

尺寸稳定化工艺对 SiC_p / Al 复合材料尺寸稳定性的影响^①

李义春

(北京有色金属研究总院)

安希噻

(哈尔滨工业大学)

摘 要

采用微观内应力分析, 宏观尺寸测量, 微屈服强度、微蠕变性能及透射电镜分析, 对经过不同尺寸稳定化工艺处理后的 $\text{SiC}_p / 6061$ 复合材料的尺寸稳定性进行了分析。结果表明, 热循环尺寸稳定化工艺可有效地降低 SiC_p / Al 复合材料的微观残余内应力, 稳定材料的宏观尺寸, 提高材料的微塑性变形抗力, 且温差越大, 效果越明显。还对热循环尺寸稳定化工艺提高 SiC_p / Al 复合材料尺寸稳定性的原因进行了探讨。认为经热循环尺寸稳定化工艺处理后, 材料内部形成稳定的位错结构, 弥散析出相增强体颗粒钉扎位错并阻碍位错运动, 是 SiC_p / Al 复合材料尺寸稳定性高的主要原因。

关键词: SiC_p / Al 复合材料 尺寸稳定化 尺寸稳定性

尺寸稳定化处理的目的是, 保证零件在工作环境或长、短期负载下, 有高的微塑性变形抗力, 以及位错稳定性和相稳定性^[1]。降低残余应力的稳定化处理方法很多, 如退火, 长时间时效, 热循环处理等。后者是自六十年代末出现以来被广泛采用的方法, 具有时效处理与冷处理相结合和多次反复循环的作用, 能降低残余应力和提高材料的尺寸稳定性。

随着金属基复合材料的开发及应用, 特别是作为第三代惯性器件的仪表级 SiC_p / Al 复合材料, 对其尺寸稳定化的要求更加紧迫^[2]。本文通过对 SiC_p / Al 复合材料不同尺寸稳定化工艺的优化比较, 探讨了 SiC_p / Al 复合材料尺寸稳定化的机理。

金为基体的复合材料, 用压铸技术制备。SiC 颗粒的体积分数为 35 vol.-%, 平均粒度为 $3.5\mu\text{m}$, 见图 1。



图1 SiC 颗粒的形貌($\times 2000$)

1 材料及试验方法

本试验采用以 SiC 颗粒增强的 6061 铝合

$\text{SiC}_p / 6061$ 复合材料试样的固溶处理工艺为 530°C 保温 1 h, 水冷, 然后在 160°C 时

^①于 1992 年 3 月 20 日收到

效 15 h。其常规性能见表 1。

表 1 $\text{SiC}_p/\text{6061}$ 复合材料常规性能

材 料	$\sigma_p /$ Mpa	$E /$ Gpa	$\rho /$ $\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$	CTE / $\mu\text{m} \cdot (\text{mK})^{-1}$
$\text{SiC}_p/\text{6061-T}_6$	386	150	2.90	11.47

为了与二种温度制度下的热循环尺寸稳定化工艺作比较, 还研究了时效尺寸稳定化工艺。时效温度为 160°C , 时效时间为 15 h。干冰循环处理上限温度为 160°C , 下限温度为 -78°C , 保温时间分别为 4 h 和 2 h。液氮循环处理上限温度为 160°C , 下限温度为 -196°C , 保温时间同干冰循环处理。这三种不同尺寸稳定化工艺的示意图见图 2。

材料的微屈服强度是在 INSTRON 1186 电子拉伸试验机上测定的。微蠕变性能是在自制的微蠕变试验机上进行的。试验温度为 60°C , 试样上的压应力为 65 Mpa。组织观察是在 H-800 透射电子显微镜上进行的。试样经机械减薄至 $20\ \mu\text{m}$ 后, 再用离子减薄。试样台采用液氮冷却。宏观尺寸用圆柱形试样在 DBG-5 型高精度电感测微仪上测定。试样尺寸为 $d\ 5\ \text{mm} \times 25\ \text{mm}$, 两端面经研磨后平行度在 $0.1\ \mu\text{m}$ 以内。测量精度为 $0.1\ \mu\text{m}$ 。环境温度为 $20 \pm 0.5^\circ\text{C}$ 。微观残余应力采用 D/max-rB 自动 X-射线衍射仪测定。

