

Al₂O₃/Al-Zn-Mg-Cu 铝基复合材料的组织与性能研究

赵渊博, 樊巧芳, 简俊岭

(江苏安全技术职业学院, 江苏徐州 221000)

摘要: 采用搅拌铸造法制备了Al₂O₃/Al-Zn-Mg-Cu铝基复合材料, 并分析了热挤压前后复合材料微观组织和力学性能的演变规律。结果表明: Al-Zn-Mg-Cu合金基体组织为粗大的树枝晶, Al₂O₃颗粒的添加有效细化了Al-Zn-Mg-Cu合金的晶粒。经过热挤压处理之后复合材料组织中的第二相呈现纤维状, 平行于挤压方向均匀分布, 热挤压消除了铸造材料的微观缺陷, 有效提高了复合材料的力学性能。挤压态20vol.% Al₂O₃/Al-Zn-Mg-Cu复合材料的抗拉强度、伸长率和显微硬度分别为361.70 MPa、13.6%和HV172, 与铸态复合材料相比分别提高了35.42%、130%和40.98%。铸态复合材料断口主要是韧-脆混合型断裂, 而挤压态复合材料断口则是韧性断裂。

关键词: Al₂O₃/Al-Zn-Mg-Cu铝基复合材料; 热挤压; 显微组织; 力学性能

铝基复合材料因其具有高比强度、比刚度、低线性膨胀系数及良好的尺寸稳定性等优点, 是航空航天、汽车制造、国防军工、轨道交通等一些工业领域的重要结构材料^[1]。与未添加增强相的铝合金相比, 微尺寸的陶瓷颗粒增强铝基复合材料的微观组织和强度、硬度均有明显改善; 然而, 颗粒团聚、高密度孔洞缺陷和较弱的界面结合时常发生。因此, 低塑性已成为陶瓷颗粒增强铝基复合材料的劣势之一, 限制了其应用和发展^[2]。

为了扩大铝基复合材料的应用, 有必要对其进行二次加工处理。挤压工艺是一种兼具铸造和锻造优点的短流程、高效、近净成形技术^[3-4]。已有大量研究表明, 对铝合金进行挤压加工处理能够极大地提高材料的强度和塑性^[5-6]。Wang^[7]等人对Al-Zn-Mg-Cu-Zr合金进行了喷射成形工艺、两道次热挤压和大量热处理。两道次热挤压处理后合金的抗拉强度、屈服强度、硬度和伸长率均有显著提高, 挤压和时效处理之后试样以韧窝断裂为主, 而沉积态试样则为脆性断裂。Ren^[8]等人采用粉末热挤压加工制备了超高强度Al-Zn-Mg-Cu-Zr-Sc合金。结果表明: 挤压成形后形成细小晶粒和细小第二相的均匀组织, 组织中存在细长晶粒、位错胞和亚晶粒。

到目前为止, 热挤压对Al₂O₃/Al-Zn-Mg-Cu复合材料的微观组织和力学性能的影响尚未见报道。因此, 在本次工作中, 采用搅拌铸造法制备了不同氧化铝含量的铸态Al₂O₃/Al-Zn-Mg-Cu复合材料。再对复合材料进行热挤压加工处理, 主要阐述热挤压对复合材料的微观组织和力学性能的影响, 以期给铝合金材料在工业领域的应用提供参考。

1 试验材料与方法

选用Al-Zn-Mg-Cu合金棒材作为本次试验的基体材料, 其化学成分(质量分数, %)为Zn5.80、Mg2.53、Cu1.64、Mn0.20、Ti0.15、Cr0.13、Si0.05、Fe0.22, 剩余Al。本文选用的 α -Al₂O₃颗粒是由上海迈瑞尔化学技术有限公司制备, α -Al₂O₃

作者简介:

赵渊博(1985-), 男, 本科, 讲师, 研究方向为材料成形及控制工程, E-mail: 465796069@qq.com

中图分类号: TB333

文献标识码: A

文章编号: 1001-4977(2022)

12-1537-05

基金项目:

国家重点研发计划资助项目(2018YFC0309100); 江苏省高校“青蓝工程”资助项目。

收稿日期:

