

DOI: 10.13801/j.cnki.fhclxb.20180416.005

## 颗粒尺寸对 B<sub>4</sub>C 增强铝基中子吸收材料 界面反应与力学性能的影响

童攀<sup>1,2</sup>, 林立<sup>1</sup>, 王全兆<sup>2</sup>, 周杨韬<sup>2</sup>, 肖伯律<sup>2</sup>, 马宗义<sup>2</sup>

(1. 沈阳工业大学 材料科学与工程学院, 沈阳 110870; 2. 中国科学院金属研究所, 沈阳 110016)

**摘要:** 采用粉末冶金真空热压法制备了 B<sub>4</sub>C 质量分数为 31%、平均颗粒尺寸分别为 6.5 μm、9.3 μm、17.3 μm、28 μm、39.5 μm 的纯 Al 和 6061Al 基体的复合材料。对复合材料进行微观结构和力学性能检测, 结果表明: 所有复合材料的 B<sub>4</sub>C 颗粒在基体中都均匀分布, 且致密度都达到 99% 以上; 对于纯 Al 基复合材料, 随着颗粒尺寸增加, 其致密度和塑性逐渐增加, 强度逐渐下降; 对于 6061Al 基复合材料, 致密度随着颗粒尺寸的增加稍有降低, 其强度和塑性受颗粒尺寸和热压温度共同影响, 当热压温度 610℃ 时, 界面反应严重, 随 B<sub>4</sub>C 颗粒尺寸增加, 强度先下降后上升, 塑性先上升后下降; 当热压温度 580℃ 时, 界面反应轻微, 复合材料强度逐渐下降, 塑性逐渐上升。颗粒尺寸、界面反应和基体材料等均影响 B<sub>4</sub>C 增强铝基复合材料的力学性能。

**关键词:** 粉末冶金; 颗粒尺寸; 致密度; 界面反应; 力学性能; 铝基复合材料

中图分类号: TB331 文献标志码: A 文章编号: 1000-3851(2019)04-0927-11

### Effects of particle size on interfacial reaction and mechanical properties of B<sub>4</sub>C reinforced aluminum matrix neutron absorber materials

TONG Pan<sup>1,2</sup>, LIN Li<sup>1</sup>, WANG Quanzhao<sup>\*2</sup>, ZHOU Yangtao<sup>2</sup>, XIAO Bolv<sup>2</sup>, Ma Zongyi<sup>2</sup>

(1. School of Materials Science and Engineering, Shenyang University of Technology, Shenyang 110870;

2. Institute of Metal Research, Chinese Academy of Science, Shenyang 110016)

**Abstract:** The pure Al and 6061Al matrix composites with 31% B<sub>4</sub>C particle sizes of 6.5–39.5 μm were respectively prepared by powder metallurgy. The microstructure and mechanical properties of composites were tested. The results show that the B<sub>4</sub>C particles were uniformly distributed in the matrix of all composites, and the densities reached above 99%. For pure Al matrix composites, with the increase of particle size, the densities and ductility increase gradually, and the strength decreases gradually. For 6061Al matrix composites, the densities increase slightly with the increase of particle size, and its strength and ductility are affected by the particle size and the hot-pressing temperature. When hot-pressing temperature is 610℃, the interface reaction is serious. With the increase of B<sub>4</sub>C particle size, the strength decreases first and then increases, while the ductility increases first and then decreases. When hot-pressing temperature is 580℃, the interface reaction is slight. The strength decreases gradually, and the ductility gradually increased gradually. The particle size, interface reaction and matrix material affect the mechanical properties of B<sub>4</sub>C reinforced aluminum matrix composites.

**Keywords:** powder metallurgy; particle size; density; interfacial reaction; mechanical properties; aluminum matrix composites

收稿日期: 2018-03-08; 录用日期: 2018-04-14; 网络出版时间: 2018-04-18 08:38

网络出版地址: <http://kns.cnki.net/kcms/detail/11.1801.tb.20180416.1558.010.html>

基金项目: 国家自然科学基金委员会-辽宁省人民政府联合基金(U1508216); 国家自然科学基金面上项目(51771194); 中国科学院青年创新促进会会员(2016179)

通讯作者: 王全兆, 博士, 副研究员, 研究方向为金属基复合材料 E-mail: qzhwang@imr.ac.cn

引用格式: 童攀, 林立, 王全兆, 等. 颗粒尺寸对 B<sub>4</sub>C 增强铝基中子吸收材料界面反应与力学性能的影响[J]. 复合材料学报, 2019, 36(4): 927-937.

TONG P, LIN L, WANG Q Z, et al. Effects of particle size on interfacial reaction and mechanical properties of B<sub>4</sub>C reinforced aluminum matrix neutron absorber materials[J]. Acta Materiae Compositae Sinica, 2019, 36(4): 927-937 (in Chinese).

中子吸收材料(NAM)通过其含有的大的中子吸收截面物质(如硼、镉、钆等)吸收热中子,从而抑制核裂变链式反应,主要用于核燃料与乏燃料贮存和运输,以保证贮运的次临界安全。NAM不但应具备良好的中子吸收能力,还应具有一定的强度来满足运输过程中的冲击、良好的耐腐蚀性以满足乏燃料的长期贮存要求,因此NAM应具有结构和功能一体化特性<sup>[1-3]</sup>。

$B_4C_p/Al$ 复合材料作为一种新型的中子吸收材料,不仅具有良好的耐腐蚀性和力学性能,而且 $^{10}B$ 含量远高于目前最常用的含硼不锈钢。特别是通过粉末冶金法制备的 $B_4C_p/Al$ 复合材料, $B_4C$ 颗粒分布均匀,含量可控且质量分数可高达40%,其有效 $^{10}B$ 面密度可达含硼不锈钢的5倍以上,非常适合乏燃料的高密度贮存和运输,因此可取代含硼不锈钢,现已获得广泛应用<sup>[4-5]</sup>。然而,我国 $B_4C_p/Al$ 复合材料主要依赖进口,阻碍了我国核电自主化和“走出去”的发展战略,因此有必要发展自主化的 $B_4C_p/Al$ 复合材料制备与加工技术。

$B_4C_p/Al$ 中 $B_4C$ 颗粒含量会影响其中子吸收效率,因此有关 $B_4C$ 颗粒含量对复合材料力学和物理性能的影响已有较多研究<sup>[6-7]</sup>。文献[1]虽然指出 $B_4C$ 颗粒尺寸小于200  $\mu m$ 时对中子吸收效率无明显影响,但 $B_4C$ 颗粒尺寸会影响复合材料的力学性能、热变形能力及原材料成本等,然而对此方面的研究鲜见报道。

需要指出的是, $B_4C_p/Al$ 制备过程中 $B_4C$ 颗粒与铝基体存在严重的复杂界面反应,消耗基体合金元素,制约时效强化效果<sup>[8]</sup>。不同 $B_4C$ 颗粒尺寸的比表面积和界面能不同,无疑会对界面反应程度及产物数量造成影响,因此 $B_4C$ 颗粒尺寸对复合材料性能的影响,较与铝基体反应轻微的SiC等颗粒更为复杂。虽然早期大量研究<sup>[9-11]</sup>报道了SiC颗粒尺寸对铝基复合材料力学性能的影响规律,但这种规律显然并不适用于 $B_4C_p/Al$ 复合材料。因而研究 $B_4C$ 颗粒尺寸对 $B_4C_p/Al$ 复合材料制备与性能的影响,对于优化复合材料的组分设计与制备工艺、改善性能具有重要的意义。

本文采用粉末冶金法制备了 $B_4C$ 质量分数为31%、基体分别为纯铝与6061Al合金的铝基复合材料,研究了 $B_4C$ 颗粒尺寸对 $B_4C/Al$ 复合材料密度、界面反应和抗拉强度的影响,以期期为31% $B_4C_p/Al$ 复合材料的工程化制备提供理论

