

# SiCp/Mg 复合材料的制备及其阻尼特性研究

王云思<sup>1,2,3</sup>, 段东平<sup>\*3,4</sup>, 杨占寿<sup>1,2</sup>, 牛瑞龙<sup>3,4</sup>, 闫方甲<sup>3,4</sup>

(1. 中国科学院青海盐湖研究所, 中国科学院盐湖资源综合高效利用重点实验室, 青海 西宁 810008;  
2. 青海省盐湖资源综合利用工程技术中心, 青海 西宁 810008; 3. 中国科学院大学, 北京 100049;  
4. 中国科学院过程工程研究所, 绿色过程与工程重点实验室, 北京 100190)

**摘要:**采用搅拌铸造法在真空度为 200 Pa 的条件下制备得到含有微量氧化物的 SiCp/Mg 复合材料, 通过显微组织观察和动态热机械分析等对其阻尼特性进行了研究。结果表明, 所制备的 SiCp/Mg 复合材料基体晶界处分布着附着有氧化物的网状结构, 且随着 SiCp 含量的增加, 网状结构增多, 且分布更加分散。此结构增大了位错密度和晶粒界面滑移, 位错脱钉和界面滑移在振动过程中耗能量增大, 因此所制备的 SiCp/Mg 复合材料具有理想的阻尼性能。

**关键词:**搅拌铸造; SiCp/Mg 复合材料; 阻尼性能; 颗粒

中图分类号: TB323

文献标识码: A

文章编号: 1008-858X(2019)03-0068-07

## 前 言

盐湖卤水中有丰富的镁资源, 通过一定的工艺方法可以将盐湖氯化镁石中的镁还原成金属镁<sup>[1]</sup>。金属镁及镁合金具有低密度、高阻尼等优点, 但是力学性能较差。故以镁为基体添加颗粒、纤维或晶须制备镁基复合材料以得到更好的力学性能<sup>[2-5]</sup>的研究众多。通常, 力学性能与阻尼性能成反比关系<sup>[6]</sup>。即力学性能较高的材料一般阻尼性能较低, 反之亦然。所以大多数研究人员会根据用途均衡力学性能与阻尼性能取舍。本研究在一定含氧量的条件下制备了 SiCp/Mg 复合材料, 并对其阻尼特性和力学性能进行研究分析。以冀此研究为微氧条件下 SiCp 含量对 SiCp/Mg 复合材料阻尼能力的影响方面提供一些参考依据。

## 1 试 验

### 1.1 试验材料与试剂

试验材料: 99.95% 纯镁铸锭为基体材料, 纯度 99.9%, 粒度 8 000 目的 SiCp 为添加颗粒。

试剂: 氢氟酸, 去离子水。

### 1.2 试验设备与分析仪器

实验设备为型号 WBM-JRL4 的高温微波能真空气氛熔炼炉, 加热温度可达 1 300℃, 真空度可达 0.01 Pa; 分析仪器有 JSM-5610LV 扫描电子显微镜(配备 EDS); DMA-Q800 机械热分析仪; 微机控制电子万能试验机; 电火花线切割机; 磨抛机。

### 1.3 试验方法

酸浸处理 添加颗粒 SiCp 在生产过程中有少量的杂质, 并且由于暴露在空气中会发生部分

收稿日期: 2018-01-15; 修回日期: 2018-02-04

基金项目: 青海省科技厅项目, 镁铝铈合金制备及相图(2013-Z-704)

作者简介: 王云思(1987-), 女, 博士研究生, 主要从事多孔镁-镁基复合材料的研究。Email: yoursyynsi@126.com。

通信作者: 段东平, 13997217889; Email: dongping\_duan@263.net

氧化生成  $\text{SiO}_2$  附着在表面。这些因素会对实验结果产生干扰,因此需要先对 SiCp 进行清洗。清洗工艺为:配制浓度为 10% 的 HF 酸溶液置于合适容量的塑料烧杯中,将 SiCp 浸泡在所配制的 HF 溶液中 24 小时,然后用去离子水洗涤至中性,最后过滤并在烘箱中  $200\text{ }^\circ\text{C}$  下进行烘干。浸泡过程中可观察到有细密气泡生成,浮于溶液表面。

