DOI:10.16410/j.issn1000-8365.2019.07.002

CoCrFeMnNi/6061Al 复合材料制备及微区力学性能研究

韩　曦[1],张红霞[1,2],闫志峰[1],王天鹏[1],李锦鹏[1]

(1. 太原理工大学 材料科学与工程学院,山西 太原 030024;2. 教育部与山西省界面科学与工程重点实验室,山西 太原 030024)

摘　要:通过放电等离子烧结(SPS)制备了 CoCrFeMnNi/6061Al 复合材料,采用 SEM、XRD 和纳米压痕等手段对其界面形貌和微区力学性能进行分析。结果表明,基体和增强颗粒间形成了厚度约为 20 μm 的反应界面层,并生成了 BCC 固溶体相;复合材料微区的弹性模量和硬度变化趋势相同;界面层上的微纳力学性能高于基体和增强颗粒,界面层对复合材料力学性能的提高起重要的作用。

关键词:SPS;复合材料;界面形貌;微区;力学性能

中图分类号:TB331　　**文献标识码**:A　　**文章编号**:1000-8365(2019)07-0639-03

Preparation of CoCrFeMnNi/6061Al Composite and Mechanical Properties of Microscale

HAN Xi[1], ZHANG Hongxia[1,2], YAN Zhifeng[1], WANG Tianpeng[1], LI Jinpeng[1]

(1. School of Materials Science and Engineering, Taiyuan University of Technology, Taiyuan 030024, China; 2. Key Laboratory of Interface Science and Engineering in Advanced Materials Ministry of Education and Shanxi Province, Taiyuan 030024, China)

Abstract: CoCrFeMnNi/6061Al composites were prepared by spark plasma sintering. SEM, XRD and nanoindentation were used to analyze the interface morphology and microscale mechanical properties. The results show that the reaction interfacial layer with a thickness of about 20 μm is formed between the matrix and the reinforced particles, and BCC solid solution phase is generated. The change trend of elastic modulus and hardness in microscale is the same. The micro-nano mechanical properties of the interfacial layer are higher than those of the matrix and the reinforced particles. The interfacial layer plays an important role in improving the mechanical properties of the composites.

Key words: SPS; composite materials; interface morphology; microscale; mechanical properties

颗粒增强复合材料是金属基复合材料的一个重要分支,铝基复合材料具有比强度和比刚度高、热稳定性好,良好的导热性,耐磨耐腐蚀等各种优点,因此被广泛运用于航空航天、光学仪器、电子封装等先进技术领域。目前主要以 SiC、TiC、TiB_2、Si_3N_4 等[1-3]陶瓷颗粒作为颗粒增强相,但陶瓷颗粒做增强体存在的最大问题就是颗粒与基体润湿性差、界面结合强度低,如樊建中等[4]通过粉末冶金法制备出 25vol%SiC_p/1100 铝基复合材料,界面干净,无反应物,弹性模量仅为 89 GPa。而金属基颗粒与基体就不存在这些问题,因此本文引入高熵合金颗粒作为铝基复合材料的增强体。

高熵合金是由台湾叶均蔚教授[5]于 2004 年提出的一种新型合金,它满足合金由五种或五种以上的主元素组成,且每种组元含量在 5at%~35at%两个条件。高熵合金具有高硬度、高强度、高加工硬化、抗高温氧化等优异的性能,Laplanche 等[6]认为高熵合金与金属基体具有相似的热膨胀系数,因此适合作为金属基复合材料的增强体。但目前将高熵颗粒作为铝基复合材料增强体的相关研究尚少,本文采用 SPS 法制备 CoCrFeMnNi 颗粒增强 6061 铝基复合材料,并对其微区的微纳力学性能进行研究。

1　试验材料与方法

通过铸造的方法分别得到单一 FCC 固溶体相的 CoCrFeMnNi 高熵合金和 6061 铝合金铸锭,之后

收稿日期:2019-03-20

基金项目:国家自然科学基金资助项目(51505322,51505321)

作者简介:韩　曦(1992-),山西朔州人,硕士生.研究方向:材料连接及其界面行为.电话:13889236851,E-mail:595853454@qq.com

通讯作者:张红霞(1968-),女,山西临猗人,博士,教授.研究方向:材料连接工艺.电话:+86-351-6010076,E-mail:hongxiazhang@163.com

将其进行气雾化处理，分别得到粒径为 70 μm 的球形高熵颗粒增强体粉末和粒径为 13 μm 的球形 6061 铝合金基体粉末。将高熵合金粉末和铝合金粉末按质量比为 1:9 进行配粉，并将其装入真空不锈钢罐置于 QM-3B 高能球磨机上球磨 4 h，使两种粉末混合均匀，转速为 1 200 r/min。之后将其放入 SPS 烧结炉中进行烧结，烧结温度为 580 ℃，保温 5 min，加压 30 MPa。之后将烧结所得的 CoCrFeMnNi/6061Al 复合材料烧结体用 JSM-6700F 扫描电子显微镜进行微观形貌研究，用 G200 nm 压痕仪对复合材料的微区力学性能进行研究，试验采用控制深度法进行测量，压入试样的最终深度设置为 1 000 nm。

