

SiC/Mg-5Gd-3Sm-0.5Zr 复合材料的 热压缩行为

朱利强

(永城职业学院, 河南永城 476600)

摘要: 利用铸造法制备了SiC/Mg-5Gd-3Sm-0.5Zr复合材料。固溶处理后进行热压缩试验, 应变速率为 $0.002\sim 0.1\text{ s}^{-1}$, 变形温度 $350\sim 500\text{ }^{\circ}\text{C}$, 最大变形量70%。结果表明: 所制备的SiC/Mg-5Gd-3Sm-0.5Zr复合材料铸态组织由 α -Mg基体、晶界处共晶组织以及SiC颗粒组成, 经过固溶处理, 晶界处共晶组织消失, 复合材料组织由多边形的 α -Mg晶粒和弥散分布的SiC颗粒组成。SiC/Mg-5Gd-3Sm-0.5Zr复合材料在热压缩过程中发生了动态再结晶, 晶粒显著细化。由真应力-真应变曲线结合热压缩后组织分析, 发现该复合材料适宜热加工的温度为 $450\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。经计算, SiC/Mg-5Gd-3Sm-0.5Zr复合材料应力指数为4.86, 热变形激活能为 280.525 kJ/mol 。

关键词: 电子外壳材料; 热压缩; 动态再结晶; 热变形激活能

随着电子行业急速发展, 电子产品的外壳材料也成为研究的焦点。手机、相机、电脑等产品的外壳也朝着稳定性好、重量轻、性能高、成本低、散热性好的方向发展。镁合金密度低、比刚度和比强度高、耐磨性好, 尤其具有高的吸震性、散热性、抗电磁干扰性和优良的屏蔽性, 这些性能使镁合金成为最具有发展潜力的电子产品外壳材料之一。添加增强相制备镁基复合材料能够进一步提高合金的强度和耐磨性。镁基复合材料的增强方式主要有纤维增强^[1-2]、晶须增强^[3]和颗粒增强^[4-7], 制备方法有铸造^[8-10]、粉末冶金^[11]、喷射沉积、原位合成^[12-14]等。对镁基复合材料进行固溶时效处理能显著提高其力学性能, 同时, 作为电子产品的外壳材料, 除了铸造成形, 热挤压成形也必不可少, 而在热挤压成形过程中, 由于温度较高, 材料内部除了有变形造成的加工硬化现象, 同时还有动态再结晶造成的软化现象。因此, 对镁基复合材料进行热变形的研究也越来越广泛, 除了添加的增强相, 还有热变形造成的动态析出相以及热变形过程中发生的动态再结晶造成的晶粒细化等因素都提高了材料的力学性能。近年来, 有学者对镁基复合材料的热压缩行为进行了研究^[15-17], 但是主要研究的是AZ系列的镁合金, 对稀土含量较高的铸造镁合金复合材料的研究较少。

本研究利用铸造法在一种含稀土的镁合金基体上添加SiC颗粒, 制备了SiC/Mg-5Gd-3Sm-0.5Zr镁基复合材料, 研究材料在热压缩变形过程中的真应力-真应变曲线特征以及组织演变, 计算应力指数与热压缩变形激活能, 确定材料的本构方程, 为复合材料在电子产品外壳上的应用提供理论和试验依据。

1 试验材料及方法

试验用基体合金为Mg-5Gd-3Sm-0.5Zr (质量分数, %, 以下同) 稀土镁合金。原材料采用纯度 $\geq 99.5\%$ 的纯镁和Mg-30%Gd、Mg-30%Zr、Mg-25%Sm中间合金。复合材料的制备方法使用外加增强体铸造法, 增强相为尺寸小于 $5\text{ }\mu\text{m}$ 的SiC颗粒, 为了增加颗粒与基体合金的浸润性, 对SiC颗粒进行以下处理: 超声波分散、丙酮清洗、 $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘烤2 h、捣碎过筛, 称重用铝箔包好备用。采用ZGJL0.01-4C-4感应炉进行熔炼, 熔炼过程中采用 $1\text{ vol.}\%\text{SF}_6+99\text{ vol.}\%\text{CO}_2$ 混合气体保护, 以防合金液氧化、

作者简介:

朱利强 (1985-), 男, 讲师, 研究方向为机械材料、电工电子。E-mail: zhuliqiang_85@126.com

中图分类号: TG146.2

文献标识码: A

文章编号: 1001-4977 (2022) 07-0873-05

收稿日期:

2021-12-17 收到初稿,
2022-01-06 收到修订稿。

燃烧。待炉料完全溶化后，降温到600~650 ℃，加入3% SiC粉末，并进行搅拌，然后提升合金液温度至750 ℃，静置3 min，浇注到预热的金属型模具中。

铸态试样切割成15 mm × 15 mm × 15 mm，采用带能谱装置的JSM-5610LV型扫描电子显微镜观察组织，并分析不同区域的成分。将铸态复合材料进行525 ℃ × 12 h 固溶处理，然后加工成 Φ 10 mm × 15 mm圆柱试样，采用Gleeble-1500热模拟实验机进行热压缩试验，应变速率为0.002、0.01、0.1 s⁻¹，变形温度为350、400、450和500 ℃，最大变形量为70%。压缩完成后水淬以保持压缩后的组织形貌。热压缩后的试样沿纵截面切开，采用Olympus PMG3型光学显微镜观察热压缩后的组织特征，腐蚀剂采用4%的硝酸酒精溶液。

2 试验结果与分析

2.1 SiC/Mg-5Gd-3Sm-0.5Zr 复合材料铸态显微组织

图1为SiC颗粒原始形貌，直径小于5 μm，颗粒分散均匀。

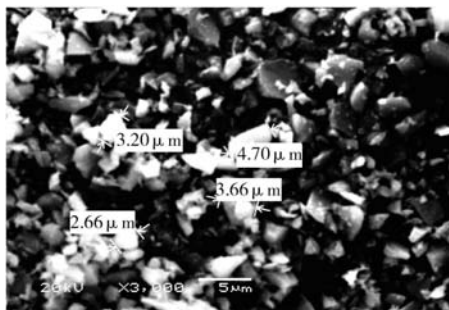


图1 SiC颗粒形貌图

Fig. 1 Morphologies of SiC particles

图2是SiC/Mg-5Gd-3Sm-0.5Zr复合材料的铸态组织。组织图中A、B、C三个区域的成分经过能谱分析，结果如表1所示。结合显微组织及成分分析，基体主要是 α -Mg相（A区，镁含量最高），B区是凝固过程中形成的共晶组织，Gd、Sm元素含量较高。在白色颗粒C处Si含量较高，主要为SiC颗粒，观察其分布形貌主要在晶界处。组织中也弥散分布少量颗粒状化合物。

表1 SiC/Mg-5Gd-3Sm-0.5Zr复合材料铸态组织中不同区域的化学成分

Table 1 Chemical compositions of different positions in as-cast SiC/Mg-5Gd-3Sm-0.5Zr composite w_B /%

区域	Mg	Si	Sm	Gd	Zr
A	92.46	0.42	2.47	4.45	0.20
B	76.46	0.21	8.26	14.39	0.68
C	21.24	46.25	8.93	23.13	0.45

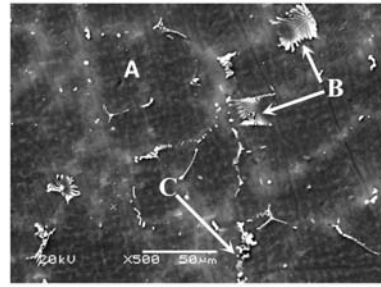


图2 SiC/Mg-5Gd-3Sm-0.5Zr复合材料铸态组织扫描电镜照片

Fig. 2 SEM image of as-cast SiC/Mg-5Gd-3Sm-0.5Zr composite

2.2 SiC/Mg-5Gd-3Sm-0.5Zr 复合材料的固溶处理

为了消除粗大共晶组织对复合材料热压缩行为的影响，均匀合金组织，提高热加工性能，对SiC/Mg-5Gd-3Sm-0.5Zr复合材料进行525 ℃ × 12 h固溶处理。固溶处理后的OM组织如图3所示，晶粒呈等轴晶，晶界上断续分布的化合物以及枝晶组织得以消除，组织由Mg基体以及SiC颗粒组成，晶粒直径约65 μm。

