

二次挤压对 SiC_p/2009Al 复合材料微观结构 和力学性能的影响 *

刘振宇 王全兆 肖伯律 马宗义 刘越

(中国科学院金属研究所, 沈阳 110016)

摘要 对粉末冶金法制备的 20%SiC_p/2009Al(体积分数) 复合材料进行了一次挤压和二次挤压, 对 2 种挤压棒材微观结构的观察表明, 相对于热压复合材料, 挤压可以减少 SiC_p 团聚; 而二次挤压可进一步细化 SiC_p, 使 SiC_p 沿挤压方向定向分布, 增大 SiC_p 的长径比, 但对基体合金晶粒尺寸和 <111> 织构影响不大. 此外, 二次挤压使 SiC_p 沿挤压方向的平均间距进一步增大, 更易于产生近似垂直于挤压方向的贫 SiC_p 层, 导致复合材料屈服和抗拉强度下降而延伸率增加.

关键词 粉末冶金, 复合材料, 铝合金, 二次挤压, 贫 SiC_p 带

中图法分类号 TF124

文献标识码 A

文章编号 0412-1961(2010)09-1121-07

EFFECTS OF DOUBLE EXTRUSION ON THE MICRO- STRUCTURE AND TENSILE PROPERTY OF THE PM PROCESSED SiC_p/2009Al COMPOSITES

LIU Zhenyu, WANG Quanzhao, XIAO Bolü, MA Zongyi, LIU Yue

Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016

Correspondent: XIAO Bolü, professor, Tel: (024)83970048, E-mail: blxiao@imr.ac.cn

Manuscript received 2010-04-30, in revised form 2010-05-24

ABSTRACT Powder metallurgy (PM), as an important method of fabricating SiC particle reinforced aluminum matrix (SiC_p/Al) composites, has advantages in obtaining good interfacial bonding and enhancing tensile strength over casting or infiltrating method. The primary process of the PM method involves mixing, compaction and subsequent secondary plastic deformation. Especially, secondary plastic deformation is an important process to destroy the oxidation film on the Al particle surfaces and enhance Al-SiC bonding. However, the incorporation of the SiC particles restricts plastic flow ability of the composite and makes it difficult to be subjected to heavy single-step plastic deformation, such as single hot extrusion, hot rolling or hot forging. Instead, multi-step deformation is a critical processing approach for the SiC_p/Al composites with low deformability. However, the previous attentions were mostly focused on single-step processing, multi-step plastic deformation of the SiC_p/Al composites was seldom discussed. In this paper, 20%SiC_p/2009Al (volume fraction) composite was fabricated using a common PM method and the effects of double extrusion on the microstructure and tensile property of the composite were investigated. It is indicated that the double extrusion could refine the SiC_p size, align the SiC_p and increase the aspect ratio of the SiC_p, but did not exert critical effects of the grain size and <111> texture of the matrix. However, the average distance between the SiC_p along the extrusion direction increased after the double extrusion, more easily inducing a SiC_p-poor band which aligned approximately perpendicularly to the extrusion direction. This resulted in a decrease in the strength and an increase in the elongation along the extrusion direction.

KEY WORDS powder metallurgy, composite, aluminum alloy, double extrusion, SiC_p-poor band

* 收到初稿日期: 2010-04-30, 收到修改稿日期: 2010-05-24

作者简介: 刘振宇, 男, 1985 年生, 硕士生

DOI: 10.3724/SP.J.1037.2010.00207

SiC 颗粒增强铝基 (SiC_p/Al) 复合材料以其高比强度、高比模量、良好的抗磨损性能和尺寸稳定性能等优点, 在汽车和航空航天领域具有广泛的应用前景 [1-4]。粉末

冶金法是制备 SiC_p/Al 复合材料的重要方法^[2,5],而对粉末冶金复合材料进行塑性变形加工可使 Al 粉末表面的氧化膜破碎从而实现冶金结合,由此显著改善复合材料的力学性能,因而变形加工是制备复合材料结构件的重要工艺环节。

塑性变形加工除了提高 Al 粉末之间的结合^[6,7],还可以减少颗粒团聚,改善颗粒分布以及细化基体合金晶粒。已有大量关于挤压加工对复合材料微观组织和性能影响的研究。孙旭炜等^[8]的研究表明,热挤压可以有效改善 $\text{SiC}_p/6061\text{Al}$ 复合材料的力学性能。Hanada 等^[9]研究了挤压比对 $\text{SiC}_p/\text{Al-Li}$ 合金复合材料的影响,结果表明挤压可以有效地细化复合材料微观组织,但过大的挤压比造成的温度升高会使晶粒长大,因而导致力学性能下降。Davies 等^[10,11]发现挤压过程中存在增强颗粒的断裂与基体填充愈合 2 个过程,占主导的一方决定复合材料的性能。Rahmani 和 Akhlaghi^[12]研究了挤压温度对 $\text{SiC}_p/\text{A356}$ 复合材料微观组织的影响,指出适当提高挤压温度可以有效减少孔隙率。

