SiC/Cu复合材料的性能

邵传兵^{1,2} 苑永涛¹ 方敬忠¹

(1 中国科学院光电技术研究所,成都 610209)

(2 中国科学院研究生院,北京 100039)

文 摘采用磁控溅射技术制备了 SiC/Cu 复合材料和 SiC、Cu 膜。用 SEM 和 XRD 对材料的微观结构进行观察和分析,压痕测试和拉伸实验结果表明:SiC/Cu 复合材料的层状结构清晰,其韧性和拉伸强度相对于 SiC 材料有很大提高,但显微硬度有所降低。断口分析表明:裂纹偏转、金属塑性变形、宏观桥联等是其拉伸强 度提高的主要原因。

关键词 SiC/Cu,磁控溅射,硬度,拉伸强度

Properties of SiC/Cu Composite Materials

Shao Chuanbing^{1,2} Yuan Yongtao¹ Fang Jingzhong¹

(1 Institute of Optics and Electronics, Chinese Academy of Sciences, Chengdu 610209)

(2 Graduate University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100039)

Abstract Monothetic SiC, Cu, and SiC/Cu laminated composites with different SiC layer thickness were synthesized by magnetron sputtering. The microstructure of the SiC/Cu laminated composites were characterized by SEM and XRD. Indentation test and tensile experiment were carried out on micro-hardmeter and electronic universal testing machine (IN-STRON), respectively. The experimental results show that clear interfaces are formed in SiC/Cu laminated composites. Compared with monothetic SiC, the toughness and tensile strength of SiC/Cu laminated composites can be improved, however, the hardness decreases. From the examination of fracture surface reveales that crack deflection, bridging, plastic deformation of Cu ductile metal layers are main reasons to improve the tensile strength of SiC/Cu laminated composites.

Key words SiC/Cu, Magnetron sputtering, Hardness, Tensile strength

0 引言

SiC 材料在航空航天领域有着广泛的应用,但 SiC 材料的脆性限制了其进一步工程化应用。而贝 壳的层状结构是提高 SiC 材料韧性的有效方法。自 然界中的动物和植物经过上亿年优胜劣汰、适者生存 的进化,其结构和功能已经达到近乎完美的程 度^[1-2]。利用源于自然的仿生原理来设计合成有机、 无机等新材材料是近年来飞速发展的研究领域^[3-4]。 受贝壳珍珠层层状结构的启发^[5-6],国内外许多学者 已合成了一系列仿生高强超韧复合材料。Kotov 小 组^[7]利用层与层自组装技术,制备了聚乙烯醇/蒙脱 土透明层状复合材料,该材料具有良好的力学性能, 其拉伸强度达到 400 MPa,相比于聚乙烯醇提高了近 10 倍。最近, Kotov 小组^[8]制备了聚氨脂/聚丙烯酸 层状复合材料, 也呈现出良好的强度和韧性。

磁控溅射技术在制备微纳米尺度层状复合材料 方面具有独特的优势^[9]。本文采用磁控溅射技术制 备了 SiC/Cu 复合材料、SiC 和 Cu 膜,研究了 SiC 层厚 度与 SiC/Cu 复合材料力学性能的关系。

1 实验

1.1 材料

SiC 靶, Φ159 mm×5 mm, 自制, Si 约占 20wt%; Cu 靶, Φ159 mm×5 mm, 纯度 99. 97%; 石英基片, Φ70 mm×10 mm, 表面粗糙度 0.78 nm。

1.2 制备工艺

首先用去离子水清洗基片10 min,再用丙酮和无

收稿日期:2010-11-23

基金项目:中国科学院西部之光基金资助(A009C09)