依据。

## 1 实验材料及方法

实验采用牡丹江金刚钻碳化硼有限公司提供的 $B_4C$ 颗粒(纯度为96.5%)平均尺寸分别为6.5  $\mu m$ 、9.3  $\mu m$ 、17.3  $\mu m$ 、28  $\mu m$ 及39.5  $\mu m$ 。基体材料由鞍钢实业微细铝粉有限公司提供的采用平均粒径为13  $\mu m$ 的纯铝粉(纯度为99.9%)和自制的6061Al合金粉,6061Al合金的名义成分为Al-1.2Mg-0.6Si-0.3Cu。

采用自制高效混料机实现基体粉末和 $B_4C$ 粉末常规机械混合,混料机转速为50 r/min,球料质量比为1:1,混合时间为8 h。将混合均匀的粉末装入模具中,然后在自制真空热压炉中在30 MPa下真空热压制备出尺寸为直径50 mm、高度60 mm的坯锭。

为了系统研究颗粒尺寸和界面反应对复合材料力学性能的影响规律,本研究针对颗粒尺寸、热压温度、铝基体成分设计如下制备方案:(1)在热压温度为610 $^{\circ}C$ 、保温时间为2 h的参数下,制备出不同颗粒尺寸的31% $B_4C_p/Al$ 复合材料;(2)在热压温度为610 $^{\circ}C$ 和580 $^{\circ}C$ 、保温时间2 h的参数下,制备出不同颗粒尺寸的31% $B_4C_p/6061Al$ 复合材料。

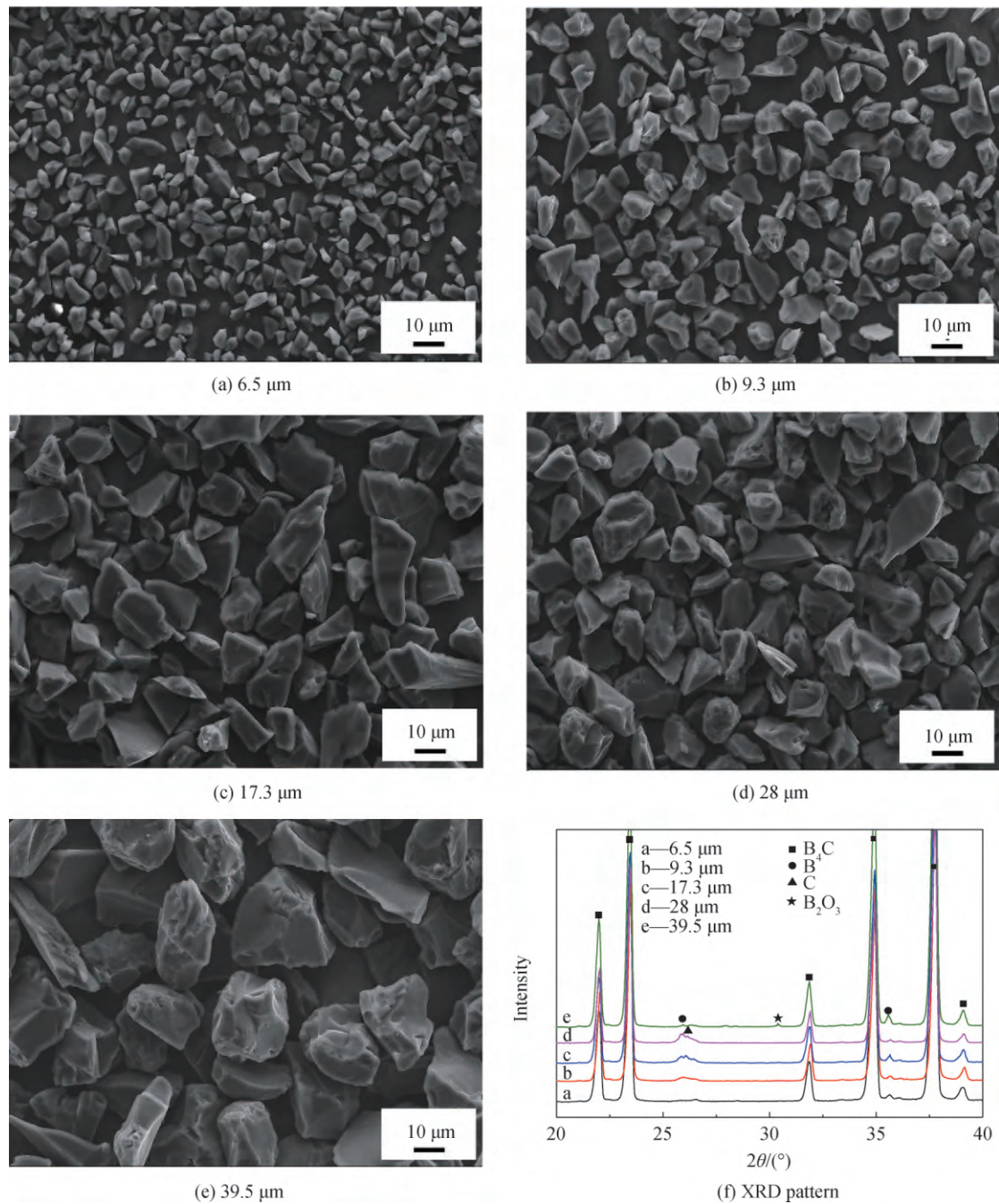
为了提高复合材料的力学性能,对上述实验中所有的热压坯锭在480 $^{\circ}C$ 下进行多道次锻压,锻压比为4:1,得到最终的锻饼厚度为15 mm。

采用阿基米德原理为基础,利用瑞士产Mettler Toledo天平及其密度组件测试复合材料的室温密度;采用初始应变速率为 $1 \times 10^{-3} s^{-1}$ 的美国INSTRON 5582 tester拉伸试验机测试复合材料的室温力学性能;采用德国Zeiss Axiovert 200 MAT光学显微镜(OM)、美国FEI Quanta 600扫描电镜(SEM)及日本理学公司D/max 2400 X射线衍射分析仪(XRD)对微观组织、断口形貌及相成分进行分析;采用美国FEI TECNAI G2 F20透射电镜(TEM)对界面反应状况进行分析。

## 2 结果与讨论

### 2.1 $B_4C$ 颗粒微观形貌和物相

图1为原始 $B_4C$ 颗粒微观形貌的SEM照片和XRD物相分析。从SEM照像中可以看出,原始 $B_4C$ 颗粒为不规则的多边形,有清晰明显的棱边和尖角,但随着颗粒尺寸的增加,尖角出现了

图1 不同尺寸原始  $B_4C_p$  形貌的 SEM 图像及 XRD 图谱Fig. 1 SEM micrographs and XRD patterns of as-received  $B_4C_p$  with different sizes

一定程度上的钝化, 而且颗粒表面变得粗糙。不同尺寸颗粒的 XRD 物相分析结果中出现了一些杂质峰, 主要包括单质 B 和 C 以及  $B_2O_3$  等氧化物。

## 2.2 31% $B_4C_p$ /Al 的致密度与微观组织

表 1 为热压温度  $610^\circ C$ 、不同  $B_4C$  颗粒尺寸的 31% $B_4C_p$ /Al 的实测密度、理论密度和相对密度。可以看出, 随着  $B_4C$  颗粒尺寸由  $6.5 \mu m$  增大到

$39.5 \mu m$ , 复合材料的相对密度由 99.02% 增加到 99.62%。采用纯铝作为基体时, 由于铝粉表面形成一层氧化铝薄膜, 在真空热压烧结过程中, 固相烧结困难, 材料热压致密化难度大。而在相同的  $B_4C$  含量(31%)条件下, 颗粒粒径越小, 其比表面积越大, 在复合材料中形成的界面越多, 导致固相烧结更加困难。因此当  $B_4C$  颗粒粒径减小时, 复合材料的致密性下降。

