

[文章编号] 1004-0609(2002)01-0140-05

SiC/MB2 复合材料高应变速率超塑性变形的空洞行为^①

陈培生¹, 孙扬善², 蒋建清², 马爱斌², 吕庆凤¹

(1. 南京航空航天大学 无人机研究院, 南京 210016; 2. 东南大学 材料科学与工程系, 南京 210096)

[摘 要] 在高应变速率超塑性变形过程中, SiC(10%)/MB2 复合材料内部有空洞生成。对不同应变量拉伸试样轴剖面上的空洞进行观察, 结果表明: 空洞量随应变量的增加而增加, 并且与颗粒的尺寸大小密切相关, 其生长服从指数定律。

[关键词] 镁合金; 复合材料; 超塑性; 空洞

[中图分类号] TG 146.22

[文献标识码] A

颗粒增强镁基复合材料具有阻尼性能好、比重小、比强度和比刚度高等特点, 因此在航空和汽车工业中具有良好的应用前景。然而镁复合材料中由于增强体的引入, 改变了材料的组织性能^[1]、界面^[2]和断裂行为^[3], 导致室温塑性低、加工性能差, 制约了它在工业上的推广应用。近几年来, 国内外材料学界开展的金属基复合材料超塑性成型的研究就是以实现材料近净成形 (near net shape)^[4~7], 从而简化材料的加工工艺。然而复合材料超塑性变形产生的空洞不仅影响了复合材料本身的超塑性能, 也影响了复合材料变形后的力学性能。作者在以前研究的基础上^[8~10]进一步研究以 MB2 镁合金为基体, 以 SiC 颗粒为增强体的镁基复合材料高应变速率超塑性变形过程中的空洞生成与颗粒尺寸的关系及空洞的生长规律。

1 实验方法

复合材料基体采用我国标准牌号中的 MB2 合金, 其成分为 Mg(3.0~4.0) Al(0.2~0.8) Zr(0.15~0.5) Mn。增强体为 SiC 颗粒, 平均颗粒尺寸分别为 2 μm 和 5 μm , 体积分数为 10%, 本文的 2 种复合材料记为 (2 μm) SiC_p(10%)/MB2 和 (5 μm) SiC_p(10%)/MB2。复合材料的制备采用机械搅拌法。铸锭经 390 $^{\circ}\text{C}/10\text{h}+425\text{ }^{\circ}\text{C}/8\text{h}$ 两段均匀化退火后, 在 390 $^{\circ}\text{C}$ 热挤压成直径为 6 mm 的圆棒。挤压比 $\lambda=49$ 。超塑性试验的拉伸过程采用 WT-100 可编程温度测量控制仪控温, 试样受 Ar 气保护。

研究中先测定材料的工程应力和工程应变曲线, 然后计算出相应的真应力 σ_T 和真应变 ε_T 。超塑性拉伸试样断口和轴剖面上的空洞用 JMS6300 扫描电子显微镜进行观察, 并用“现代图象分析”软件进行分析。对复合材料的拉伸试样在 JEOL-2000EX 上进行了 TEM 观察。

2 实验结果

2.1 复合材料的超塑性能

在温度为 638 K~838 K 和应变速率为 $2.08 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1} \sim 5.21 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ 的范围内, 首先确定两种镁基复合材料超塑性变形的温度, 然后确定流动应力和延伸率与应变速率的关系。(2 μm) SiC_p(10%)/MB2 和 (5 μm) SiC_p(10%)/MB2 复合材料在 525 $^{\circ}\text{C}$ 和 $2.08 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ 出现的延伸率的峰值 δ 各为 228% 和 149%, 如图 1 所示, 对应的 m 值依次为 0.39 和 0.30。