作者简介:邵传兵,1985年出生,硕士研究生,主要研究光学工程材料。E-mail:shao2004121011@126.com

水乙醇在超声波清洗机中各清洗 5 min,烘干后置于 真空腔内的基片架上,抽真空,当本底真空低于 4.3 mPa 后,向真空室冲入 99.99% Ar 气,调节气体流量 达 5 mL/s,沉积之前先对靶材预溅射,以去除靶材表 面的杂质。SiC、Cu 的溅射速率分别为 55.6 和 135.4 nm/min 并保持不变。通过改变 SiC 层的厚度,制备 出不同的 SiC/Cu 复合材料。靶基距为 51 mm,自转 电压为 10 V。

1.3 性能测试及分析

压痕实验在 HXD 一 1000TM 数字式显微硬度计 上进行,测试压头为四方角金刚石压头,压痕形貌通 过光学显微镜观察。拉伸实验在 INSTRON 电子万能 试验机上进行,拉伸速率为 0.5 mm/min,载荷为 1 kN。用 X 射线衍射仪对 SiC/Cu 复合材料的晶态结 构进行分析。用 TM-1000 电子显微镜观察材料的微 观结构和断面形貌。

2 结果与讨论

2.1 成分与结构

图 1 为 SiC/Cu 复合材料 X 射线衍射仪的分析 结果。从图 1 得知, Cu 膜层呈现(1,1,1)择优取向, 未发现 SiC 衍射峰。根据 Scherer 方程,由 XRD 图谱 的衍射峰位可以得出, Cu 的平均晶粒尺寸为 16.5 nm。图 2 为 SiC/Cu 复合材料横截面形貌, SiC 和 Cu 层形成了多层结构,界面明显。综合 XRD 和 SEM 分 析结果,发现 SiC 与 Cu 反应未生成脆性相。







图 2 SiC/Cu 复合材料的横截面微观结构 Fig. 2 Cross-sectional microstructure of SiC/Cu laminated composites

2.2 硬度分析

SiC、Cu、SiC/Cu复合材料的显微硬度见表 1,可以 看出,SiC的硬度为 19.8 GPa,远大于 Cu和 SiC/Cu复合 材料的,这是由于 SiC 是共价键结合的原子晶体,硬度较 高。而 Cu的塑性变形缓解了金刚石压头压入层状材料 表面的应力,降低了 SiC/Cu复合材料的硬度。SiC/Cu 复合材料的硬度随 SiC 层厚度增加而增加。

表.1 SiC、Cu和SiC/Cu复合材料的显微硬度

Tab. 1 Microhardness of SiC, Cu and SiC/Cu

laminated c	composites
-------------	------------

thickness of SiC/µm	thickness of Cu∕µm	microhardness/GPa
30	0	19.8
0	38	1.0
0.5	4	2.4
0.8	4	3.1
1.0	4	3.4
1.5	4	4.3
2.0	4	5.2

图 3、图 4 分别为 SiC 膜和 SiC/Cu 复合材料显微 硬度的压痕形貌图,载荷 9.8 N,连续加载 50 s。从图 3 可以看出,SiC 膜表面的压痕较小,但有明显裂纹,这表 明 SiC 膜硬度较高,但韧性差。从图 4 看出,SiC/Cu 复 合材料表面的压痕较大且未发生微裂,这是因为塑性 相 Cu 层以连续层状的形式存在于陶瓷层间,阻止了材 料表面裂纹的扩展,这表明 Cu 层的存在提高了 SiC/ Cu 复合材料的韧性,但降低了其硬度。



图 3 SiC 膜的压痕形貌



图 4 SIC/Cu 发口的种的压痕形象 Fig. 4 Vicker-hardness indentation images on SiC/Cu laminate composites

2.3 拉伸性能

宇航材料工艺 http://www.yhclgy.com 2011 年 第4期

Fig. 3 Vicker-hardness indentation images on single SiC film

SiC、Cu、SiC/Cu复合材料的拉伸强度见表 2^[10]。可看出,复合材料的拉伸强度随着 SiC 层厚度的增加而降低,这因为 SiC 的增加及 SiC 和 Cu 层出现了分层所致。复合材料的拉伸强度均高于 SiC 的,这是因为,一方面,Cu 塑性相的引入,使 SiC/Cu 复合材料具有了一定的塑性变形能力;另一方面,材料的层状结构使裂纹发生偏转,增加了裂纹的扩展路径和能量的消耗吸收。图5 为 SiC/Cu 复合材料拉伸强度提高的主要机制。

