

TiB₂颗粒增强 NiAlFe 基复合材料显微组织研究

Study on Microstructure of the TiB₂ Reinforced NiAlFe Metal Matrix Composites

王荣明, 陶春虎, 颜鸣皋 (北京航空材料研究院, 北京 100095)

WANG Rong-ming, TAO Chun-hu, YAN Ming-gao
(Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China)

[摘要] 研究了 XD 工艺原位生成 NiAlFe-TiB₂ 复合材料的显微组织和界面结构, 分析了 Fe 对材料压缩性能的影响及微观机制。加入 25% (原子比) Fe 元素后, 形成的 Fe (Ni, Al, Ti) 新相以枝晶间的形式连接于基体之间以及基体与增强颗粒之间, 提高了材料的塑性。运用高分辨电子显微术分析研究了压缩变形后增强颗粒与基体的界面。

[关键词] 复合材料; 显微组织; 界面

[中图分类号] TB331 [文献标识码] A [文章编号] 1001-4381 (1999) 09-0010-03

Abstract: The microstructures and interface structures of NiAlFe-TiB₂ metal-matrix-composite using the exothermal dispersion (XD) process have been investigated. The effect and micro-mechanism of iron on the compression property of the composite have also been studied. The TiB₂ particles are typically single crystal, and fairly uniformly distributed. The precipitation of the dendritic Fe (Ni, Al, Ti) phase in the composite significantly improves the room temperature ambient ductility. The interface between the reinforcement and the matrix after compression has also been studied using high-resolution transmission electron microscopy.

Key words: composite; microstructure; interface

NiAl 系合金以其高熔点、低密度、高导热性能和高温抗氧化性能好而在高温结构材料领域展现出诱人的前景^[1], 加入适量铁是提高室温塑性的有效方法^[2]。而通过增强颗粒是提高其高温强度的有效途径^[3~4]。马渊量^[5]等提出, 随 Fe 含量的增加, 形成大量的 FeAl 结构或 -Fe, 从而提高塑性。本文研究了 NiAlFe-TiB₂ 复合材料中 Fe 对其压缩性能的影响, 并利用分析透射电子显微术和高分辨透射电子显微术对其微观机制作了探讨, 分析了压缩变形后增强颗粒和基体的界面结构。

1 实验方法

将 Ni、Al、Fe、Ti、B 粉末按配比混合均匀, 经真空除气烘干后压成致密度约 0.7 左右的圆柱形坯块, 置于真空反应炉内, 进行反应合成; 然后将合成产物进行

电炉熔炼并浇铸成型, 形成 Ni25Al25Fe-10vol% TiB₂ 复合材料。室温压缩试验在 MTS810 试验机上进行, 试样尺寸为 6mm × 6mm × 12mm, 加载速率为 0.5mm/s。TEM 薄膜用离子减薄方法制备, 常规电镜观察在 H-800 电镜上进行, 高分辨电镜观察在 JEM-2010 电镜上进行, 加速电压 200kV。EDX 能谱分析利用 Oxford Link I-SIS 6498 型能谱仪运用 ISIS ver. 2.0 软件进行计算。

2 结果与讨论

图 1 给出了 Ni25Al25Fe-10at% TiB₂ 复合材料的金相图。TiB₂ 大多为不规则的多边形块状, 均匀分布在基体中, 较大的颗粒约 10 μm, 较小的颗粒约 1 μm。NiAlFe-TiB₂ 复合材料基体的 X 射线能谱分析表明, 基体成分 Ni Al Fe 元素之比为 2 1 1, 其中 Al 的含量在 24at% ~ 28at% 范围内, Fe 的含量略低于 25%, 一般在 18% ~ 24% 之间。当 Fe 代位 Ni 元素时, 形成有序面心立方

结构, 当 Fe 代位 Al 元素时, 形成有序体心立方结构, 分别称之为 $-(\text{Ni}, \text{Fe})_3\text{Al}$ 和 $-\text{Ni}(\text{Al}, \text{Fe})$ 相。研究表明, 基体中多余的 Fe 和 Ni 及少量的 Al, Ti 形成一种新的沉淀, 以枝晶间的形式连接于基体晶粒之间以及基体与增强颗粒之间。这种枝晶间沉淀的 X 射线能谱分析表明 Fe 元素的含量约占 50%, 其分子式可写为 Fe (Ni, Al, Ti), 该相的大量析出大大提高了材料的压缩性能。

