

文章编号: 1000-6893(2000)06-0571-04

## SiCp/A1 复合材料界面控制与评价新方法

崔岩<sup>1</sup>, 史文方<sup>2</sup>

(1. 北京航空材料研究院 先进复合材料国防科技重点实验室, 北京 100095)

(2. 中国有色金属工业技术开发交流中心, 北京 100814)

### NEW METHOD TO CONTROL AND EVALUATE THE INTERFACE OF SiCp/A1 COMPOSITES

CU I Yan<sup>1</sup>, SH I W en-fang<sup>2</sup>

(1. National Key Lab. of Advanced Composite, Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China)

(2. China Nonferrous Metals Industry's Technical Development and Exchange Center, Beijing 100814, China)

**摘要:** 尝试了一种控制 SiCp/A1 复合材料界面状态与性能的新途径, 并首次应用声发射检测技术及其信号的小波分析新方法对控制效果进行了系统地评价。结果表明: 界面控制新方法的采用, 使 SiCp/A1 复合材料损伤、断裂过程中的 SiC 颗粒拔出模式发生了转变, 进而显著提高了材料的整体力学性能; 小波分析特别适合于提取此类复合材料断裂所致声发射信号的深层特征, 并可望成为反映颗粒增强金属基复合材料界面区力学行为、评价其界面性能的有效手段。

**关键词:** SiCp/A1 复合材料; 界面控制; 界面性能; 声发射; 小波分析

**中图分类号:** V 258 **文献标识码:** A

**Abstract:** A new approach to control the interfacial states and properties of SiCp/A1 composites has been attempted. The controlling effect of the interface has been systematically evaluated by using acoustic emission (AE) detection technique and novel wavelet analysis method of AE signals for the first time. The results show that the initial use of the above new method for controlling interface leads to a dramatic transition of SiC particulate pulling out mode during the process of damage or fracture of SiCp/A1 composites, which in turn significantly improves the overall mechanical properties of SiCp/A1 composites. Wavelet analysis of AE signals promises to be developed as an effective means to reflect interface zone mechanical behaviour and evaluate interface properties of particle reinforced MMCs. As a result, the new signal processing method is specially suitable for extracting the intrinsic features of AE signals produced by the fracture behavior of this class of composites.

**Key words:** SiCp/A1 composites; interfacial control; interfacial property; AE; wavelet analysis

界面效应的存在, 既可使界面成为复合材料的薄弱环节, 影响其性能潜力的发挥; 同时, 也为开展微观结构理论指导下的复合材料优化设计提供了广阔的途径。为此, 深入开展界面优化控制工作, 则成为获得高性能复合材料并拓宽其应用领域的重要手段<sup>[1~3]</sup>。已往的界面优化控制及界面力学性能测试工作多局限于以长纤维作为增强体的复合材料<sup>[4~6]</sup>, 而对于颗粒增强铝基复合材料, 界面控制工作却开展得很少, 且无统一的结论<sup>[2,7]</sup>。由于陶瓷颗粒在形状与尺度上的特殊性, 目前尚无可原位表征实际载荷状态下真实颗粒增强铝基复合材料(而非模型材料)界面力学性能

进而评价界面控制效果的有效技术方法。

为此, 提出一种适于 SiCp/A1 复合材料界面及整体力学性能优化控制的新工艺, 并首次采用声发射信号小波分析技术, 原位研究仅界面状态与界面性能有所不同的两种复合材料在断裂过程中的微观层次上的行为特征, 进而描述和区分这两种材料各自对应的界面区力学行为模式, 以评价其界面力学性能。

### 1 实验方法

实验材料分为 2 种, 基体均选用 6061A1 合金。为提高复合材料单位体积内的界面总面积, 突出界面效应, 选择小粒径、高体积分数的实验方案, 即碳化硅名义粒度为 3.5 μm, 其在复合材料中所占体积分数为 45%。2 种材料的区别仅在于复合前的碳化硅颗粒表面状态, 分别为原始态和

收稿日期: 1999-08-26; 修订日期: 1999-11-15  
基金项目: 航空科学基金(99G21007), 先进复合材料国防科技重点实验室基金资助项目  
文章网址: <http://www.hkxb.net.cn/hkxb/2000/06/0571/>

酸洗处理态(浓度为 10% 的氢氟酸 60 下 2h 的浸泡), 然后分别在完全相同的工艺条件下用液态金属浸渗法制备成 SiCp/A1 复合材料, 详细工艺过程、工艺参数及 2 种材料各自对应的界面微观特征详见文献[8]。

在 Instron-1186 型万能电子拉伸机上对材料的弯曲性能(三点弯曲)进行了测试, 十字头位移速度 0.02mm/min, 并使用应变计和应变仪测试绘制了复合材料弯曲全过程的应力-应变曲线。