表 1 热压温度 610℃ 时不同颗粒尺寸 31%B<sub>4</sub>C<sub>p</sub>/Al 的密度  
Table 1 Densities of 31%B<sub>4</sub>C<sub>p</sub>/Al hot pressed at 610℃ with various B<sub>4</sub>C<sub>p</sub> sizes

Particle size/ $\mu\text{m}$	Measured density/ $(\text{g} \cdot \text{cm}^{-3})$	Theoretical density/ $(\text{g} \cdot \text{cm}^{-3})$	Relative density/%
6.5	2.614	2.640	99.02
9.3	2.617	2.640	99.13
17.3	2.625	2.640	99.43
28	2.627	2.640	99.51
39.5	2.630	2.640	99.62

图 2 为热压温度 610℃、不同 B<sub>4</sub>C 颗粒尺寸的 31%B<sub>4</sub>C<sub>p</sub>/Al 的微观组织图。可以看出, B<sub>4</sub>C 颗粒在铝基复合材料中整体分布较为均匀, 与基体结合较好, 界面较为平整, 无明显杂质颗粒, 也没有出现明显的孔洞、团聚现象。与原始 B<sub>4</sub>C 颗粒相比(图 1), 复合材料中的 B<sub>4</sub>C 颗粒的尖角未出现明显的变化。而且, 随着 B<sub>4</sub>C 颗粒尺寸的增加, 颗粒表面会出现裂纹并伴随有颗粒破碎的现象出现。图 2(d)中, 复合材料中 B<sub>4</sub>C 颗粒有明显的裂纹出现, 破碎的 B<sub>4</sub>C 颗粒随机地分布在基体中, 这是因为大

尺寸的 B<sub>4</sub>C 颗粒由于本身存在的晶体缺陷如层错等较多, 因此在复合材料制备与加工过程中破碎的倾向较大<sup>[12-13]</sup>。

### 2.3 31%B<sub>4</sub>C<sub>p</sub>/6061Al 的致密度与物相分析

表 2 为热压温度分别为 610℃ 和 580℃ 时, 不同颗粒尺寸的 31%B<sub>4</sub>C<sub>p</sub>/6061Al 的实测密度、理论密度和相对密度。与纯铝基体相比, 6061Al 基体的致密度有了提高。李玉泽等<sup>[14]</sup>进行了密实化的 B<sub>4</sub>C/6061Al 及 B<sub>4</sub>C/Al 混合粉末的 DSC 分析, 发现由于合金元素的加入使得混合粉末的熔化起始温度由混合粉末的 650℃ 降低到 600℃。这也就是说当热压温度为 610℃ 时, 相比于 B<sub>4</sub>C/Al 体系, B<sub>4</sub>C/6061Al 体系中出现了一定量的液相, 热压过程更容易密实。此外, 因为 Mg 元素的存在能够破坏铝粉表面的氧化膜, 从而使复合材料更加致密。

从表 2 中可以看出, 不同 B<sub>4</sub>C 尺寸的复合材料的相对密度都达到了 99.5% 以上, 且致密度随颗粒尺寸的减小而增大。相同含量的 B<sub>4</sub>C 颗粒下, 颗粒尺寸越小, 比表面积越大, 在热压过程中因界面反

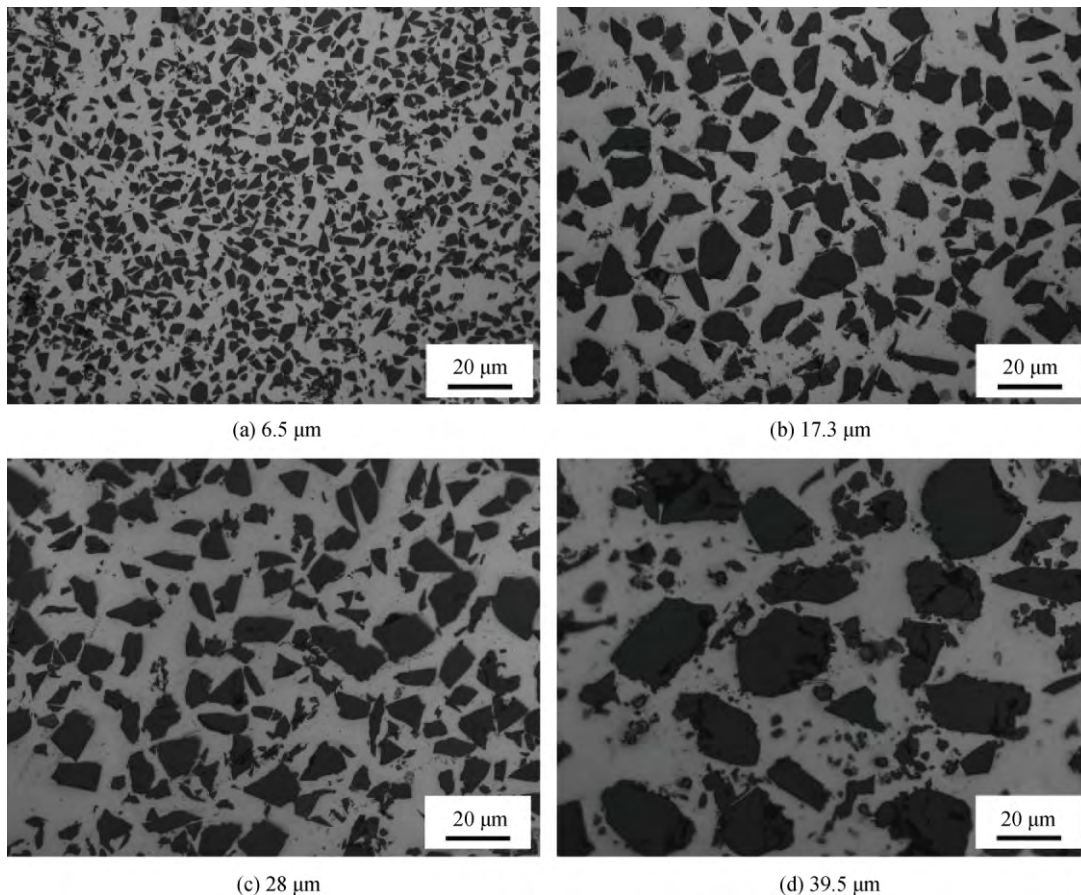


图 2 热压温度 610℃ 时不同 B<sub>4</sub>C 颗粒尺寸的 31%B<sub>4</sub>C<sub>p</sub>/Al 的微观组织  
Fig. 2 Optical micrographs of 31%B<sub>4</sub>C<sub>p</sub>/Al hot pressed at 610℃ with various B<sub>4</sub>C<sub>p</sub> sizes

表 2 不同热压温度和 B<sub>4</sub>C<sub>p</sub> 尺寸的 31%B<sub>4</sub>C<sub>p</sub>/6061Al 的密度  
Table 2 Densities of 31%B<sub>4</sub>C<sub>p</sub>/6061Al with various B<sub>4</sub>C<sub>p</sub> sizes under different hot-pressing temperatures

Particle Size/ $\mu\text{m}$	Theoretical density/ ( $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$ )	580 $^{\circ}\text{C}$			610 $^{\circ}\text{C}$	
		Measured density/ ( $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$ )	Relative density/%	Measured density/ ( $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$ )	Relative density/%	Relative density/%
6.5	2.627	2.624	99.89	2.636	100	
9.3	2.627	2.621	99.77	2.626	99.96	
17.3	2.627	2.620	99.73	2.624	99.89	
28.0	2.627	2.618	99.66	2.619	99.69	
39.5	2.627	2.615	99.54	2.617	99.62	