SiCp 酸洗前后的 X 射线荧光谱(XRF)成分分析如表 1 所示,可见,清洗后的 SiCp 中金属杂质明显减少,基本消除了 Cr、Ni 元素,降低了 Al、Ti 和 Fe 元素的含量。图 1 为酸洗前后 SiCp 的微观形貌图。由图可见,酸洗后比酸洗前表面碎屑明显减少。

表 1 SiCp 酸洗前后的 X 射线荧光谱(XRF)成分分析

元素	Al	Si	Cl	Ti	Cr	Fe	Ni
酸洗前	0.018	68.42	0.033	0.023	0.019	0.238	0.013
酸洗后	0.009	76.89	0.108	0.012	-	0.011	-

**材料制备** 为了制备出 SiCp 含量为 1%、2%、3% 和 4% 的镁基复合材料:1) 将浇铸钢铁坩埚放在炉腔内合适的位置;2) 将按目标镁基复合材料成分计算好的镁块放置在石墨坩埚中,然后将装有镁块的石墨坩埚放置在加热腔内,安装加热腔于微波熔炼炉加热架上;3) 将称量好的

SiCp 放置在加料勺中;4) 关闭炉门,设置程序,为了防止镁燃烧,微波熔炼炉腔内采用氩气保护,真空度控制在  $200\text{ Pa}$ ;5) 炉温以  $20\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$  的速率升温至  $850\text{ }^\circ\text{C}$ ,保温  $10\text{ min}$ ,加入 SiCp,以  $50\text{ r}/\text{min}$  搅拌  $30\text{ s}$ ;6) 升起搅拌桨,保温  $1\text{ min}$ ,进行浇铸,并随炉冷却。

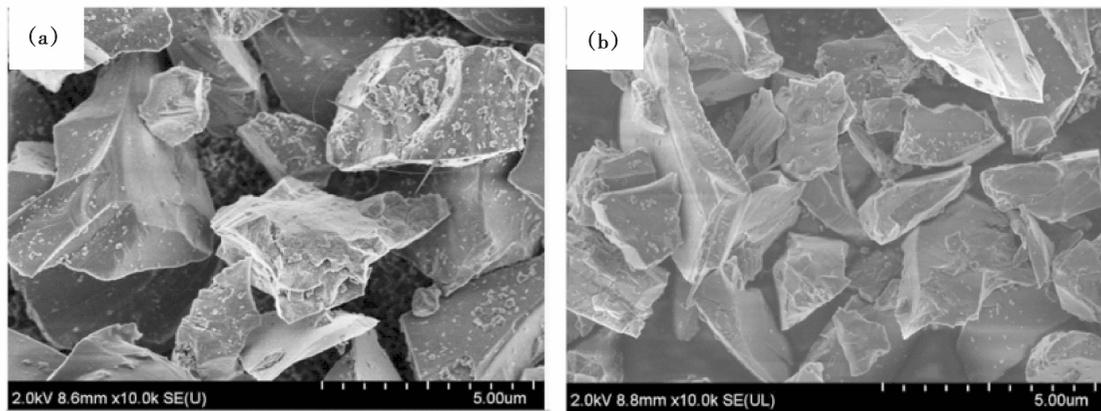


图 1 酸洗前后微观形貌图(a) 酸洗前;(b) 酸洗后

Fig. 1 Morphologies of SiCp(a) before rinse;(b) after rinse

**试样加工** 将所制备的 SiCp/Mg 复合材料用电火花切割机切割成规格分别为  $20\text{ mm} \times 15\text{ mm} \times 15\text{ mm}$ 、 $30\text{ mm} \times 10\text{ mm} \times 2\text{ mm}$  和拉伸片状标准试样。加工出的样品依次经 800 目、1 600 目、2 000 目砂纸打磨,再使用二氧化硅悬浮抛光液进行抛光,分别供电镜观察,测试阻尼性能和拉伸性能使用。

