

B₄C/6061Al 中子吸收材料 FSW 接头的纳米压痕和拉伸性能研究

陈洪胜, 王文先, 聂慧慧, 李宇力, 张 鹏, 武翘楚

(太原理工大学 新材料界面科学与工程省部共建教育部重点实验室, 山西 太原 030024)

摘 要: 采用粉末冶金的方法制备了 30vol%B₄C/6061Al 中子吸收材料板材。通过搅拌摩擦焊(FSW)的方法对 4 mm 厚 30vol%B₄C/6061Al 中子吸收材料板材进行对接焊接, 获得了表面成形良好的焊缝。采用纳米压痕法对 FSW 焊接接头的焊核(WZ)、热力影响区(TMAZ)、热影响区(HAZ)和母材(BM) 4 个区域中的微区力学性能进行研究, 对焊接接头的拉伸性能进行了测试。运用扫描电镜对压痕的微观形貌和拉伸断口进行表征。结果表明: 在同一区域中, 随着距颗粒/基体界面距离 $d(d < 11 \mu\text{m})$ 的增加, 微区的硬度和弹性模量总体呈现降低趋势。在微区数值均值化后, 不同区域的硬度和弹性模量由高到低为 WZ、TMAZ、BM 和 HAZ, 压入功恢复率在 WZ、TMAZ、HAZ 和 BM 依次为 28.10%、25.14%、31.76% 和 29.30%。在焊接接头不同区域出现性能差别的原因是由于在 FSW 过程中不同区域的塑性变形程度和热循环作用不同导致的, FSW 接头强度可达母材的 85.7%, 断裂部位在 HAZ 区。

关键词: 粉末冶金; B₄C/6061Al 中子吸收材料; 搅拌摩擦焊; 纳米压痕

中图分类号: TG77

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2017)02-0392-07

颗粒增强铝基复合材料(PAMCs)由于其高的比强度、低的密度及其良好的耐摩擦磨损性能等被广泛的应用于航空航天、汽车制造、核电军工等高端技术领域^[1,2]。目前, 作为颗粒增强体的材料有 SiC、Si₃N₄、Al₂O₃、ZrO₂ 和 B₄C 等^[3-5]。其中, B₄C 除了兼顾其它增强体的大部分性能外, 还具有良好的中子吸收性能, 是中子吸收体, 被用于核电站中的中子屏蔽材料^[6]。例如, 将 B₄C 粉体进行高温烧结制成 B₄C 砖用于核反应堆的外墙^[7]。将 B₄C 颗粒弥散分布到 Al 基体中, 制成 B₄C/Al 复合材料用于核电站中乏燃料格架上的中子屏蔽材料。然而, PAMCs 在使用的过程中涉及到二次加工, 例如, PAMCs 的机械加工、焊接等。

采用熔化焊方法, 例如, 钨极氩弧焊^[8]、激光焊和电子束焊^[9]等对 PAMCs 进行焊接时, 焊缝处会发生重新凝固和化学反应^[10]。在重新凝固的过程中, 由于颗粒增强体与基体密度上的差别, 容易产生颗粒增强体的聚集“上浮”现象。同时, 熔化焊的加热温度高, 颗粒增强体与基体之间产生化学反应, 生成脆性的金属间化合物, 这些现象都会降低焊缝的强度。而 FSW 属于固相焊接方法, 焊接热输入低, 焊缝的

温度低于基体金属的熔点。K. Kalaiselvan 等人^[11]采用 FSW 对铸造法制备的 12%B₄C(质量分数)/6061 复合材料进行了焊接并对接头的微观组织进行了表征。I. Dinaharan 等人^[12]对采用原位浇注法制备的 AA6061/ZrB₂ 复合材料 FSW 接头的宏观机械力学和磨损等性能进行了研究。研究表明, 接头的力学性能和母材相当且焊后的磨损性能提高。

本实验采用粉末冶金(真空热压后轧制)的方法制备了 30vol%B₄C/6061Al 中子吸收材料板材, 采用 FSW 的方法对板材进行了焊接, 获得了表面成型良好的焊缝。B₄C/6061Al 中子吸收材料的 FSW 焊接接头属于非均质区域, 各个微区的力学性能不同, 因此采用纳米压痕方法对焊接接头的 WZ、TMAZ、HAZ 和 BM 区域中的颗粒、颗粒/基体界面、距界面不同位移的微区进行纳米压痕力学性能测试。对同一区域中的不同微区数值进行数值均值化, 通过均值化后的平均值对 FSW 焊接接头 4 个区域进行对比分析, 研究 FSW 过程中焊接接头不同区域的作用机制及微观力学性能, 对压痕后的表面形貌进行表征。通过万能拉伸试验机对 FSW 焊接接头的拉伸强度进行宏观测试, 建立宏观与微观力学性能的关系。