2022-03-22 收到初稿,

2022-05-07 收到修订稿。

颗粒的SEM照片如图1所示。 α - Al_2O_3 的平均颗粒直径约为 $2\ \mu\text{m}$ ，密度为 $3.8\ \text{g}/\text{cm}^3$ ，纯度 $>99\%$ ，Mg粉的尺寸在 $50\sim 70\ \mu\text{m}$ ，纯度为 99.9% ，作为制备复合材料的润湿剂备用。

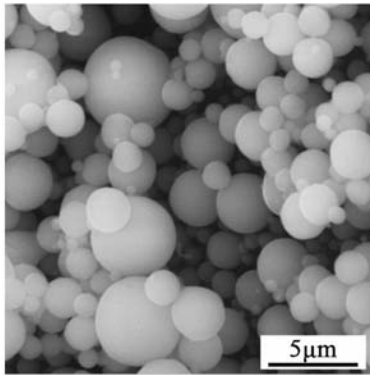


图1 α - Al_2O_3 颗粒SEM组织形貌

Fig. 1 SEM microstructure morphology of the α - Al_2O_3 particles

Al_2O_3 颗粒的预处理，先把原始 Al_2O_3 颗粒置于有酒精溶液的烧杯中，利用磁力搅拌器搅拌30 min，把 Al_2O_3 颗粒置于真空干燥箱中干燥，随后在 $500\ ^\circ\text{C}$ 烧结2 h，得到干净的 Al_2O_3 颗粒。预处理的 Al_2O_3 颗粒与Mg粉末置于石墨球磨罐中进行球磨混合，其中球料比 $10:1$ ，转速为 $200\ \text{r}/\text{min}$ ，时间为60 min。 Al_2O_3 颗粒与Mg粉末中Mg的含量能够使得Mg的加入量占熔融金属液质量分数的 1.0% 。将Al-Zn-Mg-Cu合金棒材放在干净的石墨坩埚内，井式电阻炉升温至 $850\ ^\circ\text{C}$ ，Al-Zn-Mg-Cu合金棒材在炉内熔化，待合金完全熔化后，将混合的 Al_2O_3 颗粒与Mg粉末加入金属液中，同时对金属液进行机械搅拌，搅拌速率为 $300\ \text{r}/\text{min}$ ，时间为15 min。除去表面滤渣，浇注于已经预热至 $200\ ^\circ\text{C}$ 的金属模具中，待铸件冷却后取出，得到铸态 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al-Zn-Mg-Cu}$ 复合材料。

对 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al-Zn-Mg-Cu}$ 复合材料进行机械加工，得到 $\Phi 40\ \text{mm} \times 60\ \text{mm}$ 的棒状坯锭，再将坯锭置于已经升温至 $400\ ^\circ\text{C}$ 的马沸炉内保温1 h，此时挤压模具和挤压筒均升温至 $400\ ^\circ\text{C}$ ，再将坯锭放置于热挤压机器内进行挤压变形，挤压比为 $16:1$ ，挤压速率为 $1\ \text{mm}/\text{s}$ ，随后将铸件取出水冷至室温，得到挤压态 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al-Zn-Mg-Cu}$ 复合材料。

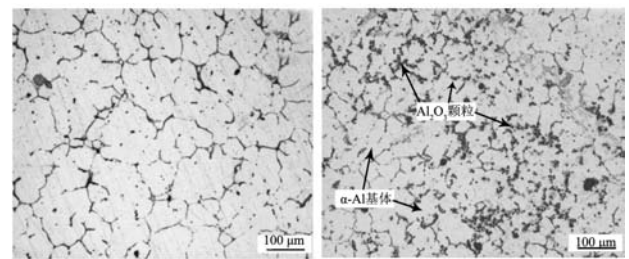
采用金相显微镜（OM，DM4000M型）、场发射扫描电子显微镜（SEM，JSM-6701F）及能谱仪（EDS）对材料进行显微组织分析，并且利用Image-Pro Plus software测量材料的平均晶粒尺寸。OM和SEM分析试样均用Keller试剂（ $3\ \text{mLHCl}+2\ \text{mLHF}+190\ \text{mLH}_2\text{O}+5\ \text{mLHNO}_3$ ）进行腐蚀。采用WDW-10PC型万能拉伸试验机对铸态及挤压态复合材料进行拉伸试验，加载速率为 $1\ \text{mm}/\text{min}$ ，测试结果取至少三根试样的平均