## 2 结果与讨论

### 2.1 微观形貌及成分分析

不同 SiCp 含量的试样微观形貌如图 2 所示。由 SEM 图可以看出,4 个样品表面均有白色网状结构生成,随着 SiCp 含量的增加网状结构分布更

加弥散,单位面积分布量增大。对白色网状结构进行 EDS 成分分析结果如图 3 所示。结果显示,基体部分为金属镁,含有少量的氧和微量硅。氧的来源为试样表面有部分金属镁与空气中的氧发生反应生成氧化镁。白色网状结构主要为镁,含有部分碳、氧、硅,可以推断出此结构为金属镁,氧化镁和碳化硅的混合产物。形成网状结构的原因

是绝大部分 SiCp 偏聚在晶界附近区域,只有微量的 SiCp 分布在晶粒内部,这是搅拌法制备铸造金属基复合材料具有的典型颗粒分布,通常被称之为“项链状”颗粒分布<sup>[7,8]</sup>。材料制备过程中生成的微量氧化物附着于偏聚在晶界处的 SiCp 上形成所观察到的网状结构。

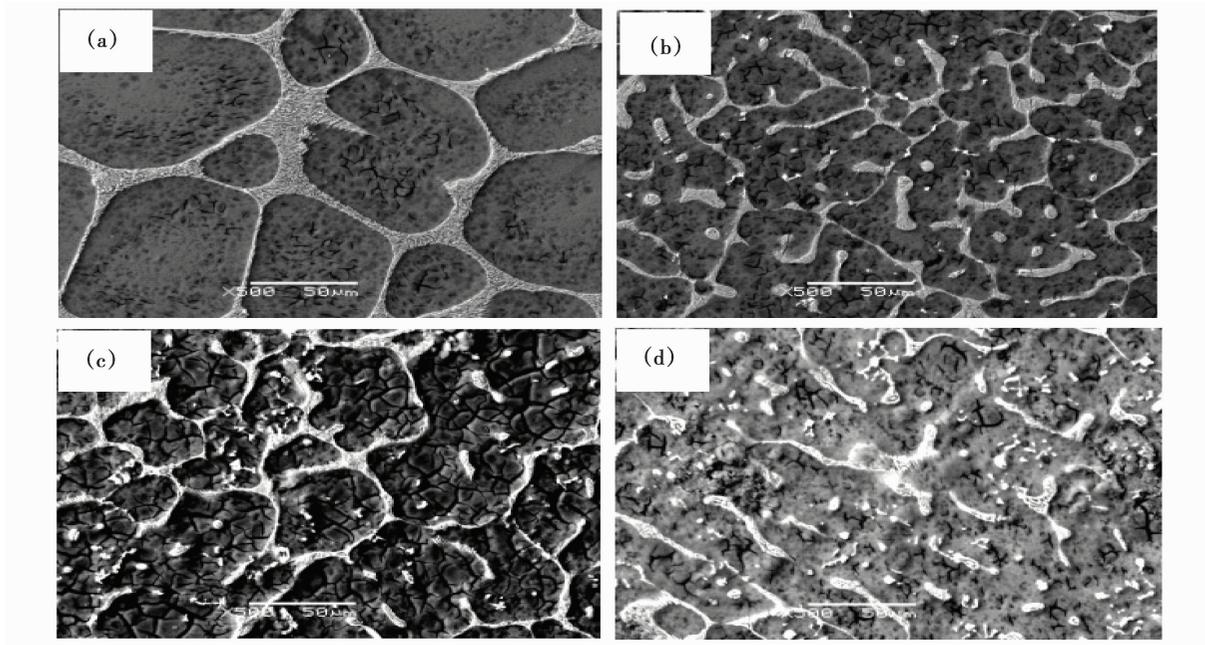


图 2 不同含量 SiCp 的 SiCp/Mg 复合材料 SEM 图(a) 1% ;(b) 2% ;(c) 3% ;(d) 4%

Fig. 2 SEM images of SiCp/Mg composites at mass percentage of SiCp(a) 1% ;(b) 2% ;(c) 3% ;(d) 4%

