

TiC_x 含量对热压制备 TiC_x-Fe 基复合材料力学性能的影响

陈路路, 翟洪祥, 黄振莺, 雷 聪, 周 洋

(北京交通大学, 北京 100044)

摘 要: 以 Ti₃AlC₂ 粉 (体积分数为 0%~40%) 和 Fe 粉为原料, 原位热压制备增强相体积分数为 0%、7.6%、15.61%、24.07%、33.47% 的 TiC_x-Fe 基复合材料, 并研究增强相 TiC_x 含量对复合材料显微结构、力学性能的影响。实验表明, 在 1400 °C 下, 原料 Ti₃AlC₂ 的体积分数从 10%~40% 变化时, Ti₃AlC₂ 都分解形成 TiC_x, 而 Al 原子逃逸出来进入 Fe 基体中, 进而原位制备形成 TiC_x-Fe 基复合材料。在三点弯曲实验中, 当增强相 TiC_x 含量为 7.6% 时, 复合材料并没有被弯断, 表现出了良好的韧性, 当增强相 TiC_x 含量为 15.61% 时, 复合材料的抗弯曲强度达到了 912.12 MPa; 在 TiC_x 含量为 0%、7.6%、15.61% 的复合材料的抗拉性能中, 当增强相的含量为 15.61% 时, 抗拉强度达到 518.15 MPa, 同时断后延伸率也达到 5.19%; 这主要归因于复合材料中 Al 的扩散以及增强相 TiC_x 与 Fe 之间良好的润湿性。

关键词: Ti₃AlC₂; TiC_x-Fe 基复合材料; 显微组织; 力学性能

中图分类号: TB333

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2018)S1-407-05

陶瓷颗粒增强 Fe 基复合材料具有高强度和高耐磨性等优点, 近年来成为研究的热点^[1]。TiC 具有高熔点、高硬度、低密度、耐磨、耐腐蚀且稳定性好等优异的物理化学性能^[2,3]。如果 TiC 作为增强相来增强 Fe 基体, 将会提高 Fe 基体的力学性能^[4]。当 TiC 中 C 缺位后会形成 TiC_x, 并且 TiC_x 中 $x < 0.7$ 时与金属基体的润湿性会有大幅度的提升, 从而改善 TiC 增强 Fe 基复合材料的性能^[5,6]。

$M_{n+1}AX_n$ 陶瓷材料是一类三元层状化合物, M 为过渡金属, A 主要为 IIIA 和 IVA 族元素, X 为 C 或 N。Ti₃AlC₂ 作为 MAX 陶瓷家族的一员, Ti 和 C 之间结合力非常强而与 Al 之间的结合很弱, 因此 Al 容易从陶瓷中逃逸出来, 形成 TiC_x^[7,8]。

目前已有一些研究通过 $M_{n+1}AX_n$ 陶瓷材料的三元层状结构, 应用原位自生的方式生成 TiC_x 增强金属基体, 并取得了良好的效果。例如 Li 等人应用原位自生的方式制备 TiC_x 并与 Cu 基体复合, 有效改善了 TiC 与 Cu 的润湿性^[6]; Gupta 等人采用热压烧结的方法, 烧结工艺为在 700~750 °C 温度范围保温 5~30 min, 成功制备了体积分数为 5%~35% 的 Ti₃SiC₂ 增强 Al 基复合材料并研究了该复合材料对氧化铝的摩擦行为。材料也获得了满意的实验结果^[9]。

本实验采用 Ti₃AlC₂ 先驱体、Fe 粉进行混合, 采

用热压烧结的工艺来制备 TiC_x-Fe 基复合材料。采用 X 射线衍射 (XRD) 分析和扫描电镜 (SEM) 观察等手段, 研究了 TiC_x 含量对复合材料的物相、微观结构及力学性能的影响。