收稿日期: 2016-02-02

基金项目: 山西省科技攻关项目基金(20130321024); 太原理工大学研究生科技创新基金(B2014005)

作者简介: 陈洪胜, 男, 1987 年生, 博士生, 太原理工大学材料科学与工程学院, 新材料界面科学与工程省部共建教育部重点实验室, E-mail: chs4321@126.com

1 实验

采用粉末冶金:真空热压和轧制两步法制备了颗粒增强体 B₄C 含量为 30vol% 的 6061Al 中子吸收材料板材, B₄C 颗粒平均粒径为 18.5 μm, 基体 6061Al 平均粒径为 13 μm。通过 FSW 的方法对 4 mm 厚的 30vol%B₄C/6061Al 中子吸收材料板材进行了焊接, 焊缝形式为对接焊缝。在搅拌头转速为 1000 r/min, 焊接速度为 100 mm/min, 轴向力为 11 kN 时, 获得了表面成形良好的焊缝, 焊缝的宏观形貌如图 1 所示。焊缝的微观组织形貌如图 2 所示, 在 FSW 的 WZ、TMAZ、HAZ 和 BM 中, B₄C 颗粒分布均匀, 未出现由于 B₄C 颗粒(2.52 g/cm³)与 6061Al 基体(2.7 g/cm³)密度上的差别所引起的 B₄C 颗粒“上浮”现象。

采用 Agilent G200 纳米压痕试验机对 FSW 接头的 WZ、TMAZ、HAZ 和 BM 4 个区域中的微区进行纳米压痕测试, 在每个区域中选取 5 个微区进行试验, 在 5 个微区中分别对 B₄C 颗粒、颗粒/基体的界面和距界面不同位移的 6061Al 基体中进行纳米压痕测试, 最大压入载荷为 50 mN, 加载时间为 30 s, 保载时间为 10 s, 结果取各个位置的平均值。纳米压痕试验机的载荷分辨率为 50 nN, 位移分辨率为 0.01 nm。采用金相显微镜和透射电镜(TEM)对焊缝微观组织进行观察。采用 DN200 万能拉伸试验机对焊接接头的拉伸性能进行测试, 拉伸速度为 0.5 mm/min。采用 JSM-6700F 型扫描电镜(SEM)对纳米压痕试验后不同微区压痕的表面形貌和拉伸断口进行表征。

2 结果与讨论

2.1 纳米压痕测试

图 3 为 FSW 接头 TEM 微观组织。图 4 为 30vol%B₄C/6061Al 中子吸收材料板材 FSW 接头不同区域中各微区的纳米压痕的载荷-位移曲线, 图 5 为同一区域中微区上的颗粒、颗粒/基体界面、距界面 2, 5 和 8 μm 处压入深度进行均值化后不同区域的载荷-

位移曲线, 数据均值化有利于减小次表层颗粒的影响。由图 4 可以看出, 在相同的载荷下, 单个区域中 B₄C 颗粒上的压深最小, 随着距颗粒/基体界面距离的增加, 压痕深度逐渐增加。当压痕距界面的距离 d ($5 \mu\text{m} < d < 11 \mu\text{m}$) 时, 压入基体的深度达到一个最大值, 随着距界面距离继续增加时, 压痕的深度减小。这是由于 B₄C 颗粒的存在, 使得复合材料板材在制备的过程中, 经过真空热压和多道次的轧制, 材料经过剧烈的塑性变形, 导致基体 Al 中的位错在运动过程中在 B₄C 颗粒周边塞积聚集, 同时在颗粒周围基体发生大的塑性变形, 强化了颗粒周围的 Al 基体(图 3 所示)。所以, 距界面距离越近, 压痕深度越浅。当距界面的距离 $d > 8 \mu\text{m}$ 时, 受到周围其它 B₄C 颗粒的交互作用, 压痕深度减小。所以, 单个 B₄C 颗粒引起的基体强化作用范围小于 11 μm。在焊缝不同区域的微区当中, 当距界面的距离 $d > 5 \mu\text{m}$ 时, 基体材料出现了不同程度的蠕变, 当距界面的距离 $d < 5 \mu\text{m}$ 时, 基体没有发生蠕变现象, 产生这种现象的原因主要是 B₄C 硬质颗粒的强化作用。

