

# 真空吸渗挤压制备 2D-C<sub>f</sub>/Al 复合材料的组织和性能研究

马玉钦, 齐乐华, 卫新亮, 郑武强

(西北工业大学, 陕西 西安 710072)

**摘要:** 采用真空吸渗挤压工艺制备了二维碳纤维增强铝基(2D-C<sub>f</sub>/Al)复合材料。在挤压力(比压)为 60~90 MPa、真空度为 10~30 kPa、浸渗挤压温度为 580~620 °C、保压时间为 60~120 s 时, 可以获得浸渗充分和成形质量良好的复合材料。微观组织观察分析表明, 基体合金和碳纤维分布均匀, 纤维无折断、漂移现象, 无明显微观缺陷。对 C<sub>f</sub>/Al 复合材料进行密度和拉伸性能测试, 其密度比基体合金降低 17.9%, 抗拉强度提高 100%。热处理实验表明, 经过 T6 热处理, 基体合金的组织得到改善, 内部应力和缺陷得到有效控制和消除, 抗拉强度提高 41%, 而碳纤维和基体合金热膨胀系数的差异会在复合材料内部产生不良应力, 导致其拉伸性能没有提高反而下降 16%。

**关键词:** 真空吸渗挤压; 碳纤维增强铝基复合材料; 微观组织; 抗拉强度; 热处理

中图分类号: TB333; TG376.2

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2015)01-0179-05

碳纤维增强铝基复合材料具有质量轻、比强度和比刚度高、热膨胀系数低、尺寸稳定性好等特点, 其研究和应用越来越受到重视。常见的碳纤维增强铝基复合材料有一维(1D)和二维(2D)的 C<sub>f</sub>/Al 复合材料, 其中 1D 复合材料纤维取向单一, 结构简单, 浸渗和制备难度较小, 在同等工艺条件下, 易于得到浸渗均匀, 组织性能较理想的复合材料<sup>[1-3]</sup>。但其性能具有各向异性的特点, 平行纤维方向的强度和性能远高于垂直方向, 限制了其应用范围; 2D 复合材料较 1D 复合材料浸渗难度大, 但在 2D 方向上性能一致, 且力学和热膨胀性能比基体合金得到明显改善<sup>[4,5]</sup>, 因而具有其自身的应用优势。

编织碳布叠层和正交铺层是 2 种常见的二维碳纤维预制体, 然而, 这两种预制体纤维体积分数大、间隙小, 孔隙大小不均, 在浸渗和成形复合材料过程中, 临界浸渗压力大, 实现完全浸渗极为困难, 需要在高真空度和高浸渗压力下才更易实现复合材料的充分浸渗; 碳纤维和铝合金在高温时还容易发生不良界面反应, 因此必须尽量减少两者间的高温接触时间。目前制备该类复合材料常用的方法有挤压铸造、气压浸渗等<sup>[1-5]</sup>。其中挤压铸造法制备复合材料没有提供真空环境, 气压浸渗法的浸渗压力容易受到限制, 因此导致复合材料制备周期较长, 碳纤维和铝合金的高温接触

时间长, 易于发生过量的不良界面反应, 这些都制约着理想复合材料的制备。真空吸渗挤压是近年来提出的一种制备金属基复合材料新工艺<sup>[6]</sup>, 它将铝合金真空熔炼、吸液浇注与复合材料高压浸渗和半固态成形融为一体, 且实验中通过对封闭试验系统持续地抽真空来保证系统内高的真空度, 液压机带动凸模下行与挤压筒形成封闭腔体以提供高浸渗压力, 合金浇注方便快捷, 复合材料高压浸渗和成形时间短, 工艺稳定可靠, 能够发挥出挤压铸造和气压浸渗法的综合优势, 适宜于制备 2D 正交碳纤维预制体增强铝基复合材料。

本实验利用该工艺制备 2D-C<sub>f</sub>/Al 复合材料, 分析工艺参数对制备复合材料的影响规律, 得到制备理想复合材料的适宜工艺参数。并对复合材料的浸渗微观组织进行深入分析, 再通过复合材料的密度和拉伸性能的测试, 研究浸渗组织与拉伸性能之间的关系。并结合拉伸试样的断口形貌, 深刻揭示碳纤维增强铝基复合材料性能提升的增强机理。最后, 又通过比对 T6 热处理后基体合金和复合材料的拉伸性能测试结果, 研究 T6 热处理对基体合金和 2D-C<sub>f</sub>/Al 复合材料拉伸性能的影响机制。