1 实 验

本实验所用原料为 Ti₃AlC₂ 粉 (实验室自制, 纯度 ≥98%, 体积分数), 还原铁粉 (粒径 ≤38 μm, 纯度 ≥99.2%) 将原料粉按表 1 所示组分称重后混合, 4 种复合粉体中 Ti₃AlC₂ 体积分数分别为 10%、20%、30% 和 40%, 所对应样品标记为 7.6TiC_x-Fe、15.61TiC_x-Fe、24.07TiC_x-Fe 和 33.47TiC_x-Fe。采用滚筒球磨机对复合粉体进行 5 h 的混料。之后把混合好的粉料装到石墨模具中, 预压 5 MPa, 再在 Ar 气保护的条件下进行热压烧结, 烧结温度分别为 1400 °C, 保温 30 min, 降到 1100 °C, 加压 30 MPa, 保温保压 30 min。同时, 为了更明确地说明增强相对基体的增强效果, 本研究设计了一个对比实验, 在制备流程和工艺不变的情况下, 原料为还原铁粉 (粒径 ≤38 μm, 纯度 ≥99.2%)。

采用维氏硬度计 (TH700) 测试复合材料的硬度 (载荷 50 N, 保压时间 15 s); 在万能试验机 (WDW-100E) 上用三点弯曲法测试复合材料的抗弯强度, 对 7.6TiC_x-Fe、15.61TiC_x-Fe 基复合材料和制备的 Fe 金属材

收稿日期: 2017-07-15

基金项目: 中央高校基本科研业务费 (2016YJS121, 2014JBZ015); 国家自然科学基金 (51572017, 51301013); 北京实验室共建项目
作者简介: 陈路路, 女, 1991 年生, 硕士生, 北京交通大学机械与电子控制工程学院, 北京 100044, E-mail: 14121303@bjtu.edu.cn

料测试抗拉强度，弯曲试样尺寸3 mm×4 mm×36 mm，拉伸试样的尺寸如图1，加载速度为0.5 mm/min，每个强度为3个试样的平均值。用X射线衍射仪（D/MaxrB diffractometer）分析原料粉体与复合材料的物相组成，用扫描电镜（MERLIN VP Compact）观察复合材料的表面形貌。

2 结果与讨论

2.1 粉体与烧结样品的物相分析

图 2 是不同成分配比的 TiC_x-Fe 基复合材料的 X 射线衍射结果。从图中可知，TiC_x-Fe 基复合材料的主要物相均为 TiC、Fe，没有其他的杂质生成，并且 TiC 峰向右偏移了一定的角度，说明有 TiC_x 生成，同时 Fe 的峰向左偏移的一定的角度，说明 Al 已经从 Ti₃AlC₂ 中逃逸出来并固溶到 Fe 中。但是随着增强相 TiC_x 含量的不同，Fe 峰偏移的角度也不一样，当增强相 TiC_x 的含量为 7.6% 时，Fe 峰偏移的角度最小；当增强相 TiC_x 含量为 33.47% 时，Fe 峰偏移的角度最大，说明增强相 TiC_x 含量低时，除了 Al 的含量少的原因，可能 Al 并没有完全固溶到 Fe 里。这与从能谱分析中 Al 的位置得出的结论一致。

2.2 复合材料的微观结构

图3为增强相TiC_x的含量分别为7.6%、15.61%、24.07%、33.47%时，TiC_x-Fe基复合材料的显微结构图。从图中可知，复合材料表面并没有明显的缺陷产生；对比图片可知，7.6TiC_x-Fe基复合材料中增强相

并没有分散开，而是集中在原来 Ti₃AlC₂ 的位置，随着 TiC_x 含量的增多，增强相在基体中的分散性变得越来越好，特别是当 TiC_x 的含量是 33.47% 时，增强相的分散性明显地变好，这可能跟从 Ti₃AlC₂ 中逃逸出来的 Al 的分散性有关；如图 4a~4c 分别是 7.6TiC_x-Fe、15.61TiC_x-Fe、33.47TiC_x-Fe 基复合材料的显微结构图，图 4d~4f 是对应 4a~4c 的 Al 的扩散图，从 4d~4f 的对比中可以得出 7.6TiC_x-Fe 基复合材料中的 Al 并没有完全分散开而是集中在原来 Ti₃AlC₂ 的位置，15.61TiC_x-Fe 基复合材料中的 Al 几乎分散开了，33.47TiC_x-Fe 基复合材料的 Al 已经完全分散开，并且大部分已经固溶在 Fe 中，说明随着增强相含量的增加，Al 的分散性越来越好，这与上面增强相的分散性相一致。

