搅拌摩擦加工制备 GNPs/Al 复合材料的微观结构与力学性能

缪 宇，夏 春，黄春平，柯黎明，傅 强

(南昌航空大学 轻合金加工科学与技术国防重点学科实验室，江西 南昌 330063)

摘 要：以纯铝为基体，利用搅拌摩擦加工(FSP)制备 GNPs/Al 复合材料，研究了复合材料基体组织、增强相与界面的微观结构与力学性能，探讨了其增强机理。结果表明，添加 GNPs 并经 FSP 后复合材料基体晶粒得到明显细化且晶界由小角度为主转变为大角度为主；FSP 制备过程致使 GNPs 片层一定程度剥离的同时，较大片径的 GNPs 被破碎而形成众多边缘缺陷，使其易发生 Al-C 原子扩散，结果在 GNPs 边缘与基体形成界面过渡；GNPs 加入量约 1.8vol%时，复合材料的屈服强度和抗拉强度达到 73 和 147 MPa，较同等条件 FSP 的基体分别提高了 92.1%和 79.3%，理论计算界面载荷传递、Orowan 和细晶强化依次是复合材料的主要增强机制；随着 GNPs 加入量的增加，复合材料屈服强度实验值与理论值的增长趋势一致，且偏差也略有提高，但可能因 GNPs 在复合材料中的杂乱排布，界面载荷传递强化不能充分发挥，实际的复合材料屈服强度与理论值尚有差距。

关键词：GNPs/Al 复合材料；搅拌摩擦加工；微观结构；力学性能；增强机理

中图法分类号：TB333 **文献标识码**：A **文章编号**：1002-185X(2020)12-4329-07

石墨烯是由 sp^2 碳原子以蜂巢晶格构成的二维晶体物质，具有极高的强度与刚度、优异的传热导电性等优点。将石墨烯作为增强相与铝复合有可能大幅提高基体力学性能的同时使材料的热、电等物理性能有所突破[1,2]，在航空航天、电子信息和光学仪器等领域有广阔的应用前景，因此已成为当前研究的热点之一。由于获得单层或寡层石墨烯较为困难，目前多以石墨烯纳米片(graphene nanoplates, GNPs)为原料，通过粉末冶金、原位合成、熔体搅拌和压力浸渗等方法得到 GNPs/Al 复合材料[3-6]。近年来，在搅拌摩擦焊技术的基础上发展起来的搅拌摩擦加工法(friction stir process，FSP)，作为一种固相加工制备技术，具有高温停留时间短、组织晶粒细小、过程易控以及绿色环保等优点[7-9]而引起众多研究者的关注。如 Khodabakhshi 等[10]通过 FSP 以 AA5052 为基体制备复合材料，GNPs 加入约 3vol%时，复合材料的硬度、屈服强度和抗拉强度较基体分别提高了 52.7%、118.7%和 35.7%。根据晶粒尺寸与微观织构等的分析，他们认为复合材料力学性能提高主要是添加 GNPs 附带的冶金强化所致。Zhang 等[11]首先混合 GNPs (1%，质量分数)和 2009 铝合金粉末、获得烧结胚料并经锻造制得板材再进行 FSP，复合材料屈服强度和抗拉强度可达 398 和 514 MPa，比基体分别提高了 30.5%和 23.3%。根据载荷传递计算，他们认为复合材料力学性能的提高主要归因于分散于基体中 GNPs 的较大比表面积。Kumar 等[12]在挤压铸造过程中将 GNPs 浸渗到 A356 铝合金表面后进行 FSP 制备复合材料，屈服强度和抗拉强度分别比挤压铸造 A356 铝合金提高了 58.3%和 50%。

目前的研究表明，FSP 能实现 GNPs 的有效分散，其过程的大塑性形变也会使 GNPs 与基体有更好的物理接触，这都有利于复合材料获得较好的增强效果。然而，由于研究者所使用的合金体系、研究手段等的不同，对 FSP 制备 GNPs/Al 复合材料的微观结构以及增强机理等方面尚缺乏充分的了解。为此，本工作以纯铝为基体，全面研究添加 GNPs 对 FSP 制备 GNPs/Al 复合材料的基体组织、增强相结构以及界面等微观结构的影响，在此基础上主要探究不同强化方式在复合材料中所起的作用，分析复合材料的增强机理。

1 实 验

收稿日期：2019-12-26

基金项目：国家自然科学基金（51465044）；轻合金加工科学与技术国防重点学科实验室开放基金（GF201601003）；南昌航空大学研究生创新基金 (YC2018016)

作者简介：缪 宇，男，1994 年生，硕士，南昌航空大学轻合金加工科学与技术国防重点学科实验室，江西 南昌 330063，电话：0791-83863028，E-mail: 931496582@ qq.com

