

20vol%体积分数纳米 Al_2O_3 颗粒增强铝基复合材料的高温压缩性能

李玄 赵科 刘金铃

High-temperature compressive properties of 20vol% volume fraction nano- Al_2O_3 particles reinforced aluminum matrix composite

LI Xuan, ZHAO Ke, LIU Jinling

在线阅读 View online: <https://doi.org/10.13801/j.cnki.fhclxb.20220401.001>

您可能感兴趣的其他文章

Articles you may be interested in

球磨-转喷微注法制备纳米 Al_2O_3 颗粒/ $\text{Al}(7075)$ 复合材料的组织及磨损特性

Microstructure and wear properties of nano- Al_2O_3 / $\text{Al}(7075)$ composites fabricated by ball milling-spray-stirring process

复合材料学报. 2020, 37(10): 2512-2517 <https://doi.org/10.13801/j.cnki.fhclxb.20200221.001>

用于梯度功能研磨抛光盘的 SiC 或 Al_2O_3 颗粒/橡胶复合材料的制备及性能

Preparation and properties of SiC or Al_2O_3 particles/rubber composites applied on functionally graded lapping and polishing plate

复合材料学报. 2020, 37(6): 1434-1441 <https://doi.org/10.13801/j.cnki.fhclxb.20191030.003>

$\text{Al}_3\text{Ti}/\text{A356}$ 铝基复合材料的显微组织及拉伸力学性能

Microstructure and high temperature mechanical properties of $\text{Al}_3\text{Ti}/\text{A356}$ aluminum matrix composite by in-situ reaction

复合材料学报. 2021, 38(9): 2989-2996 <https://doi.org/10.13801/j.cnki.fhclxb.20201126.001>

SiCp/Al 复合材料微弧氧化膜的组织结构及性能

Microstructure and properties of micro-arc oxidation film on SiCp/Al matrix composites

复合材料学报. 2020, 37(8): 1960-1968 <https://doi.org/10.13801/j.cnki.fhclxb.20191223.001>

颗粒尺寸对 B_4C 增强铝基中子吸收材料界面反应与力学性能的影响

Effects of particle size on interfacial reaction and mechanical properties of B_4C reinforced aluminum matrix neutron absorber materials

复合材料学报. 2019, 36(4): 927-937 <https://doi.org/10.13801/j.cnki.fhclxb.20180416.005>

ZrO_2 增韧 Al_2O_3 颗粒增强 Fe45 复合材料拉伸断裂的有限元-离散元耦合方法仿真 ZrO_2 增韧 Al_2O_3 颗粒增强 Fe45 复合材料拉伸断裂的有限元-离散元耦合方法仿真

Tensile fracture simulation of ZrO_2 toughened Al_2O_3 particle/ Fe45 composite based on finite-discrete element method

复合材料学报. 2019, 36(6): 1471-1479 <https://doi.org/10.13801/j.cnki.fhclxb.20180906.002>



扫码关注微信公众号，获得更多资讯信息

DOI: 10.13801/j.cnki.fhclxb.20220401.001

20vol% 体积分数纳米 Al₂O₃ 颗粒增强铝基
复合材料的高温压缩性能



分享本文

李玄^{1,2}, 赵科^{*1,2}, 刘金铃^{1,2}

(1. 西南交通大学 力学与航空航天学院, 成都 611756; 2. 西南交通大学 应用力学与结构安全四川省重点实验室, 成都 611756)

摘 要: 为提高铝基材料的高温力学性能以满足其在 573 K 以上用于航空航天装备结构件的性能需求, 采用高能球磨结合真空热压烧结工艺制备了体积分数高达 20vol% 的纳米 Al₂O₃ 颗粒 (146 nm) 增强铝基复合材料, 对其微观结构和高温压缩性能进行了研究。结果表明: 纳米 Al₂O₃ 颗粒均匀分散于超细晶铝基体中, 且复合材料完全致密; 该复合材料具有优异的高温压缩性能: 应变速率为 0.001/s 时, 473 K 时压缩强度高达 380 MPa, 即使 673 K 时依然高达 250 MPa, 比其他传统铝基材料提高至少 1 倍; 通过对其流变应力进行基于热激活的本构模型拟合可以发现, 该复合材料具有高的应力指数 (30) 和表观激活能 (204.02 kJ/mol)。这是由于高体积分数纳米颗粒能够有效钉扎晶界, 并与铝基体形成热稳定的界面结合, 显著提高复合材料的组织热稳定性, 而且在变形过程中与晶界有效阻碍位错运动, 显著提高复合材料的热变形门槛应力 (在 473~673 K 时为 190.6~328.4 MPa), 其热变形过程可以由亚结构不变模型进行解释。

关键词: 铝基复合材料; 纳米 Al₂O₃ 颗粒; 高温压缩强度; 门槛应力; 亚结构不变

中图分类号: TB331 **文献标志码:** A **文章编号:** 1000-3851(2023)02-1118-11

High-temperature compressive properties of 20vol% volume fraction nano-Al₂O₃
particles reinforced aluminum matrix composite

LI Xuan^{1,2}, ZHAO Ke^{*1,2}, LIU Jinling^{1,2}

(1. School of Mechanics and Aerospace Engineering, Southwest Jiaotong University, Chengdu 611756, China;

2. Applied Mechanics and Structure Safety Key Laboratory of Sichuan Province,
Southwest Jiaotong University, Chengdu 611756, China)

Abstract: To improve the high-temperature mechanical properties of aluminum-based materials with the aim of satisfying application requirements for the structural components in aerospace above 573 K, a novel aluminum matrix composite reinforced with 20vol% volume fraction nano-Al₂O₃ particles (146 nm) was prepared via high energy ball milling followed by vacuum hot pressing, and its microstructures and high-temperature compressive properties were investigated. The results show that, nano-Al₂O₃ particles are uniformly distributed in the ultrafine-grained Al matrix, and the resultant composite is fully densified. The composite exhibits superior high-temperature compressive properties: As the strain rate is fixed as 0.001/s, the high-temperature compressive strength reaches 380 MPa at temperature of 473 K, still maintains a high value of 250 MPa when the temperature increased to 673 K, which is at least onefold higher than that of traditional Al-based materials. By establishing constitutive model based on thermal activation, it is also found that the composite shows high stress exponent which is 30 and high apparent activation energy which is 204.02 kJ/mol. This may be attributed to the addition of high volume fraction nano-particles into Al matrix which not only anchors Al grain boundaries and enables thermal stable interface between

收稿日期: 2022-02-11; 修回日期: 2022-03-20; 录用日期: 2022-03-23; 网络首发时间: 2022-04-02 15:56:48

网络首发地址: <https://doi.org/10.13801/j.cnki.fhclxb.20220401.001>

基金项目: 四川省重点研发项目 (2020YFG0140)

Key Research and Development Project in Sichuan Province (2020YFG0140)

通信作者: 赵科, 博士, 助理研究员, 研究方向为轻质金属基复合材料的制备与力学性能 E-mail: zhaooke@163.com

引用格式: 李玄, 赵科, 刘金铃. 20vol% 体积分数纳米 Al₂O₃ 颗粒增强铝基复合材料的高温压缩性能 [J]. 复合材料学报, 2023, 40(2): 1118-1128.

LI Xuan, ZHAO Ke, LIU Jinling. High-temperature compressive properties of 20vol% volume fraction nano-Al₂O₃ particles reinforced aluminum matrix composite[J]. Acta Materiae Compositae Sinica, 2023, 40(2): 1118-1128(in Chinese).

nanoparticles and the Al matrix and thus significantly enhance the thermal stability of the microstructure, but also can impede the dislocation motion effectively as well as Al grain boundary, thereby increasing the threshold stress for hot deformation which ranges from 190.6 MPa to 328.4 MPa as the temperature is in the range of 473 K to 673 K. The hot deformation process of this composite can be properly explained by substructure invariant model.