## 1 实验

采用国产 12 k 单向 T700 碳纤维束来制备预制体,

收稿日期: 2014-01-24

基金项目: 国家自然科学基金(51275417); 国家自然科学基金群体项目(51221001); 西北工业大学博士论文创新基金(CX201227)

作者简介: 马玉钦, 男, 1986 年生, 博士生, 西北工业大学机电学院, 陕西 西安 710072, 电话: 029-88460447, E-mail: mayuqin0702@163.com

其纤维单丝直径为 6~8 μm，密度为 1.8 g/cm<sup>3</sup>，抗拉强度 3900 MPa，弹性模量为 230 GPa。所制备的 2D-C<sub>f</sub>/Al 复合材料碳纤维体积分数为 40%。

采用下列步骤制备 T700 碳纤维正交铺层穿刺预制体：将 12 k 单向 T700 碳纤维布裁剪成 Φ60 mm 圆片，然后按照相邻叠层沿纤维轴向正交铺排的方式依次叠放整齐，叠层总厚度控制在 8~10 mm，并用 T700 碳纤维穿刺固定，即制备出预制体原型件。碳纤维与铝合金的润湿性差，高温时易发生不良界面反应。为了改善碳纤维与铝合金之间的润湿性和界面结合性，在预制体的碳纤维表面沉积了热解碳涂层。采用下述过程制备涂层：将预制体安放在化学气相沉积 (CVD) 炉内，采用 CVD 法在碳纤维表面沉积热解碳涂层。涂层工艺参数为：N<sub>2</sub> 通入量为 0.1~0.5 m<sup>3</sup>/h，CH<sub>4</sub> 通入量为 16~24 L/h，沉积温度为 1000~1200 °C，沉积时间为 1~3 h。待 CVD 炉冷却至室温后，打开 CVD 炉取出，即得到表面制备有热解碳涂层的 2D 正交铺层穿刺预制体。图 1 为 CVD 法沉积热解碳涂层原理示意图。

采用真空吸渗挤压工艺制备 2D-C<sub>f</sub>/Al 复合材料，其工艺流程如图 2 所示。先将提前准备好并做过涂层处理的预制体装入模具。基体铝合金放入熔炼坩埚。挤压筒上部放置密封块，然后启动液压机带动凸模压紧密封块，并连接好实验系统。此时挤压筒和熔炼装置内都处于密封状态，对整个实验系统抽真空。对铝合金进行熔炼，并将模具和预制体预热到预定温度，进行铝合金的真空吸液浇注和气压浸渗。在铝合金熔炼和浇注过程中，整个系统仍处于封闭和抽真空状态，以保证铝合金在熔炼浇注和碳纤维在预热的过程中不会发生氧化。移除挤压筒上的密封模块，启动液压机带动凸模下行，实现复合材料的挤压浸渗、强制补缩和加压凝固。待模具冷却至室温后，拆模和取件，即

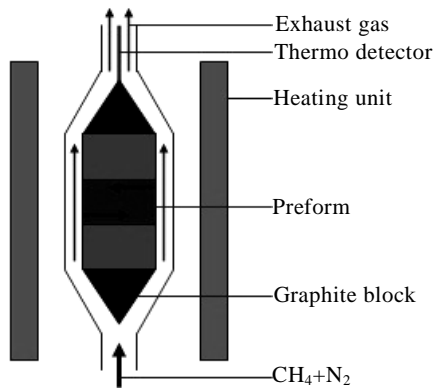
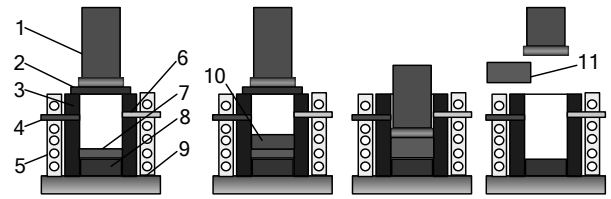


图 1 CVD 法沉积热解碳涂层原理示意图

Fig.1 Schematic diagram of deposition of pyrolytic carbon coating by CVD



1. Punch; 2. Sealing module; 3. Container of die; 4. Absorbing alloy liquid pipe; 5. Preheating furnace of die; 6. Gas pressure pipe; 7. Preform; 8. Pad; 9. Heel block; 10. Liquid aluminum alloy; 11. 2D-C<sub>f</sub>/Al composite