2.3 复合材料的抗弯强度

图 5 是复合材料的抗弯强度与增强相 TiC_x 的含量的关系曲线。从图中可知，TiC_x 的含量对复合材料的抗弯强度和韧性影响较大，当增强相的含量比例为 7.6% 时，复合材料并没有被弯断，大约为 90°；说明 7.6TiC_x-Fe 基复合材料具有较好的韧性；这可能与 Al 没有完全扩散有关；当增强相的含量比例达到 15.61% 时，复合材料仍然具有一定的韧性，并且其抗弯强度达到 912.12 MPa；随着增强相的含量继续增加，复合材料的抗弯强度明显降低，同时韧性也呈现下降趋势。

图 6 为 7.6TiC_x-Fe 基复合材料的弯曲实验未弯断表面的显微结构图，从图 6a 可知，虽然材料并没有被弯断，但是在弯曲试样的受拉面很明显存在很多裂纹，进一步将裂纹放大到 1500 倍，从图 6b 可知，裂纹并没有扩展开，而是呈现了很典型的 Y 字型，说明增强相阻止了裂纹的继续扩展，增强相起到增强的效果。

表 1 TiC_x-Fe 复合材料的成分组成

Table 1 Chemical composition of TiC_x-Fe composites (vol%)

Sample	Ti ₃ AlC ₂	Fe
7.6TiC _x -Fe	10	90
15.61TiC _x -Fe	20	80
24.07TiC _x -Fe	30	70
33.47TiC _x -Fe	40	60

