

高强韧抗疲劳 TiB₂/7050Al 复合材料组织与性能研究

刘 钧¹ 刘长志² 鄢东洋² 陈 哲¹ 王浩伟¹

(1 上海交通大学材料科学与工程学院, 上海 200240)

(2 北京宇航系统工程研究所, 北京 100076)

摘 要 原位自生铝基复合材料具备轻质、高模量和高强度,是实现装备结构轻量化的关键材料之一。塑性加工变形量是决定铝基复合材料组织和性能的重要因素。本文以三种典型截面规格型材为载体,研究了挤压变形量对热挤压制备 TiB₂/7050Al 复合材料组织结构与力学性能的影响规律与作用机制。采用扫描电子显微镜与背散射电子衍射技术,分析了复合材料内颗粒分布与三维晶粒结构,及其与挤压变形量的演化规律,讨论了复合材料不同组织结构下的室温拉伸性能与抗疲劳性能。结果表明:TiB₂/7050Al 复合材料型材同时具备高弹性模量(78~84 GPa)、高强塑积(6 588 MPa·%)与高疲劳极限(289 MPa),将在航空航天等领域具有广泛的应用前景。

关键词 陶瓷颗粒,铝基复合材料,强度,塑性,疲劳极限

中图分类号:TB331

DOI:10.12044/j.issn.1007-2330.2024.02.015

Microstructures and Mechanical Properties of TiB₂/7050Al Composites With High Tensile Strength, Good Ductility, and Fatigue Resistance

LIU Jun¹ LIU Changzhi² YAN Dongyang² CHEN Zhe¹ WANG Haowei¹

(1 School of Materials Science and Engineering, Shanghai Jiaotong University, Shanghai 200240)

(2 Beijing Institute of Astronautical Systems Engineering, Beijing 100076)

Abstract In-situ nanoparticles reinforced Al matrix composites had low density, high modulus and high strength, making them one of the key materials for achieving lightweight equipment structure. The amount of plastic deformation during processing is an important factor determining the microstructure and properties of aluminum matrix composites. Scanning electron microscopy and backscattered electron diffraction techniques were used to analyze the particle distribution and three-dimensional grain structure in composites, as well as the evolution law with extrusion deformation. The room temperature tensile performance and fatigue resistance of composite materials under different organizational structures were discussed. The results show that TiB₂/7050Al composite have high elastic modulus (78–84 GPa), high plastic yield (6588 MPa·%), and high fatigue limit (289 MPa), and will have broad application prospects in aerospace and other fields.

Key words Particulates, Al matrix composites, Strength, Ductility, Fatigue strength

0 引言

铝作为地球储备最丰富的金属,是工业应用中主要的结构材料之一。通过近百年的发展,传统合金化和晶粒细化方法,难以再同时大幅提高模量、强度、塑性与疲劳强度等力学性能指标。采用复合化的思想,往铝合金中加入各类纤维、晶须、陶瓷颗粒等高模量、高强度的增强相,再通过调节增强相的种类、含量、尺寸分布等参数,可改变复合材料的力学性能,继而为铝基材料强塑性的设计提供更多选择。但是,传统的外

加颗粒增强铝基复合材料,其颗粒尺寸大、颗粒含量高、颗粒尖端易集中应力,且颗粒-铝基体界面结合强度低,从而导致铝基复合材料塑性稍差^[1-2]。

通过熔盐反应方法,在铝合金熔体内原位合成微纳米陶瓷颗粒(TiB₂),可制备得到微纳米陶瓷颗粒增强铝基复合材料。原位自生陶瓷颗粒尺寸介于几十至几百纳米^[3],且陶瓷颗粒与铝基体具备半共格界面关系;通过后续塑性成型工艺,可进一步实现复合材料内微纳米陶瓷颗粒的分散与铝基体晶粒细化,

收稿日期:2023-10-25

基金项目:国家自然科学基金资助(52101179,52101043,51971137)