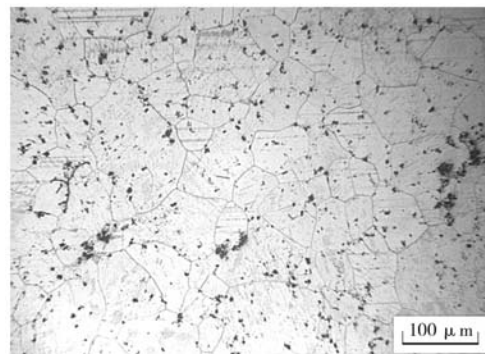


图3 SiC/Mg-5Gd-3Sm-0.5Zr复合材料固溶处理后的显微组织

Fig. 3 Microstructure of SiC/Mg-5Gd-3Sm-0.5Zr composite after solution treatment

2.3 SiC/Mg-5Gd-3Sm-0.5Zr 复合材料热压缩真应力-真应变曲线

对SiC/Mg-5Gd-3Sm-0.5Zr复合材料进行热压缩试验，研究其在不同条件下的高温塑性变形行为，为寻求该类材料合适的热加工工艺奠定理论基础。图4为该复合材料的热压缩真应力-真应变曲线。随着真应变增加，真应力均是先增加后降低，最后趋于稳定。曲线出现明显峰值应力，说明在热压缩过程中，初始阶段产生加工硬化，随即发生动态再结晶从而产生软化现象。经过分析比较，在三种应变速率条件下，变形温度大于450 ℃时，出现稳态流变，没有明显的加工硬化现象，适合热加工。不同变形条件下的峰值真应力如表2所示，在恒应变速率条件下，随着变形温度的升高，峰值应力逐渐下降，这是由于随着温度的升高，合金的动态再结晶进程加快，晶粒细化，合金变形能力增强，从而导致流变应力降低。从表2还可以看出，

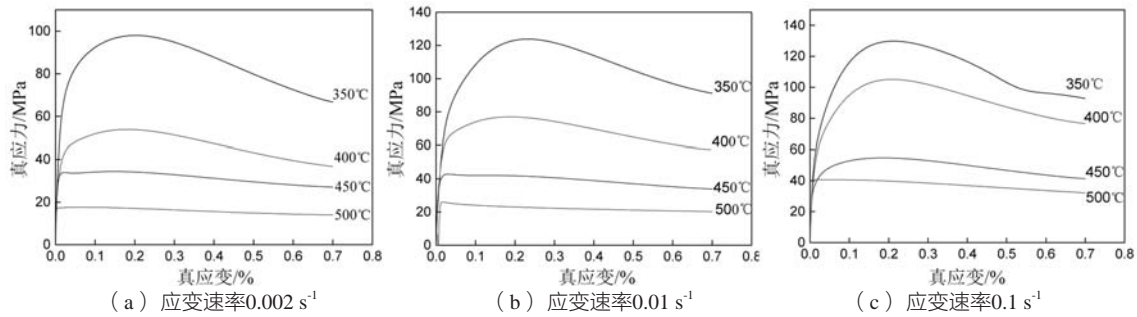


图4 不同应变速率下SiC/Mg-5Gd-3Sm-0.5Zr复合材料热压缩后的真应力-真应变曲线
Fig. 4 True stress-true strain curves of SiC/Mg-5Gd-3Sm-0.5Zr composite after hot compression

在同一温度下变形，随着应变速率的增加，峰值应力也是增加的。因此，制备电子壳体时，镁合金复合材料的热挤压工艺很重要，一般采用450~500 °C，应变速率约0.01 s⁻¹。

表2 SiC/Mg-5Gd-3Sm-0.5Zr复合材料不同应变速率和不同变形温度热压缩后的峰值应力

Table 2 Peak stresses of SiC/Mg-5Gd-3Sm-0.5Zr composite after hot compression at different strain rates and temperatures

应变速率/s ⁻¹	350 °C	400 °C	450 °C	500 °C
0.1	131	107	56	43
0.01	125	78	43	27
0.002	98	54	35	18