Keywords: aluminum matrix composites; nano-Al₂O₃ particles; high temperature compressive strength; threshold stress; substructure invariant

铝基材料因具有低密度、高比强度和高比模量等优点,是航空航天、军工装甲和交通运输等领域实现关键耐热结构部件轻量化的理想选择^[1-2]。然而,由于在高温下,原子扩散能力增强,位错易于交滑移和攀移,伴随着晶粒长大、动态回复和动态再结晶、沉淀相粗化等现象的发生^[3-4],固溶强化、沉淀强化、位错强化和细晶强化等机制在高温下的强化作用减弱,使传统铝基材料(铝及铝合金、微米颗粒/低体积分数纳米颗粒增强铝基复合材料)的高温强度在 473 K 以上呈急剧降低之势^[5-7],难以满足现在航空航天装备在 573~723 K 对铝基材料的耐热性能要求。因此,开发符合高温服役条件的新型铝基材料迫在眉睫。

提高材料高温强度的关键在于:一方面提高材料的结构热稳定性;另一方面要在高温变形过程中有效阻碍缺陷(位错、空位等)运动。在铝中添加具有高热稳定性的纳米陶瓷颗粒在高温下不仅能抑制动态回复、动态再结晶和晶粒长大而且能有效抑制位错交滑移和攀移,从而显著提高复合材料的高温强度^[8-12]。比如,Asgharzadeh 等^[8]利用机械合金化结合粉体挤出工艺制备的 1vol%Al₂O₃(25 nm)/6063Al 基复合材料在 673 K 时强度高达 170 MPa,是 6063Al 合金强度的 2 倍;Sakamoto 等^[9]利用高能球磨结合热压烧结工艺制备的 5wt%La₂O₃/Al 复合材料在 573 K 时强度高达 260 MPa;Razavi-Hesabi 等^[10]利用高能球磨结合热挤出工艺制备的 5vol%Al₂O₃(35 nm)/Al 复合材料在 623 K 时强度高达 200 MPa,是挤出态铝强度的 4 倍。目前制备的纳米颗粒增强铝基复合材料中纳米颗粒体积分数一般低于 10vol%,在 623 K 以上时依然会发生动态再结晶造成加工软化^[13],使强度降低,进一步提高纳米颗粒体积分数引入更多的障碍物来提高组织热稳定性和阻碍位错运动是继续提高铝基复合材料高温强度的可行之策,但是由于纳米颗粒易团聚的特性,如何实现高体积分数(>10vol%)纳米颗粒的均匀分散依然是亟待解决的难题,而相应的高温力学性能和变形机制亦缺乏研究。

高能球磨工艺利用持续输入的机械能可将纳

米颗粒团聚体打碎,是解决高体积分数纳米颗粒易团聚问题的一种行之有效的方法。在前期工作中^[14-16]已采用高能球磨结合真空热压烧结工艺制备出均匀分散的 15vol% 纳米 Al₂O₃(50~80 nm)颗粒增强铝基复合材料,该复合材料的屈服强度可达 536 MPa,并同时保持 23% 的失效应变。本文拟在此基础上使用高能球磨结合真空热压烧结法制备均匀分散的 20vol% 纳米 Al₂O₃/Al 复合材料,考察其高温压缩性能,并通过基于热激活的 Zener-Holloomon 参数对其流变应力曲线建立本构模型,结合变形前后的微观结构表征分析其高温变形机制,为开发新型高强耐热铝基复合材料奠定基础。

1 实验材料及方法

1.1 20vol% 纳米 Al₂O₃/Al 复合材料制备

本文制备的 20vol% 纳米 Al₂O₃/Al 复合材料选用纯 Al 粉(平均粒径为 20 μm,纯度>99%,上海山浦化工有限公司)为基体,选用纳米 Al₂O₃ 颗粒(名义粒径为 50 nm,纯度>99%,合肥中航化工有限公司)为增强体。首先,在手套箱(Lab-2000,伊特克斯公司)中将两种原料粉装于球磨罐中并进行密封,同时添加 4wt% 无水乙醇作为分散剂,球磨罐为硬质合金罐,球磨介质为硬质合金球(磨球尺寸为直径 Φ10 mm 和直径 Φ5 mm,质量比为 2 : 1),球粉质量比为 25 : 1。进而将球磨罐置于全方位球磨机(QM-DY4,南京南大仪器厂)上进行球磨,球磨时间为 20 h,球磨转速为 240 r/min;然后,将球磨后的混合粉体装入石墨模具中,在压力机(YJ-20TA,合肥科晶材料技术有限公司)上以 2 MPa 的压力进行冷压;最后,将冷压后的石墨模具放入真空热压烧结炉(ZT-50-22Y,上海晨华电炉有限公司)中进行烧结,烧结工艺如图 1 所示。

1.2 20vol% 纳米 Al₂O₃/Al 复合材料表征与测试

使用万能力学试验机(Instron 2367,英斯特朗试验设备贸易有限公司)测试试样在不同温度(473~673 K)和不同应变速率(0.001~0.1/s)下的高温压缩性能,在将试样加热到预定变形温度后,

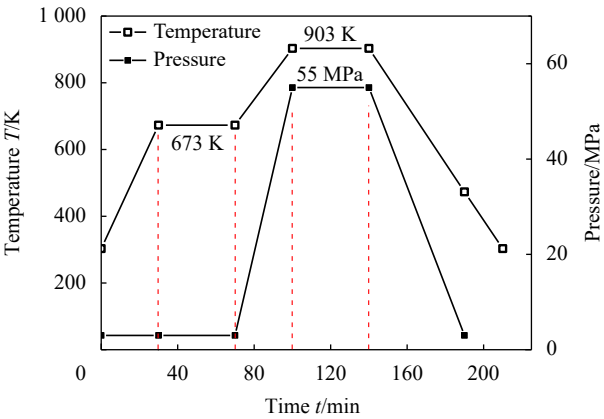


图1 20vol% 纳米 Al₂O₃/Al 复合材料的烧结工艺
Fig. 1 Sintering process of 20vol% nano-Al₂O₃/Al composite

保温 6 min，待试样温度均匀后进行压缩试验；使用 X 射线衍射仪 (XRD, Rigaku-D/max-2400, 日本理学) 对材料样品进行扫描角范围为 20°~90°的物相检测；使用扫描电子显微镜 (SEM, JMS-7800F, 日本电子) 和透射电子显微镜 (TEM, JEOL-2100F, 日本电子) 对样品的微观形貌进行表征，使用阿基米德排水法测试该复合材料的相对密度。

2 结果与讨论

2.1 20vol% 纳米 Al₂O₃/Al 复合材料微观结构

图 2 所示为 20vol% 纳米 Al₂O₃/Al 复合材料的 XRD 图谱。物相标定结果表明，该复合材料主要包含 Al 和 Al₂O₃ 相，还存在少量 Al₄C₃ 相，这可能是由分散剂 (无水乙醇) 中的 C 与 Al 在制备过程中反应生成，未检测到其他的杂质相，表明粉体在球磨过程中未受到球磨介质的污染。

图 3(a)、3(b) 分别为 20vol% 纳米 Al₂O₃/Al 复合材料的低倍和高倍 SEM 图像。可以看出，该复合材料无明显孔洞和裂纹等缺陷，表明该复合材料已完全烧结致密，这与阿基米德排水法测试的相对密度结果一致 (该复合材料的理论密度为 2.94 g/cm³，测试的体积密度为 2.92 g/cm³，相对密度为 99.3%)。另外，纳米 Al₂O₃ 颗粒分布均匀，没有出现明显的团聚现象。基于 SEM 图像，对 Al₂O₃ 颗粒进行粒径统计 (图 3(c)) 可知，该复合材料中纳米 Al₂O₃ 颗粒的尺寸分布范围较大，少数颗粒尺寸小于 50 nm，部分颗粒尺寸大于 300 nm，平均粒径约为 146 nm。以上结果表明，采用高能球磨结合真空热压烧结工艺可将体积分数高达 20vol% 的纳米陶瓷颗粒均匀分散于金属基体中，并可获得完全致密的块体试样。

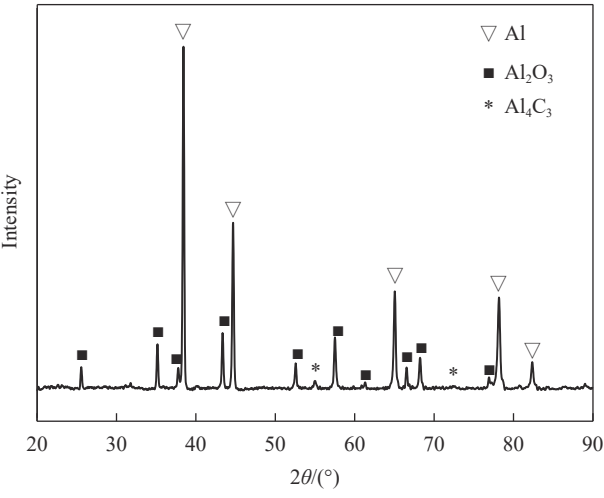


图2 20vol% 纳米 Al₂O₃/Al 复合材料的 XRD 图谱
Fig. 2 XRD pattern of 20vol% nano-Al₂O₃/Al composite