第一作者简介:刘钧,1989年出生,博士,副研究员,主要从事高强韧铝合金及其复合材料的基础与应用研究工作。E-mail:mseliujun@sjtu.edu.cn

有望在提高铝基体弹性模量和强度的同时,保持铝合金良好的塑性和加工性能^[4-5]。因此,原位自生微纳米陶瓷颗粒增强铝基复合材料是未来极具应用潜力的新型结构材料之一。

热挤压加工不仅能成型不同截面规格的铝基复合材料构件,还可有效改善铝基复合材料内的颗粒分布状态和晶粒结构。通过优化铸锭规格和模具口尺寸,可调节挤压变形量,实现铝基复合材料挤压构件的形性调控^[6-10]。本文以工程实践中广泛应用的挤压型材为载体,制备得到三种典型截面规格的铝基复合材料型材,分析铝基复合材料型材内颗粒分布、晶粒结构与力学性能,及其与挤压变形量的演化规律,旨在为原位自生铝基复合材料的工程应用推广提供实验基础与数据支撑。

1 实验

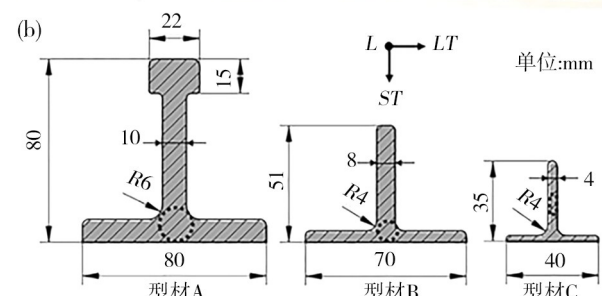
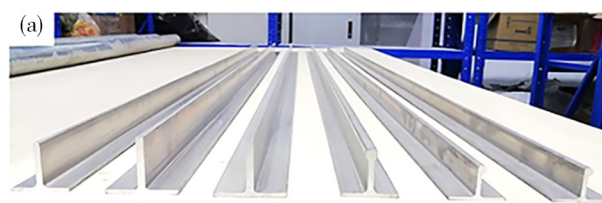
1.1 材料与制备

TiB₂颗粒增强 7050 铝合金复合材料(CA7050-5),其化学成分质量分数为 3.3% Ti、1.4% B、6.5% Zn、2.2% Mg、2.3% Cu、0.08% Zr、0.03% Si、0.005% Fe,余量为 Al。铝基复合材料的制备流程:通过熔盐反应法在铝熔体内原位合成微纳米级 TiB₂颗粒,再经过合金化与连续铸造得到铝基复合材料圆铸锭,最后经过热挤压成型制备得到铝基复合材料型材。图 1 给出了铝基复合材料部分型材实物照片及三种典型截面结构。其中型材 A 的横截面积为 17.2 cm²,为大尺寸截面型材;型材 B 的横截面积为 7.2 cm²,为中等尺寸截面型材;型材 C 的横截面积为 2.3 cm²,为小尺寸截面型材。所有型材在热挤压成型后,统一在 480 °C 下固溶处理 90 min,经过预拉伸矫形后,在 120 °C 下时效处理 20 h。

1.2 组织结构分析

采用 TESCAN 公司生产的配置有能谱(EDX)和背散射电子衍射(EBSD)探头的 MAIA3 扫描电子显微镜(SEM)对材料的微观组织进行表征。扫描电镜分析样品分别采用 400#、800#、1200#、2000# 砂纸对试样表面进行打磨,再先后用 5、1.5、0.5 μm 金刚石悬浮液以及 0.05 μm 的硅溶胶溶液进行抛光,制备得到扫描电镜分析试样。扫描电镜样品表面平行于型材 L-ST 面,且取样位置靠近纵向力学性能取样位置[图 1(b)]。

利用 EBSD 技术分析铝基复合材料型材的三维晶粒结构[靠近纵向力学性能取样位置(图 1(b))。EBSD



注:图(b)中虚线位置为型材纵向力学性能样品的取样位置。

图 1 铝基复合材料部分型材实物照片和典型截面结构

Fig. 1 Physical photos and typical cross-sectional structure of some extruded Al matrix composite profiles