值。利用显微硬度计（HXD-1000TM型）对铸态及挤压态材料进行测试，载荷为 $0.3\ \text{kg}$ ，保压时间为 $10\ \text{s}$ 。

2 结果分析与讨论

2.1 材料的微观组织

Al-Zn-Mg-Cu基体与 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al-Zn-Mg-Cu}$ 铸态复合材料的金相微观组织如图2所示。从图2a中可以看出，Al-Zn-Mg-Cu基体主要由 α -Al晶粒和分布于晶界处的第二相构成，组织形态不均匀，晶粒尺寸粗大，通过Image-Pro Plus software测得Al-Zn-Mg-Cu基体的晶粒尺寸约为 $179\ \mu\text{m}$ 。如图2b，当向Al-Zn-Mg-Cu基体中加入 Al_2O_3 颗粒之后，合金基体中出现了大量黑色的颗粒状相，主要分布于晶界处，分散较均匀，没有明显偏聚，并且 Al_2O_3 的加入显著细化了 α -Al晶粒的尺寸，组织形态变得较均匀，晶粒尺寸约为 $77\ \mu\text{m}$ ，这主要是因为基体中的晶粒长大的过程中， Al_2O_3 颗粒钉扎在 α -Al的晶界处，有效地抑制了Al原子继续扩散，从而极大地阻碍了晶粒的生长，有效地细化了基体晶粒的尺寸^[9-11]。



(a) Al-Zn-Mg-Cu基体

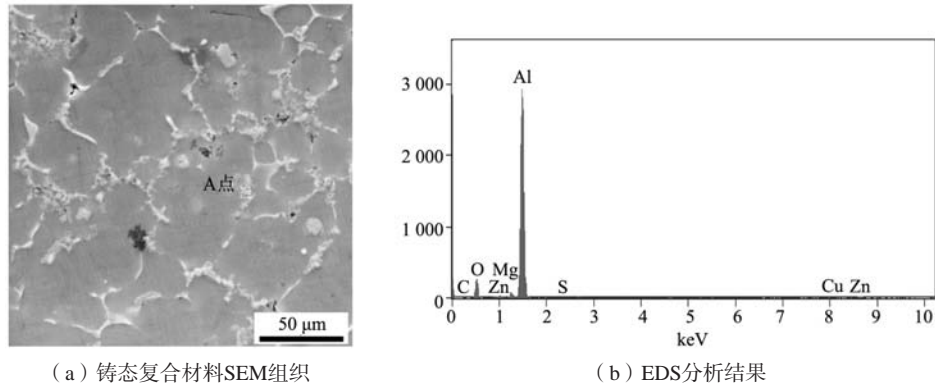
(b) 铸态复合材料

图2 Al-Zn-Mg-Cu基体与 $20\text{vol.}\% \text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al-Zn-Mg-Cu}$ 铝基复合材料金相微观组织

Fig. 2 Metallographic microstructures of the as-cast Al-Zn-Mg-Cu matrix and $20\text{vol.}\% \text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al-Zn-Mg-Cu}$ aluminum matrix composite

$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al-Zn-Mg-Cu}$ 铸态复合材料的SEM组织及点A的EDS能谱如图3所示。为了进一步确定图2b中金相组织形貌中黑色颗粒状相的具体成分，对复合材料进行了扫描电镜和EDS能谱分析。从图3a中可知，大量的粗糙的颗粒状相和白色树枝状相分散于晶界处，合金在凝固过程中Al、Zn、Mg、Cu等元素在晶界处偏析形成了白色的第二相，根据相关研究表明，这些第二相主要是 AlMgZnCu 、 MgZn_2 、 $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ 和 Al_2CuMg 相^[12-14]。对粗糙的颗粒状相进行了EDS分析如图3b所示，主要是含有Al与O两种元素，因此可以确定其为 Al_2O_3 颗粒。