图 2 真空吸渗挤压制备 2D-C<sub>f</sub>/Al 复合材料流程示意图

Fig.2 Fabrication process of 2D-C<sub>f</sub>/Al composite by extrusion directly following vacuum pressure in filtration technique

可得到 2D-C<sub>f</sub>/Al 复合材料。

本研究所用基体为 Al-Zn-Mg 合金，其密度为 2.73 g/cm<sup>3</sup>。通过合理控制真空吸渗挤压工艺参数，制备和得到了浸渗充分、均匀，没有明显缺陷的 2D-C<sub>f</sub>/Al 复合材料。

## 2 结果与分析

### 2.1 2D-C<sub>f</sub>/Al 复合材料浸渗微观组织分析

图 3 为所制备的 2D-C<sub>f</sub>/Al 复合材料浸渗微观组织照片。碳纤维预制体的纤维束与束之间间隙较大，束内纤维之间间隙较小，因此实际上浸渗时，束间的间隙首先被充填，然后开始向束内的间隙浸渗。从图中可以看出，在正交铺层碳纤维预制体的 2 个垂直方向上，在碳纤维束与束之间浸渗充分，束内的碳纤维之间基体合金浸渗理想，基体合金分布均匀，碳纤维分布良好，未发现明显的纤维团聚、折断和漂移现象，也无缩孔、缩松、孔洞等缺陷<sup>[7,8]</sup>。

液态铝合金在较高温度下流动性较好，充填能力更强，更容易充分浸渗到碳纤维预制体中去。本研究制备复合材料时，将铝合金熔炼至 750~800 °C，稍高于普通压力铸造浇注温度<sup>[9]</sup>。实验中，对整个实验系

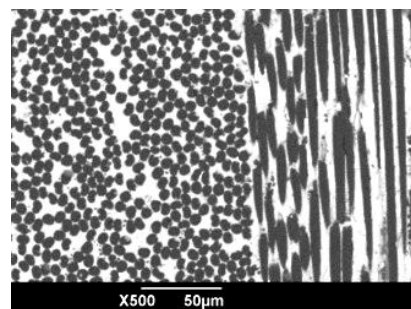


图 3 2D-C<sub>f</sub>/Al 复合材料浸渗微观组织

Fig.3 Infiltration microstructure of 2D-C<sub>f</sub>/Al composite

统不断地抽真空，使实验系统的真空度保持在 10~30 kPa。这样不仅能克服碳纤维预制体中孔隙小、易于留存杂质气体，影响浸渗等不利因素，也能防止在实验过程中，基体合金和碳纤维被氧化和产生影响复合材料组织性能的杂质产物<sup>[10]</sup>。纤维预热温度太低影响浸渗效果，太高则碳纤维和铝合金的界面反应严重，本实验确定的合理温度范围为 600~650 °C。对实验系统气压浸渗的气压值为 0.1~0.7 MPa，并保压 60~120 s，完成初步浸渗。待液相铝合金达到 580~620 °C 后，开始启动液压机带动模具凸模进行机械压力浸渗，挤压力（比压）控制在 60~90 MPa。此时，复合材料还处于液/固相共存状态，变形抗力很低，不断下行的凸模对复合材料进行强制补缩和高压凝固，消除内部的孔洞等组织缺陷。

碳纤维和铝合金的润湿性较差，在高温时还容易发生过多的界面反应，生成脆性相 Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub>，影响制备的复合材料的力学性能。热解碳涂层能够在一定程度上改善两者间的润湿性，调节界面结合，阻止过量不良界面反应的发生。因此在本研究中，用 CVD 法在预制体的碳纤维表面沉积热解碳涂层<sup>[11,12]</sup>，从而达到理想的浸渗效果，界面结合适中，改善了复合材料的组织和性能<sup>[13]</sup>。

### 2.2 2D-C<sub>f</sub>/Al 复合材料密度测试

采用排水法对所制备的 2D-C<sub>f</sub>/Al 复合材料进行密度测试。取 3 组试样，分别测得其质量和体积如表 1 所示，经过计算得到各个试样的密度和 3 个密度的平均值。所计算出的密度平均值 2.24 g/cm<sup>3</sup> 为利用真空吸渗挤压工艺所制备的 2D-C<sub>f</sub>/Al 复合材料的密度值，碳纤维的密度为 1.8 g/cm<sup>3</sup>，基体铝合金的密度为 2.73 g/cm<sup>3</sup>。复合材料是由碳纤维和基体合金构成，因此，复合材料的密度应介于两者之间，复合材料的密度与基体合金相比降低了 17.9%。