2 试验结果及讨论

2.1 在无负载下不同尺寸稳定化工艺对材料尺寸稳定性的影响。

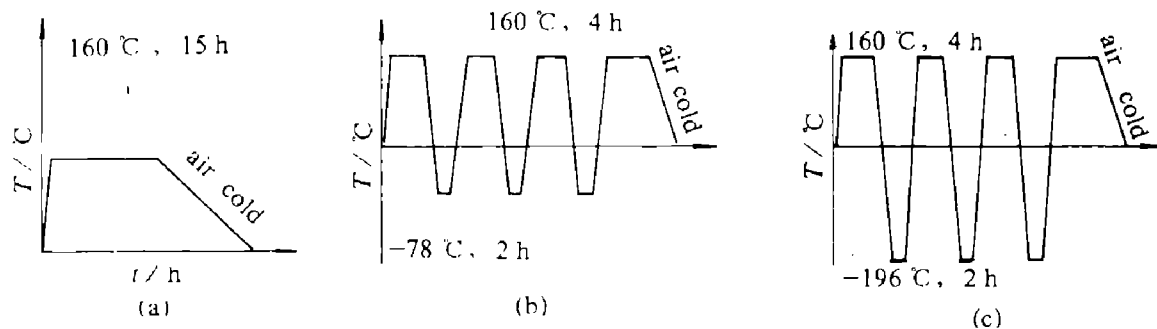


图 2 稳定化工艺示意图

(a) 160°C , -196°C 循环三次; (b) 160°C , -78°C 循环三次; (c) 160°C , 15 h 时效

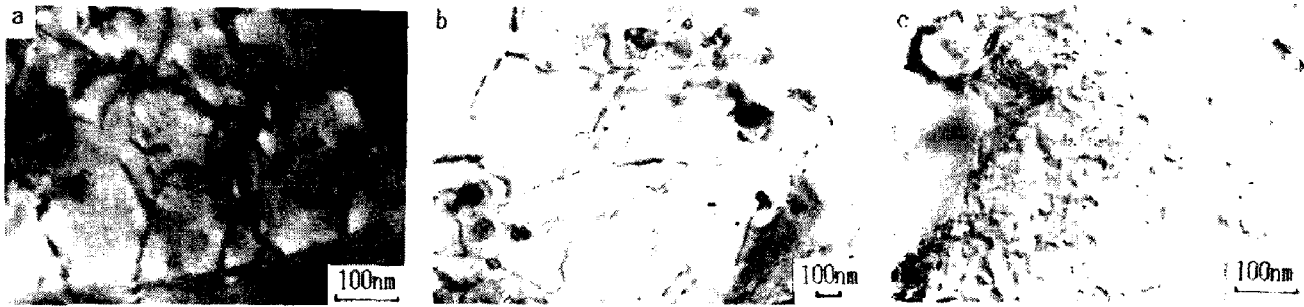
材料在无负载下的尺寸稳定性, 主要取决于其内部应力的大小及组织结构的稳定性^[1]。表 2 是 $\text{SiC}_p/\text{6061}$ 复合材料经三种尺寸稳定化工艺处理后, 其微观内应力的 X-射线应力半峰宽比较。从中看出, 在三种工艺中, 以 160°C , -196°C 循环三次处理的微观内应力最小。宏观尺寸变化也证实了经过三种尺寸稳定化工艺处理后, 放置时间越长, 经 160°C , -196°C 循环三次处理的试样尺寸变化越小。

表 2 不同尺寸稳定化工艺处理后微观内应力的半峰宽度

材 料	工 艺	半峰宽
$\text{SiC}_p/\text{6061}$	160°C , 15 h 时效	0.465
	160°C , -78°C 循环三次	0.427
	160°C , -196°C 循环三次	0.376

图 3 表示经三种尺寸稳定化工艺处理后的材料内部的位错组态。从图中可看出, 经 160°C , -196°C 循环三次稳定化处理后的位错结构趋向网络化, 形成了较稳定的位错结构。同时, 材料内部的析出相数量增多, 而且弥散细小。这种析出相与位错网络相互作用形成的微观结构, 对位错运动起钉扎作用, 从而使组织的稳定性提高。

从以上结果可知, 经 160°C , -196°C 循环三次尺寸稳定化处理, 不仅材料的内应力降低较大, 尺寸变化较小, 而且位错结构比较稳定。图 4 为循环处理过程中的应力变化示意图。升温加热之所以能起到消除应力的作用, 是由于温度能量的激发, 使畸变点阵原子的势能提高, 并向低势能平衡态移动, 原始残余内应力 σ_0 降低一个 $\Delta\sigma_0$; 当温度下降至低温时,

图3 SiC_p / 6061 尺寸稳定化工艺处理后的位错组态

(a) 160℃, -196℃ 循环三次; (b) 160℃, -196℃ 循环三次; (c) 160℃, 15h 时效

又产生数值不大的冷却应力, 使内应力值增加至 σ_1 , 引起附加的点阵畸变; 当再次升温 and 保温时, 内应力又降低一个 $\Delta\sigma_1$ 值, 此时剩余内应力为 σ_2 。因此在这种反复加热和冷却循环过程中内应力逐步降低, 畸变点阵也逐步回复平衡。循环处理温差越大, 温度变化速度越快, 产生微观应力值越大, 畸变点阵回复的驱动力越大, 应力降低 $\Delta\sigma$ 值也越大。由于 160℃, -196℃ 循环三次过程中的温差变化较大, 最终产生的回复效果也较明显。

