文章编号: 1004-0609(2008)03-0433-06

SiC_p/Al-Fe-V-Si 复合材料组织与性能的热稳定性

贺毅强¹,陈振华¹,王 娜²,郝 亮¹,陈志钢¹,陈 刚¹

(1. 湖南大学 材料科学与工程学院,长沙 410082;2. 淮海工学院 机械工程学院,连云港 222005)

摘 要:为研究 SiC_{P/}Al-Fe-V-Si 复合材料的热稳定性,对多层喷射沉积技术制备的 SiC 颗粒增强 Al-Fe-V-Si 合金 经过不同温度下的热稳定性实验后进行了硬度检测,并对其显微组织进行了电镜观察。结果表明:随着基体合金 材料中 Fe 含量的提高,复合材料的组织和力学性能具有更好的高温稳定性。添加 SiC 颗粒后,SiC 颗粒向基体中 注入 Si,由于基体中 Si 浓度的提高,减慢了合金中第二相弥散粒子的粗化和分解,与未添加 SiC 颗粒的合金材 料相比,添加 SiC 颗粒复合材料的组织和力学性能具有更好的高温稳定性。 关键词:多层喷射沉积;SiC; Al-Fe-V-Si 合金;热稳定性

中图分类号: TG 146.2 文献标识码: A

Thermostability of hardness and microstructure of SiC_p/Al-Fe-V-Si composite

HE Yi-qiang¹, CHEN Zhen-hua¹, WANG Na², HAO Liang¹, CHEN Zhi-gang¹, CHEN Gang¹

(1. College of Materials Science and Engineering, Hunan University, Changsha 410082;

2. College of Mechanical Engineering, Huaihai Institute of Technology, Lianyungang 222005, China)

Abstract: The Al-Fe-V-Si alloys reinforced with SiC particles were prepared by multi –layer spray deposition, the hardness was measured by Brinell hardness tester, and the microstructures were observed by TEM. The results show that, with Fe content in the composites increasing, the thermostability of the composites is improved further. The SiC particles injecting Si into matrix slow the coarsening and decomposition of second-phase dispersion particulates by elevation of Si concentration. Compared with alloys without SiC particles, the alloys with SiC particles are characterized with microstructure and mechanical property of better thermostability.

Key words: multi-layer spray deposition; SiC; Al-Fe-V-Si alloy; thermostability

快速凝固 Al-Fe-V-Si 合金组织由于在α-Al基体上 弥散分布高体积分数的细小近球状硅化物粒子,因此, 具有良好的室温和高温综合性能。但该合金在冷速较 低的条件下容易生成粗大的初生金属间化合物相粒 子、初生准晶相及粗胞晶组织,且容易造成显微组织 不均匀,从而损害了其力学性能^[1-2]。有研究发现, Al-Fe-V-Si 合金挤压件呈现出一层细小的硅化物粒子 及一层粗大的硅化物粒子带状组织,对其力学性能有 影响^[3]。因此,研究高温下合金显微组织及性能变化 显得尤为重要和必要。有学者研究了 Al-8.5Fe-1.3V-1.7Si 合金在不同温度下的热稳定性,发现合金在 540 ℃退火 100 h 后出现了针状组织,但未研究 Al-Fe-V-Si/SiC 复合材料的热稳定性^[4-5]。有学者对 Al-8.5Fe-1.3V-1.7Si(质量分数,%)进行了热暴露实验,发现在 427 ℃暴露 100 h 后室温拉伸性能基本保持不变,在超 过 427 ℃后,脆性断口出现,拉伸性能突然下降。在

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(50304008)