图4为挤压态 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al-Zn-Mg-Cu}$ 复合材料电子背散射SEM形貌及Al、Zn、Mg、Cu、O、Fe元素面扫描能谱图。从SEM图片中可以清晰看到，复合材料在受到巨大的剪切变形作用时，组织中的晶粒被挤压破碎，没有明显晶界的存在，白色的第二相颗粒平行于挤压

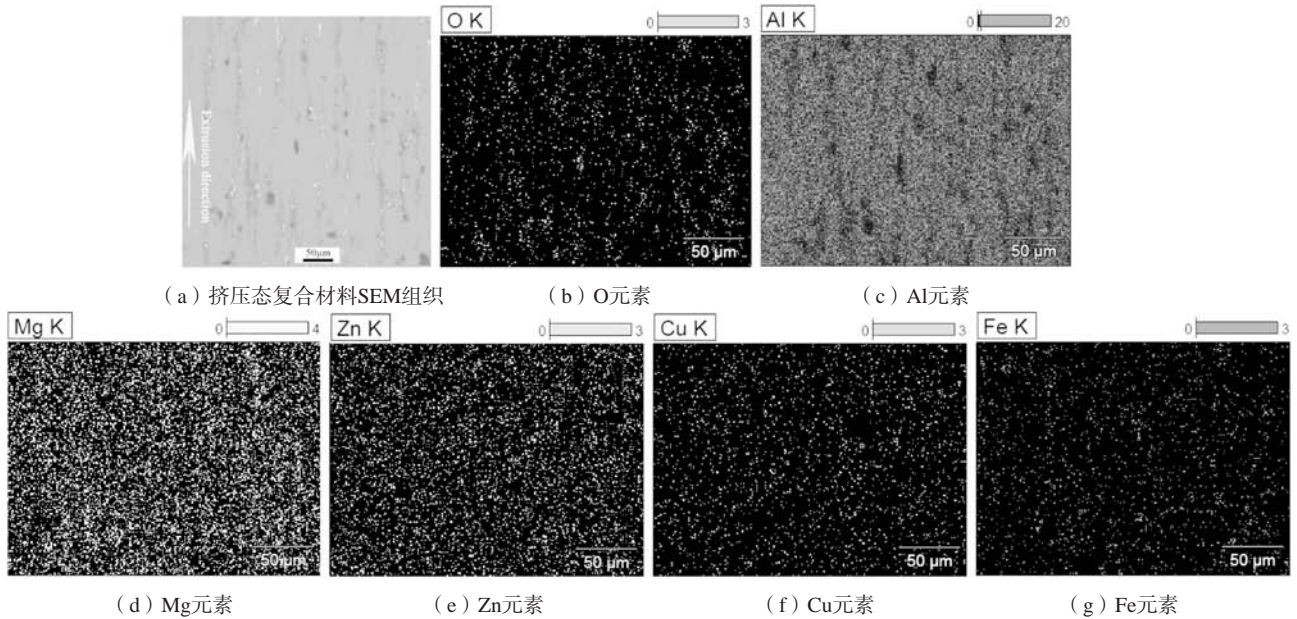


(a) 铸态复合材料SEM组织

(b) EDS分析结果

图3 铸态20vol.%Al₂O₃/Al-Zn-Mg-Cu复合材料的SEM组织及点A的EDS分析能谱

Fig. 3 SEM microstructure of the as-cast 20vol.%Al₂O₃/Al-Zn-Mg-Cu composite and EDS analysis energy spectrum of point A



(a) 挤压态复合材料SEM组织

(b) O元素

(c) Al元素

Mg K

Zn K

Cu K

Fe K

(d) Mg元素

(e) Zn元素

(f) Cu元素

(g) Fe元素

图4 挤压态20vol.%Al₂O₃/Al-Zn-Mg-Cu复合材料的电子背散射SEM形貌及面扫描图谱

Fig. 4 Electron backscattered SEM morphology and surface scanning spectrum of the as-extruded 20vol.%Al₂O₃/Al-Zn-Mg-Cu composite

