复合材料学报 第17卷 第1期 2月 2000年
ACTA MATERIAE COMPOSITAE SINICA Vol 17 No. 1 February 2000

文章编号: 1000-3851(2000)01-0119-04

Al_2O_3 短纤维结构分析

杨 川 张吉喜 刘世楷 雷廷权
(西南交通大学 材料系, 成都 610031) (哈尔滨工业大学, 哈尔滨 150001)

摘 要: 综合利用TEM、XRD 及偏光技术研究了 δ-Al_2O_3 短纤维的结构。得出纤维具有分层结构。纤维外表面是由具有 θ-Al_2O_3 的织构所组成, 织构轴为[01$\bar{1}$], 纤维心部是细小的 δ-Al_2O_3 多晶结构。

关键词: Al_2O_3 短纤维; 结构; 织构
中图分类号: TB331; TG115.211 **文献标识码**: A

ANALYSIS OF Al_2O_3 SHORT FIBER STRUCTURE

YANG Chuan ZHANG Ji-xi LIU Shi-kai* LEI Ting-quan*
(Dept. of Mater. Southwest Jiaotong University, Chengdu 610031, China) (*Harbin Institute of Technology)

Abstract: By TEM, XRD and polarized optical microscope the structure of Al_2O_3 short fibre (Saffil fibre) was studied. It is shown that the outer surface of the fibre consists of texture of θ-Al_2O_3 with texture zone [01$\bar{1}$], the center zone of the fibre consists of fine grain of δ-Al_2O_3.

Key words: Al_2O_3 short fibre; structure; texture

近年来以 Al_2O_3 短纤维为增强体制备的金属基复合材料, 由于其优越的性能及价格上的优势, 日益受到国内外学者的重视。已有的研究工作表明在其它条件相同的情况下由于采用不同产地的纤维作为增强体, 使这类复合材料在性能及断裂机制上有很大的差异[1,2]显然纤维的结构是关键的影响因素。但目前对于纤维本身结构的研究还很十分不够。本文作者针对此问题利用 XRD、TEM 及偏光金相等技术对 Al_2O_3 短纤维的结构进行了研究。

1 试验方法

采用英国 Saffil 纤维作为增强体, 纯铝为基体利用挤压铸造法制成复合材料。平行于压铸平面截取样品磨制成金相样品, 在MM 6 偏光装置下进行观察。并将样品制成 3 mm 直径的圆片在 Gaton 离子减薄仪上进行减薄直至出现薄区。在 H700-H 透射电镜下进行观察。将 Al_2O_3 短纤维制成样品, 利用 X 光进行分析。

2 试验结果与分析

X 射线衍射结果见图 1。

从图 1 可见: Saffil 纤维主要是 δ-Al_2O_3 结构, 同时还存在一定量的 θ-Al_2O_3。

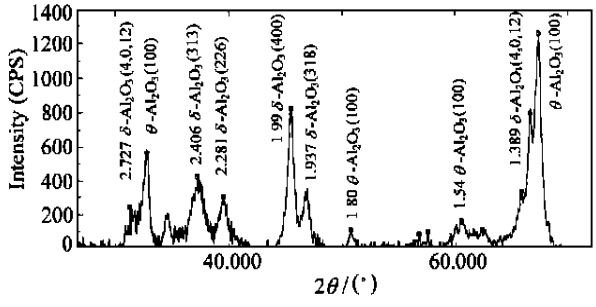

图 1 δ-Al_2O_3 短纤维 X 射线衍射分析结果
Fig. 1 X-ray spectrum of δ-Al_2O_3 short fibre

复合材料制成的金相样品, 在金相显微镜下观察, 在平行于压铸面的平面上纤维呈二维分布, 见图 2(a)。如果在正交偏光下观察纤维, 可以发现当样品台处于某一个位置时纤维是边缘亮而中部暗见图 2(b)。当转动样品台时发现边缘亮度下降。当转到一定角度, 纤维边缘完全变暗见图 2(c)。继续转动样品台纤维边缘又由暗变亮见图 2(d)。当样品台转动 360 纤维边缘发生四明四暗现象。每次明暗相间的转动角度约 45°。而纤维中部始终处于黑暗状态。根

收稿日期: 1998-11-03; 收修改稿日期: 1999-02-28
基金项目:
作者介绍:

© 1994-2010 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

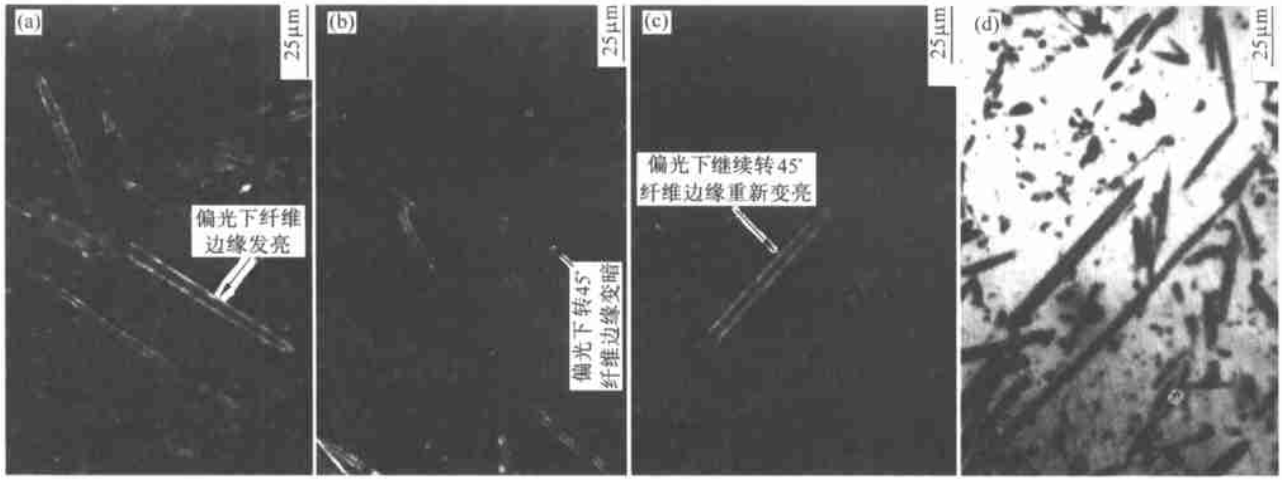

图 2 δ-Al_2O_3短纤维在偏振光下光学现象

Fig. 2 Optical phenomena of δ-Al_2O_3 short fibre under polarized light

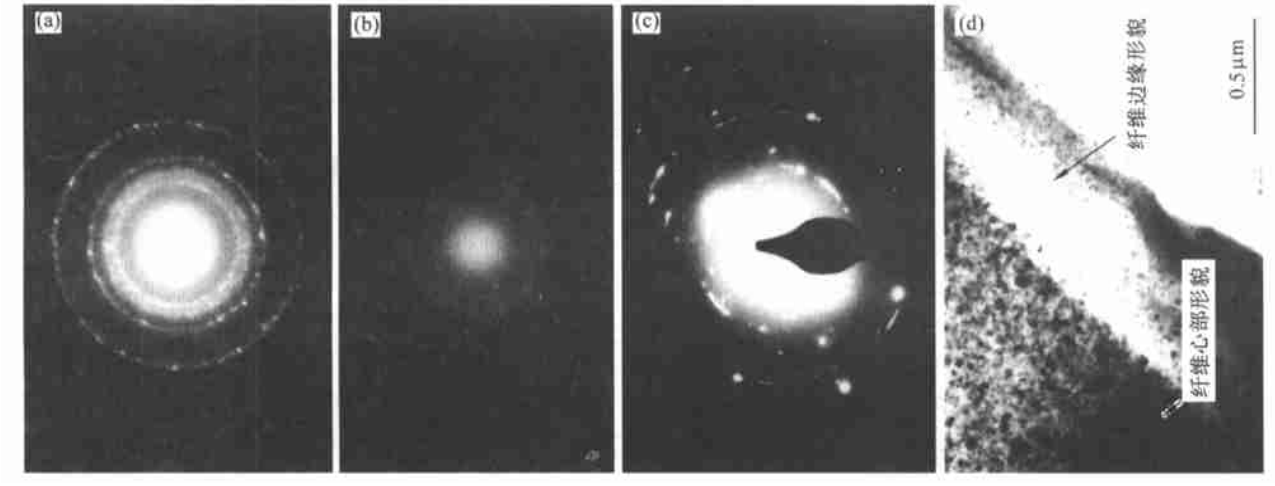

图 3 δ-Al_2O_3 短纤维 TEM 分析结果

Fig. 3 TEM images of δ-Al_2O_3 short fibre

据偏光金相原理可知: 纤维边缘这种四明四暗现象是各向异性的单晶体在正交偏光下特有的光学效应。根据X 射线衍射结果可知: 纤维是由 δ-Al_2O_3 和 θ-Al_2O_3 组成的, 它们均是各向异性的晶体。而纤维中部却没有这种效应, 所以对纤维而言它的边缘(即纤维表层) 与心部的结构应不同, 也就是说纤维是分层的。

利用 TEM 对纤维进行衍射分析, 得到的衍射环见图 3。所以一些文献[3, 4]均认为: Al_2O_3 短纤维纤维是由细晶组成的多晶结构。通过大量观察发现实际 Al_2O_3 短纤维中存在两种不同的衍射环。

一种衍射环的半径分别为: $R1=8.0$, $R2=9.5$, $R3=11.5$, $R4=15.8$ (见图 3(a)), 对纤维中部进行衍射一般均得到这种衍射环。对此种衍射环进行标定(相机常数 $K=22.22$) 可得出它们是 δ-Al_2O_3 结构的衍射环, 不同直径环所代表的晶面分别为(222)、(305)、(400)、(4, 0, 12), 其中(4, 0, 12)、(400)、(305) 是 δ-Al_2O_3 的三强峰, 这与 X 射线衍射结果完全一致。

对纤维边缘进行衍射可得到另一种衍射环如图 3(b) 所示。仔细分析可以发现这种衍射环与前一种衍射环相比有以下特点:

(1) 这种衍射环直径一般均小于前一种, 各个环的半径分别为: $R1=8.0$, $R2=9.0$, $R3=10.75$, $R4=15.2$。

(2) 有时还会观察到环的形态会发生变化, 在某个方位时圆环破裂成一系列圆弧见图 3(c)。同时在 TEM 下观察明显可见纤维是分层的, 见图 3(d)。

联系前面偏光实验结果似乎出现了一个矛盾, 因为偏光观察结果表明, Al_2O_3 短纤维边缘具有各

© 1994-2010 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

向异性单晶的光学效应, 但是图 3 中电子衍射图却表明纤维边缘是由许多细小多晶晶粒组成。显然唯一的解释就是纤维边缘是由具有择优取向的细小晶粒组成织构。由于择优取向, 使每个晶粒中的某些位向形成基本一致的排列, 使得在同一金相磨面上形成一致的光轴位向投影, 因此在正交偏光作用下使整个视域内明暗程度趋于一致, 产生近似于单晶体的偏光效应。

织构可分成两种, 一种为丝织构, 另一种为板织构。所谓丝织构是指大多数晶粒中都有一个低指数晶向[UVW]互相平行称为织构轴, 其它晶向、晶面与[UVW]呈轴对称分布。

Al_2O_3短纤维一般均通过旋喷法制备, 使熔融状液体从模具中喷射结晶成型的。根据结晶学原理可知, 液态结晶时所形成的织构一般均有丝织构特点, 因此在纤维中形成的应该是一种丝织构。电子衍射分析表明: 当电子束与织构轴[UVW]的夹角不同时, 会产生不同的衍射结果, 可分成下面三种情况[5]:

(1) 当电子束与织构轴基本平行时得到的衍射图是一个较为规则的圆环。

(2) 当电子束与织构轴基本垂直时得到的衍射图是单晶斑, 但是各个斑点可分别规则的分布在某个直径的圆周上。

(3) 当电子束与织构轴交成 α 角 ($0 < \alpha < 90°$) 则衍射图分裂成为园弧。

在本研究中所得到的衍射图存在圆环, 这是因为所用的样品采用挤压铸造方法制备, 纤维在压铸平面基本呈二维分布。所以制成电镜样品后纤维一般是平躺在电镜的样品台上。当纤维的织构轴与纤维轴基本垂直时, 则满足前述的第一种情况, 此时的织构轴[UVW]基本平行于电子束方向因此得到衍射圆环。所以可认为纤维的织构轴与纤维轴基本垂直。至于圆弧(见图 3(c))的出现是由于复合材料在制备过程中会有少数纤维与压铸面呈一定的角度, 因此纤维轴与电子束入射方向也将存在一定的角度, 当电子束与织构轴交成一定的角度时, 将产生前述的第三种情况, 导致衍射环破裂成圆弧图 3(c)。

根据图 3 中所得到的衍射圆环, 可分析织构轴[UVW]方向。因为对具有丝织构的多晶体而言, 除要满足 Al_2O_3 结构消光条件外, 衍射环所代表的每一个晶面{hkl}还应与[UVW]方向存在下面关系:

$$hU + kV + lW = 0 \qquad (1)$$

如果认为纤维边缘是由具有 δ-Al_2O_3 结构的晶粒组成的丝织构, 通过计算发现它无法满足(1)式。根据 X 光分析结果可知: 在短纤维中除有 δ 结构的 Al_2O_3 外还存在 θ 结构的 Al_2O_3, 据此按照纤维边缘是由 θ-Al_2O_3 晶粒组成的丝织构进行标定。

根据所测出的图 3(b) 中衍射环半径进行标定(相机常数 $K = 22.22$) 可知: 四个衍射环与 θ-Al_2O_3 的(200)、(111)、(211) (311) 符合得很好。根据此结果求织构轴[UVW]为[$01\bar{1}$]。而 θ-Al_2O_3 的最强峰(112) 与次强峰(004) 不出现是因为它们均不满足(1)式。所以可以认为纤维边缘是由具有丝织构的 θ-Al_2O_3 多晶粒组成, 其织构轴方向为[$01\bar{1}$]。

3　结　　论

Al_2O_3 短纤维(Saffil 纤维) 是分层结构, 外表面由具有丝织构的 θ-Al_2O_3 多晶粒组成, 其织构轴方向为[$01\bar{1}$], 内部由多晶的 δ-Al_2O_3 组成。

参　考　文　献

[1] 刘世楷, 杨　川, 张吉喜, 雷廷权. 复合材料进展. 北京: 世界图书出版社, 1996. 247～251.

[2] 杨　川, 刘世楷, 张吉喜. 复合材料学报, 1997, 14(1): 33～37.

[3] Dudek H J, Borach P, Scotl V D. *J Mater Sci*, 1996, 31: 795～805.

[4] Parrini L, Schaller R. *Acta Metall*, 1995, 143(6): 2419～2456.

[5] 郭可信, 叶恒强, 吴玉昆. 电子衍射图. 北京: 科学出版社, 1983. 326～335.

© 1994-2010 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net