2.2 复合材料界面附近区域的 TEM 观察

(2 μm) SiC_p(10%)/MB2 复合材料经 228% 的延伸率变形后, SiC 颗粒与相邻晶粒的 TEM 观察表明: 细小的颗粒周围的基体晶粒也较小, 颗粒与基体仍保持良好的结合, 如图 2(a) 所示。图 2(b) 所示基体中尺寸较小的 SiC_p 颗粒与基体结合紧密, 四周存在辐射状位错。表明这些小颗粒对复合材料基体组织具有稳定作用, 对晶界迁移具有钉扎作用。在良好的变形条件下, 颗粒直径减小, 界面应

① [基金项目] 国家自然科学基金资助项目(59571004)

[收稿日期] 2001-03-06; [修订日期] 2001-07-09

[作者简介] 陈培生(1968-), 男, 博士。

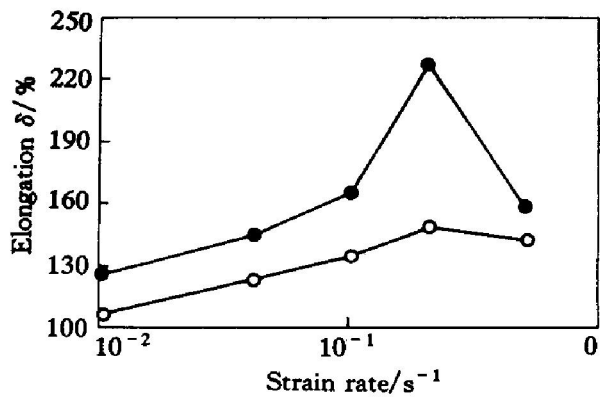


图 1 SiC_p(10%)/MB2 延伸率与应变速率的关系

Fig. 1 Total elongation as a function of strain rate for SiC_p(10%)/MB2 composites

○—(5 μm) SiC_p(10%)/MB2, 525 °C;
●—(2 μm) SiC_p(10%)/MB2, 525 °C

力集中减弱, 有利于获得性能良好的超塑性。可见经超塑性变形后, 细小较圆整 SiC 颗粒与邻近的基体间能够保持紧密结合。

然而, 颗粒尺寸较大时, 情况完全不同。如图 2(c) 所示, 由于 SiC_p 尺寸较大(约 4 μm), 存在尖角而产生界面空洞。这也进一步表明空洞的形核位置为颗粒/基体界面。

2.3 超塑性变形条件下空洞的形核与扩展

图 3 为复合材料在超塑性变形条件下, 试样经一定量的应变后, 从轴剖面进行 SEM 像观察, 由此可以对复合材料超塑性变形过程中空洞的形核、

扩展与聚合进行观察与分析。

1) 空洞形成

从图 3(a) 可见, (2 μm) SiC_p(10%)/MB2 在 525 °C, $2.08 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ 的超塑性变形条件下, 在延伸率达到 0.58 以前未见空洞生成, 颗粒与基体的界面结合基本良好。可见, 复合材料在超塑性变形的初始阶段并不产生空洞。

2) 空洞扩展连接

在 525 °C, $2.08 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ 的最佳超塑性变形条件下, 复合材料在应变量达到 1.03 时出现了明显的空洞扩展。扩展后的空洞总体上是沿拉伸轴方向的长度大于垂直于拉伸轴的方向。应变量增大到 1.18(图 3(b)), 扩展的空洞开始连接。空洞连接大多发生在增强颗粒与基体的界面上, 连接方向与拉伸轴存在一定的角度。所以, 复合材料超塑性变形过程中空洞的连接也许与复合材料中增强颗粒与基体界面受到的剪切应力有关。图中小 SiC 颗粒与基体间无空洞扩展或连接现象, 与图 2(a), (b) 所示情况是一致的, 而较大颗粒与基体界面上的空洞经过扩展和连接后, 其尺寸大于 SiC 颗粒直径。说明超塑性变形时发生了严重的空洞化过程, 并与颗粒尺寸大小密切相关。

图 3(c) 显示 (5 μm) SiC_p(10%)/MB2 复合材料以 $2.08 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ 和 525 °C 拉伸时, 在其轴剖面上可以发现: 当应变量为 0.91 时空洞已在与拉伸轴垂直方向上进行扩展连接。SiC 颗粒增大后, 空洞的形成过早, 扩展连接过快, 导致了复合材料