### 2.3 2D-C<sub>f</sub>/Al 复合材料力学性能测试与分析

碳纤维在其轴向的拉伸性能十分优异，远高于铝合金，因此所制备的 2D-C<sub>f</sub>/Al 复合材料在该方向上性能也更理想，更具应用前景。采用 CMT5304-30kN 电子万能试验机，对真空吸渗挤压工艺制备的复合材料横截面内沿碳纤维轴向取拉伸试样进行性能测试，得

到其抗拉强度为 254 MPa，对铸造态的 Al-Zn-Mg 铝合金基体进行拉伸性能测试，其抗拉强度为 127 MPa，复合材料的抗拉强度与基体合金相比提高了 100%，见表 2。

图 4 为 2D-C<sub>f</sub>/Al 复合材料拉伸试样的断口形貌。图 4a 为较低倍数下复合材料的拉伸断面。可知在较大区域内，部分纤维束和单根纤维被拔出，其余的纤维束和纤维被拉断。

图 4b 为较高倍数下复合材料的拉伸断面。有一定的纤维被拔出，复合材料断口参差不齐。同时，碳纤维被铝合金包裹，且纤维团聚现象不明显，铝合金和碳纤维分布均匀，再次印证了微观组织分析中复合材料的良好浸渗均匀性。参差不齐的断口周围也很少能发现纤维的折断、移位痕迹，且包覆的铝合金与纤维之间结合较好，没有明显的剥离、脱落等现象的发生，从而说明复合材料的界面结合状况良好，界面反应得到了较好的控制<sup>[14-16]</sup>。均匀充分的浸渗效果和适度的界面结合证明了真空吸渗挤压工艺和热解碳涂层的工

表 2 T6 热处理前后基体合金和复合材料的抗拉强度  
Table 2 Ultimate tensile strength (UTS) of matrix alloys and composites before and after T6 heat treatment

Material type	UTS before T6 /MPa	UTS after T6 /MPa	Variance ratio/%
Matrix alloy	127	179	41
2D-C <sub>f</sub> /Al composite	254	214	-16
Variance ratio/%	100	19.5	—

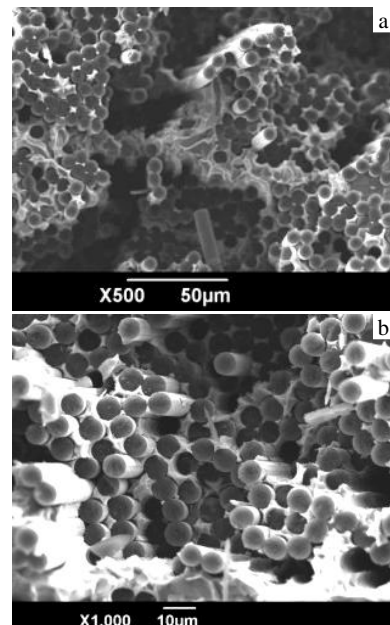


图 4 2D-C<sub>f</sub>/Al 复合材料拉伸试样的 SEM 断口形貌  
Fig.4 SEM images of fracture surface of tensile specimens of 2D-C<sub>f</sub>/Al composites

表 1 2D-C<sub>f</sub>/Al 复合材料的密度  
Table 1 Densities of 2D-C<sub>f</sub>/Al composites

Test number	Mass/g	Volume/cm <sup>3</sup>	Density/g cm <sup>-3</sup>
1	0.883	0.40	2.209
2	0.667	0.32	2.086
3	1.551	0.65	2.386
Average value			2.240

艺参数合理,碳纤维很好地发挥了承载能力和增强效果,基体铝合金有效地发挥了传递载荷的作用,因此,所制备的 2D-C<sub>f</sub>/Al 复合材料与基体合金相比,拉伸性能得到明显的改善<sup>[17-19]</sup>。

#### 2.4 热处理对基体与 2D-C<sub>f</sub>/Al 复合材料拉伸性能影响

对同次实验中制备的 2D-C<sub>f</sub>/Al 复合材料和基体合金试样再做 T6 热处理,其具体工艺参数为:固溶处理温度在 465~475 °C,固溶处理时间为 45~60 min,淬火温度为 465~475 °C,人工时效温度为 120~130 °C,时效时间为 15~18 h。然后用 CMT5304-30kN 电子万能试验机分别测试其拉伸性能,结果发现:经过热处理的 Al-Zn-Mg 合金抗拉强度为 179 MPa,与未热处理的铝合金(抗拉强度 127 MPa)相比,热处理后抗拉强度提高了 41%。这主要是因为金属通过热处理,可以改善其内部组织,细化晶粒,消除材料的内部应力和缺陷,显著提高其力学性能(见表 2)。