照片中晶粒取向角大于 15° 的大角晶界用黑色粗实线表示,晶粒取向角介于 2°~15° 的小角晶界用黑色细实线表示。EBSD 试样在上述扫描电镜试样基础上,采用电解抛光技术,在 30 V 电压下,将样品置于电解抛光液(硝酸:甲醇=3:7)中抛光 20 s 后得到。

1.3 力学性能测试

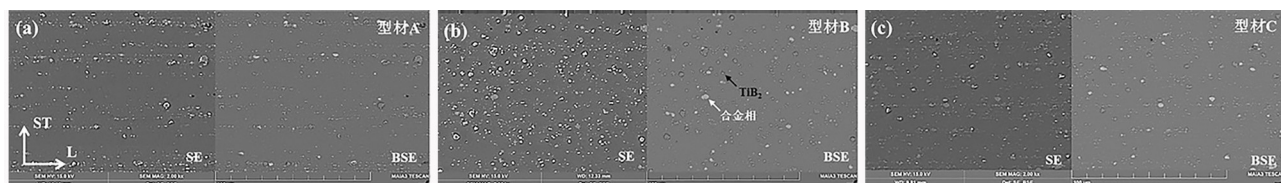
采用德国 Zwick / Roell 万能材料试验机对铝基复合材料型材的室温拉伸性能进行表征,取样位置、试样尺寸和试验方法按《变形铝、镁及其合金加工制品拉伸试验用试样及方法》(GB/T 16865—2023)执行。对于大截面的型材 A,分别分析其沿 L、LT 和 ST 三个方向的室温拉伸性能;对于中等截面的型材 B 和小截面的型材 C,只分析其沿 L 方向的室温拉伸性能。

采用高频疲劳试验机对铝基复合材料型材(型材 A)进行室温疲劳寿命测试,试验波形为正弦波,应力比为 0.1,试验频率为 110 Hz,疲劳试样沿挤压型材纵向取样[图 1(b)虚线位置],试样尺寸和试验方法按《铝合金挤压型材轴向力控制疲劳试验方法》(GB/T 37616—2019)执行。

2 结果与讨论

2.1 颗粒分布

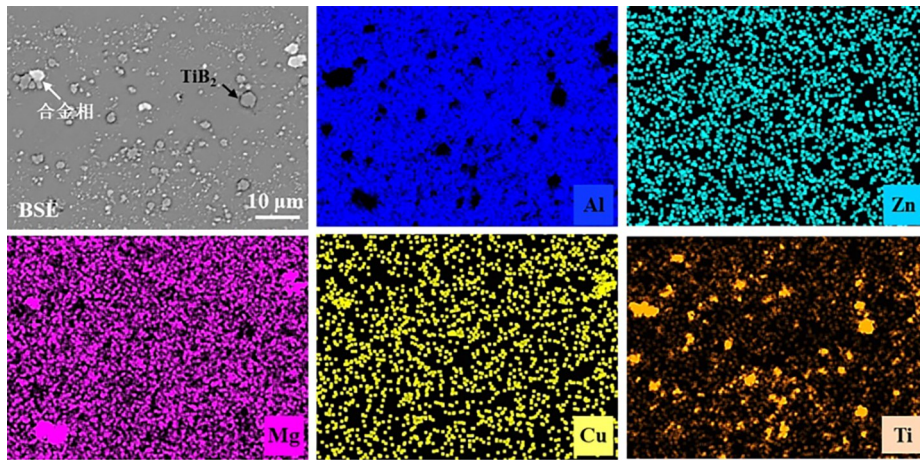
图 2 给出了铝基复合材料型材(L-ST 截面)在扫描电镜下的二次电子像(SE)和背散射电子像(BSE)照片。



