

原位合成 $Mg_2Si/Mg\text{-}2Al\text{-}Zn\text{-}2Gd$ 复合材料的微观组织与断裂行为

王旭东, 杜文博, 王朝辉, 李淑波

(北京工业大学 材料科学与工程学院, 北京 100124)

摘要: 采用多次循环塑性变形-原位反应方法制备 $Mg_2Si/Mg\text{-}2Al\text{-}Zn\text{-}2Gd$ 复合材料。采用 XRD、SEM 和 TEM 对复合材料的成分及微观组织进行分析和观察。结果表明:多次循环塑性变形过程对镁合金基体组织和原位合成的 Mg_2Si 第二相粒子均有细化和均化作用;随着 Mg_2Si 颗粒含量的增加, 复合材料的弹性模量和屈服强度增加, 同时断裂强度和伸长率均下降;原位反应合成的 Mg_2Si 第二相粒子与基体结合良好, 材料断裂时裂纹优先在基体中形成, 断裂时 Mg_2Si 第二相粒子能起到阻碍裂纹扩展的作用; $Mg_2Si/Mg\text{-}2Al\text{-}Zn\text{-}2Gd$ 复合材料的强化机制主要为第二相强化和基体晶粒细化。

关键词: $Mg_2Si/Mg\text{-}2Al\text{-}Zn\text{-}2Gd$ 复合材料; 断裂行为; 多次循环塑性变形; 原位合成; Mg_2Si

中图法分类号: TG 146.2 ; TG 146.4 文献标志码: A

Microstructure and fracture behavior of in-situ synthesized $Mg_2Si/Mg\text{-}2Al\text{-}Zn\text{-}2Gd$ composite

WANG Xu-dong, DU Wen-bo, WANG Zhao-hui, LI Shu-bo

(School of Materials Science and Engineering, Beijing University of Technology, Beijing 100124, China)

Abstract: The Mg_2Si reinforced $Mg\text{-}2Al\text{-}Zn\text{-}2Gd$ composite was synthesized by in-situ solid state reaction and repeated plastic deformation (RPW) process. The XRD, SEM and TEM analysis results indicate that the RPW method can significantly decrease the second phase particle size as well as the matrix crystalline size, and the elastic modulus and yield strength of the composite increase with increasing the volume fraction of Mg_2Si whereas the fracture strength and strain decrease. The interface between Mg_2Si and matrix is smooth, and no crack initiation source has been found on the interface. The propagation of cracks formed in matrix during fracture can be obstructed by the second phase, and the increase of mechanical properties of the composite is attributed to the dispersed Mg_2Si second phase particle and the refined matrix grain size.

Key words: $Mg_2Si/Mg\text{-}2Al\text{-}Zn\text{-}2Gd$ composite; fracture behavior; repeated plastic deformation; in-situ synthesis; Mg_2Si

镁被誉为“21 世纪的绿色工程材料”, 加速其开发和应用是实现社会可持续发展的重要课题之一。作为最轻的绿色结构材料, 镁合金及其复合材料因具有密度小、比强度和比刚度高、阻尼性和切削加工性好等优点而正得到日益广泛的应用^[1-3]。

采用颗粒增强方法制备镁基复合材料是改善镁合金性能的重要手段。有许多增强相都被证明具有良好

的强化作用, 如硅化物、碳化物、氧化物、硼化物、氮化物、准晶以及碳纤维。其中, Mg_2Si 等陶瓷颗粒因具有高硬度、高耐磨性及高温抗蠕变性, 其增强效果明显^[4-6]。

目前, 颗粒增强镁基复合材料的重要研究方向是选择合适的制备工艺, 以提高增强相与基体的润湿性和弥散分布程度, 实现性能的进一步跨越。采用原位

基金项目: 国家重大基础研究发展计划资助项目(2007CB613706); 北京市 2009 创新人才建设计划资助项目(PHR200906101); 北京工业大学博士研究生创新计划资助项目(bcx-2009-072)

收稿日期: 2009-11-15; 修订日期: 2010-01-18

通信作者: 杜文博, 教授, 博士; 电话/传真: 010-67392917; E-mail: duwb@bjut.edu.cn

反应法获得自生增强相的复合材料与外加颗粒增强相复合材料相比，具有颗粒细小、表面洁净、与基体相容性良好以及界面结合强度高的优点^[7-8]。DU 等^[9]通过在 AZ31 基体中添加 SiO_2 颗粒，采用多次循环塑性变形/固相反应的方法制备 $\text{Mg}_2\text{Si}+\text{MgO}$ 强化的 Mg 基复合材料。相比于传统粉末冶金方法，该方法降低了固相反应温度，改善了增强体在基体中分布的均匀性，细化了基体与增强体颗粒的尺寸。