收稿日期: 2007-06-15; 修订日期: 2007-12-29

通讯作者: 陈振华, 博士生导师, 教授; 电话: 0731-8821648; E-mail: ant210@sina.com

482 ℃暴露 100 h 后,在拉伸断口观察到 Al₁₃Fe₄,但 没有涉及复合材料^[3]。HAMBLETON 等^[6]对比研究了 未添加 SiC 颗粒和添加 SiC 颗粒强化的 Al-Fe-V-Si 合 金,发现未强化的合金在 550 ℃暴露 100 h 后出现了 粗大的 Al₁₃Fe₄相,但强化合金在 600 ℃下暴露 100 h 后也没有出现 Al₁₃Fe₄相。前期研究发现,运用多层喷 射沉积技术能够制备出组织细小均匀、性能优良的 Al-Fe-V-Si/SiC 复合材料,且在热加工过程中保持组织 和性能稳定^[7-8]。本文作者研究了不同成分的 Al-Fe-V-Si/SiC 复合材料在不同温度下退火后显微组织和力 学性能的变化,并对比研究了未添加 SiC 颗粒的 Al-Fe-V-Si 合金组织和力学性能的演变,研究了 SiC 颗粒以及成分和温度对热稳定性的影响,为在实际应 用中最大限度地利用材料的高温性能提供指导。

1 实验方法

在湖南大学材料学院自行研制的多层喷射沉积设备^[9]上制备了 Al-Fe-V-Si/SiC 复合材料,基体合金材料的名义成分分别为 Al-8.5Fe-1.3V-1.7Si(FVS0812)和 Al-10Fe-1.3V-2Si(FVS1012)(质量分数),添加的 SiC 颗粒的平均粒度为 10 µm,体积分数为 15%,用于对比研究的合金名义成分为 Al-8.5Fe-1.3V-1.7Si。沉积坯经过挤压一轧制工艺获得厚度为 1.5 mm 左右的薄板,挤压比为 11,挤压温度和轧制温度均为 490 ℃。对 3 类成品薄板(FVS0812、FVS0812/15SiC_P、FVS1012/15SiC_P)同炉进行退火处理,退火工艺如表 1 所列。退火试样在 HBRVU-187.5 型布洛维光学硬度计上测试硬度,用 JSM-5600 型透射电镜观察显微组织变化。

表1 合金及复合材料的退火工艺

Tabl	e 1	Anneali	ng p	parameters	of	alloys	and	composi	tes
------	-----	---------	------	------------	----	--------	-----	---------	-----

Number	Annealing parameters						
1	250, 350, 450, 500 and 550 °C for 1, 3, 5, 10, 20,						
1	50, 70, 100, 150 and 200 h						
2	600 and 630 °C for 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 and 10 h						

2 结果与分析

2.1 硬度的演变

图 1 所示为 FVS0812/15SiC_P、FVS1012/15SiC_P 及 FVS0812 在不同温度下退火不同时间的硬度曲线。 由图 1 可看出,无论是否添加 SiC 颗粒,材料经过

250 和 350 ℃下退火,其硬度都没有下降,反而有所 上升,如 FVS0812/15SiCp和 FVS1012/15SiCp在 250 ℃ 经短时间(FVS1012/SiCp退火10h左右,FVS0812/SiCp 退火 25 h 左右)退火后,其硬度有一定程度的上升。 这种在 200~400 ℃间短时间退火硬度反而上升的现象 也有报道[10-11]。有人将此归因于材料在退火处理过程 中晶粒的粗化,认为晶粒适度粗化能降低不均匀变形 程度和防止流变软化的发生,从而使材料强度和塑性 都有所提高[12]。但也有学者认为这和材料中的某种原 子簇聚有关, Al-Fe-V-Si 合金在 300~427 ℃的热处理 促使了簇聚的形成,从而使材料硬度有所提高[13]。由 图 1(d)可知,没有添加 SiC 的 FVS0812 合金材料在 500 ℃退火数小时后,硬度就有明显下降;退火10 h 后,其硬度(HB)从135下降到了125,退火50h后下 降到了 115, 这与文献[5]中 FVS0812 合金经 540 ℃退 火 100 h 后硬度无明显下降也有一定的区别。而 FVS0812/15SiC_P 和 FVS1012/15SiC_P 在 550 ℃退火 200 h 后硬度都没有明显下降(见图 1(e)); 3 种材料经 600 ℃退火1h后,硬度明显下降,而FVS1012/15SiC_P 下降不明显(见图 1(f)); 经 630 ℃退火, 3 种材料的硬 度都迅速下降,但 FVS0812 更为显著(见图 1(g))。

