

文章编号: 1004-0609(1999)04-0759-05

热处理对 SiC_p/2024Al 复合材料尺寸 稳定性的影响^①

张帆 李小瑾 孙鹏飞

(上海交通大学 金属基复合材料国家重点实验室, 上海 200030)

摘 要: 以微屈服强度、应力松弛强度及线性尺寸测量值为指标, 研究了多种热处理对 SiC_p/2024Al 复合材料尺寸稳定性的影响。结果表明, 在不同使用环境条件下, 应作不同的尺寸稳定化处理。峰时效处理能提高材料抵抗负载尺寸稳定性, 冷热循环处理则对抵抗环境温度变化尺寸稳定性有利, 而退火、深冷处理的尺寸稳定性较低。分析了影响该复合材料尺寸稳定性的微观结构因素。

关键词: SiC_p/2024Al; 尺寸稳定性; 微屈服强度; 热处理

中图分类号: TB323 TH142

文献标识码: A

碳化硅颗粒增强铝基复合材料(SiC_p/Al)具有较高的比强度、比模量、耐冲击, 特别是导热性和热膨胀性可设计调节等性能, 不仅在受力结构件领域具应用前景, 而且在光学精密构件和仪表方面也颇受重视。国外已用它来制造光学反射镜基材, 并应用于坦克火控系统、红外探测制导系统和超轻型天文望远镜等^[1]。此类光学构件对材料尺寸稳定性有极严格的要求, 因而材料尺寸的稳定化处理是其能否应用的关键。碳化硅颗粒增强铝基复合材料发展历史不长, 有关其尺寸稳定性的规律、机制及稳定化工艺方面的报道很少。李义春^[2]、李志林^[3]、张帆^[4]等对此类尺寸稳定化工艺作了初步研究, 所得结果并不完全一致。

本工作选择最具应用前景的 SiC_p/2024Al 复合材料, 以微屈服强度、应力松弛强度和直接尺寸测量值为指标, 研究了多种热处理工艺对材料抵抗负载和环境温度变化对尺寸稳定性的影响, 并分析了其尺寸稳定化机制及影响因素, 目的是为了探索该材料先进的尺寸稳定化工艺。

1 试验方法

1.1 材料制备

基体选用 2024 铝合金, 其化学成分(质量分数)为 Al-4.00% Cu-1.31% Mg-0.58% Mn 和其他痕量元素。增强体选用 SiC 颗粒磨料, 形状为不规则多边形, 名义尺寸 7 μm。先用干法制备颗粒预制件, 然后利用真空压力浸渗法制备颗粒体积分数为 35% 的 SiC_p/2024Al 复合材料, 具体方法见文献[5]。

1.2 热处理

将制备的复合材料进行如表 1 所示的热处理。

1.3 测试

在 MTS New 810 试验机上采用连续加载法进行微屈服强度测试。与加载-卸载法相比, 连续加载法可避免因微循环强化及应变片粘胶松弛产生的误差, 但需精确测定弹性模量^[6]。试样呈板状哑铃形, 厚 3 mm、工作标距宽度 6 mm。使用感量 6×10^{-7} 、量程 6×10^{-3} 的 MTS 引伸计测量应变, 利用 MTS 系统计算机

① 收稿日期: 1998-09-07; 修回日期: 1999-02-03 张帆(1961-), 男, 副教授, 博士

表 1 各种热处理工艺

Table 1 Heat treatment routes

Heat treatment	Parameters
Quenching	500 ℃, 1 h, W. Q.
Natrual Aging	500 ℃, 1 h, W. Q. at room temperature 48 h
Aging(8 h) (T6)	500 ℃, 1 h, W. Q. + 190 ℃, 8 h, A. C.
Aging(12 h)	500 ℃, 1 h, W. Q. + 190 ℃, 12 h, A. C.
Aging(24 h)	500 ℃, 1 h, W. Q. + 190 ℃, 24 h, A. C.
Cycling(3)	500 ℃, 1 h, W. Q. + (190 ℃, 2. 5 h, ↔ 196 ℃, 1 h, 3times)
Aging+ Cycling	500 ℃, 1 h, W. Q. + 190 ℃, 8 h, A. C. + (190 ℃, 2. 5 h, ↔ 196 ℃, 1 h, 3times)
Annealing	400 ℃, 3 h, F. C.
Annealing+ Cycling	400 ℃, 3 h, F. C. + 190 ℃, 8 h, A. C. + (190 ℃, 2. 5 h, ↔ 196 ℃, 1 h, 3times)
Deep Cooling	500 ℃, 1 h, W. Q. + 190 ℃, 8 h, A. C. + (- 196 ℃, 1 h)

