

[文章编号] 1004- 0609(2001)06- 1094- 05

# Ni 涂覆 SiC 颗粒增强 Al-Fe-V-Si 耐热铝基复合材料<sup>①</sup>

于 澍, 李云平, 李溪滨

(中南大学 粉末冶金国家重点实验室, 长沙 410083)

**[摘 要]** 应用新型化学涂层工艺(置换法), 成功地制备出结合紧密、光滑的 Ni 涂 SiC 粉末; 分析对比了两种不同涂层工艺原理及涂层效果; 分析了不同 SiC 增强 Al-Fe-V-Si(0812) 复合材料物理和力学性能。结果表明: 涂覆后的 SiC 与基体结合牢固, 涂覆层(Ni) 的加入降低了材料内部颗粒(SiC<sub>p</sub>) 与基体(Al-Fe-V-Si) 之间的孔隙, 10% SiC(Ni)(质量分数)/Al-Fe-V-Si(0812) 复合材料在室温的断裂强度分别比基体和 10% SiC<sub>p</sub>(质量分数)/Al-Fe-V-Si(0812) 复合材料增加了 62.15% 和 2.82%, 在 400 °C 时分别增加了 55.3% 和 28.6%。

**[关键词]** 化学涂层; 置换法; 热挤压; 耐热铝基复合材料

**[中图分类号]** TH 117

**[文献标识码]** A

颗粒增强铝基复合材料具有比强度高、耐磨损、热膨胀系数小、成本低等优异性能, 可广泛应用于航天、航空、汽车、电子、体育用品等领域<sup>[1, 2]</sup>。以往人们对铝基复合材料的研究大都集中在以普通铝合金为基体(6061, 6062, 2618, 7618, 2229 等), 这些合金的使用温度一般只限于 150~250 °C 以下, 高于这一温度, 由于弥散相的粗化而会使基体迅速软化, 复合材料性能大大下降。随着航天、航空工业的发展, 铝基复合材料的使用温度要求提高到 250~350 °C, 以满足不同条件下对材料的要求。自上世纪 80 年代以来, 有不少科技工作者对其进行了研究<sup>[3, 4]</sup>。有研究表明, 耐热铝基复合材料在 350 °C 时还具有很高的刚度、强度, 并可与 Ti6Al4V 竞争<sup>[5]</sup>。但是如何改进复合材料增强体与基体之间的润湿性, 以及润湿性对材料力学性能和物理性能的影响这一方面的报导还比较少。作者应用新型化学置换法成功制备出 Ni 涂覆 SiC 粉末, 该涂层对于改善复合材料塑性、强度方面都有一定的作用。

## 1 实验部分

### 1.1 实验设备及原料

实验设备为新型化学置换法涂层装置(图 1)、Q520 室温金相显微镜、KYKY-2800 扫描电镜、LJ-3000A 型室温拉伸机、INSTRON 高温拉伸机。实

验原料为平均粒度为 10 $\mu$ m 的  $\alpha$ -SiC 粉末(纯度为 99.9%)、< 147  $\mu$ m 的快冷 Al-Fe-V-Si 耐热铝合金粉末(氧含量为 0.2%(质量分数))。

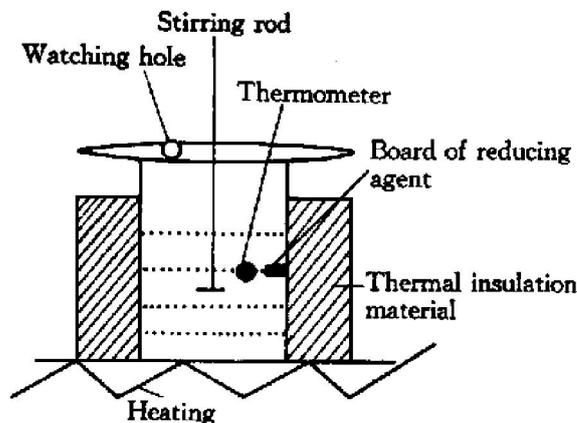


图 1 SiC 粉末涂 Ni 装置

Fig. 1 Equipment of producing Ni coatings of SiC powder

### 1.2 实验步骤

#### 1.2.1 SiC 粉末的涂层

新型置换法涂层工艺:

1) 表面预处理<sup>[7]</sup> SiC 粉末在大气环境下、1 100 °C 保温 24 h, 以除去粉末表面的挥发性杂质, 并使粉末呈灰暗色的氧化态。

