

原位自生 TiB_2 颗粒增强 2024-T4 铝基复合材料的损伤断裂行为

苏 杰¹, 李亚智¹, 张代龙¹, 耿继伟², 王浩伟²

(1. 西北工业大学, 陕西 西安 710072)

(2. 上海交通大学 金属基复合材料国家重点实验室, 上海 200240)

摘 要: 利用扫描电子显微镜结合原位拉伸试验研究了颗粒体积分数为 4.167% 的原位自生 TiB_2 颗粒增强 2024-T4 铝基复合材料 ($\text{TiB}_2/2024\text{-T4}$) 的损伤断裂机理。 $\text{TiB}_2/2024\text{-T4}$ 在拉伸下的损伤断裂行为依次有微裂纹萌生、微裂纹累积和微裂纹贯通 3 个典型过程。结果表明, $\text{TiB}_2/2024\text{-T4}$ 中初始微裂纹率先在副产物颗粒、微米级的 TiB_2 颗粒以及 TiB_2 颗粒团聚体中萌生。随着加载的进行, 更多的微裂纹出现在 TiB_2 颗粒偏聚带中, 最终微裂纹通过颗粒稀疏区域铝合金基体的韧性断裂而贯通, 形成宏观裂纹。通过分析单胞有限元模型, 研究了颗粒偏聚对偏聚带中的基体微裂纹萌生的影响机理。数值结果表明: 相比于颗粒稀疏区域的基体, 颗粒偏聚带中的基体最大等效塑性应变和应力三轴度均有提高, 诱使微裂纹会因为偏聚带中基体微孔洞长大和聚合进程的加剧而提前萌生, 这与原位拉伸试验中的现象是一致的。

关键词: 颗粒增强铝基复合材料; 颗粒偏聚; SEM 原位拉伸; 微裂纹; 断裂机理

中图分类号: TB33; O344.3

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2017)11-3338-07

颗粒增强铝基复合材料 (particle reinforced aluminum matrix composites, PRAMCs) 具有比强度、比模量、疲劳性能、阻尼以及耐磨性均高于相应基体金属的特点, 吸引了大量的材料学领域专家学者的广泛关注及深入研究, 并且在航空、航天以及汽车工业等诸多领域得到应用^[1]。

利用混合盐原位反应合成法制成的 PRAMCs 中的颗粒热力学条件稳定, 颗粒无明显尖角、形状圆整, 颗粒-基体界面洁净且强度高、颗粒尺寸细小 (微米级以下)。然而, 原位合成法制成的 PRAMCs 中颗粒偏聚现象比较普遍, 甚至一部分颗粒发生团聚^[2]。颗粒偏聚是指颗粒在局部区域较为密集分布, 在另外的区域分布较稀少的情况; 而团聚是指颗粒聚集在一起形成二次颗粒, 这种二次颗粒较单个颗粒性能更差, 初始微缺陷较多, 因此更容易发生脆性断裂。

一般认为, 当颗粒内部最大正应力达到临界值时颗粒发生脆性开裂^[3]。对铝合金而言, 微孔聚集型断裂是韧性断裂的主要类型^[4,5]。微孔洞需要经历形核、长大和聚集 3 个典型阶段, 其演化过程与应力应变场密切相关。一方面, Tipper^[6]指出在拉伸试件中, 非金属夹杂与基体脱黏导致微孔洞萌生, 宏观塑性应变促使微孔洞长大, 驱动了韧性断裂发生; 另一方面, 微

孔洞的演化过程与应力三轴度相关。F. A. McClintock^[7]以及 J. R. Rice 和 D. M. Tracey^[8]最早对理想刚塑性基体中孤立孔洞进行了分析, 并指出高应力三轴度导致微孔洞急剧扩张, 从而使材料迅速失效。因此, 宏观塑性应变和应力三轴度可以视为影响韧性断裂进程的重要参数。

