

单一纳米及纳/微米 SiC 混合颗粒增强 铝基复合材料研究

高红霞* 王华丽** 杨东

(郑州轻工业学院, 郑州 450000)

摘要: 通过真空热压工艺制备了单一纳米及纳/微米 SiC 混合颗粒增强的 Al-Si 复合材料, 研究了 SiC 颗粒的加入对复合材料的组织、致密度及硬度的影响。结果表明: 纳米 SiCp/Al-Si 复合材料与基体合金相比晶粒细化, 随着纳米 SiC 含量的增加, 纳米 SiCp/Al-Si 复合材料的硬度、致密度都是先增大后减小, 当纳米 SiC 含量为 3% 时硬度取得最大值 64.4 HV, 较基体材料提高了 28.8%; 用扫描电镜对纳/微米 SiCp/Al-Si 复合材料的组织、形貌进行观察, 发现微米 SiC 颗粒与基体合金结合紧密, 界面无明显反应物生成。纳米 SiC 含量为 3% 时, 随着微米 SiC 含量的增加, 纳/微米 SiCp/Al-Si 复合材料的硬度、致密度都是先增大后减小, 当增强颗粒含量为 3% SiCnm + 15% SiC μm 时硬度取得最大值 76.7 HV, 较基体材料提高了 53.4%。

关键词: 真空热压烧结; 纳/微米混合颗粒; 铝基复合材料; 硬度; 致密度

Study on single nanoparticles and nano/micro SiC particles reinforced aluminum composites

Gao Hongxia, Wang Huali, Yang Dong

(Zhengzhou University of Light Industry, Zhengzhou 450000, China)

Abstract: In this work, Al-Si composites reinforced by single nano and hybrid nano-micro SiC particles have been fabricated by vacuum hot pressing, and then the effects of addition amount of SiC particles on the microstructure, density and hardness were investigated. The results reveal that the Al-Si matrix grains are refined by the SiC nano-particles. As the addition amount of SiC nano-particles increasing, the density and hardness increases first then decreases. The hardness of the composites with 3.0% SiC nano-particles reaches the maximum value of 64.4 HV, and which is improved by 28.8% compared with Al-Si matrix alloy. The morphology of the nano-micro SiC particles reinforced composites were observed by SEM (scanning electron microscope), it is found that SiC micro-particles and the matrix are linked closely, no significant reactant generated in the interface. While the amount of SiC nano-particles is 3.0%, as the addition amount of SiC micro-particles increasing, the density and hardness increase first then decreases. The hardness of the composites with (3.0% nm + 15.0% um) hybrid nano-micro SiC particles reaches the maximum value of 76.7 HV, and which is improved by 53.4% compared with Al-Si matrix alloy.

Key words: Vacuum hot pressing sintering; nano-micro mixed particles; aluminum matrix composite; hardness; density

颗粒增强铝基复合材料因具有制备工艺简单、成本相对较低、性能优良等特点而倍受青睐, 是目前国内外研究的热点之一^[1-5]。颗粒的粒度和种类对颗粒增强铝基复合材料的性能具有重要的影响, 多

尺度、多种类的颗粒增强铝基复合材料较单一尺度、单一物相颗粒增强的铝基复合材料性能更加优良、均衡。一般来讲, 微米颗粒的粒度较大、硬度较高, 在复合材料承受磨损时可以看作是硬质点直接承受

* 高红霞(1965-), 女, 教授, E-mail: ghx@zzuli.edu.cn

** 通信作者: 王华丽, E-mail: 13373911331@163.com

收稿日期: 2015-06-09

载荷,对基体材料起到骨架支撑作用;纳米颗粒的粒度较小,在复合材料中可以起到较好的弥散强化基体作用^[6-8]。纳米颗粒和微米颗粒对基体的强化作用不同,在理论上两者结合可以产生更好的强化效果。目前,纳/微米 SiC 混合颗粒对 Al-Si 复合材料的增强效果研究较少。本文采用真空热压法制备纳/微米 SiC 混合颗粒增强铝基复合材料,单一纳米 SiC 颗粒增强铝基复合材料等,分析与讨论复合材料的组织、致密度、硬度。