2 试验结果及讨论

2.1 复合材料的微观组织

采用 SPS 法烧结后所得的 10%CoCrFeMnNi/6061Al 复合材料的微观组织形貌如图 1，其中图(b)为图(a)方框中的颗粒局部放大图。由图可知，烧结后试样表面无明显空洞和裂纹等缺陷，说明获得相对致密的复合材料；高熵颗粒仍保持球形，颗粒均匀分布于基体之中，无明显团聚现象，增强体与基体之间存在一定厚度的界面反应层，由于球形颗粒传热均匀，烧结后所得的界面层厚度大致相同(约为 20 μm)但不均一。界面呈“花瓣”形状分布，这是因为基体中的 Al 元素与增强体中的各高熵元素扩散速度不同所导致的。通过进一步对颗粒进行局部放大，发现界面层可分为两部分：靠近基体的为界面层 I，靠近增强颗粒的为界面层 II。根据放电等离子烧结机理[7]推测，界面层 I 形成于放电等离子体使粉末颗粒间产生局部高温，并使其初步融合的烧结初期，而界面层 II 形成于达到 580 ℃ 进行保温期间。

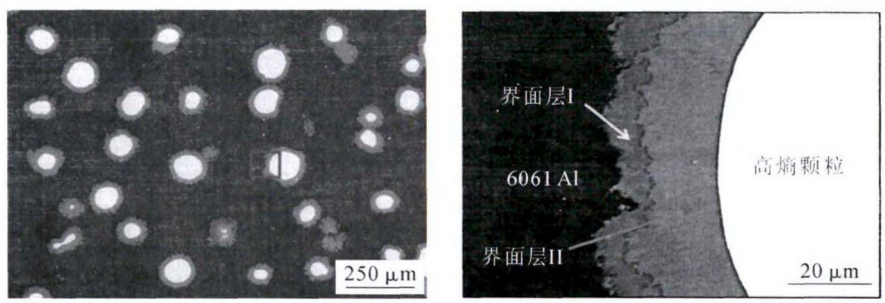


图 1 复合材料微观组织 SEM 图
Fig.1 SEM images of composite

用 X 射线衍射分析对复合材料的物相进行表征，得到如图 2 所示的 XRD 衍射图。对比原始粉末的 XRD 衍射峰可知，6061Al 的衍射峰强度远大于高熵合金衍射峰。通过标定发现，复合材料除了保持原有的 6061Al 和 FCC 固溶体相还新出现了 BCC 固溶体相，没有发现生成新的金属间化合物。由于 Al 元素与 CoCrFeMnNi 高熵颗粒属于同一个高熵合金体系，Al 元素会促进高熵合金由 FCC 相转变为 BCC 相且对 BCC 固溶体相起到强稳定的作用，所以推测烧结后的界面上形成了新的 $Al_x(CoCrFeMnNi)_{100-x}$ 高熵合金(x 为原子百分比)。这是 6061Al 合金和 CoCrFeMnNi 增强颗粒烧结时在通电加热加压条件下发生相互扩散的结果。

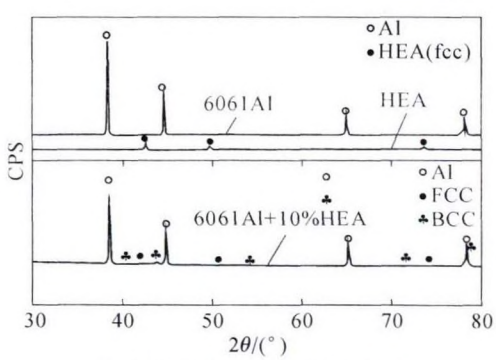
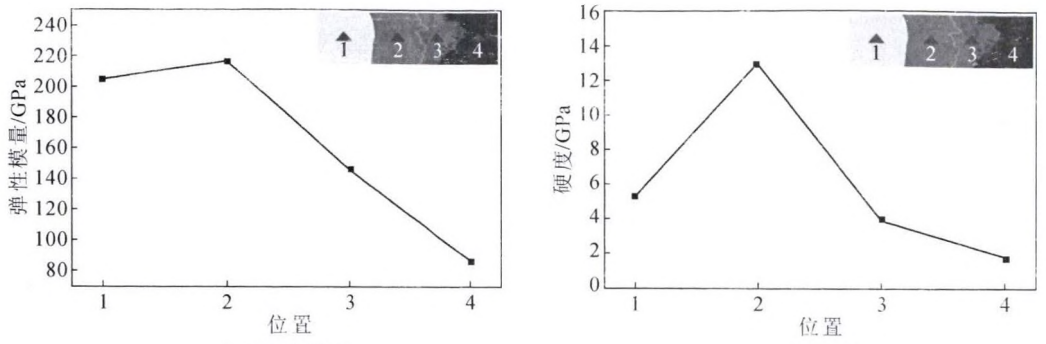