2.4 热压缩工艺对 SiC/Mg-5Gd-3Sm-0.5Zr 复合材料组织的影响

所制备的复合材料固溶处理后进行不同工艺条件下的热压缩，热压缩后的显微组织如图5和图6所示（应变速率为0.002 s⁻¹）。图5为高倍组织照片，可以看出SiC颗粒均匀弥散分布在变形合金基体上，并未发现颗粒脱落与团聚现象。

由图6可知，温度较低的条件热压缩变形后组织呈扁平状变形晶粒，晶界较清晰，没有观察到动态再结晶晶粒的出现（图6a）。SiC/Mg-5Gd-3Sm-0.5Zr复合材料在400 °C进行热压缩后，组织仍然是变形晶粒，晶界粗化，在变形严重的区域以及晶界附近观察到少量细小的动态再结晶晶粒（图6b），这些地方的变形储

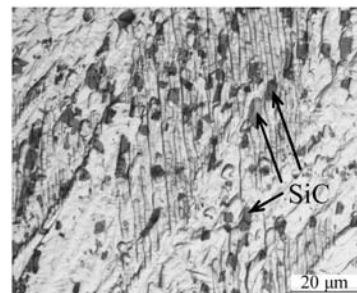


图5 热压缩后SiC在SiC/Mg-5Gd-3Sm-0.5Zr复合材料中的分布
Fig. 5 Distribution of SiC in SiC/Mg-5Gd-3Sm-0.5Zr composite after hot compression

存能较高，有利于再结晶的进行。随着热压缩温度升高到450 °C，晶界附近的动态再结晶晶粒逐渐增多，尺寸细小，组织中动态再结晶区域也明显增加，但依然存在少量变形晶粒（未动态再结晶区域），动态再结晶并未进行完全（图6c）。温度达到500 °C，SiC/Mg-5Gd-3Sm-0.5Zr复合材料热压缩后组织为等轴状的新晶粒，发生完全的动态再结晶，晶粒的平均直径约为30 μm，如图6d所示。压缩过程中无明显加工硬化现象，流变应力最低。与热压缩前的合金相比，晶粒也明显细化，组织的细化能显著提高材料的强韧性。

2.5 SiC/Mg-5Gd-3Sm-0.5Zr 复合材料热变形激活能

SiC/Mg-5Gd-3Sm-0.5Zr复合材料在本试验的变形条件下，应变速率、峰值应力以及变形温度符合由Sellars

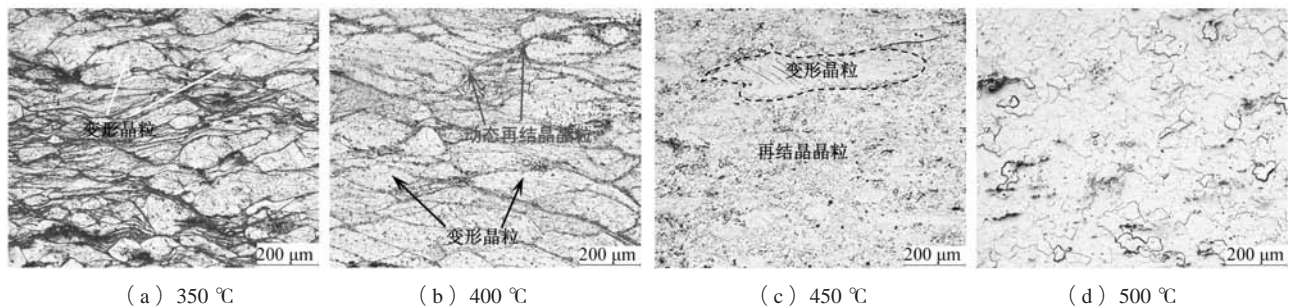


图6 SiC/Mg-5Gd-3Sm-0.5Zr复合材料在应变速率为0.002 s⁻¹不同变形温度热压缩后的显微组织

Fig. 6 Microstructures of SiC/Mg-5Gd-3Sm-0.5Zr composite after hot compression at 0.002 s⁻¹ strain rate and different temperatures

和Tegart提出的经验规律公式^[18]:

$$\dot{\varepsilon} = A [\sinh(\alpha\sigma)]^n \exp[-Q/(RT)] \quad (1)$$

式中: $\dot{\varepsilon}$ 为应变速率, s^{-1} ; A 、 α 是与温度无关的常数; n 是应力指数; R 为摩尔气体常数, $8.314 J/(mol \cdot K)$; T 为绝对温度, K ; Q 为变形激活能, J/mol 。

