

[文章编号] 1004-0609(2002)03-516-05

Al₂O₃p/Al 复合材料中颗粒粒径与 形态对组织和性能的影响^①

姜龙涛¹, 武高辉¹, 孙东立¹, 张强¹, 陈剑锋¹, 河野纪雄², 齐藤秀雄³

(1. 哈尔滨工业大学 材料科学与工程学院, 哈尔滨 150001; 2. 日本千叶工业大学 金属工学科;

3. 日本千叶工业大学 附属材料解析中心)

[摘 要] 选用 5.0 和 0.15 μm 两种粒径的 Al₂O₃ 颗粒, 制备了 Al₂O₃ 体积分数为 40% 的铝基复合材料。利用透射电镜对两种复合材料拉伸前后的组织进行观察, 结果表明: 5 μm 尖角形 Al₂O₃ 颗粒增强复合材料的铸态组织中存在高密度的位错, 这主要是由于热错配应力引起的; 0.15 μm 椭圆形 Al₂O₃ 颗粒增强复合材料的铸态组织中几乎观察不到位错, 这与颗粒细小且为等轴状、分布弥散、界面附近应力分布均匀等因素有关。对拉伸断口附近显微组织的观察表明, 前者基体中位错进一步增殖, 后者则存在明显的位错环。室温拉伸结果表明亚微米 Al₂O₃p/Al 复合材料中的这种微观组织有利于材料强度和塑性的提高。

[关键词] 金属基复合材料; 显微组织; 力学性能

[中图分类号] TB 331

[文献标识码] A

金属基复合材料基体的显微组织对力学性能起着重要的作用, 因此复合材料基体的显微组织及形成机理及其对力学行为的影响的研究一直都是研究的热点^[1~4]。以往的研究表明^[1, 2], 复合材料的弹性模量随颗粒增强体体积分数的增加而增加, 但复合材料的强度并不完全遵循这一规律^[5]。颗粒形状对复合材料力学性能的影响主要是从应力分布的角度来考虑的^[6, 7]: 尖角形粒子在尖角处会产生大量的应力集中, 并且使基体处于较高的拉应力状态, 而圆形颗粒由于在界面处可以形成较大的塑性应变梯度和静水压梯度, 往往具有较高的强度和良好的塑性。

研究还表明, 颗粒粒径对复合材料组织和性能的影响较大, Arsenault 与其合作者^[3, 4]假设错配应变由释放位错环来松弛, 由此估算位错密度的增量与增强体的数目及每个增强体的表面积成正比; Miller 和 Humphrey^[8]假设粒子形状是立方体认为位错密度与颗粒的粒径成反比, 并且预言对 1 μm 以下的粒子尤为显著, 他估算当颗粒尺寸变为 0.2 μm 时, 位错密度升高至约 10^{14}m^{-2} 。另外, 颗粒粒径对复合材料断裂过程有明显的影响^[9, 10], 10 μm 以上的颗粒增强复合材料的断裂主要是由于颗粒的开裂而致; 而增强体粒径在 5 μm 左右时, 主要是

由于基体和增强体之间的界面剥离造成。

目前已有的研究都是以微米级颗粒增强体复合材料所得数据为基础建立的模型, 对增强体粒径在 0.5 μm 以下的亚微米级颗粒增强复合材料的报道还很少。为此本文作者选用 5 μm 尖角形和 0.15 μm 椭圆形两种 Al₂O₃ 颗粒制备了 Al₂O₃p/Al 复合材料 (Al₂O₃ 颗粒体积分数 $\varphi_p = 40\%$), 考察了两种材料的拉伸前后的显微组织, 以及室温拉伸力学性能。