为揭示通过界面状态控制改善复合材料力学性能的微观机制, 并进而评价控制效果, 将对上述 2 种材料各自对应的界面进行力学性能表征。然而, 目前尚缺乏适于包括 SiCp/A1 在内的非连续增强金属基复合材料的界面力学性能表征技术。鉴于直接测量的技术难度, 由界面强度绝对值的测定转向研究材料微观断裂机制、描述界面区(包括近界面基体)力学行为, 进而评价界面力学性能, 这无疑是一种更为实用的变通方法。而常用的微观断裂机制研究手段各有缺陷: 断口形貌分析不具有实时性并难以得出统计规律; 裂纹扩展过程的 SEM 原位观察只能得到试样表面的信息; TEM 原位观察又因试样所处的复杂的平面应力状态而易造成混淆。而若采用声发射检测技术来揭示断裂机制, 不仅具有很好的实时性, 而且信号来自整个试样(包括内部), 故得到的结论将更具代表性, 更为可靠。所以, 对材料弯曲性能测试的全过程实施了声发射(AE)检测。

尽管在检测到的原始 AE 信号中, 必然包含界面区力学行为(特别是断裂行为)所对应的信号成分, 但未经适当处理前却很难将其本质特征提取出来。本文则摒弃了传统的只适于稳态信号、频率分辨率低且难以作局部信号分析的信号处理方法——Fourier 变换, 首次引入既保持 Fourier 变换的优点又能弥补其不足的新方法——小波分析技术, 来处理断裂时刻所对应的瞬态非平稳信号, 提取其深层特征, 进而评价界面力学性能。小波变换具有良好的时-频局部化特性, 要比 Wigner 分布及加窗 Fourier 变换在频域上分辨率高得多, 尤其是基于小波变换上的小波包方法(如正交小波包), 因其具有对信号的自适应性, 能够根据信号的特性, 自动选取不同的时-频分辨率, 更是处理瞬态非平稳信号的有效手段<sup>[9]</sup>。

为配合声发射信号的解释与分析, 还在 S-570 扫描电镜上分别对上述 2 种复合材料的 3 点弯曲试样在承载过程中表面的裂纹萌生、扩展规

律进行了原位动态观察, 并且还还对宏观弯曲性能测试试样的断口进行了形貌特征分析。

## 2 结果与分析

界面控制前后复合材料制备状态的弯曲性能测试结果见表 1。由表 1 可看出, 虽然 2 种复合材料仅因颗粒表面状态的区别而使界面结合状态略有不同, 但两者整体力学性能的差异却达到显著的程度: 与未经处理的原始态颗粒为增强体的复合材料相比, 酸洗颗粒增强的复合材料其力学性能有明显改善, 特别是抗弯强度提高了 20%。

表 1 不同界面状态的 SiCp/A1 复合材料的弯曲性能

弯曲性能	$\sigma_s/\text{MPa}$	$E/\text{GPa}$	$\epsilon_f/\%$
含原始态 SiC	497.8 ± 7.2	161.4 ± 2.0	0.71 ± 0.03
含酸洗 SiC	590.7 ± 4.2	168.8 ± 3.0	0.86 ± 0.03

为解释性能差异产生的原因, 揭示断裂微观机制, 表征界面力学行为, 首先分析上述 2 种材料弯曲断裂时所对应的 AE 信号。图 1 为此时的 AE

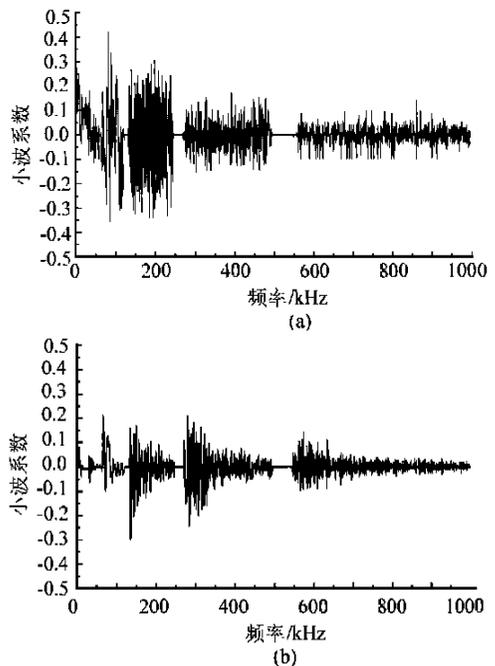


图 1 SiCp/A1 复合材料断裂所致 AE 信号经正交小波包处理后的波形

(a) 含原始态 SiC 颗粒; (b) 含酸洗处理的 SiC 颗粒信号经正交小波包处理后的波形。由图可见: 2 种仅是界面状态有所不同的铝基复合材料, 断裂时对应的 AE 信号经正交小波包处理后它们的波形及幅值却有显著差异, 尤其在每一个频带的高频部分, 小波系数的差别可达数十倍。尽管与原始态颗粒增强的复合材料相比, 酸洗态颗粒增强的复