扫描电子显微镜 (SEM) 配合原位加载技术是观测材料微裂纹萌生方式及演化过程的直接手段之一。目前国内外有不少文献报道了利用 SEM 原位加载试验观测材料的疲劳裂纹的起始以及扩展的过程^[9,10]。本研究针对混合盐原位反应法^[11]制成的颗粒体积分数为 4.167% 的 TiB_2 颗粒增强 2024-T4 铝基复合材料 ($\text{TiB}_2/2024\text{-T4}$), 进行 SEM 原位拉伸试验, 旨在探寻该材料的微观损伤断裂过程的特点及规律。在此基础上, 结合单胞有限元模型来分析颗粒偏聚对颗粒偏聚带中微裂纹萌生的影响机理。

1 实 验

试样毛坯从经过热挤压的 $\text{TiB}_2/2024$ 棒料上取下, 然后对其进行 T4 热处理 (500 °C 下固溶处理 1 h), 经机械加工后, 对所观察的面打磨并进行机械抛光处理, 使用丙酮试剂对试样进行超声清洗最后风干, 最

收稿日期: 2016-11-05

作者简介: 苏 杰, 男, 1987 年生, 博士生, 西北工业大学航空学院, 陕西 西安 710072, 电话: 029-88460621, E-mail: yysj0802@163.com

终得到的 SEM 原位拉伸试样如图 1 所示，其名义厚度为 1.0 mm。

在低倍视野(300×)下通过 SEM 观察 TiB₂/2024-T4 的微观组织形貌，如图 2a 所示。由于 TiB₂ 颗粒是在混合盐反应过程中原位生成的，大部分颗粒在凝固过程中会被固液界面推动，并最终分布在晶界上，而极少部分的颗粒会被固液界面吞噬从而留在晶粒内部^[11,12]。因此，从颗粒的总体分布情况可以大致估计出晶粒的形状以及晶界的位置。晶粒沿热挤压方向呈长条状分布，尺寸大约是 600 μm×100 μm。部分晶界处 TiB₂ 颗粒粘在一起形成颗粒团聚体，如图 3 所示。TiB₂ 颗粒呈多边形，棱角圆整，形貌如图 2b 所示，主体粒径范围为 30~500 nm，微米级的数量比较少。个别晶粒内部发现有形状不规则的含 2 种色差的大颗粒（如图 4a），其尺寸为几十微米，使用 Inca 能谱仪测试了大颗粒的核心区域元素原子分数，其结果如图 4b 所示。由此可以断定核心区域的化学成分为 TiAl₃，而外围区域元素成分测定结果如表 1 所示，属于 Al-Ti-Mg 相。核心区域和外围区域均属于金属间化合物，是原位反应过程中的副产物，就断裂性质而言，2 种金属间化合物均表现为脆性断裂。因此，将不再强调两者的区别，并将这种颗粒视为一个整体，统称为“副产物颗粒”。

将制备好的 SEM 原位拉伸试样安装在 MTEST-5000 原位加载台上，并将之放入 Zeiss SUPRA 55 场发射扫描电镜的真空室内。设置加载速率为 0.1 mm/min，