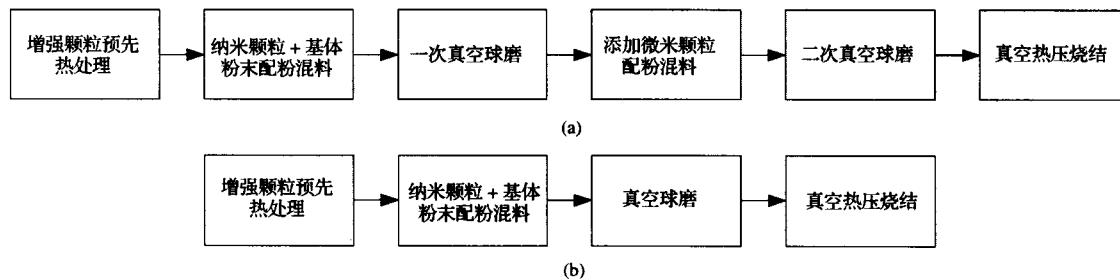
1 试验

1.1 试验材料及试样制备方法

本文中增强相分别为 60 nm 和 80 μm 的 SiC 颗粒,基体合金为平均粒径 40 μm 的 Al-Si 系合金粉末(17.75% Si, 1.16% Fe, 0.312% Mg, 0.005%

Cu)。试样配方组成见表 1。

采用粉末冶金的真空热压法制备试样。实验设备选用 RYJ-2000 型真空烧结机,热压压力 30 MPa,温度 460 ℃,保温时间 3 分钟,试样尺寸为 5 mm × 6 mm × 26 mm。试样制备工艺流程如图 1。图 1(a)为纳/微米 SiC 混合颗粒增强铝基复合材料的制备工艺过程,增强颗粒预先处理工艺为加热至 700 ℃ 保温 1 h,第一次真空球磨(4h)将纳米粉末与基体粉末混合,然后在得到混合粉末里添加微米颗粒进行第二次真空球磨(1h);图 1(b)为单一纳米 SiC 颗粒增强铝基复合材料的制备工艺过程中,真空球磨(4h)将纳米粉末与基体粉末混合。选用 XQM-2L 型行星式真空球磨机,球磨介质为陶瓷球,转速 220 r/min,球料比 15:1,将混合粉末装入到石墨模具中,真空热压,得到复合材料试样。



(a) 纳/微米 SiC 混合颗粒增强铝基复合材料的制备工艺流程

(b) 单一纳米 SiC 颗粒增强铝基复合材料的制备工艺流程

图 1 复合材料的制备工艺流程 Fig. 1 Technological process of composites preparation

(a) Technological process of nano/micro SiC particles reinforced aluminum composites

(b) Technological process of single nanoparticles SiC particles reinforced aluminum composites

表 1 试样配方组成

Table 1 The formula of sample

| 试样号 | 0(基体) | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
|---------------|-------|----|----|----|----|----|----|----|
| 纳米 SiC 含量/% | 0 | 2 | 3 | 4 | 6 | 3 | 3 | 3 |
| 微米 SiC 含量/% | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 10 | 15 | 20 |
| Al-Si 合金粉含量/% | 100 | 98 | 97 | 96 | 94 | 87 | 82 | 77 |

1.2 复合材料的组织及性能测试方法

试样经过研磨抛光后用体积分数 0.6% HF 溶液浸蚀 30 s,用立式双目 BM-4XC 型数码金相显微镜观察组织;用扫描电镜观测界面组织及成分;在 MHV-2000 型维氏硬度计上测试显微硬度,采用 5 点求平均值法,所加载荷为 0.9807N,加载持续时间为 10 s;复合材料的理论密度 d_0 可以按照复合材料的配比计算,见式(1)。

$$d_0 = \left(\sum_{i=1}^n \frac{m_i \%}{d_i} \right)^{-1} \quad (1)$$

式中: $m_i \%$ 为各组分的质量分数; d_i 为各组分的理论密度。采用 Archimedes 法测定复合材料试样的真实密度,如式(2)。

$$d = (W_1 \times WDT) / (W_3 - W_2) \quad (2)$$

式中: WDT 为水在室温(20 ℃)下的密度,0.998 2 g/cm³; W_1 为试样干燥后在室温下的质量; W_2 为试

样经过水中煮沸并冷却到室温后,饱和试件在水中的浮重; W_1 为饱和试件在空气中的湿重;各质量精确到0.001 g,试验重复3次取均值。试样的致密度D按式(3)计算。