图 2 所示为 3 种材料在不同温度退火相同时间后 硬度对比。由图 2 可看出,当温度高于 450℃后,添 加 SiC 颗粒的复合材料与未添加 SiC 颗粒的合金材料 相比,其热稳定性能表现出比较明显的优势,同时, Fe 含量较高的 FVS1012/15SiC_P 与 Fe 含量相对较低的 FVS0812/15SiC_P 相比,其耐热性能也更加优异。

由图1和2可看出,与未添加SiC颗粒的FVS0812 合金材料相比,添加SiC颗粒后的FVS0812/15SiC_P 复合材料的力学性能具有更高的热稳定性;而与 FVS0812/15SiC_P相比,FVS1012/15SiC_P的力学性能的 热稳定性更优异。退火过程中显微组织的演变也正好 证明了这一点。

2.2 显微组织的演变

图 3 所示为 Al-Fe-V-Si 合金及其复合材料在不同 温度下退火不同时间的显微组织变化。由图 3 可以看 出,通过喷射沉积工艺制备的耐热铝合金及其复合材 料,其弥散细小的 α-Al₁₂(Fe, V)₃Si 为体心立方相,粗 化率极小,不易分解,在高达 550 ℃时仍保持其类球 形貌,具有良好的热稳定性。由图 3(a)和(b)可看出, 其第二相(Al₁₂(Fe,V)₃Si)粒子尺寸和形状都相近,都为 近球状,尺寸为 50~80 nm,位错缠结在第二相粒子上, Hardness, HB

150 (a)

140

130

120∟ 0

140

135

130

125

120

115

110

Hardness, HB

(c)

50

100

Time/h

VS0812

FVS0812/SiC

FVS1012/SiC

FVS0812

150

FVS0812/SiC

FVS1012/SiC

200



140[(f)

130





100

100

Time/h

Time/h

Fig.1 Hardness change of Al-Fe-V-Si alloy and composites annealing at different temperatures for different time: (a) 250 °C; (b) 350 °C; (c) 450 °C; (d) 500 °C; (e) 550 °C; (f) 600 °C; (g) 630 °C

由此可看出,在变形过程中弥散细小的第二相粒子对 位错的钉扎作用。而未添加 SiC 颗粒的 FVS0812 材料 的第二相粒子相对粗大,约为 500 nm,由于颗粒粗大, 不能有效钉扎位错,因此,无位错缠结现象。由图 3(d)~(f)可知,FVS0812/15SiCp中的第二相粒子有一定

程度的长大,为 100~200 nm。而 FVS1012/15SiC_P中的第二相粒子几乎没有长大(约为 100 nm),依然保持细小弥散(见图 3(e))。由图 3(d)和(e)可看出,第二相粒子上没有位错缠结现象,这是由于在退火过程中发生回复。而 FVS0812 在 550 ℃下退火 200 h 后其晶界

FVS0812

150

150

FVS0812

FVS0812/SiC

FVS1012/SiC

FVS0812

FVS0812/SiC

FVS1012/SiC

FVS0812/SiC

FVS1012/SiC

200

200



图 2 Al-Fe-V-Si 合金及其复合材料在不同温度下退火的硬度变化

Fig.2 Hardness change of Al-Fe-V-Si alloy and composites annealing at different temperatures (250, 350, 450, 500 and 550 $^{\circ}$ C for 200 h, 600 and 630 $^{\circ}$ C for 10 h)