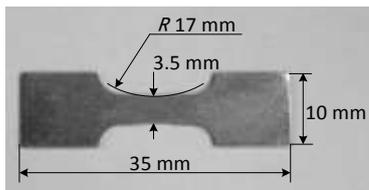


图 1 SEM 原位拉伸试样
Fig.1 In situ SEM tensile specimen

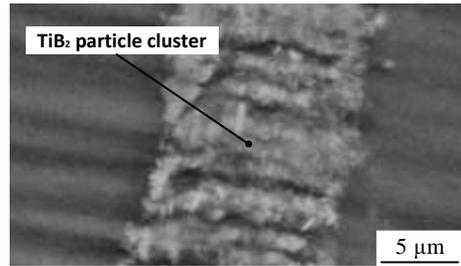


图 3 TiB₂ 颗粒团聚体
Fig.3 TiB₂ particle cluster

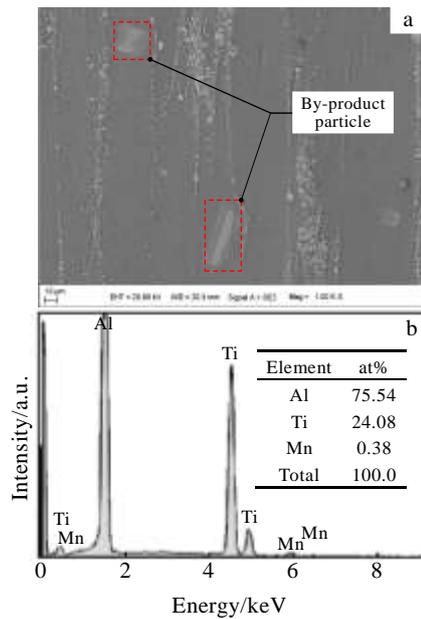


图 4 副产物颗粒 SEM 照片及其 EDS 能谱分析
Fig.4 SEM image (a) and EDS spectrum analysis result (b) of by-product particle

表 1 副产物颗粒外围区域元素含量

Table 1 Element content of peripheral region of by-product particle (at%)

Mg	Al	Ti	Mn	Cu	Total
12.22	78.52	8.57	0.22	0.46	100

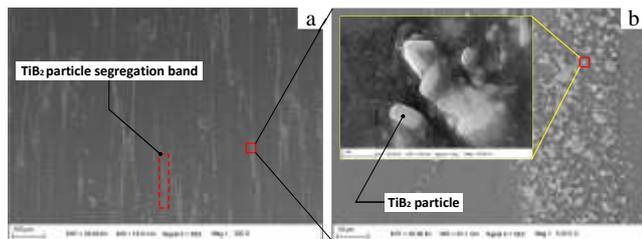


图 2 TiB₂ 颗粒 SEM 照片
Fig.2 SEM images of TiB₂ particle: (a) TiB₂ particle segregation band and (b) TiB₂ particle morphology

满足准静态拉伸条件。加载时，对 TiB₂/2024-T4 变形过程中的载荷、位移进行测试和记录。然后在试样出现微裂纹的典型特征时，对具有代表性的微区断裂形貌进行图像截取与跟踪。

2 结果与分析

SEM 原位拉伸试验得到的夹持端载荷位移曲线如图 5 所示，最大载荷值为 1845 N。

TiB₂/2024-T4 在 SEM 原位拉伸过程中的损伤断裂

行为可以通过 3 个特征鲜明的阶段来描述，即初始微裂纹的萌生、微裂纹累积以及微裂纹贯通。

2.1 初始微裂纹的萌生

当 SEM 原位拉伸试验进行至图 5 拉伸曲线中的“1”点时，观察到有微裂纹在副产物颗粒和偏聚带的微米级 TiB₂ 颗粒以及 TiB₂ 颗粒团聚体中出现。这些微裂纹迅速扩展至颗粒与铝合金基体界面处而停止，如图 6 和图 7 所示。TiB₂ 颗粒团聚体中的微裂纹如图 8 所示。

2.2 微裂纹累积

随着外加载荷的增大，新的微裂纹继续在副产物颗粒和 TiB₂ 颗粒偏聚带中萌生。副产物颗粒中初始微裂纹尖端发生了钝化，而 TiB₂ 颗粒偏聚带中的微裂纹密度增长较快，如图 9 和图 10 所示，这些特征在图 5 拉伸曲线上的“1”点到“2”点之间发生。此时 TiB₂ 颗粒偏聚带中的微裂纹不再仅仅是由 TiB₂ 颗粒断裂形成的，还可能由铝合金基体的失效或 TiB₂ 颗粒-基体界面的脱粘。原位反应生成的 TiB₂ 颗粒与铝合金基体之间的界面性能优异，该界面脱粘的现象极少发生。使用 SEM 观察了 TiB₂ 颗粒偏聚带的断口形貌，发现

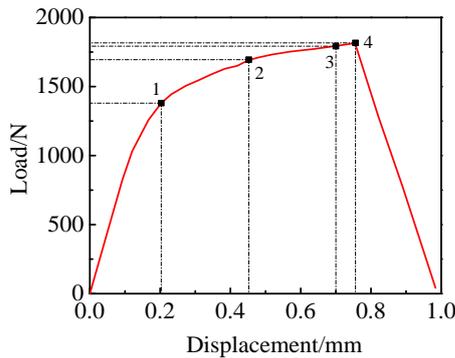


图 5 SEM 原位拉伸试验得到的夹持端载荷位移曲线
Fig.5 Load-displacement curve obtained from in situ SEM tensile test