实验用纯铝粉由长沙天久金属材料有限公司提供，粒度≤48 μm，铝板为退火态工业纯铝 1060 板材，尺寸 180 mm×60 mm×5 mm。GNPs 购自南京吉仓纳米科技有限公司，片径 20~100 μm，厚度 4~7 nm，纯度 99.7%，密度取 2.24 g/cm^3，其 SEM 形貌如图 1 所示，有大小不同的片径且具有典型的皱褶结构特征。

FSP 制备 GNPs/Al 复合材料分为两步：（1）在去离子水中分散 GNPs 与铝粉，并利用聚乙烯吡咯烷酮和聚乙烯醇分别改善 GNPs 和铝粉的水溶性[13]，经真空过滤、干燥、去除有机物后得到 GNPs/Al 混合粉末；（2）在铝板表面加工宽 10 mm、深 2.5 mm 的凹槽，将混合粉末添至凹槽中并压实，通过控制混合粉末中 GNPs 含量控制复合材料的 GNPs 添加量。将 2 块添加混合粉末的铝板以开沟槽的平面法向对接层叠并用夹具固定，搅拌头于铝板背面加工，避免在制备过程中损失粉末，选择在自制的由 X53K 型立式铣床改装而成的搅拌摩擦加工设备上进行实验。图 2 所示为搅拌摩擦加工试验所使用的搅拌针尺寸示意图，搅拌针材质为定向凝固高温合金（DZ125）；轴肩形貌为内凹型，凹槽深度 0.5 mm。试验时搅拌头倾角 2°，旋转速度 950 r/min，行进速度 30 mm/min，往复加工 4 道次，轴肩下压量约 0.75 mm。

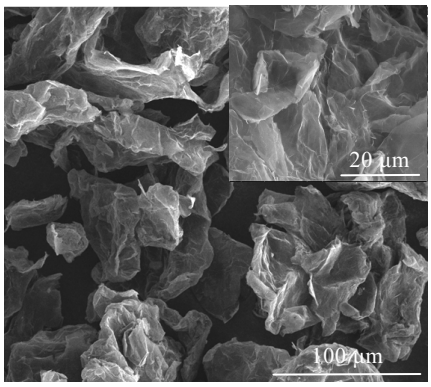

图 1　GNPs 原料的 SEM 形貌

Fig.1　SEM morphology of GNPs raw material

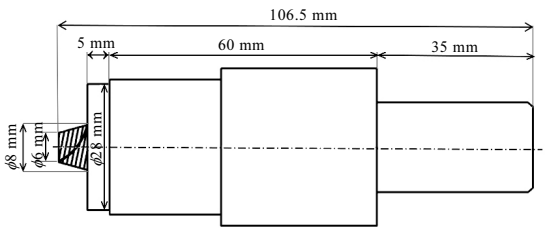

图 2　搅拌针尺寸示意图

Fig.2　Dimension diagram of mixing tool

沿横截面分别从母材(base metal, BM)和搅拌区(stir zone, SZ)中取样，利用 EBSD 分析基体组织演变。利用 LabRAM HR 型显微激光拉曼光谱仪表征石墨烯结构；Talos F200X 型场发射透射电子显微镜观察复合材料的界面微观结构；用 HVS-1000 型显微硬度仪沿横截面中心每隔 0.5 mm 测试复合材料显微硬度，实验加载载荷 50 N、加载时间 15 s；用线切割在搅拌区中沿 FSP 方向得到小直径为 Φ4 mm 的哑铃形拉伸试样，在 WDW-100 型电子拉伸机上进行室温拉伸试验，拉伸速率 2 mm/min。

2　结果与分析

2.1　FSP 制备的 GNPs/Al 复合材料横截面宏观形貌

图 3 所示为 4 道次 FSP 制备的 4 种不同 GNPs 含量的 GNPs/Al 复合材料横截面宏观形貌。由图 3 可见，FSP 后截面成形良好，均能获得致密、无明显宏观缺陷的复合材料，石墨烯和基体金属混合后在搅拌摩擦中心区(center of friction stir zone，A 区)宏观上呈现出比较均匀的颜色变化，表明较少的石墨烯添加量下对试验时搅拌摩擦区塑化金属的整体流动性影响不大。

2.2　基体的组织演变

图 4 和图 5 所示分别为 Al 基体和 FSP 制备 1.8vol%GNPs/Al 复合材料的 EBSD 分析结果，其中图 4a 和图 5a 为 EBSD 图，图 4b 和图 5b 为晶粒尺寸分布，图 4c 和图 5c 为晶界及取向差分布。由图 4 和图 5 可