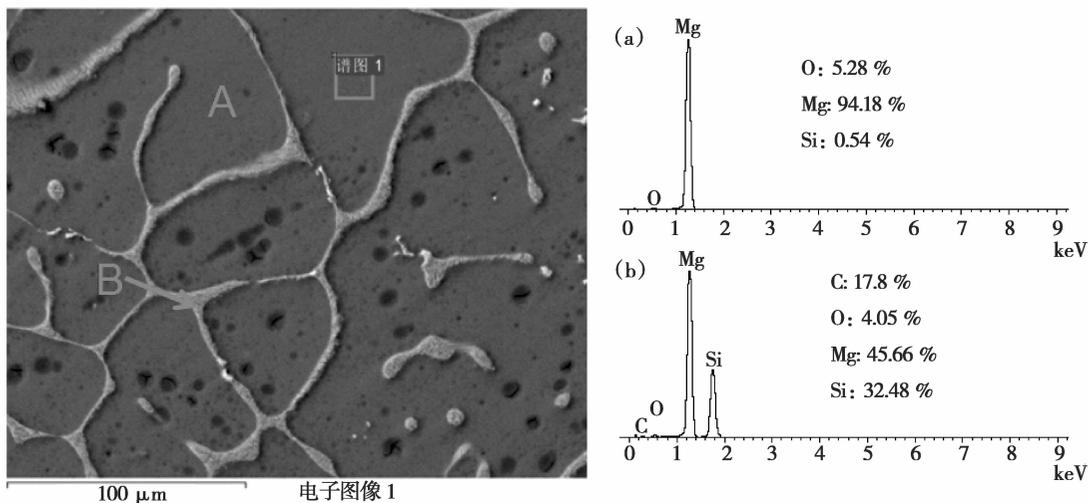


图 3 白色网状结构 EDS 成分分析(a) 区域 A;(b) 区域 B

Fig. 3 EDS analysis of white-net precipitates part(a) area A;(b) area B

## 2.2 性能测试及分析

### (1) 阻尼性能测试及分析

本研究选用美国 TA Instruments 公司生产的 Q800 型动态机械分析仪(dynamic mechanical analyzer, DMA)在单悬臂梁的强迫非共振方式测定

SiCp/Mg复合材料的阻尼特性,得到的表征阻尼特性参数的位相角 $\varphi$ 正切值 $\tan\varphi$ ,即内耗阻尼值。对4个SiCp/Mg复合材料铸态试样分别测试了室温条件下的应变 $\varepsilon$ -内耗阻尼值 $\tan\varphi$ 关系、固定应变 $\varepsilon$ 条件下的温度 $T$ -内耗阻尼值 $\tan\varphi$ 关系,讨论了SiCp/Mg复合材料铸态试样的阻尼特性。

测定室温恒温条件下 $\varepsilon$ - $\tan\varphi$ 关系的测试条件为:振动频率 $f$ 分别固定为1.0 Hz、4 Hz、10 Hz,应变 $\varepsilon$ 变化范围为 $1.0 \times 10^{-3} \sim 1.0 \times 10^{-1}$ ;测定固定应变 $\varepsilon$ 条件下 $T$ - $\tan\varphi$ 关系的测试条件为:应变 $\varepsilon$ 固定为 $7.0 \times 10^{-2}$ ,温度范围为室温 $\sim 300$  °C,升温速率分别为5 °C/min,5种振动频率 $f$ 分别为0.5 Hz、1.0 Hz、2 Hz、5.0 Hz、10.0 Hz。

图4为不同含量SiCp的SiCp/Mg复合材料

不同应变频率下的应变振幅与阻尼之间的关系图谱。由图4可以明显看出整体上随着频率的增加,阻尼值 $\tan\varphi$ 减小,这是由于镁基复合材料中阻尼的主要来源为位错和界面滑移,在交变应力作用下,频率越大,一个振动周期的位移量越小,耗能越少,因此阻尼值减小。随着SiCp含量的增加,起始阻尼值 $\tan\varphi$ 增大,由微观结构可以看出,随着SiCp含量的增加,附着有氧化物的网状结构增多,且分布更加弥散,使位错密度和滑移面增加量变大,因而起始的阻尼值增大。随着应变量的增加,阻尼值 $\tan\varphi$ 逐渐增大,SiCp颗粒含量为3%和4%时,在应变范围内出现峰值,且SiCp含量为4%时比3%时峰值在应变较小时出现,由此,根据曲线走势可以推测SiCp含量1%和2%时在更大的应变时可出现峰值。越过峰值,阻尼值 $\tan\varphi$ 逐渐减小,频率越高,减小速度越慢。