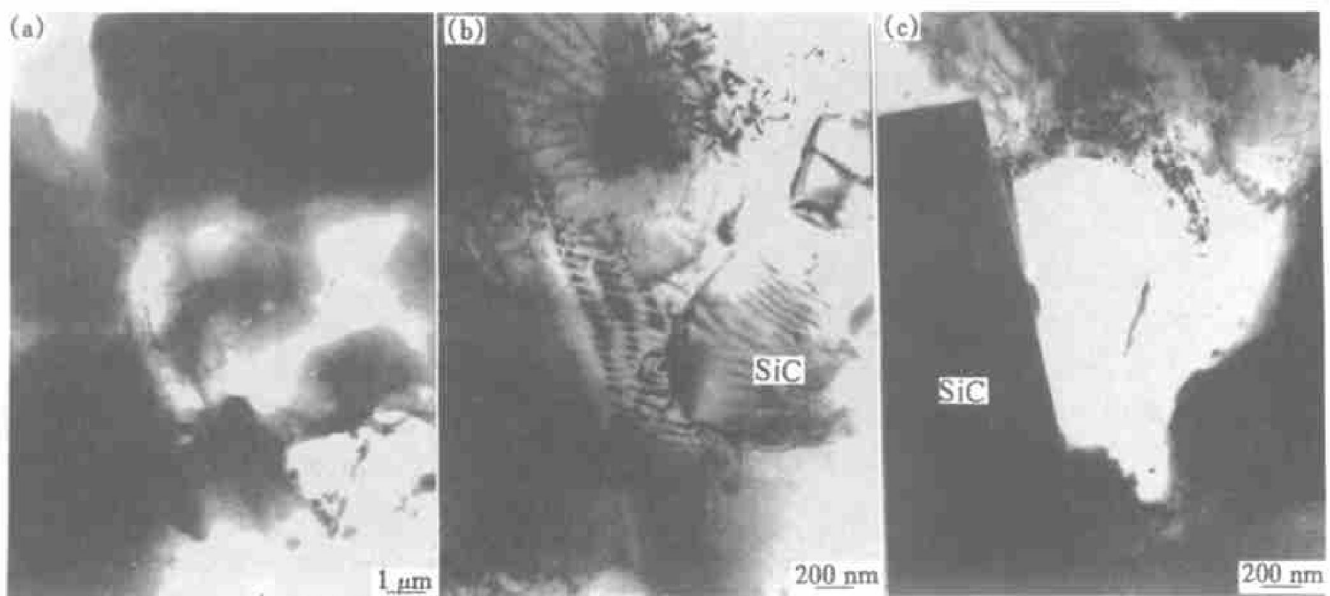


图 2 (2 μm) SiC_p(10%)/MB2 超塑性变形界面附近区域的 TEM 观察

Fig. 2 TEM micrographs showing interface between matrix and SiC particles in specimen after superplastic deformation