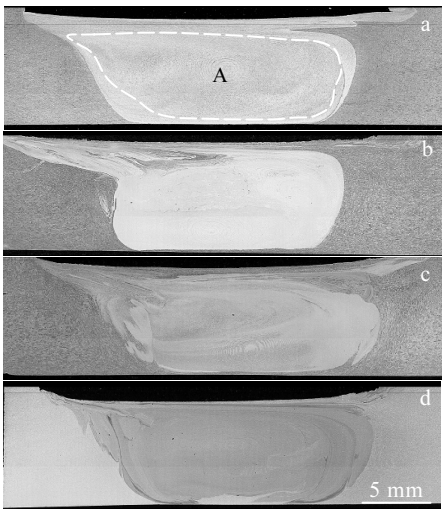

图 3　GNPs/Al 复合材料横截面的宏观形貌

Fig.3　Cross-section macroscopic morphologies of FSPed GNPs/Al composites: (a) 0vol% GNPs, (b) 1.2vol% GNPs, (c) 1.8vol% GNPs, and (d) 2.4vol% GNPs

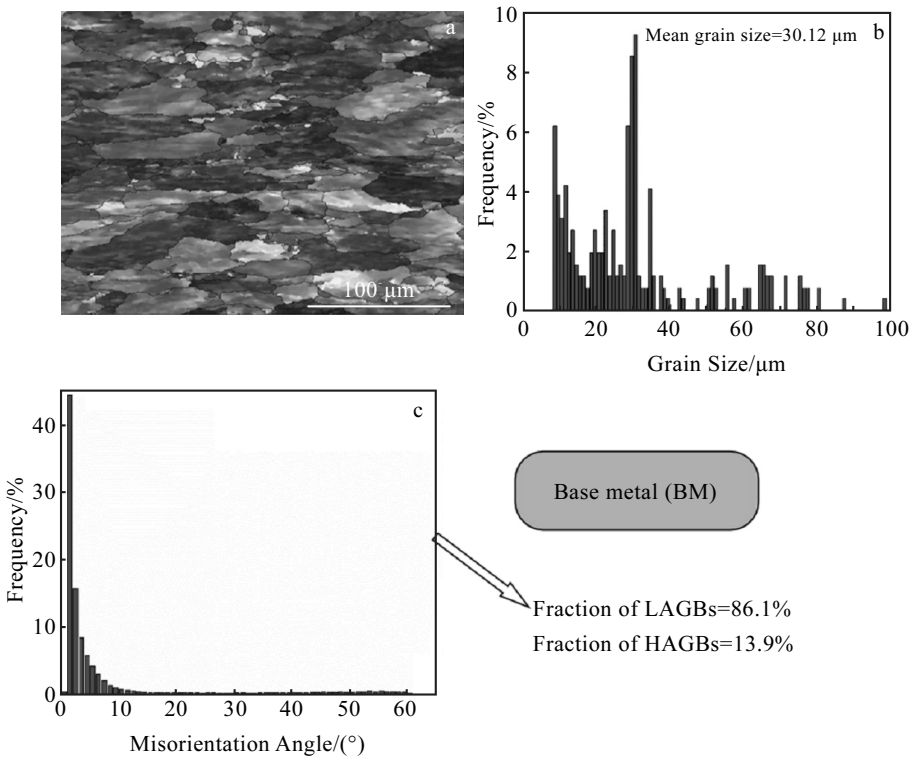

图 4　Al 基体的 EBSD 结果

Fig.4　EBSD results of Al matrix: (a) EBSD map, (b) grain size distribution, and (c) misorientation angle distribution

