

SiC 粒子真空处理对铸造铝基 复合材料制备过程的影响^①

丁文江 徐小平 邓祖威

(上海交通大学)

摘 要

研究了真空烘烤 SiC 粒子对铸造铝基复合材料制备过程的影响。用四极质量分析仪分析了 SiC 表面吸附的气体。提出了 SiC 表面吸附的气体是妨碍它在铝合金熔体中均匀分散的主要原因的观点。

关键词: 复合材料 表面处理 SiC 粒子 真空烘烤 吸附

在粒子增强铸造复合材料的制备过程中, 必须使粒子均匀分散, 通过真空烘烤处理提高 SiC 粒子分散性的工作还很少见。本文比较了真空烘烤处理前后 SiC 粒子在铝合金熔体中的分散行为, 提供了一种提高 SiC 粒子分散性的工艺。

1 试验材料及试验方法

试验材料: 基体 Al 合金成分(wt.-%)为: Cu; 4.5, Mn; 0.8, Ti; 0.3, Mg; 0.5, Fe; < 0.4。 α 型 SiC 粒子的平均粒径为 10 μm 。

采用通常的固液状态添加 SiC 粒子, 搅拌使其均匀的方法制复合材料。即先将 5 kg 铝合金置于 Al_2O_3 坩埚中熔化, 再用 SiN 制成的搅拌器以 600 r/min 的速度边搅拌边降温, 至 Al-Cu 二元相图中 50% 固相率对应的温度时, 加入 SiC 粒子, 在此温度继续搅拌 30 min, 再将熔体升温至 720 $^{\circ}\text{C}$ 左右, 在 Ar 气中精炼, 除渣后, 铸成 75 mm $\times$ 50 mm 的试块。为减少冷却速度的影响, 在试块中心部割取 5 mm $\times$ 5 mm $\times$ 5 mm 作金相试样, 并测定了 SiC 粒子凝聚

体的密度及面积百分率。

用质量分析仪测定在真空烘烤过程中 SiC 粒子放出的气体种类。真空烘烤处理的要点是: 容器内压力为 1.3×10^{-3} Pa 时, 在 600 $^{\circ}\text{C}$ 加热 2 h 处理, 先除去吸附于容器壁上的气体, 然后放入 0.5 kg 烘干的 SiC 粒子, 减压至 1.3×10^{-4} Pa 时, 以 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速度升温, 用四极质量分析仪检测从 SiC 粒子表面脱离的气体。

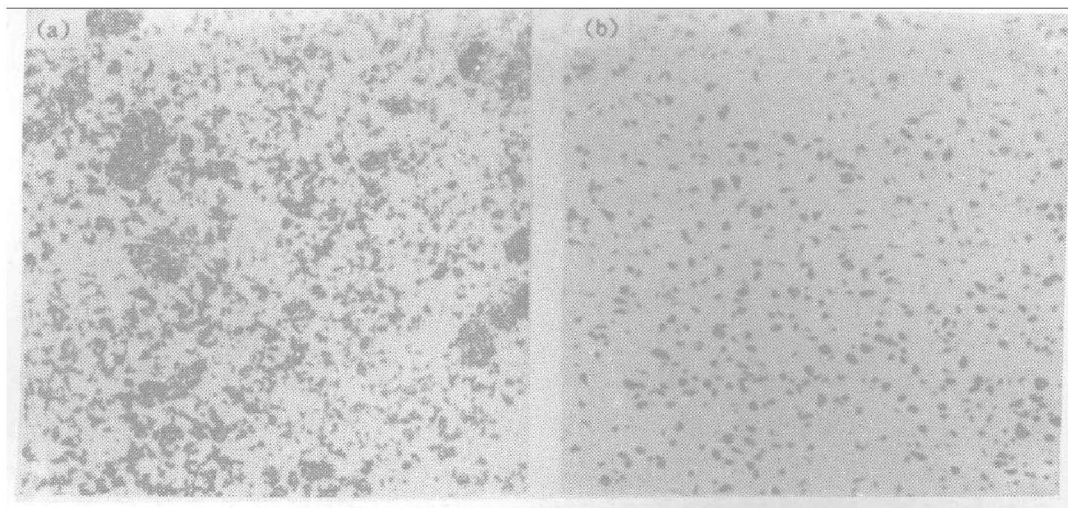
2 试验结果

图 1(a) 是含有 10 wt.-% 未经任何处理的 SiC 粒子的金相照片。可见 SiC 粒子大都分布在最后凝固处, 并且不少 SiC 粒子互相聚集成凝聚体。观察还表明, 这种凝聚体往往伴生空洞, 对材料性能有害。

图 1(b) 是加入经真空烘烤过的 SiC 粒子时的金相照片。可见 SiC 粒子在合金中分散性很好, 几乎没有凝集体。

测定了经不同处理的 SiC 粒子在合金中的凝聚体密度及凝聚面积百分比。后者是用图象处理装置处理金相照片得到的, 结果列于表 1

^① 于 1992 年 9 月 22 日收到

图1 Al-10 wt.-%SiC 粒子的铸态组织($\times 100$)

(a)—未经处理的 SiC 粒子; (b)—SiC 粒子经真空烘烤处理

中。未经真空烘烤处理的 SiC 粒子制成的复合材料中,存在较多的凝聚体;而经过真空烘烤处理的 SiC 粒子制成的复合材料中的凝聚体都很少。

表1 凝集体密度及面积百分比

处理方法	密度/cm ²	面积百分率/%
水洗	68.6	11.8
有机硅浸泡	54.3	9.7
20%NaOH 浸泡	59.2	9.6
20%HCl	62.8	10.6
真空烘烤	0.4	0.12