应生成的产物就越多。而界面反应产物会改善颗粒与基体之间的润湿性<sup>[15]</sup>, 在热压过程中使 B<sub>4</sub>C 颗粒与基体之间形成结合良好的界面, 从而使复合材料致密性提高。此外, 热压温度为 610 $^{\circ}\text{C}$  时, 31% B<sub>4</sub>C<sub>p</sub>/6061Al 复合材料的致密度高于热压温度为 580 $^{\circ}\text{C}$  时复合材料的致密度。一方面, 热压温度为 610 $^{\circ}\text{C}$  时, 复合材料中的液相多于热压温度为 580 $^{\circ}\text{C}$ , 热压过后复合材料会更致密; 另一方面, 热压温度为 610 $^{\circ}\text{C}$  时, 复合材料的界面反应相对严重, 界面反应产物较多, 改善了 B<sub>4</sub>C 颗粒与基体之间的结合, 从而使热压过后的复合材料更致密。

图 3 为不同热压温度下、不同 B<sub>4</sub>C 颗粒尺寸的 31% B<sub>4</sub>C<sub>p</sub>/6061Al 的 XRD 图谱。当热压温度为 580 $^{\circ}\text{C}$  时, 复合材料中除 Al、B<sub>4</sub>C 及少量反应产物 Al<sub>3</sub>BC 之外可以检测到 Mg<sub>2</sub>Si 存在。当 B<sub>4</sub>C 颗粒尺寸变化时, 时效强化相 Mg<sub>2</sub>Si 的含量基本保持不变, 说明在热压温度为 580 $^{\circ}\text{C}$  时, B<sub>4</sub>C 颗粒尺寸对界面反应的影响不大。当热压温度升高到 610 $^{\circ}\text{C}$  时, 复合材料中的反应产物相除了 Al<sub>3</sub>BC 之外, 还检测到了含 Mg 的反应产物相 MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 的存在。而且随着 B<sub>4</sub>C 颗粒尺寸的增加, Al<sub>3</sub>BC 和

MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 的含量逐渐降低, 时效强化相 Mg<sub>2</sub>Si 的含量逐渐增加。说明在热压温度为 610 $^{\circ}\text{C}$  时, B<sub>4</sub>C 颗粒尺寸对界面反应有明显的影

2.4 31%B<sub>4</sub>C<sub>p</sub>/6061Al 的微观组织和界面反应

图 4 为热压温度为 610 $^{\circ}\text{C}$  和 580 $^{\circ}\text{C}$ , 不同 B<sub>4</sub>C 颗粒尺寸的 31% B<sub>4</sub>C<sub>p</sub>/6061Al 的金相微观组织。在两个热压温度下, 虽然热压过程中复合材料中液相的含量相差较大, 但并没有影响 B<sub>4</sub>C 颗粒的分布均匀性, 复合材料中均没有观察到明显的孔洞。在同一热压温度下, 随着 B<sub>4</sub>C 颗粒尺寸的增加, B<sub>4</sub>C 颗粒同样出了破碎的现象, 而破碎的 B<sub>4</sub>C 颗粒随机地分布在基体中。相对于原始 B<sub>4</sub>C 颗粒, 在热压温度为 580 $^{\circ}\text{C}$  的复合材料中, B<sub>4</sub>C 颗粒基本保持着原始形貌, 尖角、棱边分明。但对于热压温度为 610 $^{\circ}\text{C}$  的复合材料, B<sub>4</sub>C 颗粒尖角明显钝化, 棱边不明锐, 这说明复合材料中发生了明显的界面反应。

图 5 为热压温度 610 $^{\circ}\text{C}$ 、颗粒尺寸为 28  $\mu\text{m}$  的 31% B<sub>4</sub>C<sub>p</sub>/6061Al 的 TEM 微观组织。从图中可知, 当热压温度为 610 $^{\circ}\text{C}$  时, B<sub>4</sub>C 颗粒与 Al 之间的界面结合良好, 且 B<sub>4</sub>C 颗粒周围覆盖了一层尺寸较厚的界面反应层, 界面反应产物主要为 Al 和 B<sub>4</sub>C

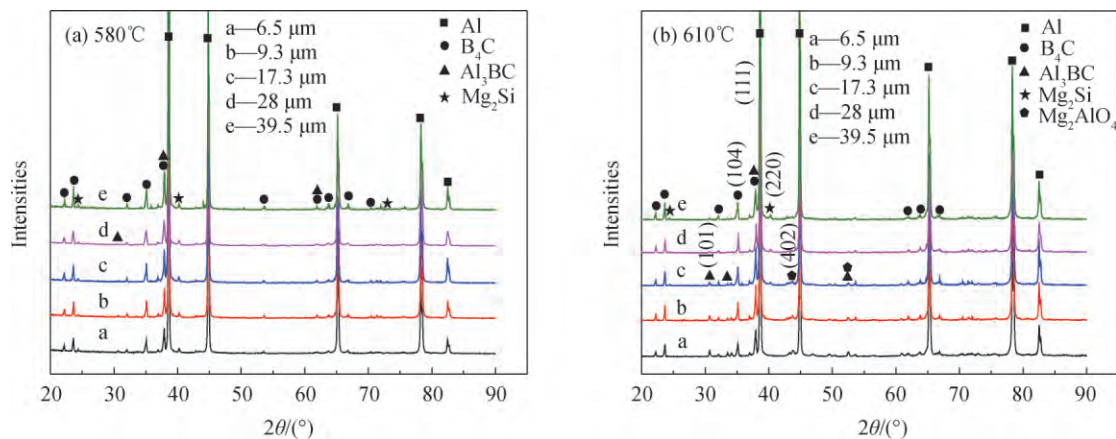


图 3 不同热压温度下时不同 B<sub>4</sub>C<sub>p</sub> 尺寸 31%B<sub>4</sub>C<sub>p</sub>/6061Al 的 XRD 图谱  
Fig. 3 XRD patterns of 31%B<sub>4</sub>C<sub>p</sub>/6061Al with various B<sub>4</sub>C<sub>p</sub> sizes under different hot-pressing temperatures

