

# 旋压变形量对 B<sub>4</sub>C 增强铝基复合材料管 微观组织及力学性能的影响

陈洪胜<sup>1,2,3</sup>, 孙天鸣<sup>1</sup>, 王文先<sup>1,2,3</sup>, 聂慧慧<sup>1</sup>, 张鹏<sup>1</sup>, 刘润爱<sup>1</sup>, 杨涛<sup>1</sup>, 张媛琦<sup>1</sup>

(1. 太原理工大学, 山西 太原 030024)

(2. 山西省镁基重点实验室, 山西 太原 030024)

(3. 新材料界面科学与工程部共建教育部重点实验室, 山西 太原 030024)

**摘要:** 采用等离子放电烧结+异步错距旋压方法制备了不同旋压变形量的 B<sub>4</sub>C 颗粒含量为 10%(质量分数)的铝基复合材料管材, 研究了变形量对复合材料管材微观组织和力学性能的影响。结果表明: 随着旋压变形量的增加, B<sub>4</sub>C 铝基复合材料管材内部 B<sub>4</sub>C 颗粒分布由类似网状结构变为均匀分布, B<sub>4</sub>C 颗粒与基体铝合金之间界面形成了冶金结合; 等离子放电烧结过程中的颗粒之间的“尖端放电”效应使得颗粒之间的界面处产生局部高温, 促进了界面之间的结合, 在界面处产生了 AlB<sub>2</sub> 和 Al<sub>3</sub>BC 金属间化合物; 旋压变形量的增加, 细化了铝合金的晶粒尺寸, 减小了 B<sub>4</sub>C 的颗粒尺寸, 但旋压过程中导致的大尺寸 B<sub>4</sub>C 颗粒的断裂弱化了细晶强化和颗粒强化对抗拉强度的作用。

**关键词:** 等离子放电烧结; 异步错距旋压; B<sub>4</sub>C 铝基管材; 界面结合

中图分类号: TG146.21

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2019)09-2923-07

颗粒增强铝基复合材料由于具有轻质高强、高的比强度、比刚度以及良好的尺寸稳定性在航空航天、电子电工、汽车、核电军工等领域具有广泛的潜在应用前景<sup>[1,2]</sup>。目前, 作为铝基复合材料颗粒增强相的主要有 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、TiC、TiB<sub>2</sub>、SiC 和 B<sub>4</sub>C 等<sup>[3,4]</sup>。其中, B<sub>4</sub>C 的密度(2.53 g/cm<sup>3</sup>)与铝的密度(2.7 g/cm<sup>3</sup>)相近, 两者之间的界面相容性优于其它增强体, 同时 B<sub>4</sub>C 中的硼元素具有较大的热中子吸收截面, 是中子吸收体<sup>[5]</sup>。因此, B<sub>4</sub>C 铝基复合材料也常用于核电站乏燃料贮存用中子吸收板<sup>[6]</sup>。

制备颗粒增强铝基复合材料的方法主要有搅拌铸造法、喷射沉积法、热等静压法和粉末冶金法等。其中, 粉末冶金方法具有增强体分布均匀、组元种类配比多样等优势得到了广泛应用<sup>[7]</sup>。粉末冶金方法中, 放电等离子烧结方法(spark plasma sintering, SPS)是其典型代表, 通过利用焦耳热和加压产生塑性变形的同时, 粉体之间产生尖端放电和等离子体的自发热效应对粉末材料进行加热, 具有加热速度快、致密化程度高和组织晶粒细小等优势<sup>[8,9]</sup>。

对于颗粒增强铝基复合材料而言, 由于颗粒增强

体的加入, 降低了复合材料的塑性, 给后续的塑性成形带来了一定的困难<sup>[10]</sup>。同时由于颗粒增强体与基体合金之间密度上的差异, 在焊接过程中容易产生增强体的“上浮”或“下沉”和在焊缝处产生脆性的金属间化合物, 降低焊接接头的力学性能, 对于焊接筒形件也提出了挑战<sup>[11]</sup>。

异步错距旋压技术是利用旋轮与坯料之间进行点接触, 由点到线, 通过单次多道来实现管材的成形, 在旋压过程中, 有利于减小复合材料内部的应力集中, 减少管材的开裂, 旋压成形后无需后续的焊接以及二次机械加工, 管材表面粗糙度小, 尺寸灵活易控, 可制备薄壁管材, 是一种优异的管材成形技术<sup>[12]</sup>。

本实验采用放电等离子烧结方法制备 B<sub>4</sub>C 颗粒含量为 10%铝基复合材料坯料, 对烧结的 B<sub>4</sub>C 铝基复合材料进行不同变形量的旋压成形, 制备成 B<sub>4</sub>C 铝基复合材料管材。研究不同旋压变形量下复合材料管材的微观组织演化及力学性能, 对复合材料管材的拉伸断口形貌进行观察, 分析复合材料管材的断裂机理和强化机制, 为制备高 B<sub>4</sub>C 颗粒增强铝基复合材料管材奠定理论基础。