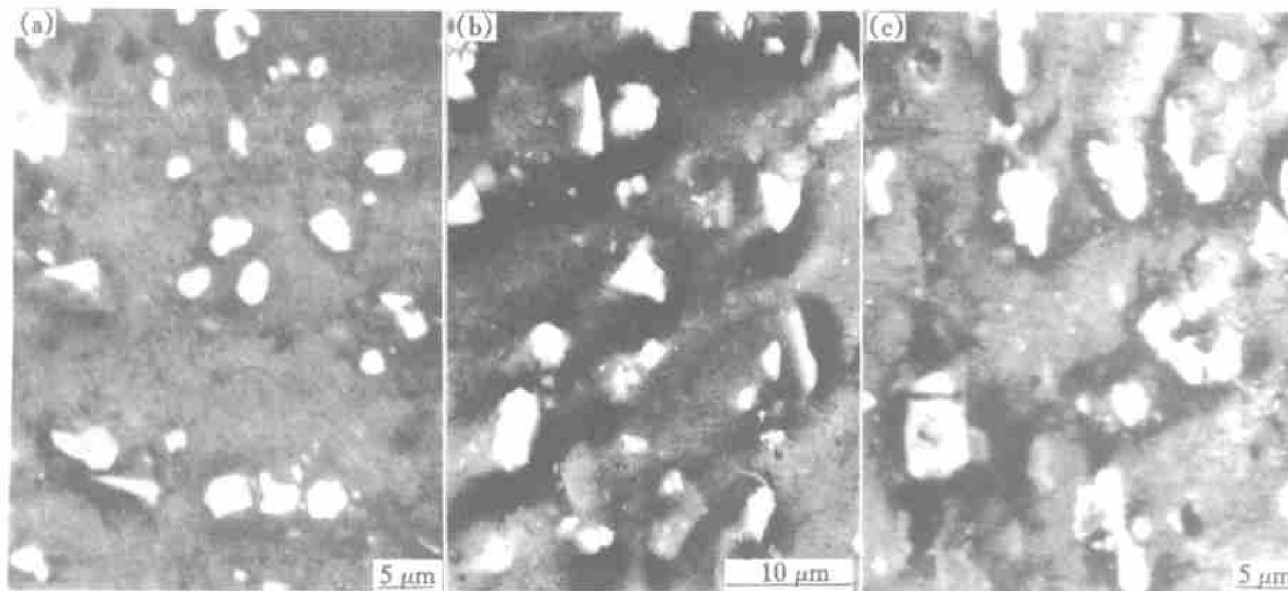


图 3 复合材料超塑性变形的轴剖面空洞的 SEM 像(拉伸轴为水平方向)

Fig. 3 SEM micrograph showing longitudinal section of superplastic deformed magnesium matrix composites during superplastic deformation

(a) —(2 μm) SiC_p(10%) / MB2, $\varepsilon = 0.58$, 525 °C / $2.08 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$;

(b) —(2 μm) SiC_p(10%) / MB2, $\varepsilon = 1.18$, 525 °C / $2.08 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$;

(c) —(5 μm) SiC_p(10%) / MB2, $\varepsilon = 0.91$, 525 °C / $2.08 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$

在超塑性变形过程中过早断裂。

2.4 超塑性应变与空洞数量的关系

为了进一步研究复合材料超塑性变形条件下, 空洞的生成扩展过程, 作者对复合材料形变试样的空洞进行了定量分析。取复合材料轴剖面上 5 个视域进行测量, 测量结果的平均值作为该点空洞体积分数, 图 3(b) 为一个典型测量视域。图 4 为复合材料超塑性变形中空洞量与应变量的关系。随应变增加, 空洞量增长。在应变大于 1.0 以后空洞量增长明显。图 4 中复合材料中空洞含量与应变的关系, 可以由指数关系进行描述。空洞量与应变的关系:

$$C_v = C_{v0} \exp(\eta \varepsilon) \quad (1)$$

式中 ε 为应变, η 为空洞生长速率指数, C_{v0} 为零应变时的空洞量, η 即为 $\ln C_v - \varepsilon$ 曲线的斜率。两复合材料 C_{v0} , η 的值如表 1 示。

塑性变形控制理论认为空洞长大是空洞周围基体塑性变形的结果。空洞体积分数与应变之间存在指数关系。根据空洞量与应变量的关系, 本研究中的复合材料超塑变形过程中的空洞生长可归因于塑变控制机理。

3 讨论

加入的 SiC 颗粒平均直径较小, 尺寸细小的

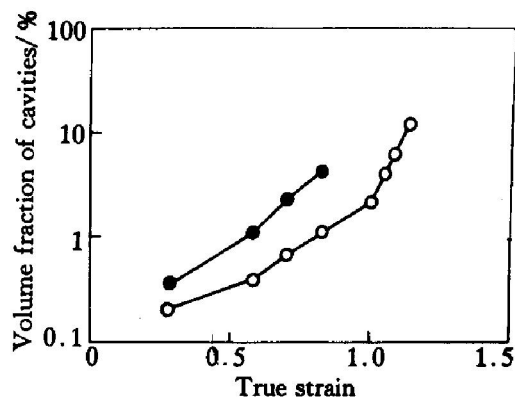


图 4 超塑变形中空洞量与应变量的关系

Fig. 4 Volume fraction of cavities as a function of true strain during superplastic deformation