及测试软件采集应力 σ 及应变 ε 数据, 并确定弹性模量 E 。根据公式 $\varepsilon_p = \varepsilon - \sigma / E$ 求出残余塑性应变 ε_p , 并求得 $\sigma - \varepsilon_p$ 曲线, 在该曲线上确定 $\varepsilon_p = 10^{-6}$ 时的应力值, 即为微屈服强度 MYS(Microyield strength)。

由于 SiC_p/2024Al 硬度高、机加工困难, 本工作采用等截面圆环试样, 按 GB10120 进行应力松弛试验。

将外形尺寸 3 mm × 3 mm × 25 mm 和工作标距长度 10 mm 的长条形试样置于 DTMA-II 动态热机械分析仪上, 模拟环境温度变化, 进行 50 ℃~ - 50 ℃的冷热循环。全程自动跟踪测量试样长度的变化, 分析试样抵抗环境温度变化的尺寸稳定性。

2 试验结果及分析

2. 1 微屈服强度

表 2 所示为试验材料经 10 种不同热处理后的微屈服强度值, 从中可以看出如下规律:

1) 退火态试样的 MYS 较低, 而经过固溶时效强化处理的试样 MYS 值均较高, 且具有“峰时效”现象, 12 h 时效可使 MYS 达到 180 MPa 以上。这说明微屈服强度与宏观强度一样, 也受时效过程中强化相 S' 析出规律的控制。自然时效状态比人工时效状态的 MYS 低, 这可能与固溶时产生的残余微观内应力在温度

较高的人工时效过程中得到较大的松弛有关。

2) 比较 T6 与 T6+ 循环、以及退火与退火+ 循环两组处理状态值可见, 循环处理并不能提高 MYS, 反而有所降低, 这一点与传统铝合金不同。淬火+ 直接循环处理之所以具有较高的 MYS, 主要与循环过程中强化相 S' 的析出有关。

表 2 热处理对微屈服强度的影响

Table 2 Effects of heat treatment on microyield strength

Heat treatment	Microyield strength/ MPa
Quenching	88
Natural Aging	96
Aging(8h) (T6)	138
Aging(12 h)	182
Aging(24 h)	132
Cycling(3)	155
Aging + Cycling	78
Annealing	44
Annealing + Cycling	34
Deep cooling	27

3) 深冷处理的 MYS 最低, 这是因为深冷到负温时, 材料内部造成很高的微观热错配应力, 严重降低 MYS。MYS 高低反映了材料抵抗短时负载下的尺寸稳定性。传统铝合金有效的尺寸稳定化处理, 如深冷处理、循环处理、退火处理等, 对 SiC_p/Al 复合材料并无很好的尺寸稳定化效果, 而峰时效处理则能大大提高

此类复合材料抵抗短时负载的尺寸稳定性。

2.2 应力松弛强度

图 1 所示为几种典型处理试样的应力松弛曲线。各曲线均存在两个阶段，即应力强烈松弛的初始阶段和应力缓慢松弛的后续阶段。一般来说，应力松弛是通过基体微区塑性变形来实现的，所以对尺寸稳定性不利。深冷态的应力松弛分数最大，即应力松弛强度最低，直接反映出它具有较高的微观残余内应力，对尺寸稳定性最为有害。其余状态的应力松弛强度较高，且相差不多，仔细比较可见退火态的松弛强度稍低，尺寸稳定性也不很好。