而对于利用真空吸渗挤压工艺制备的 2D-C<sub>f</sub>/Al 复合材料,经过 T6 热处理后,在复合材料横截面内纤维轴线排布方向上进行拉伸性能测试,抗拉强度为 214 MPa,与未热处理的复合材料抗拉强度 254 MPa 相比,热处理后性能反而减小 40 MPa,下降了 16%。此时复合材料抗拉强度(214 MPa)与基体合金(179 MPa)相比,只提高了 19.5%,性能所提升的比例明显下降(见表 2)。该现象主要是由于碳纤维和基体铝合金之间的热膨胀系数差异较大造成的。

表 3 给出了基体合金和 T700 碳纤维的对比情况。基体合金是均质材料,各向同性,因此所取试样轴向和径向热膨胀系数都为  $23 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ ,且其会随着温度升高而升高。T700 碳纤维热膨胀系数在径向是  $10 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ ,轴向热膨胀系数为  $-0.83 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ ,可见不论在轴向还是径向,基体合金和碳纤维热膨胀系数都存在明显差异,且在利用真空吸渗挤压工艺制备该复合材料过程中,碳纤维预制体被预热到 600~650 °C,而基体合金熔炼浇注温度达到 750~800 °C,过大的温度变化量,加剧了基体合金和碳纤维之间的热膨胀系数不均匀性,会在复合材料内部形成较大的热残余拉应力,这会在一定程度上限制碳纤维增强效果<sup>[20]</sup>。

真空吸渗挤压工艺所制备的 2D-C<sub>f</sub>/Al 复合材料是由负膨胀系数的碳纤维与正膨胀系数的铝合金构成

的,即使周围环境微小的温度变化,也会在复合材料内部引起很大的热应力。而复合材料试样在进行 T6 热处理过程中,需要反复经历升温 and 降温过程,开始做固溶处理时需要从室温升到 465~475 °C,然后又降至室温,再升高到 120~130 °C,继而经历长时间的时效处理,最后再冷却。这一系列的温度变化,都将会对复合材料内部组织结构产生较大影响,集聚大量的应力强化点,并可能在局部区域形成较大的应力集中。当最大应力超过基体屈服强度时,材料发生塑性变形,产生大量的残余应变,对材料内部的结构造成损伤,形成缺陷。当复合材料试样在进行拉伸性能测试受到拉伸载荷时,这些部位就会首先屈服和断裂失效<sup>[21]</sup>,这就导致经过 T6 热处理的 2D-C<sub>f</sub>/Al 复合材料抗拉强度与未处理的复合材料相比没有升高反而降低。

### 3 结 论

1) 采用真空吸渗挤压工艺可制备出 2D-C<sub>f</sub>/Al 复合材料,材料内部致密、浸渗充分、均匀,没有发现明显的纤维折断、漂移和团聚现象,也无孔洞、缩孔、缩松等微观缺陷。

2) 所制备的 2D-C<sub>f</sub>/Al 复合材料质轻,密度与基体合金相比降低了 17.9%,而在横截面内纤维轴向抗拉强度与基体合金相比提高了 100%。

3) 经过 T6 热处理,基体合金抗拉强度提高了 41%,但由于碳纤维与基体合金热膨胀系数差异很大,热处理过程中的温度变化会造成不良内应力,使热处理过的 2D-C<sub>f</sub>/Al 复合材料拉伸性能反而下降了 16%。

#### 参考文献 References

- [1] Daoud A. *Materials Science and Engineering A*[J], 2005, 391: 114
- [2] Wang Haowei(王浩伟), Shang Baolu(商宝禄), Zhou Yaohe(周尧和). *Journal of Northwestern Polytechnical University*(西北工业大学学报)[J], 1992, 10(3): 279
- [3] Zhang Yunhe, Wu Gaohui. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*[J], 2006, 16(S1): 509
- [4] Zhang Yunhe, Wu Gaohui. *Rare Metals*[J], 2010, 29(1): 102
- [5] Song Meihui, Wu Gaohui, Chen Guoqin et al. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*[J], 2010, 20(1): 47
- [6] Liu Jian, Qi Lehua, Guan Juntao et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2012, 531: 164
- [7] Luo Xiaoping(罗小萍), Zhang Mingang(张敏刚), Lü Chunxiang(吕春翔) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2012, 41(6): 743
- [8] Wang Xinpeng(王新鹏), Tian Shi(田 蔚). *Journal of the*