由于 SiC_p 增强铝合金基复合材料的塑性流变性能比基体铝合金差,一道次大变形量热挤压加工成形有一定难度,因而采用多道次热挤压变形加工是复合材料成形的重要手段。但目前关于 SiC_p/Al 复合材料挤压方面的研究多是在单道次加工基础上开展的,多道次挤压对复合材料微观结构和力学性能的影响尚未见报道。因此,本文研究了二次挤压对 $\text{SiC}_p/2009\text{Al}$ 复合材料中的 SiC 颗粒尺寸、长径比(颗粒长轴与短轴尺寸比)、取向、基体合金晶粒尺寸及织构的影响,分析并探讨了二次挤压对复合材料力学性能的影响,为复合材料多道次成形工艺的制定提供参考。

1 实验方法

增强颗粒选用尺寸为 $3.5\ \mu\text{m}$ 的 $\alpha\text{-SiC}$ 粉末,体积分数为 20%;基体选用 2009Al 合金,名义成分为 Al-4.5Cu-1.5Mg (质量分数, %),粉末尺寸为 $8\ \mu\text{m}$ 。采用双轴混料机在转速为 $50\ \text{r/min}$ 下将铝合金粉末和 SiC 粉末混合 8 h。将混合粉末在 $580\ ^\circ\text{C}$ 下保温 1 h 后热压,压力约为 80 MPa。热压锭在 $(470\pm 10)\ ^\circ\text{C}$ 下进行热挤压,挤压模具为锥形模具,第一次和第二次挤压的挤压比均为 9 : 1,两道次挤压样品的总挤压比为 81 : 1。将挤压棒材在 $516\ ^\circ\text{C}$ 下固溶 1 h 后水淬,之后自然时效 4 d。

SiC_p 分布和晶粒观察的金相试样分别沿平行和垂直于挤压方向取样,采用金相显微镜(OM)观察复合材料棒材的微观组织。采用 D8 Discover X 射线衍射仪(XRD)进行织构分析,检测面取自挤压棒材的横截面,采用一般金相试样制备方法磨抛。拉伸试样按照 GB/T228-2002 中直径 5 mm 的试样标准尺寸加工,标距长度为 25 mm,试样轴线与挤压方向平行。拉伸实验在 AG-100kNG 试验

机上进行,拉伸速度为 $1\ \text{mm/min}$ 。使用 Quanta600 扫描电镜(SEM)观察断面形貌。弹性模量试样按照 GB/T 2105-1991 加工,并采用敲击共振法测试。测试装置为比利时 IMCE 公司生产的 RFDA HTVP 1750-C,误差不超过 1%。