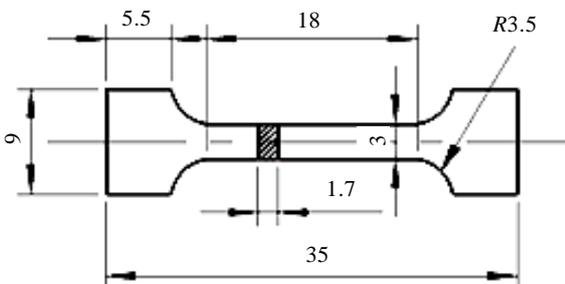


图1 非标拉伸试样尺寸

Fig.1 Dimension of non-standard tensile sample

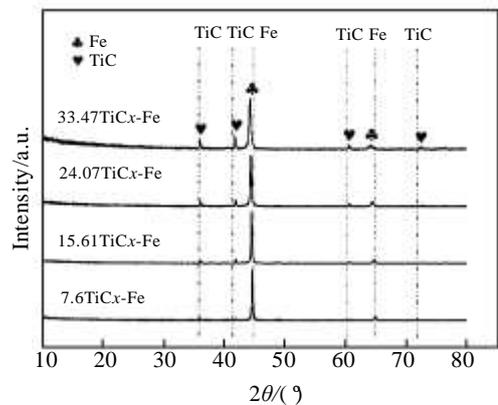


图 2 不同成分配比的 TiC_x-Fe 基复合材料的 XRD 谱图

Fig.2 XRD patterns of TiC_x-Fe based composites with different contents of TiC_x

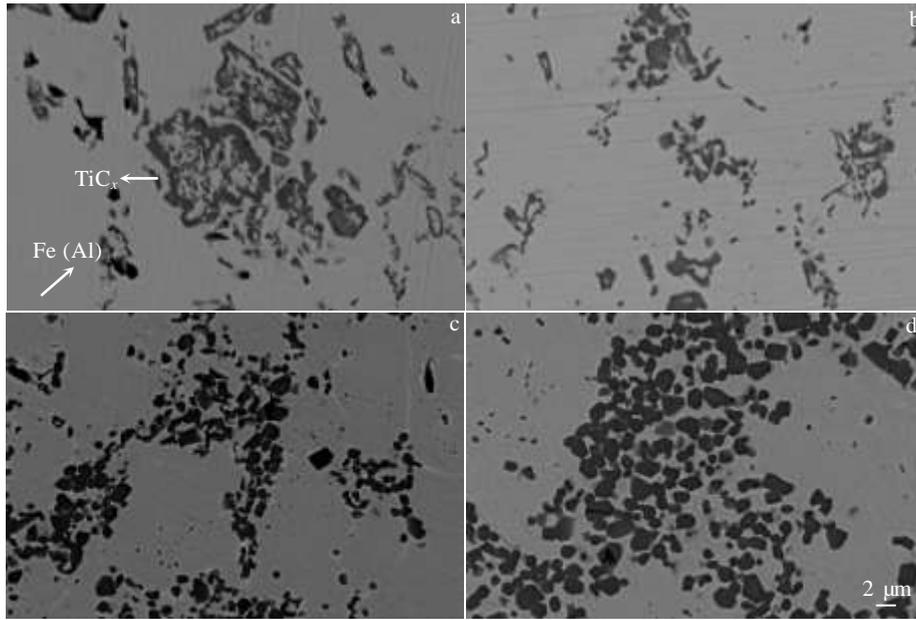


图 3 TiC_x -Fe 基复合材料的表面微观形貌

Fig.3 SEM micrographs of TiC_x -Fe composites: (a) $7.6TiC_x$ -Fe, (b) $15.61TiC_x$ -Fe, (c) $24.07TiC_x$ -Fe, and (d) $33.47TiC_x$ -Fe

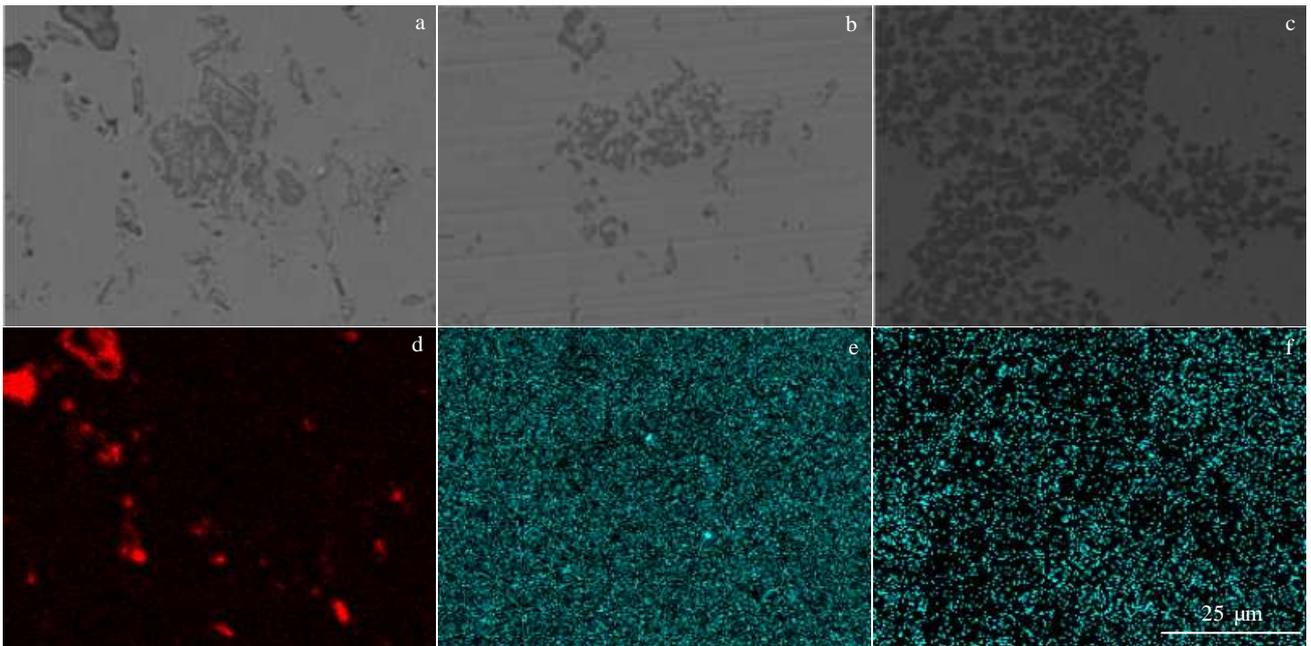


图 4 TiC_x -Fe 基复合材料中 Al 的扩散

Fig.4 Diffusion of Al in TiC_x -Fe based composites: (a, d) $7.6TiC_x$ -Fe, (b, e) $15.61TiC_x$ -Fe, and (c, f) $33.47TiC_x$ -Fe

2.4 材料的抗拉强度和硬度

表 2 是复合材料的拉伸特性,从表中可知,随着增强相体积分数从 0% 增大到 15.61%,拉伸性能发生明显的变化,即抗拉强度增大,断后延伸率降低。当增强相

含量为 0%,即 Fe 金属材料的拉伸特性,抗拉强度较低,为 258.12 MPa,断后延伸率较好,为 19.80%;当增强相含量达到 15.61%时,抗拉强度较高,为 518.15 MPa,并且有一定的断后延伸率,为 5.19%。