合材料断裂时刻对应着更高的应力、应变水平,但其AE信号的小波系数却明显比前者小。究其原因,首先要从对声发射信号的小波包处理结果的合理解释入手。已有的研究表明<sup>[10]</sup>, SiCp/A1 复合材料承载过程中产生的AE信号共有3个主要来源: 颗粒断裂、界面脱粘、基体变形或开裂。同裂纹扩展速率较低的韧性材料(如铝合金)相比,具有较高裂纹扩展速率的脆性材料(如SiC)断裂时所产生的AE信号要强得多。而SiC-A1界面断裂韧性( $K_{IC}$ )与SiC本身接近,均远小于Al的 $K_{IC}$ 值(作者所进行的模型材料测试结果也证实了这一点,界面SiC及铸态6061Al的 $K_{IC}$ 分别为5, 3和 $25\text{MPa}\cdot\text{m}^{-1/2}$ )。因此,与颗粒断裂的性质类似,界面脱粘也属典型的脆性行为,也将对应着较高的能量释放率,产生远强于Al变形与开裂的AE信号。在与复合材料相同的测试条件下,铸态基体合金开裂所致AE信号经正交小波包处理后的波形如图2所示。

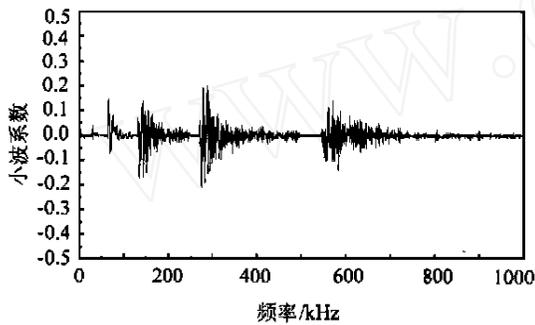


图2 基体铝合金断裂所致AE信号经正交小波包处理后的波形

由图2可见, AE信号与复合材料的情况有相似之处,也具有宽谱特征,但在每一个频带中,信号随频率的升高衰减很快,即较强的信号主要集中于每一个频带中的低频段。这与前面根据断裂韧性预测的结果是吻合的。既然如此,图1(a)中每个频带内的高频强信号必为颗粒断裂或界面脱粘所产生。

而SEM动态观察证实(图3), 本文研究的两种材料情况类似: 裂纹的萌生及扩展主要发生在颗粒周围, 只有比例很少的尺寸超常的大颗粒才被裂纹所穿过(即颗粒断裂), 这对小颗粒增强铝基复合材料而言, 已是人们所熟知的现象。

因此可以断定, 对2种材料来说, 界面(包括近界面)失效都是主要断裂模式, 而极少发生颗粒断裂现象。综合上述分析, 图1所表明的深层意义是: 2种材料的界面失效具体方式有所不同, 即在

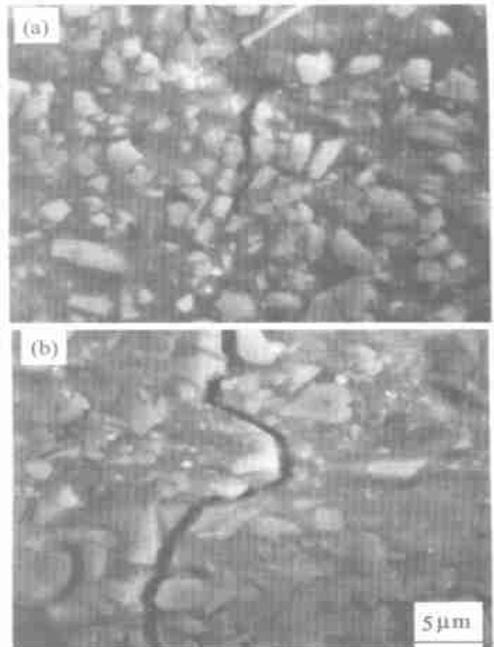


图3 复合材料试样表面裂纹与颗粒相互作用关系

(a) 含原始态SiC颗粒; (b) 含酸洗处理的SiC颗粒

原始态颗粒增强的复合材料中是以刚好沿着界面发生的纯粹界面脱开为主要模式, 该脆性行为对应强的AE信号; 对酸洗颗粒增强的复合材料而言, 则以近界面基体处的变形、开裂为主要模式(当然也包括部分与前者相同的界面开裂现象), 对应弱的AE信号, 尤其是在每个频带的高频部分。于是就造成图1中(a), (b)信号幅值、波形的显著差异。该结论从断口观察中也可找到证据(见图4), 即原始态颗粒有较多的裸露现象; 而酸洗