$$D = d/d_0 \times 100\% \quad (3)$$

2 结果与讨论

2.1 单一纳米SiC颗粒增强铝基复合材料的显微组织观察

图2(a)为基体铝合金的组织,图2(b),(c),(d),(e)为纳米SiC颗粒含量分别为2%、3%、4%、6%时复合材料的金相组织。可以看出复合材料的组织与基体铝合金的组织都是等轴晶粒状 α 固溶体和点状硅,且晶粒大小均匀,存在极少暗色点状区域为孔隙缺陷,与基体铝合金相比,复合材料的晶粒细化。这是由于纳米SiC颗粒增强铝基复合材料,在

粉末冶金热压过程中,会因为纳米SiC颗粒的存在而诱发再结晶,从而细化晶粒^[9]。

由图2(b),(c),(d),(e)可以看出,随着纳米SiC颗粒含量的增加,复合材料内部缺陷增多^[10],图2(b),(c),(d)显示:单一纳米SiC颗粒增强铝基复合材料的组织在纳米SiC颗粒含量为2%、3%、4%时,复合材料的组织晶粒大小均匀,没有明显的组织缺陷。但图2(e)所示,当纳米复合材料SiC颗粒含量为6%时,空隙缺陷相对较多,这是因为在高能球磨混料过程中,纳米SiC颗粒含量增大时,纳米SiC颗粒与基体合金不能完全混合均匀,从而导致纳米颗粒分布不均匀,使基体颗粒被纳米增强体颗粒包围^[11],使得在热压过程中,部分纳米SiC颗粒聚集于基体的晶界上,影响基体铝合金的烧结融合,使晶界上产生空隙缺陷。

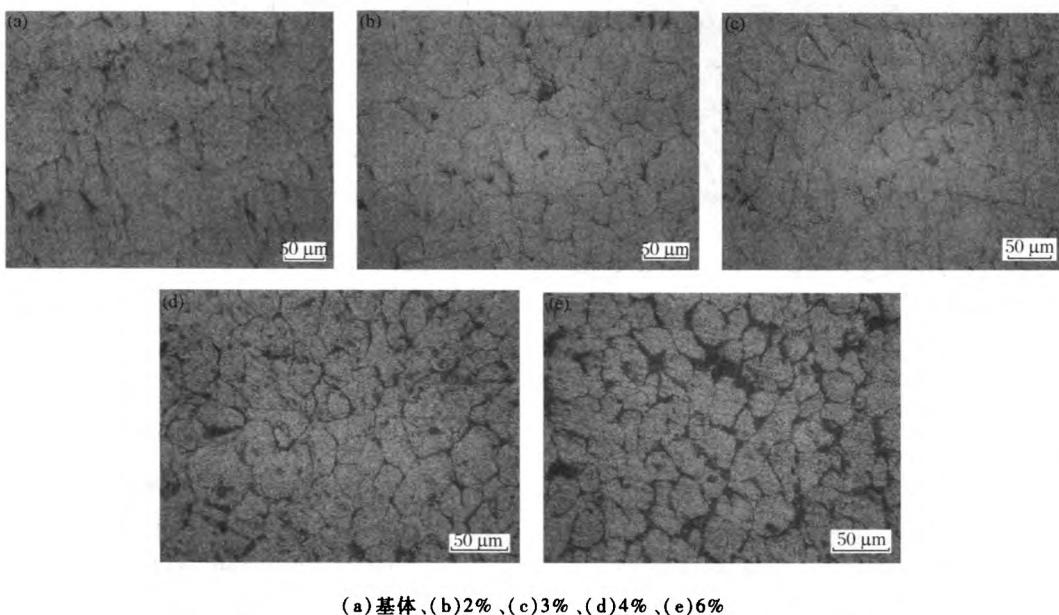


图2 单一纳米SiC颗粒增强铝基复合材料金相组织与基体金相组织

Fig. 2 Microstructure of single nanoparticles SiC particles reinforced aluminum composites and matrix alloy
(a) matrix alloy, (b) 2%, (c) 3%, (d) 4%, (e) 6%