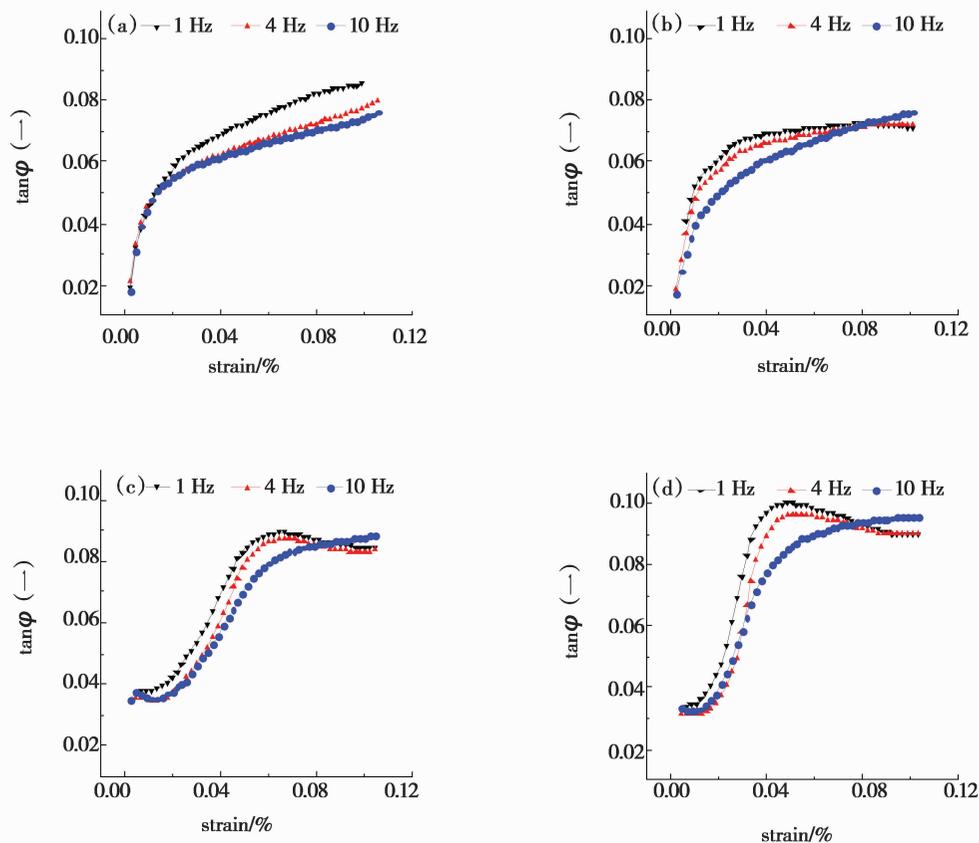


图4 不同含量SiCp的SiCp/Mg复合材料不同应变振动频率下的应变振幅与阻尼之间的关系(a) 1%;(b) 2%;(c) 3%;(d) 4%

Fig. 4 Effect of strain on damping capacities of SiCp/Mg composites at vibration frequencies as 1.0, 4.0 and 10.0 Hz under conditions of mass percentage of SiCp as (a) 1%; (b) 2%; (c) 3%; (d) 4%

图 5 为不同 SiCp 含量的 SiCp/Mg 复合材料不同应变频率下的温度与阻尼之间的关系图谱。由图 5 可以看出,随着频率的增加,阻尼值  $\tan\phi$  减小。随着温度的升高,阻尼值  $\tan\phi$  逐渐增大,并且出现阻尼峰值,这是由于达到一定温度时,材料处于热激活的状态,这时位错线挣脱钉扎点需要的应力减小,在脱钉过程中能量耗散急剧增加,达到阻尼峰值;超过这个温度,主导阻尼机制发生改变,位错阻尼所占比例下降,晶界,晶面阻尼比

