

MgO/Mg₂Si 增强 Mg-Li 基复合材料的界面结构

卢庆亮, 于化顺, 闵光辉, 王常春, 冯 刚

(山东大学, 山东 济南 250061)

摘要: 通过液态原位反应合成制备 MgO/Mg₂Si 增强 Mg-Li 基复合材料, 利用 TEM 对增强相形态及界面结构进行了观察。实验结果表明, 复合材料中增强粒子与基体界面结合良好, 无反应物生成。确定了增强粒子与基体的界面取向关系, MgO 与基体 α 相的晶体学关系为 $[100]_{\text{MgO}} // [40\bar{4}3]_{\alpha}$, $(011)_{\text{MgO}} // (\bar{1}2\bar{1}0)_{\alpha}$; Mg₂Si 与基体 β 相的晶体学关系为 $[310]_{\text{Mg}_2\text{Si}} // [411]_{\beta}$, $(1\bar{3}\bar{1})_{\text{Mg}_2\text{Si}} // (001)_{\beta}$ 。

关键词: Mg-Li 基复合材料; 粒子增强; 界面结构

中图分类号: TG 146.2

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2005)09-1427-03

在复合材料的制备过程中, 界面的形成与控制是研究的核心问题, 界面区域的微结构以及界面的结合强度直接决定着复合材料的最终力学性能^[1]。利用纤维、晶须及粒子增强的 Mg-Li 基复合材料, 由于 Mg-Li 合金中 Mg 和 Li 的高化学活性, Li 的高扩散性及其对增强相的高吸附性, 增强相和基体之间容易发生界面反应, 从而影响其强度、刚度及高温蠕变性能的提高^[2-4]。因此, 寻求合适的增强相以及理想的制备工艺, 成了 Mg-Li 基复合材料研究中的一个重要问题^[5]。

利用原位液态反应合成法制备 Mg-Li 基复合材料, 增强相为原位生成, 与基体界面无污染, 并可形成强的键合作用。而且, 自生的增强相颗粒尺寸细小 (0.2 μm ~5 μm), 分布均匀弥散, 因此采用这种技术可以得到高性能的复合材料^[6,7]。为此, 本试验利用液态反应合成法制备 MgO/Mg₂Si 粒子增强 Mg-Li 基复合材料, 利用 TEM 对增强相形态及界面结构进行了分析, 从而进一步研究复合材料中增强相与基体的界面取向关系。

1 试验方法

试验用主要原材料为工业纯 Mg, 高纯 Li 以及分析纯 SiO₂。复合材料是利用真空电阻加热炉在 Ar 气保护下熔制而成。先熔化纯 Mg 并过热到适当的温度, 再用钟罩法加入纯 Li, 待 Mg-Li 合金 (Mg-8%Li (质量分数, 下同)) 熔化并过热到一定温度后用钟罩压入法加入铝箔包覆的 SiO₂ 粉末 (<75 μm) 并适当搅拌, 静置 5 min 后浇注到石墨铸型中, 得到 Mg-Li 基复合

材料。

组织观察试样经抛光后用硝酸酒精腐蚀, 进行光学金相观察。TEM 用试样采用离子减薄, 并立即在透射电镜 (TEM-100CX-2 型) 上进行观察。

2 试验结果及分析

2.1 复合材料的显微组织及基体相的取向关系

图 1 为 Mg-8%Li-5%(MgO+Mg₂Si)复合材料的显微组织。图 2 为该合金的 TEM 分析。由图 1 可以看出, 复合材料的显微组织由基体相 α 和 β 以及增强相 MgO 和 Mg₂Si 组成。 α 相为基体中较亮的相, β 相为基体中较暗的相, 这一点可以通过图 2a 来证明。MgO 在基体上呈颗粒状的分布, Mg₂Si 基本上呈块状和条状分布。图 2b 为 α 和 β 两相界面处的电子衍射图。可见其为两相复合的结果, 图中较亮的斑点为重合点, 经过标定可以确定 α 和 β 相有以下的晶体学取向关系:

$$[2\bar{1}\bar{1}0]_{\alpha} // [100]_{\beta}, (000\bar{1})_{\alpha} // (01\bar{1})_{\beta}$$