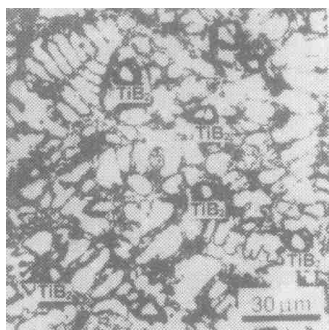


图 1 Ni25Al25Fe-10at% TiB₂ 复合材料的金相图

Fig. 1 Metallography of the Ni25Al25Fe-10at% TiB₂ composite

选区电子衍射表明, Fe (Ni, Al, Ti) 相不属于任何已知的相, 是一种新相, 具有面心立方结构, 点阵常数为 $a = 1.068\text{nm}$ ^[6], 与基体之间无确定的晶体学取向关系。图2给出了 [011] 晶向 Fe (Ni, Al, Ti) 相的高分辨像。由于晶粒取向的微小差异和欠焦量的不同, 高分辨像呈现不同的图像。图中 $(\bar{1}1\bar{1})$ 和 $(\bar{1}\bar{1}1)$ 面的面间距均为 0.617nm, 其中 $(\bar{1}1\bar{1})$ 面包含三条细线, 反映了 Fe (Ni, Al, Ti) 相为三层调制结构, 两条细线间的间距为 0.206nm。

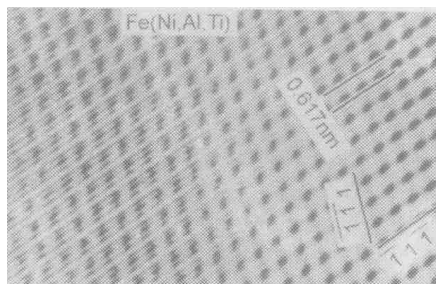


图 2 [011] 晶向 Fe (Ni, Al, Ti) 相的高分辨像

Fig. 2 High resolution image of Fe (Ni, Al, Ti) in [011] direction

Fe (Ni, Al, Ti) 相和 $-\text{Ni}(\text{Al}, \text{Fe})$ 相界面的高分辨像表明二者结合紧密, 界面无反应产物, 亦无非晶

过渡层。由于 Fe (Ni, Al, Ti) 相的大量析出, NiAlFe-TiB₂ 复合材料的压缩性能显著提高, 压缩变形量可达 20%, 屈服强度达 997MPa, 较之化学计量成分的 NiAl 合金, 强度和室温塑性均大为提高^[7]。

增强颗粒 TiB₂ 和 $-\text{Ni}(\text{Al}, \text{Fe})$ 界面的高分辨像表明二者结合紧密, 界面干净、光滑、平整, 无反应产物和过渡层存在。在制造态和压缩变形后, 材料中有大量位错存在。图3和图4给出了压缩变形10%后 NiAlFe 基复合材料基体颗粒之间及基体与增强颗粒之间界面的高分辨像, 图中箭头所指为多余半原子面, 对应于位错。压缩变形10%后, $-\text{Ni}(\text{Al}, \text{Fe})$ 与基体的界面与未变形时一样, 结合紧密、平整, 界面没有发现位错, 而

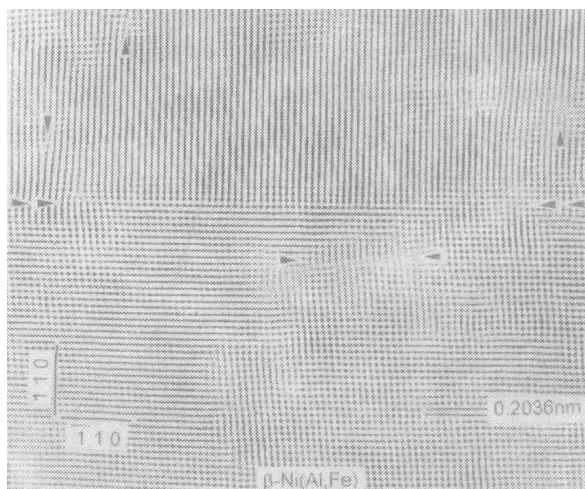


图 3 压缩变形约 10% 后 $-\text{Ni}(\text{Al}, \text{Fe})$ 颗粒之间小角晶界的高分辨像

Fig. 3 High resolution image of the interface between two particles after strained to approximately 10%



图 4 压缩变形 10% 后 $-(\text{Ni}, \text{Fe})_3\text{Al}$ 与 TiB₂ 界面高分辨像

Fig. 4 HR image of the interface between TiB₂ and matrix after strained to 10%

在基体颗粒内部,发现一些位错,这些位错常以位错对的形式存在。图4说明,和未变形的增强颗粒与基体的平直界面相比,经压缩变形后,增强颗粒与基体之间的界面有多层原子排列紊乱,难以分辨,但没有反应产物,同时在颗粒与 $-(\text{Ni}, \text{Fe})_3\text{Al}$ 基体内部都发现位错,说明界面以及颗粒、基体均有一定的变形能力。