在 B₄C/6061Al 中子吸收材料板材的 FSW 焊接接头的不同区域距界面相同距离的微区中, WZ 处的压痕深度最浅, 其次为 TMAZ 和 BM, HAZ 压痕最深。图 6 为 FSW 接头不同区域中距界面不同微区的硬度值。硬度值呈现的趋势和不同区域中的压痕深度相一致。



图 1 FSW 焊缝表面的宏观形貌

Fig.1 Macrostructure of the FSW welded joint

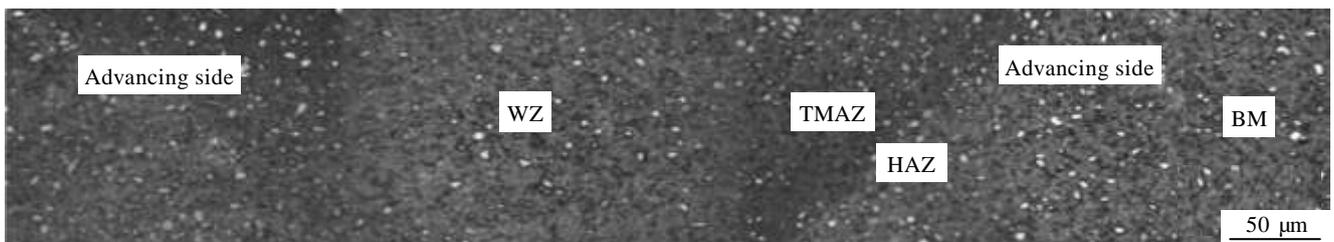


图 2 焊接接头的微观组织形貌

Fig.2 Microstructure of the FSW welded joint

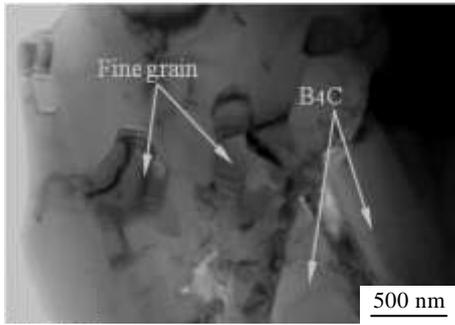


图 3 FSW 接头 TEM 微观组织

Fig.3 TEM microstructure of the FSW welded joint

在焊接接头的同一区域中，B₄C 颗粒上的硬度值最大，其次为颗粒/基体的界面处。随着距界面距离 d ($d < 11 \mu\text{m}$) 的增加，硬度值逐渐减小。在 WZ 处的硬度值最大，是由于焊缝在搅拌摩擦焊的过程中，搅拌头和母材中 B₄C 发生剧烈摩擦，局部微区温度升高，使焊接材料热塑化的同时，相互之间产生剪切作用，使得焊核处发生激烈的塑性变形，同时在 B₄C 硬质颗粒的作用下，Al 晶粒容易在 B₄C 颗粒表面形核，另外，B₄C 颗粒可以阻止 Al 的树枝晶的生长，FSW 焊属于固相焊接，焊接热输入小。因此，在焊核处基体 Al

晶粒得到细化，导致焊核处硬度值最大。而在 HAZ 区的硬度值最低是由于在 FSW 焊过程中，HAZ 区只受到热循环的作用，没有发生塑性变形。在热循环的作用下，容易导致母材中 Al 晶粒的粗化长大，降低了 HAZ 的硬度。因此，HAZ 区也成为了焊接接头的薄弱环节。在焊缝的 WZ、TMAZ、HAZ 和 BM 不同区域的颗粒与基体的界面处，硬度值分别为 13.389，10.860，6.005 和 8.053 GPa，即在焊缝的不同区域中，B₄C 颗粒和 6061Al 基体的界面结合相对较好。在 WZ、TMAZ、HAZ 和 BM 中，硬度的均值依次为 14.191，12.118，11.139 和 11.197 GPa。