2) 亲水性处理<sup>[8]</sup> 氧化态的 SiC 粉末放入亲水性溶液(10% HF+ 10% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>+ 6.3 g/L CrO<sub>3</sub>) 浸泡 10 min, 再用蒸馏水洗涤干净。

3) 敏化处理<sup>[8]</sup> 经亲水性处理的 SiC 粉末在

① [基金项目] 国家“九五”科技攻关计划基金资助项目(95- YS- 010)  
[作者简介] 于 澍(1972- ), 女, 博士研究生。

[收稿日期] 2000- 11- 07; [修订日期] 2001- 03- 05

10 g/L  $\text{SnCl}_2 + \text{HCl}$  溶液中浸泡 10 min, 以激活粉末表面活性。

4) 涂层 把经以上处理过的 SiC 粉末加入到含有 3% 乙酸、聚乙二醇<sup>[8]</sup>的  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$  饱和溶液内, 在 90 °C 保温一定时间后加入适量 Zn 粉, 搅拌, 生成 Ni 涂层。

作为对比的普通置换法是把未经以上处理的 SiC 粉末直接加入到  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$  饱和溶液内, 加入相同量的还原剂 Zn 粉在相同条件下保温、搅拌生成 Ni 涂层。反应进行的程度通过观察还原剂放置板内的还原剂量来确定, 并在扫描电镜下观察涂层。

涂层后的 SiC 粉末经冷却、洗涤、过滤, 在氢气保护下 100 °C 干燥 60min, 经涂层后的 SiC 粉末 Ni 含量由电子能谱分析得出, 涂层厚度  $h$  在 Ni 含量为 30% (质量分数) 时经计算得出为  $0.7 \mu\text{m}$ <sup>[9]</sup>。

### 1.2.2 实验材料的制备

快冷 AlFeV-Si 耐热铝合金粉末由中南大学非平衡研究所生产, 该合金名义成分(质量分数): Fe 8.5%, V 1.3%, Si 1.7%, 余量为 Al。配制几种不同成分的复合材料, 在配制原料混合粉末时, 加入适量的 Ni 粉以消除涂层后复合材料成分改变而引起的性能的改变。在 V 型混料机中干混, 混料时间随 SiC 粉末含量的增加而按比例增加。AlFeV-Si 粉末的除气是与真空热压同时进行的, 除气工艺为 400 °C 保温 30 min。真空热压温度为 500 °C, 压力为  $10^3$  MPa, 保压 30 min 后再复压, 随后进行热挤压, 挤压温度 500 °C, 挤压比 12。

## 2 实验结果及分析

### 2.1 实验结果

图 2 所示为未经涂层处理的 SiC 粉末的 SEM 像, 图 3 所示为经新型置换法涂 Ni 后的 SiC 粉末的 SEM 像, 图 4 所示为普通置换法涂 Ni 后 SiC 粉末的 SEM 像。对比图 2~ 4 可看出经涂 Ni 后的 SiC 粉末形状变化比较大, 经新型置换法涂 Ni 后的 SiC 粉末由原来的尖锐棱角状变为均匀包覆一层金属 Ni 的椭球状粉末, 金属 Ni 与 SiC 结合紧密, 包覆层致密、光滑(图 3(b)); 由普通置换法制备的涂覆金属 Ni 的 SiC 粉末体呈树枝状(图 4(a)), SiC 颗粒的涂覆层(图 4(b))与新型置换法(图 3(b))相比所得涂覆层结构疏松、多孔, 这样的涂层在随后的加工过程中, 由于粉末的相对运动而容易剥落, 涂层起不到应有的作用。