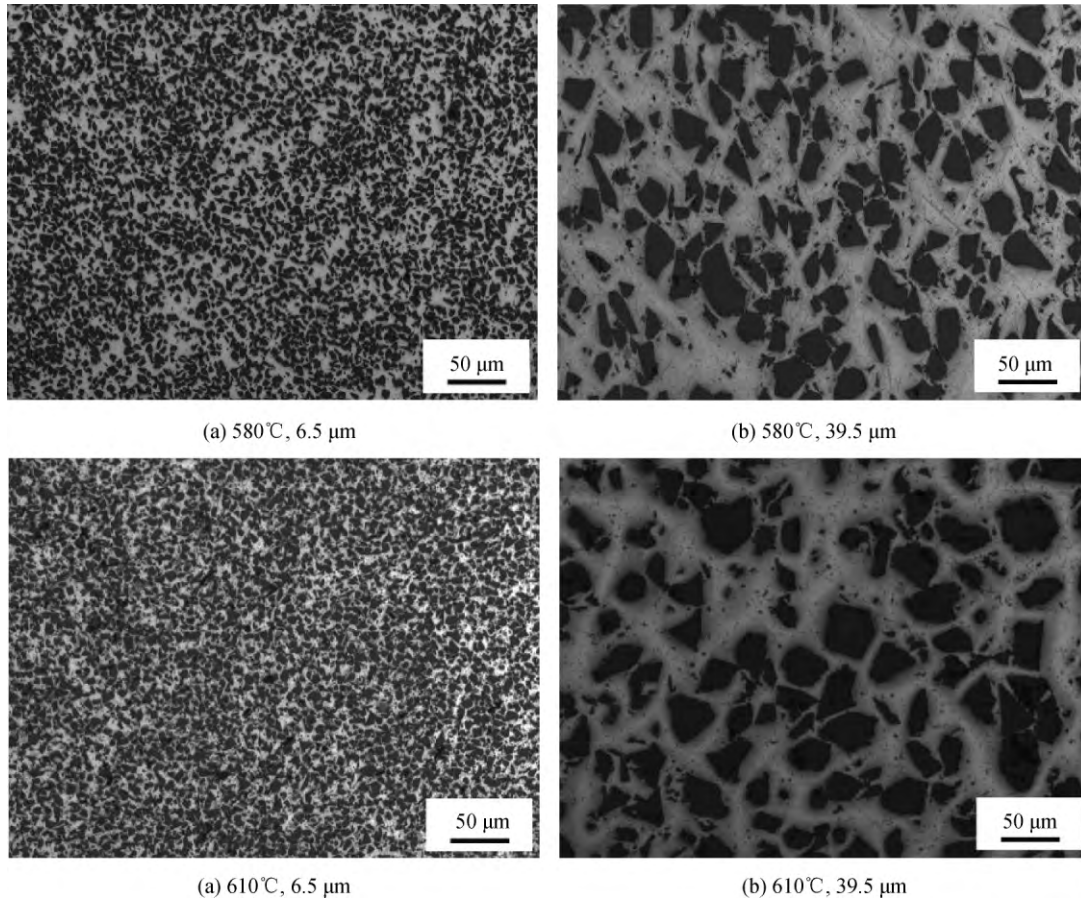


图 4 不同热压温度与 B<sub>4</sub>C 颗粒尺寸下 31%B<sub>4</sub>C<sub>p</sub>/6061Al 的微观组织

Fig. 4 Microstructures of 31%B<sub>4</sub>C<sub>p</sub>/6061Al composites with various hot-pressing temperatures and B<sub>4</sub>C sizes

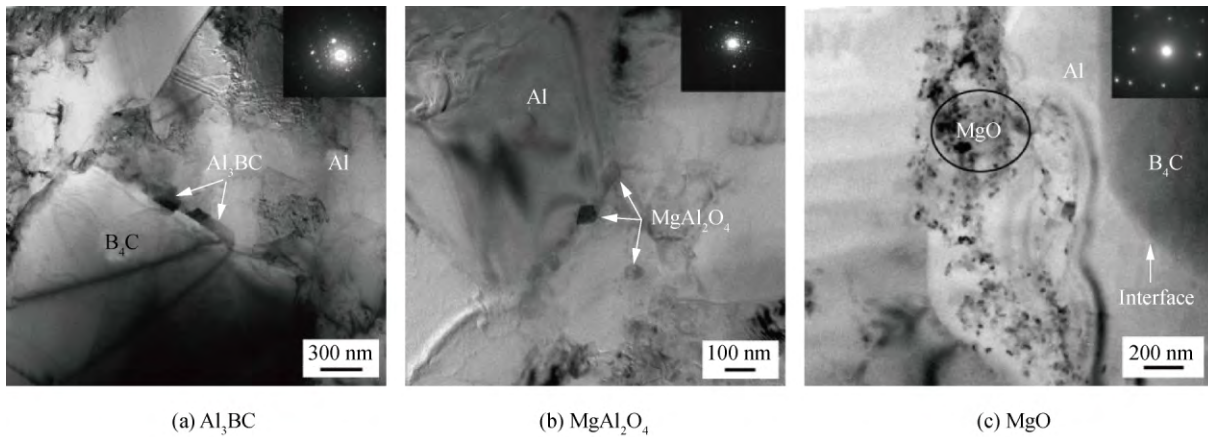


图 5 热压温度 610°C 与 B<sub>4</sub>C 颗粒尺寸 28 μm 的 31%B<sub>4</sub>C<sub>p</sub>/6061Al 的界面反应产物

Fig. 5 Interface reaction products of 31%B<sub>4</sub>C<sub>p</sub>/6061Al hot pressed at 610°C with B<sub>4</sub>C particle size of 28 μm

反应生成的 Al<sub>3</sub>BC。除此之外，在样品中还发现了含有合金元素 Mg 的反应产物，主要是 MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 和一些 MgO。Al<sub>3</sub>BC 分布于界面基体侧，在界面上形成不连续的反应层，Al<sub>3</sub>BC 的尺寸大约为 300 nm(图 5(a))。MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 主要分布于基体中而

不是 B<sub>4</sub>C<sub>p</sub>/6061Al 界面处，MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 的尺寸约为 100 nm，通常会团聚在一起(图 5(b))。虽然在 XRD 中并没有发现 MgO 的存在，但在图 5(c)中发现在 B<sub>4</sub>C 颗粒附近出现了一些颗粒尺寸小于 50 nm 的 MgO 团聚体。

为了评估热压温度 610℃ 下, 复合材料中 Al<sub>3</sub>BC、MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 及 Mg<sub>2</sub>Si 的含量随 B<sub>4</sub>C 颗粒尺寸增加的变化趋势, 对其在不同 B<sub>4</sub>C 颗粒尺寸的 31%B<sub>4</sub>C<sub>p</sub>/6061Al 中的相对含量进行计算。该计算是基于图 3(b) 的 XRD 图谱中 Al(111)、B<sub>4</sub>C(104)、Al<sub>3</sub>BC(101)、MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>(402) 及 Mg<sub>2</sub>Si(220) 晶面所对应峰的相对强度, 计算公式为<sup>[16]</sup>

$$H_x(\%) = \frac{I_x}{I_{Al} + I_x + I_{B_4C}} \times 100\% \quad (1)$$

式中,  $H_x$  为所计算物相 (Al<sub>3</sub>BC、MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 或 Mg<sub>2</sub>Si) 的含量,  $I_{Al}$  及  $I_{B_4C}$  分别为 XRD 图谱中 Al 与 B<sub>4</sub>C 晶面所对应的峰强度,  $I_x$  为所计算物相 XRD 图谱中晶面所对应的峰强度。计算结果如表 3 所示, 可知, 随着 B<sub>4</sub>C 颗粒尺寸的增加, 由于复合材料中所形成的界面减少, 界面反应减弱, 界面反应产物相 Al<sub>3</sub>BC 和 MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 的含量降低, 而合金强化相 Mg<sub>2</sub>Si 的含量增加。由此可见, 在热压温度 610℃ 下, B<sub>4</sub>C 颗粒尺寸对界面反应的影响较大。

表 3 热压温度 610℃ 不同 B<sub>4</sub>C<sub>p</sub> 尺寸的 31%B<sub>4</sub>C<sub>p</sub>/6061Al 中 Al<sub>3</sub>BC、MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 及 Mg<sub>2</sub>Si 的相对含量  
Table 3 Relative contents of Al<sub>3</sub>BC, MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> and Mg<sub>2</sub>Si in 31%B<sub>4</sub>C<sub>p</sub>/6061Al composite hot pressed at 610℃ with various particle sizes

Particle size/ $\mu\text{m}$	Relative content/%		
	Al <sub>3</sub> BC	MgAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	Mg <sub>2</sub> Si
6.5	0.30	0.24	0.10
9.3	0.26	0.21	0.12
17.3	0.21	0.19	0.15
28.0	0.15	0.17	0.17
39.5	0.12	0.13	0.21

## 2.5 31%B<sub>4</sub>C<sub>p</sub>/Al 的力学性能与断口形貌

图 6 为不同 B<sub>4</sub>C 颗粒尺寸的 B<sub>4</sub>C/Al 的力学性能。可以看出, 随着 B<sub>4</sub>C 颗粒尺寸由 6.5  $\mu\text{m}$  增加到 39.5  $\mu\text{m}$  时, 复合材料的屈服强度由 139 MPa 降低到 108 MPa, 抗拉强度由 216 MPa 降低到 154 MPa, 而延伸率则由 9% 增加到 11.2%。

颗粒增强的复合材料其力学性能是由增强体与基体以及它们之间的界面决定的<sup>[17-18]</sup>。颗粒增强金属基复合材料的主要强化机制是载荷从基体向增强体的传递, 增强体是载荷的主要承担体<sup>[19]</sup>。本实验通过粉末冶金法制备的复合材料中颗粒与基体形成的界面结合良好, 因此复合材料所受的载荷能够通过界面有效传递到增强体颗粒上。此外, 在颗