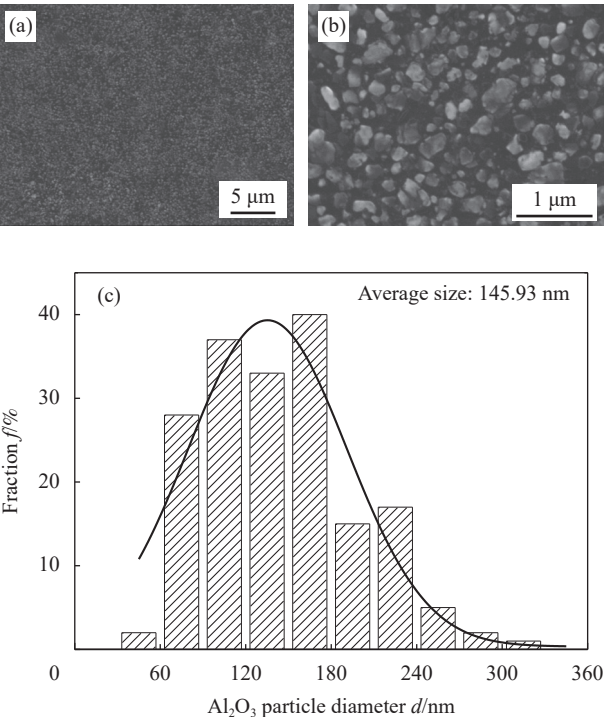


图3 20vol% 纳米 Al₂O₃/Al 复合材料不同倍数的 SEM 图像 ((a)、(b)) 和 Al₂O₃ 颗粒粒径统计 (c)
Fig. 3 SEM images ((a), (b)) of 20vol% nano-Al₂O₃/Al composites and Al₂O₃ particle size statistics (c)

进一步对该复合材料进行 TEM 表征 (图 4) 并对铝基体晶粒尺寸进行统计分析可以发现，铝基体晶粒尺寸在 250~500 nm，平均 354 nm (图 4(b))，为超细晶；纳米 Al₂O₃ 颗粒同时分布于铝基体晶界处和晶粒内部，如图 4(c) 箭头所示，呈均匀分布状态，这与 SEM 表征结果一致，同时可以说明，在烧结过程中由于纳米 Al₂O₃ 颗粒对铝基体晶界的钉扎作用，使铝基体能够保持超细晶；纳米

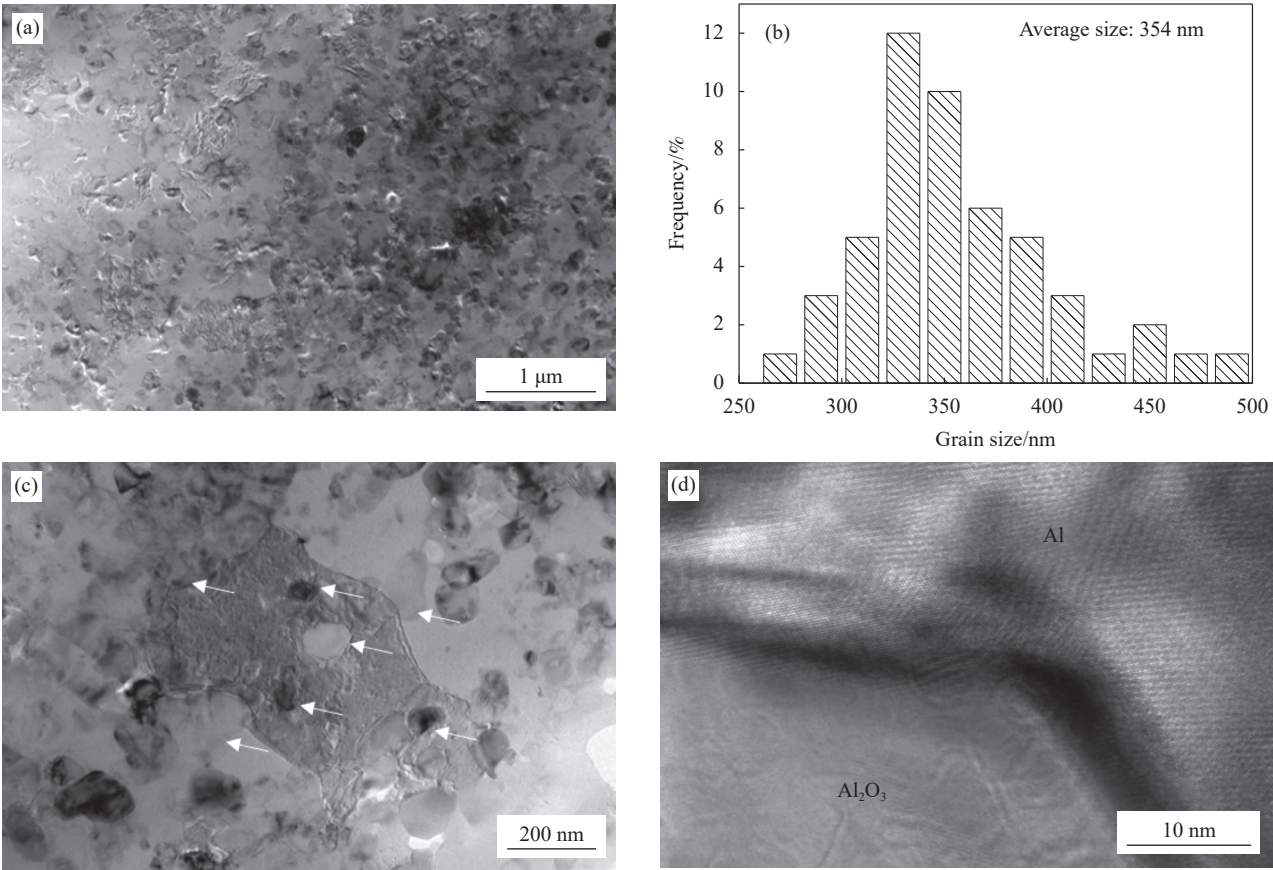


图4 20vol% 纳米 Al₂O₃/Al 复合材料不同倍数的 TEM 图像和 Al 基体晶粒尺寸统计: (a) 低倍 TEM 图像; (b) 铝基体晶粒尺寸统计; (c) 高倍 TEM 图像; (d) Al₂O₃ 颗粒/铝基体界面 HRTEM 图像

Fig. 4 TEM images and Al grain size statistics of 20vol% nano-Al₂O₃/Al composites: (a) Low magnification TEM image; (b) Grain size statistics of the Al matrix; (c) High magnification TEM image; (d) High resolution TEM (HRTEM) image of Al₂O₃ particle/Al interface

Al₂O₃ 颗粒与铝基体界面洁净, 未发现杂质相, 如图 4(d) 所示, 界面结合良好。

2.2 20vol% 纳米 Al₂O₃/Al 复合材料高温压缩性能

图 5(a)~5(c) 为 20vol% 纳米 Al₂O₃/Al 复合材料在不同温度和应变速率下的真实压缩应力-应变曲线。可以看出, 不同变形条件下的流变应力曲线具有相似的流变特征, 塑性变形过程包括加工硬化和持续软化两个阶段, 即随着应变增大, 强度先急剧增大达到峰值, 然后逐渐缓慢减小。当应变速率一定时, 压缩强度随温度的增加而逐渐减小, 如应变速率为 0.1/s 时, 473 K 时最大压缩强度为 421 MPa, 将温度提高到 673 K 时最大压缩强度降低到 296 MPa, 软化程度也有所减缓; 当温度一定时, 压缩强度随着应变速率的增大而逐渐增大, 表现为正的应变速率敏感性, 如图 5(d) 所示, 如温度为 473 K 时, 应变速率为 0.001/s 时最大压缩强度为 380 MPa, 将应变速率提高到 0.1/s 时, 最大压缩强度增大到 421 MPa。