已经平直化,这是由于其第二相粒子粗大,钉扎晶界的能力差,因而容易再结晶。经 600 °C退火 10 h 后, FVS0812/15SiC_P中的第二相粒子已经聚集长大 (400~500 nm)(见图 3(g)),而 FVS1012/15SiC_P中的第 二相粒子略有长大(100~150 nm)(见图 3(h))。而未添加 SiC 颗粒的 FVS0812 合金中经 600 °C退火 10 h 后,第 二相粒子明显长大,已经有六方结构的 *h*-AlFeSi 生成 (见图 3(i)),这种相在文献[14]中也出现,其晶格参数 为 *a*=2.514 nm, *c*=1.257 nm。

2.3 分析

弥散强化型材料的强度不仅取决于基体和弥散相 的本性,还取决于弥散相的含量、分布和粒度、形态 以及弥散相与基体的结合情况。根据合金强化理论, 合金强化在高温下下降的主要原因在于:1)基体发生 了结晶软化;2)溶质原子急剧扩散;3)强化相长大



图 3 Al-Fe-V-Si 合金及其复合材料退火前及在不同温度下退火不同时间的显微组织

Fig.3 Microstructures of Al-Fe-V-Si alloys and composites before annealing and annealing different time at different temperatures: (a) $FVS0812/15SiC_P$, as rolled; (b) $FVS1012/15SiC_P$, as rolled; (c) FVS0812, as rolled; (d) $FVS0812/15SiC_P$, 550 °C for 200 h; (e) $FVS1012/15SiC_P$, 550 °C for 200 h; (f) FVS0812, 550 °C for 200 h; (g) $FVS0812/15SiC_P$, 600 °C for 10 h; (h) $FVS1012/15SiC_P$, 600 °C for 10 h; (i) FVS0812, 600 °C for 10 h

或者粗化; 4) 位错攀移和晶界迁移。

在上叙因素中,强化相长大和粗化是一个很重要 的因素,屈服强度与第二相粒子的半径和体积分数的 关系可以表示为

$$\sigma_{0.2} \propto \frac{\varphi_{\rm f}^{3/2}}{r} \tag{1}$$

式中 r为弥散析出相粒子半径; $\sigma_{0.2}$ 为屈服强度; φ_{f} 为弥散相体积分数。

由式(1)可知,耐热铝合金中的强化相在高温下长 大速率较低,这就要求加入的合金元素在基体中具有 较低的平衡固溶度和扩散等,从而产生大量不易转变 的及粗化的第二相质点,细小的弥散分布在铝基体上, 钉扎位错,阻碍晶界滑移,提高再结晶温度,推迟再 结晶,从而改善合金的性能。

喷射沉积工艺是一种典型的非平衡凝固,其主要 作用有:减少偏析、细化晶粒、增大固溶度及形成细 小的亚稳相。通过喷射沉积工艺制备的耐热铝合金及 其复合材料,由于喷射沉积工艺的高冷却速率(10³~10⁴ K/s),析出弥散细小的α-Al₁₂(Fe,V)₃Si的体心立方相, 这种硅化物是从微共晶或二十面体组织中分解而来, 晶格常数为1.25~1.26 nm,大约是铝基体(0.404 9 nm) 的3倍,因而粗化率极小,比Al-Fe小3~4数量级。 这种硅化物也十分稳定,不易分解,在高达500℃时 仍保持其类球形貌和亚稳 bcc 结构,具有很高的热稳 定性,因此,无论合金材料还是添加 SiC 颗粒的复合 材料都具有良好的耐热性^[15]。