收稿日期: 2018-09-10

基金项目: 国家自然科学基金(51805358, 51775366, 51505320); 中国博士后科学基金(2018M631773); 山西省青年科技研究基金(201801D221122)

作者简介: 陈洪胜, 男, 1987 年生, 博士, 讲师, 太原理工大学机械与运载工程学院, 山西 太原 030024, 电话: 0431-6010076, E-mail: chen hongsheng@tyut.edu.cn

### 1 实验

本实验选用 B<sub>4</sub>C 颗粒为增强体，颗粒平均粒径为 18.5 μm，选用 6061Al 合金为基体材料，平均粒径为 13 μm，B<sub>4</sub>C 颗粒和 6061Al 合金基体的化学成分如表 1 和 2 所示。

在真空手套箱内按比例称取 B<sub>4</sub>C 颗粒和铝合金粉末置于聚四氟乙烯球墨罐中密封，采用高能球磨机进行混粉，球磨机转速为 1200 r/min，选用直径为 10 和 6 mm 的氧化锆球为对磨材料，球料比为 5:1。将球磨后的混合粉末置于内径为 30 mm 的石墨模具内部，放置于等离子放电烧结炉 (SPS-331Lx) 内进行热压烧结，烧结温度为 590 °C，烧结压力为 30 MPa，保温时间 5 min，真空度 ≤ 1 × 10<sup>-1</sup> Pa。烧结后的试样尺寸为直径 30 mm，高度 50 mm。

对 SPS 烧结后的试样进行机械加工，机械加工后的试样尺寸如图 1a 所示。对试样进行异步错距旋压，旋压变形量分别为 50%，70% 和 90%，旋压示意图如图 1b 所示。旋压前，将试样置于电阻加热炉内进行加热，加热温度为 450 °C，保温 30 min。旋压过程中，芯轴温度为 (100 ± 5) °C，转速为 500 r/min，旋压过程中采用红外测温仪进行测温，单道次旋压后置于电阻加热炉内进行二次加热，加热温度为 450 °C，保温 3 min。

对不同旋压变形量的 B<sub>4</sub>C 铝基复合材料管材采用配有电子背散射衍射 (EBSD) 的扫描电子显微镜进行微观组织形貌观察，利用能谱仪 (EDS) 对 B<sub>4</sub>C 与基体合金之间的界面元素分布进行分析，通过透射电子显微镜 (TEM) 对复合材料内部的界面连接行为、位错等形貌进行观察。对不同旋压变形量复合材料管的拉伸性能进行测试并对断口形貌进行分析，探究其强化机制和断裂机理。

### 2 结果与讨论

#### 2.1 微观组织形貌观察

图 2 为不同变形条件下 B<sub>4</sub>C 铝基复合材料管材微观组织形貌的 SEM 照片。由图 2a 可知，B<sub>4</sub>C 颗粒在材料内部呈网络状分布，形成了整体均匀局部颗粒聚集的形貌。这主要是由于在 SPS 烧结过程中 B<sub>4</sub>C 颗粒主要分布在铝合金颗粒的边界处，旋压变形量较小时，B<sub>4</sub>C 颗粒的再分布程度较低。随着旋压变形量的增加，图 2c 为旋压变形量为 90% 时，复合材料管材的微观组织形貌，B<sub>4</sub>C 颗粒的分布较为均匀，B<sub>4</sub>C 颗粒的局部聚集现象消失。图 2d 为变形量为 90% 时局部放大图，旋压变形量较大时，脆性的大尺寸 B<sub>4</sub>C 颗粒出现了断裂，但未出现微空隙和裂纹等缺陷。

在复合材料管材旋压过程中，颗粒与基体之间的界面处产生拉压力，这在一定程度上抵消了复合材料在热压烧结过程中产生的压应力，使得界面处处于较小的应力状态；同时在旋压过程中采用异步错距单道多次的热旋压方法，提高了基体铝合金与 B<sub>4</sub>C 颗粒之间的协调塑性变形能力，一定程度上降低了界面处的应力集中。

表 1 6061Al 合金化学成分

Table 1 Chemical composition of 6061Al alloy (ω/%)

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Al
0.6	0.7	0.25	0.15	0.8	0.1	0.25	0.15	Bal.