通过图 4 均值化后的载荷-位移曲线，根据式(1)和(2)对不同区域的压入总功(w_t)和卸载功(w_u)进行计算：

$$w_t = \int_0^{h_m} Fdh \quad (1)$$

$$w_u = \int_{h_p}^{h_m} Fdh \quad (2)$$

式中： h_m 为最大压入深度， h_p 为卸载后的残余深度。

根据式(1)和(2)计算的结果，通过式(3)对压入功恢复率(η_{IT})进行了计算。

$$\eta_{IT} = \frac{w_u}{w_t} \times 100\% \quad (3)$$

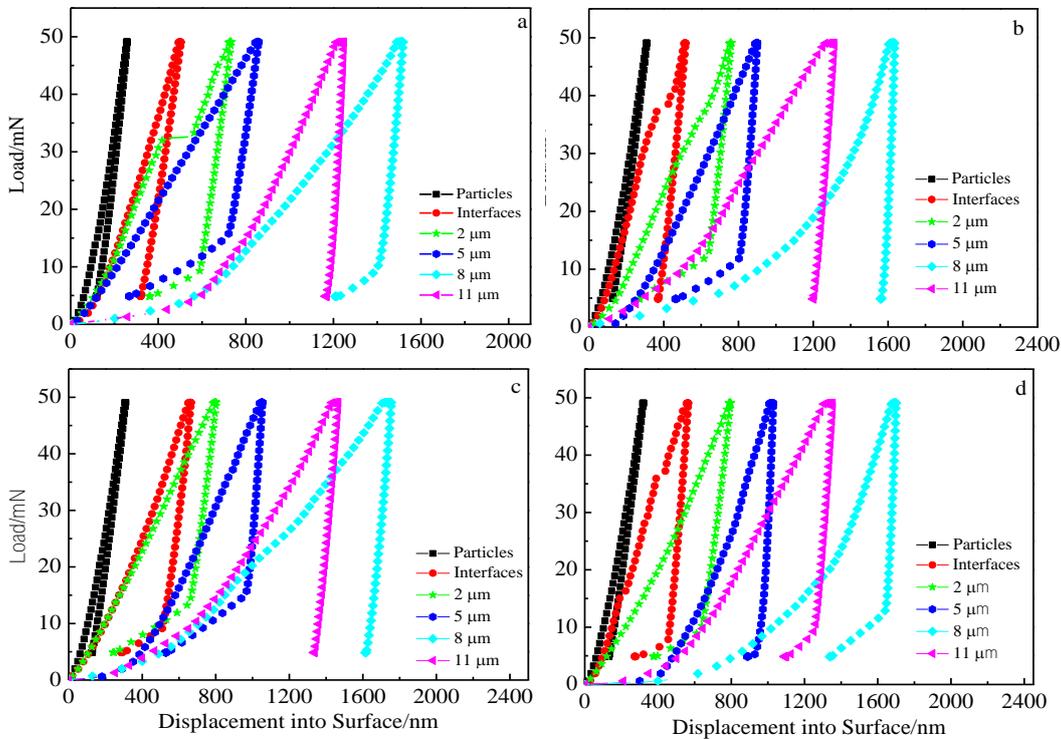


图 4 FSW 接头不同区域微区的载荷-位移曲线

Fig.4 Load-displacement curves at different zones of FSW welded joint: (a) WZ, (b) TMAZ, (c) HAZ, and (d) BM

结果如表 1 所示。由表 1 可以看出, HAZ 区的压入功恢复率最大为 31.76%。其次, 在 WZ、TMAZ 和 BM 区分别为 28.10%、25.14% 和 29.39%。

图 7 为 FSW 焊接接头不同区域中微区的弹性模量。在 WZ、TMAZ、HAZ 和 BM 中, 弹性模量的均值依次为 172.792, 140.310, 111.964 和 143.797 GPa。焊接接头的同一区域中, B₄C 颗粒的弹性模量最大, 在界面处的弹性模量值总体高于距界面不同区域基体的弹性模量, 在距界面不同距离的基体中, 弹性模量值相差不大。在不同区域中 B₄C 颗粒硬度和弹性模量的不同是由于在材料内部存在微孔隙等缺陷所导致。

图 8 为 FSW 焊接接头不同区域中微区的位移随时间变化的曲线。在焊接接头的同一区域中, 在不同微区同一时刻时, 随着距界面距离 d ($d < 11 \mu\text{m}$) 的增加, 压入材料的深度增加。在 B₄C 颗粒上的压入深度最小, 这与不同距离的硬度值趋势相一致。在不同区域, 相同微区处压入的深度由浅至深依次为 HAZ、BM、TMAZ 和 WZ 区。

在 BM 区, B₄C 颗粒表面和 B₄C 颗粒附近 Al 基体中的纳米压痕 SEM 微观形貌如图 9 所示。在图 9a 中, B₄C 颗粒上的压痕较小, 压痕的轮廓清晰, 在卸载的过程中 B₄C 颗粒发生弹性回复小, 保持了压痕的原有形貌。在 B₄C 颗粒附近的 6061Al 基体处(图 9b), 与 B₄C 颗粒表面的形貌相比, 基体中的压痕发生的弹性变形较大, 压痕在卸载以后发生了弹性回复, 压痕