而通过喷射共沉积 SiC 颗粒后进一步提高了 Al-Fe-V-Si 合金的组织和性能的热稳定性。未添加 SiC 颗粒的 FVS0812 合金中的弥散粒子比添加 SiC 颗粒的 FVS0812/SiC_P 和 FVS1012/SiC_P 复合材料的弥散粒子 要粗大得多,合金材料在 600 ℃退火 10 h 后显微组织 发生了明显变化,第二相粒子长大和转变,并生成了 粗大的六方相,严重降低了其力学性能,因此,经 600 ℃以上温度退火后,其硬度迅速下降。而添加 SiC 颗粒时,在高温下 SiC 颗粒溶解,向基体中注入 Si 原子,使基体中 Si 浓度提高,从而有效地延缓了 Al₁₂(Fe,V)₃Si 粒子的分解与长大,使之在高温退火过 程中保持细小弥散状态,这一点在文献[6]中也有相似 论述。同时可看出,FVS1012/SiC_P 与 FVS0812/SiC_P 相比,其第二相粒子的体积分数更高,且在退火过程 中更能有效地保持弥散细小。

根据式(1),在退火过程中,保持r愈小、 φ_f 愈高,则 $\sigma_{0.2}$ 愈高。因此,在退火过程中,与 FVS0812合金相比,FVS0812/SiC_P的热稳定性更高。而与

FVS1012/SiC_P与 FVS0812/SiC_P相比,则可能是由于其 第二相粒子的体积分数更高,相互抑制了粗化的趋势, 因而更能保持弥散细小。因此,与 FVS0812/SiC_P相比, FVS1012/SiC_P具有更好的热稳定性。

3 结论

 1)通过喷射沉积工艺制备的耐热铝合金及其复 合材料的弥散粒子在长期高温过程中保持类球状,粗 化速率低,即使经 550 ℃退火 200 h 后,组织无明显 变化,硬度下降不明显,具有优异的热稳定性。

2) SiC 的添加提高了基体的冷却速率,细化了基体组织,在退火过程中抑制第二相粒子的长大与分解,因此,添加了 SiC 颗粒的复合材料组织和性能具有更好的热稳定性。

3) 复合材料的热稳定性随着铁含量的提高而提高。与 FVS0812/SiC_P相比, FVS1012/SiC_P在高温退火过程中,其组织更能保持弥散细小,性能也更稳定,特别是当温度高于 450 ℃时,这种优势逐渐明显。

REFERENCES

- 孙玉峰, 沈宁福, 熊柏清, 张永安, 袁 新. TiC 对喷射沉积 Al-8Fe-1.3V-1.7Si 合金显微组织和性能的影响[J]. 中国有色 金属学报, 2001, 11(2): 54-59.
 SUN Yu-feng, SHEN Ning-fu, XIONG Bai-qing, ZHANG Yong-an, YUAN Xin. Effect of TiC particle on microstructure and properties of spray formed Al-8Fe-1.3V-1.7Si alloy[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2001, 11(2): 54-59.
- [2] 李庆勇,王日初,魏圣明,黎文献,黄伯云.快速凝固粉末冶 金 TiB₂颗粒增强 AlFeVSi 耐热铝合金[J].中国有色金属学报, 2005, 15(4): 637-642.

LI Qing-yong, WANG Ri-chu, WEI Sheng-ming, LI Wen-xian, HUANG Bai-yun. TiB₂ reinforced AlFeVSi alloy by rapid-solidified powder metallurgy[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2005, 15(4): 637–642.

- [3] LEE J C, LEE S, LEE D Y. On the embrittle of a rapidly solidified Al-Fe-V-Si alloy after high-temperature exposure[J]. Metall Trans A, 1991, 22(4): 853–858.
- [4] 詹美燕,陈振华,夏伟军. 8009 耐热铝合金薄板高温组织与性能的研究[J]. 材料工程,2004(3):35-37.
 ZHAN Mei-yan, CHEN Zhen-hua, XIA Wei-jun. Effects of high temperatures on the hardness and microstructure of spray-deposited heat-resistant 8009[J]. Journal of Materials Engineering, 2004(3): 35-37.
- [5] 詹美燕,陈振华,夏伟军.喷射沉积-轧制工艺制备的

320-323.