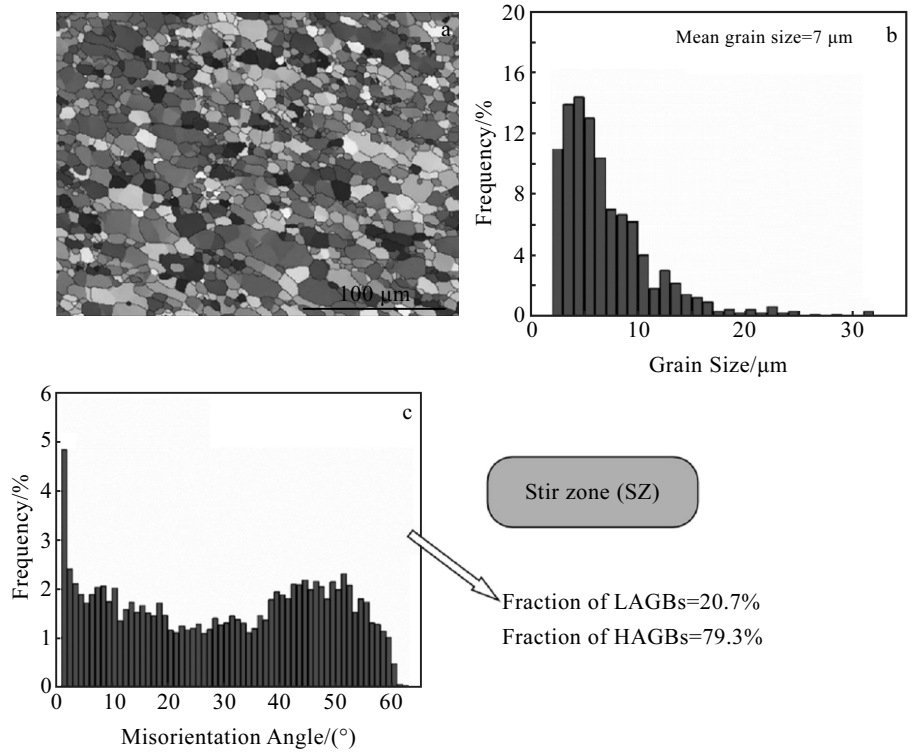

图 5　GNPs/Al 复合材料的 EBSD 结果

Fig.5　EBSD results of GNPs/Al composites: (a) EBSD map, (b) grain size distribution, and (c) misorientation angle distribution

发现，原始 Al 基体的组织为粗大的板条状，平均晶粒尺寸为 30.12 μm（图 4b），添加 1.8vol% GNPs 并经 FSP 后，晶粒得到明显细化，呈现典型的等轴再结晶形态，平均晶粒尺寸为 7 μm（图 5b）。定义取向差≤10°为小角度晶界(low angle grain boundaries, LAGBs)，取向差＞10°为大角度晶界(high angle grain boundaries, HAGBs)。原始 Al 基体小角度晶界占比 86.1%，大角度晶界只占 13.9%（图 4c），而复合材料大角度晶界可占 79.3%（图 5c），表明添加石墨烯并经 FSP 后基体由小角度晶界为主向大角度晶界为主转变。

复合材料晶粒的细化以及形成更多的大角度晶界有两方面的原因：其一，FSP 过程的热力作用驱使 Al 基体剧烈塑性变形，发生动态再结晶并产生高密度位错，在位错滑移、增殖时缠结成位错胞。随 FSP 道次叠加变形量增加，位错胞最终演变成晶界，取向差较小的小角度晶界上的位错滑移到其他亚晶界，从而被亚晶粒晶界合并形成新的晶界，通过不断的晶界合并、吸纳及塞积形成大角度晶界为主的再结晶晶粒晶界，最终将原始 Al 基体分割为细小的再结晶晶粒[14,15]；其二，GNPs 作为一种超细的分散相微粒，在再结晶过程中弥散分布的分散相微粒通过 Zener-Holloman 锚扎机制而阻碍晶界的迁移，从而使再结晶过程形成的大角度晶界难于再次转变为小角度晶界，也进一步阻碍晶粒的长大。Khodabakhshi 等[10]研究表明，添加 GNPs 对 Al 基体晶粒细化的作用要远大于 FSP 过程的作用。

2.3　增强相的结构演变

图 6 所示为 GNPs 原料、1.8vol%GNPs/Al 混合粉末以及 1.8vol%GNPs/Al 复合材料的拉曼光谱。石墨烯的拉曼光谱由若干峰组成，较明显的有 1350、1580 和 2700 cm^{-1} 附近的特征峰，分别对应 D 峰、G 峰和 2D 峰。其中，D 峰通常被认为是石墨烯的无序振动峰，主要用于表征石墨烯的结构缺陷或边缘；G 峰为石墨烯的主要特征峰，是由 sp^2 碳原子的面内振动引起的；2D 峰是双声子共振二阶拉曼峰，用于表征石墨烯中碳原子的层间堆垛方式，2D 峰与 G 峰衍射强度比值(I_{2D}/I_G)通常被用来估计石墨烯的片层厚度，比值越高表明石墨烯层数越少、厚度越小[16]。从图 6 中可看到，GNPs 原料和混合粉末的拉曼光谱 D 峰不明显，表明原料及其在与铝粉混合后 GNPs 结构缺陷密度均较低，有较完美的晶格结构；而复合材料的拉曼光谱出现明显的 D 峰，说明 FSP 制备过程中 GNPs 产生明显的破坏或因片径的减少而形成更多的边缘。根据 I_{2D}/I_G，可以发现复合材料中 GNPs 的片层最薄，表明 FSP 过程发生 GNPs 的剥离，也说明石墨烯能较均匀地分散于 Al 基体中。

