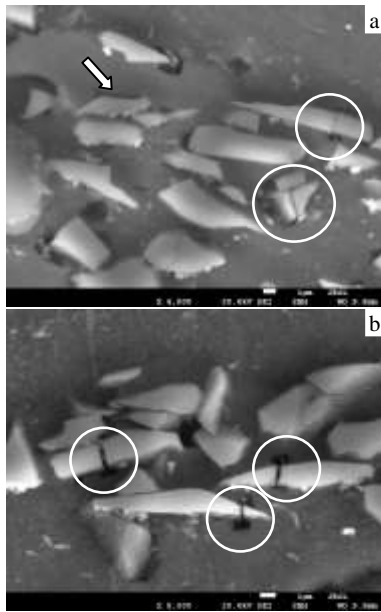


图 6 复合材料断裂韧性 SEM 照片

Fig.6 SEM images of fracture toughness in the composites: (a) SiC/Al interfacial debonding and (b) SiC fracture

时也会出现断裂。以上 2 种情况的增强体都会降低复合材料的塑性和韧性。本试验使用 SiC 颗粒为机械破碎方法生产的，SiC 颗粒形状不规则，且带有明显的尖角，在裂纹扩展路径中开裂的 SiC 颗粒主要特征为大尺寸、大长径比，如图 6 所示。因此，若采用一些手段(如气流磨等)将 SiC 粉末尖角钝化处理，可以进一步提高材料的塑性和韧性。

2.5 断裂机理分析

对于变形量较小的 1#锻件，由于 SiC 颗粒团聚区域多，应力集中区域分布均匀、广泛，在早期低应力水平下团聚 SiC 颗粒尖角处的铝基体中首先出现微孔，微孔不断长大并通过铝基体塑性变形进行桥接，导致大部分的铝基体没有发生充分塑性变形而被直接撕裂(如图 7a 所示，1#锻件基体韧窝较浅、数量少)，材料的断裂韧性值较低。而当 SiC 颗粒分布均匀时，SiC 颗粒尖角处的应力集中较小，在较高应力水平下微孔发生形核并长大，大部分的铝基体塑性变形更为充分(如图 7b 所示，4#锻件基体韧窝较深、数量多)，所以材料的断裂韧性值较高。

通过以上分析，可以推断复合材料断裂过程为：在裂纹萌生阶段，铝基体通过 SiC-Al 界面将应力传递给 SiC 颗粒，当 SiC 颗粒自身存在缺陷时，应力达到一定程度后，SiC 颗粒自身首先萌生微裂纹并断裂，随后导致附近铝基体开裂；当 SiC 颗粒自身无缺陷且 SiC-Al 界面结合良好时，SiC 颗粒团聚区域应力集中较大，在该区域 SiC 颗粒尖角处的铝基体中首先发生孔洞的形核和长大。在裂纹扩展阶段，主要通过铝基体的塑性变形来桥接裂纹。SiC 颗粒团聚严重时，在较低加载应力下即可出现大量微孔，铝基体通过有限地塑性变形将微孔桥接起来形成主裂纹，因此材料的断裂韧性较低；而当 SiC 颗粒分布均匀时，在较高加载应力下才能形成微孔，微孔数量少、分布随机，铝基体必须通过较为充分地塑性变形才能将微孔桥接起来，材料的断裂韧性较高。

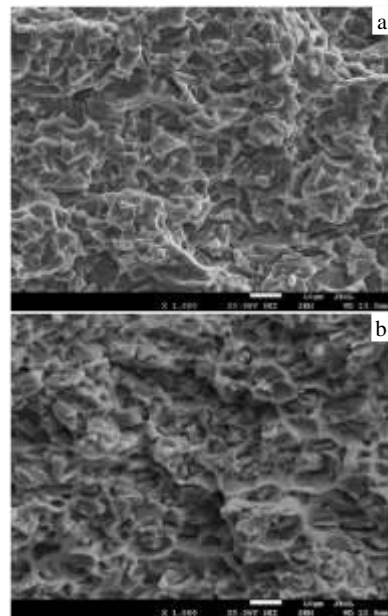


图 7 复合材料断裂韧性断口 SEM 照片

Fig.7 SEM images of fracture toughness in the composites: (a) 1# and (b) 4#

3 结 论

1) 20%SiC_p/2009Al 复合材料坯锭经过等温锻造后, 在锻造轴向上铝基体发生明显变形, SiC 颗粒均匀分布在铝基体中, 呈流线分布, 锻件的强度和塑性都有明显的提高, 锻件的性能为(弦向取样): $R_m=500$ MPa、 $R_{p0.2}=330$ MPa、 $A=7\%$ 、 $K_{1C}=25.0$ MPa $m^{1/2}$ 。