2.2 MgO 粒子的形貌及其与基体相的取向关系

图 3a 为液态反应合成法制备的 MgO/Mg₂Si 粒子增强 Mg-Li 基复合材料在透射电镜 (TEM) 下观察到的 MgO 粒子形貌。由图可见, 反应生成的 MgO 粒子近于球形, 尺寸小于 1 μm , 粒子与基体界面清洁, 无明显的过渡层和反应层, 与基体的结合良好。图 3b 为 MgO 的 $[100]$ 晶带轴的衍射斑点。图 3c 为 MgO 粒子和界面结合处的衍射图。由 ASTM 卡知, MgO 具有面心立方结构, 晶格常数为 0.4213 nm, α 相为密排六方结构。由标定结果知, 界面处 MgO 相和基体 α 相

收到初稿日期: 2004-04-16; 收到修改稿日期: 2004-09-17

作者简介: 卢庆亮, 男, 1979 年生, 博士生, 山东大学材料科学与工程学院, 山东 济南 250061, 电话: 0531-8395639, E-mail: luqingliang@mail.sdu.edu.cn

有以下的取向关系:

$$[100]_{MgO} // [40\bar{4}3]_{\alpha}, (011)_{MgO} // (\bar{1}2\bar{1}0)_{\alpha}$$

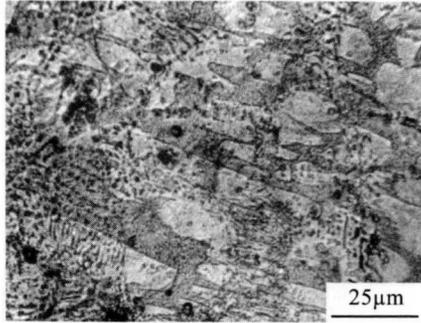


图1 Mg-8%Li-5%(MgO+Mg₂Si)的显微组织

Fig.1 The microstructure of Mg-8%Li-5% (MgO+Mg₂Si)

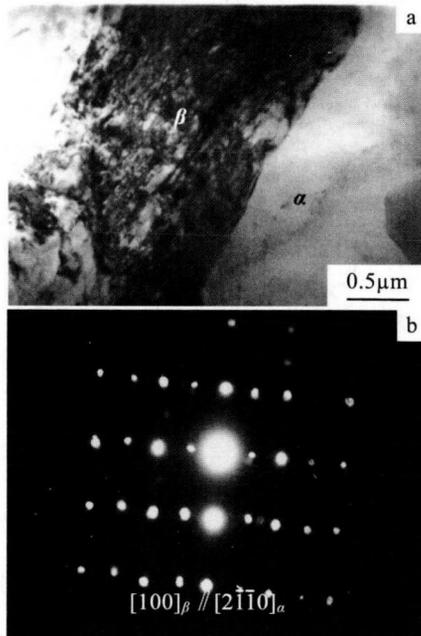


图2 Mg-8%Li-5%(MgO+Mg₂Si)的 TEM 照片和衍射图

Fig.2 The TEM analysis of Mg-8%Li-5%(MgO+Mg₂Si):

(a) TEM image and (b) diffraction pattern

由界面处 MgO 相和基体 α 相的取向关系可知, MgO 相在界面处和基体匹配良好, 为完全共格关系。这种界面匹配关系对复合材料的性能至少有以下 2 种影响: 第一, 在凝固过程中 MgO 粒子可以作为基体合金的结晶核心, 从而起到了细化基体合金组织的作用; 第二, 粒子与界面有良好的匹配关系, 可以降低在凝固过程中粒子与固相的界面能, 这将有利于粒子在固-液界面被俘获, 从而减小粒子的推移距离, 增加粒子在基体中的分布均匀性。