发生弹性回复的原因是由于 6061Al 基体存在一定的韧性, 使得残余应力释放。

2.2 拉伸性能测试

图 10 为焊接前后材料的应力-应变曲线, 焊接以

表 1 FSW 接头不同区域的 w_t , w_u 和 η_{IT} 数据表

Table 1 Data of w_t , w_u and η_{IT} at different zones of FSW welded joint

Zone	WZ	TMAZ	HAZ	BM
$w_t/\times 10^{-9}\text{J}$	18.686	17.710	18.754	16.596
$w_u/\times 10^{-9}\text{J}$	5.252	4.453	5.957	4.855
$\eta_{IT}/\%$	28.10	25.14	31.76	29.30

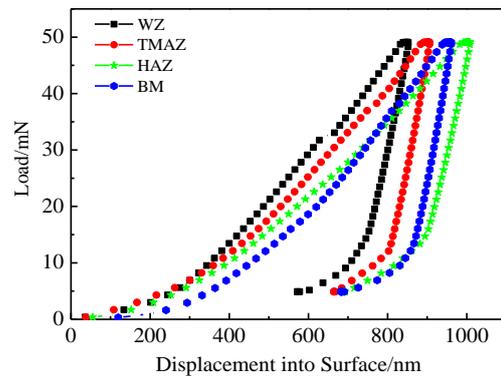


图 5 FSW 接头微区均值化后不同区域的载荷-位移曲线
Fig.5 Load-displacement curves at different zones of FSW welded joint after equalization

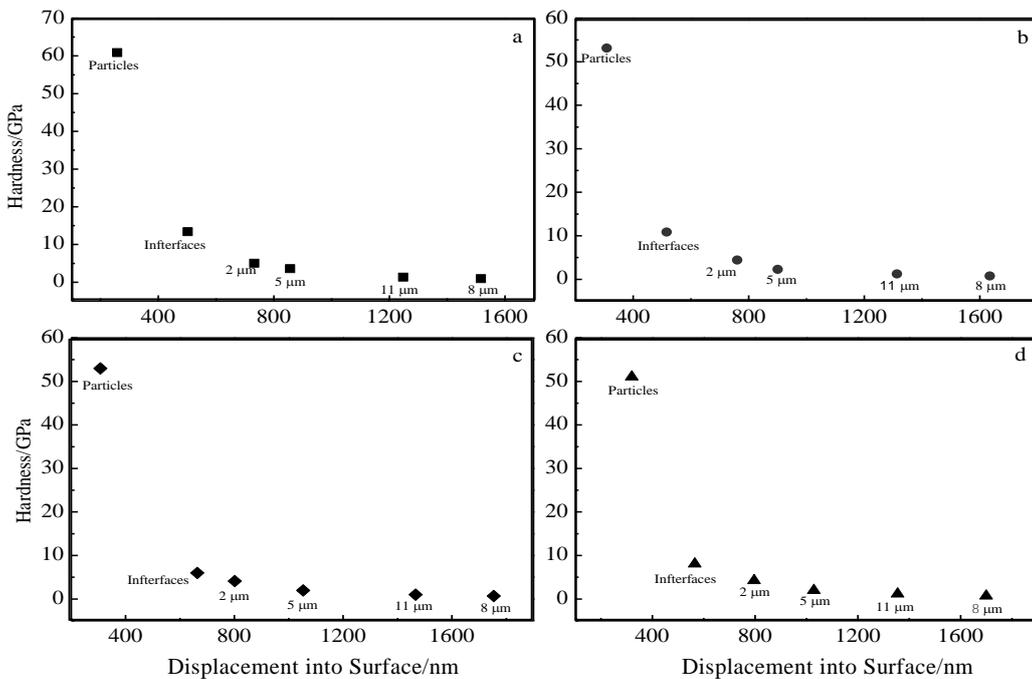


图 6 FSW 接头不同区域的硬度-位移图

Fig.6 Hardness-displacement figures at different zones of FSW welded joint: (a) WZ, (b) TMAZ, (c) HAZ, and (d) BM