表 2 B<sub>4</sub>C 的化学成分

Table 2 Chemical composition of B<sub>4</sub>C (ω/%)

B	C	Ca	Fe	Si	F	Cl
80.0	18.1	0.3	1.0	0.5	0.025	0.075

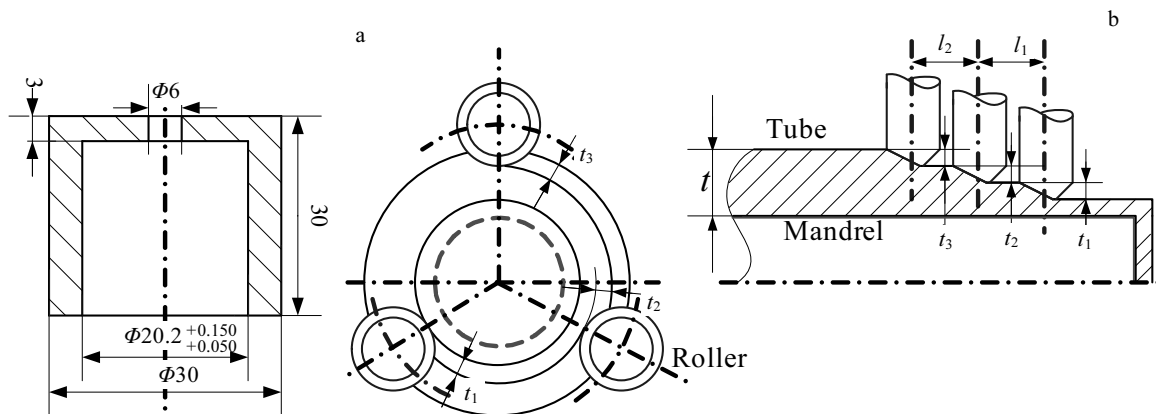


图 1 试件尺寸及旋压示意图

Fig.1 Machined tube blank size (a) and schematic of the fabricated B<sub>4</sub>C/Al tube (b)

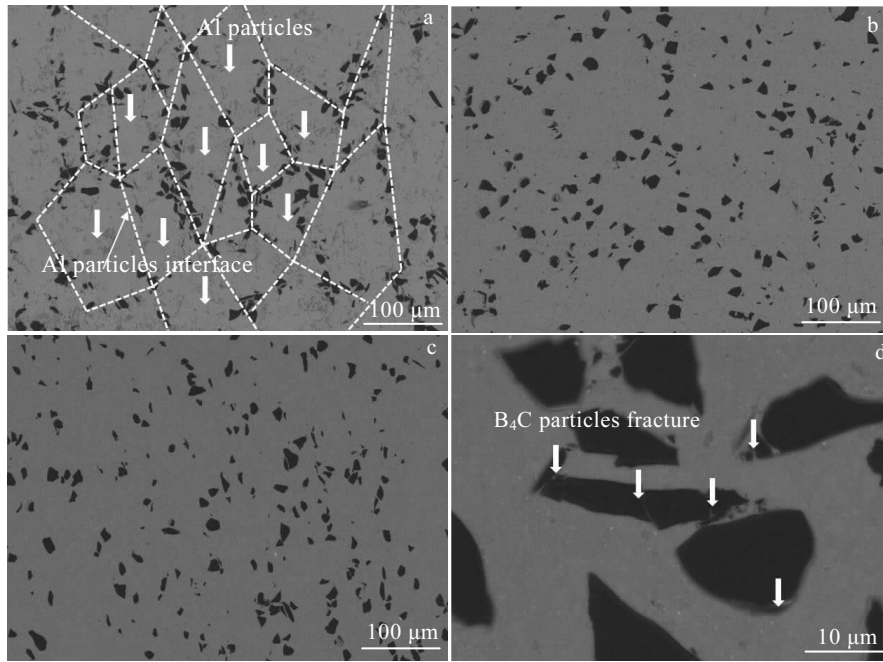


图 2 B<sub>4</sub>C/Al 管材不同旋压变形量微观组织形貌

Fig.2 SEM images of B<sub>4</sub>C/Al tube with different spun deformation: (a) 50%, (b) 70%, and (c, d) 90%

图 3 为 B<sub>4</sub>C 颗粒与基体铝合金界面的微观组织形貌和 EDS 线扫描。图 3a 显示 B<sub>4</sub>C 颗粒与铝合金基体之间的界面结合良好，良好的界面结合性能有助于复合材料管材力学性能的提高。图 3b 为界面处的 EDS 线扫描。在界面处各个元素平滑过渡，未出现陡峰，界面处存在元素扩散层。

图 4 和表 3 为 B<sub>4</sub>C 铝基复合材料管材 TEM 微观组织形貌图及 EDS 点分析结果。由图 4a 可知，B<sub>4</sub>C 颗粒与基体铝合金之间达到界面冶金结合。图 4b 为邻近界面处的微观组织形貌，铝合金的晶粒较为细小。在旋压大塑性变形过程中，基体铝合金的塑性变形程度较大而 B<sub>4</sub>C 颗粒基本不发生塑性变形，在 B<sub>4</sub>C 颗粒