选取应变速率为 0.001/s 时不同温度下的最大压缩强度与传统铝基材料在相同条件下测试的压缩强度进行比较可以发现, 在 473~673 K 范围内, 20vol% 纳米 Al₂O₃/Al 复合材料的压缩强度均高于纳米晶 Al、Al-Cu-Li 合金、6063Al 合金、7150Al 合金、微米颗粒增强铝基复合材料、低体积分数 (<10vol%) 纳米颗粒增强铝基复合材料、孪晶强化铝和纯铝等传统铝基材料^[3-5, 13, 17-21], 如图 6 所示, 尤其是随着温度的提高, 强化效率越为显著。具体而言, 传统铝基材料在 473 K 以上时压缩强度呈急剧下降趋势, 而 20vol% 纳米 Al₂O₃/Al 复合材料的压缩强度降低的较缓慢, 导致在 673 K 时依然高达 250 MPa, 比传统铝基材料至少高出 1 倍。若将本文中采用的纯铝基体换成铝合金基体, 同时发挥纳米颗粒和沉淀析出相的强化作用, 将进一步获得更高高温压缩强度的铝基复合材料。以上结果表明, 添加高体积分数纳米颗粒能够显著提高铝的高温压缩强度, 是开发高强耐热铝基材

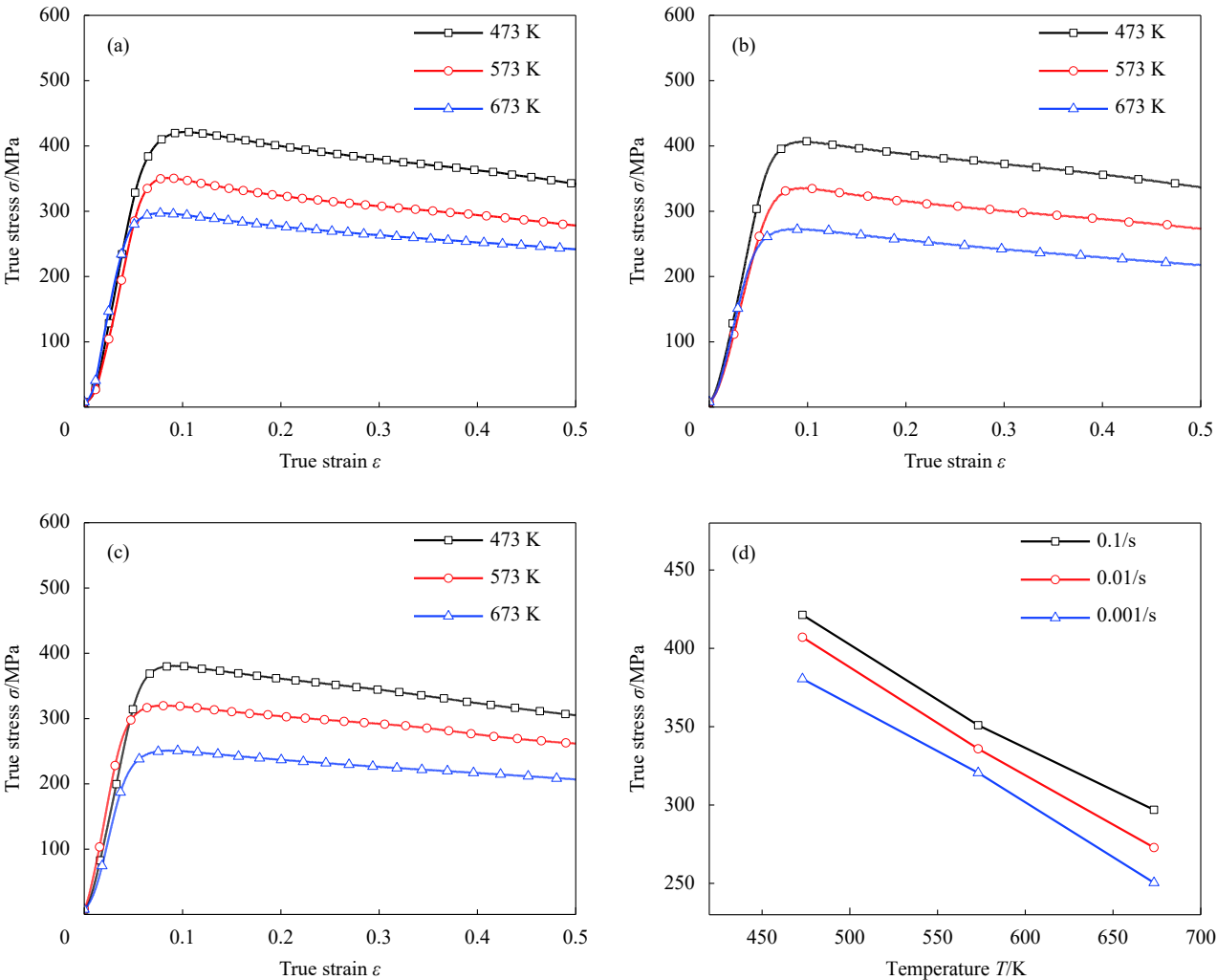


图5 20vol% 纳米 Al₂O₃/Al 复合材料不同温度和应变速率下高温压缩性能: (a) 应变速率为 0.1/s; (b) 应变速率为 0.01/s; (c) 应变速率为 0.001/s; (d) 峰值应力对比

Fig. 5 High temperature compressive properties of 20vol% nano-Al₂O₃/Al composites under different temperatures and strain rates conditions: (a) Strain rate of 0.1/s; (b) Strain rate of 0.01/s; (c) Strain rate of 0.001/s; (d) Comparison of peak stress

料的一种有效策略。

2.3 20vol% 纳米 Al₂O₃/Al 复合材料流变应力方程

颗粒增强金属基复合材料的热变形行为在整个应力范围内可利用双曲正弦 Arrhenius 方程^[22]进行描述, 该方程认为应变速率受到热激活过程控制, 不仅可以建立应变速率 $\dot{\varepsilon}$ 与流变应力 σ 、变形温度 T 的函数关系, 而且可以计算与变形相关的物理参数(如应力指数 n 和变形激活能 Q)来推断相应的变形机制, 如下所示^[22]:

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

其中: A 为与温度无关的材料常数; R 为理想气体常数; α 为温度补偿应变速率和流变应力之间的相关性由幂函数转变为指数函数时对应的流变应力的倒数, 据此根据应力水平的高低可将式(1)

改写为^[23]

低应力水平 ($\alpha\sigma < 0.8$) 时,

$$\dot{\varepsilon} = A_1 \sigma^{n_1} \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (2)$$

高应力水平 ($\alpha\sigma > 1.2$) 时,

$$\dot{\varepsilon} = A_2 e^{(\beta\sigma)} \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (3)$$

其中, A_1 、 A_2 、 n_1 和 β 均为与温度无关的常数, 且 $\alpha = \beta/n_1$ 。

对式(2)和式(3)两边取对数可得:

$$\ln\dot{\varepsilon} = B + n_1 \ln\sigma \quad (4)$$

$$\ln\dot{\varepsilon} = C + \beta\sigma \quad (5)$$

其中, B 和 C 只与温度有关。

根据式(4)和式(5), 取应变为 0.1 时的流变应力, 分别绘制 $\ln\dot{\varepsilon}$ - $\ln\sigma$ 和 $\ln\dot{\varepsilon}$ - σ 关系图, 如图 7(a)和