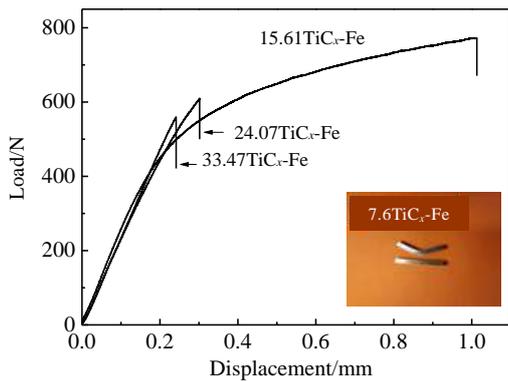


图 5 Ti_x-Fe 基复合材料的抗弯强度与 Ti_x 含量的变化关系
Fig.5 Effect of volume content of Ti_x on bending strength of Ti_x-Fe based composites

Ti_x-Fe 基复合材料的硬度与 Ti_x 的含量的变化关系如图 7 所示。从图中可知，随着 Ti_x 的含量的增加，复合材料的硬度也呈现升高的趋势，当增强相的含量为 33.47% 时，硬度达到最大值，即 3.26 GPa，当增强相 Ti_x 的含量从 7.6% 增大到 24.07% 时，复合材料的硬度增大得比较明显。而增强相 Ti_x 的含量从 24.07% 增大到 33.47% 时，硬度并没有明显的提高。

结合复合材料中 Al 的含量和扩散性可知，当增强相的含量从 7.6% 增加到 15.61% 时，复合材料中增强相有着明显的增加，而扩散性相对不好，所以增强相对复合材料的硬度影响比较大，当增强相增加到 33.47% 时，Al 几乎都扩散开并固溶到 Fe 基体中，所以当复合材料中增强相增加了，但是对硬度影响不大。此外，观察复合材料的维氏硬度的压痕，发现表面没有裂纹，更进一步说明了复合材料具有很好的韧性。

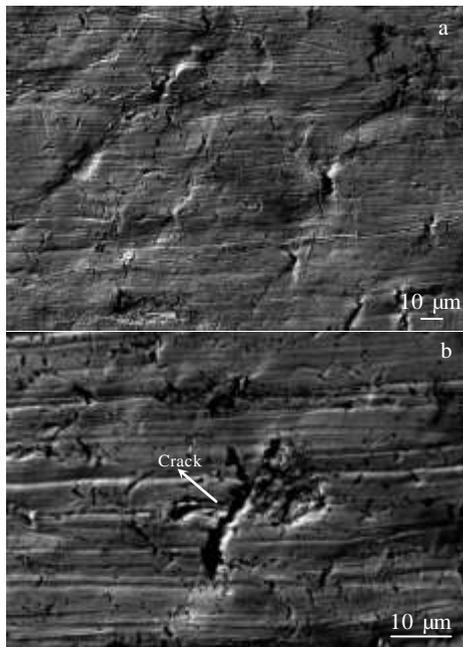


图 6 7.6Ti_x-Fe 基复合材料的弯曲试样的受拉面形貌
Fig.6 SEM images of bending test specimen for 7.6Ti_x-Fe based composite

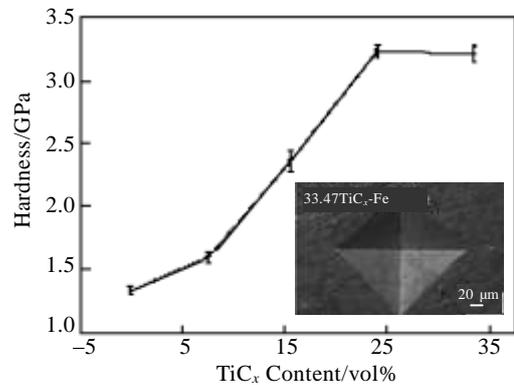


图 7 Ti_x-Fe 基复合材料的硬度与 Ti_x 的含量的变化关系
Fig.7 Effect of Ti_x content on hardness of Ti_x-Fe based composites