注:(a) 型材 A;(b) 型材 B;(c) 型材 C,图中灰色衬度相为微纳米 TiB₂颗粒(黑色箭头所示),白色衬度相为难溶合金相(白色箭头所示)。

图 2 铝基复合材料型材(L-ST 截面)扫描电镜照片[含二次电子像(SE)和背散射电子像(BSE)]

Fig. 2 SEM images (SE and BSE) of extruded Al matrix composite profiles



注:图中灰色衬度相为微米TiB₂颗粒(黑色箭头所示),白色衬度相为难溶合金相(白色箭头所示)。

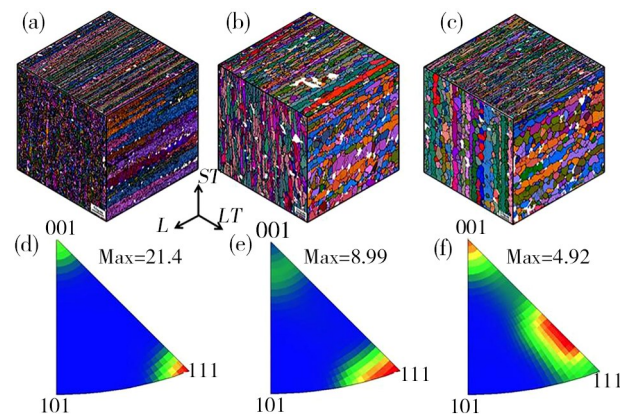
图3 铝基复合材料型材(L-ST截面)扫描电镜照片[背散射电子像(BSE)]及其对应的能谱面分析图(EDX)

Fig. 3 SEM images (BSE) of extruded Al matrix composite profiles and corresponding EDX mapping

图3给出了相应铝基复合材料型材截面组织内的能谱面分析图(EDX)。由图可知,铝基复合材料内的微米TiB₂颗粒(灰色衬度相,如黑色箭头所示)均匀分布于铝基体内,无明显的颗粒团聚体存在。大尺寸截面型材A内存在着平行于挤压方向的颗粒线;而在中等尺寸截面型材B和小尺寸截面型材C内,TiB₂颗粒分布趋于随机,无平行的颗粒线存在。在相同初始铸锭尺寸和热成型工艺条件下,型材截面积越小,所承受的挤压比越大,有效变形量越大。对三种典型截面型材而言,型材A所承受挤压变形量相对最小,而型材C所承受挤压变形量相对最大。因此,型材B和型材C内的颗粒分布更加均匀,而型材A内仍存在着细长的颗粒线结构。此外,与文献[11-12]中报道的大部分7000系列(Al-Zn-Mg-Cu)铝合金类似,铝基复合材料内仍存在着粗大难溶的合金相(白色衬度相,如图3中白色箭头所示)。图3中的能谱分析表明,此类合金相为富Cu和富Mg的S相(Al₂CuMg),须在490℃下才能完全溶解于铝基体内^[13],故在480℃下固溶,铝基复合材料内仍存在着部分未完全溶解的粗大合金相。固溶于铝基体中的Zn、Mg、Cu等合金元素,在后续时效过程中会重新析出纳米级的η'/η相[Mg(Zn,Cu,Al)₂]^[14-17]。这些细小弥散的沉淀相会和TiB₂颗粒一起有效钉扎位错,提高铝基复合材料的强度和疲劳极限。

2.2 晶粒结构

图4给出了铝基复合材料型材的三维晶粒结构及其晶体取向分布情况。由图4所知,型材A的晶粒类型主要是沿挤压方向(L方向)拉长的柱状晶,柱状晶粒里存在着大量细小等轴的亚结构组织;同时,在拉长的柱状晶粒间分布着细小等轴晶粒结构。相比之下,型材B和型材C的晶粒结构更加均匀,其主要为沿挤压方向(L方向)轻微拉长的椭圆状晶粒或近等轴晶粒结构,且这些晶粒结构主要为大角晶界结



注:(a)型材A的EBSD照片;(b)型材B的EBSD照片;(c)型材C的EBSD照片;(d)型材A沿L方向的反极图;(e)型材B沿L方向的反极图;(f)型材C沿L方向的反极图。