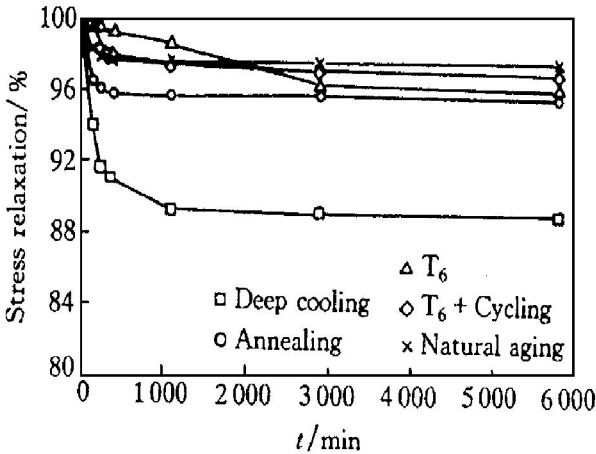


图 1 几种典型处理试样的应力松弛曲线

Fig. 1 Stress relaxation curves of typically heat treated specimens

2.3 环境温度变化的影响

图 2 所示为退火试样在模拟环境温度循环变化时的长度变化实测曲线，它的“峰”、“谷”不对称，说明除了随温度变化而自然产生的热胀冷缩现象之外，还存在一种不可恢复的尺寸变化。根据“谷值”的绝对值大于“峰值”及它们均随循环次数的增加而下降的现象，可说明这种尺寸变化是长度方向上的不可逆收缩。这是由于热循环过程中产生的高热失配应力 (ΔCTE 应力) 松弛，导致基体微塑性变形而产生的。图 2 还表明，随循环次数的增加，“峰值”降落平缓，表明基体微塑性变形越来越小，将每一峰值与第一峰值相减，可得出试样长度方向的尺寸变化与循环次数的关系。图 3 所示为几种典型处理状态试样在模拟环境温度循环

变化时的尺寸变化情况，它表明退火态长度缩量最大，且 3 个循环后仍有一定下降趋势；时效态的尺寸，变化居中；预循环处理的材料，长度变化最小。这说明经循环处理的复合材料具有较高的抵抗环境温度变化尺寸稳定性。

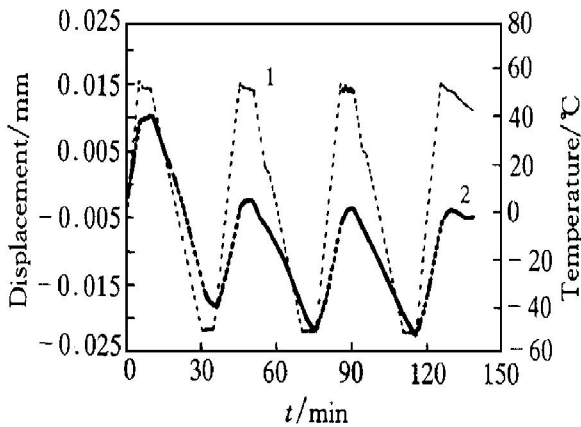


图 2 退火试样热循环时的长度变化

Fig. 2 Length change of annealed specimen during thermal cycling

1—Temperature; 2—Displacement

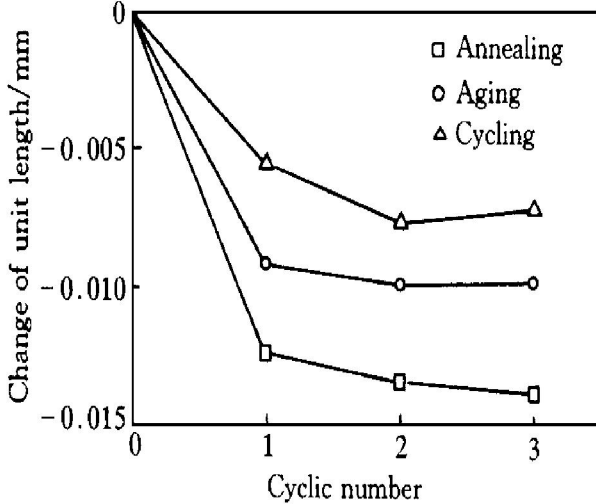


图 3 三种典型处理试样在 50 °C~ - 50 °C 循环时单位长度的变化

Fig. 3 Change of unit length of three typically heat treated specimens during thermal cycling between 50 °C and - 50 °C

3 讨论

SiC_p/ 2024Al 复合材料中的 SiC 颗粒可约束铝基体塑性变形，阻碍位错短程滑移，同时还能细化基体晶粒，加速时效强化相析出，可提高材料的刚度、宏观强度、微屈服强度等，