2 实验结果

2.1 微观结构

2.1.1 SiC_p 的变化 图 1 为热压态、一次挤压和

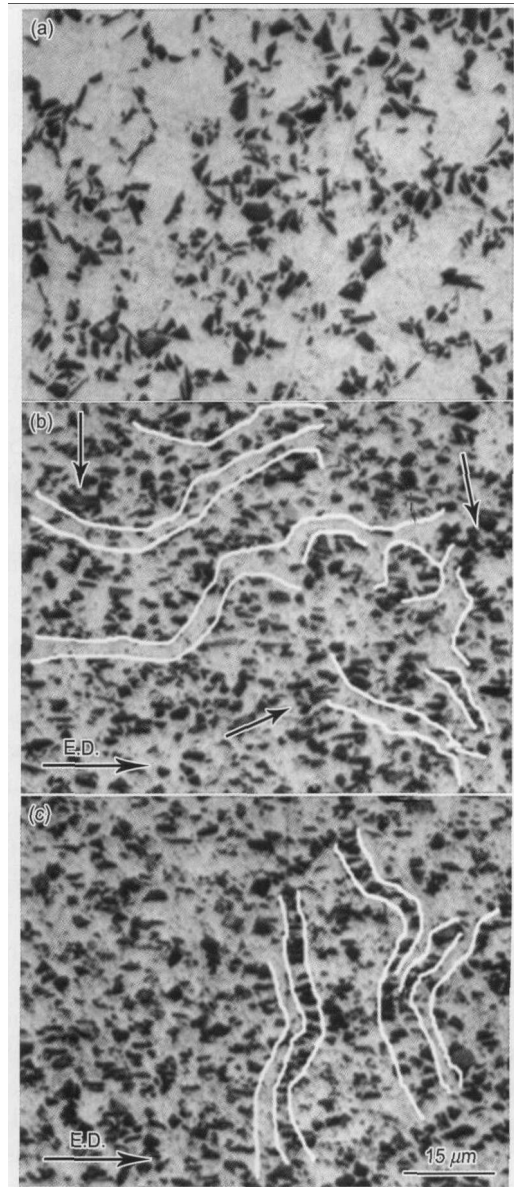


图 1 热压态、一次挤压和二次挤压后复合材料中的 SiC_p 分布
Fig.1 OM images of SiC_p in 20% $\text{SiC}_p/2009\text{Al}$ (volume fraction) composites under different treatments
 (a) hot-pressed at $580\ ^\circ\text{C}/1\ \text{h}$
 (b) singly extruded: extruded at $470\ ^\circ\text{C}$, quenched at $516\ ^\circ\text{C}/1\ \text{h}$ and naturally aged for 4 d, extrusion ratio 9 : 1, arrows showing the SiC_p aggregated and white lines showing the SiC_p -poor bands, extrusion direction (E.D.) is horizontal
 (c) double extruded: extrusion ratio 81 : 1, white lines showing the SiC_p rich and poor band-like zones

二次挤压后复合材料中 SiC_p 的分布情况。从图 1a 可以看出, 在热压复合材料中, SiC_p 主要呈链状分布, 这种链状分布是由于 SiC_p 尺寸小于 Al 颗粒尺寸, 混料过程中 SiC 颗粒分布于 Al 颗粒边界。在一次挤压复合材料中仍存在轻微的 SiC_p 团聚, 如图 1b 中箭头所示。而经过二次挤压之后复合材料中的 SiC_p 团聚有减少的趋势 (图 1c)。从图 1b 中还可以看出, 一次挤压复合材料中存在贫 SiC_p 带 (图 1b 中白线), 大多与挤压方向平行或成较小的角度, 它们主要是由于 Al 颗粒沿挤压方向流动拉长所产生的; 少数贫 SiC_p 带垂直于挤压方向, 但范围较小。二次挤压后, 垂直于挤压方向的贫 SiC_p 带在较大范围内出现, 而且其邻近的富 SiC_p 带中的 SiC_p 沿垂直于挤压方向分布非常密集, 如图 1c 中白线所示, 这种垂直于挤压方向的贫 SiC_p 条带增多的原因将在下文分析。

为了定量描述 SiC_p 分布的均匀性情况, 将 500 倍 OM 照片 (SiC_p 总数目超过 1000) 划分为 2×2, 4×4, 8×8, 16×16 个相等大小和形状的矩形区域, 通过统计这些矩形区域内 SiC_p 的个数, 计算不同区域 SiC_p 个数的均方根方差与平均值的比值, 记为 COV(n) 值^[13-15], 以比较 SiC_p 分布的均匀性。在相同大小区域内 COV(n) 值越小, SiC_p 分布均匀性越好。文献 [14] 指出, COV(n) 值小于 0.37 时 SiC_p 分布较均匀。

图 2 为不同状态复合材料 SiC_p 分布的 COV(n) 值。可以看出, 相对热压复合材料, 挤压加工明显提高了 SiC_p 分布的均匀性。二次挤压复合材料相对于一次挤压 SiC_p 分布的均匀性略有提高, 但改善的幅度并不明显。

图 3 为不同挤压次数下复合材料中 SiC_p 的尺寸、取向角 (SiC_p 长轴与挤压轴夹角) 和长径比的统计数据。可以看出, 经过二次挤压后, 较大尺寸的 SiC_p 有所减小, 而尺寸细小的 SiC_p 增多, SiC_p 的平均尺寸由 2 μm 左右减小到 1.7 μm。值得注意的是, SiC_p 的尺寸取自其最长轴和最短轴的平均值, 而且大量细小颗粒的计入使这个统计