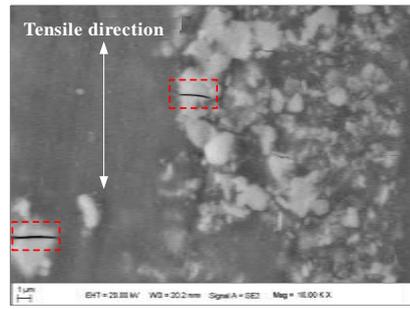


图 7 微米级 TiB₂ 颗粒断裂形成的初始微裂纹
Fig.7 Initial micro-cracks formed by the breakage of micron-sized TiB₂ particles

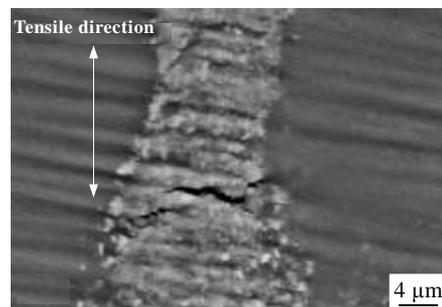


图 8 TiB₂ 颗粒团聚体的脆性开裂
Fig.8 Brittle fracture of TiB₂ particle cluster

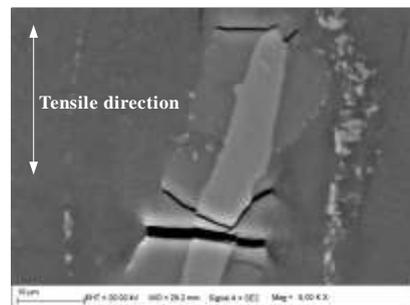


图 9 副产物颗粒中微裂纹的累积
Fig.9 Accumulation of micro-cracks in by-product particles

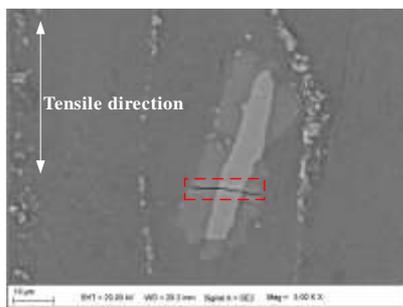


图 6 副产物颗粒断裂形成的初始微裂纹
Fig.6 Initial micro-cracks formed by by-product particle breakage

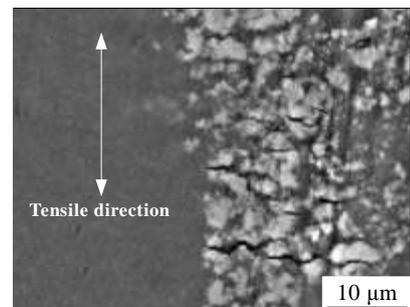


图 10 TiB₂ 颗粒偏聚带中微裂纹的累积
Fig.10 Accumulation of micro-cracks in TiB₂ particle segregation band

有呈韧窝形貌的铝合金基体，如图 11 所示，这说明 TiB₂ 颗粒偏聚带中发生了铝合金基体的韧性断裂。

2.3 微裂纹贯通

微裂纹的累积一方面使得材料有效承载面积迅速下降，材料宏观应变硬化率下降（图 5 所示）；另一方面颗粒偏聚带中微裂纹尖端的应力集中使得微裂纹之间颗粒稀疏区域的铝合金基体（韧带）塑性变形剧烈，形成局部剪切颈缩带，如图 12 所示，对应于图 5 曲线中的“3”点。当外加载荷进一步施加至图 5 中的“4”点时，微裂纹之间瞬间贯通，形成宏观裂纹，导致整个截面最终断裂。