1 实验

复合材料采用加压排气铸造法制备^[11]。增强体有两种: 亚微米 Al₂O₃ 颗粒选用日本大明公司生产的粒度为 0.15 μm 近球形的 α -Al₂O₃, 微米级颗粒选用郑州白鸽公司生产的 5 μm 尖角形的 α -Al₂O₃, 复合材料中 Al₂O₃ 的体积分数为 40%, 基体材料为 6061Al 合金。拉伸性能测试在 Instron-1186 万能电子拉伸机上进行, 加载速率为 0.5 mm/min, 拉伸试样用线切割的方法加工成标距为 15 mm $\times$ 6 mm $\times$ 2 mm 的板状试样。复合材料的透射电镜试样制备过程为: 用线切割切成 1 mm 的薄片, 经机械减薄至 50 μm , 在日立 E-300 型离子减薄机上用 4

① [基金项目] 国家自然科学基金资助项目(59771014; 50071019)

[作者简介] 姜龙涛(1972-), 女, 讲师, 博士研究生。

[收稿日期] 2001-06-20; [修订日期] 2001-08-17

kV, 0.7 mA 的氩离子束减薄, 离子束的掠射角为 $7^\circ \sim 15^\circ$ 。用于微观组织观察的透射电镜为 JEOL-200CX, 加速电压为 200 kV。

2 结果及分析

2.1 压铸态 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ 的显微组织

图 1(a), (b) 和 (c) 所示分别为 $5\ \mu\text{m}$ 和 $0.15\ \mu\text{m}$ 的 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ ($\varphi_p = 0.4$) 的压铸态透射电镜显微组织。从图 1(a) 可以看出, 平均尺寸在 $5\ \mu\text{m}$ 左右时, 基体中存在高密度的位错, 这主要是由于 Al_2O_3 颗粒与基体的热错配应力引起的, 这一结果与以往的研究结果相同。当颗粒的粒径小到亚微米级时, 复合材料的微观组织发生了较大的改变, 从图 1(b) 和 (c) 可以看出, 颗粒细小导致颗粒弥散度增高, 颗粒间距减小到 $80 \sim 150\ \text{nm}$ 之间, 颗粒与基体之间的界面结合良好, 没有观察到界面反应物。虽然 Al_2O_3 颗粒与 Al 基体的热膨胀系数存在很大的差异, 但在 Al 基体的双束状态下(见图 1(d)) 却几乎没有观察到由于热错配应力所引起的位错, 仅在颗粒周围的基体中存在有细小的黑白相间的衬度。这种组织应与增强体的粒径与形状有直接关系, 其形成机制还有待于进一步的研究。

对比微米级和亚微米级 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ 复合材料的显微组织可以看出, 颗粒的尺寸和形态对基体的显微组织影响很大。直径 $0.15\ \mu\text{m}$ 的颗粒与 $5\ \mu\text{m}$ 的颗粒相比, 其体积减小 37 000 倍, 单位体积的表面

积增加 1 100 倍。这种体积效应和表面效应使得在相同体积分数下, 颗粒分布极其弥散, 颗粒与基体之间的界面增加, 又由于 Al_2O_3 颗粒细小、为近球形, 热错配应力分散于弥散的颗粒周围而不是集中于图 1(a) 所示的尖角处的大范围。以往对微米级的圆形颗粒增强的研究表明^[6], 圆形粒子可以在界面处形成均匀的塑性应变梯度和静水压梯度。这种状况使得颗粒周围的应力状态变得较为均匀, 虽可以在基体中观察到较明显的应变场衬度, 但这种应力水平较低, 作用范围小, 因此难以形成位错结构。

2.2 拉伸变形后 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ 的显微组织

为进一步分析 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ 复合材料的显微组织特征, 对上述两种复合材料拉伸断口附近的组织进行了透射电镜观察。如图 2 所示, 微米级 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ 复合材料在变形后, 复合材料基体中的位错明显增殖, 在大颗粒的尖角处表现得尤为明显, 从图 2(a) 可见, 在颗粒与基体结合的界面处, 位错密度呈梯度分布, 即随着距界面的距离的增大, 位错密度逐渐降低。