与铝合金的界面处引起较大的应变梯度，在 B<sub>4</sub>C 颗粒周围的铝合金基体中形成一个高位错密度和晶体取向区域，这个区域被称为“颗粒变形区”，该区域有利于动态再结晶的形核，容易发生动态再结晶。

相关的研究文献表明<sup>[13,14]</sup>，在 B<sub>4</sub>C-Al 的体系中，界面处存在 Al<sub>3</sub>BC、AlB<sub>2</sub> 和 Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub> 等化合物。对于 Al<sub>3</sub>BC 和 AlB<sub>2</sub> 化合物可在 627~868 °C 条件下由 B<sub>4</sub>C+Al→AlB<sub>2</sub>+Al<sub>3</sub>BC 反应生成。Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub> 属于脆性金属间化合物通常在 600 °C 以上也会形成，该脆性相的产生会降低复合材料管材的力学性能。对界面处不同区域进行 EDS 点分析，在界面处存在 Al<sub>3</sub>BC (Point B) 和 AlB<sub>2</sub> (Point C) 相。

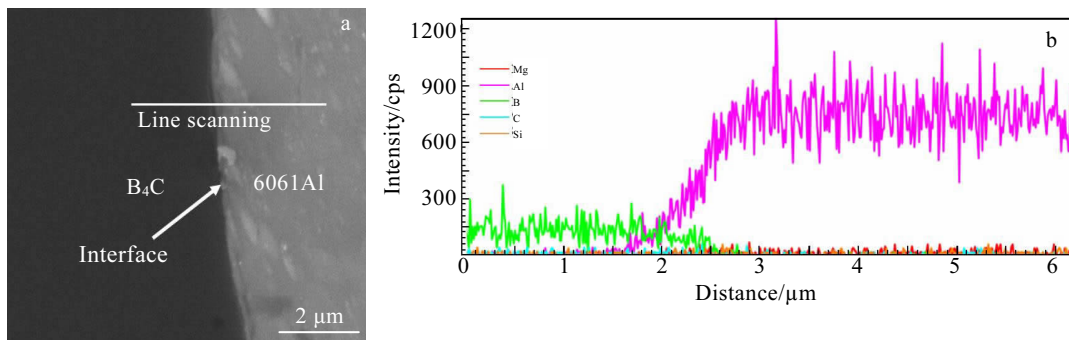


图 3 B<sub>4</sub>C/Al 管材界面形貌及 EDS 线扫描

Fig.3 Microstructures (a) and EDS linescanning (b) of interface bonding

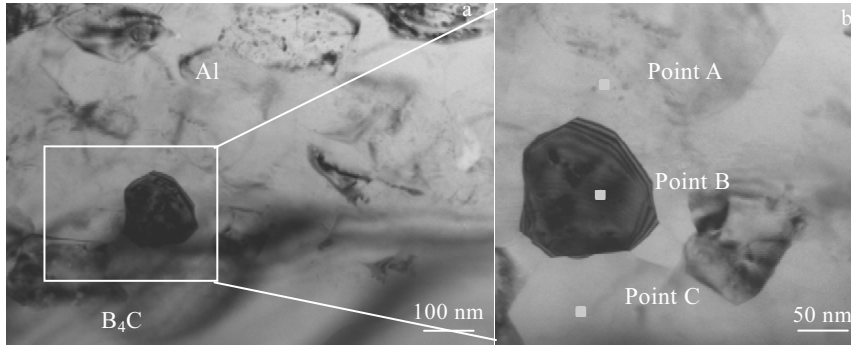


图 4 B<sub>4</sub>C/Al 管材 TEM 微观组织形貌及 EDS 点分析位置

Fig.4 TEM images of the spun B<sub>4</sub>C/Al tube: (a) interface between B<sub>4</sub>C and Al matrix; (b) high magnification of Fig.4a

表 3 图 4 中不同位置 EDS 点分析结果

Table 3 EDS results of different points in Fig.4 (at%)

Element	Al	Cu	O	B	Si	C
Point A	98.1	1.4	0.6	-	-	-
Point B	78.2	1.3	-	18.8	-	1.7
Point C	26	1.1	0.2	69.3	0.2	3.3

复合材料管材在制备过程中 SPS 烧结温度为 590 °C，旋压温度为 450 °C，温度低于界面反应产物生成的温度。分析其原因主要是由于在 SPS 烧结过程中，在颗粒之间存在着“尖端放电”现象<sup>[15]</sup>，尖端放电产生的自发热导致在颗粒之间的界面处产生局部高温，使得颗粒之间的界面温度要远高于烧结温度，在颗粒表面处形成高温层而颗粒芯部温度较低，有利于界面之间的冶金结合同时有效地避免铝合金颗粒的晶粒长大，颗粒之间的尖端放电示意图如图 5 所示。