2.4 TiB₂/2024-T4 微裂纹萌生机理分析

为了探究颗粒偏聚对偏聚带内部铝合金基体微裂纹率先萌生这一现象的影响机制，以含 16 个颗粒的二维周期性单胞模型为分析对象，建立其 1/4 有限元模型，如图 13 所示，并使得颗粒面积分数等于 4.167%，颗粒直径为 $d=28.8 \mu\text{m}$ 。施加均匀拉伸位移 $U=0.08 \text{ mm}$ ，下边限制 y 方向位移，左右两边保持直线并垂直于上、下边。

假设 TiB₂ 颗粒为线弹性各向同性材料，其材料参数^[13]为：杨氏模量 $E=565 \text{ GPa}$ ，泊松比为 0.108。基体材料为 2024-T4 铝合金，通过标准拉伸试验获得其材料参数为 $E=74.28 \text{ GPa}$ ，泊松比为 0.33，初始屈服强度 $\sigma_0=289.68 \text{ MPa}$ ，使用 Ramberg-Osgood 模型来描述基体材料屈服后的塑性应变和应力之间的关系^[14]：

$$\frac{\epsilon_p}{\epsilon_0} + 1 = \alpha \left(\frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^n \quad (1)$$

式中， α 和 n 为材料硬化参数，它们与材料的应变强化能力相关，通过材料真实应力应变曲线拟合得出，如图 14 所示，2 个硬化参数分别为 $\alpha=2.287$ ； $n=5.202$ ； σ_0 为初始屈服应力； ϵ_0 为材料真实应力应变曲线中材料发生屈服时的弹性应变，即 $\epsilon_0 = \frac{\sigma_0}{E}$ ， E 为杨氏模量。

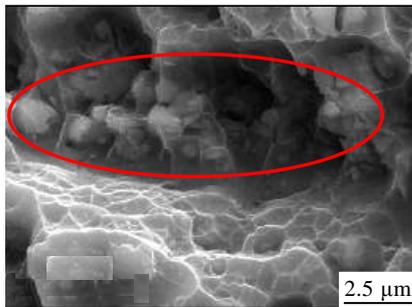


图 11 TiB₂ 颗粒偏聚带断口形貌（标记区域）

Fig.11 Fracture morphology of TiB₂ particle segregation band (the marked region)

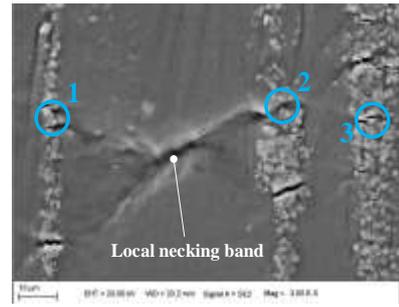


图 12 微裂纹贯通前局部颈缩带的形成

Fig.12 Formation of local necking band before micro-cracks coalescence

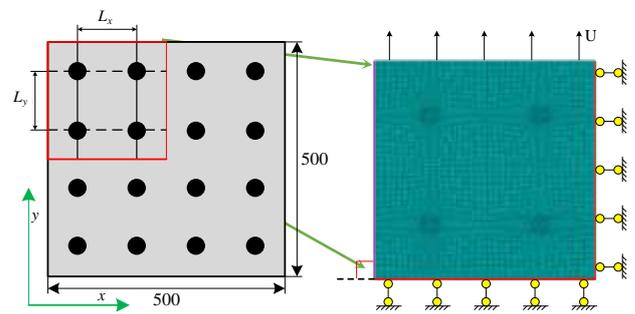


图 13 单胞有限元模型

Fig.13 Unit-cell finite element model (unit: μm)