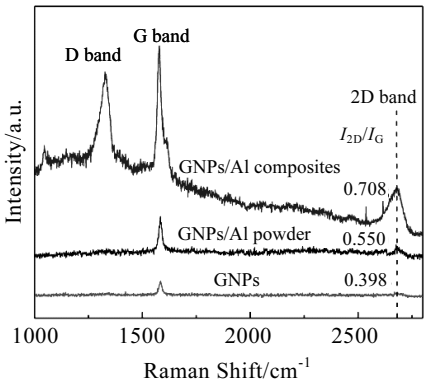

图 6　GNPs、GNPs/Al 混合粉末及复合材料的拉曼光谱

Fig.6　Raman spectra of GNPs, 1.8vol%GNPs/Al powder and composites

图 7 所示为复合材料中典型的石墨烯结构。由图 7 可清晰地观察到数个片层的石墨烯堆垛在一起，其横向片径尺寸在 250~350 nm 之间，较石墨烯原料其片径大为减小，与复合材料的拉曼光谱（图 6）相对应，进一步说明复合材料 FSP 制备过程的摩擦、搅拌等作用下较大片径的石墨烯被打断，结果产生更多石墨烯边缘并形成边缘缺陷，因此拉曼光谱显示明显的无序振动峰（D 峰）。

2.4　复合材料的界面微观结构

石墨烯是一种二维结构碳质材料，与基体存在石墨烯平面-基体、石墨烯边缘-基体两种界面[17]。图 8 所示为复合材料的微观界面形态。从图 8 中可以看到 FSP 制备 GNPs/Al 复合材料的界面结合良好，无细小的孔洞、裂纹等出现；石墨烯平面-Al 为明显的机械结合界面（图 8a），而石墨烯边缘-Al 存在界面过渡（图 8b、8c）。Pérez-Bustamante 等[18]利用机械合金化制备

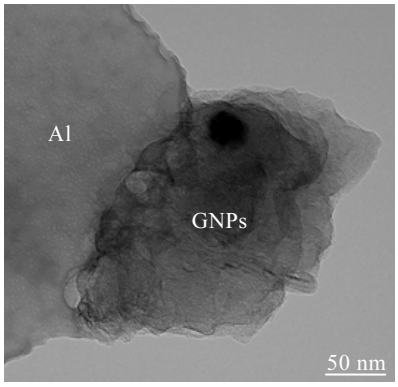

图 7　GNPs/Al 复合材料的石墨烯结构

Fig.7　Graphene structure of GNPs/Al composites

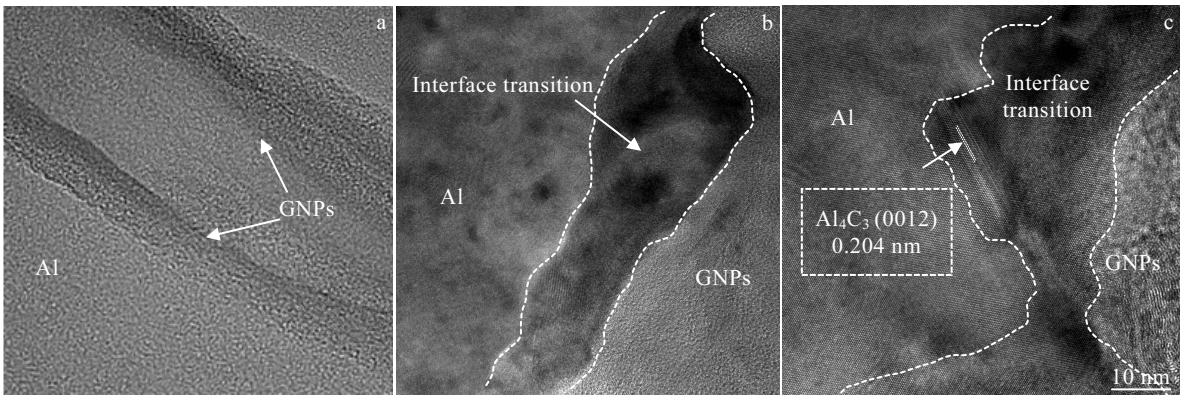

图 8　GNPs/Al 复合材料中界面的微观结构

Fig.8　Interface microstructures of GNPs/Al composites: (a) graphene plane-Al and (b, c) graphene edge-Al

GNPs/Al 复合材料也发现这种界面过渡，认为是由 C-Al 原子的相互扩散而引起的，有利于提高复合材料界面载荷传递效率。在石墨烯边缘-Al 界面偶尔还能观察到针状 Al_4C_3（如图 8c），表明发生了轻微的 Al-C 反应。FSP 利用搅拌头所造成材料的剧烈塑性变形，使石墨烯与 Al 更好的物理接触，有助于提高两者键合条件，摩擦热使金属颗粒温度升高以及机械化学的作用有利于获得原子间相互扩散所需的激活能，而 FSP 过程由于石墨烯的破坏，造成大量的石墨烯边缘 C-C 键合的断裂，形成活泼的 C 原子。因此，在石墨烯边缘容易发生 C-Al 原子扩散，形成界面过渡并一定程度发生界面反应形成反应产物 Al_4C_3。