例增加,阻尼值会出现继续增加的趋势。随着 SiCp 含量的增加,附着有氧化物的网状结构增多,且分布更加弥散,使位错密度和滑移面增加量变大,起始的阻尼值增大。

结果表明,含有此氧化物网状微观结构的 SiCp/Mg 复合材料的阻尼性能在同一应变和温度条件下优于胡强<sup>[9]</sup>等所报道的不含氧化物的 SiCp/Mg 复合材料。

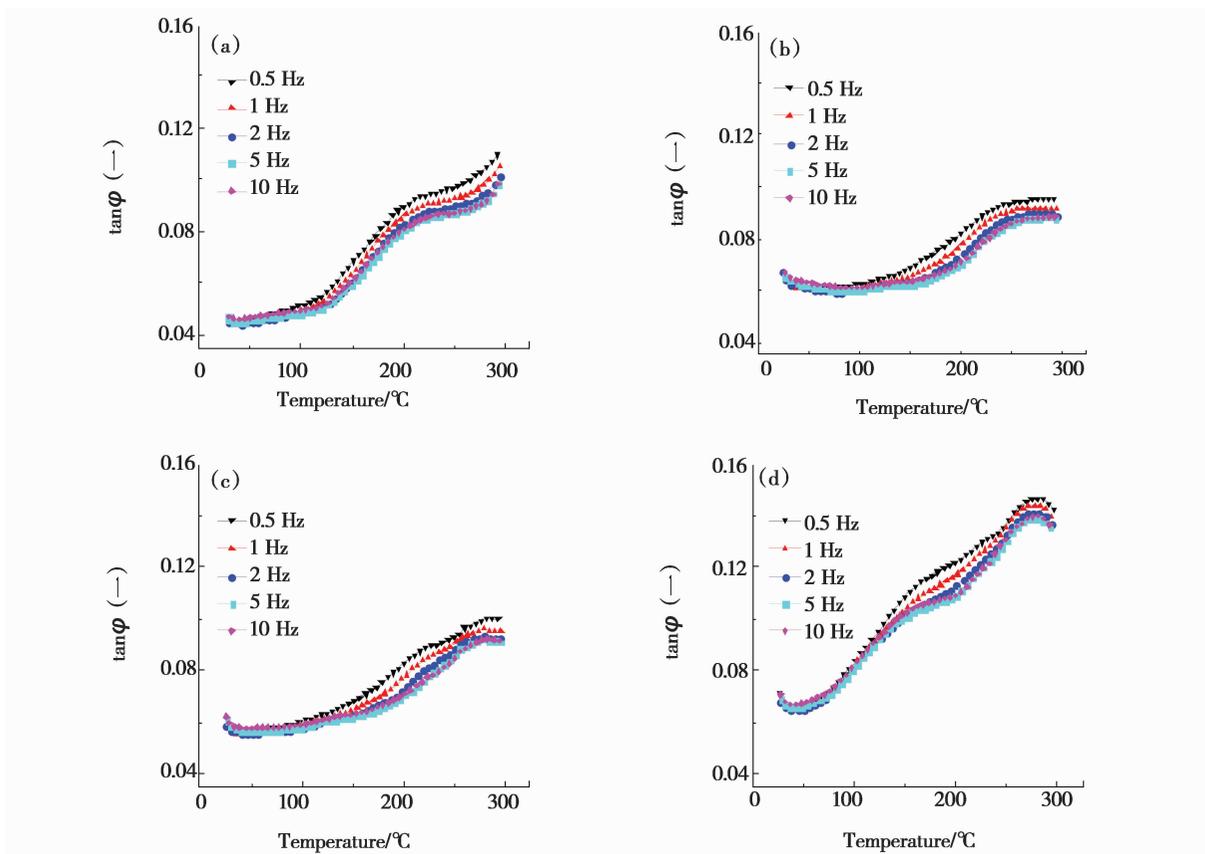


图 5 不同含量 SiCp 的 SiCp/Mg 复合材料不同应变振动频率下的温度与阻尼之间的关系 (a) 1% ; (b) 2% ; (c) 3% ; (d) 4%