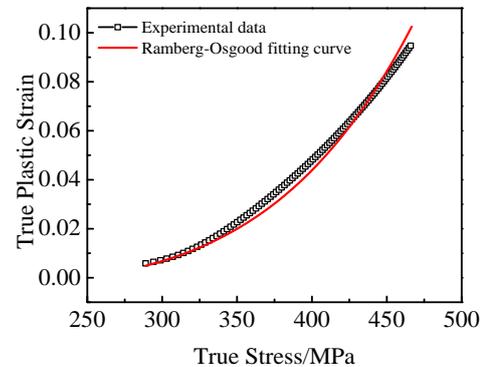


图 14 Ramberg-Osgood 硬化参数的拟合

Fig.14 Fitting of Ramberg-Osgood hardening parameters

定义颗粒偏聚因子 Ag ：

$$Ag = \ln \frac{L_x}{L_y} \quad (2)$$

当 $Ag>0$ 时，颗粒表现为沿 y 方向偏聚；当 $Ag<0$ 时，颗粒表现为沿 x 方向偏聚， Ag 绝对值增大表示颗粒偏聚的加剧。计算了 6 种颗粒偏聚 ($Ag=0.301, 0.495, 0.541$ 以及 $-0.301, -0.495, -0.541$) 的情况。

当 $Ag>0$ 时，基体最大等效塑性应变始终位于偏

聚颗粒附近的基体中，如图 15 所示。相同体胞应变时，当 $Ag=0.541$ 时始终保持着最高的最大等效塑性应变，如图 16 所示。颗粒纵向偏聚 ($Ag>0$) 时最大应力三轴度也位于偏聚颗粒附近的基体中，如图 17 所示，且随着颗粒偏聚的加剧最大应力三轴度也有小

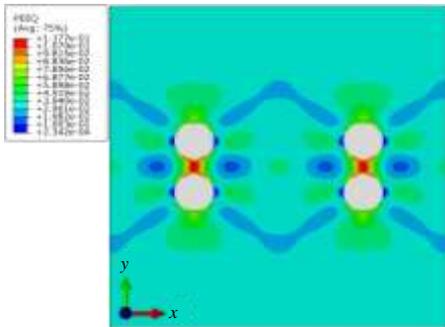


图 15 基体等效塑性应变分布云图 ($Ag=0.541$)

Fig.15 Contour plot of equivalent plastic strain in metallic matrix ($Ag=0.541$)

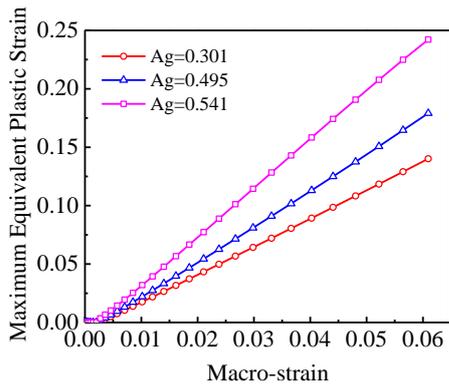


图 16 基体最大等效塑性应变 ($Ag>0$)

Fig.16 Maximum equivalent plastic strain in metallic matrix ($Ag>0$)

幅提高，如图 18 所示。

颗粒横向偏聚的情况 ($Ag<0$) 下基体最大应力三轴度的点均位于颗粒附近，如图 19 所示。基体最大应力三轴度对横向偏聚 ($Ag<0$) 比较敏感，即颗粒横向偏聚的加剧使得基体内最大应力三轴度明显提高，如图 20 所示。高应力三轴度更能加速微孔洞的长大、聚合。此外，颗粒横向偏聚 ($Ag<0$) 时最大等效塑性应变也位于颗粒附近的基体中，如图 21 所示，且随着颗粒偏聚的加剧基体最大等效塑性应变也会增大，如图 22 所示。由此可知，颗粒横向偏聚的加剧会同时提高颗粒附近基体的应力三轴度和等效塑性应变，使得相对于颗粒稀疏区域的基体材料，偏聚区域的基体率先发生韧性断裂。

综上可知，颗粒的偏聚会提高颗粒偏聚带中基体的等效塑性应变和应力三轴度。使得相对于颗粒稀疏区域的基体，偏聚带中的基体会提前发生韧性失效，这就很好地解释了图 11 原位拉伸试验中微裂纹累积阶段偏聚带中基体提前发生韧性失效的现象。