图7是SiC_p/Mg-5Gd-3Sm-0.5Zr复合材料热压缩后ln

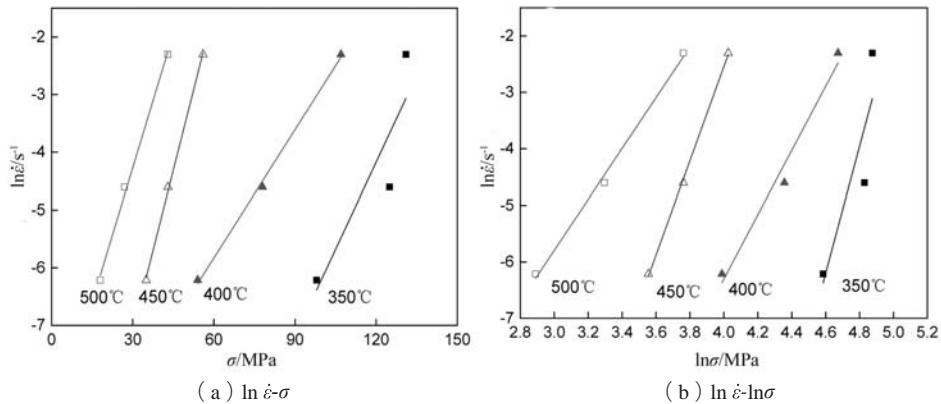


图7 SiC/Mg-5Gd-3Sm-0.5Zr复合材料热压缩后ln $\dot{\varepsilon}-\sigma$ (a)和ln $\dot{\varepsilon}-\ln\sigma$ (b)的关系

Fig. 7 Relationships of $\ln \dot{\varepsilon}-\sigma$ (a) and $\ln \dot{\varepsilon}-\ln\sigma$ (b) after hot compression of SiC/Mg-5Gd-3Sm-0.5Zr composite

由式(2)可得:

$$n = \left. \frac{\partial \ln \dot{\varepsilon}}{\partial \ln [\sinh(\alpha\sigma)]} \right|_T \quad (3)$$

$$b = \left. \frac{\partial \ln [\sinh(\alpha\sigma)]}{\partial (1/T)} \right|_{\dot{\varepsilon}} \quad (4)$$

$$Q = R \left. \frac{\partial \ln \dot{\varepsilon}}{\partial \ln [\sinh(\alpha\sigma)]} \right|_T \left. \frac{\partial \ln [\sinh(\alpha\sigma)]}{\partial (1/T)} \right|_{\dot{\varepsilon}} = Rnb \quad (5)$$

图8是SiC/Mg-5Gd-3Sm-0.5Zr复合材料真应力、应变速率以及温度的关系,根据图8分别求出斜率即可得到 n 和 b 值。 $n=4.86$, $b=6.946$,代入式(5)求出热变形激活能, $Q=280.525 kJ/mol$ 。有学者研究出Mg-5Gd-

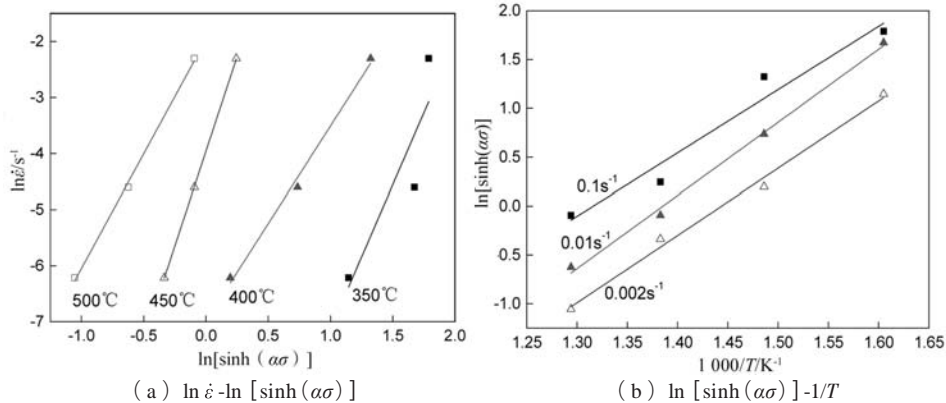


图8 SiC/Mg-5Gd-3Sm-0.5Zr复合材料热压缩后ln $\dot{\varepsilon}-\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ 和ln $[\sinh(\alpha\sigma)]-1/T$ 的关系