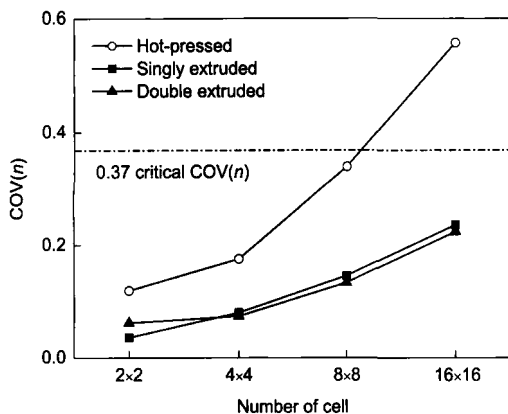


图 2 SiC_p 分布的均匀性分析

Fig.2 Measured SiC_p distribution homogeneities in the tested composites

结果比 OM 下显示的结果偏小。除了破碎作用, 二次挤压还对 SiC_p 取向有影响。一次挤压复合材料的平均取向角为 37° (随机取向为 45°), 表明一次挤压就可以使 SiC_p 产生一定的取向, 这主要是由于 SiC_p 随基体变形发生了转动; 而经过二次挤压后, 取向角的平均值减小到 31°, 其原因除了一部分 SiC_p 继续随基体发生转动之外, 还有部分长径比小的大颗粒发生剪切破碎, 破碎方向一般是沿挤压方向^[16], 从而产生一定数量的小取向角、大长径比的 SiC_p。二次挤压后 SiC_p 的长径比有增大的趋势, 其平均值从 1.8 增加到 2.0。主要表现为复合材料中长径比较小的颗粒数量减小, 而长径比大的颗粒有所增加。

2.1.2 晶粒与织构 图 4 是 2 种挤压复合材料棒材基体合金的晶粒形貌, 黑色颗粒为 SiC。一次挤压后复合材料的晶粒尺寸为 2—5 μm, 二次挤压后晶粒尺寸为 1—5 μm。二次挤压相对于一次挤压并未使晶粒明显细化。研究^[17]表明, 铝合金再结晶晶粒尺寸与 Zener-Holloman 参数 (Z 参数) 有关。复合材料中由于 SiC_p 的添加, 会诱发动态再结晶。本文中两次挤压条件相同, 因此 Z 参数也相同, 这导致基体合金在挤压过程中所形成的再结晶晶粒尺寸十分接近。

图 5 为不同挤压工艺下复合材料 {111} 面的极图。可以看出, 一次挤压和二次挤压复合材料都存在 (111) 织构。而 2 个样品的最大极密度几乎没有差异, 这说明在相同挤压条件下, 二次挤压对基体合金的再结晶及织构形成等微观结构影响不大。

2.2 力学性能

表 1 所示为 2 种复合材料挤压棒材的力学性能。可见, 二次挤压复合材料相对于一次挤压, 屈服强度下降了约 10 MPa, 抗拉强度下降了约 29 MPa, 而延伸率和弹性模量略有增加。

图 6 为 2 种挤压复合材料的拉伸断口形貌。可见, 一次挤压样品断口较平坦, 且断口表面可以观察到较多的 SiC_p, 韧窝数量较少且较浅 (图 6a)。相比之下, 二次挤压复合材料断口起伏较大, SiC_p 数量较少且具有较多深韧窝。此外, 二次挤压复合材料断口上可以观察到韧窝沿某个方向排列的现象, 如图 6b 中白线所示。

SiC_p/Al 复合材料的力学性能主要与基体合金的晶粒尺寸和织构, SiC_p 尺寸、取向、长径比、分布及界面结合有关。由前面的结果可知, 二次挤压并未引起明显的晶粒尺寸和织构变化, 因此, 基体合金组织演化不是性能变化的主要原因。弹性模量可以反映复合材料中增强颗粒与基体界面结合的情况^[18], 而表 1 显示, 二次挤压复合材料的弹性模量相对于一次挤压略有上升, 说明二次挤压并未对界面结合造成负面影响, 不会造成强度下降。因此, 二次挤压后复合材料力学性能的变化只能归因于 SiC_p 的尺寸、形状和分布的变化。