2.5　复合材料的力学性能与增强机制

图 9 所示为 FSP 制备不同含量的 GNPs/Al 复合材料的拉伸性能。从图 9 可以看出，随着 GNPs 含量的增加，复合材料的抗拉强度先增后减，而屈服强度持续提高，且当 GNPs 含量为 1.8vol%时，复合材料的平均屈服强度达到 73 MPa、抗拉强度 147 MPa，较同等条件 FSP 的基体即 0vol%GNPs/Al（下文计算记作 Al-FSPed）分别提高了约 92.1%和 79.3%。

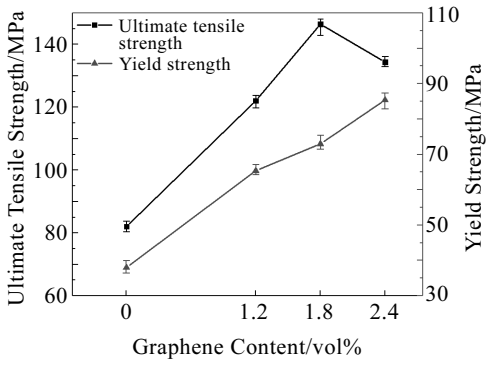

图 9　GNPs/Al 复合材料的拉伸性能

Fig.9　Tensile properties of GNPs/Al composites

通常，金属基复合材料的增强方式有以下 4 种：（1）细晶强化；（2）位错强化；（3）Orowan 强化：（4）界面载荷传递强化。首先，以制备的强韧性匹配度最好的 1.8vol%GNPs/Al 为例，在此含量下各强化方式对复合材料屈服强度的贡献可作如下估算：

根据 Hall-Petch 公式可计算晶粒细化时复合材料的屈服强度 $\sigma_{\text{H-P}}$，如下式：

$$\sigma_{\text{H-P}}=\sigma_0+\frac{k_y}{\sqrt{d}} \tag{1}$$

式中：σ_0 表示位错在材料内部运动的阻力值(MPa)，k_y 为 Hall-Petch 斜率，对纯铝基体分别取 18 MPa[19]和 68 MPa·μm$^{1/2}$ [20]；d 为复合材料的平均晶粒尺寸(μm)。

因添加石墨烯导致细晶强化对复合材料屈服强度的贡献值 $\Delta\sigma_{\text{H-P}}$ 则可表达为：

$$\Delta\sigma_{\text{H-P}}=\sigma_{\text{H-P}}-\sigma_{\text{Al-FSPed}} \tag{2}$$

式中：$\sigma_{\text{Al-FSPed}}$ 为同等条件 FSP 的基体的屈服强度，取实际值 38 MPa。

位错强化是因增强相与基体热膨胀系数的巨大差异，在复合材料热成形过程中产生很大的热错配应力，基体须发生很多热错配位错来松弛应力，故可能存在较高的位错密度。但是，对于亚微米级增强相，由热膨胀系数差异所造成的热错配很容易通过元素扩散或原子驰豫而释放，使位错密度大幅下降[21]。本研究经 FSP 的复合材料 GNPs 片层厚度仅为数纳米，片径为数百纳米，位错强化可以忽略不计。

弥散分布的增强相对复合材料屈服强度的贡献 $\Delta\sigma_{\text{Orowan}}$ 通过以下公式进行估算[22]：

$$\Delta\sigma_{\text{Orowan}}=\frac{0.13G_{\text{m}}b}{\lambda}\ln\frac{d_{\text{p}}}{2b} \tag{3}$$

$$\lambda\approx d_{\text{p}}\left[\left(\frac{1}{2V_{\text{r}}}\right)^{\frac{1}{3}}-1\right] \tag{4}$$

式中：G_{m}为基体室温剪切模量，纯铝在室温 25 ℃时约为 25 232 MPa[23]；b 为基体 Burgers 矢量(0.286 nm)[24]；d_{p} 为增强相平均直径(nm)；λ 为增强相间距(nm)；V_{r}为增强相体积分数(vol%)。

但是，上述 Orowan 关系是增强相完全分布于晶粒内部情况下推导得到的，并不适用于增强相在晶界的情况，起 Orowan 强化的增强相体积分数V_{Orowan}只占到一部分，如下式[25]：

$$V_{\text{Orowan}}=V_{\text{r}}\left(1-\frac{2\lambda}{d}\right)^3 \tag{5}$$

界面载荷传递对复合材料屈服强度的贡献$\Delta\sigma_{\text{LT}}$根据剪切滞后模型[26]进行估算，如下式所示：

$$\Delta\sigma_{\text{LT}}=\sigma_{\text{r}}V_{\text{r}}(1-\frac{l_{\text{c}}}{2l})+\sigma_{\text{m}}V_{\text{m}},\ l>l_{\text{c}} \tag{6}$$

$$\Delta\sigma_{\text{LT}}=\sigma_{\text{r}}V_{\text{r}}(\frac{l}{2l_{\text{c}}})+\sigma_{\text{m}}V_{\text{m}},\ l<l_{\text{c}} \tag{7}$$