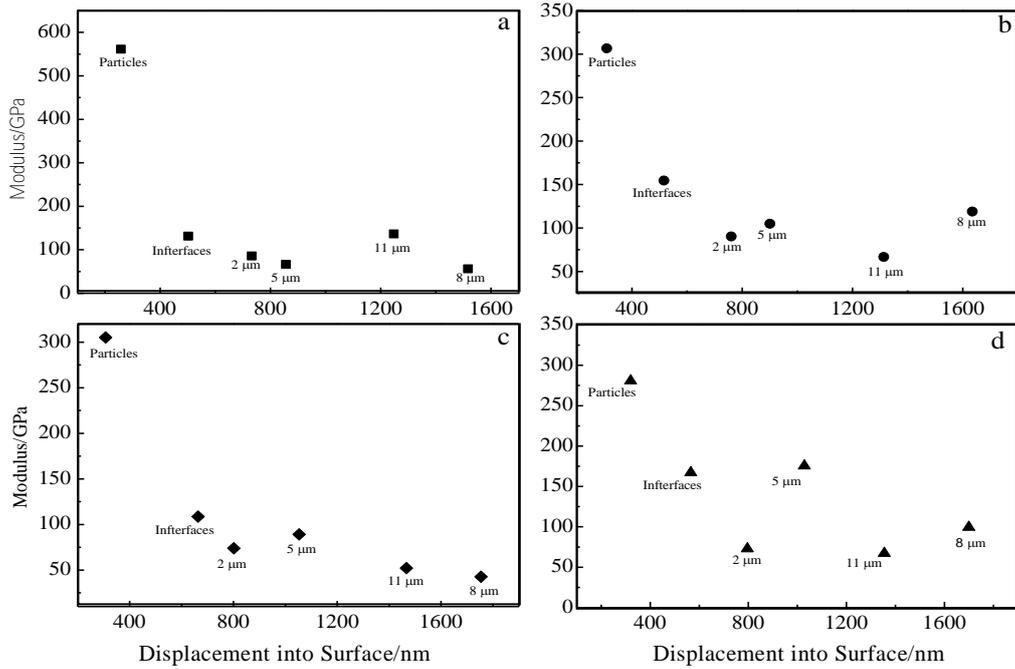


图 7 FSW 接头不同区域的弹性模量-位移图

Fig.7 Modulus-displacement figures at different zones of FSW welded joint: (a) WZ, (b) TMAZ, (c) HAZ, and (d) BM

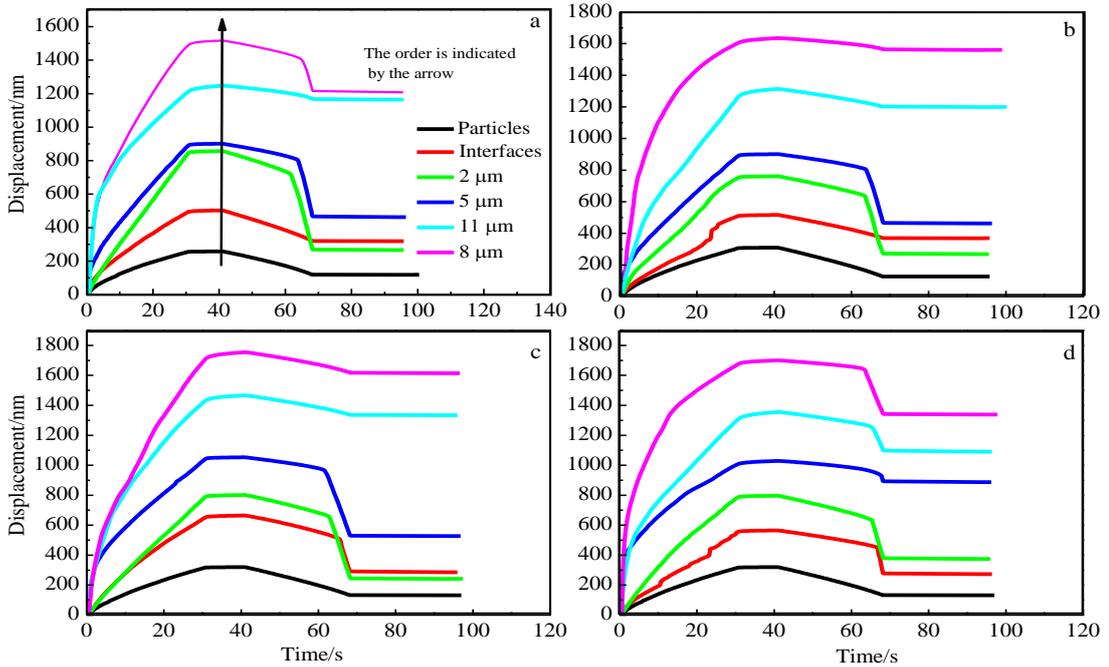


图 8 FSW 接头不同区域的位移-时间曲线

Fig.8 Displacement-time curves at different zones of FSW welded joint: (a)WZ, (b) TMAZ, (c) HAZ, and (d) BM