方向呈现纤维状分布，且第二相颗粒分布均匀，与铸态复合材料组织相比，元素偏析的现象得到明显改善。但是SEM图片中第二相颗粒的数量有明显减少，这可能是因为在挤压过程中较高的挤压温度使得复合材料组织中部分低熔点的第二相发生了固溶现象，溶入了铝基体中形成饱和的固溶体，并在后续水冷过程中来不及析出，导致第二相数量的减少^[15]。在SEM图片中存在大量的黑色相，为了确定其成分进行了元素面扫描分析，从能谱图片中可知，其为Al₂O₃颗粒，根据Al、Zn、Mg、Cu、O、Fe元素的分布可知，经过挤压变形处理之后，Al₂O₃颗粒的分散性得到了显著改善，第二相元素分布较为均匀，热挤压处理有助于改善合金组织。

2.2 材料的力学性能

表1列举了Al-Zn-Mg-Cu合金及热挤压前后，Al₂O₃/

Al-Zn-Mg-Cu复合材料的力学性能。从表中可以看出，Al-Zn-Mg-Cu合金表现出较低的力学性能，随着不同含

表1 Al-Zn-Mg-Cu合金及热挤压前后Al₂O₃/Al-Zn-Mg-Cu复合材料力学性能

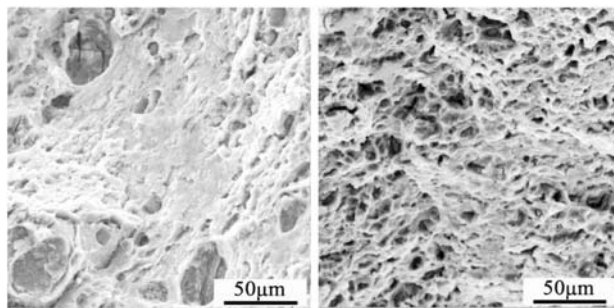
Table 1 Mechanical properties of the Al-Zn-Mg-Cu alloy and Al₂O₃/Al-Zn-Mg-Cu composite before and after hot extrusion process

材料	极限抗拉强度/MPa	伸长率/%	显微硬度HV
Al-Zn-Mg-Cu	195.71	4.1	95
铸态10vol.%	220.33	4.5	103
Al ₂ O ₃ /Al-Zn-Mg-Cu	267.10	5.9	122
铸态20vol.%	210.52	4.0	99
Al ₂ O ₃ /Al-Zn-Mg-Cu	361.70	13.6	172
铸态30vol.%			
Al ₂ O ₃ /Al-Zn-Mg-Cu			
挤压态20vol.%			
Al ₂ O ₃ /Al-Zn-Mg-Cu			

量的 Al_2O_3 颗粒的加入,合金的力学性能逐渐升高,至峰值而后降低。当 Al_2O_3 颗粒的体积分数为20%时,铸态 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al-Zn-Mg-Cu}$ 复合材料的抗拉强度、伸长率和显微硬度分别为267.10 MPa、5.9%和HV122,相比于未添加 Al_2O_3 颗粒的合金基体而言有显著提高。由图2可知, Al_2O_3 颗粒的加入极大地细化了合金基体的晶粒尺寸,根据Hall-Petch理论可知^[16],合金材料平均晶粒尺寸越小,晶界越多,则晶界对位错的运动阻碍越明显,故合金材料的强度和硬度越高。当 Al_2O_3 颗粒的体积分数为30%时,复合材料的力学性能均降低较多,这应该是过量的增强颗粒团聚于基体组织中,使得材料的性能大幅度降低。经过热挤压处理之后,复合材料的强度和硬度进一步得到极大提升,挤压态复合材料的抗拉强度、伸长率和显微硬度分别为361.70 MPa、13.6%和HV172,与铸态复合材料相比分别提高了35.42%、130%和40.98%。挤压态复合材料力学性能之所以能够得到大幅度提高主要因为: Al-Zn-Mg-Cu 合金存在凝固温度范围宽,铸件极易产生缩松、缩孔和热裂纹等缺陷的问题,这就极大地影响了铝基复合材料的力学性能^[17]。然而,在高挤压比和挤压温度的条件下对复合材料进行热挤压处理,材料在受到三向挤压应力的作用下能够有效地减少材料内部的铸造缺陷,消除微孔隙使材料致密化,材料越致密,其力学性能越好^[18]。并且热挤压处理有效地消除了第二相元素偏析,使得 Al_2O_3 颗粒与第二相颗粒分布均匀,高分散度的粒子成为障碍物有效地阻碍位错运动,从而增加塑性变形的抗力,第二相粒子越细越多,则位错线越不容易弯曲,强化效果越好。因此,挤压态复合材料能够表现出非常优异的力学性能。