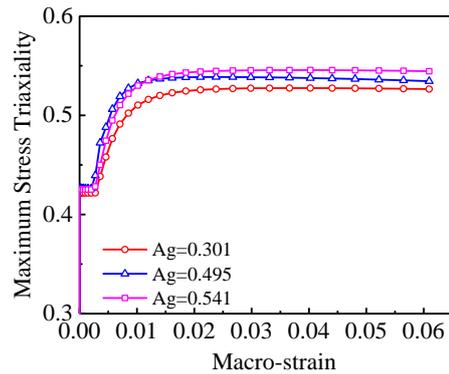


图 18 基体最大应力三轴度 ($Ag>0$)

Fig.18 Maximum stress triaxiality in metallic matrix ($Ag>0$)

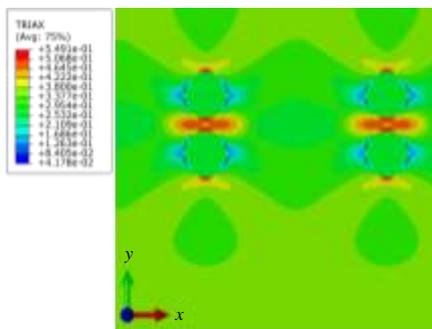


图 17 基体应力三轴度分布云图 ($Ag=0.541$)

Fig.17 Contour plot of stress triaxiality in metallic matrix ($Ag=0.541$)

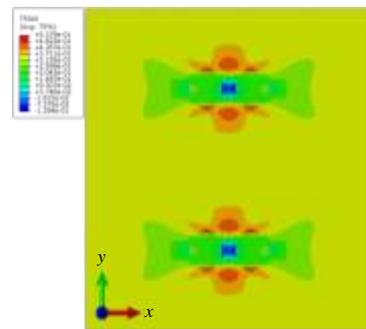


图 19 基体应力三轴度分布云图 ($Ag=-0.541$)

Fig.19 Contour plot of stress triaxiality in metallic matrix ($Ag=-0.541$)

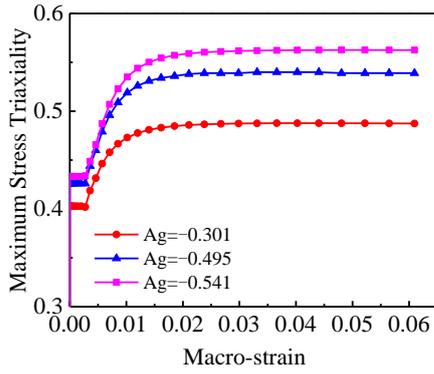


图 20 基体最大应力三轴度 ($Ag < 0$)

Fig.20 Maximum stress triaxiality in metallic matrix ($Ag < 0$)

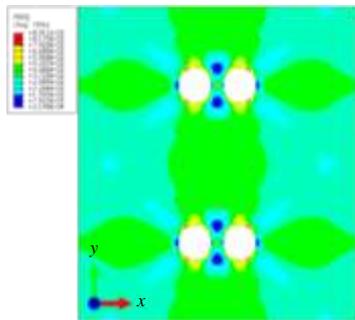


图 21 基体等效塑性应变分布云图 ($Ag = -0.541$)

Fig.21 Contour plot of equivalent plastic strain in metallic matrix ($Ag = -0.541$)

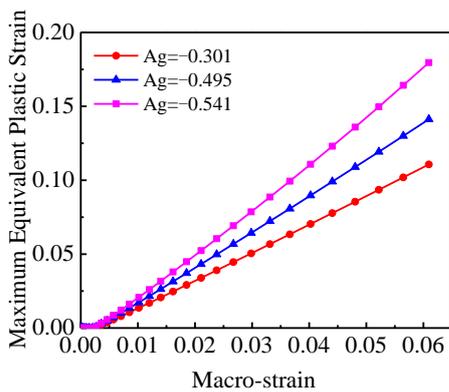


图 22 基体最大等效塑性应变 ($Ag < 0$)

Fig.22 Maximum equivalent plastic strain in metallic matrix ($Ag < 0$)

3 结 论

1) 准静态拉伸载荷作用下 $TiB_2/2024-T4$ 中的副产物颗粒、微米级的 TiB_2 颗粒以及 TiB_2 颗粒团聚体的脆性开裂导致了初始微裂纹的萌生。