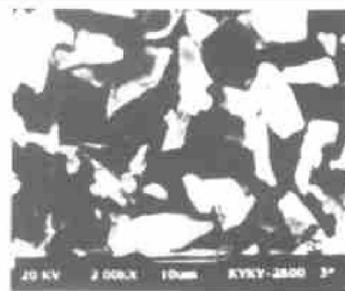


图 2 未涂层的 SiC 粉末的 SEM 像

Fig. 2 SEM image of SiC powder before coating

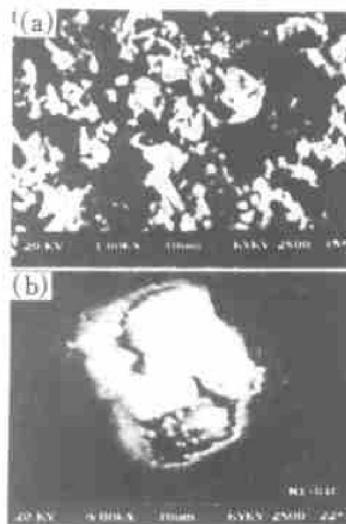


图 3 新型置换法涂层的 SiC 粉末的 SEM 像

Fig. 3 SEM images of SiC powder after coating

(a)—Low multiple; (b)—High multiple

挤压前后材料力学性能如表 1 所示, 从表中可以看出无论是耐热铝合金还是耐热铝基复合材料, 经热挤压后, 抗拉强度均成倍提高。表 2 为各复合材料理论密度与挤压前后试样密度对比, 各复合材料经挤压后已基本达到致密化, 10% SiC(Ni)/AlFeV-Si 复合材料孔隙率为 0.8%, 而 10% SiC<sub>p</sub>/AlFeV-Si 复合材料孔隙率为 1.4%, 20% SiC(Ni)/AlFeV-Si 复合材料的孔隙率为 0.9%。复合材料各密度是由液体静力学法所测。

经挤压后, 基体及各复合材料不同温度下断裂强度对比见图 5, 在室温下, 基体合金断裂强度 322 MPa, 10% SiC<sub>p</sub>/AlFeV-Si(0812) 复合材料断裂强度为 513 MPa, 10% SiC(Ni)/AlFeV-Si(0812) 复合材料的断裂强度为 522 MPa, 10% SiC<sub>p</sub>/AlFeV-Si(0812) 复合材料和 10% SiC(Ni)/AlFeV-Si(0812) 复合材料的断裂强度分别比基体增加了 59.3% 和

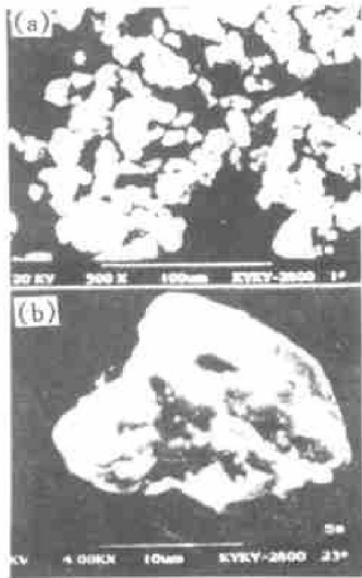


图4 普通置换法涂层SiC粉末SEM像

Fig.4 SEM images of SiC powder coated by general replacement reaction method

(a) —Low multiple; (b) —High multiple

表1 热挤压前后耐热铝基复合材料及基体耐热铝合金室温抗拉强度

Table 1 Ambient temperature properties of HTDRA and aluminum matrix before and after hot extrusion

Material	Tensile strength/MPa	
	Semifinished product of vacuum hot pressing	Material after hot extrusion
AlFeV-Si(0812)	102	322
10% SiC <sub>p</sub> / AlFeV-Si(0812)	70	513
10% SiC(Ni)/ AlFeV-Si(0812)	95	522

62.15%。在400℃时，基体合金、10% SiC<sub>p</sub>/AlFeV-Si(0812)复合材料、10% SiC(Ni)/AlFeV-Si(0812)复合材料的断裂强度分别为137 MPa, 210 MPa, 252 MPa。两类复合材料的断裂强度分别比基体增加了55.3%，83.9%，也就是说10% SiC

(Ni)/AlFeV-Si(0812)复合材料在室温的断裂强度分别比基体和10% SiC<sub>p</sub>/AlFeV-Si(0812)复合材料增加了62.15%和2.82%，在400℃时分别增加了55.3%，28.6%。说明加入SiC粉末后可明显改善基体合金的抗拉强度，并且SiC粉末涂Ni后与基体的结合效果更加明显。

2.2 实验结果分析

对比图2~4可知，由新型置换法得到的涂层结合紧密、光滑，这是由于新型置换法的自身优越性所决定的，具体表现在：

1) SiC粉末的表面预处理使颗粒表面由原来的晶体态SiC变为氧化态的网络状的SiO<sub>2</sub><sup>[9]</sup>，为下一步SiC粉末的亲水性处理作好准备。网络状的粗糙的SiC表面与原来光滑的表面相比，增强了金属Ni在SiC表面的形核几率。而均匀分布的氧化膜网络<sup>[9]</sup>又可使形核几率加大，并且均匀，不会出现大量金属Ni的聚集成团。