2.2 纳/微米SiC混合颗粒增强铝基复合材料的显微组织观察

图3所示为当纳米SiC颗粒含量3%,微米SiC含量为10%、15%、20%时,纳/微米SiC混合颗粒增强铝基复合材料的金相组织,呈菱形块状分布在基体中的颗粒为微米SiC增强颗粒。从图3(a),(b),(c)可以看到,随着微米SiC颗粒含量的增多,微米SiC颗粒在基体中出现团聚现象,这是因为在高能

球磨混料过程中,微米SiC颗粒与基体粉末不能完全混合均匀,以及在热压过程中,由于基体粉末相对多角状微米SiC颗粒较圆整,易于滑动,导致颗粒重排,影响SiC颗粒的分布。在一定程度上,微米SiC颗粒含量越多,其分布越不均匀。如图4所示,微米SiC颗粒边缘与基体接触较为紧密,界面洁净,无明显反应物生成。

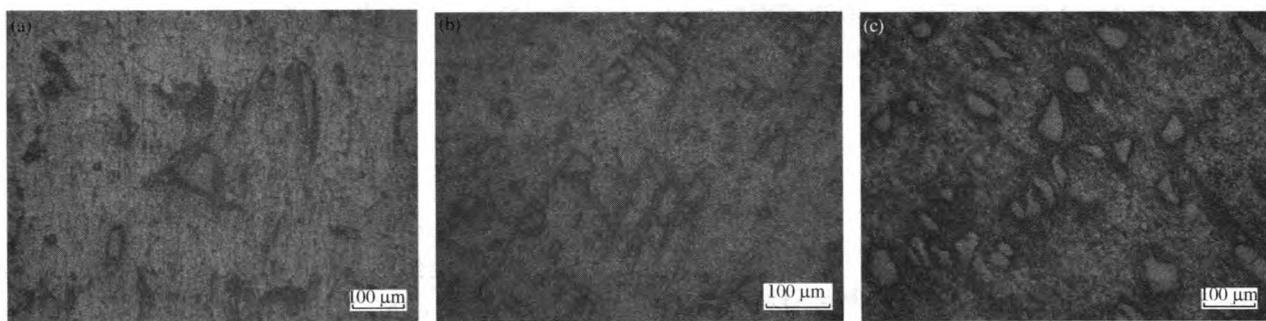


图3 含3%纳米SiC颗粒时不同微米SiC颗粒含量的复合材料金相组织

Fig. 3 Microstructure of composites containing 3 wt % SiC nanoparticles and different contents of micron SiC particles
(a) 10%, (b) 15%, (c) 20%

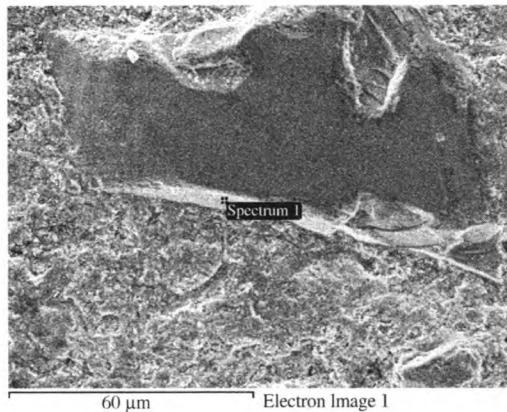


图4 纳/微米SiC颗粒增强铝基复合材料的SEM图像

Fig. 4 SEM images of nano/micron SiC particles reinforced aluminum composites

2.3 单一纳米SiC颗粒增强铝基复合材料的致密度及硬度

图5为基体及单一纳米SiC颗粒含量与复合材料致密度、硬度的关系。如图可知：当纳米SiC颗粒含量为2%、3%、4%时，单一纳米颗粒增强铝基复合材料的致密度与基体的致密度相差不大，其中3%纳米SiC颗粒增强铝基复合材料致密度相比基体材料稍大，这是因为SiC颗粒的密度比基体材料密度大，因而随着纳米SiC颗粒含量的增加，必定会增加复合材料的密度。但纳米SiC颗粒含量为6%时，铝基复合材料致密度相比基体材料下降较多，主要因为纳米SiC颗粒含量增大时，纳米SiC颗粒与基体粉末不能完全混合均匀而聚集在一起，产生空隙缺陷，使得复合材料的致密度降低^[10]。单一纳米SiC颗粒增强铝基复合材料硬度值相较基体材料都有较大的提高，主要是纳米颗粒对基体起到较好的弥散强化作用。随着纳米颗粒含量的增加，复合材