为了进一步的验证颗粒之间局部高温的存在，图 6 为在加载压力 1 MPa，烧结温度为 650 °C 的 B<sub>4</sub>C 铜基复合材料的微观组织形貌。在 650 °C 条件下，铜基体颗粒之间达到了冶金结合，同时在 B<sub>4</sub>C 颗粒表面产生了“球形”的铜颗粒，球形铜颗粒的产生是由于在烧结过程中，铜发生了局部的气化，气化后在 B<sub>4</sub>C 颗粒表面凝结成铜颗粒，而铜的熔点为 2567 °C。因此，在 SPS 烧结过程中存在颗粒之间的尖端放电效应，产生局部高温，进而有利于界面之间的冶金结合。

### 2.2 B<sub>4</sub>C 铝基复合材料管材的机械性能

图 7 为在室温条件下不同旋压变形量 B<sub>4</sub>C 铝基复合材料管材的应力-应变曲线。由图可知，随着旋压变形量的增加，复合材料管材的断后伸长率逐渐降低，抗拉伸强度呈现先增加后降低的趋势，但变化幅度较小。当旋压变形量为 70%时，复合材料管材的抗拉强度可达 193.6 MPa，断裂伸长率约为 19.5%，当旋压变

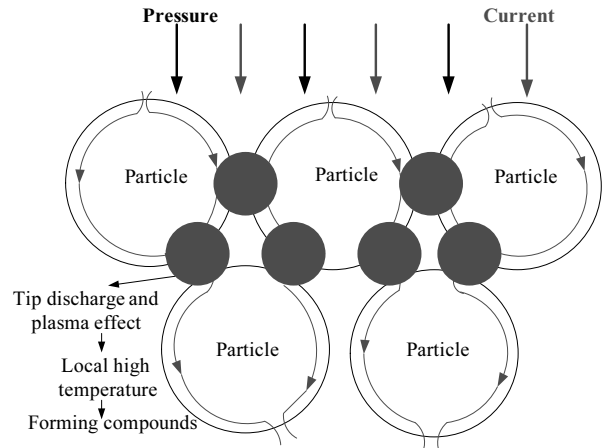


图 5 颗粒之间尖端放电示意图

Fig.5 Schematic sketches of the discharge among particles

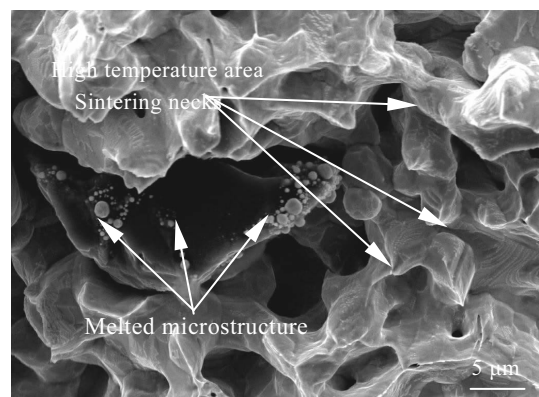


图 6 颗粒之间尖端放电效应 SEM 形貌

Fig.6 SEM image of the discharge

形量为 90% 时，管材的抗拉强度为 181.2 MPa，断裂伸长率约为 10.9%。

图 8 为不同旋压变形量 B<sub>4</sub>C 铝基复合材料管的拉伸断口微观组织形貌。拉伸断口呈韧性断裂，产生了铝合金的撕裂脊，图 8a 和 8b 为旋压变形量为 50% 和 70% 的拉伸断口形貌，断口处可观察到铝合金基体和 B<sub>4</sub>C 颗粒之间的界面撕裂。图 8c 为旋压变形量为 90% 的 B<sub>4</sub>C 铝基复合材料管的微观组织形貌，图 8d 为图 8c 的局部放大图。由图 8c 可以看出，铝合金基体粘附在了 B<sub>4</sub>C 颗粒的表面，断裂时在 B<sub>4</sub>C 颗粒表面留下了铝合金的撕裂脊，这说明大的旋压变形量有利于提高颗粒与基体之间的界面结合情况。但是随着旋压变

形量的增加，在拉伸的断口处也出现了断裂 B<sub>4</sub>C 颗粒的截面，如图 8d 所示。

图 9 为不同旋压变形量下铝基复合材料管材的铝晶粒尺寸和 B<sub>4</sub>C 颗粒尺寸。由图 8 可知，随着旋压变形量的增加，铝合金的晶粒尺寸和 B<sub>4</sub>C 的颗粒尺寸均减小。在 B<sub>4</sub>C 颗粒增强铝基复合材料管材内部，其颗粒强化机理主要为热配错强化、Hall-Petch 强化、Orowan 强化和载荷传递强化<sup>[16,17]</sup>。其中，热配错强化、Hall-Petch 强化、Orowan 强化 3 种强化机理随着晶粒尺寸和 B<sub>4</sub>C 颗粒减小而增强，即随着旋压变形量的增加，B<sub>4</sub>C 铝基复合材料管材的抗拉强度应呈增加的趋势，而本研究的抗拉强度呈下降趋势。