Fig. 5 Relationship between temperature and damping capacities for SiCp/Mg composite at different strain frequencies (a) 1% ; (b) 2% ; (c) 3% ; (d) 4%

## (2) 力学性能测试及分析

在微机控制电子万能实验机上进行拉伸试验,主要测试抗拉强度。设置标距为 40 mm,应变速度为 0.6 mm/min,施加载荷弹性阶段控制力为 40 N/s,塑性阶段控制力为 60 N/s。

图 6 为不同含量 SiCp 的 SiCp/Mg 复合材料

拉伸应力—应变曲线。由图 6 可以看出,4 个试样均为脆性断裂。SiCp 质量分数越大, SiCp/Mg 复合材料越容易断裂; SiCp 质量分数从 1% 增大到 3%, 抗拉强度逐渐增大, 而质量分数为 4% 时, 抗拉强度下降。这是由于随 SiCp 质量分数的增大, 基体中氧化物的分布增多, 使材料的脆性增

强;在 SiCp 质量分数为 1% ~ 3% 的范围内,基体的连续性较强,故随着 SiCp 质量分数的增大,网状结构分布更加弥散,抗拉强度增大,但进一步增

大 SiCp 质量分数,过于密集的网状结构会削弱基体的连续性,使抗拉强度降低。

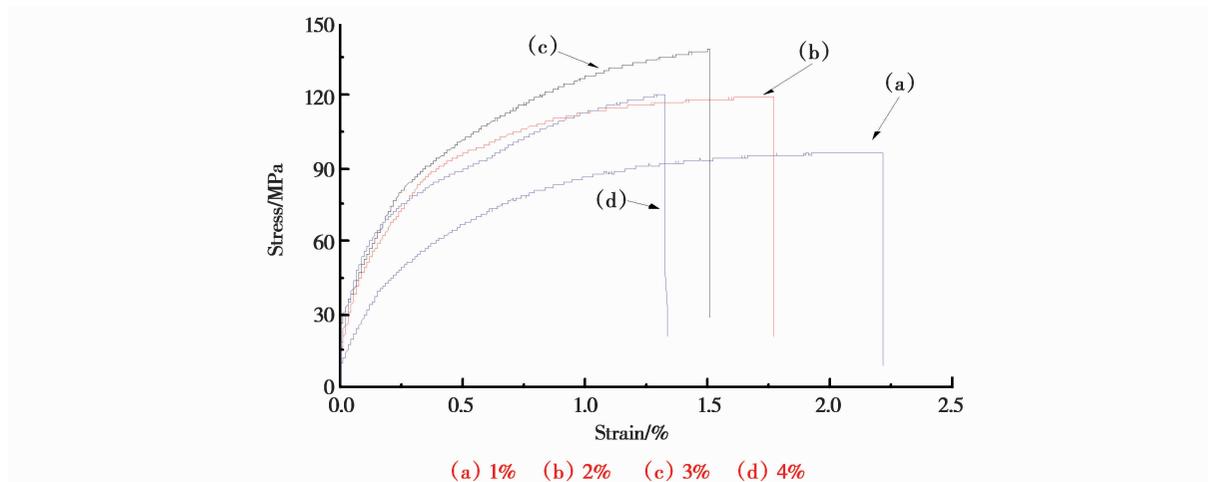


图6 不同含量 SiCp 的 SiCp/Mg 复合材料拉伸应力—应变曲线

Fig. 6 Stress-strain curve of SiCp/Mg composite with different SiCp content

### 3 结论

通过对不同 SiCp 含量的 SiCp/Mg 复合材料显微组织观察,及动态机械分析其阻尼特性,可以得到如下结论:

(1) 微氧条件下制备的 SiCp/Mg 复合材料,基体中分布着附着有氧化物的网状结构,且随着 SiCp 含量的增加,网状结构增多,且更加分散。

(2) 随着频率的增加,阻尼值  $\tan\varphi$  减小。随着 SiCp 含量的增加,起始阻尼值  $\tan\varphi$  增大,随着应变量的增加,阻尼值  $\tan\varphi$  逐渐增大, SiCp 颗粒含量为 3% 和 4% 时,在应变范围内出现峰值,且 SiCp 含量为 4% 时比 3% 时峰值在应变较小时出现。越过峰值,阻尼值  $\tan\varphi$  逐渐减小,频率越高,减小速度越慢。随着温度的升高,阻尼值  $\tan\varphi$  逐渐增大,并且出现阻尼峰值。