图4 铝基复合材料型材三维晶粒结构,EBSD照片和沿L方向的反极图

Fig. 4 Grain structures (EBSD images of L-ST, L-LT and LT-ST sections) of extruded Al matrix composite profiles

构,晶粒内部无明显的亚结构组织,表现出典型的再结晶晶粒特征。这主要是由于型材B和型材C承受了更大的变形量,其在热挤压和后续热处理过程中,复合材料内更多晶粒结构发生了再结晶,将拉长的变形组织转换为等轴的再结晶组织。同时,更大的变形量也使复合材料内的TiB₂颗粒分布更加均匀,而弥散的TiB₂颗粒也会在热挤压和热处理过程中促进再结晶晶粒形核^[18],使型材B和型材C内的晶粒结构更加细小等轴。图5给出了不同截面规格铝基复合材料型材的晶粒尺寸分布。由图可知,型材B和型材C在LT-ST截面上的平均晶粒尺寸约为4.0 μm,小于型材A的平均晶粒尺寸(7.6 μm)。值得注意的是,即使型材A具有相对较大的晶粒结构,其晶粒尺寸仍远小于相同热变形条件下制备得到的铝合金材料晶粒尺寸(20~30 μm)^[19-20]。这主要是由于铝基复合材料内弥散分布的微纳米TiB₂颗粒不仅能够

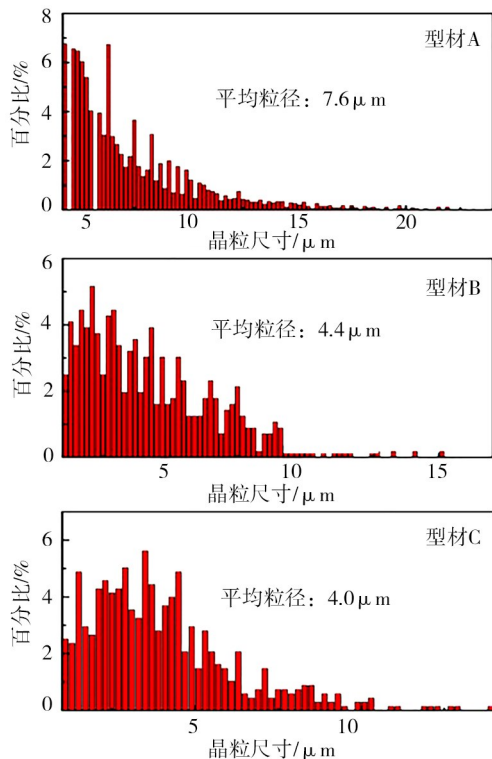


图5 铝基复合材料型材(LT-ST截面)晶粒尺寸分布
Fig. 5 Grain size distribution of extruded Al matrix composite profiles in LT-ST section

促进再结晶晶粒的形核,提高铝基体内细小等轴再结晶晶粒的密度,还能有效钉扎晶界,阻碍细小等轴晶粒长大^[19],使铝基复合材料即使在高温热处理后仍保持细小晶粒结构。此外,图4(d)-(f)给出了铝基复合材料型材内晶粒取向沿挤压方向(L方向)的反极图。由图可知,铝基复合材料型材具备典型的铝合金挤压丝织构,大量晶粒的<001>和<111>晶体取向集中沿挤压方向平行排列。其中,型材A中<111>晶体取向的择优分布强度为随机取向的21.4倍;随着挤压变形量的增加,型材B中<111>晶体取向的择优分布强度减弱至9.0,型材C中最大择优取向由<111>取向向<1 $\bar{2}$ 1>取向偏离,其最大分布强度也进一步削弱至4.9。上述晶粒结构的变化将导致不同截面规格铝基复合材料型材力学性能的差异。