2.3 材料的断口形貌

图5为热挤压前后20vol.% $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al-Zn-Mg-Cu}$ 复合材料的断裂表面SEM显微结构。由图5a可知,铸态复合材料断口表面主要是由解理平面、微裂纹和大小不同的韧窝构成,这是典型的韧-脆混合型断口。而经



(a) 铸态复合材料 (b) 挤压态复合材料

图5 热挤压前后20vol.% $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al-Zn-Mg-Cu}$ 复合材料断口SEM形貌
Fig. 5 SEM morphologies of the 20vol.% $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al-Zn-Mg-Cu}$ composites before and after hot extrusion

过热挤压处理之后,复合材料的断口表面发生了明显变化,如图5b所示,断口表面出现了许多圆而浅的韧窝,并且韧窝的大小一致,分布较为均匀,挤压态复合材料主要以韧性断裂为主,这与其表现出良好的力学性能相一致。

3 结论

(1) 当 Al_2O_3 颗粒添加量为20vol.%时, Al-Zn-Mg-Cu 合金基体组织得到显著细化,随着 Al_2O_3 颗粒体积分数的逐渐增多, $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al-Zn-Mg-Cu}$ 复合材料的力学性能呈现出先增高后降低的趋势。当 Al_2O_3 颗粒体积分数为20%时,复合材料的力学性能达到峰值,抗拉强度、伸长率和显微硬度分别为267.10 MPa、5.9%和HV122。

(2) 铸态复合材料经过热挤压处理后,组织中的第二相颗粒呈现出纤维状,平行于挤压方向排列,第二相与 Al_2O_3 颗粒分散性均得到提升。热挤压处理后复合材料的力学性能得到了大幅度提升,其抗拉强度、伸长率和显微硬度分别为361.70 MPa、13.6%和HV172,与铸态复合材料相比分别提高了35.42%、130%和40.98%。铸态复合材料主要是韧-脆混合型断裂,而挤压态复合材料则是韧性断裂。

参考文献:

- [1] 吴瑞瑞,王荣峰,李秋书,等.转喷微注法制备 $\text{Al}_2\text{O}_3/7075$ 铝基复合材料的组织及力学性能[J].铸造,2018,67(8):695-698.
- [2] 毛梦迪,陆体文,刘一雄,等.合金颗粒对 $\text{SiC}_p/7075\text{Al}$ 复合材料组织和性能的影响[J].特种铸造及有色合金,2018,38(2):201-204.
- [3] 贾海龙,周文强,王思清,等.高性能挤压铸造铝合金研究进展[J].特种铸造及有色合金,2020,40(11):1187-1194.
- [4] GHOMASHCHI M R, VIKHROV A. Squeeze casting: An overview[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2000, 101(1): 1-9.
- [5] DONG Xuehua, CHEN Fei, CHEN Shan, et al. Microstructure and microhardness of hot extruded 7075 aluminum alloy micro-gear[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2015, 219: 199-208.
- [6] ALLAH Ditta, WEI Lijun, XU Yanjin, et al. Effect of hot extrusion and optimal solution treatment on microstructure and properties of spray-formed Al-11.3Zn-2.65Mg-1Cu alloy[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2019, 797: 558-565.