亚微米 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ 复合材料的显微组织在变形后的组织如图 2(b) 和 (c) 所示, 由图可见, 基体由拉伸前的近无位错状态转变为出现了位错, Al_2O_3 颗粒周围缠绕了大量的位错环, 这是拉伸变形过程中位错与颗粒以 Orowan 机制相互作用的结果。由图中还可以看出, 由于位错之间的相互作用, Al_2O_3 颗粒周围的位错间距随着距界面距离的增加而增

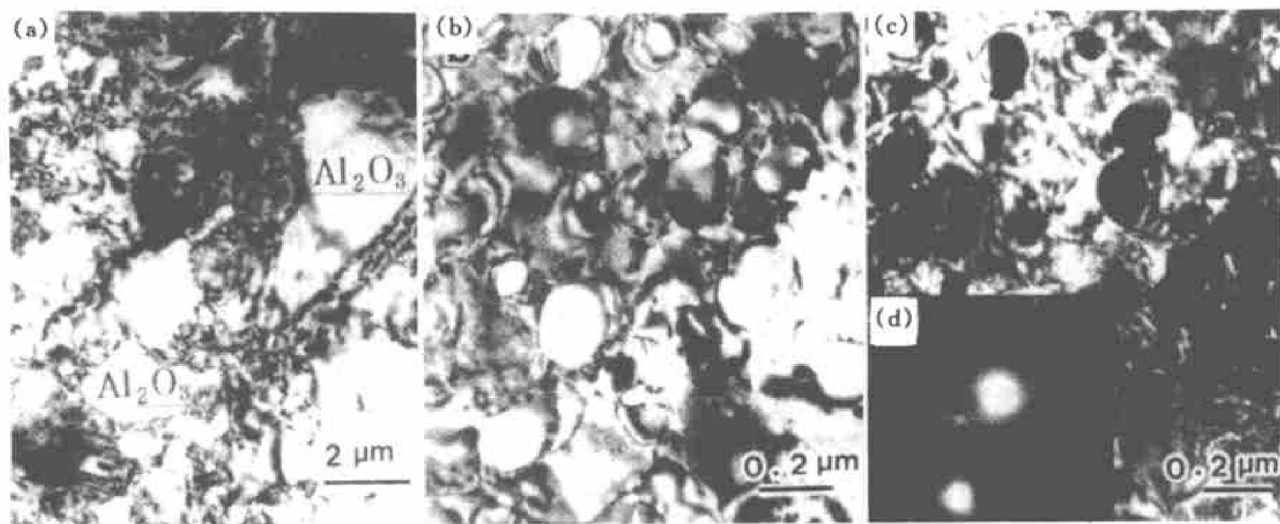


图 1 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ ($\varphi_p = 40\%$) 的透射电镜显微组织

Fig. 1 TEM microstructures of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ composites ($\varphi_p = 40\%$)

(a) $5\ \mu\text{m}-\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$; (b), (c) —Bright field image and dark field image of $0.15\ \mu\text{m}-\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$;
(d) —Diffraction pattern of (b) and (c)