式中：σ_{r}、σ_{m}为增强相和基体的屈服强度(MPa)，l 为 GNPs 平均片径(nm)，l_{c}为 GNPs 在基体中的临界片径(nm)，$l_{\text{c}}=\sigma_{\text{r}}\frac{Al}{S\tau_{\text{m}}}$。其中，$A$ 为 GNPs 的横截面积(nm^2)，S为受切应力的作用面面积（nm^2），τ_{m}为基体的剪切屈服强度（约 $0.5\sigma_{\text{m}}$），σ_{r}为增强相 GNPs 的屈服强度，取为 30 GPa[11]。

复合材料计算的屈服强度满足下列公式：

$$\sigma_{\text{Cal}}=\sigma_{\text{H-P}}+\Delta\sigma_{\text{Orowan}}+\Delta\sigma_{\text{LT}} \tag{8}$$

本研究 FSP 制备 GNPs/Al 复合材料的 GNPs 平均片径 300 nm、厚度 5 nm，Orowan 强化中将 GNPs 等效为球形粒子，按体积等效原则其平均直径 d_{p}约为 95 nm。综上计算不同强化方式对复合材料屈服强度的贡献以及复合材料屈服强度的计算值如图 10 所示。从图 10 中可看到，1.8vol%GNPs/Al 中各强化方式对复合材料屈服强度计算值的贡献：$\Delta\sigma_{\text{LT}}>\Delta\sigma_{\text{Orowan}}>\Delta\sigma_{\text{H-P}}$。但是，复合材料屈服强度计算值$\sigma_{\text{Cal}}$约为 126.4 MPa，与实际值(73 MPa)有一定相差，偏差为 53.4 MPa。同样地，将不同含量下的复合材料屈服强度的实验值和计算值进行比较，结果如表 1 所示。可以发现，理论值与实验值随石墨烯含量的增加而增加的趋势一致，且加入量提升的同时，实验值与理论值的偏差也略有提高，造成偏差值比较高的最大原因可能是：剪切滞后模型主要建立在 GNPs 排布完全沿载荷方向的基础上，实质上将 GNPs 引入到金属基体中必然涉及强烈混合过程，导致 GNPs 在复合材料中的杂乱排布而降低界面载荷传递效率，且未充分考虑到石墨烯含量增多会导致分散均匀性变差所带来的不利影响。

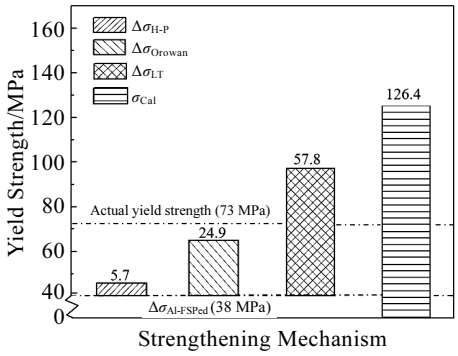

图 10　增强方式对 1.8vol%GNPs/Al 复合材料屈服强度的贡献值

Fig.10　Influence of strengthening methods on yield strength of 1.8vol%GNPs/Al composites

表 1　GNPs/Al 复合材料屈服强度的实验值和计算值

Table 1　Experimental and calculated YS of GNPs/Al composites

Graphene content/vol%	d/μm	Experimental YS/MPa	Calculated YS/MPa
0	10.2	38.0±2	39.3
1.2	7.9	65.4±2	113.9
1.8	7.0	73.0±4	126.4
2.4	4.1	85.4±4	144.9

3　结　论

1) 添加 GNPs 并经搅拌摩擦加工后，复合材料基体组织由粗大的板条状向等轴晶、小角度晶界为主向大角度晶界为主转变，其平均晶粒尺寸细化至约 7 μm。

2) 搅拌摩擦加工致使复合材料中 GNPs 片层一定程度剥离的同时，其片径被破碎至 250~350 nm，结果在 GNPs 边缘形成活泼的 C 原子，易通过 Al-C 原子扩散与 Al 基形成界面过渡。

3) GNPs 加入量约 1.8vol%时，复合材料的屈服强度和抗拉强度达到 73 和 147 MPa，较同等条件 FSP 的基体分别提高了 92.1%和 79.3%；随着石墨烯含量增加，复合材料屈服强度的理论值与实验值持续增加的趋势一致，且偏差略有提高；理论计算其主要的增强机理依次为界面载荷传递强化、Orowan 强化和细晶强化，但由于 GNPs 在基体中的杂乱排布，界面载荷传递强化不能充分发挥，复合材料实际屈服强度与理论计算值有一定差距。

参考文献　References

[1] Chen F, Gupta N, Behera R K *et al. The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society*[J], 2018, 70(6): 837