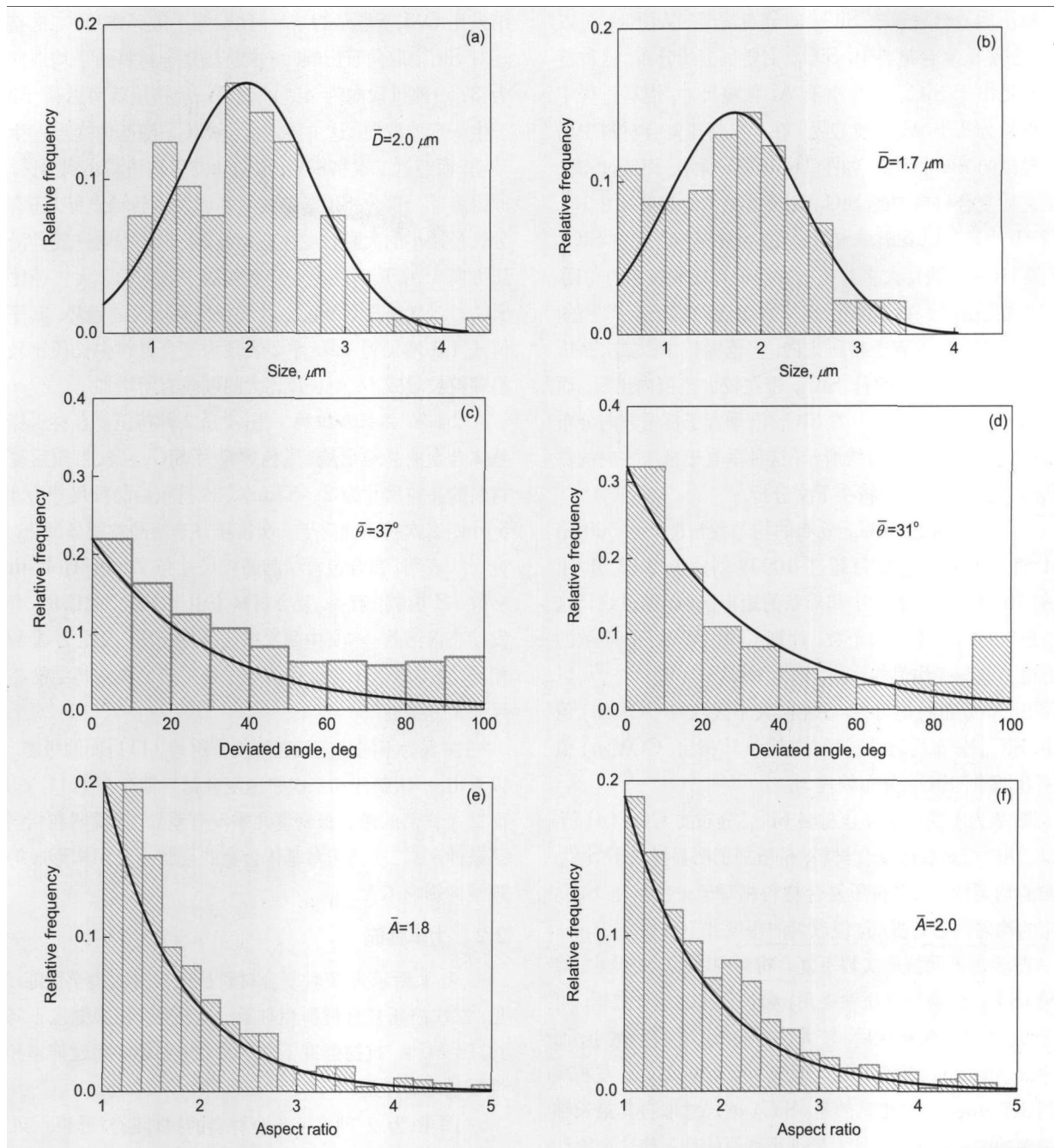


图 3 SiC_p 的尺寸 (D)、取向角 (θ) 和长径比 (A) 的分布

Fig.3 Distributions of size D (a, b), deviated angle θ (c, d) from extrusion direction and aspect ratio A (e, f) of the SiC particles in the composites after single extrusion (a, c, e) and double extrusion (b, d, f)

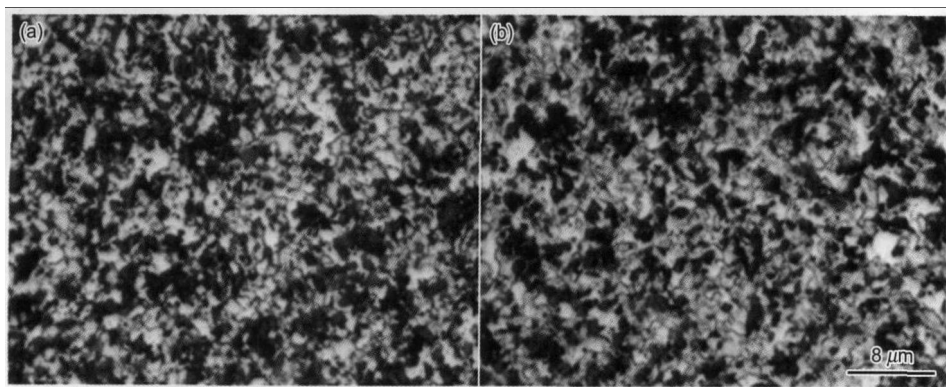


图 4 挤压复合材料横截面的显微组织

Fig.4 Cross-sectional microstructures of the composites extruded by single pass (a) and double pass (b)