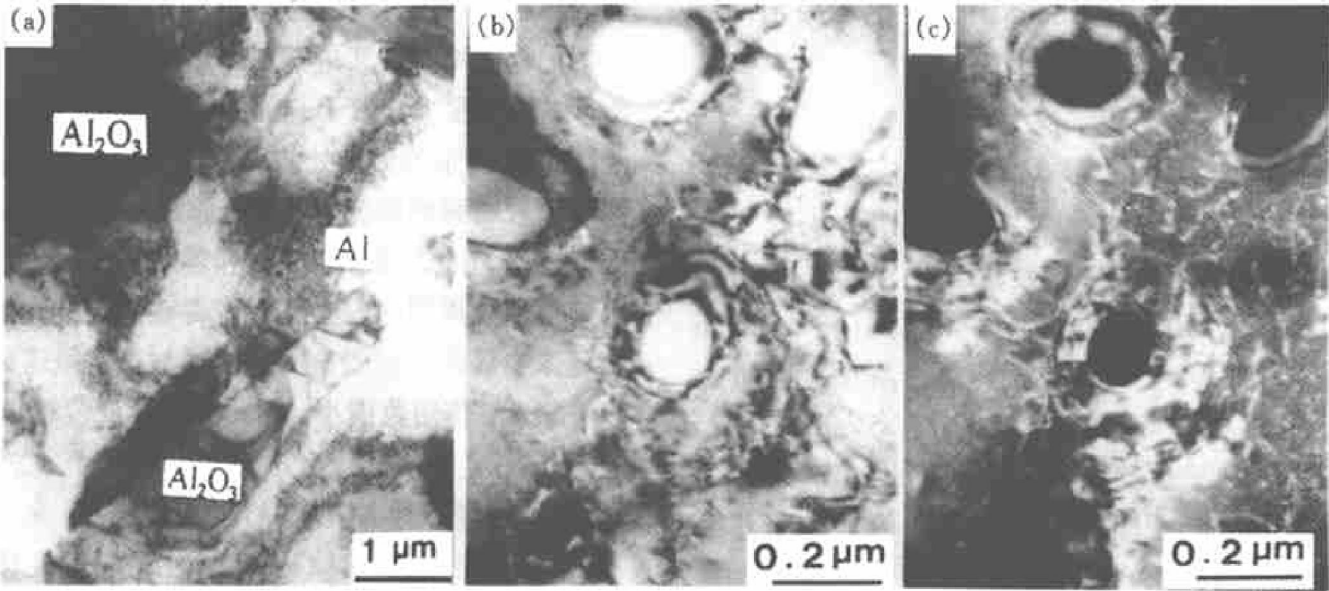


图 2 Al₂O_{3p}/Al 复合材料($\varphi_p=40\%$) 拉伸变形后的显微组织(TEM)

Fig. 2 TEM microstructures of Al₂O_{3p}/Al composites ($\varphi_p=40\%$) after tensile deformation

(a) —5 μm -Al₂O_{3p}/Al; (b) —Bright field image of 0.15 μm -Al₂O_{3p}/Al; (c) —Dark field image of 0.15 μm -Al₂O_{3p}/Al

加。

亚微米级近球形颗粒复合材料中位错的形态与微米级复合材料的形态和数量具有较大的不同。由于颗粒的粒径细小，位错的绕过易于切过，因此，变形后的亚微米 Al₂O₃/Al 复合材料基体中的位错均以位错环的形式出现。微米级 Al₂O₃/Al 复合材料由于颗粒为尖角形，在拉伸的过程中尖角处的应力集中比较显著，因此在拉伸后的显微组织中尖角处的位错呈现进一步增殖的趋势。通过对两种复合材料拉伸前后显微组织的观察可以看出，二者在强化机制上存在较大的不同，微米级复合材料的强化机制以位错强化为主，而亚微米 Al₂O₃/Al 复合材料则以弥散强化为主。

2.3 Al₂O_{3p}/Al 的拉伸性能

将两种 Al₂O₃/Al 复合材料的常规拉伸力学性能列于表 1。5 μm -Al₂O_{3p}/Al 复合材料铸态的断裂强度只有 393 MPa，0.15 μm -Al₂O_{3p}/Al 复合材料铸态的断裂强度可以达到 590 MPa。图 3 为两种材料的拉伸断口，观察表明，微米级颗粒增强复合材料断口很平(如图 3(a)所示)，基体有撕裂棱和少量的韧窝，大的增强体颗粒呈现脆性断裂的特征；而亚微米级颗粒增强复合材料的断口凸凹不平(如图 3(b)所示)，基体存在大量的细小的韧窝，表现出韧性断裂的特征。