图 2 复合材料的 XRD 衍射图
Fig.2 XRD diffraction pattern of composites

2.2 微区力学性能研究

图 3 为纳米压痕试验后所得的弹性模量和硬度的折线图。弹性模量代表着材料抵抗弹性变形的能力，是研究材料断裂行为的重要参数，弹性模量越大，刚度越大，单位应力下材料的弹性变形越小。硬度是材料抵抗局部变形能力的一种宏观反映，材料局部抗变形能力增加，硬度就会相应提高[8]。由图 3 可知，复合材料的弹性模量和硬度的变化趋势相同，按各区域所测数值大小排列均为界面层 II、CoCrFeMnNi 增强体、界面层 I、6061Al 基体。由于所加增强颗粒为球形，因此不考虑增强体晶粒取向对复合材料微区力学性能的影响。可知，界面层上的弹性模量和硬度是一个逐渐变化的过程，这是由于烧结过程中 Al 元素含量在界面上呈梯度分布所引起的。界面层 II 在烧结保温时期形成大量的 BCC 相，因此微区的硬度和弹性模量得到极大的提升；界面层 I 在烧结初期 Al 元素和高熵元素初步接触尚未完全



(a)弹性模量　　(b)硬度

图 3 纳米压痕试验结果

Fig.3 Nanoindentation test results

反应，其附近的残余应力也只会引起部分塑性变形，所以弹性模量和硬度较基体只是有所提高。

根据复合材料的混合定律，若复合材料的颗粒与基体界面完整，可用下式表示：

$$y_c^n=\nu_1 x_1^n+\nu_2 x_2^n+\cdots\cdots+\nu_i x_i^n \quad (1)$$

式中，y_c 为复合材料物性值，ν_i 为第 i 组分材料所占的体积比，x_i 为第 i 组分材料的物性值。则复合材料的弹性模量 E_c 可用下式表示：

$$E_c=\nu_p E_p+\nu_m E_m \quad (2)$$

式中，E_p 为增强体弹性模量，E_m 为基体弹性模量，ν_p 为增强体所占体积比，ν_m 为基体所占体积比。由图 3(a) 知复合材料中增强颗粒和界面的弹性模量远大于基体，根据上式可得复合材料的刚度会得到明显提升。

由上述结果可知，界面层的整体微区力学性能较基体和增强体要高。界面相对较高的弹性模量会使得复合材料在外力下保持良好的尺寸与形状，减少相应的变形，从而提高材料的宏观力学性能。烧结形成的界面也会阻碍复合材料的位错运动从而导致位错塞积，使得复合材料的抗变形能力增加，提高复合材料的宏观性能。此外，尽管复合材料各微区弹性模量和硬度的变化趋势相同，但复合材料的硬度变化速率要比弹性模量大，可见硬度对各微区性能的敏感度要超过弹性模量。

3　结论

(1)SPS 法所制备出的 CoCrFeMnNi/6061Al 复合材料在基体与增强颗粒之间会形成厚度约为 20 μm 的“花瓣状”反应界面层。

(2)烧结所得的复合材料发现新生成了BCC固溶体相，由于未发现生成其他金属间化合物，断定界面上新生成了 Al_x $(CoCrFeMnNi)_{100-x}$ 高熵合金(x 为原子百分比)。

(3)界面层较增强颗粒和基体而言具有更高的弹性模量和硬度，界面层在提高复合材料的性能方面有着至关重要的作用；硬度对复合材料微区力学性能的敏感度要高于弹性模量。

参考文献：

[1] Wu Gaohui, Wang Xi, Jiang Longtao, et al. A nanostructural design to produce high ductility of high volume fraction SiCp/Al composites with enhanced strength [J]. Mater Des, 2014(61): 141-145.

[2] Tong X. C., Ghosh A. K. Fabrication of in situ TiC reinforced aluminum matrix composites [J]. Journal of Materials Science, 2001, 36(16): 4059-4069.

[3] Hao Shiming, Mao Jianwei, Xie Jingpei. Microstructure of in-situ TiB_2 particle reinforced 7055 aluminum alloy matrix composites [J]. Transactions of Materials & Heat Treatment, 2015, 36 (5): 29-34.

[4] 樊建中，王磊. SiC 颗粒增强金属基复合材料弹性模量与界面结合状况关系研究 [J]. 复合材料学报, 1998, 15(2): 1-5.

[5] Cantor B, Chang I T H, Knight P, et al. Microstructural development in equiatomic multicomponent alloys [J]. Materials Science and Engineering: A, 2004(375-377): 213-218.

[6] Laplanche G, Gadaud P, Horst O, et al. Temperature dependencies of the elastic moduli and thermal expansion coefficient of an equiatomic, single-phase CoCrFeMnNi high-entropy alloy [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2015, 623(348-353).

[7] 刘建华，沈胜利. 颗粒增强金属基复合材料制备工艺的综述 [J]. 热加工工艺, 2011, 40(10): 106-108,112.

[8] 马宗义，张玉政. 弥散质点和 SiC 颗粒复合强化 Al 基复合材料：II. 性能和断裂特征 [J]. 金属学报, 1994, 30(1): 33-38.

欢迎到当地邮政局(所)订阅 2019 年《铸造技术》杂志

国内邮发代号：52-64　国外发行号：M855　国内定价：18 元/本　海外定价：18 美元/本