后，焊缝的抗拉强度可达复合材料的 85.7%。但经过 FSW 焊以后，材料的断后伸长率减小，塑性变差。颗粒增强铝基复合材料的强化机理主要是位错强化和颗粒承载转移强化。复合材料在承受拉伸载荷的过程中，

位错的产生和颗粒的存在，可以有效的阻止裂纹的扩展。焊缝的失效位置发生在 HAZ 区，这主要是由于 HAZ 区在 FSW 过程中受到热循环的作用，导致基体 Al 的晶粒粗化。

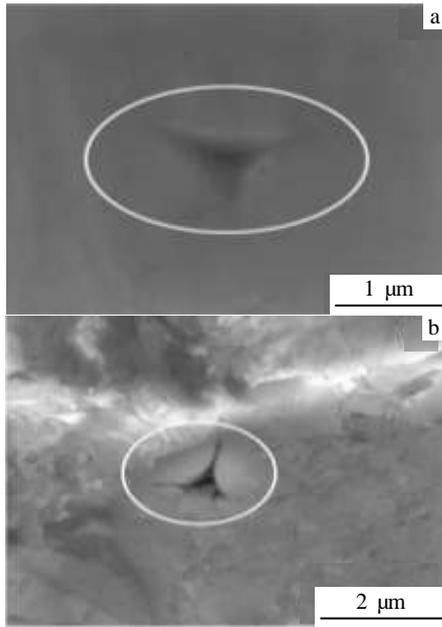


图 9 BM 中纳米压痕 SEM 照片

Fig.9 SEM micrographs of nanoindentation in BM: (a) B₄C particle surface and (b) near B₄C particle

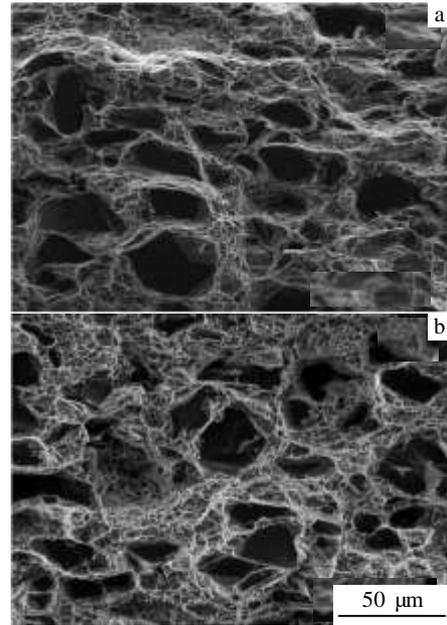


图 11 B₄C/6061Al 中子吸收材料 FSW 前后拉伸断口形貌

Fig.11 SEM morphologies of tensile fracture surface of B₄C/6061Al before (a) and after (b) FSW

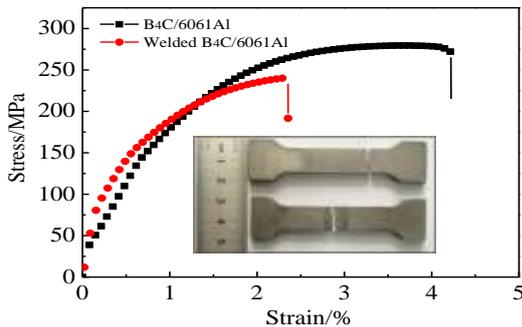


图 10 B₄C/6061Al 焊接前后的应力-应变曲线

Fig.10 Tensile stress-strain curves of B₄C/6061Al before and after FSW

图 11 为中子吸收材料 FSW 前后拉伸前后的断口表面形貌。FSW 前后，断口表面存在连续网络状 Al 合金的拉伸韧窝，呈韧性断裂，没有出现大量的 B₄C 颗粒的解理断裂。焊接以前拉伸断口处 B₄C 颗粒周围的撕裂唇较大。与焊接前相比，焊接以后断口表面的韧窝数量增多，尺寸减小，焊后的拉伸断口较焊接以前的拉伸断口平整。这表明 FSW 以前，中子吸收材料中的基体 Al 合金发生的塑性变形大于焊接后基体 Al 合金的塑性变形。中子吸收材料在拉伸过程中的失效形式主要为颗粒和金属之间的界面脱粘断裂和基体 Al 合金的撕裂。

3 结 论

1) 在 FSW 焊接接头单个区域的微区中，基体的硬度和弹性模量随着距界面距离的增加呈现增加的趋势，主要是 B₄C 颗粒对基体起到了强化作用，单个 B₄C 颗粒的强化范围 $d < 11 \mu\text{m}$ ，微区中颗粒/基体的界面结合良好。