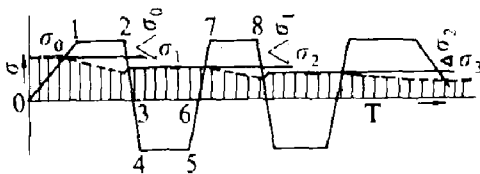


图4 热循环处理过程中应力变化示意图

2.2 在有负载下, 不同尺寸稳定化工艺对 SiC_p / Al 复合材料尺寸稳定性的影响

材料在有负载下的尺寸稳定性, 主要取决于其微塑性变形抗力, 即微屈服强度和微蠕变性能^[1]。

图5是材料经不同尺寸稳定化工艺处理后微屈服强度随残余微塑性应变 $\epsilon_p^{1/2}$ 的变化。从图中看到, 材料经 160℃, -196℃ 循环三次处理后的微屈服强度为最高。由于在循环过程中增强体与基体的热膨胀系数不同, 产生了相当大的微观应力。使界面附近发生微量塑性形变。这种微量塑性形变起到了和微量预形变

相同的作用, 使位错的短程运动变得困难, 导致微屈服强度增大。

在循环处理时基体中的析出相, 也是影响材料微屈服强度的重要因素^[3, 4]。细小而弥散分布的析出相钉扎位错, 使可动位错减少, 内部位错的启动应力增大, 因而有利于提高材料的微屈服强度。同理, 材料中的增强体颗粒, 对提高材料的微塑性变形抗力也有贡献。此外, 增强体的晶粒细化作用, 经尺寸稳定化处理后位错结构的稳定化, 均可使材料的微屈服强度提高^[1]。

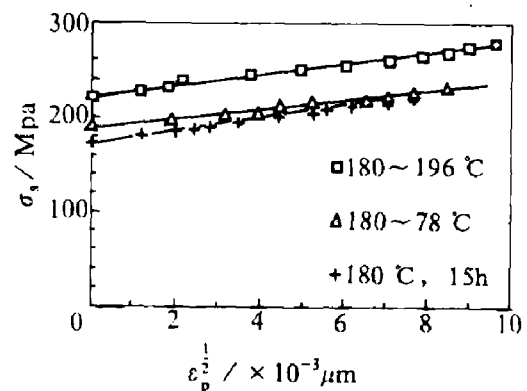
图5 SiC_p / 6061 复合材料经不同尺寸稳定化工艺处理后微屈服强度 σ 随微塑性应变 $\epsilon_p^{1/2}$ 的变化

图6是复合材料经不同尺寸稳定化工艺处理后的蠕变量与时间的关系。图中看到, 材料的微蠕变量变化可明显分为两个阶段。蠕变初期, 不同尺寸稳定化工艺的蠕变量均无大的变化; 随着时间的延长, 约在 100 h 左右开始变明显, 以后则更大。在第二阶段中, 经 160℃ 及

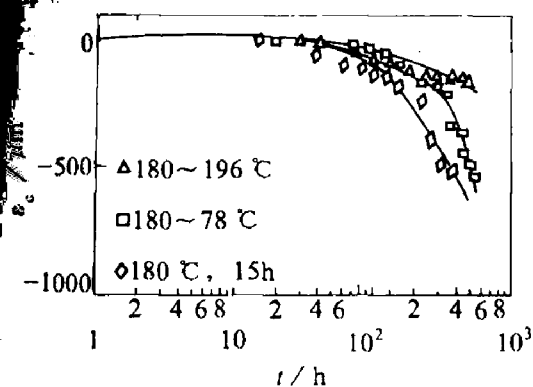


图6 $\text{SiC}_p/\text{6061}$ 经不同尺寸稳定化工艺处理后微蠕变 ϵ_c 随时间 t 的变化

196 °C 循环三次处理后的材料微蠕变量较小。在蠕变过程中, 位错和晶体缺陷的形成、及其相互作用, 是决定蠕变规律的根本因素。材料在蠕变初期, 尽管受到低应力和低温的作用, 但由于经尺寸稳定化工艺处理后, 材料内部位错通过多边化, 网络化, 位错结构基本趋于稳定, 可动位错少。因此, 材料的微蠕变量变化很小。随着蠕变时间的延长, 被钉扎的位错逐渐增多, 因而产生应力集中, 使位错全面开动并不断增殖, 见图7。在微蠕变的第二阶段, 即位错开动并不断增殖时, 由于经160 °C、-196 °C 循环三次处理后有大量弥散的析出相沿位错线及相界面析出, 且增强体颗粒沿晶界分布, 它们共同钉扎位错和晶界, 从而使微蠕变量下降。从图8也可看出经500 h