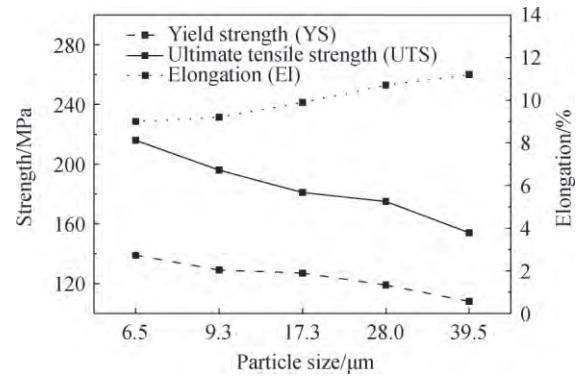


图 6 热压温度 610℃ 时不同 B<sub>4</sub>C 颗粒尺寸的 31%B<sub>4</sub>C<sub>p</sub>/Al 的力学性能

Fig. 6 Mechanical properties of 31%B<sub>4</sub>C<sub>p</sub>/Al hot pressed at 610℃ with various B<sub>4</sub>C<sub>p</sub> sizes

粒增强金属基复合材料中, 位错强化也是一种重要的强化机制。由于基体的热膨胀系数与增强体的热膨胀系数差异较大, 因而在热处理过程中会在界面产生极大的不匹配度, 这种不匹配在松弛之后使颗粒周围的基体区产生高密度的位错, 导致强化<sup>[20-22]</sup>。由热膨胀系数造成的位错强化可用下式计算:

$$\sigma_{dis} = 1.25Gb \left[ \frac{12V_p \Delta\alpha \Delta T}{D_p b (1 - V_p)} \right]^{0.5} \quad (2)$$

其中:  $D_p$  为增强体颗粒直径;  $V_p$  为增强体的体积分数;  $G$  和  $b$  为铝基体的剪切模量和柏氏矢量;  $\Delta\alpha$  为 Al 与增强体的热膨胀系数差;  $\Delta T$  为固溶处理时的温度差。从式(2)中可以看出, 增强体与铝的热膨胀系数差越大, 增强体颗粒的尺寸越小, 位错强化效果越好, 复合材料的强度越高。

图 7 为热压温度 610℃、不同 B<sub>4</sub>C 颗粒尺寸的 31%B<sub>4</sub>C<sub>p</sub>/Al 的拉伸断口的 SEM 照片。可以看出, B<sub>4</sub>C<sub>p</sub>/Al 复合材料表现出明显的韧性断裂特征, 断口出现了明显的韧窝。小尺寸 B<sub>4</sub>C 颗粒复合材料的拉伸断口由小韧窝组成(图 7(a)), 断口上极少看到裸露的 B<sub>4</sub>C 颗粒存在。而大尺寸 B<sub>4</sub>C 颗粒复合材料断口表面出现大量裸露的 B<sub>4</sub>C 颗粒(图 7(b)~7(d)), B<sub>4</sub>C 颗粒之间的铝基体存在较大的塑性变形。在复合材料塑性变形过程中, 大尺寸的 B<sub>4</sub>C 颗粒较难协同基体流动, 由此容易产生应力集中而导致颗粒发生断裂。此外大尺寸的 B<sub>4</sub>C 颗粒复合材料, 可自由变形的基体区域明显增大, 此时颗粒对塑性变形的约束较小, 故其塑性有明显的改善。这与以前的有关 SiC<sub>p</sub>/Al 复合材料的研究结果<sup>[23-25]</sup>一致。

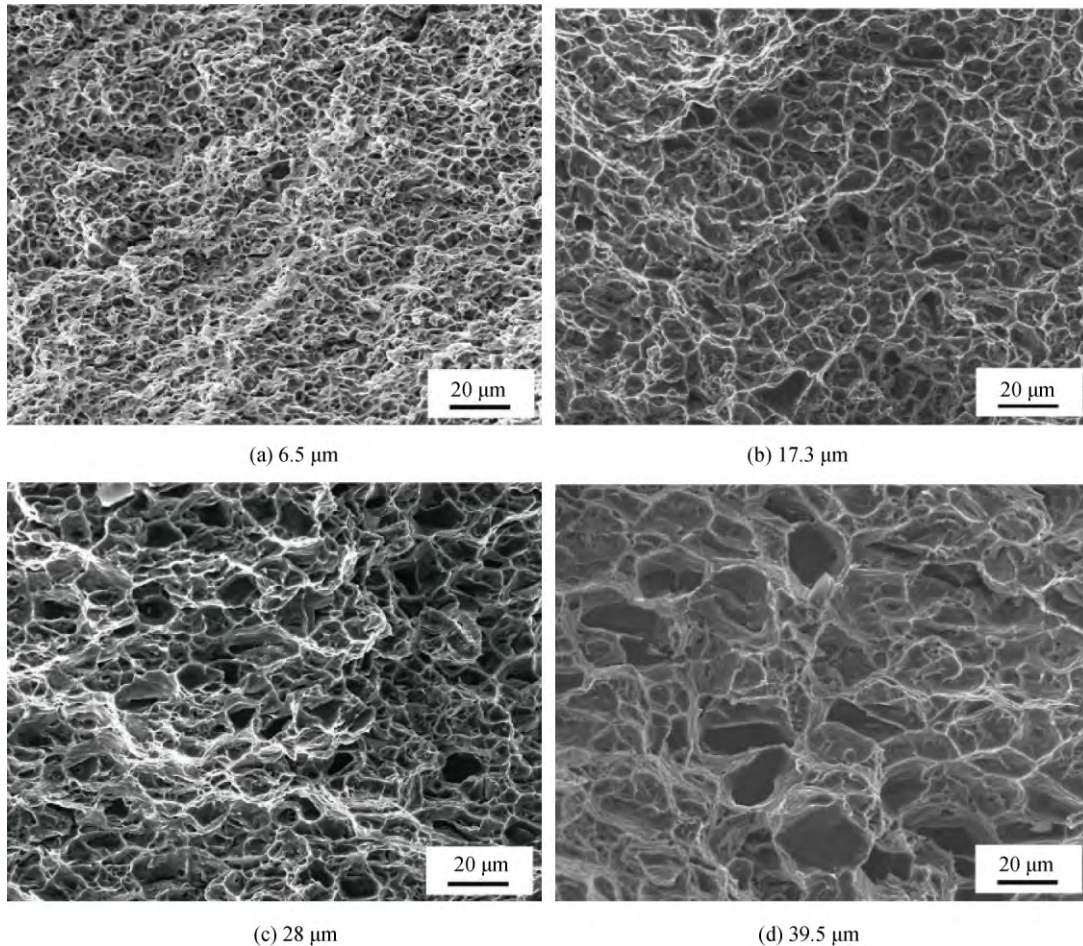


图 7 热压温度 610°C 时不同 B<sub>4</sub>C 颗粒尺寸的 31%B<sub>4</sub>C<sub>p</sub>/Al 的拉伸断口形貌  
 Fig. 7 Fractographs of 31%B<sub>4</sub>C<sub>p</sub>/Al hot pressed at 610°C with various B<sub>4</sub>C sizes

2.6 31%B<sub>4</sub>C<sub>p</sub>/6061Al 的力学性能与断口形貌

图 8 为不同热压温度、不同 B<sub>4</sub>C 颗粒尺寸的 31%B<sub>4</sub>C<sub>p</sub>/Al 的力学性能。热压温度为 580°C 时，随着 B<sub>4</sub>C 颗粒尺寸的增加，复合材料的强度逐渐降低，而塑性逐渐升高。B<sub>4</sub>C 颗粒尺寸为 6.5 μm 时，复合材料强度最高，抗拉强度值约为 302 MPa。当

热压温度由 580°C 升高到 610°C 时，随着 B<sub>4</sub>C 颗粒尺寸的增加，复合材料出现了强度先下降后上升，塑性先升高后下降的现象。这是因为当热压温度 610°C 时，载荷传递效应和时效强化呈相反的作用趋势，随着颗粒尺寸的增加，载荷传递效应降低，但消耗 Mg 元素的界面反应减弱，使得时效强