2.3 力学性能

2.3.1 强度与塑性

表1给出了三种典型截面铝基复合材料型材的力学性能。

由表1可知,型材A表现出了最高的纵向力学性能,其屈服强度为677 MPa,抗拉强度为713 MPa,同时具备9.4%的延伸率。型材A的高强度主要来自于复合材料内大量弥散微纳级TiB₂陶瓷颗粒和合金析出相的第二相强化,细小晶粒结构的晶界强化,以及高强度<111>丝织构的取向强化;随着挤压应变

表1 铝基复合材料型材力学性能
Tab. 1 Mechanical properties of extruded Al matrix composite profiles

型材	方向	屈服强度 /MPa	抗拉强度 /MPa	延伸率 /%
A	L	677 ± 3	713 ± 3	9.4 ± 0.3
	LT	587 ± 4	644 ± 3	4.0 ± 0.7
	ST	582 ± 3	650 ± 2	8.0 ± 0.8
B	L	671 ± 2	716 ± 2	9.5 ± 0.7
C	L	611 ± 9	656 ± 8	8.3 ± 0.6

量的增加,型材B内<111>丝织构的强度削弱,取向强化效果减弱,但同时伴随着晶粒尺寸的减小,晶界强化效果增强,使型材B和型材A整体保持了相当的纵向力学性能;随着挤压应变量的继续增加,虽然与型材B保持了相当的晶粒尺寸,但型材C内的<111>丝织构逐渐向<1 $\bar{2}$ 1>取向偏离,取向强化效果进一步削弱,使型材C的屈服强度降低至611 MPa,抗拉强度降低至656 MPa,延伸率保持在8.3%左右。即便如此,铝基复合材料型材仍然表现出了远高于同类型铝合金的综合力学性能。图6对比了铝基复合材料型材与同类型铝合金挤压制品^[21]的强塑积[(屈服强度+抗拉强度)×延伸率×0.5]。

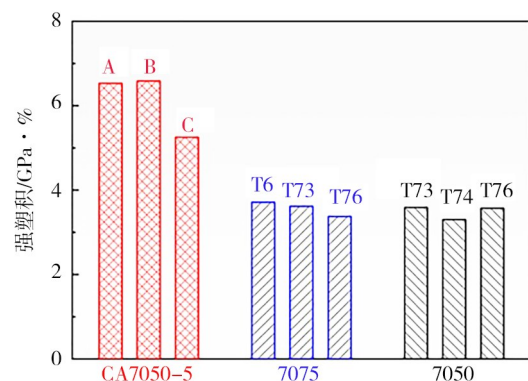


图6 铝基复合材料型材与同类铝合金挤压制品的强塑积对比
Fig. 6 Comparison of the product of strength and ductility between extruded Al matrix composite profiles and similar aluminum alloy extruded profiles

由图6可知,铝基复合材料型材强塑积远高于各种热处理状态下的同类型7050或7075铝合金制品,尤其是中等截面规格以上型材(A和B),其整体强塑积接近于同类型铝合金的两倍。此外,由于拉长的柱状晶以及较强丝织构的存在,型材A表现出了一定的各向异性(表1)。相较于纵向方向(L)力学性能,型材虽然在横向(LT)和高向(ST)的强度减弱,但仍具备582 MPa以上的强度,远高于同类型铝合金制品屈服强度;同时保持着4%以上的延伸率,满足绝大部分应用场景的性能需求。

2.3.2 抗疲劳性能

图7对比了铝基复合材料型材(A)与同类型铝合金挤压制品^[21]的S-N疲劳曲线。

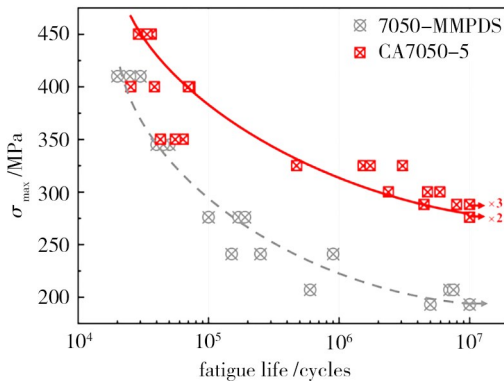


图7 铝基复合材料型材(A)与同类铝合金挤压制品的S-N疲劳曲线对比

Fig. 7 Comparison of S-N curves between extruded Al matrix composite profiles (Shape A) and similar aluminum alloy extruded profiles