表 2 Ti_x-Fe 复合材料的拉伸特性

Table 2 Tensile properties of Ti_x-Fe composites

Specimen	Yield strength/MPa	Tensile strength/MPa	Elongation/%
Fe	176.37 ± 10	258.12 ± 7	19.8 ± 7
7.6Ti _x -Fe	179.37 ± 9	419.38 ± 21	6.82 ± 0.5
15.61Ti _x -Fe	194.13 ± 13	518.15 ± 16	5.19 ± 0.2

3 结 论

1) 增强相的含量对复合材料的抗弯强度、抗拉强度和硬度都有较大的影响。7.6Ti_x-Fe 在弯曲实验中没有弯断，原因可能是 Al 没有完全分散开。Ti_x-Fe 基复合材料中增强相达到 15.61% 时，其抗拉强度为 518.15 ± 16 MPa、断后伸长率为 5.19% ± 0.2%，抗弯强度为 912.12 MPa，这种复合材料既具有较高的强度又具有良好的韧性。

2) 随着增强相含量的增加，复合材料的硬度提高。

参考文献 References

[1] Zhang Shiping(张世凭), Yin Hong(尹红), Ding Yichao(丁义超). *Hot Working Technology*(热加工工艺)[J], 2011,

- 40(18): 95
- [2] Li Zulai(李祖来), Jiang Yehua(蒋业华), Yang Hao(羊浩) *et al. Transactions of Materials and Heat Treatment(材料热处理学报)*[J], 2010, 31(4): 1
- [3] Wang Jing(王静), Wang Yisan(王一三), Ding Yichao(丁义超). *Materials Review(材料导报)*[J], 2005, 19(S1): 360
- [4] Yan Youwei(严有为), Wei Bokang(魏伯康), Fu Zhengyi(傅正义) *et al. Acta Metallurgica Sinica(金属学报)*[J], 1999, 35(10): 1117
- [5] Liu Xiaohan(刘晓涵), Zhai Hongxiang(翟洪祥), Huang Zhenying(黄振莺) *et al. Journal of Beijing Jiaotong University(北京交通大学学报)*[J], 2014, 38(4): 40
- [6] Li Mengqi, Zhai Hongxiang, Huang Zhenying *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2013, 588: 335
- [7] Huang Zhenying(黄振莺), Zhai Hongxiang(翟洪祥), Li Mengqi(李萌启) *et al. Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2011, 40(S1): 529
- [8] Luo Xiao(罗潇), Zhai Hongxiang(翟洪祥), Huang Zhenying(黄振莺) *et al. Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2015, 44(S1): 808
- [9] Gupta S, Hammann T, Johnson R *et al. Journal of Materials Engineering and Performance*[J], 2015, 24(2): 1011

Effect of TiC_x Content on Mechanical Properties of TiC_x -Fe Matrix Composites Prepared by Hot Pressing

Chen Lulu, Zhai Hongxiang, Huang Zhenying, Lei Cong, Zhou Yang
(Beijing Jiaotong University, Beijing 100044, China)

Abstract: TiC_x -Fe ($x=0\%$, 7.6%, 15.61%, 24.07%, 33.47%, volume fraction) matrix composites were prepared by in-situ hot pressing of Ti_3AlC_2 (0%~40%, volume fraction) and Fe powders, and the effects of TiC_x contents on the microstructure and mechanical properties of the composites were investigated. The results show that at 1400 °C, when the volume fraction of Ti_3AlC_2 varies from 10% to 40%, the Al atoms escape from Ti_3AlC_2 to form TiC_x , and the TiC_x -Fe matrix composites are formed in situ. In the three-point bending test, when the TiC_x content in the reinforcement phase is 7.6%, the composite material is not fractural, showing good toughness, and when the content of TiC_x is 15.61%, the bending strength of the composites is 912.12 MPa. When the content of TiC_x is 15.61%, the tensile strength reaches 518.15 MPa and the elongation after fracture reaches 5.19%, which is attributed to the diffusion of Al and the good wettability between TiC_x and Fe in the composites. With the increment of TiC_x content, the bending strength and toughness of the composites decrease and the hardness increases.

Key words: Ti_3AlC_2 ; TiC_x -Fe matrix composites; microstructure; mechanical properties

Corresponding author: Zhai Hongxiang, Ph. D., Professor, School of Mechanical and Electronic Control Engineering, Beijing Jiaotong University, Beijing 100044, P. R. China, Tel: 0086-10-51685554, E-mail: hxzhai@sina.com