所以 $\text{SiC}_p/\text{2024Al}$ 比铝合金具有更高的抵抗负载尺寸稳定性。但 SiC 颗粒提高 MYS 的效果不如时效强化相 S' 的贡献大, 因为 S' 相更细小、弥散, 阻碍位错短程滑移效果更强^[7] (图 4 (a))。因此通过时效处理使 S' 相充分析出, 是提高 SiC_p/Al 复合材料抵抗负载尺寸稳定性的重要手段。

由于 SiC 和 Al 的热膨胀系数差 (ΔCTE) 很大, 经高温复合制备的 SiC_p/Al 复合材料其内部必然存在较高的 ΔCTE 应力, 以及由应力松弛而在基体上产生的高密度位错^[8,9]。这是复合材料的固有特性, 并使其性能及尺寸稳定性具有以下特点: 第一, 高 ΔCTE 应力及位错密度导致该材料在低应力下产生“应变弛豫”^[10], 这对尺寸稳定性不利; 第二, ΔCTE 应力及位错密度主要与温度变化间隔的大小有关, 这也是退火和深冷处理 ΔCTE 应力及位错密度较高、微屈服强度较低, 因而抵抗负载尺寸稳定性较低的原因; 第三, 循环处理或环境温度变化时 ΔCTE 应力及位错密度的变化十分复杂。目前对它的认识存在较大分歧: 李义春等^[2]认为循环处理可降低内应力; 李志林等^[3]则认为循环处理不一定能降低复合材料的内应力。我们认为不能一概而论, 要视具体材料及循环工艺参数而定, 如增强颗粒的大小、形状、间距、循环处理的温度间隔、在上限循环温度的保温时间、循环加热冷却速度、循环次数等均会影响循环处理的效果。一般来说, 复合材料中的微观应力包括热失配 ΔCTE 应力和松弛位错 (Relaxation dislocation, RD) 应力两部分, ΔCTE 应力是 2 相晶格弹性共格失配造成的, 它在循环的加热和冷却反向过程中是反向可逆变化的。但 RD 应力要视循环冷却过程中松弛位错的产生以及在循环加热过程中位错回复的相对程度而定, 若循环上限温度较高、循环上限温度保持时间较长, 或增强颗粒呈球形、颗粒尺寸较大、颗粒间距较大, 则有利于位错回复。位错运动到基体晶界及亚晶界、颗粒边界消失, 或异号位错相遇湮灭, 从而使位错密度降低及微观应力下降。相反的组织结构参数及

循环工艺参数将降低减小微观应力的效果。本工作中, 试样在循环上限温度保持时间较短, 颗粒较细, 颗粒间距较小, 特别是 SiC 颗粒呈不规则多边形形状、有较多的尖角, 严重阻碍了位错回复, 使基体仍保留较高密度的位错 (图 4 (b))。这正是循环处理微屈服强度不高、抵抗负载尺寸稳定性低于时效处理的原因。

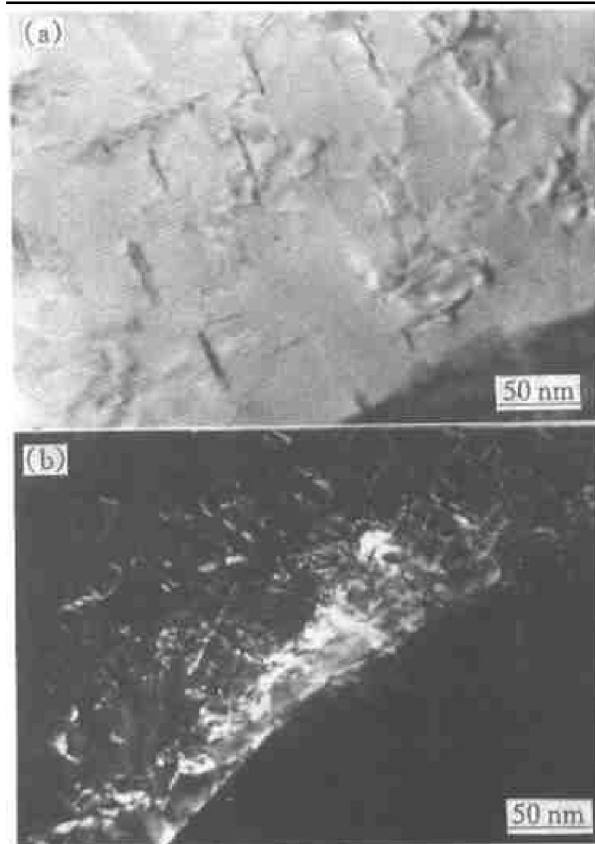


图 4 T6 处理 (a) 及循环 3 次处理 (b) 的 TEM 组织

Fig. 4 TEM images of specimen

(a) —T6 treated specimen (bright field);