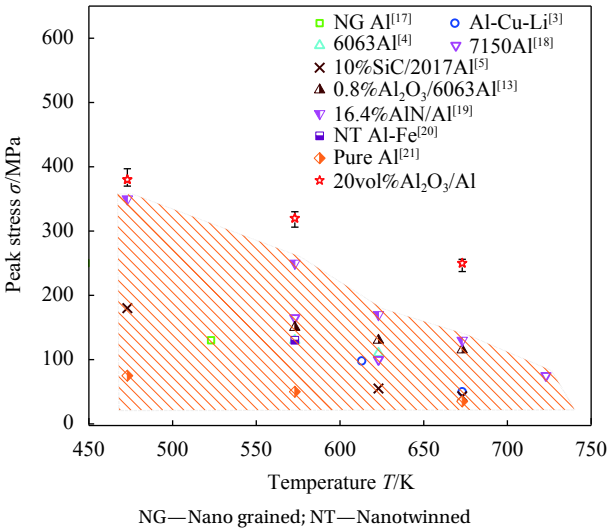
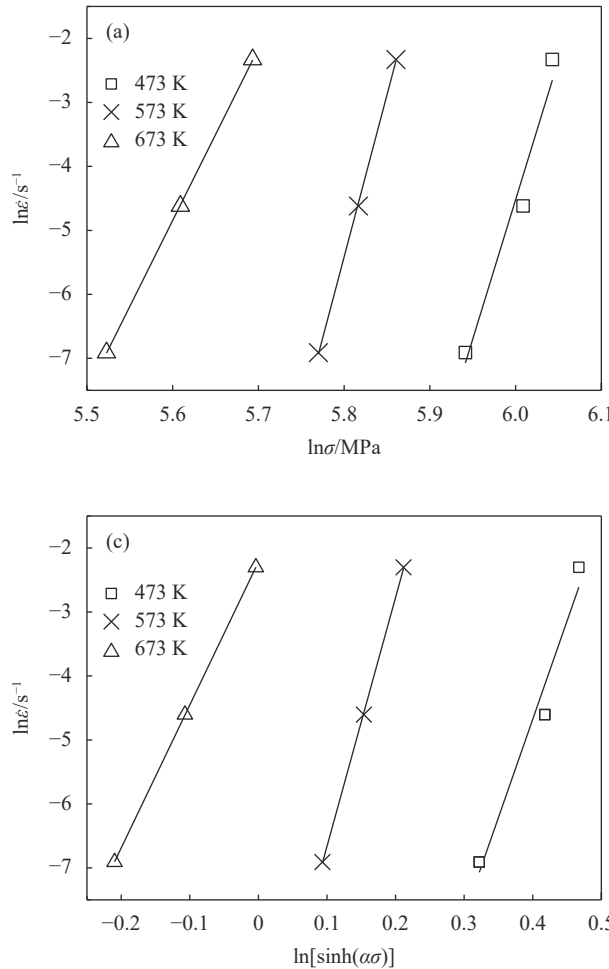


图 6 20vol% 纳米 Al₂O₃/Al 复合材料与传统铝基材料高温压缩性能对比
Fig. 6 Comparison of high temperature compressive properties between 20vol% nano-Al₂O₃/Al composites and traditional aluminum-based materials



$\dot{\epsilon}$ —Strain rate; α —Material constant; σ —Stress; T —Temperature

图 7 20vol% 纳米 Al₂O₃/Al 复合材料流变应力方程拟合关系图

Fig. 7 Fitting diagram of flow stress equations of 20vol% nano-Al₂O₃/Al composite

图 7(b) 所示, 对其进行线性拟合可求得直线斜率并计算平均值, 即可求得 n_1 和 β 分别为 40.57 和 0.12, 进而可求得 α 为 0.003/MPa。

假设变形激活能与温度无关, 在恒定温度时, 对式 (1) 两边取对数可得:

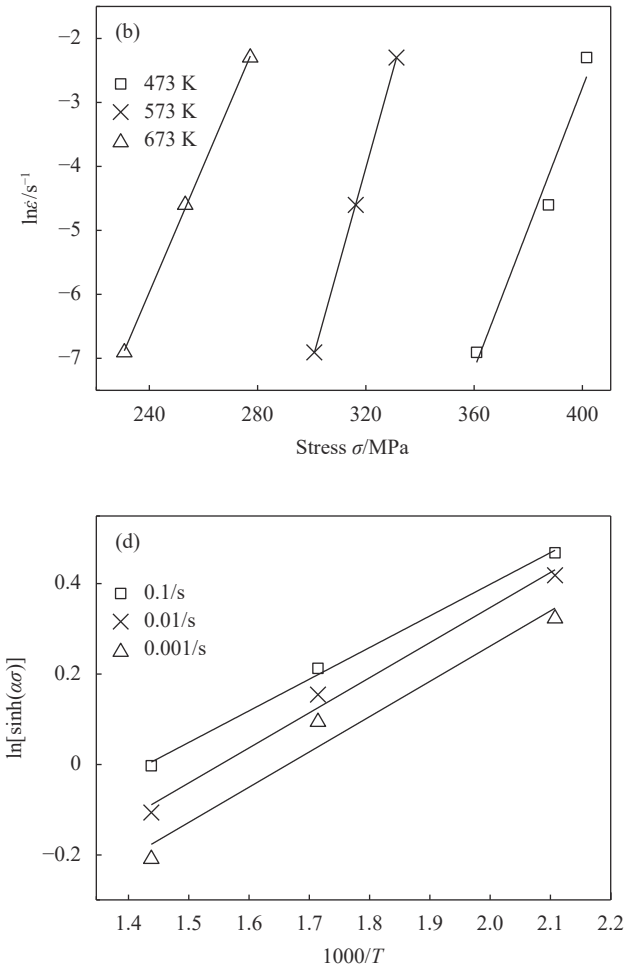
$$\ln \dot{\epsilon} = \ln A + n \ln [\sinh (\alpha \sigma)] - Q / R T \quad (6)$$

根据式 (6) 绘制 $\ln \dot{\epsilon}-\ln [\sinh (\alpha \sigma)]$ 关系图, 如图 7(c) 所示, 对其进行线性拟合求得直线斜率即为应力指数 $n=30.65$ 。

Zener 和 Hollomon 提出了应变速率和温度对变形过程的综合作用可以用温度补偿参数 Z 表示, 即 Zener-Hollomon 参数^[22]:

$$Z=\dot{\epsilon} \exp (Q / R T)=A[\sinh (\alpha \sigma)]^n \quad (7)$$

假设变形激活能在某一特定温度范围内基本保持不变, 在恒定应变速率下, 对式 (7) 两边取对数可得:



$$\ln[\sinh(\alpha\sigma)] = A_3 + D1000/T \tag{8}$$

式中， A_3 和 D 都是常数。

根据式 (8) 绘制 $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ - $1000/T$ 关系图，如图 7(d) 所示，对其进行线性拟合求得直线斜率记为 $k=0.8$ 。

复合材料变形时的平均激活能 Q 可通过对式 (1) 求微分得到：

$$Q = R \left\{ \frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial \ln [\sinh(\alpha\sigma)]} \right\}_T \left\{ \frac{\partial \ln [\sinh(\alpha\sigma)]}{\partial (1/T)} \right\}_{\dot{\epsilon}} \tag{9}$$

其中，右边括号中的两项分别为 $\ln \dot{\epsilon}$ - $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ 关系图 (图 7(c)) 和 $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ - $1000/T$ 关系图 (图 7(d)) 中的斜率，由此可以计算出 $Q=204.02$ kJ/mol，远大于铝的自扩散激活能 (144 kJ/mol)。

对式 (7) 两边取对数可得：

$$\ln Z = \ln A + n \ln [\sinh(\alpha\sigma)] \tag{10}$$

将应变速率、温度和变形激活能依次代入式 (7) 中可求得不同应变速率和温度下的 Z 值，进而绘制 $\ln Z$ - $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ 关系图，如图 8 所示，对其进行线性拟合，线性相关系数为 0.98，说明该复合材料的高温流变行为受热激活控制，可以用含有 Z 参数的双曲正弦函数来描述。线性拟合后求得的直线斜率为名义应力指数 n ， $n=30$ ，其截距为 $\ln A$ ， $A=1.1 \times 10^{15}$ 。

将式 (7) 代入式 (1)，可推导出流变应力关于 Z 参数的方程为

$$\sigma = \frac{1}{\alpha} \ln \left\{ \left(\frac{Z}{A} \right)^{1/n} + \left[\left(\frac{Z}{A} \right)^{2/n} + 1 \right]^{1/2} \right\} \tag{11}$$

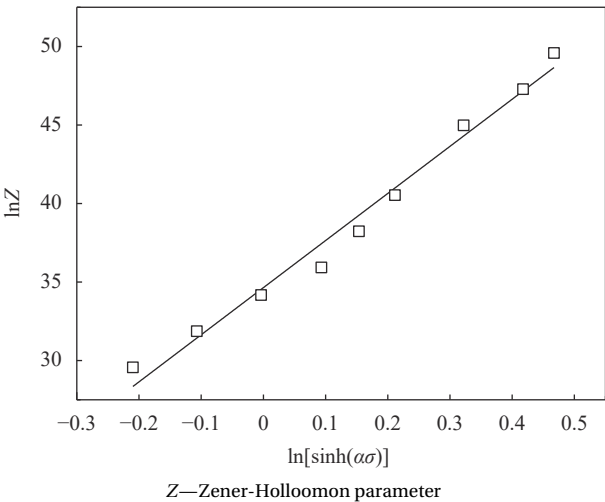


图 8 20vol% 纳米 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ 复合材料 $\ln Z$ - $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ 拟合图
Fig. 8 Fitted curve between $\ln Z$ and $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ of 20vol% nano- $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ composite