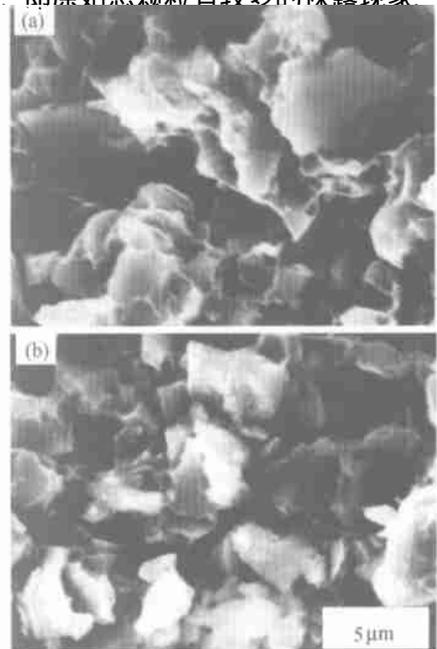


图4 复合材料断口形貌

(a) 含原始态SiC颗粒; (b) 含酸洗处理的SiC颗粒

颗粒表面往往粘有一些基体(并为SEM的能谱分析所证实)。SEM观察到的现象尽管不具有统计性和代表性,但对AE信号小波分析的结果起到了辅助证明的作用。

基于上述分析,就可得出2种不同的界面状态影响界面乃至复合材料整体的力学性能的机制,亦即本文所提出的新工艺方法能够产生界面控制效果的机理:同原始碳化硅颗粒相比,酸洗态碳化硅颗粒与铝基体之间有着更强的结合,从而使复合材料整体力学性能得到显著改善。

### 3 结论

(1) 结合液态金属浸渗制备工艺,通过碳化硅颗粒的酸洗预处理成功地实现了SiCp/Al复合材料界面的状态和力学行为的优化、控制,并显著改善了该种材料的整体力学性能。

(2) 界面状态的优化使得以沿着界面发生的纯粹界面脱粘为主的断裂机制发生转变,而成为以近界面处基体经剪切变形后失效为主的新型的颗粒拔出模式,这是界面控制能够提高材料整体性能的内在机制。

(3) 声发射行为的小波分析技术能够描述和区分SiCp/Al复合材料承载及断裂过程中的界面区力学行为,若经进一步完善和发展,可望成为评价此类材料界面性能的简单、有效的新方法。

### 参 考 文 献

- [1] 张国定 金属基复合材料界面问题[A]. 见:张志民主编 第九届全国复合材料学术会议论文集[C]. 北京:世界图书出版公司,1996 555~ 561.
- [2] Ribes H, Da Silvo R, Suery M, *et al*. Effect of interfacial oxide layer in Al-SiC particle composites on bond strength

and mechanical behaviour[J]. Mater Sci Technol, 1990, 6(7): 621~ 628

- [3] Vedani M, Gariboldi E, Silva G, *et al*. Influence of interface properties on mechanical behaviour of particle reinforced metal matrix composite [J]. Mater Sci Technol, 1994, 10(2): 132~ 140
- [4] PARK Joung-Man, SON Bong-Jin, LEE Joonflyun. Analysis of interfacial shear strength and micro-failure mechanism of SiC fiber reinforced aluminum composites using SFC and acoustic emission techniques [A]. In: HU I David ed. Third International Conference on Composites Engineering[C]. New Orleans, 1996 663
- [5] 朱祖铭,石南林,王中光,等. 声发射方法测定SiCf/Al复合材料的界面强度[J]. 金属学报,1996,32(9): 1003~ 1008
- [6] Zhang G D, Chen R. Effect of the interfacial bonding strength on the mechanical properties of metal matrix composites[J]. Composite Interfaces, 1993, 1(4): 337~ 355
- [7] 王磊 MM的浪潮——金属基复合材料的制法、特性、行情[M]. 沈阳:东北大学出版社,1991. 58~ 64
- [8] 崔岩,耿林,姚忠凯. 轻微界面反应对SiCp/Al复合材料弹性模量的影响[J]. 复合材料学报,1998,15(1): 74~ 77
- [9] 耿中行,屈梁生. 小波包的移频算法与振动信号处理[J]. 振动工程学报,1996,9(2): 145~ 151
- [10] Mummery P M, Derby B, Scruby C B. Acoustic emission from particulate-reinforced metal matrix composites [J]. Acta Metall Mater, 1993, 41(5): 1431~ 1445

作者简介:



崔岩 博士,高级工程师。1969年生于黑龙江省伊春市,1997年毕业于哈尔滨工业大学复合材料专业,获工学博士学位,研究兴趣:金属基复合材料制备技术及其产品开发,已在该技术领域发表论文20余篇。联系电话:(010)62458002

史文方 高级工程师,主要研究领域:有色金属工业技术