3 结论

用反应合成法制备的 NiAlFe-TiB_2 复合材料,增强颗粒细小,分布均匀。其显微组织由 $-\text{Ni}(\text{Al}, \text{Fe})$ 相、 $-(\text{Ni}, \text{Fe})_3\text{Al}$ 、 TiB_2 颗粒、 $\text{Fe}(\text{Ni}, \text{Al}, \text{Ti})$ 相等组成。 $\text{Fe}(\text{Ni}, \text{Al}, \text{Ti})$ 相和基体之间大多以枝层片或枝晶状结构相连接,提高了材料的压缩性能。压缩变形后增强颗粒与基体之间的界面紊乱,但无反应产物,在基体和增强颗粒内部都发现位错存在。

参考文献

[1] R. D. Noebe et al. Inter. Mater. Rev., 1993, 38: 193.

(上接第6页)

寻求具有极大玻璃形成能力的多元合金成分,以便以常规的制造技术生产实用的工程材料。随着大块非晶合金理论不断完善,大块非晶合金工程材料的不断涌现,已有越来越多的材料科研人员投入到此领域的研究,相信大块非晶合金大量造福于人类已指日可待。

参考文献

[1] Akihisa Inoue, Yoshiyuki Shinohara, Jin Seon Gook. Mater Trans, JIM, 1995, 36 (12): 1427~1433.
[2] Akihisa Inoue, Tao Zhang, Takaomi Itoi, Akira Takeuchi. Materi Trans, JIM, 1997, 38 (4): 359~362.
[3] Wei Zhang, Akira Takeuchi, Akihisa Inoue. Mater Trans, JIM, 1997, 38 (11): 1027~1030.
[4] W. L. Johnson. Materials Science Forum, 1996, 225-227: 35.
[5] Akihisa Inoue, Tao Zhang and Tsuyoshi Masumoto. Materials Transactions, JIM, 1989, 31 (12): 965~972.
[6] A. Inoue, T. Zhang and T. Masumoto. Mater. Trans, JIM, 1990, 31: 177.
[7] A. Peker et al. Appl. Phys. Lett., 1993, 63: 2342.
[8] Akihisa. Inoue, Hisato Koshiba. Applied Physics Letters,

[2] S. Guha et al. Mater. Sci. Eng., 1992, A152: 258.
[3] K. S. Kumar et al. Mater. Sci. Tech., 1992, 8: 317.
[4] L. Wang et al. Mater. Sci. Eng., 1990, A127: 91.
[5] 马渊量, 细田秀树等. B2型金属间化合物 (Ni, Fe) 55Al_{45} 机械的性质 B添加 影响. 日本金属学会秋期大会一般演讲概要, 1991.
[6] R. M. Wang J et al. Mater. Sci., 1998, 33: 1183~1187.
[7] Wang Rongming et al. Third Pacific International Conference on Aerospace Science & Technology Conference Proceedings, Sept. 1-5, 1997, Xi an, CHINA, eds. B. T. Yang et al., Shannxi Science and Technology Publishing House, 542~547.

[作者简介] 王荣明 (1969-), 男, 博士, 金属物理与失效分析研究室副主任, 中国航空学会材料工程分会委员, 从事金属及金属基复合材料微观组织结构研究。联系地址: 北京81信箱4分箱 (100095)

1998, 73, (8): 744~746.
[9] A. Inoue. Materials Science Forum, 1996, 225-227: 639-648.
[10] Choi-Yim, W. L. Johnson. Appl. Phys. lett. 1997, 71 (26): 3808~3810.
[11] L. E. Luborsky. Amorphous Metallic Alloys, Butterworths, London (1983).
[12] F. Spaepen, D. Turnbull. In rapidly Quenched Metal II, ed. N. J. Grant and b. C. Giessen, MIT Press, Cambridge, 1976.
[13] H. A. Davies. Phys. Chem, Glasses, 1976, 17: 159.
[14] 郭始诚等. 非晶态物理学. 北京: 科学出版社, 1984.
[15] Akihisa Inoue, Tao Zhang, Akira Takeuchi. Materials Science Forum, 1998, 269-272: 855~864.
[16] Chen. H. S Acta. met. 1974, 22: 897.
[17] 王一禾, 杨膺善. 非晶态合金. 北京: 冶金工业出版社, 1989.

[作者简介] 饶雄 (1970-), 男, 博士研究生。联系地址: 上海交通大学材料科学与工程学院, 邮政编码: 200030