料的硬度值呈现先增大后减小的趋势，在纳米SiC颗粒含量为3%时硬度取得最大，其硬度最大值为64.4 HV，较基体材料提高了28.8%。综上所述，与基体合金相比较，3%纳米SiC颗粒增强铝基复合材料的致密度、硬度都较好。

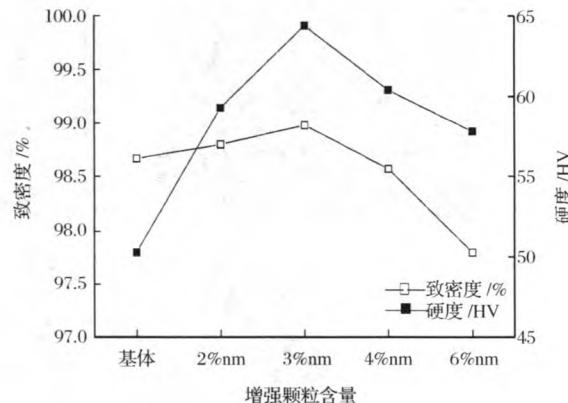


图5 基体及单一纳米SiC颗粒增强复合材料的致密度、硬度

Fig. 5 The density and hardness of single nanoparticles SiC particles reinforced aluminum composites and matrix alloy

2.4 纳/微米SiC混合颗粒增强铝基复合材料的致密度及硬度

图6为基体、单一纳米SiC颗粒增强、纳/微米SiC混合颗粒增强铝基复合材料的致密度及硬度。如图可知：纳/微米SiC混合颗粒增强铝基复合材料的致密度低于基体及单一纳米SiC颗粒增强铝基复合材料，主要是因为随着添加微米SiC颗粒的含量增加，在目前的制备工艺条件下越难实现致密；另外微米SiC颗粒呈多角形存在，造成复合材料不能很好的被压实，烧结时较多的空隙阻碍晶粒生长的

连续性,微米SiC颗粒表面与基体的结合面减少^[11],造成组织中存在一定量的空洞。当纳米颗粒含量为3%时,随着微米SiC颗粒含量的增加,纳/微米SiC混合颗粒增强铝基复合材料的致密度呈现先增大后减小的现象,在微米含量15%时致密度最好,这是因为微米SiC颗粒是脆性材料,不易发生塑性变形,微米SiC颗粒对基体粉的烧结有很强的抑制作用,提高了基体扩散的起始位能,阻碍粉末颗粒间颈处的空位流,延缓烧结颈的长大。随着微米SiC颗粒含量增多,容易发生团聚,在烧结过程中,较多的微米SiC颗粒对基体中的位错运动产生阻力,阻碍复合材料的致密化过程,降低复合材料的致密度。

由图6可以看出:纳/微米SiC混合颗粒增强铝基复合材料的硬度值高于基体及单一纳米SiC颗粒增强铝基复合材料,主要是因为微米SiC颗粒的存在,在基体中也具有弥散硬化作用,提高了复合材料的硬度。当纳米SiC颗粒含量一定时(纳米SiC颗粒含量为3%),纳/微米SiC混合颗粒增强铝基复合材料的硬度呈现先增大后减小的规律,在微米含量为15%时硬度最大,其硬度最大值为76.7 HV,较基体材料提高了53.4%。这是因为随微米颗粒含量增加弥散硬化效果增加。但当微米含量太大时,颗粒分布不均匀,缺陷增加,致密度下降,使得硬度下降。