○—(2 μm) SiC_p(10%) / MB2; ●—(5 μm) SiC_p(10%) / MB2

SiC 颗粒不仅能有效地细化基体晶粒, 而且在高温下材料形变时, 能阻止晶界迁移, 提高组织稳定性, 从而使材料呈现高温高应变速率超塑性。

空洞形核有 2 种观点, 即复合材料变形前就存在或在热机械变形过程中产生的。本实验结果充分说明, 复合材料超塑变形试样中的空洞是在超塑变形的晶界滑移过程中, 经过一定的应变后在界面上形成的。在晶界滑移过程中, 由于硬颗粒对滑移的阻碍作用产生界面应力集中, 特别对尺寸较大的 SiC_p, 这些界面应力难以释放, 因此, 颗粒/基体的

表 1 SiC_p/MB2 复合材料超塑性变形特征参数

Table 1 Characteristic parameters of SiC_p/MB2 composites during superplastic deformation

Composite	Temperature/ °C	Strain rate/(10 ⁻¹ s ⁻¹)	Elongation/ %	<i>m</i>	η	<i>C</i> _{vo}
(2 μm) SiC _p (10%) / MB2	525	2. 08	228	0. 39	3. 1	0. 11
(5 μm) SiC(10%) / MB2	525	2. 08	149	0. 3	3. 8	0. 12

界面成为空洞优先形核位置。对此 Needleman^[11]提出了下式的极限颗粒尺寸 Δ。

$$\Delta = (\Omega \sigma \mathcal{D}_{gb} / kT \epsilon)^{1/3} \tag{2}$$

式中各参数的值分别为: M_g 原子体积 Ω= 2. 33 × 10⁻²⁸ m³, 流动应力 σ= 17 MPa, 边界扩散 $\mathcal{D}_{gb}$ = 1. 127 × 10⁻¹⁸ m³ s⁻¹, 玻兹曼常数 *k* = 1. 381 × 10⁻²³ JK⁻¹, 温度 *T* = 798 K, 应变速率 ε= 0. 521 s⁻¹。经计算得到 Δ= 0. 91 μm。本研究中复合材料的平均颗粒尺寸为 2 μm 和 5 μm, 大于计算得到的 0. 91 μm, 所以在变形过程中界面上可能会产生空洞。当然, 本研究中复合材料的高温高应变速率变形过程是复杂的, 例如不能排除存在界面液相的协调机制^[5, 12]。

颗粒尺寸对颗粒/基体界面上空洞的影响很明显, (2 μm) SiC_p(10%) / MB2 复合材料的空洞生长速率指数和零应变时的空洞量均小于(5 μm) SiC(10%) / MB2 的。因此, 颗粒尺寸的减小对复合材料超塑性能是有利的。

4 结论

复合材料增强颗粒直径减小, 界面应力集中明显减弱, 有利于获得性能良好的超塑性。超塑变形过程中形成大量空洞, 空洞的形核和扩展与颗粒的尺寸大小密切相关, 其生长服从指数定律。

[REFERENCES]

[1] 胡连喜, 李小强, 王尔德, 等. 挤压变形对 SiC_w/ZK51A 镁基复合材料组织和性能的影响 [J]. 中国有色金属学报, 2000, 10(5): 680-683.
HU Lian-xi, LI Xiao-qiang, WANG Er-de, et al. Extrusion deformation on microstructure and mechanical properties of SiC_w/ZK51A magnesium matrix composite [J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metal, 2000, 10(5): 680- 683.
[2] 蔡叶, 黄伯云, 苏华钦. 铸造 SiC_p/Mg(AZ81) 复合材料界面 [J]. 中国有色金属学报, 1997, 7(3): 108 - 111.