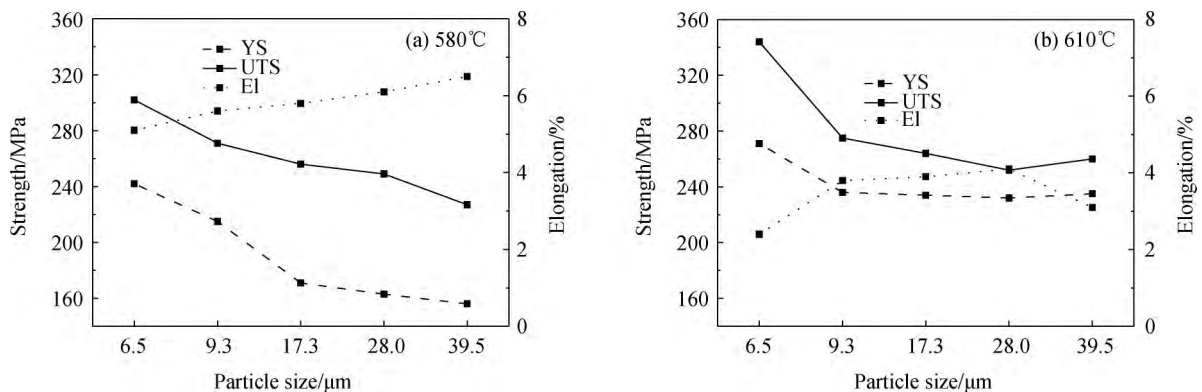


图 8 不同热压温度下 31%B<sub>4</sub>C<sub>p</sub>/6061Al 的力学性能随 B<sub>4</sub>C 颗粒尺寸变化  
 Fig. 8 Variation of mechanical properties of 31%B<sub>4</sub>C<sub>p</sub>/6061Al with B<sub>4</sub>C sizes at different hot-pressing temperatures



化相  $Mg_2Si$  含量增加。当颗粒尺寸为  $39.5 \mu m$  时, 时效强化增强效果超过载荷传递降低效果, 从而使强度反而提高。

图 9 为不同热压温度、不同  $B_4C$  颗粒尺寸的  $31\%B_4C_p/6061Al$  的拉伸断口 SEM 照片。可见,

复合材料表现出一定的韧性, 断口由韧窝及一定长度的撕裂棱组成, 断口上没有观察到断裂  $B_4C$  颗粒。热压温度为  $580^\circ C$  的复合材料断口相对于热压温度为  $610^\circ C$  的复合材料变得更加平整。随着  $B_4C$  颗粒尺寸的增加, 裸露的  $B_4C$  颗粒也越来越多。

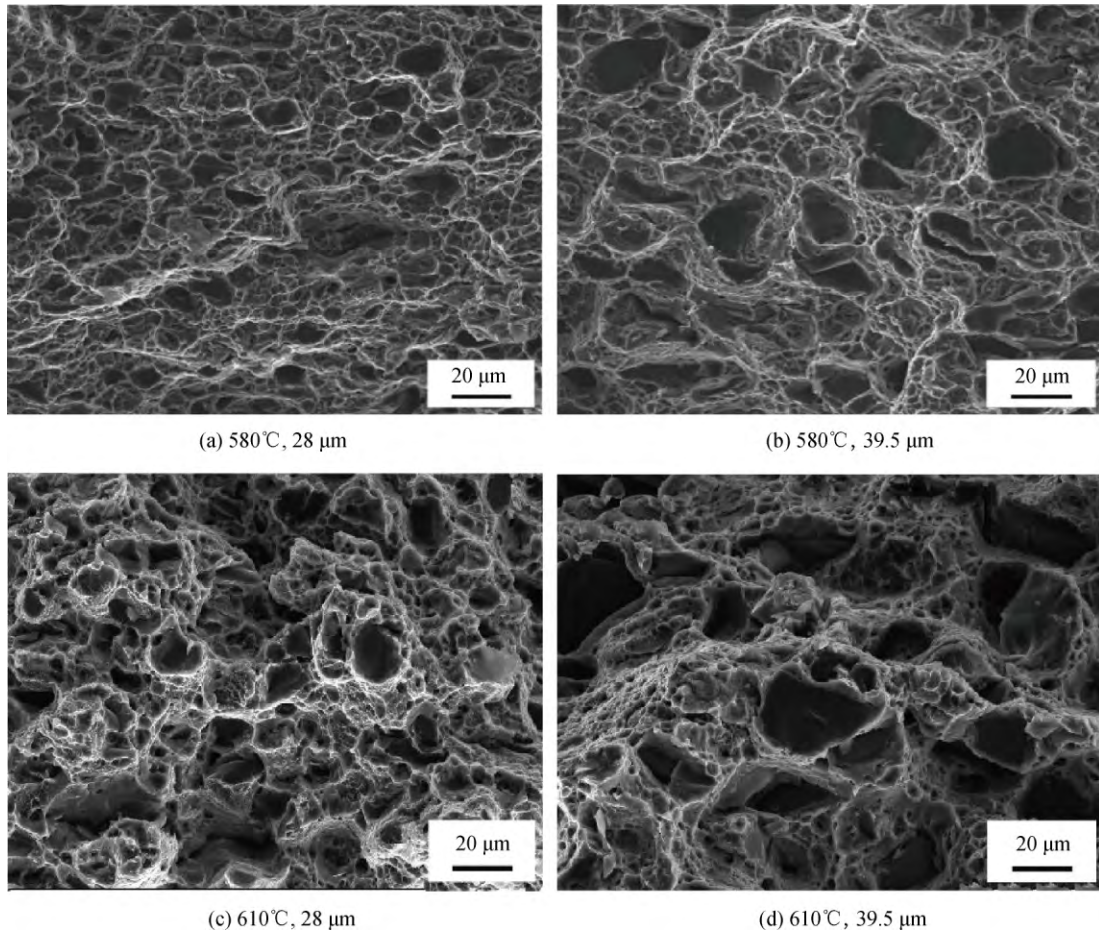


图 9 不同热压温度和不同  $B_4C$  颗粒尺寸的  $31\%B_4C_p/6061Al$  的拉伸断口形貌

Fig. 9 Fractographs of  $31\%B_4C_p/Al$  with various hot-pressing temperatures and  $B_4C$  sizes

### 3 结 论

(1) 在  $31\%B_4C_p/Al$  复合材料中, 复合材料的致密度达到了  $99\%$  以上。随着  $B_4C$  颗粒尺寸增大, 复合材料的致密度增加, 强度逐渐降低, 塑性逐渐升高。而且小颗粒  $B_4C/Al$  复合材料具有小韧窝断口的特征, 而大颗粒  $B_4C$  增强铝基复合材料断口上有较多裸露的  $B_4C$  颗粒, 这与  $B_4C$  颗粒断裂有关。

(2) 在  $31\%B_4C_p/6061Al$  复合材料中, 复合材料的致密度达到了  $99.5\%$  以上, 且致密度随颗粒尺寸的增加而降低。当热压温度为  $580^\circ C$  时, 随着  $B_4C$  颗粒尺寸增加, 复合材料的强度逐渐降低, 塑

性逐渐增加。而当热压温度为  $610^\circ C$  时, 随着  $B_4C$  颗粒尺寸增加, 复合材料的强度先下降再上升, 塑性则先增加再下降。

(3) 当热压温度为  $580^\circ C$  时,  $B_4C_p/6061Al$  复合材料的界面反应轻微, 反应产物主要是  $Al_3BC$ , 由颗粒尺寸引起的界面对复合材料的力学性能基本无影响。但是当热压温度为  $610^\circ C$  时,  $B_4C_p/6061Al$  复合材料的界面反应剧烈, 且颗粒尺寸越小, 界面反应越严重。界面反应产物除了主要产物相  $Al_3BC$  外, 还有  $MgAl_2O_4$  和  $MgO$  的产物相, 由颗粒尺寸引起的界面对复合材料的力学性能的影响较大。