图2表示在真空烘烤时 SiC 粒子释放气体的分析结果。由图可知,当加热到250℃左右时, SiC 粒子释放 $M/e = 18$ (M 为被测气体的质量; e 为质子质量) 的 H_2O 分子;当加热到320℃时,释放 $M/e = 2$ 的 H_2 分子;当加热到500℃时,出现了 $M/e = 28$ (CO, N_2) 的第三个峰。可以认为,经真空烘烤的 SiC 粒子吸附的 H_2, H_2O, CO, N_2 等气体将会减少,与其相对应, SiC 粒子在铝合金熔体中的分散性则显著改善。

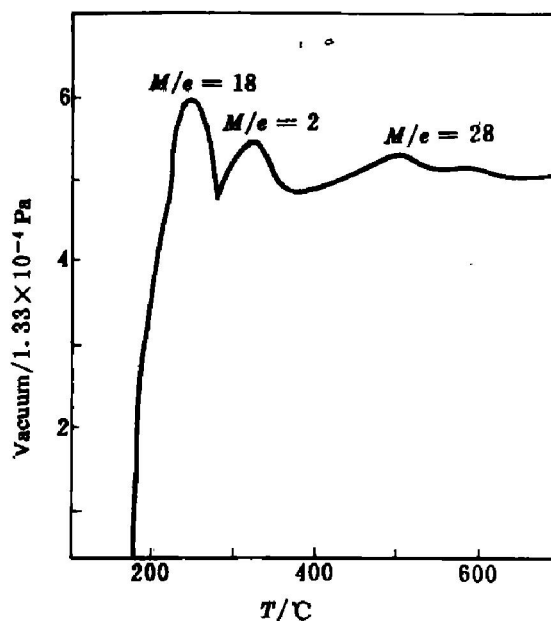


图2 SiC 粒子吸附气体质量分析曲线

正接触铝合金熔体,然后被润湿和进行化学反应。其中对分散性行为影响最大的是接触这一环节。

上述试验证明: SiC 粒子表面吸附的气体妨碍它与铝合金熔体接触。正如玻璃断口上的吸附物一样^[1], α -SiC 粒子是由大块 SiC 晶体粉碎而得,其表面残留有 Si^{4+} 等离子,会从空气中吸附水、氧等杂质,这种化学吸附物较难去除。

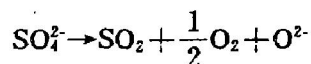
由于 SiC 粒子表面吸附气体,使得比重为

(下转57页)

3 讨 论

SiC 粒子加入铝合金熔体中,首先必须真

物层下的金属基体上有约 60 μm 深的内硫化物侵入。这些结果表明, 无涂层的样品的热腐蚀主要包括内硫化和碱性熔融。涂盐热腐蚀后试样的腐蚀程度更轻微。其表面为数微米深的内氧化物, 在更深处有少量的硫化物。有 Al_2O_3 涂层的试样经半浸盐热腐蚀后的腐蚀程度与经涂盐热腐蚀后的腐蚀程度无差别。发生碱性熔融的前提条件是反应



向右进行, 使熔盐碱度升高。无涂层时, 熔盐直接接触金属, 硫化反应和氧化反应消耗了 SO_2 和氧, 使得上述反应得以向右进行从而增大熔盐碱度。这导致了碱性熔融。因此, 腐蚀将以较快速率进行。若预先在合金表面沉积 Al_2O_3 涂层, 则由于 Al_2O_3 涂层大大减缓了硫化反应和氧化反应的剧烈程度, 熔盐更偏中性, 从而减小了发生碱性熔融反应的可能。这就是非晶态 Al_2O_3 涂层能够提高高温合金在热腐蚀环境中的抗腐蚀性能的原因。

(上接 53 页)

3.14 的 SiC 粒子飘浮在比重为 2.6 的铝合金熔体上面。向铝合金熔体加入 SiC 粒子时, 如果搅拌产生的摩擦力不能充分去除 SiC 粒子表面吸附的气体, 其表面吸附的气体间的作用力会使 SiC 粒子聚集成团, 伴有空洞产生。因此, 凡是能有利于去除 SiC 粒子表面吸附的气体的措施, 都会有利于消除凝聚体, 使 SiC 粒子在铝合金中均匀分散。经真空烘烤 SiC 粒子, 有效地除去了表面吸附的气体, 因而能得到几乎没有凝聚体的复合材料。

3 结论

(1) 在高温热腐蚀环境中, Al_2O_3 涂层大大降低了高温合金 GH30 的热腐蚀速率, 消除了内硫化, 具有良好的粘附性, 且不发生剥落;

(2) Cr_2O_3 对 Al_2O_3 涂层龟裂纹的愈合阻止了熔盐通过涂层龟裂纹对基体进行腐蚀。

参考文献

- 1 Stringer J. *Mater Sci Technol*, 1987, 3, 42.
- 2 Morssinkhof RWJ *et al.* *Mater Sci Technol*, 1989, A121, 449.
- 3 Wang F *et al.* *China J Met Sci Technol*, 1992, 8, 448.
- 4 Wang F *et al.* In: 3rd International Symposium on High Temperature Corrosion and Protection of Materials, Les Embiez France, 1992.
- 5 Zhu S *et al.* 1st Pacific Rim International Conference on Advanced Materials and Processing, Hangzhou, China, 1992.
- 6 Lou H *et al.* *Acta Metall Sinica*, 1991, 4B (6): 450.

4 结 论

SiC 粒子表面吸附的气体妨碍 SiC 粒子与铝合金熔体接触。真空烘烤处理能有效地除去吸附的气体, 促进 SiC 粒子在铝合金熔体中均匀、弥散分布。

参考文献

- 1 土桥正二. 玻璃表面物理化学. 北京: 科学出版社, 1986. 17.