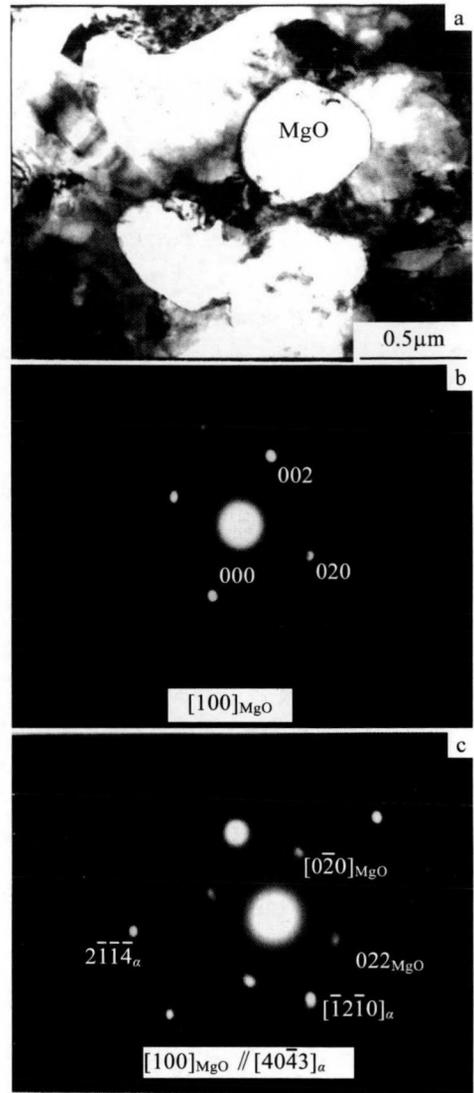


图3 Mg-8%Li-5%(MgO+Mg₂Si)中 MgO 相的 TEM 分析

Fig.3 TEM analysis of the MgO phase of Mg-8%Li-5%

(MgO+Mg₂Si): (a) TEM image, (b) mottled

diffraction pattern, and (c) diffraction pattern

2.3 Mg₂Si 粒子的形貌及其与基体相的取向关系

图 4a 为液态反应合成法制备的 MgO/Mg₂Si 粒子增强 Mg-Li 基复合材料在透射电镜 (TEM) 下观察到的 Mg₂Si 粒子形貌。由图可见: 反应生成的 Mg₂Si 粒子显示出条棒状形态, 一端较大呈块状, 一端较小, 尺寸相对于 MgO 粒子要大一些; 粒子与基体界面清洁, 无明显的过渡层和反应层, 与基体的结合良好。图 4b 为 Mg₂Si 的 [321]晶带轴的衍射斑点。图 4c 为 Mg₂Si 粒子和界面结合处的衍射斑点。由 ASTM 卡知, Mg₂Si 具有面心立方结构, 晶格常数为 0.6352 nm, β 相为体心立方结构。由标定结果知, 界面处 Mg₂Si 相和基体 β 相有以下的取向关系:

$$[310]_{Mg_2Si} // [411]_{\beta}, (\bar{1}3\bar{1})_{Mg_2Si} // (001)_{\beta}$$

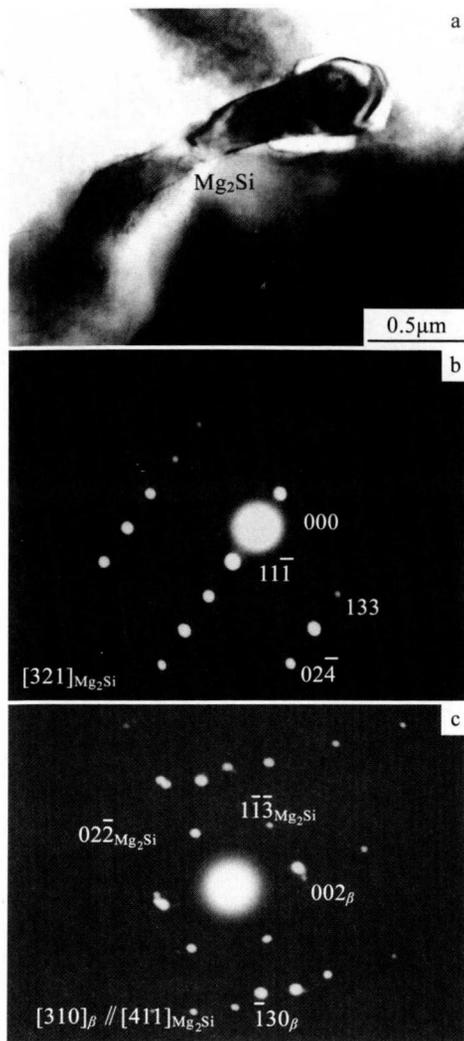


图4 Mg-8%Li-5%(MgO+Mg₂Si)中 Mg₂Si 相的 TEM 分析
Fig.4 TEM analysis of the Mg₂Si phase of Mg-8%Li-5% (MgO+Mg₂Si): (a) TEM image, (b, c) mottled diffraction pattern