由图7可知,铝基复合材料型材比常规7000系列铝合金材料具备更高的疲劳性能(疲劳极限为289 MPa)。铝基复合材料型材的高疲劳极限主要来源于以下方面:与相同工艺条件制备的铝合金相比,铝基复合材料具备更细小的晶粒结构(4~8 μm)与更高的屈服强度(611~677 MPa)和弹性模量(78~84 GPa),直接提高了铝基材料的疲劳强度;同时,铝基复合材料内大量弥散分布的微纳米TiB₂颗粒有效钉扎位错,使铝基体晶粒内的位错分布更均匀,降低了位错在晶界和粗大合金相处的塞积程度,阻碍了疲劳裂纹在晶界和粗大合金相处的萌生,提高了复合材料的疲劳强度^[22-24]。

3 结论

(1)挤压制备的铝基复合材料具备均匀弥散的颗粒分布状态以及细小近等轴的晶粒结构,且随着挤压变形量的增加,复合材料内颗粒分散程度、晶粒细化与取向随机化程度增大。

(2)铝基复合材料型材整体表现出优于传统铝合金制品的强塑积与疲劳极限强度,尤其是中等尺寸或大尺寸截面规格型材的综合力学性能优势更为明显。

(3)铝基复合材料型材的高强塑积主要来源于复合材料内大量弥散微纳米级TiB₂陶瓷颗粒和合金析出相的第二相强化,细小晶粒结构的晶界强化,以及高强度<111>丝织构的取向强化。同时,铝基复合材料内细小晶粒结构、高弹性模量、高屈服强度以及均匀位错分布,使其相比常规7000系列铝合金材料具备更好的抗疲劳性能。

参考文献

- [1] ZAN YN, ZHOU YT, ZHAO H, et al. Enhancing high-temperature strength of (B₄C+Al₂O₃)/Al designed for neutron absorbing materials by constructing lamellar structure [J]. Composites Part B: Engineering, 2020, 183: 107674.
- [2] LIU J, XIU Z, LIANG X, et al. Microstructure and properties of Si_p/Al-20wt% Si composite prepared by hot-pressed sintering technology [J]. Journal of Materials Science, 2013, 49: 1368-1375.
- [3] TANG Y, CHEN Z, BORBELY A, et al. Quantitative study of particle size distribution in an in-situ grown Al-TiB₂ composite by synchrotron X-ray diffraction and electron microscopy [J]. Materials Characterization, 2015, 102: 131-136.
- [4] LIU J, CHEN Z, ZHANG F, et al. Improved structural homogeneity and mechanical properties of nanoparticles reinforced Al composites after orthogonal thermomechanical processes [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2018, 767: 293-301.
- [5] LIU J, CHEN Z, ZHANG F, et al. Simultaneously increasing strength and ductility of nanoparticles reinforced Al composites via accumulative orthogonal extrusion process [J]. Materials Research Letters, 2018, 6: 406-412.
- [6] NIE J, CHEN Y, SONG L, et al. Enhancing strength and ductility of Al-matrix composite via a dual-heterostructure strategy [J]. International Journal of Plasticity, 2023, 171: 103825.
- [7] TAN Z, FU X, ZHENG Q, et al. Toward strength-ductility synergy in trimodal grain structured metal composites by actively tuning coarse domains [J]. Materials Research Letters, 2023, 11: 462-470.
- [8] LI P Y, LI X N, LIU Z Y, et al. Enhanced strength-ductility synergy of carbon nanotube/Al-Cu-Mg composites via introducing laminate structure and grain modification [J]. Composites Part B: Engineering, 2022, 243: 110178.
- [9] MA K, LIU Z Y, LIU B S, et al. Improving ductility of bimodal carbon nanotube/2009Al composites by optimizing coarse grain microstructure via hot extrusion [J]. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 2021, 140: 106198.
- [10] MA K, LI XN, LIU K, et al. Improving the high-cycle fatigue strength of heterogeneous carbon nanotube/Al-Cu-Mg composites through grain size design in ductile-zones [J]. Composites Part B: Engineering, 2021, 222: 109094.
- [11] XU D, LI Z, WANG G, et al. Phase transformation and microstructure evolution of an ultra-high strength Al-Zn-Mg-Cu alloy during homogenization [J]. Materials Characterization, 2017, 131: 285-297.
- [12] XU D K, ROMETSCH P A, BIRBILIS N. Improved solution treatment for an as-rolled Al-Zn-Mg-Cu alloy. Part I. Characterisation of constituent particles and overheating [J]. Materials Science and Engineering: A, 2012, 534: 234-243.
- [13] 杨苗, 林茂, 孙福德, 等. 固溶处理对TiB₂/7050 Al复合材料组织与性能的影响[J]. 金属热处理, 2023, 48(4): 53-59.