将求得的各项参数代入上式中，可得到该复合材料的流变应力方程为

$$\sigma = 333.3 \ln \left\{ \left(\frac{Z}{1.1 \times 10^{15}} \right)^{1/30} + \left[\left(\frac{Z}{1.1 \times 10^{15}} \right)^{2/30} + 1 \right]^{1/2} \right\} \tag{12}$$

其中， $Z = \dot{\epsilon} \exp \left(\frac{204020}{RT} \right)$ 。

通过以上分析可以发现，该复合材料具有较大的名义应力指数和表观激活能，这与其他纳米颗粒增强铝基复合材料 [23-24] 的相关结果一致，名义应力指数和表观激活能增大意味着复合材料在变形过程中变形抗力增大，可归因于门槛应力的存在。复合材料中存在增强相或晶界这样阻碍位错运动的障碍物，在变形过程中位错若要脱离这些障碍物进行运动就必须克服相应的阻力，即为门槛应力。因此门槛应力的产生往往是由于增强相或晶界与位错的相互作用 [25]：位错滑移到增强相 (Orowan 机制) 或晶界时产生的抗力，位错攀移越过增强相产生的局部攀移力，位错攀移后脱离增强相时产生的脱附力，当位错通过分解进入颗粒/基体界面并攀移所需的分解力；载荷传递效率提高也将导致门槛应力提高。

如果考虑门槛应力，则应变速率可以描述为 [26]

$$\dot{\epsilon} = A' \left(\frac{\sigma - \sigma_{th}}{G} \right)^{n'} \exp \left(- \frac{Q_C}{RT} \right) \tag{13}$$

其中： A' 是关于柏氏矢量 b 、晶粒尺寸 d 、晶粒尺寸指数 p 和扩散指前因子 D_0 的函数，在恒定条件下可以认为是一常数； σ_{th} 为门槛应力； Q_C 为有效变形激活能； G 为铝的剪切模量，随温度的变化可以表述为 [27]

$$G = G_0 - G_T T \tag{14}$$

其中： $G_0=3.022 \times 10^4 \text{ MN} \cdot \text{m}^{-2}$ ， $G_T=16.0 \text{ MN} \cdot \text{m}^{-2}$ 。由此可以求得铝在 473 K、573 K 和 673 K 时的剪切模量分别为 22.65 GPa、21.05 GPa 和 19.45 GPa。

n' 为真实应力指数，一般而言， $n'=3$ 、5 和 8 时分别表示不同的变形机制：位错滑移 [28]、位错攀移 [29] 和亚结构不变 [30]。可将相应的 n' 值代入式 (11) 中，作 Lagneborg-Bergman 图 (即 $\dot{\epsilon}^{1/n}$ - σ 曲线)，如图 9 所示，每一温度下的数据呈线性关系，线性相关系数越高，表明复合材料以相应机制发生高温变形的可能性越高。从图 9 可以求得，当 $n'=3$ 时线性相关系数在 0.72~0.93 之间，当 $n'=5$ 时

线性相关系数在 0.82~0.98 之间, 当 $n'=8$ 时线性相关系数在 0.87~0.99 之间。则 $n'=8$ 时线性拟合程度最高, 表明该复合材料在 473~673 K 的压缩变形

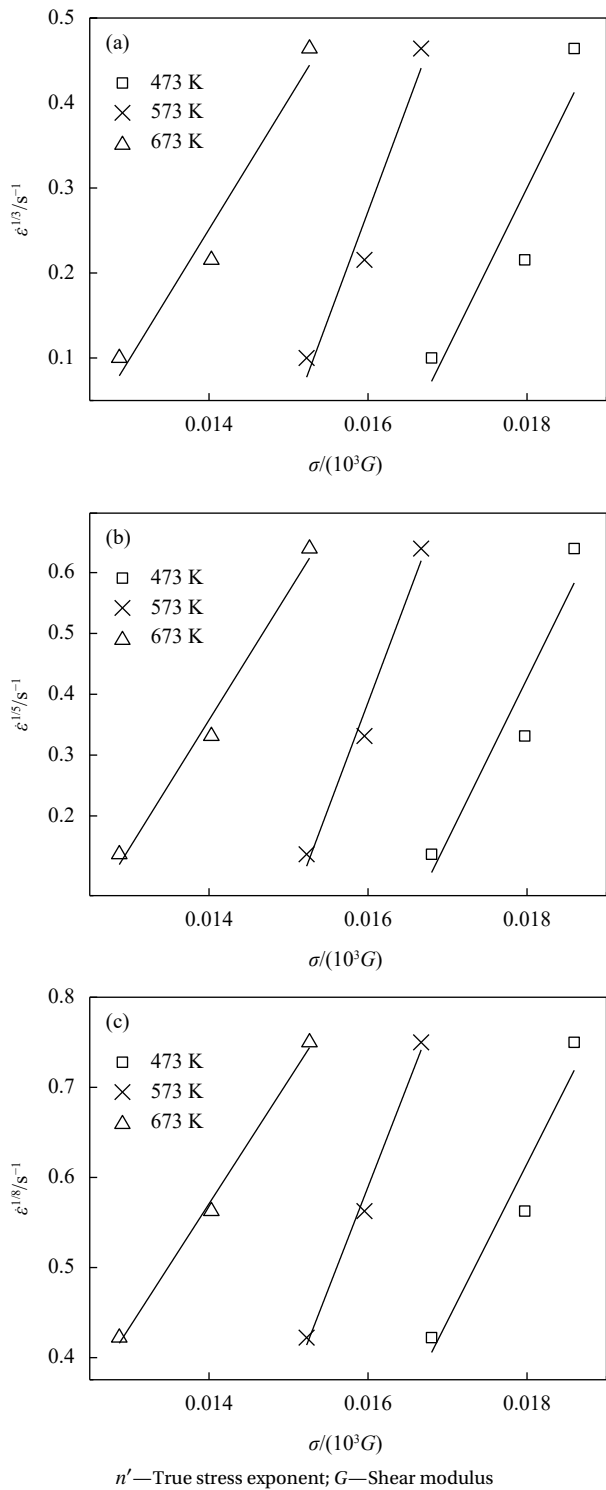


图 9 20vol% 纳米 Al₂O₃/Al 复合材料 Lagneborg-Bergman 图: (a) $n'=3$; (b) $n'=5$; (c) $n'=8$

Fig. 9 Lagneborg-Bergman diagram of 20vol% nano-Al₂O₃/Al composites: (a) $n'=3$; (b) $n'=5$; (c) $n'=8$

机制为亚结构不变, 这与部分低体积分数微米/纳米颗粒增强铝基复合材料^[31]相一致。

为验证亚结构不变模型的准确性, 对该复合材料在 673 K、0.001/s 压缩变形后的微观结构进行了表征, 如图 10 和图 11 所示。从图 10 可以看出, 铝基体晶粒尺寸在 100~700 nm, 平均 320 nm, 与变形前相比略微降低, 可认为变形前后铝基体晶粒尺寸基本不变, 即变形过程中晶界被纳米颗粒钉扎, 不会发生动态再结晶, 能够与纳米 Al₂O₃ 颗粒共同阻碍位错运动, 而纳米 Al₂O₃ 颗粒与晶界构成的微观结构特征能够在变形过程中基本不发生改变, 即为亚结构不变模型。不同的是, 在低体积分数微米/纳米颗粒增强铝基复合材料中观察到亚晶界的形成, 而本文研究的复合材料中并未观察到亚晶界, 这可能与纳米颗粒体积分数高导致颗粒间距较短, 对位错演变的影响与低体