Mg₂Si 粒子既有条棒状形态, 也有块状形态。按照液态反应及其凝固过程, 块状形态的 Mg₂Si 粒子更

符合粒子在液态中形核长大的结果。观察到的条棒状形态可能是凝固过程中 Mg₂Si 依附在块状上生长的结果。

3 结 论

利用液态反应合成法制备的 MgO/Mg₂Si 粒子增强 Mg-Li 基复合材料组织中, 除基体合金的相组成 β 和 α 外, 还存在 MgO 和 Mg₂Si 相, MgO 呈颗粒状, 尺寸细小 (小于 1 μm), Mg₂Si 呈块状及条棒状, 尺寸较大。MgO 和 Mg₂Si 相与基体的界面均清晰无附加物和过渡层, 界面结合良好。MgO 和 α 的晶体学关系为 $[100]_{\text{MgO}} // [40\bar{4}3]_{\alpha}$, $(011)_{\text{MgO}} // (\bar{1}2\bar{1}0)_{\alpha}$; Mg₂Si 和 β 的晶体学关系为 $[310]_{\text{Mg}_2\text{Si}} // [411]_{\beta}$, $(1\bar{3}\bar{1})_{\text{Mg}_2\text{Si}} // (001)_{\beta}$; α 相和 β 相的晶体学关系为 $[2\bar{1}\bar{1}0]_{\alpha} // [100]_{\beta}$, $(000\bar{1})_{\alpha} // (01\bar{1})_{\beta}$ 。从而可知, 液态反应合成 MgO/Mg₂Si 粒子增强 Mg-Li 基复合材料中增强粒子与合金基体有良好的界面匹配关系。

参考文献 References

- [1] Arsenault R J, Wang L, Feng C R. *Acta Metall Et Mater*[J], 1991, 39(1): 47
- [2] Mason J F, Warwick C M, Smith P J *et al.* *J Mater Sci*[J], 1989, 24: 3934
- [3] Wolfenstine J, Doncel G G, Serby O D. *J Mater Res*[J], 1990, 5(7): 1359
- [4] Doncel G G, Wolfenstine J, Melenier P *et al.* *J Mater Sci*[J], 1990, 25: 4535
- [5] Kudela S, Gergely V, Schweighfer A *et al.* *J Mater Sci*[J], 1994, 29: 5071
- [6] Yu H S, Min G H, Chen X C. *Metal Phys and Adv Tech*[J], 1997, T19(8): 25
- [7] Yu H S, Min G H, Chen X C. *Metal Phys And Adv Tech*[J], 1997, T19(4): 20

The Interface Structure of the Mg-Li Composites Reinforced by MgO/Mg₂Si

Lu Qingliang, Yu Huashun, Min Guanghui, Wang Changchun, Feng Gang

(School of Materials Science and Engineering, Shandong University, Jinan 250061, China)

Abstract Mg-Li composites reinforced by MgO/Mg₂Si particulates was prepared by reaction synthesis in liquid and TEM was used to analyze the form of the reinforcing particulates and interface structure. The experimental results show that there are no any apparent reactant on the interface. The interface microstructure of the composites indicates that there exists the following crystallization relationship between particles and matrix: $[100]_{\text{MgO}} // [40\bar{4}3]_{\alpha}$, $(011)_{\text{MgO}} // (\bar{1}2\bar{1}0)_{\alpha}$ and $[310]_{\text{Mg}_2\text{Si}} // [411]_{\beta}$, $(1\bar{3}\bar{1})_{\text{Mg}_2\text{Si}} // (001)_{\beta}$, respectively.

Key words: Mg-Li matrix composites; particulate reinforcement; interface structure

Biography: Lu Qingliang, Candidate for Ph. D., School of Materials Science and Engineering, Shandong University, Jinan 250061, P. R. China, Tel: 0086-531-8395639