2) 复合材料锻件断裂韧性裂纹扩展路径与 SiC 颗粒分布均匀性存在密切联系, 其主要发生在 SiC 颗粒偏聚区域的铝基体中, 而无 SiC 颗粒的大尺寸铝基体中无主裂纹穿过。

3) 复合材料的主裂纹源为 SiC 颗粒尖角处的铝基体开裂和 SiC 颗粒自身断裂, 铝基体通过塑性变形将短裂纹连接形成长裂纹。材料的断裂方式以增强体 SiC 颗粒脆性断裂和铝基体韧性断裂 2 种方式为主。

参考文献 References

- [1] Geiger A L, Walke R J A. *Journal of the Minerals Metals and Materials Society*[J], 1991, 43(8): 8
- [2] Mckimpson M G, Pohlenz E L. *Journal of the Minerals Metals and Materials Society*[J], 1993, 45(1): 26
- [3] Maruyama B, Hunt W H. *Journal of Metals*[J], 1999, 51(11): 59
- [4] Fan Jianzhong(樊建中), Shi Likai(石力开). *Aerospace Materials & Technology*(宇航材料工艺)[J], 2012, 42(1): 1
- [5] Chen Zhenhua(陈振华), He Yiqiang(贺毅强), Chen Zhigang(陈志钢) et al. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J], 2007, 17(6): 858
- [6] Xu Jincheng(徐金城), Deng Xiaoyan(邓小燕), Zhang Chengliang(张成良) et al. *Heat Treatment of Metals*(金属热处理)[J], 2009, 34(1): 36
- [7] Wang Z. *Materials Science and Engineering A*[J], 2011, 528(3): 1131
- [8] Thimmarayan R, Thanigaiyarasu G. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*[J], 2010, 48(5): 625
- [9] Wang Chuanting(王传廷), Ma Liqun(马立群), Yin Mingyong(尹明勇) et al. *Special Casting & Nonferrous Alloys*(特种铸造及有色金属)[J], 2010, 30(11): 1062
- [10] Fan J Z, Zhang K, Shi L K et al. *Journal of Materials Science & Technology*[J], 1999, 15(2): 147
- [11] Fan Jianzhong(樊建中), Xiao Bolv(肖伯律), Zuo Tao(左涛) et al. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J], 2006, 16(2): 228
- [12] Thomas M P, King J E. *Composites Science and Technology* [J], 1996, 56(10): 1141
- [13] Jin P, Xiao B L, Wang Q Z et al. *Materials Science and Engineering*[J], 2011, A528: 1504
- [14] Zhang Chenchen(张晨晨), Yuan Wuhua(袁武华). *Materials Review*(材料导报)[J], 2013, 27(7): 31
- [15] Whitehouse A F, Clyne T W. *Composites*[J], 1993, 24: 256
- [16] Qin Shusai(秦蜀颯), Wang Wenlong(王文龙), Zhang Guoding(张国定). *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 1998, 34(11): 1193

Effect of Isothermal Forging on Fracture Toughness of SiC Particle Reinforced Aluminum Matrix Composite

Wei Shaohua, Nie Junhui, Liu Yanqiang, Zuo Tao, Hao Xinxiang, Ma Zili, Fan Jianzhong

(National Engineering & Technology Research Center for Non-ferrous Metals Composites,
General Research Institute for Non-ferrous Metals, Beijing 100088, China)

Abstract: 20%SiC_p/2009Al composites fabricated by powder metallurgy (PM) method were processed by isothermal forging, and the effects of different deformation on microstructure and mechanical properties were studied by optical microscopy, scanning electronic microscopy (SEM), tensile and fracture toughness testing. The results show that with the total strain increasing, distribution of SiC particles becomes uniform, the intensity and plasticity are significantly improved. The crack propagation paths of fracture toughness were observed by SEM. The main crack occurs in the aluminum matrix where SiC particles are agglomerated. The fracture mode of the composites combines toughness fracture of the matrix and particle brittle fracture.

Key words: SiC_p/Al composites; isothermal forging; fracture toughness; distribution of SiC particles

Corresponding author: Wei Shaohua, Candidate for Ph. D., National Engineering & Technology Research Center for Non-ferrous Metals Composites, General Research Institute for Non-ferrous Metals, Beijing 100088, P. R. China, Tel: 0086-10-60689792, E-mail: weishaohua666@163.com