2) 在 FSW 焊接接头 4 个区域中硬度和弹性模量由高到低依次为 WZ、TMAZ、BM 和 HAN，4 个区域产生性能差别的原因是焊接过程中各区域发生的塑性变形程度和热循环作用不同导致的，其中 HAZ 是 FSW 焊接接头的薄弱区。

3) WZ、TMAZ、HAN 和 BM 4 个区域中的压入功恢复率依次为 28.10%、25.14%、31.76% 和 29.30%，在不同区域相同微区压入的深度由浅至深依次为 HAZ、BM、TMAZ 和 WZ 区，在微区 B₄C 颗粒上压痕没有发生弹性回复现象，压痕轮廓规整，在颗粒附近的 Al 集体中压痕发生了一定程度的弹性回复。

4) B₄C/6061Al 中子吸收材料的 FSW 接头强度可达母材的 85.7%，接头韧性下降，断裂位置发生在 HAZ 区，失效形式主要为 B₄C 和 Al 基体的界面脱粘和基体 Al 的撕裂。

参考文献 References

- [1] Huang Y P, Zhang W J, Liang L *et al. Chemical Engineering Journal*[J], 2013, 22: 143
- [2] Yue X Y, Wang J J, Li Y H *et al. Materials Research Bulletin*[J], 2013, 48: 1720
- [3] Nie K B, Wang X J, Wu K *et al. Materials Science and Engineering A* [J], 2011, 528: 8709
- [4] Rao R N, Das S. *Materials and Design*[J], 2010, 31: 1200
- [5] Kerti I, Toptan F. *Materials Letters*[J], 2008, 62: 1215
- [6] Dai longze, Liu Xiqin, Liu Zili *et al. Acta Phys Sin*[J], 2013, 62(22): 222 401
- [7] Wang Lingsen(王零森). *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J], 2006, 16(9): 1481
- [8] Ahearn J S, Cooke C, Fish D J *et al. Met Constr*[J], 1982, 14: 192
- [9] Guo J, Gougeon P, Chen X G. *Composites: Part B*[J], 2012, 43: 2400
- [10] Vijay S J, Murugan N. *Materials and Design*[J], 2010, 31: 3585
- [11] Kalaiselvan K, Dinaharan I, Murugan N. *Materials and Design* [J], 2014, 55: 176
- [12] Dinaharan I, Murugan N. *Materials Science and Engineering A*[J], 2012, 543: 257
- [7] Wang Lingsen(王零森). *The Chinese Journal of Nonferrous*

Nanoindentation and Tensile Properties of FSW Joints of B₄C/6061Al Neutron Absorbers

Chen Hongsheng, Wang Wenxian, Nie Huihui, Li Yuli, Zhang Peng, Wu Qiaochu
(Key Laboratory of Interface Science and Engineering in Advanced Materials, Ministry of Education,
Taiyuan University of Technology, Taiyuan 030024, China)

Abstract: B₄C/6061Al neutron absorbers of 30% B₄C (volume fraction) were fabricated by powder metallurgy. The neutron absorber plates of 4 mm thickness were prepared and successfully butt joined using friction stir welding (FSW). The weld displays the smooth appearance. The micro-mechanical properties in welded joints of FSW weld nugget (WZ), thermo-mechanically affected zone (TMAZ), heat affected zone (HAZ) and base metal (BM) were investigated by a nanoindentation method, and the tensile tests were carried out. Furthermore, the microstructure of indentation and fracture surface were characterized by scanning electron microscope. The results show that in the same region, with the distance ($d < 11 \mu\text{m}$) of the interface between particle and matrix increasing, the hardness and elastic modulus of the micro-area decrease overall. After the micro-area equalization, hardness and elastic modulus of different regions from high to low are WZ, TMAZ, BM and HAZ. The pressure into the power recovery rate in WZ, TMAZ, HAZ and BM are 28.10%, 25.14%, 31.76% and 29.30%, respectively. The performance difference in the welding joint of different areas is caused by the different degrees of plastic deformation and the thermal cycle in different areas. A joint efficiency of 85.7% is realized under the experimental conditions, and the welded joint fails at HAZ.

Key words: powder metallurgy; B₄C/6061Al neutron absorbers; friction stir welding; nanoindentation

Corresponding author: Wang Wenxian, Professor, College of Materials Science and Engineering, Key Laboratory of Interface Science and Engineering in Advanced Materials, Ministry of Education, Taiyuan University of Technology, Taiyuan 030024, P. R. China, Tel: 0086-351-6010076, E-mail: wangwenxian@tyut.edu.cn