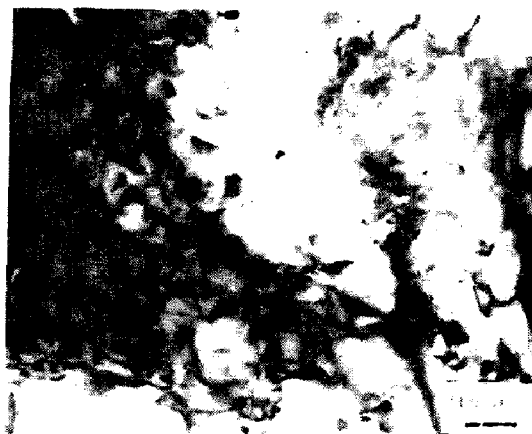


图7 $\text{SiC}_p/\text{6061}$ 经500 h 微蠕变后的位错形态 (160 °C、-78 °C 循环三次)

微蠕变后, 160 °C、-196 °C 循环三次处理后的材料内部析出相及增强颗粒所起的作用。

3 结论

(1) $\text{SiC}_p/\text{6061}$ 复合材料经热循环尺寸稳定化工艺处理后, 有效地降低了微观内应力, 稳定了材料的宏观尺寸变化; 温差越大, 效果越明显;

(2) $\text{SiC}_p/\text{6061}$ 复合材料经热循环尺寸稳定化工艺处理后, 提高了材料的微塑性变形抗力;

(3) $\text{SiC}_p/\text{6061}$ 复合材料经热循环尺寸稳定化工艺处理后, 可得到稳定的位错结构。材

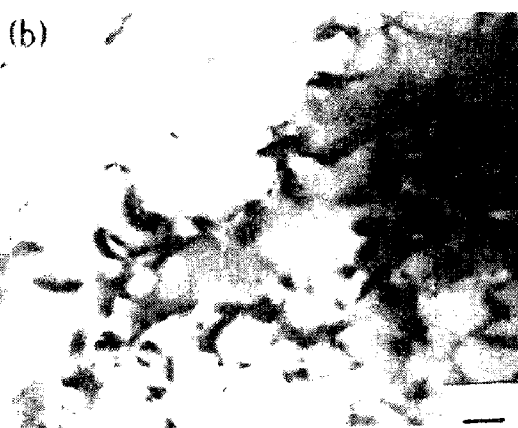


图8 $\text{SiC}_p/\text{6061}$ 析出相及颗粒在500 h 微蠕变后的作用(160 °C、-196 °C 循环三次)

(a)—析出相钉扎位错, 形成稳定的位错结构; (b)—颗粒钉扎位错, 阻碍位错运动

料内的细小析出相及增强体颗粒, 对位错、晶界的钉扎作用, 是材料尺寸稳定性好的主要原因。

参考文献

- 1 Хенкин М Л, Локшин И Х著, 蔡安源, 杜淑芳译. 精密机

械制造与仪器制造中金属与合金的尺寸稳定性. 北京: 科学出版社, 1981.

- 2 Mohn W R, Vukobratovic Daniel. J. Mater. Eng., 1988, 10:225.
- 3 张力宁, 朱 平, 周锦银. 金属学报, 1990, 26(3):208.
- 4 张力宁, 朱 平. 金属学报, 1989, 125(6):8410

(上接 P 68)

参考文献

- 1 Exner H E. In: Viswanadham et al, ed. Science of Hard Materials. New York: Plenum Press, 1983. 239.
- 2 Exner H E. Int. Met. Revs. 1979. 243: 149.
- 3 福里斯 C Э, 季莫列娃 A B著, 梁宝洪译, 普通物理学, 第二卷. 北京: 高等教育出版社, 1958. 318.
- 4 张世远等. 磁性材料基础. 北京: 科学出版社, 1988. 55-58.
- 5 Roebuck B, Bennett E G, Almond E A. Int. J. R&HM. 1984, (3): 37.
- 6 卿嘉禾等. 硬质合金. 1988, (2): 12-16.

- 7 Jürgen Freytag, Peul Walter, Hans Eckart Exner. Z. Metallkde. 1978, 69(8): 546-549.

- 8 Almond E. A. et al. High Temp, High Pressures, 1982, 14: 143.
- 9 方俊鑫等. 固体物理学, 下册. 上海: 上海科学技术出版社, 1981. 266-273.
- 10 刘寿荣. 金属热处理学报. 1988, 9(2): 30-36.
- 11 戴道生, 钱昆明. 铁磁学(上册). 北京: 科学出版社, 1987, 356.
- 12 Iischner B著. 吴荫顺等译. 材料科学(性能, 过程、工艺). 北京: 化学工业出版社, 1987. 243.