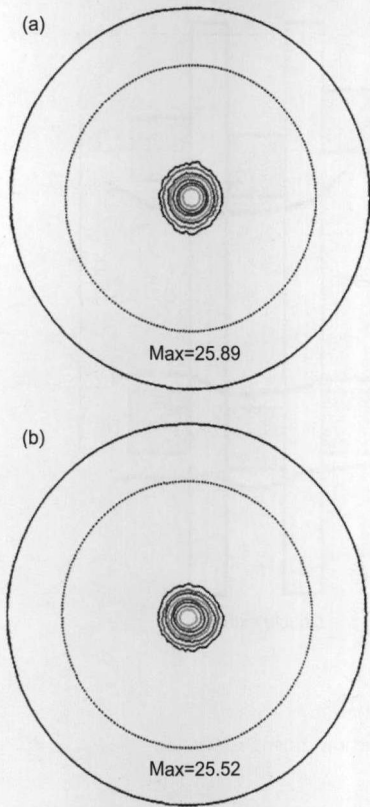


图 5 复合材料 {111} 面的极图

Fig.5 {111} pole figures of the cross sections of the composites after single extrusion (a) and double extrusion (b) (E.D. perpendicular to the paper)

表 1 不同工艺下复合材料的力学性能

Table 1 Tensile properties of the composites after different extrusion processes

Process	$\sigma_{0.2}$, MPa	σ_b , MPa	δ , %	Modulus, GPa
Singly extruded	411±5	546±5	3.6	109
Double extruded	393±2	517±15	4.4	110

2.2.1 SiC_p 的尺寸、取向及长径比的影响 研究 [19,20] 表明, SiC_p 尺寸越细, 屈服强度越高. 二次挤压后复合材料颗粒尺寸有所减小, 但强度反而下降, 因此 SiC 颗粒尺寸的变化不是影响二次挤压复合材料性能的主要因素.

SiC_p 的长径比会影响增强颗粒的载荷传递. 根据改进的剪切滞后模型 [21], 考虑载荷传递的复合材料的强度 σ_{MMC} 可表示为

$$\sigma_{MMC} = \sigma_m [f_v(A + 4)/4 + (1 - f_v)] \quad (1)$$

式中, σ_m 为基体强度, A 为长径比, f_v 为增强颗粒的体积分数.

当外加载荷与 SiC_p 长轴方向夹角不为 0 时, SiC_p 的长径比可以简单的用等效长径比 A_{equ} 表示

$$A_{equ} = A \cos \alpha \quad (2)$$

式中, α 为颗粒长轴与载荷的夹角. 当载荷方向与挤压方向平行时, 其值为颗粒取向角.

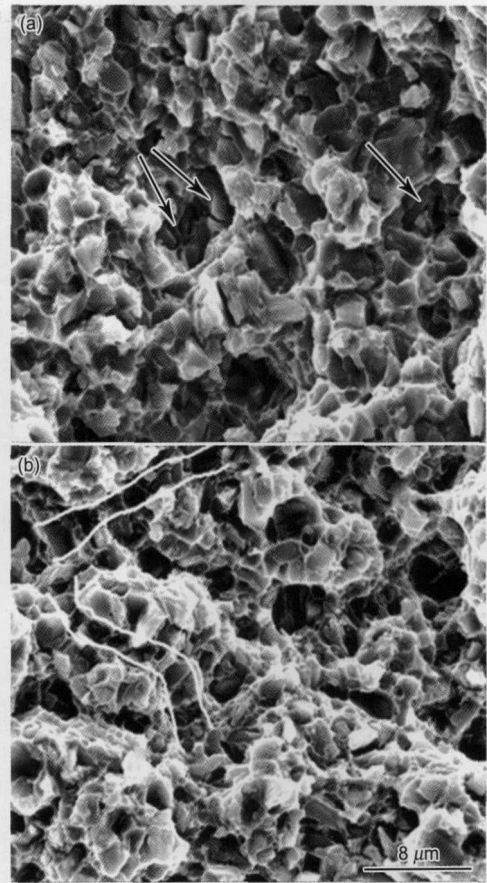


图 6 挤压复合材料的断口形貌

Fig.6 Fractographs of the composites extruded by single pass (arrows showing SiC particles) (a) and double pass (regularly arranged SiC particles enclosed by white lines) (b)

根据图 3 的统计结果可以近似计算得出, 一次挤压复合材料的等效长径比为 1.43, 二次挤压后等效长径比增大到 1.70. 因此, 从改变 SiC_p 分布的角度来看, 二次挤压后复合材料的载荷传递能力有所增强. 如果考虑基体强度为 400 MPa, 则根据式 (1) 可以计算出复合材料的强度增加值约为 5 MPa. 这与实验结果正好相反, 因此, 颗粒尺寸、取向及长径比变化均不是二次挤压后复合材料性能变化的原因.