对 B<sub>4</sub>C 铝基复合材料管的断裂机理进行进一步的分析。图 10 为断裂的 B<sub>4</sub>C 颗粒形貌及断裂过程示意图。随着变形量的增加，复合材料内部大尺寸 B<sub>4</sub>C 颗粒的断裂数量增加，断裂后的 B<sub>4</sub>C 颗粒之间形成裂纹，铝合金基体不能及时填充或填充后颗粒与基体之间的界面结合强度降低，达不到原始状态的界面结合强度。

B<sub>4</sub>C 铝基复合材料管材在承受拉伸载荷的过程中，断裂的 B<sub>4</sub>C 颗粒之间形成的裂纹或弱界面成为了裂纹源，如图 10b 所示，随着拉伸载荷的增加，裂纹不断的进行萌生和扩展，扩展到基体铝合金当中，如图 10c 所示，最后扩展的裂纹连接在一起，导致材料的宏观失效。因此，断裂的 B<sub>4</sub>C 颗粒削弱了颗粒的强化作用和细晶强化作用。

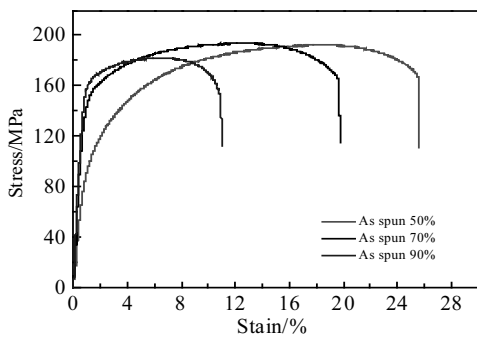


图 7 B<sub>4</sub>C/Al 管材应力-应变曲线

Fig.7 Strain-stress curves of B<sub>4</sub>C/Al tube with different spun deformation

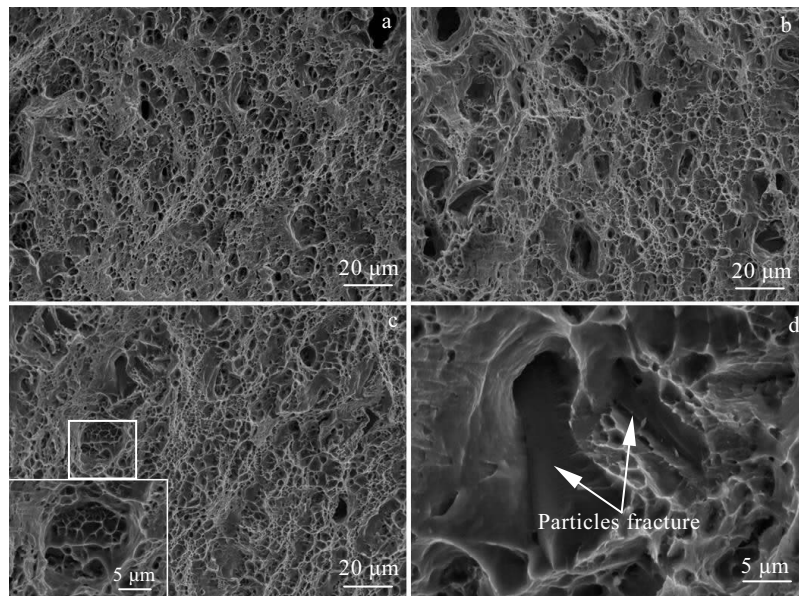


图 8 不同旋压变形量拉伸断口形貌。

Fig.8 SEM images of fracture surface of B<sub>4</sub>C/Al tube with different deformation: (a) 50%, (b) 70%, and (c, d) 90%