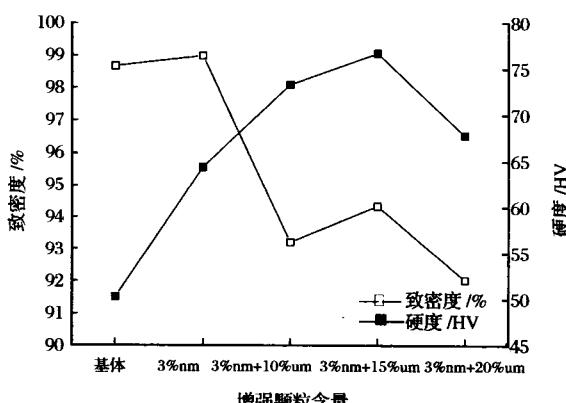


图6 纳/微米SiC混合颗粒增强铝基复合材料的致密度、硬度

Fig. 6 The density and hardness of nano/micron SiC particles reinforced aluminum composites

3 结论

(1) 单一纳米SiC颗粒增强铝基复合材料的组织为等轴晶粒状 α 固溶体和点状硅,且晶粒大小均

匀,与基体合金组织相比晶粒细化。

(2) 纳/微米SiC混合颗粒增强铝基复合材料中,微米颗粒镶嵌在基体中,颗粒边缘与基体接触较为紧密,界面洁净。当微米SiC颗粒含量较多时,颗粒在基体中的分布较不均匀。

(3) 单一纳米SiC颗粒增强铝基复合材料的硬度较高与基体铝合金相比,是由于纳米SiC颗粒对基体起到较好的弥散硬化作用,提高了复合材料的硬度,纳米颗粒含量3%时单一纳米SiC颗粒增强铝基复合材料的硬度取得最大值,其硬度最大值为64.4 HV。

(4) 纳/微米SiC混合颗粒增强铝基复合材料的硬度高于基体合金及单一纳米SiC颗粒增强铝基复合材料,在纳米颗粒含量3%时,随着微米颗粒含量增加硬度呈现先增大后减小的规律,微米颗粒含量15%时硬度最大,其硬度最大值为76.7 HV。

参考文献

- [1] 李凯.微/纳米颗粒增强铝基复合材料的制备及性能研究.郑州:郑州大学,2010.
- [2] 徐睿.不同颗粒增强方式下铝基复合材料性能的研究.上海:上海交通大学,2010.
- [3] 王爱琴,倪增磊,谢敬佩.颗粒尺寸及分布均匀性对SiC/A1—30Si复合材料组织性能的影响.粉末冶金技术.2013,31(1):9—13.
- [4] 郝世明,谢敬佩.SiC颗粒增强铝基复合材料的制造工艺和性能研究.粉末冶金工业,2014,24(5):38—43.
- [5] 吴文杰,王爱琴,王荣旗,等.SiC颗粒增强Al-Si基复合材料的国内研究进展.粉末冶金工业,2014,24(6):54—57.
- [6] 王爱琴,倪增磊,谢敬佩.颗粒尺寸及分布均匀性对SiC/A1—30Si复合材料组织性能的影响.粉末冶金技术.2013,31(1):9—13.
- [7] Zhang H W, Geng L N, et al. Effect of SiC particle pretreatment and stirring parameters on the microstructure and mechanical properties of SiCp/Al-0.8Mg composites fabricated by semi-solid stirring technique. Mater. Sci. Eng. A, 2010, 528: 513—518.
- [8] Xue C, Yu J K, Zhu X M. Thermal properties of diamond/SiC/Al composites with high volume fractions. Materials and Design, 2011, 32: 4225—4229.
- [9] 高红霞,杨东,王秀红,等.双尺度SiC颗粒增强铝基复合材料制备工艺研究.粉末冶金技术.2014,32(2):111—115.
- [10] 李进,杨智春.SiCp/Al复合材料的抗拉强度研究.功能材料.2009,40:291—293.
- [11] 孙超.碳化硅颗粒增强铝基复合材料显微组织和力学性能的研究.长沙:中南大学,2012.
- [12] 侯书增,鲍崇高,付青然等.硬质合金/高铬铸铁基复合材料的界面特性及磨损性能研究.西安交通大学学报.2012,46(5):73—78.
- [13] 杨真,卢德宏,陈飞帆等.纳/微米Al₂O₃颗粒混杂增强铝基复合材料的磨损性能.润滑与密封.2011,36(2):87—91.