2) 亲水性处理和敏化处理可明显改善SiC粉末与水溶液之间的润湿性。晶体态的SiC和随后的亲水性溶液不发生反应，而氧化态的SiC(即SiO<sub>2</sub>)可以很快与之反应<sup>[9]</sup>。亲水性溶液内的HF可与SiC粉末的氧化层(SiO<sub>2</sub>)发生如下反应：SiO<sub>2</sub>+ HF → SiF<sub>4</sub>+ H<sub>2</sub>O<sup>[9]</sup>，从而提高了SiC颗粒与水溶液的界面润湿性，使SiC表面均匀分布一层水溶液，随后在敏化处理过程中，Sn<sup>2+</sup>被均匀吸附在SiC颗粒表面，由于Sn<sup>2+</sup>的强还原性，在涂层过程中可以优先与涂层溶液内的Ni<sup>2+</sup>发生反应，Sn<sup>2+</sup>+ Ni<sup>2+</sup> → Sn<sup>4+</sup>+ Ni，反应产物Ni均匀分布在SiC颗粒的表面，可以为随后的还原置换涂层产物Ni的均匀形核做准备，最终得到分布光滑、致密的SiC颗粒涂层。

从表1可以看到挤压后复合材料、基体合金的强度均成倍地提高，这种强度的提高是由于复合材料组织的变化引起的。图6所示为10% SiC(Ni)/Al

表2 各复合材料及基体挤压前后密度对比

Table 2 Densities of composites and matrix alloy before and after hot extrusion

Material	Density of semifinished product of vacuum hot pressing / (g·cm <sup>-3</sup> )	Density of material after hot extrusion / (g·cm <sup>-3</sup> )	Theoretical density / (g·cm <sup>-3</sup> )	Ratio of density of hot extrusion to theoretics	Porosity/ %	
					Semifinished product of vacuum hot pressing	Material after hot extrusion
AlFeV-Si(0812)	2.614	2.865	2.873	99.7	7.8	0.3
10% SiC <sub>p</sub> / AlFeV-Si(0812)	2.675	2.930	2.972	98.6	8.3	1.4
10% SiC(Ni)/ AlFeV-Si(0812)	2.710	2.948	2.972	99.2	7.6	0.8
20% SiC(Ni)/ AlFeV-Si(0812)	2.815	3.046	3.077	99.1	7.8	0.9

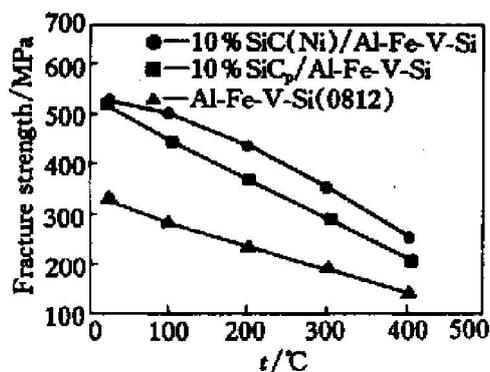


图 5 3 种材料在不同温度下的断裂强度

Fig. 5 Fracture strengths of three kinds of materials at different temperature

Fe-V-Si 复合材料真空热压坯低倍组织, 图 7 所示为 10% SiC(Ni) Al-Fe-V-Si 热挤压后的低倍组织。对比图 6 和图 7 可以看出经热挤压后材料的孔隙率大大降低, 晶粒沿纵向拉长产生明显的金属流线, 并且原始晶粒边界基本消失, 由于基体合金所用原始粉末颗粒表面存在氧化膜, 在真空热压过程的单相应力作用下, 成形坯合金晶粒的横向流动很小, 很难使颗粒表面破碎, 从而影响了颗粒间的冶金结合。在热挤压过程的高温、高压、大变形量和三相应力的作用下, 使原始颗粒表面氧化膜破碎并使合金晶粒沿纵向拉长, 获得细而均匀的金相组织和优良的抗拉强度。由表 2 可知各材料在挤压后已基本达到完全致密化, 但涂 Ni 后复合材料的孔隙率要低于未涂 Ni 复合材料, 这是涂层后粉末混合体的成型性要高于未涂层粉末混合体的缘故。因为涂层后 SiC 周围与基体结合更加牢固, 而且较软的基