表 3 基体合金与 T700 碳纤维的轴向和径向热膨胀系数  
Table 3 Thermal expansion coefficient of matrix alloy and T700 carbon fiber ( $\times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ )

Material type	Matrix alloy	T700 carbon fiber
Longitudinal direction	23	-0.83
Transverse direction	23	10

- Chinese Ceramic Society*(硅酸盐学报)[J], 2006, 34(10): 1204
- [9] Li Hualun(李华伦), Mao Zhiying(毛志英), Shang Baolu(商宝禄) *et al. Acta Materiae Compositae Sinica*(复合材料学报)[J], 1991, 8(1): 21
- [10] Ma Yunzhu(马运柱), Zhang Jiajia(张佳佳), Liu Wensheng(刘文胜) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2012, 41(9): 1680
- [11] Yu Jiakang(于家康). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 1996, 25(6): 14
- [12] Yu Zhiqiang(于志强), Wu Gaohui(武高辉), Sun Dongli(孙东立). *Materials Engineering*(材料工程)[J], 2001, 10: 13
- [13] Rams J, Urena A, Escalera M D *et al. Composites: Part A*[J], 2007, 38: 566
- [14] Li Chuanji(李传吉), Lin Jianguo(林建国), Zhang Dechuang(张德闯) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2012, 41(8): 1385
- [15] Zhao Longzhi(赵龙志), Cao Xiaoming(曹小明), Tian Chong(田冲) *et al. Chinese Journal of Materials Research*(材料研究学报)[J], 2006, 26(1): 57
- [16] Shalu T, Abhilash E, Joseph M A. *Journal of Materials Processing Technology*[J], 2009, 209: 4809
- [17] Wang Haowei(王浩伟), Zhang Guoding(张国定), Wu Renjie(吴人洁). *Acta Materiae Compositae Sinica*(复合材料学报)[J], 1995, 12(1): 38
- [18] Qi L H, Su L Z, Zhou J M *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2012, 527: 10
- [19] Li Kun(李坤), Pei Zhiliang(裴志亮), Gong Jun(宫骏) *et al. Chinese Journal of Space Science*(空间科学学报)[J], 2009, 29(1): 6
- [20] Chen Shaoping(陈少平), Dong Feng(董凤), Meng Qingsen(孟庆森) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2013, 42(2): 302
- [21] Yang Zhinan(杨志南), Liu Fengchao(刘峰超), Yan Zhigang(闫志刚) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2013, 42(2): 254

## Fabrication of 2D-C<sub>f</sub>/Al Composite by an Extrusion Directly Following Vacuum Pressure Infiltration Technique and Its Microstructure and Properties

Ma Yuqin, Qi Lehua, Wei Xinliang, Zheng Wuqiang

(Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China)

**Abstract:** An extrusion directly following vacuum pressure infiltration technique was used to fabricate 2D-C<sub>f</sub>/Al composite. When the specific pressure is 60~90 MPa, vacuum level is maintained at 10~30 kPa, squeeze infiltration temperature is 580~620 °C and keeping pressure time is 60~120 s, 2D-C<sub>f</sub>/Al composite with ideal infiltration quality could be fabricated. Through microstructure observation, it is shown that the aluminum alloy is filled uniformly, and defects could be seldom found in composite. The experiment results indicate that the density of the composite is 17.9% lower than that of the matrix. Ultimate tensile strength of composite is satisfied, which is improved by 100% compared with that of matrix alloy. Heat treatment tests reveal the ultimate tensile strength is improved by 41%, because the microstructure is improved and the internal stress and defects are controlled effectively after heat treatment. On the contrary, the adverse stress would appear in the composite because of the difference of thermal expansion coefficient between carbon fiber and matrix alloy in the process of heat treatment, so the mechanical properties of the composite is decreased by 16%.

**Key words:** extrusion directly following vacuum pressure infiltration technique; C<sub>f</sub>/Al composite; microstructure; tensile strength; heat treatment

Corresponding author: Qi Lehua, Professor, School of Mechanical Engineering, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, P. R. China, Tel: 0086-29-88460447, E-mail: qilehua@nwpu.edu.cn