结合拉伸前后的显微组织观察及力学性能测试结果可以看出，微米级颗粒的粒径较大，且呈尖角

表 1 Al₂O_{3p}/Al 复合材料的室温拉伸性能

Table 1 Tensile properties of Al₂O_{3p}/Al composites at room temperature

No.	$d/\mu\text{m}$	$\varphi_p/\%$	Shape
1	5.0	40	Sharp angle shape
2	0.15	40	Near spherical shape

No.	E/GPa	σ_b/MPa	$\delta/\%$
1	135.5	393	0.5
2	140	590	2.0

形，在外加拉应力的作用下，颗粒的尖角处存在严重的应力集中，低应力断裂的可能性大大增加。而亚微米级颗粒增强的铝基复合材料则不然，首先由于颗粒细小，在拉伸过程中由于颗粒断裂而导致复合材料整体断裂的因素几乎是不存在的，其次，由于颗粒细化导致界面增多，使得裂纹扩展途径的随机性大大增加；再次，圆形颗粒周围的基体中应力分布均匀，应变小，因此亚微米复合材料的断裂表现为韧性断裂的特征。

3 结论

1) 与微米级尖角形颗粒增强铝基复合材料铸态组织表现为高密度位错的显微组织不同，细小近球形的 Al₂O₃ 颗粒增强复合材料的基体显微组织表现为位错稀少的特征。拉伸变形后，微米级 Al₂O_{3p}/Al 复合材料基体位错进一步增殖，亚微米 Al₂O_{3p}/Al 复合材料中则存在明显的位错环。

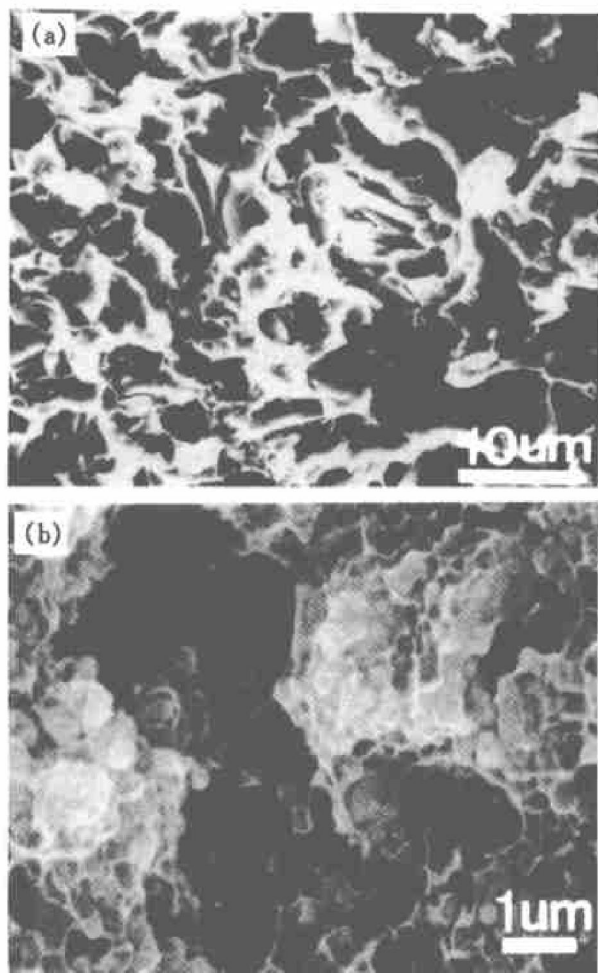


图 3 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ 复合材料的拉伸断口的 SEM 照片

Fig. 3 SEM fractographs of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ composites ($\varphi_p = 40\%$)

(a) $5\ \mu\text{m}-\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$; (b) $0.15\ \mu\text{m}-\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$

2) 亚微米 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ 复合材料由通常的位错强化转化为弥散强化的特征; 细小且为近圆形的增强体有利于复合材料力学性能的改善。

[REFERENCES]

- [1] Clyne T W, Withers P J. An Introduction to Metal Matrix Composites [M]. Cambridge: The Press Syndicate of University of Cambridge, 1993. 243– 246.
- [2] Lee J C, Lee J I, Lee H I. Methodologies to observe and

characterize interfacial reaction products in $(\text{Al}_2\text{O}_3)_p/\text{Al}$ and SiC_p/Al composites using SEM, XRD, TEM [J]. Scripta Materialia, 1996, 35(6): 721– 726.