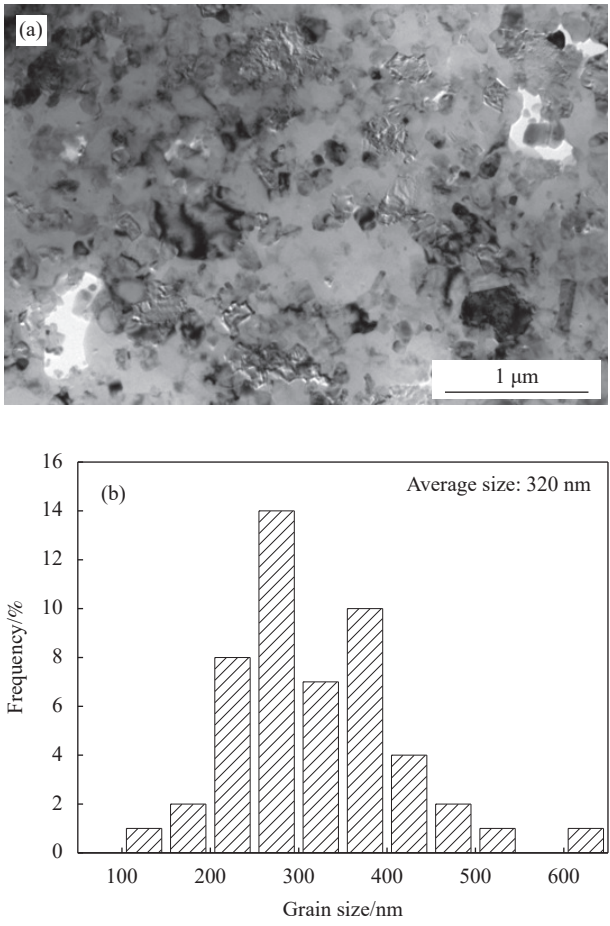


图 10 20vol% 纳米 Al₂O₃/Al 复合材料在 673 K、0.001/s 变形后的 TEM 图像 (a) 和铝基体晶粒尺寸统计图 (b)

Fig. 10 TEM images (a) and Al grain size statistics (b) of 20vol% nano-Al₂O₃/Al composites after deformation at 673 K and strain rate of 0.001/s

积分数微米/纳米颗粒不同有关。图 11(a) 为一个典型的晶带轴方向转到 [011]Al(图 11(b)) 的晶粒，其中图 11(c)、11(e) 和 11(g) 区域分别为纳米 Al₂O₃/铝基体界面、铝基体晶界和铝基体晶内，对其高分辨 TEM 图像分别进行反傅里叶变换处理可以发现，在纳米 Al₂O₃/铝基体界面和铝基体晶界处均含有高密度 (~10¹⁶/m²) 的位错，如图 11(d) 和图 11(f)

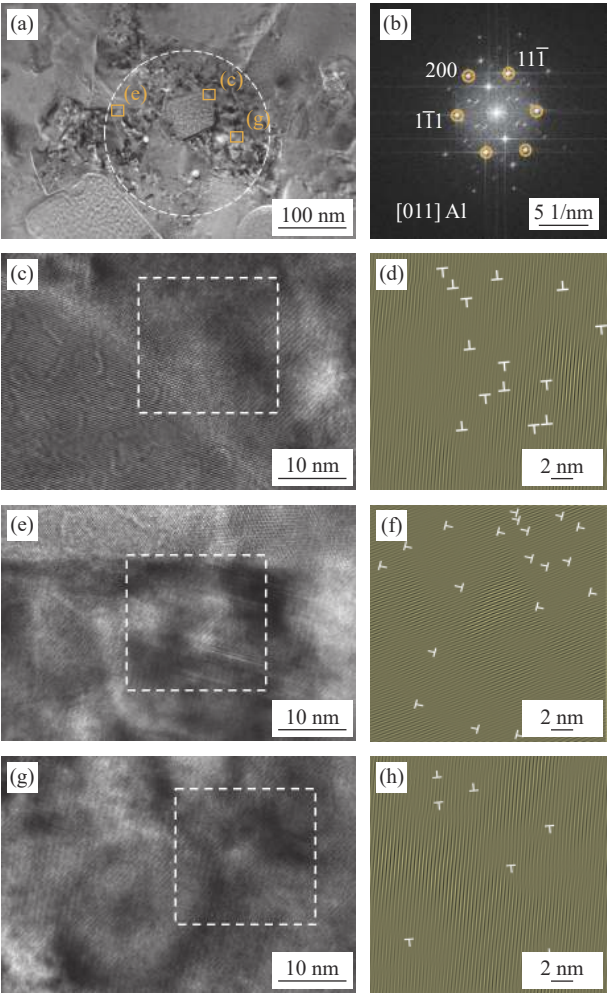


图 11 20vol% 纳米 Al₂O₃/Al 复合材料在 673 K、0.001/s 变形后的 TEM 图像和电子衍射分析结果：(a) TEM 图像；(b) 对应于图 11(a) 圆形区域的电子衍射图谱；((c)、(e)、(g)) 分别为对应于图 11(a) 圆形区域的 Al₂O₃ 颗粒/铝基体界面、铝晶界和铝晶粒内部的高分辨 TEM 图像；((d)、(f)、(h)) 分别对应于图 11(c)、图 11(e) 和图 11(g) 正方形区域的反傅里叶变换图

Fig. 11 TEM images and analysis results based on electron diffraction of 20vol% nano-Al₂O₃/Al composites after deformation at 673 K and strain rate of 0.001/s: (a) TEM image; (b) Electron diffraction pattern corresponding to circular area in Fig.11(a); ((c), (e), (g)) HRTEM images of Al₂O₃/Al interface, Al grain boundary and Al grain interior, respectively, corresponding to square areas in Fig.11(a); ((d), (f), (h)) Inverse fourier transform images corresponding to square area in Fig.11(c), Fig.11(e) and Fig.11(g), respectively

所示，从图 11(f) 还可以看到随着远离晶界，位错明显减少，另外对铝基体晶内(图 11(g)) 进行反傅里叶变换处理也可发现，相比纳米 Al₂O₃/铝基体界面和铝基体晶界，晶内位错明显减少，如图 11(h) 所示。这说明纳米 Al₂O₃/铝基体界面和铝基体晶界在变形过程中对位错具有强烈的阻碍作用，而晶内位错有可能相互作用发生湮灭，导致数量减少。

图 9(c) 中拟合直线与 X 轴的截距即为 σ_{th}/G ，由此可计算得到温度为 473 K、573 K 和 673 K 时的门槛应力 σ_{th} 分别为 328.4 MPa、282.1 MPa 和 190.6 MPa，这远高于传统的微米颗粒或低体积分数的纳米颗粒增强铝基复合材料的门槛应力(约几十 MPa)，说明提高纳米颗粒体积分数能够显著提高复合材料的高温变形抗力，可能是由于：(1) 高体积分数的纳米颗粒能够减弱动态回复和抑制动态再结晶，阻碍晶粒长大，如图 10 所示，使复合材料具有高的组织热稳定性；(2) 纳米颗粒及被钉扎的晶界能够有效阻碍位错滑移，如图 11(d) 和图 11(f) 所示，从而提高位错越过纳米颗粒/晶界等障碍物所需克服的阻力；(3) 随着纳米颗粒体积分数增大，铝基体被分散为更小的区域，这将缩短位错运动路径阻碍位错滑移及原子长程扩散能力，从而有效抑制位错攀移；(4) 纳米颗粒体积分数高于临界值(即颗粒间距小于某一临界值)时，由于纳米颗粒/基体热/弹性失配形成的几何必需位错发生异号相消^[16]，从而释放界面应力集中，纳米颗粒与铝基体间形成强的界面结合，如图 4(d) 所示，抑制界面脱粘，加之高体积分数的纳米颗粒引入的界面数量提高，将显著提高载荷传递效率。将门槛应力 σ_{th} 、真实应力指数 n' 、应变速率 $\dot{\epsilon}$ 和相应的流变应力 σ 代入式 (13) 中可以求得有效变形激活能 Q_C 为 142.5 kJ/mol，与铝的自扩散激活能相近。该激活能反映的是材料在克服门槛应力后真正发生变形时的难易程度。考虑到该激活能是一个平均结果，是多种变形机制的综合反映，再结合表征结果(图 10 和图 11) 和如此高的门槛应力，该复合材料的变形依然由纳米颗粒和铝基体晶界对位错运动的阻碍主导，强的阻碍作用使变形激活能提高到接近自扩散激活能，另外基于扩散的变形机制如位错攀移在变形过程中也起到一定作用。