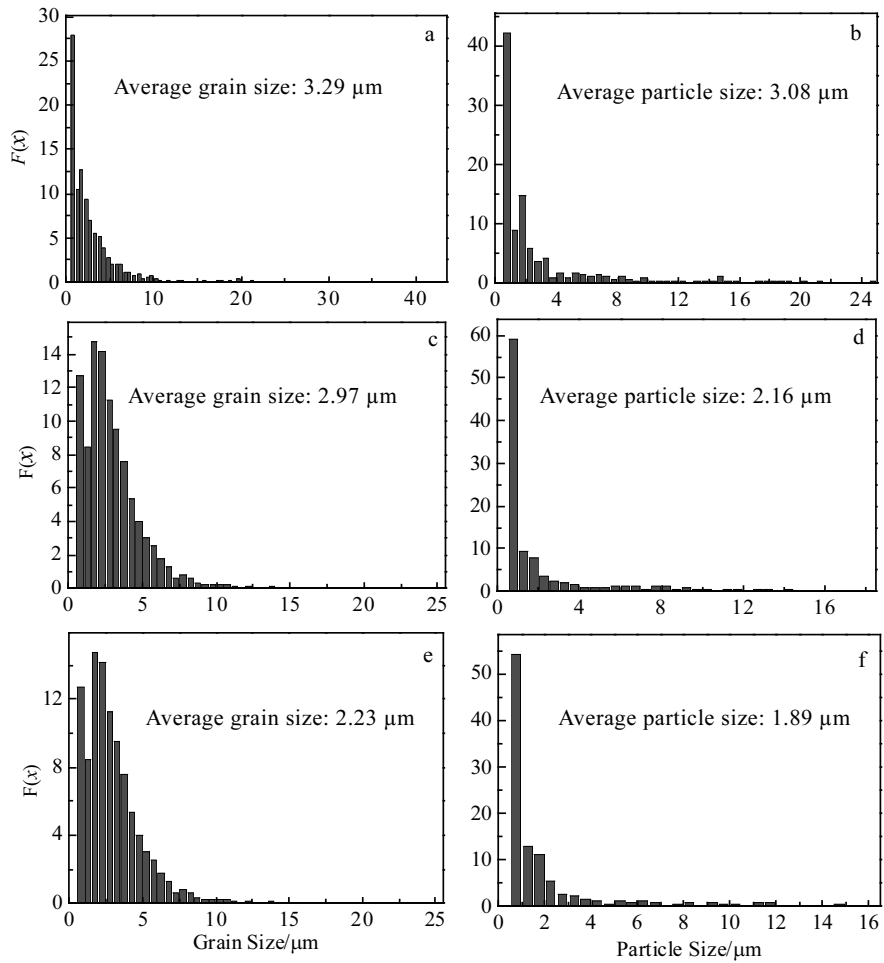


图 9 不同变形量铝合金晶粒和 B<sub>4</sub>C 颗粒尺寸

Fig.9 Grain size of Al alloy (a, c, e) and particle size of B<sub>4</sub>C (b, d, f) with different deformation: (a, b) 50%, (c, d) 70%, and (e, f) 90%

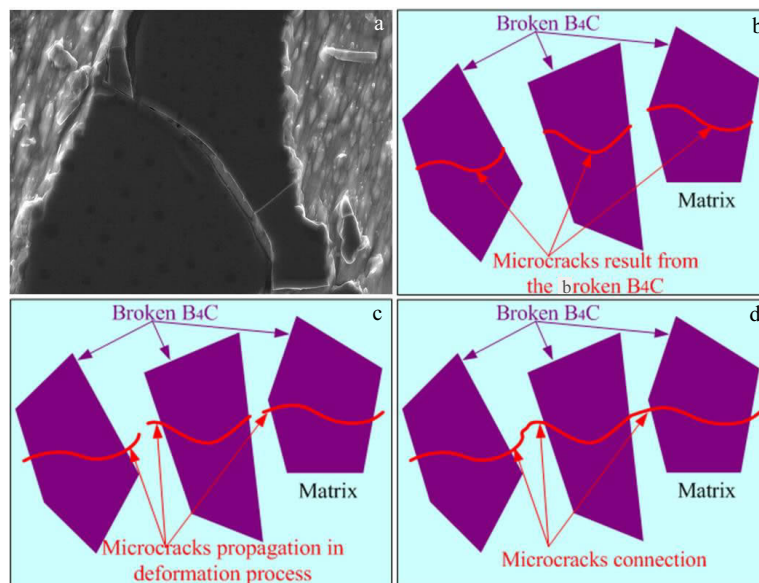


图 10 B<sub>4</sub>C 颗粒破碎和断裂过程示意图

Fig.10 Fracture surface and fracture processes of B<sub>4</sub>C particles: (a) B<sub>4</sub>C particles fracture, (b) microcracks resulting from the broken B<sub>4</sub>C, (c) microcracks propagation, and (d) microcracks connection

### 3 结 论

1) 采用放电等离子烧结+异步错距旋压方法成功制备了 B<sub>4</sub>C 铝基复合材料管材, B<sub>4</sub>C 在基体铝合金中分布均匀, 界面结合良好。

2) 在等离子放电烧结过程中 B<sub>4</sub>C 和铝合金基体的界面处存在尖端放电现象, 形成局部高温, 使得界面处达到冶金结合。

3) 随着异步错距旋压变形量的增加, 抗拉强度呈现先增加后降低的趋势, 伸长率呈下降趋势, B<sub>4</sub>C 颗粒的断裂弱化了颗粒强化和晶粒细化对抗拉强度的提高。