- [3] Arsenault R J, Taya M. Thermal residual stress in metal matrix composite [J]. Acta Metall, 1987, 35(3): 651 – 659.
- [4] Arsenault R J, Shi N. Dislocation generation due to differences between coefficients of thermal expansion [J]. Mat Sci Eng, 1986, 81: 175– 181.
- [5] Lai S W, Chung D D C. Fabrication of particulate aluminum-matrix composites by liquid metal infiltration [J]. J Mater Sci, 1994, 29 (9): 3128– 3150.
- [6] Song S G, Shi N, Gray G T, et al. Reinforcement shape effects on the fracture behavior and ductility of particulate reinforced 6061-Al matrix composites [J]. Metall Mater Trans A, 1996, 27(11): 3739– 3746.
- [7] 秦蜀懿, 张国定. 改善颗粒增强金属基复合材料塑性和韧性的途径与机制 [J]. 中国有色金属学报, 2000, 10(5): 621– 629.

QIN Shuyi, ZHANG Guo-ding. Methods and mechanisms to improve ductility and toughness of particle reinforced metal matrix composites [J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2000, 10(5): 621– 629.

- [8] Miller W S, Humphreys F J. Strengthening mechanisms in metal matrix composites in fundamental relationships between microstructure and mechanical properties of metal-matrix composite [A]. Liawad P K, Gangor M N. TMS [C]. Warrendale, 1990. 517– 541.
- [9] Ikeno S, Furuta K, Matsuda K J. Effect of alumina particle size on aging in $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}-\text{Cu}-\text{Mg}$ composite materials [J]. Japan Institute of Light Metals, 1995, 45(5): 249– 252.
- [10] Flom Y, Arsenault R J. Effect of particle size on fracture toughness of SiC/Al composites materials [J]. Acta Metall, 1989, 37: 2413.
- [11] 武高辉. 亚微米颗粒与铝合金的复合工艺 [P]. CN94114284. X. 1994.

WU Gao-hui. Technique Compounding Sub-micro Particles and Aluminum Alloy [P]. CN94114284. X. 1994.

Effect of particle size and morphology on microstructure and properties of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ composites

JIANG Long-tao¹, WU Gao-hui¹, SUN Dong-li¹, ZHANG Qiang¹,

CHEN Jian-feng¹, Norio Kouno², Hideo Saito³

(1. Department of Materials Science and Technology, Harbin Institute of Technology,
Harbin 150001, China;

2. Department of Metallurgical Engineering, Chiba Institute of Technology, Japan;

3. Analysis Center of Materials, Chiba Institute of Technology, Japan)

[Abstract] Aluminum matrix composites with alumina particles of 40% (volume fraction) were fabricated using 5.0 μm and 0.15 μm Al_2O_3 particles respectively. The microstructure of the two kinds of composites before and after tension was investigated with transmission electron microscope (TEM). It was found that there was a high dislocation density in the as-cast composite reinforced by 5 μm sharp-angle-shaped Al_2O_3 particles, due to the thermal mismatch stress. In contrast, little dislocation was observed in the as-cast composite reinforced by 0.15 μm spherical Al_2O_3 particles, which could be attributed to the following factors, such as the dispersion of the equiaxed fine particles, uniform distribution of the stress near the interfaces, etc. The microstructural observation near the fracture indicated that dislocations increased in the matrix of the former composite, while obvious dislocation loops were found in the latter. The room temperature tensile test confirmed that such microstructure in the sub-micro $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ composites was beneficial to an increase in their strength and ductility.

[Key words] metal matrix composites; microstructure; mechanical properties

(编辑 何学锋)