Fig. 8 Relationships of $\ln \dot{\varepsilon}-\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ and $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]-1/T$ after hot compression of SiC/Mg-5Gd-3Sm-0.5Zr composite

3 结论

(1) SiC/Mg-5Gd-3Sm-0.5Zr复合材料热压缩时随着应变的增加应力出现峰值,材料发生了动态再结晶。热压缩温度大于450℃,没有明显加工硬化现象,在热压缩时出现稳态流变。

$\dot{\varepsilon}-\sigma$ 和ln $\dot{\varepsilon}-\ln\sigma$ 的关系,根据图7中ln $\dot{\varepsilon}-\ln\sigma$ 和ln $\dot{\varepsilon}-\sigma$ 的线性拟合分别得到的斜率 n' 和 β , $\alpha=\beta/n'$,经过拟合计算得出 $\alpha=0.0196$ 。

对式(1)取对数,得到:

$$\ln \dot{\varepsilon} + \frac{Q}{RT} = \ln A + n \ln [\sinh(\alpha\sigma)] \quad (2)$$

3Sm-0.5Zr合金的热变形激活能为222.433 kJ/mol^[19],这说明添加增强相SiC使材料激活能有所升高。将所求得的常数及 Q 代入式(2),求得 $A=5.75 \times 10^{18}$,则SiC/Mg-5Gd-3Sm-0.5Zr复合材料热变形的本构方程为:

$$\dot{\varepsilon} = 5.75 \times 10^{18} [\sinh(0.0196\sigma)]^{4.86} \exp[-280525/(8.314T)] \quad (6)$$

SiC/Mg-5Gd-3Sm-0.5Zr复合材料的热变形本构方程体现了热变形过程中应变速率、变形温度以及应变量之间的关系,对于分析材料变形特征、成形性能和优化塑性成形工艺都有着重要的意义。

(2) SiC/Mg-5Gd-3Sm-0.5Zr复合材料热压缩后, SiC颗粒均匀弥散分布在变形组织中,当热压缩温度大于450℃时,组织中出现大量动态再结晶晶粒,且晶粒显著细化,因此, SiC/Mg-5Gd-3Sm-0.5Zr复合材料适合热加工的温度不低于450℃。

(3) SiC/Mg-5Gd-3Sm-0.5Zr复合材料的应力指数 $n=4.86$, 热变形激活能 $Q=280.525$ kJ/mol, 该材料的热变形本构方程为 $\dot{\epsilon} = 5.75 \times 10^{18} [\sinh(0.0196\sigma)]^{4.86} \exp[-280525/(8.314T)]$ 。

参考文献:

- [1] TIAN Jun, SHI Ziqiong. Creep mechanism and creep constitutive model of aluminum silicate short-fiber-reinforced magnesium matrix composite [J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2014, 24: 632-640.
- [2] HU B, PENG LM, POWELL B R, et al. Interfacial and fracture behavior of short-fibers reinforced AE44 based magnesium matrix composites [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2010, 504: 527-534.
- [3] 陈善华, 金培鹏, SCHUMACHER G. Mg₂B₂O₅晶须增强镁基复合材料的组织与界面结构研究 [J]. 稀有金属材料与工程, 2011, 40(1): 106-110.
- [4] 胡茂良, 魏帅虎, 吉泽升, 等. 固相合成法制备Al₂O₃亚微米颗粒增强AZ31复合材料及强化机理 [J]. 中国有色金属学报, 2019, 29(10): 2217-2224.
- [5] 边丽萍, 侯鑫, 薛慧敏, 等. 铸态微纳双尺寸SiC/AZ61复合材料的组织及性能 [J]. 铸造, 2018, 67(10): 883-889.
- [6] KHOSROSHAHI H K, SANIEE F F, ABEDI H R. Mechanical properties improvement of cast AZ80 Mg alloy/nano-particles composite via thermomechanical processing [J]. Materials Science and Engineering A, 2014, 595: 284-290.
- [7] 谢耀, 康跃华, 李新涛, 等. 搅拌铸造金属Ti颗粒增强AZ91D复合材料的组织与力学性能 [J]. 铸造, 2021, 70(7): 793-799.
- [8] 付丽丽, 邱克强. Ni含量对Mg基非晶复合材料组织和力学性能的影响 [J]. 铸造, 2019, 68(2): 166-171.
- [9] MURALIDHARAN P, MANOJ G. Critically designing today's melt processed bulk magnesium alloys using boron rich nanoparticles [J]. Materials and Design, 2015, 66: 557-565.
- [10] 李泽华, 冯志军, 石飞, 等. 机械搅拌制备SiC_p/AlSi₇Mg₂复合材料性能研究 [J]. 铸造, 2018, 67(2): 125-130.
- [11] ANISH R, SIVAPRAGASH M, ROBERTSINGH G. Compressive behaviour of SiC/ncsc reinforced Mg composite processed through powder metallurgy route [J]. Materials and Design, 2014, 63: 384-388.
- [12] 殷黎丽, 高平, 狄石磊. Mg₂Si颗粒增强镁基复合材料组织和力学性能的研究 [J]. 铸造, 2011, 60(5): 466-468.
- [13] BHINGOLE P P, CHAUDHARI G P, NATH S K. Processing, microstructure and properties of ultrasonically processed in situ MgO-Al₂O₃-MgAl₂O₄ dispersed magnesium alloy composites [J]. Composites: Part A, 2014, 66: 209-217.
- [14] MULEY S V, SINGH S P, SJINHA S P, et al. Microstructural evolution in ultrasonically processed in situ AZ91 matrix composites and the mechanical and wear behavior [J]. Materials and Design, 2014, 53: 475-481.
- [15] 吕萌, 毛昌辉, 杨剑, 等. 粉末冶金法制备W_p/AZ91镁基复合材料的热变形行为分析 [J]. 稀有金属, 2011, 35(5): 695-699.
- [16] 姜韶华, 刘睿. 原位合成TiC_p/AZ91D镁基复合材料的高温流变行为 [J]. 轻合金加工技术, 2011, 39(10): 51-54.
- [17] ZHONG T, RAO K P, PRASAD Y V R K, et al. Hot deformation mechanisms, microstructure and texture evolution in extruded AZ31-nano-alumina composite [J]. Materials Science and Engineering A, 2014, 589(1): 41-49.
- [18] 关德林. 晶体的高温塑性变形[M]. 大连: 大连理工大学出版社, 1989.
- [19] 朱利敏, 李全安, 张清, 等. Mg-5Gd-3Sm-0.5Zr耐热镁合金热/压缩变形行为 [J]. 材料热处理学报, 2016, 37(2): 31-35.

Hot Compression Behavior of SiC/Mg-5Gd-3Sm-0.5Zr Composite

ZHU Li-qiang

(Yongcheng Vocational College, Yongcheng 476600, Henan, China)

Abstract:

SiC_p/Mg-5Gd-3Sm-0.5Zr magnesium matrix composites were fabricated by casting method. After solution treatment, hot compression deformation was carried out at strain rate range of 0.002-0.1 s⁻¹ and temperature of 350-500 °C and maximum strain of 70%. The results showed that the microstructure of as-cast SiC/Mg-5Gd-3Sm-0.5Zr composite consists of α-Mg matrix, eutectic structure along grain boundary and SiC particles. After solution treatment, the eutectic structure along grain boundary disappears. The composite structure consists of α-Mg with polygonal grains and dispersed SiC particles. Dynamic recrystallization (DRX) of SiC_p/Mg-5Gd-3Sm-0.5Zr composite occurs during hot compression, and the grains are significantly refined. According to the true stress-true strain curves and the microstructure after hot compression, it is found that the suitable temperature for thermal processing of the composite is 450 °C. After calculation, the stress exponent 4.86 and the hot deformation activation energy 280.525 kJ/mol are determined.

Key words:

electronic product shell material; hot compression; dynamic recrystallization; hot deformation activation energy