3 结论

(1) 采用高能球磨结合真空热压烧结工艺可将

体积分数高达 20vol% 的纳米 Al_2O_3 颗粒均匀分散于超细晶铝基体中, 制备的 20vol% 纳米 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ 复合材料具有比传统铝基材料更高的高温压缩强度: 应变速率为 0.001/s 时, 473 K 时为 380 MPa, 即使 673 K 时依然高达 250 MPa。

(2) 20vol% 纳米 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ 复合材料的高温压缩强度随着变形温度的增大而降低, 随着应变速率的增大而增大。

(3) 高体积分数 (20vol%) 纳米颗粒能够有效钉扎铝基体晶界并与之形成强的界面结合, 而且与铝基体晶界能够在变形过程中有效阻碍位错运动, 从而显著提高铝基复合材料热变形时的门槛应力, 使复合材料具有高的变形抗力; 20vol% 纳米 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ 复合材料的真实应力指数为 8, 有效变形激活能为 142.5 kJ/mol, 并且铝基体晶粒尺寸在变形前后基本保持不变, 其热变形过程可通过亚结构不变模型来解释。

参考文献:

- [1] 高一涵, 刘刚, 孙军. 耐热铝基合金研究进展: 微观组织设计与析出策略[J]. *金属学报*, 2021, 57(2): 129-149.
GAO Yihan, LIU Gang, SUN Jun. Recent progress in high-temperature resistant aluminum-based alloys: Microstructural design and precipitation strategy[J]. *Acta Metallurgica Sinica*, 2021, 57(2): 129-149(in Chinese).
- [2] GENG R, QIU F, JIANG Q C. Reinforcement in Al matrix composites: A review of strengthening behavior of nano-sized particles[J]. *Advanced Engineering Materials*, 2018, 20(9): 1701089.
- [3] SHEN B, DENG L, WANG X Y. A new dynamic recrystallisation model of an extruded Al-Cu-Li alloy during high-temperature deformation[J]. *Materials Science & Engineering A*, 2015, 625: 288-295.
- [4] ASGHARZADEH H, SIMCHI A, KIM H S. High-temperature deformation and structural restoration of a nanostructured Al alloy[J]. *Scripta Materialia*, 2012, 66(11): 911-914.
- [5] SERAJZADEH S, MOTLAGHS S, MIRBAGHERI S M H, et al. Deformation behavior of AA2017-SiCp in warm and hot deformation regions[J]. *Materials and Design*, 2015, 67: 318-323.
- [6] HAN B Q, LAVERNIA E J. High-temperature behavior of a cryomilled ultrafine-grained Al-7.5%Mg alloy[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2005, 410: 417-421.
- [7] OÑORO J. High-temperature mechanical properties of aluminum alloys reinforced with titanium diboride (TiB_2) particles[J]. *Rare Metals*, 2011, 30(2): 200-205.
- [8] ASGHARZADEH H, SIMCHI A, KIM H S. Hot deformation of ultrafine-grained Al6063/ Al_2O_3 nanocomposites[J]. *Journal of Materials Science*, 2011, 46(14): 4994-5001.
- [9] SAKAMOTO T, KUKEYA S, OHFUJI H. Microstructure and room and high temperature mechanical properties of ultrafine structured Al-5wt% Y_2O_3 and Al-5wt% La_2O_3 nanocomposites fabricated by mechanical alloying and hot pressing[J]. *Materials Science & Engineering A*, 2019, 748: 428-433.
- [10] RAZAVI-HESABI Z, SANJARI M, SIMCHI A, et al. Effect of alumina nanoparticles on hot strength and deformation behavior of Al-5vol% Al_2O_3 nanocomposite: Experimental study and modelling[J]. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, 2010, 10(4): 2641-2645.
- [11] WANG L, QIU F, ZHAO Q L, et al. Simultaneously increasing the elevated-temperature tensile strength and plasticity of in situ nano-sized $\text{TiC}_x/\text{Al-Cu-Mg}$ composites[J]. *Materials Characterization*, 2017, 125: 7-12.
- [12] ZHOU Y T, ZAN Y N, ZHENG S J, et al. Thermally stable microstructures and mechanical properties of $\text{B}_4\text{C-Al}$ composite with in-situ formed $\text{Mg}(\text{Al})\text{B}_2$ [J]. *Journal of Materials Science & Technology*, 2019, 35(9): 1825-1830.
- [13] ASGHARZADEH H, KIM H S, SIMCHI A. Microstructure, strengthening mechanisms and hot deformation behavior of an oxide-dispersion strengthened UFG Al6063 alloy[J]. *Materials Characterization*, 2013, 75: 108-114.
- [14] ZHAO K, TANG D, LIU J L, et al. Structural evolution during mechanical milling of bimodal-sized Al_2O_3 particles reinforced aluminum matrix composite[J]. *Acta Metallurgica Sinica*, 2018, 31(4): 423-430.
- [15] LIU J L, HUANG X Y, ZHAO K, et al. Effect of reinforcement particle size on quasistatic and dynamic mechanical properties of Al- Al_2O_3 composites[J]. *Journal of Alloys & Compounds*, 2019, 797: 1367-1371.
- [16] ZHAO K, DUAN Z Y, LIU J L, et al. Strengthening mechanisms of 15vol% Al_2O_3 nanoparticles reinforced aluminum matrix nanocomposite fabricated by high energy ball milling and vacuum hot pressing[J]. *Acta Metallurgica Sinica (English Letters)*, 2021, 35(6): 915-921.
- [17] FARROKH B, KHAN A S. Grain size, strain rate, and temperature dependence of flow stress in ultra-fine grained and nanocrystalline Cu and Al: Synthesis, experiment, and constitutive modeling[J]. *International Journal of Plasticity*, 2009, 25(5): 715-732.
- [18] JIN N P, ZHANG H, HAN Y, et al. Hot deformation behavior of 7150 aluminum alloy during compression at elevated temperature[J]. *Materials Characterization*, 2009, 60(6): 530-536.
- [19] MA X, ZHAO Y F, TIAN W J, et al. A novel Al matrix compo-

- site reinforced by nano-AlNp network[J]. [Scientific Reports](#), 2016, 6(1): 34919.
- [20] LI Q, CHO J, XUE S C, et al. High temperature thermal and mechanical stability of high-strength nanotwinned Al alloys[J]. [Acta Materialia](#), 2019, 165: 142-152.
- [21] ZHAO K, ZHU X X, LIU J L, et al. Superb high-temperature strength of aluminum-based nanocomposite with supranano stacking faults/twins[J]. [Composites Communications](#), 2021, 25: 100753.
- [22] SELLARS C M, MCPEGART W J. On the mechanism of hot deformation[J]. [Acta Metallurgica](#), 1966, 14(9): 1136-1138.
- [23] SENTHILKUMAR V, BALAJI A, NARAYANASAMY R. Analysis of hot deformation behavior of Al5083-TiC nanocomposite using constitutive and dynamic material models[J]. [Materials and Design](#), 2012, 37: 102-110.
- [24] KAI X Z, ZHAO Y T, WANG A D, et al. Hot deformation behavior of in situ nano ZrB₂ reinforced 2024Al matrix composite[J]. [Composites Science and Technology](#), 2015, 116: 1-8.
- [25] LIN Z, LI Y, MOHAMED F A. Creep and substructure in 5vol%SiC-2124Al composite[J]. [Materials Science & Engineering A](#), 2002, 332(1-2): 330-342.
- [26] MA Z Y, TJONG S C. Creep deformation characteristics of discontinuously reinforced aluminium-matrix composites[J]. [Composites Science & Technology](#), 2001, 61(5): 771-786.
- [27] MOHAMED F A, LANGDON T G. Deformation mechanism maps based on grain size[J]. [Metallurgical Transactions](#), 1974, 5(11): 2339-2345.
- [28] MOHAMED F A, LANGDON T G. The transition from dislocation climb to viscous glide in creep of solid solution alloys[J]. [Acta Metallurgica](#), 1974, 22(6): 779-788.
- [29] WEERTMAN J. Steady-state creep through dislocation climb[J]. [Journal of Applied Physics](#), 1957, 28(3): 362-364.
- [30] SHERBY O D, KLUNDT R H, MILLER A K. Flow stress, subgrain size, and subgrain stability at elevated temperature[J]. [Metallurgical Transactions A](#), 1977, 8(6): 843-850.
- [31] GONG D, JIANG L T, GUAN J T, et al. Stable second phase: The key to high-temperature creep performance of particle reinforced aluminum matrix composite[J]. [Materials Science & Engineering A](#), 2020, 770: 138551.