#### 参考文献 References

- [1] Zheng R, Chen J, Zhang Y *et al.* *Materials Science & Engineering A*[J], 2014, 601(8): 20
- [2] Li Hui(李 惠), Jiao Lei(焦 雷), Mei Yunzhu(梅运柱) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2017, 46(10): 3017
- [3] Nie K B, Wang X J, Hu X S *et al.* *Materials Science & Engineering A*[J], 2011, 528(15): 5278
- [4] Rao R N, Das S. *Materials & Design*[J], 2010, 31(3): 1200
- [5] Li Y Z, Wang Q Z, Wang W G *et al.* *Materials Chemistry & Physics* [J], 2015, 154: 107
- [6] Zhang P, Li Y L, Wang W X *et al.* *Journal of Nuclear Materials*[J], 2013, 437(1-3): 350
- [7] Yun Yunlong(岳云龙), Su Tong(苏 通), Tao Wenhong(陶文红) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2007, 36(3): 533
- [8] Li X P, Liu C Y, Ma M Z *et al.* *Materials Science & Engineering A*[J], 2016, 650: 139
- [9] Zhang Z H, Wang F C, Luo J *et al.* *Materials Science & Engineering A*[J], 2010, 527: 7235
- [10] Gürlér R. *Journal of Materials Science Letters*[J], 1998, 17(18): 1543
- [11] Guo J, Gougeon P, Nadeau F *et al.* *Canadian Metallurgical Quarterly*[J], 2012, 51(3): 277
- [12] Xu Wenchen, Zhao Xiaokai, Ma Hao *et al.* *International Journal of Mechanical Sciences* [J], 2016, 113: 10
- [13] Kang P C, Cao Z W, Wu G H *et al.* *Int Journal of Refractory Metal & Hard Materials*[J], 2010(28): 297
- [14] Kouzeli M, Marchi C S, Mortensen A. *Materials Science & Engineering A*[J], 2002, 337(1): 264
- [15] Song X, Liu X, Zhang J. *Journal of the American Ceramic Society*[J], 2010, 89(2): 494
- [16] Deng Kunkun, Shi Junyan, Wang Cuiju *et al.* *Composites: Part A*[J], 2012(43): 1280
- [17] Nie K B, Wang X J, Xu L *et al.* *Materials & Design*[J], 2012, 36: 199

## Influence of Spinning Deformation on Microstructures and Tensile Properties of B<sub>4</sub>C Particulate Reinforced Aluminium Matrix Composite Tube

Chen Hongsheng<sup>1,2,3</sup>, Sun Tianming<sup>1</sup>, Wang Wenxian<sup>1,2,3</sup>, Nie Huihui<sup>1</sup>, Zhang Peng<sup>1</sup>, Liu Run'ai<sup>1</sup>, Yang Tao<sup>1</sup>, Zhang Yuanqi<sup>1</sup>

(1. Taiyuan University of Technology, Taiyuan 030024, China)

(2. Shanxi Key Laboratory of Advanced Magnesium-based Materials, Taiyuan 030024, China)

(3. Key Laboratory of Interface Science and Engineering in Advanced Materials, Ministry of Education, Taiyuan 030024, China)

**Abstract:** The B<sub>4</sub>C particles reinforced aluminium matrix composite tube with different deformation was fabricated by spark plasma sintering (SPS) followed by asynchronous offset spinning. The effects of deformation on microstructure and mechanical properties of the composite tube were investigated. Results show that distribution of the B<sub>4</sub>C particles changes from net-like to relatively homogeneous in the aluminium matrix with the spun deformation increasing. Metallurgical bonding forms on the interface between B<sub>4</sub>C and aluminium; the local high temperature of the interface between particles caused by the top discharge between particles during SPS processing promotes the interface bonding. The interface mainly consists of AlB<sub>2</sub> and Al<sub>3</sub>BC phase. With the deformation increasing, the aluminium grain and B<sub>4</sub>C particle are decreased in size. However, the large sized B<sub>4</sub>C particle fracture weakens the function of the fine-grain strengthening and particles strengthening for the tensile strength.

**Key words:** spark plasma sintering; asynchronous offset spinning; B<sub>4</sub>C aluminium matrix composite tube; interface bonding

Corresponding author: Chen Hongsheng, Ph. D., Lecturer, College of Mechanical and Vehicle Engineering, Taiyuan University of Technology; Zhang Peng, Ph. D., Associate Professor, College of Physics and Photo Electricity Engineering, Taiyuan University of Technology, Taiyuan 030024, P. R. China, Tel: 0086-431-6010076, E-mail: Chenhongsheng@tyut.edu.cn; Zhangpeng1@tyut.edu.cn