[2] Xiao Bolv(肖伯律), Liu Zhenyu(刘振宇), Zhang Xingxing(张星星) *et al. Materials China*(中国材料进展)[J], 2016, 35(9): 666

[3] Zhang H P, Xu C, Xiao W L *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2016, 658: 8

[4] Liu G, Zhao N Q, Shi C S *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2017, 699: 185

[5] Li M, Gao H Y, Liang J M *et al. Materials Characterization*[J], 2018, 140: 172

[6] Yu Z H, Yang W S, Zhou C *et al. Carbon*[J], 2019, 141: 25

[7] Mishra R S, Ma Z Y. *Materials Science & Engineering R*[J], 2010, 50: 1

[8] Liu Z Y, Xiao B L, Wang W G *et al. Carbon*[J], 2014, 69: 264

[9] Zhao Xia(赵　霞), Ke Liming(柯黎明), Xu Weiping(徐卫平) *et al. Acta Materiae Compositae Sinica*(复合材料学报)[J], 2011, 28(2): 185

[10] Khodabakhshi F, Arab S M, Švec P *et al. Materials Characterization*[J], 2017, 132: 92

[11] Zhang Z W, Liu Z Y, Xiao B L *et al. Carbon*[J], 2018, 135: 215

[12] Kumar P A, Madhu H C, Pariyar A. *Materials Science and Engineering A*[J], 2020, 769: 138 517

[13] Jiang R R, Zhou X F, Fang Q L *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2016, 654: 124

[14] McNelley T R, Swaminathan S, Su J Q. *Scripta Materialia*[J], 2008, 58(5): 349

[15] Gan W Y, Zhou Z, Zhang H *et al. Transaction Nonferrous Metals Society of China*[J], 2014, 24: 975

[16] Chen F Y, Ying J M, Wang Y F *et al. Carbon*[J], 2016, 96: 836

[17] Zhang D D, Zhan Z J. *RSC Advances*[J], 2016, 6: 52 219

[18] Pérez-Bustamante R, Bolaños-Morales D, Bonilla-Martínez J *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2014, 615: S578

[19] Hansen N. *Acta Metallurgica*[J], 1977, 25(8): 863

[20] Courtney T H. *Mechanical Behavior of Materials*[M]. New York: McGraw-Hill Education, 2000

[21] Kim C T, Lee J K, Plichta M R. *Metallurgical Transactions A*[J], 1990, 21(2): 673

[22] Zhang Z, Chen D L. *Scripta Materialia*[J], 2006, 54(7): 1321

[23] Yavari P, Mohamed F A, Langdon T G. *Acta Metallurgica*[J], 1981, 29(8): 1495

[24] Li Y, Zhao Y H, Ortalan V *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2009, 527(1-2): 305

[25] Liu Zhenyu(刘振宇). *Thesis for Doctorate*(博士论文)[D]. Dalian: Dalian University of Technology, 2014

[26] Shin S E, Choi H J, Shin J H *et al. Carbon*[J], 2015, 82: 143

Microstructure and Mechanical Properties of GNPs/Al Composites Fabricated by Friction Stir Processing

Miao Yu, Xia Chun, Huang Chunping, Ke Liming, Fu Qiang

(National Defence Key Discipline Laboratory of Light Alloy Processing Science and Technology, Nanchang Hangkong University, Nanchang 330063, China)

Abstract: GNPs/Al composites were fabricated by friction stir processing (FSP) using pure aluminum as the matrix materials. The microstructure (including the matrix, reinforcement and interface) and mechanical properties were investigated, and the reinforcing mechanism of the composites was analyzed. The results show that the matrix is obviously refined, and many high angle grain boundaries are generated. The GNPs tend to be exfoliated and broken, resulting in large amounts of GNPs edges during FSP. The Al-C atomic-scale diffusion is easy owing to C atoms activity at the GNPs edges; as a result the interface transitions form between the GNPs edges and Al matrix. The yield strength and ultimate tensile strength of 1.8vol%GNPs/Al composites are 73 and 147 MPa. Compared to those of unreinforced Al, they increase by 92.1% and 79.3%, respectively. Interface load transfer, Orowan and grain refinement are the principal reinforcing mechanism in sequence according to the theoretical calculation, and the calculated and experimental yield strength of the composites increase with the increase of graphene content; concurrently, the deviations between the experimental and calculated strength also slightly increase. However, the interface load transfer cannot be well achieved owing to GNPs disorder distribution in the composites; therefore there is still a gap between the actual yield strength and theoretical calculation.

Key words: GNPs/Al composites; friction stir processing; microstructure; mechanical properties; reinforcing mechanism

Corresponding author: Xia Chun, Ph. D., Associate Professor, National Defence Key Discipline Laboratory of Light Alloy Processing Science and Technology, Nanchang Hangkong University, Nanchang 330063, P. R. China, Tel: 0086-791-83863023, E-mail: xiachun2002@163.com