(b) —3 times cycling treated specimen (dark field)

最后应指出, 首先预循环处理再模拟环境温度变化时, 其尺寸稳定性高于其它预处理状态, 这与大多数随循环次数增多尺寸变稳定的试验结果是一致的。因此, SiC_p/Al 复合材料在用于承受载荷不大, 但要求抵抗环境温度变化尺寸稳定性较大的场合时, 应选用循环处理作为其最佳尺寸稳定化处理。

4 结论

(1) 时效处理具有最高的微屈服强度、较高的应力松弛强度, 而退火、深冷、循环等处

理对微屈服强度不利, 故淬火+ 时效是提高抵抗负载尺寸稳定性的最佳稳定化工艺。

(2) 循环处理能提高材料抵抗环境温度变化尺寸稳定性。

(3) 弥散析出时效强化相 S' 、低的热失配 ΔCTE 应力和低的可动位错密度是提高复合材料尺寸稳定性的关键。复合材料具有增强颗粒强化、细化晶粒、提高 ΔCTE 应力及位错密度等综合效果, 与传统铝合金相比, 具有较高的抵抗负载尺寸稳定性和较低的抵抗环境温度变化尺寸稳定性。

REFERENCES

- 1 Mohn W R and Vukobratovic D. SAMPE Journal, 1988, (1/2): 26.
- 2 Li Yichun(李义春) and An Xivong(安希壩). The Chinese Journal of Nonferrous Metals(中国有色金属学报), 1992, 2(3): 76.
- 3 Li Zhilin(李志林) and Yao Zhongkai(姚忠凯). Ordnance Material Science and Engineering(兵器材料科学与工程), 1991, (11): 1.
- 4 Zhang Fan(张帆), Jin Cheng(金城), Li Xiaocui(李小瑞) *et al.* Materials Review(材料导报), 1998, 12(2): 53.
- 5 Li Xiaocui(李小瑞), Zhang Fan(张帆), Jin Cheng(金城) *et al.* Materials For Mechanical Engineering(机械工程材料), 1998, 22(1): 26.
- 6 Carnahan R D, Arsenault R J and Stone G A. Trans Met Soc of AIME, 1967, 239(8): 1193.
- 7 Zhang Fan, Li Xiaocui, Jin Cheng *et al.* Transaction of Nonferrous Metals Society of China, 1998, 8(3): 449.
- 8 Tara M and Lulay K E. Acta Mater, 1991, 39(1): 73.
- 9 Miller W S and Humphreys F J. Scripta Metall, 1991, 25(1): 33.
- 10 Zhang Fan(张帆), Li Xiaocui(李小瑞), Jin Cheng(金城) *et al.* Acta Metallurgica Sinica(金属学报), 1998, 34(7): 1.

Effects of heat treatment on dimensional stability of SiC_p/2024Al composite

Zhang Fan, Li Xiaocui, Sun Pengfei

State Key Laboratory of Metal Matrix Composites, Shanghai Jiao Tong University, Shanghai 200030, P. R. China

Abstract: In terms of microyield strength, stress relaxation strength and linear dimension measuring, the effects of various heat treatments on dimensional stability of a SiC_p/2024Al composite material have been studied. The dimensional stability of the composite resisting foreign load could be improved by peak aging treatment, and the thermal cycling treatment was beneficial to the dimensional stability under the condition of large change of ambient temperature. Annealing and deep cooling treatments have no satisfying effect on the dimensional stability. Finally the influential factors of the dimensional stability were discussed.

Key words: SiC_p/2024Al; dimensional stability; microyield strength; heat treatment

(编辑 张曾荣)