2.2.2 SiC_p 分布的影响 从图 1b 和 c 可以看出, 相对于一次挤压, 二次挤压后复合材料在垂直于挤压方向上出现更多的贫 SiC_p 带. 前期工作 [22] 对挤压过程中的颗粒分布变化规律进行了研究, 表明 SiC_p 分布变化受到 Al 粉末在挤压过程中变形的控制.

本文建立了挤压过程中颗粒分布变化的模型, 如图 7 所示. 假设在热压复合材料中增强颗粒在 Al 颗粒周围均匀随机分布, 将热压态复合材料的 Al 颗粒简化为立方体形貌, 经挤压后变为沿挤压方向拉长的长方体形貌. 当挤压比为 R 时, 分布于长方体 Al 颗粒侧面和端面上的 SiC_p 数量之比为 $R^{3/2}$, 由于挤压后 Al 端面上的 SiC_p 数量较少, 为了计算方便忽略不计. 则 SiC_p 沿挤压方向的平均间距 λ 可近似表示为

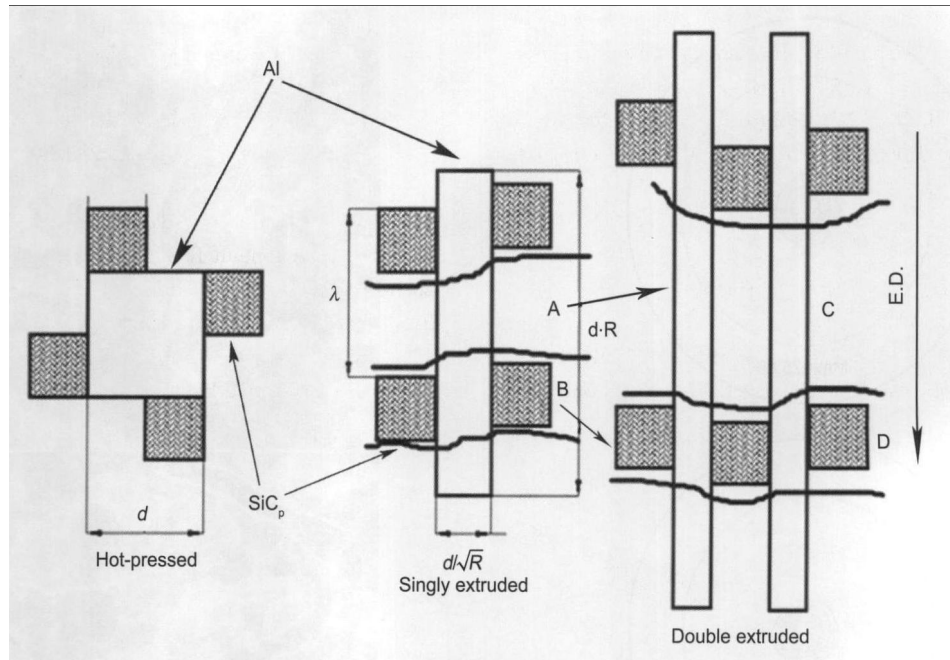


图 7 挤压过程中颗粒分布变化的模型示意图

Fig.7 Model schematic of the SiC_p distribution variation during extrusion

$$\lambda = \sqrt{\frac{4d^2 R^{1/2}}{k}} \quad (3)$$

式中, d 为 Al 颗粒的尺寸, k 为与 SiC_p 随机排列有关的常数。

由式 (3) 可以看出, 挤压会使沿挤压方向 SiC_p 的间距增大。复合材料进行一次挤压后, 一方面会促使颗粒团聚分散; 另一方面, 沿挤压方向相邻的 SiC_p 间距增大, 即沿挤压方向 SiC_p 之间基体的区域扩大, 这会增大复合材料在第二次挤压时变形的不均匀性。如图 7 所示, 一次挤压后复合材料中扩大的 A 区由于不含 SiC_p, 塑性流动较容易; 而 B 区由于富含 SiC_p, 塑性流动较困难。因此, 在二次挤压时, 一次挤压复合材料的 A 区基体将优先塑性流动, 而且由于其沿挤压方向的宽度增大, 与附近易变形的区域连结的几率增大, 在二次挤压后形成宽度较大的带状 C 区的几率增大; 而一次挤压复合材料的 B 区则在二次挤压后在其相邻位置转化为 SiC_p 富集带 D 区。这样, 沿挤压方向拉伸时, 复合材料会优先在垂直于挤压方向的贫 SiC_p 带状层破坏, 因而造成复合材料强度下降, 而塑性反而略有上升。这与二次挤压复合材料的断口上初窝数量多而断裂的颗粒数量少以及断口起伏较大相一致。二次挤压复合材料的断口上沿某些方向整齐排列的初窝也表明这一带状区域确实容易破坏。

因此, 二次挤压后的复合材料虽然 SiC 颗粒尺寸减小, 等效长径比增加, 颗粒传递载荷能力略有提高, 但是由于垂直于挤压方向的贫 SiC_p 薄弱层的存在使二次挤压后复合材料的强度反而下降。

3 结论

(1) 挤压可以有效地改善 SiC_p 的分布均匀性, 二次挤压的进一步改善作用并不明显。二次挤压使复合材料中较大尺寸的 SiC_p 破碎细化, SiC_p 与挤压方向的取向角减小, 长径比略有上升, SiC_p 与 Al 的界面结合未受影响。

(2) 二次挤压后, SiC_p 沿挤压方向的平均间距增大, 从而更易于产生垂直于挤压方向的贫 SiC_p 带。在沿着挤压方向拉伸过程中, 这些区域易于优先屈服和破坏, 从而使二次挤压后复合材料的强度下降, 而延伸率反而提高。

参考文献

- [1] Ibrahim I A, Mohamed F A, Lavernia E J. *J Mater Sci*, 1991; 26: 1137
- [2] Torralba J M, da Costa C E, Velasco F. *J Mater Proc Technol*, 2003; 133: 203