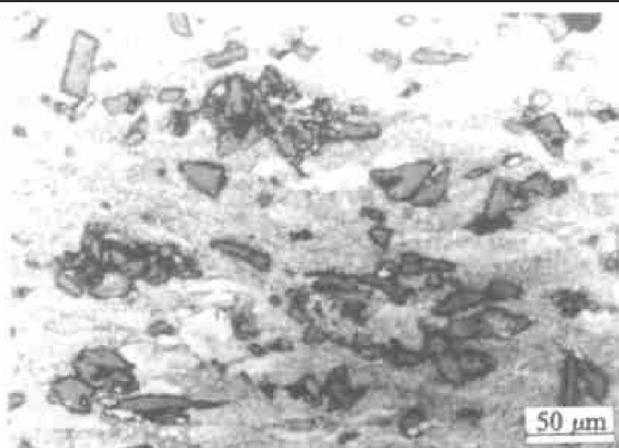


图 6 10% SiC(Ni)/Al-Fe-V-Si 复合材料真空热压后的低倍组织

Fig. 6 Optical micrograph showing distribution of Ni after vacuum hot pressing

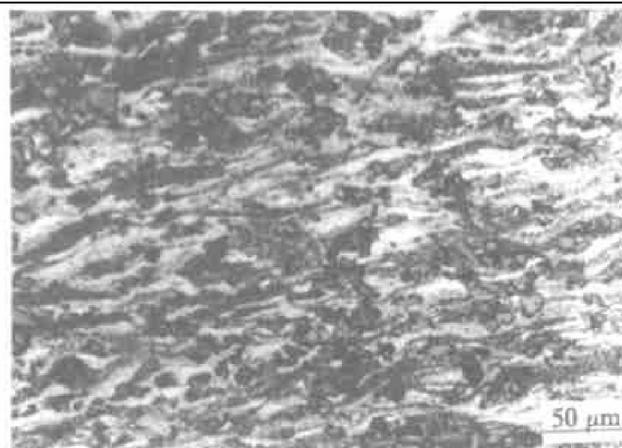


图 7 10% SiC(Ni)/Al-Fe-V-Si 复合材料热挤压后低倍组织

Fig. 7 Optical micrograph showing distribution of Ni after hot extrusion

体合金由于与过渡层 Ni 的结合, 而使增强体与基体粉末之间的孔隙减少, 从而使该增强体涂层复合材料孔隙率下降。材料经热挤压后增强相的分布更加均匀, 分散性得到改善, 可避免由于 SiC(Ni) 颗粒的偏聚而导致材料性能的不均匀。

对于 SiC(Ni) 增强 Al-Fe-V-Si 复合材料, 热挤压后抗拉强度要高于未涂层增强体复合材料, 具体原因可有以下几点:

1) SiC 涂 Ni 粉末, 使 SiC 颗粒表面均匀牢固地分布金属 Ni, 使增强体与基体由原来的陶瓷 (SiC)-金属 ( $\alpha$ -Al) 转变为金属 Ni 与基体的结合, 故传递载荷的界面 (SiC-Ni-Al) 结合牢固, 界面能够承受更大的应力。

2) 涂 Ni 的 SiC 粉末, 由原来的有尖锐棱角形状的粉末, 转变为椭圆状, 加入基体后这种光滑的结合界面可减少材料界面处的应力集中。

3) 涂于 SiC 粉末的 Ni 层, 在热挤压过程中, 一部分可扩散入基体, 形成  $Ni_3Al$  相增强基体强度<sup>[10-12]</sup>。

### 3 结论

1) 新型置换法制备的涂 Ni SiC 粉末与普通置换法相比: 涂层结合紧密、光滑且不易脱落。SiC 粉末的预氧化处理、表面预处理、亲水性处理对改善 SiC 粉末的涂层效果有很大作用。

2) 经真空除气、真空热压、热挤压后 SiC(Ni)/Al-Fe-V-Si(0812) 复合材料的断裂强度在室温、400

℃时分别为 522 MPa, 252 MPa。比相同工艺下  $\text{SiC}_p/\text{AlFeV-Si}$  复合材料分别增加 2.82%, 28.6%。

3)  $\text{SiC}(\text{Ni})/\text{AlFeV-Si}(0812)$  复合材料的断裂强度高于  $\text{SiC}_p/\text{AlFeV-Si}$  复合材料的主要原因为  $\text{SiC}$  粉末的涂 Ni 作用增强  $\text{SiC}$  与基体的界面结合强度, 提高了材料的力学性能。