- [7] WANG Xiangdong, PAN Qinglin, LIU Lili, et al. Characterization of hot extrusion and heat treatment on mechanical properties in a spray formed ultra-high strength Al-Zn-Mg-Cu alloy [J]. *Materials Characterization*, 2018, 144: 131-140.
- [8] REN Jian, WANG Richu, YAN Fang, et al. Microstructure evolution and mechanical properties of an ultrahigh strength Al-Zn-Mg-Cu-Zr-Sc (7055) alloy processed by modified powder hot extrusion with post aging [J]. *Vacuum*, 2019, 161: 434-442.
- [9] 张开鑫. Al₂O₃颗粒增强7075铝基复合材料制备工艺研究 [D]. 太原: 太原科技大学, 2021.
- [10] 王光磊, 曲迎东, 李广龙, 等. 原位Al₂O₃颗粒增强Al-20Si复合材料的制备微观组织 [J]. *铸造*, 2020, 69 (8): 834-838.
- [11] 高经, 唐鑫, 黄世源, 等. 化学镀Cu/Al₂O₃纳米颗粒增强铝基复合材料的显微组织及性能 [J]. *铸造*, 2015, 64 (6): 531-537.
- [12] 李彩琼, 孔德斌, 余鑫祥. 固溶处理对Al-8.8Zn-2.0Mg-2.1Cu-0.1Zr-0.1Ce合金组织性能的影响 [J]. *金属热处理*, 2021, 46 (6): 53-58.
- [13] 刚建伟, 韩小磊, 李志辉, 等. 固溶时效处理对Al-6.6Zn-2.3Mg-2.1Cu-0.12Zr合金组织性能的影响 [J]. *稀有金属*, 2012, 36 (4): 523-528.
- [14] LIU Chi, LIU Yilun, MA Liyong, et al. Effects of solution treatment on microstructure and high-cycle fatigue properties of 7075 aluminum alloy [J]. *Metals*, 2017, 7 (6): 193-208.
- [15] 甘吉松. 快速凝固+热挤压制备Al-10.7Zn-2.4Mg-0.9Cu合金的组织与性能研究 [D]. 广州: 华南理工大学, 2020.
- [16] ZHANG Shuang, WANG Fei, HUANG Ping. Enhanced Hall-Petch strengthening in graphene/Cu nanocomposites [J]. *Journal of Materials Science and Technology*, 2021, 87: 176-183.
- [17] WANG Xiaojun, WANG Xiaoming, HU Xiaoshi, et al. Effect of hot extrusion on microstructure and mechanical properties of Mg matrix composite reinforced with deformable TC4 particles [J]. *Journal of Magnesium and Alloy*, 2020, 8: 421-430.
- [18] 曾敏, 张莉, 姜毅, 等. 挤压态CNTs/Al-Zn-Mg-Cu复合材料摩擦磨损性能研究 [J]. *热加工工艺*, 2022, 51 (8): 64-68.

Research on Microstructure and Properties of Al₂O₃/Al-Zn-Mg-Cu Aluminum Matrix Composite

ZHAO Yuan-bo, FAN Qiao-fang, JIAN Jun-ling
(Jiangsu College of Safety Technology, Xuzhou221000, Jiangsu, China)

Abstract:

The Al₂O₃/Al-Zn-Mg-Cu aluminum matrix composites were prepared by stirring casting method, and the microstructure and mechanical properties of the composites before and after hot extrusion were analyzed. The results showed that the microstructure of the Al-Zn-Mg-Cu alloy matrix was coarse dendrites, and the addition of the Al₂O₃ particles effectively refined the grains of the Al-Zn-Mg-Cu alloy. After the hot extrusion treatment, the second phase in the microstructure of the composites was fibrous and uniformly distributed parallel to the extrusion direction. The hot extrusion eliminated the microscopic defects of the as-cast material and effectively improved the mechanical properties of the composite. The tensile strength, elongation and microhardness of the as-extruded 20vol.% Al₂O₃/Al-Zn-Mg-Cu composites were 361.70 MPa, 13.6% and HV172, respectively, which were 35.42%, 130% and 40.98% higher than those of as-cast composites, respectively. The fracture of the as-cast composite was mainly ductile-brittle mixed fracture, while that of the as-extruded composite was ductile fracture.

Key words: Al₂O₃/Al-Zn-Mg-Cu aluminum matrix composites; hot extrusion; microstructure; mechanical properties