ZHAN Mei-yan, CHEN Zhen-hua, XIA Wei-jun. Microstructure and properties of spray-deposited heat-resistant FVS0812 aluminum alloy at high temperature[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2004, 14(8): 1348–1352.

- [6] HAMBLETON R, JONES H, RIANFORTH W M. Effect of alloy composition and reinforcement with silicon carbide on the microstructure and mechanical properties of three silicide dispersion strengthened aluminium alloys[J]. Mater Sci Eng A, 2001, 304/306(1/2): 524–528.
- [7] CHEN Zhen-hua, HE Yi-qiang, YAN Hong-ge, CHEN Zhi-gang, YIN Xian-jue, CHEN Gang. Ambient temperature mechanical properties of Al-8.5Fe-1.3V-1.7Si/SiCP composite[J]. Mater Sci Eng A, 2007, 460/461: 180–185.
- [8] 陈 刚, 尹显觉, 贺毅强, 陈志钢, 陈振华. SiC 颗粒增强 Al-8.5Fe-1.3V-1.7Si 的轧制工艺[J]. 特种铸造及有色合金, 2006, 26(12): 765-767.
 CHEN Gang, YIN Xian-jue, HE Yi-qiang, CHEN Zhi-gang, CHEN Zhen-hua. Rolling process of Al-8.5Fe-1.3V-1.7Si reinforced with SiC particles[J]. Special Casting & Nonferrous Alloys, 2006, 26(12): 765-767.
- [9] 陈振华, 严红革, 陈 刚, 张福全, 胡仲勋, 傅杰新. 多层喷 射沉积的装置和原理[J]. 湖南大学学报: 自然科学版, 2001, 28(5): 20-28.

CHEN Zhen-hua, YAN Hong-ge, CHEN Gang, ZHANG Fu-quan, HU Zhong-xun, FU Jie-xin. Principle and set-ups of multi-layer spray deposition technology[J]. Journal of Hunan University: Natural Sciences Edition, 2001, 28(5): 20–28.

- [10] SKINNER D J, BYE R L, RAYBOULD D, BROWN A M. Dispersion strengthened Al-Fe-V-Si alloys[J]. Scripta Metallurgica, 1986, 20(6): 867–872.
- [11] 徐移恒,李松瑞,黎文献,肖于德,龙春光,杨士豹. 高温对 RSP Al-Fe-V-Si 系合金组织和性能的影响[J]. 中南工业大学 学报, 1996, 27(3): 320-323.
 XU Yi-heng, LI Song-rui, LI Wen-xian, XIAO Yu-de, LONG Chun-guang, YANG Shi-bao. Investigation on the effect of high temperature on the structure and mechanical properties of RSP Al-Fe-V-Si alloy[J]. J Cent South Univ Technol, 1996, 27(3):
- [12] HARIPRASAD S, SASTRY S M L, JERINA K L. Deformation behavior of a rapidly solidified fine grained Al-8.5%Fe-1.2%V-1.7%Si alloy[J]. Acta Mater, 1996, 44(1): 383–389.
- [13] 李松瑞, 徐移恒. 快速凝固耐热铝合金的力学性能和强化机制[J]. 铝加工, 1995, 18(5): 39-44.
 LI Song-rui, XU YI-heng. Mechanical properties and strengthening mechanism of rapidly solidified aluminium alloy[J]. Aluminium Fabrication, 1995, 18(5): 39-44.
- [14] WANG Feng, ZHU Bao-hong, XIONG Bai-qing, ZHANG Yong-an, LIU Hong-wei, ZHANG Rong-hua. An investigation on the microstructure and mechanical properties of spray-deposited Al-8.5Fe-1.1V-1.9Si alloy[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2007, 183(2/3): 386–389.
- [15] GILMAN PAUL S, DAS SANTOSH K. Rapidly solidified aluminum alloys for high temperature/high stiffness applications[J]. Metal Powder Report, 1989, 44(9): 616-620. (编辑 李艳红)