(3) 随着 SiCp 质量分数的增大, SiCp/Mg 复合材料越容易断裂;抗拉强度在 SiCp 质量分数为 1% ~ 3% 之间时,随 SiCp 质量分数增大而增大,质量分数为 4% 时,抗拉强度降低。

### 参考文献:

- [1] 祁米香,唐宏学,王树轩,等. 利用电石渣和盐湖氯化镁制备金属镁的研究[J]. 有色金属(冶炼部分),2016,8(4): 28-31.
- [2] 张小农,张荻,吴人洁,王灿,朱震刚. 纤维增强镁基复合材料的阻尼性能[J]. 宇航材料工艺,1997,18(6):210-22.
- [3] 张虹,斯永敏,刘国庆,钱晓太,宋永沙. 不同增强体镁基复合材料的阻尼性能[J]. 国防科技大学学报,1996,18(3):9-14.
- [4] Schaller R. Metal matrix composites, a smart choice for high damping materials[J]. J. Alloy Compd., 2003, 355(1-2): 131-135.
- [5] C. Mayencourt, R. Schaller. Development of a higher damping composite; Mg<sub>2</sub> Si/Mg [J]. Phys. Sta. sol. (a) Applied Research, 1997, 163(2): 357-368.
- [6] H. Mizubayashi, Y. Ishikawa, H. Tanimoto; Study of hydrogenated amorphous alloys as high-strength and high-damping materials[J]. J. Alloy Compd., 2003, 355(1-2): 31-36.
- [7] J. Hashim, L. Looney and M. S. J. Hashmi. Metal Matrix Composites. Production by the Stir Casting Method [J]. J. Mater. Proc. Technol., 1999(92-93): 1-7.
- [8] V. V. Bhanu Prasad, B. V. R. Bhat, Y. R. Mahajan and P. Ramakrishnan. Effect of Extrusion Parameters on Structure and Properties of 2124 Aluminum Alloy Matrix Composites [J]. Mater. Manuf. Process. 2001, 16(6): 841-85.
- [9] 胡强,揭小平,闫洪,等. SiCp/AZ61 镁基复合材料的力学与阻尼性能[J]. 锻压技术,2008,33(2):106-109.

## The Preparation and Damping Capacity of SiCp/Mg Composite Material

WANG Yun-si<sup>1,2,3</sup>, DUAN Dong-ping<sup>3,4</sup>, YANG Zhan-shou<sup>1,2</sup>, NIU Rui-long<sup>3,4</sup>, YAN Fang-jia<sup>3,4</sup>

(1. Key Laboratory of Comprehensive and Highly Efficient Utilization of Salt Lake Resources, Qinghai Institute of Salt Lakes, Chinese Academy of Sciences, Xining, 810008 China; 2. Qinghai Engineering and Technology Research Center of Comprehensive Utilization of Salt Lake Resources; 3. University of Chinese Academy of Sciences, Beijing, 100049 China; 4. CAS Key Laboratory of Green Process and Engineering, Institute of Process Engineering, Chinese Academy of Sciences, Beijing, 100190 China)

**Abstract:** The SiCp/Mg composites material with oxides were prepared by stir casting method under the condition of vacuum degree of 200 Pa. The damping properties were studied by means of microstructure observation and dynamic mechanical thermal analysis. The results showed that the network structure containing oxides were distributed in the SiCp/Mg matrix. Meanwhile, with the increase of SiCp content, the network structure was more and the distribution was more dispersed. And this structure increased the dislocation density and the grain boundary slip, resulting in the increase of the energy consumption in the vibration process through dislocation breakaway from pinning points and the interface slip. Therefore, the prepared SiCp/Mg matrix composites has the ideal damping property.

**Key words:** Stir casting; Mg matrix composites; Damping capacities; Particles