- [3] Ralph B, Yuen H C, Lee W B. *J Mater Proc Technol*, 1997; 63: 339
- [4] Miracle D B. *Compos Sci Technol*, 2005; 65: 2526
- [5] Liu Y B, Lim S C, Lu L, Lai M O. *J Mater Sci*, 1994; 29: 1999
- [6] Cocen U, Onel K. *Compos Sci Technol*, 2002; 62: 275
- [7] Carvalho M H, Marcelo T, Carvalhinhos H, Sellars C M. *J Mater Sci*, 1992; 27: 2101
- [8] Sun X W, Zeng S M, Chen Z Q, Cheng N P. *J Southwest China Norm Univ (Nat Sci Ed)*, 2005; 30: 888
(孙旭炜, 曾苏民, 陈志谦, 程南璞. 中南大学学报(自然科学版), 2005; 30: 888)
- [9] Hanada K, Murakoshi Y, Negishi H, Sano T. *J Mater Proc*

- Technol*, 1997; 63: 405
- [10] Davies C H J, Chen W C, Hawbolt E B, Samarasekera I V, Brimacombe J K. *Scr Metall Mater*, 1995; 32: 309
- [11] Davies C H J, Chen W C, Lloyd D, Hawbolt E B, Samarasekera I V, Brimacombe J K. *Metal Mater Trans*, 1996; 27A: 4113
- [12] Rahmani F R, Akhlaghi F. *J Mater Proc Technol*, 2007; 187-188: 433
- [13] Yang N, Boselli J, Gregson P, Sinclair I. *Mater Sci Technol*, 2000; 16: 797
- [14] Yang N, Boselli J, Sinclair I. *J Microscopy*, 2001; 201: 189
- [15] Boselli J, Gregson P J, Sinclair I. *Mater Sci Eng*, 2004; A379: 72
- [16] Tham L M, Gupta M, Cheng L. *Mater Sci Eng*, 2002; A326: 355
- [17] Humphreys J F, Hatherly M. *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*. 2nd Ed., UK: Elsevier Ltd, 2004: 427
- [18] Mitra R, Mahajan Y. *Bull Mater Sci*, 1995; 18: 405
- [19] Flom Y, Arsenault R J. *Acta Metall*, 1989; 37: 2413
- [20] Milan M, Bowen P. *J Mater Eng Perform*, 2004; 13: 775
- [21] Nardone V C, Prewo K M. *Scr Metall*, 1986; 20: 43
- [22] Liu Z Y, Wang Q Z, Xiao B L, Ma Z Y, Liu Y. *Mater Sci Eng*, 2010, doi:10.1016/j.msea.2010.05.006