CAI Ye, HUANG Bai-yun, SU Hua-qin. Interface of as-cast SiC_p/Mg(AZ81) composite [J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metal, 1997, 7(3): 108- 111.
[3] SU Ying, ZHANG Guo-ding, WANG Hu-min, et al. Fracture mode and process of SiC_w+ B₄Cp/ MB15 magnesium matrix composite [J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 1997, 7(3): 108- 112.
[4] Ibrahim I A, Mohamed F A, Lavernia E J. Particulate reinforced metal matrix composites—a review [J]. J Mater Sci, 1991, 26: 1137- 1156.
[5] Mabuchi M, Higashi K, Langdon T G. Investigation of the role of a liquid phase in Al-Cu-Mg metal matrix composite exhibiting high strain rate superplasticity [J]. Acta Metall Mater, 1994, 42(5): 1739- 1745.
[6] Lim Suk-wan, Nishida Y. Superplasticity of whisker reinforced 2024 aluminum alloy composites fabricated by squeeze casting [J]. Script Metall, 1995, 32(12): 1911 - 1915.
[7] Lim Suk-won, Imai T, Nishida Y, et al. High strain rate superplasticity of TiC particulate reinforced magnesium alloy composite by vortex method [J]. Script Metall, 1995, 32(11): 1713- 1717.
[8] 孙扬善, 翁坤忠, 袁广银. Sn 对镁合金显微组织和力学性能的影响 [J]. 中国有色金属学报, 1999, 9(1): 55- 60.
SUN Yang-shan, WENG Kun-zhong, YUAN Guang-yin. Effects of Sn addition on microstructure and mechanical properties of magnesium alloy [J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metal, 1999, 9(1): 55- 60.
[9] MA Arbin, CHEN Pei-sheng, SUN Yang-shan, et al. TEM study of SiC/ Mg interface in SiC_p/ AZ31 magnesium matrix composite [A]. Imura T, Fujita H. Proceeding of the Special Symposium on Advanced Materials [C]. Japan, Nagoya, 1998. 154- 157.
[10] 陈培生, 孙扬善, 隗海昌, 等. MB2/ SiC 复合材料的高应变速率超塑性 [J]. 中国有色金属学报, 2000, 10(2): 149- 154.
CHEN Pei-sheng, SUN Yang-shan, JUAN Hai-chang, et al. High strain rate superplasticity in MB2/ SiC magnesium matrix composites [J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metal, 2000, 10(2): 149- 154.
[11] Needleman A, Rice J R. Plastic creep flow effects in the

- diffusion of grain boundaries [J]. Acta Metall, 1980, 28(10): 1315–1332.
- [12] Koike J, Mabuchi M, Higashi K. In situ observation of partial melting in superplastic aluminum alloy composites at high temperatures [J]. Acta Metall Mater, 1995, 43(1): 199–206.

Cavity behavior of SiC/MB2 magnesium matrix composites during high strain rate superplasticity deformation

CHEN Pei-sheng¹, SUN Yang-shan², JIANG Jian-qing²,
MA Ai-bin², LI Qing-feng¹

- (1. Research Institute of Unmanned Aircraft, Nanjing University of Aeronautics and Astronautics,
Nanjing 210016, China;
2. Department of Materials Science and Engineering, Southeast University,
Nanjing 210096, China)

[Abstract] Longitudinal sections of superplastically deformed magnesium matrix composites reinforced with 10% (volume fraction) SiC particulate were observed by TEM and SEM. Large amount of cavity has formed during the superplasticity deformation. Volume fraction of cavities increases with true strain during superplastic deformation. Cavity nucleates at the interface of particulate and matrix, and it is related to particulate size. Cavity growth rate obeys the exponential law.

[Key words] magnesium alloy; composite; superplasticity; cavity

(编辑 朱忠国)