## 参考文献:

- [1] Handbook of neutron absorber materials for spent nuclear fuel transportation and storage applications-2009 edition[M]. EPRI; Palo Alto, CA. 2009: 1019110.
- [2] 李刚, 简敏, 王美玲, 等. 反应堆乏燃料贮存用中子吸收材料的研究进展[J]. 材料导报: 综述篇, 2011, 25(13): 110-113.  
LI Gang, JIAN Min, WANG Meiling, et al. Research progress of neutron absorbing materials for storage and transport of reactor spent fuel[J]. Materials Review: A review, 2011, 25(13): 110-113 (in Chinese).
- [3] 徐鸿. 高储存密度乏燃料组件储架系统的结构特点与分析[J]. 核动力工程, 1995(4): 353-357.  
XU Hong. Structure characteristics and analysis of high storage density spent fuel assembly system[J]. Nuclear Power Engineering, 1995(4): 353-357 (in Chinese).
- [4] LEE B, KANG S. Low-temperature processing of  $B_4C$ -Al composites via infiltration technique[J]. Materials Chemistry and Physics, 2001, 67(1): 249-255.
- [5] ROBINO C, CIESLAK M. High-temperature metallurgy of advanced borated stainless steels[J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 1995, 26(7): 1673-1685.
- [6] POZDNIIAKOV A V, LOTFY A, Qadir A. Effect of the  $B_4C$  content on the structure and thermal expansion coefficient of the Al-5% Cu alloy-based metal-matrix composite material[J]. Physics of Metals and Metallography, 2016, 117(8): 783-788.
- [7] OZKAYA S, CANAKCI A. Effect of the  $B_4C$  content and the milling time on the synthesis, consolidation and mechanical properties of AlCuMg- $B_4C$  nanocomposites synthesized by mechanical milling[J]. Powder Technology, 2016, 297: 8-16.
- [8] LI Yuze, WANG Quanzhao, WANG Wenguang, et al. Interfacial reaction mechanism between matrix and reinforcement in  $B_4C/6061Al$  composites[J]. Materials Chemistry and Physics, 2015, 154: 107-117.
- [9] SONG Min, HUANG Baiyun. Effects of particle size on the fracture toughness of  $SiC_p/Al$  alloy metal matrix composites[J]. Materials Science and Engineering A, 2008, 488: 601.
- [10] MILAN M, BOWEN P. Tensile and fracture toughness properties of  $SiC_p$  reinforced Al alloys: Effects of particle size, particle volume fraction, and matrix strength[J]. Journal of Materials Engineering and Performance, 2004, 13: 775.
- [11] MOHANAKUMARA C K, RAJASHEKAR H. Development and Mechanical Properties of  $SiC$  Reinforced Cast and Extruded Al Based Metal Matrix Composites[J]. Procedia Material Science, 2014, 5: 934-943.
- [12] 李倩倩. 粉末冶金法制备  $SiC/Sn/Al$  复合材料及其性能的研究[D]. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学, 2013.  
LI Qianqian. Preparation and properties of  $SiC/Sn/Al$  composite material by powder metallurgy[D]. Harbin: Harbin Institute of Technology, 2013 (in Chinese).
- [13] 谢文, 刘越, 张振伟, 李德松, 毕敬. 挤压温度对 15vol%  $SiC_p/Mg-9Al$  镁基复合材料拉伸性能与断口形貌的影响[J]. 复合材料学报, 2006, 23(6): 127-133.  
XIE Wen, LIU Yue, ZHANG Zhenwei, LI Desong, BI Jing. Effect of extrusion temperature on tensile properties and fracture morphology of 15vol%  $SiC_p/Mg-9Al$  magnesium matrix composites[J]. Acta Materiae Compositae Sinica, 2006, 23(6): 127-133 (in Chinese).
- [14] 李玉泽.  $B_4C/6061Al$  复合材料的制备及搅拌摩擦焊接[D]. 沈阳: 中国科学院金属研究所, 2015.  
LI Yuze. Fabrication and friction stir welding of  $B_4C/6061Al$  composite[D]. Shenyang: Institute of Metal Research, Chinese Academy of Science, 2015 (in Chinese).
- [15] 马俊林, 钱陈豪, 薛克敏.  $SiC_p/Al$  基复合材料在等径角挤压变形中的界面原子扩散行为[J]. 复合材料学报, 2016, 33(2): 334-340.  
MA Junlin, QIAN Chenhao, XUE Kemin. Behavior of interfacial atom diffusion in  $SiC_p/Al$  matrix composites deformed during equal channel angular pressing and torsion[J]. Acta Materiae Compositae Sinica, 2016, 33(2): 334-340 (in Chinese).
- [16] JIANG Q C, WANG H Y, MA B X. Fabrication of  $B_4C$  particulate reinforced magnesium matrix composite by powder metallurgy[J]. Alloys and Compounds, 2005, 386(2): 177-181.
- [17] 邓坤坤, 王翠菊, 王晓军.  $SiC_p/AZ91$  复合材料的显微组织、力学性能及强化机制[J]. 复合材料学报, 2014, 31(2): 388-395.  
DENG Kunkun, WANG Cuiju, WANG Xiaojun. Microstructure, mechanical properties and strengthening mechanism of  $SiC_p/AZ91$  composites[J]. Acta Materiae Compositae Sinica, 2014, 31(2): 388-395 (in Chinese).
- [18] 康忻蒙, 程小全, 郗正能, 等.  $SiC_p/Al$  复合材料的拉伸性能[J]. 复合材料学报, 2009, 26(4): 83-88.  
KANG Xinmeng, CHENG Xiaoquan, LI Zhengneng, et al. Tensile mechanical properties of  $SiC_p/Al$  composites[J]. Acta Materiae Compositae Sinica, 2009, 26(4): 83-88 (in Chinese).

- nese).
- [19] KENNEDY A R, BRAMPTON B. The reactive wetting and incorporation of B<sub>4</sub>C particles into molten aluminium [J]. *Scripta Materialia*, 2001, 44(7): 1077-1082.
- [20] 樊建中, 姚忠凯, 杜善义, 等. SiC 颗粒增强金属基复合材料弹性模量与界面结合状况关系研究 [J]. *复合材料学报*, 1988, 15(2): 1-5.
- FAN Jianzhong, YAO Zhongkai, DU Shanyi, et al. Study on the relationship between elastic modulus and interface of SiC particle reinforced metal matrix composites [J]. *Acta Materialiae Composites Sinica*, 1988, 15(2): 1-5 (in Chinese).
- [21] ASGHARZADEH H, SIMCHI A. Supersolidus liquid phase sintering of Al6061/SiC metal matrix composites [J]. *Powder Metallurgy*, 2009, 52(1): 28-35.
- [22] CESCHINI L, MINAK G, MORRI A. Forging of the AA2618/20vol. % Al<sub>2</sub>O<sub>3p</sub> composite: Effects on microstructure and tensile properties [J]. *Composites Science and Technology*, 2009, 69(11): 1783-1789.
- [23] SLIPENYUK A, KUPRIN V, MILMAN Y. The effect of matrix to reinforcement particle size ratio (PSR) on the microstructure and mechanical properties of a P/M processed AlCuMn/SiC<sub>p</sub> MMC [J]. *Materials Science and Engineering A*, 2004, 381: 165.
- [24] FOGAGNOLO J B, VELASCO F, ROBER M H. Effect of mechanical alloying on the morphology, microstructure and properties of aluminium matrix composite powders [J]. *Materials Science and Engineering A*, 2003, 342: 131.
- [25] BEFFORT O, LONG S, CAYRON C. Alloying effects on microstructure and mechanical properties of high volume fraction SiC-particle reinforced Al-MMCs made by squeeze casting infiltration [J]. *Composites Science and Technology*, 2007, 67: 737-745.