表 2 Cu、SiC/Cu 复合材料和 SiC 的拉伸强度

Tab. 2 Tensile strengths of Cu, SiC and SiC/Cu laminated composites

thickness of SiC/ μ m	thickness of Cu/ μ m	tensile strength/MPa
0	38	403
0.5	4	328
0.8	4	303
1.0	4	284
1.5	4	253
2.0	4	203

图 5(a)为 Cu 层被拉伸,明显凸出于相邻 SiC 层,形成桥联,此外,SiC/Cu 复合材料的断口形貌起 伏较大,断裂面粗糙不平,增加了裂纹所经过的路径, 从而增加了能量的消耗吸收。图 5(b)为 SiC/Cu 复 合材料断裂时,Cu 层在应力作用下被挤出,发生强烈 的塑性变形,这不仅缓解了界面应力,而且与相邻的 材料发生界面间的摩擦而吸收大量的能量。图 5(c) 为裂纹在复合材料中发生偏转,从而使裂纹穿过的路 径延长。同时,裂纹尖端钝化,有效减弱了裂纹尖端 的应力释放,断裂的驱动力减小。以上机制的协同作 用提高了 SiC/Cu 复合材料的拉伸强度。



(a) Cu 层拉伸







(c) 裂纹偏转

图 5 SiC/Cu 复合材料拉伸强度提高的机制

Fig. 5 Mechanism of enhancing tensile strength

of SiC/Cu laminated composite

3 结论

(1)SiC/Cu复合材料层状结构清晰、明锐,其中 Cu呈多晶态,SiC以非晶的形式存在,在制备过程中 两者没发生化学反应生成脆性相。

(2)SiC/Cu复合材料的硬度随SiC层厚度的增加而增加,但韧性提高。这主要是由于金属Cu塑性变形的作用。

(3)SiC/Cu复合材料的拉伸强度随 SiC 层厚的 增加而降低,但均高于 SiC 材料的。裂纹偏转、金属 塑性变形、宏观桥联等机制协同作用是复合材料拉伸 强度提高的主要原因。

参考文献

[1] By Francois Barthelat. Biomimetics for next generation materials[J]. Philosophical Transactions of the Royal Society, 2007, (365):2907

[2] Aksay I A, Trau M, Manne S, et al. Biomimetic pathways for assembling inorganic thin films [J]. Science, 1996, (273):892

[3] Clegg W J. A simple way to make tough ceramics [J]. Nature, 1990,347(4):99

[4] Chen Z, et al. Toughening by metallic lamina in Nickel/ Alumina composites[J]. J. Am. Soc. ,1993,76(5):1258

[5] KamatS, Su X, Ballarini R, et al. Structual basis for the fracture toughness of the shell of the conch strombus gigas [J]. Nature,2000:289

[6] C. H. Liu, Wen-Zhi Li, et al. Simulation of nacre with TiC/metal multilayers and a study of their toughness[J]. Materials Science and Engineering, 1996(4):139

[7] Podsiadlo P, Kaushik A K, et al. Ultrastrong and stiff layered polymer nanocomposites [J]. Science, 2008:1069

 $[\,8\,]$ Podsiadlo P, Arruda E M, et al. LBL assembled laminates with hierarchical organization from nano- to microscale; high-toughness nanomaterials and deformation imaging $[\,J\,]$. American Chemical Society, 2009, 3(6):1564

[9] By Xin Deng, Nikhilesh Chawla, et al. Mechanical behavior of multilayered nanoscale metal-ceramic composites [J]. Advanced Engineering Materials,2005,7(12):1099

[10] James F, Shackelford, William Alexander., Materials Science and Engineering Handbook [M]. Newyork: CRC Press, 2001:405