2) 微裂纹累积阶段, TiB_2 颗粒偏聚带中微裂纹密度迅速增大, 主要是偏聚带中基体的韧性失效。

3) 颗粒稀疏区域铝合金基体的韧性断裂促成了微裂纹的最终贯通, 因此从微观断裂机理角度来讲, $TiB_2/2024-T4$ 在拉伸应力作用下属于韧脆混合型断裂。

4) 相比于颗粒稀疏区域的基体材料, 颗粒偏聚能同时提高偏聚带中基体的等效塑性应变和应力三轴度, 从而加速微孔洞的长大和聚合, 最终导致微裂纹提前在偏聚带中的基体中萌生。

参考文献 References

[1] Zhong L H, Zhao Y T, Zhang S L *et al. Transactions of Nonferrous Metals Society of China*[J], 2013, 35(23): 905

[2] Gao Q, Wu S, Shulin L Ü *et al. Journal of Alloys & Compounds*[J], 2017, 692: 1

[3] Lippmann N, Schmauder S, Gumbsch P. *Le Journal de Physique IV*[J], 1996, 6(C6): 123

[4] Needleman A. *Journal of Applied Mechanics*[J], 1987, 54(3): 525

[5] Tvergaard V. *Advances in Applied Mechanics*[J], 1990, 27: 83

[6] Tipper C F. *Metallurgia*[J], 1949, 33: 133

[7] McClintock F A. *Journal of Applied Mechanics*[J], 1968, 35: 363

[8] Rice J R, Tracey D M. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*[J], 1969, 17: 201

[9] Guan M F, Hao Y. *Science China Technological Sciences*[J], 2013, 56(1): 71

[10] Li X D, Mu Z T, Liu Z G. *Key Engineering Materials*[J], 2013, 525-526(9): 81

[11] Geng J, Hong T, Ma Y *et al. Materials & Design*[J], 2016, 98: 186

[12] Wang M, Chen D, Chen Z *et al. Materials Science & Engineering A*[J], 2014, 590(2): 246

[13] Munro R G. *Journal of Research of the National Institute of Standards & Technology*[J], 2000, 105(5): 709

[14] Kamaya M. *International Journal of Pressure Vessels & Piping*[J], 2015, 137: 1

Damage and Fracture Behavior of 2024-T4 Aluminum Alloy Reinforced by TiB₂ Particles

Su Jie¹, Li Yazhi¹, Zhang Dailong¹, Geng Jiwei², Wang Haowei²

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

(2. State Key Laboratory of Metal Matrix Composites, Shanghai Jiaotong University, Shanghai 200240, China)

Abstract: The microscopic damage and fracture mechanism of an aluminum matrix composite, TiB₂ particle reinforced 2024-T4 alloy synthesized through a mixed salt reaction, was investigated via in situ tension test monitored by scanning electron microscopy (SEM). The fracture behavior of the alloy could be separated into three stages, i.e. the nucleation, accumulation and coalescence of micro-cracks. The results show that the primary micro-cracks firstly initiate in by-product particles, micron-sized TiB₂ particles and TiB₂ particle clusters. With the increasing load, more micro-cracks appear in the region of TiB₂ particle segregation band. Finally, the macro-cracks are formed as the consequence of the coalescence of micro-cracks through the Al matrix of particle sparse region between them, leading to the instant fracture of the material. Based on the analysis of the unit cell finite element model, the effect of particle segregation action on the initiation of micro-cracks in the Al matrix within particle segregation band was studied. The numerical results show that the particle segregation enhances the maximum equivalent plastic strain and stress triaxiality in the Al matrix, which will facilitate the growth and coalescence of micro voids and result in the nucleation of premature micro-cracks, just as those observed in the tests.

Key words: particle reinforced aluminum matrix composites; particle segregation; in situ SEM tension; micro-cracks; fracture mechanism

Corresponding author: Li Yazhi, Ph. D., Professor, School of Aeronautics, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, P. R. China, Tel: 0086-29-88460621, E-mail: yazhi.li@nwpu.edu.cn