本研究采用多次循环塑性变形加工方法将 Mg-2Al-Zn-2Gd 稀土镁合金与不同含量的 Si 粒子混合，再经过固相原位合成，挤压成型制备颗粒增强镁基复合材料，重点分析多次循环塑性变形加工方法对 Si 颗粒的分散和复合材料显微组织的影响，不同 Si 含量对原位反应得到的 Mg_2Si 颗粒大小与基体界面的影响以及复合材料的强化机理。

1 实验

本试验中所用的合金是使用纯镁(99.9%)、纯铝(99.9%)、纯 Zn(99.9%)和 Mg-Gd 中间合金在 SG-7.5-12 型坩埚电阻炉中熔炼得到的 Mg-2Al-Zn-2Gd 合金。先将纯 Mg 和纯 Al 升温至 780 熔化，然后分别加入一定比例的纯 Zn 和 Mg-Gd 中间合金，待完全熔化并搅拌均匀后，静置 10 min 浇铸到低碳钢模具中，为了防止镁合金的氧化和燃烧，整个熔炼过程采用自制覆盖剂保护。用 Philips X 射线荧光光谱仪对合金成分测定，结果如表 1 所列。

表 1 实验合金化学成份

Table 1 Chemical composition of studied alloy (mass fraction, %)

Al	Zn	Gd	Si	Fe	O	Mg
1.6	0.94	2.0	0	0.0112	0.0044	Bal.

将铸造得到的合金制备成 70~150 μm 粉末，再与 Si(纯度大于 99.99%)混合，放入多次循环塑性变形设备，经过 200 次循环塑性变形后，得到直径为 35 mm 的复合胚体。将复合胚体放在红外加热炉中固相反应，在挤压机中挤压，挤压比为 25:1，挤压速率为 5 mm/s，模具温度为 400，制备得直径为 8 mm 的复合材料棒材。使用二硫化钼锂基脂与石墨粉的混合物作为挤压过程中的润滑剂。

利用 D/MAX-3C 型旋转阳极 X-射线衍射仪分析相组成和晶粒尺寸，采用 Cu 靶，扫描速度为 2($^\circ$)/min。

用配备 Genesis 7000 能谱仪的 HITACHI S-450 扫描电镜(SEM)进行组织观察和相分析，观察断口形貌。TEM 分析在配备 OXFORD 能谱系统的 JEM-2010 型透射电镜(TEM)上进行。拉伸试验在 MTS810 试验机上进行，拉伸速度为 1 mm/min。

2 结果

2.1 X-射线衍射分析

基体合金、多次循环塑性变形制备的复合胚体和原位反应并挤压的复合材料型材的 XRD 谱如图 1 所示。从图 1 可以看出，合金铸态的 XRD 谱由 Mg 的衍射峰和稀土相的衍射峰组成；添加 3%Si(质量分数)的复合胚体的 XRD 谱中 Si 单质的衍射峰比铸态的多，但没有 Mg_2Si 的衍射峰，说明在反复塑性加工过程中并未发生原位反应；添加 3%Si 制备的复合材料的 XRD 谱有 Mg_2Si 的衍射峰，Si 单质的衍射峰在原位反应后消失，说明原位反应可以使其发生 $\text{Mg}+\text{Si}\rightarrow\text{Mg}_2\text{Si}$ 反应^[10]，生成 Mg_2Si 颗粒；在添加 5%Si 复合材料的 XRD 谱中，不但有 Mg_2Si 的衍射峰，而且还有 Si 单质的衍射峰，说明有部分 Si 未与 Mg 反应。

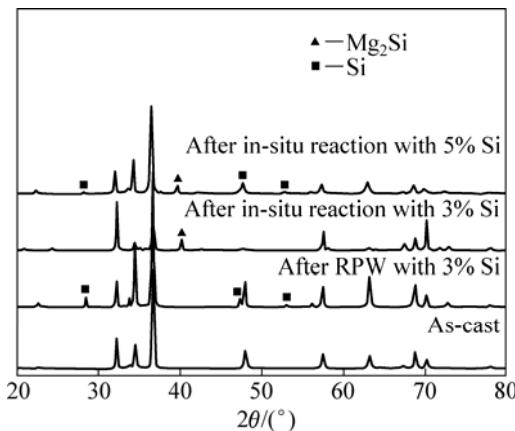


图 1 原位合成 Mg_2Si 反应前、后材料的 XRD 谱

Fig.1 XRD patterns of Mg_2Si before and after in-situ synthesis

2.2 扫描电镜的分析结果

实验材料铸态、复合胚体和复合材料型材的显微组织及 Mg_2Si 的 EDAX 谱如图 2 所示。由图 2 可看出，合金中有多边形块状和针形菊花状两种形貌的稀土相，这些稀土相在基体中分布不均匀，有偏聚倾向(见图 2(a))；合金铸态的针形菊花状稀土相已被完全破