YANG M, LIN M, SUN D F, et al. Effect of solution treatment on microstructure and properties of TiB₂/7050Al composite[J]. Heat Treatment of Metals, 2023, 48(4): 53-59.

[14] XIAO H, WANG Z, GENG J, et al. Precipitation and crystallographic relationships of nanosized η/η' precipitates at S-Al interface in Al-Zn-Mg-Cu alloy [J]. Scripta Materialia, 2022, 214: 114643.

[15] DUMONT M, LEFEBVRE W, DOISNEAU-COTTIGNIES B, et al. Characterisation of the composition and volume fraction of η' and η precipitates in an Al-Zn-Mg alloy by a combination of atom probe, small-angle X-ray scattering and transmission electron microscopy [J]. Acta Materialia, 2005, 53: 2881-2892.

[16] CHUNG T F, YANG Y L, HUANG B M, et al. Transmission electron microscopy investigation of separated nucleation and in-situ nucleation in AA7050 aluminium alloy [J]. Acta Materialia, 2018, 149: 377-387.

[17] LIU J, LIU C, CAI H, et al. Enhanced precipitate strengthening in particulates reinforced Al-Zn-Mg-Cu composites via bimodal structure design and optimum aging strategy [J]. Composites Part B: Engineering, 2023, 260: 110772.

[18] LIU J, CHEN Z, ZHANG F, et al. Microstructural evolution and mechanical property of nanoparticles reinforced Al matrix composites during accumulative orthogonal extrusion

process [J]. Materials Characterization, 2019, 155: 109790.

[19] LIU J, ZHANG Q, CHEN Z, et al. Fabrication of fine grain structures in Al matrices at elevated temperature by the stimulation of dual-size particles [J]. Materials Science and Engineering: A, 2021, 805: 140614.

[20] SUH D W, LEE S Y, LEE K H, et al. Microstructural evolution of Al-Zn-Mg-Cu-(Sc) alloy during hot extrusion and heat treatments [J]. Journal of Materials Processing Technology, 2004, 155-156: 1330-1336.

[21] Battell Memorial Institute. Metallic materials properties development and standardization (MMPDS), Chapter 3: Aluminum Alloys. 2017, 12: 529-580, 610-685.

[22] MA Y, CHEN Z, WANG M, et al. High cycle fatigue behavior of the in-situ TiB₂/7050 composite [J]. Materials Science and Engineering: A, 2015, 640: 350-356.

[23] GENG J, LI Y, WANG F, et al. Revealing the complex effects of particle bands on fatigue crack growth in an extruded aluminium matrix composite [J]. International Journal of Fatigue, 2022, 157: 106720.

[24] GENG J, LI Y, XIAO H, et al. Study fatigue crack initiation in TiB₂/Al-Cu-Mg composite by in-situ SEM and X-ray microtomography [J]. International Journal of Fatigue, 2021, 142: 105976.