4)  $\text{SiC}(\text{Ni})/\text{AlFeV-Si}(0812)$  复合材料与相同成分的  $\text{SiC}_p/\text{AlFeV-Si}(0812)$  复合材料相比, 孔隙率低, 这主要是由于涂 Ni 后粉末混合体成型性的改善所致。

## [ REFERENCES ]

- [ 1 ] Dolovy J F. Increasing focus on silicon carbide reinforced composite [ J ]. *Light Metal Age*, 1986, 44(56): 7- 14.
- [ 2 ] Lin S J, Liu K S. Effect of aging on abrading rate in an  $\text{AlZn-Mg-SiC}$  composite [ J ]. *Wear*, 1998, 121: 1- 14.
- [ 3 ] Mark Hull. Commercial success for MMCs [ J ]. *Powder Metallurgy*, 1998, 14(4): 25.
- [ 4 ] Kim I S, Nam S W. Temperature dependence of the optimum particle size for the dislocation detachment controlled creep of  $\text{AlFeV-Si/SiC}_p$  composite [ J ]. *Scripta Metallurgica*, 1995, 32(11): 1813- 1819.
- [ 5 ] Zedalis M S. High temperature discontinuously reinforced aluminum [ J ]. *JOM*, 1991(41): 29- 31.
- [ 6 ] LI Yun-ping(李云平), YU Shu(于 澍), LI Xi-bin(李溪滨). 新型置换法制备 Ni 涂覆  $\text{SiC}$  粉末的研究 [ J ]. *Journal Central South University of Technology(中南工业大学学报)*, 2001, 32(2): 161- 164.
- [ 7 ] YANG Fan-wen(阳范文), ZHAO Yao-ming(赵耀明). 表面活性剂对  $\text{Ni-P-SiC}$  化学复合镀层性能的影响 [ J ]. *The Protecting of Material(材料保护)*, 2000, 13(1): 15- 16.
- [ 8 ] SUN Hong-fei(孙宏飞), WU Yi-yong(吴宜勇). 化学镀  $\text{Ni-Co-P}$  合金的初期沉积行为 [ J ]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals(中国有色金属学报)*, 2000, 10(1): 81- 84.
- [ 9 ] LI Yun-ping(李云平), LI Xi-bin(李溪滨), LIU Rui-tie(刘如铁). 多次锻造  $\text{SiC}$  颗粒增强耐热铝合金的研究与性能 [ J ]. *Powder Metallurgy Technology(粉末冶金技术)*, 2000, 18(4): 247- 251.
- [ 10 ] ZU Li-jun(祖丽君), LUO Shou-jing(罗守靖).  $\text{SiC}_p/2024$  铝合金复合材料粉末混合-半固态挤压法制备 [ J ]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals(中国有色金属学报)*, 2000, 10(Suppl. 1): 179- 183.
- [ 11 ] LUO Bing-hui(罗兵辉), XIE You-qing(谢佑卿). 铁含量对  $\text{AlFeV-Si}$  合金微观组织及内耗性能的影响 [ J ]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals(中国有色金属学报)*, 2001, 11(1): 51- 54.
- [ 12 ] ZHANG Da-tong(张大童), LI Yuan-yuan(李元元). 快速凝固高硅铝合金粉末的热挤压过程 [ J ]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals(中国有色金属学报)*, 2001, 11(1): 6- 9.

# Mechanical properties of Ni-coated SiC particulates reinforced heat resistance aluminium matrix composites

YU Shu, LI Yun-ping, LI Xi-bin

(State Key Laboratory for Powder Metallurgy, Central South University, Changsha 410083, P. R. China)

**[ Abstract ]** The process of a new powder chemical coating (replacement reaction method) to produce nickel-coated  $\text{SiC}$  particulates has been studied and two kinds of coating process and coating result were also analyzed, the physical and mechanical properties of different materials were compared. The results show that the strength of 10%  $\text{SiC}(\text{Ni})/\text{AlFeV-Si}(0812)$  composites is 62.15% and 2.82% higher than that of the matrix  $\text{AlFeV-Si}(0812)$  alloy and 10%  $\text{SiC}_p/\text{AlFeV-Si}(0812)$  composites in ambient temperature, and 55.3% and 28.6% higher in 400 °C respectively.

**[ Key words ]** chemical coating; replacement reaction method; hot extrusion; high thermal stability aluminum matrix composite

(编辑 朱忠国)