

NICALON(SiC)纤维增强铝预制丝

透射电镜样品的研制*

胡君遂 黄大曦 杨志涛 张家春

(材料科学与应用化学系)

摘要 文中研究了用离子减薄法制备NICALON(SiC)/Al 预制丝的透射电镜 (TEM) 样品。结果表明:用离子减薄法制备含有性质非常不同的组元(如碳化硅-铝复合材料) TEM 样品是一种方便、有效的方法。运用 TEM 初步分析了所制出的预制丝样品。

关键词 复合材料, 金属基复合材料, 碳化硅-铝; TEM 样品, 离子减薄

分类号 TQ127.12, TG115.211

前 言

纤维增强金属复合材料的界面状况直接影响到该材料的物理、化学、力学性能和使用寿命,在某种意义上可以认为复合材料界面是影响复合材料质量的关键部位。为进一步探讨SiC/Al 复合材料界面的状况,本文选用特殊液体浸渍法制造的 NICALON(SiC)/Al 预制丝(先驱丝^[1])作为研究对象。

透射电子显微镜(TEM, 即Transmission Electron Microscope)是材料工作者用来进行结构显微分析的重要手段,然而由于复合材料是由多相材料所组成,故其 TEM 样品的制备比起匀质材料要困难,特别是金属基复合材料其 TEM 样品的制备就更加不易了。目前我国对复合材料显微结构的研究所用设备多以X射线衍射仪、扫描电镜、光学显微镜为主。

据报导,国内有些单位曾用离子减薄法制出过碳纤维、碳/碳复合材料、碳/铝复合材料的TEM样品。但迄今尚未有制出SiC/Al复合材料TEM样品的报道,这主要是由于SiC与Al在物理、化学、力学等方面具有极不相同的性质,如SiC纤维的硬度(HM在21275MPa以上)约为Al的硬度(HM在981MPa以下)的22倍,而SiC的断裂韧性(K_{Ic} 约为98.07N/mm^{3/2})却比Al的断裂韧性(K_{Ic} 约为980.7N/mm^{3/2})低得多,使得在减薄过程中,由于SiC与Al两者的减薄速度不同造成了制样的困难。虽然我国曾有人用超薄切片机制出

SiC/Al 复合材料 TEM 样品,但由于制样成本高、成品率低,故未能推广。国外学者对离子减薄法研究的较早^[2~7],虽然有关于碳化硅增强金属复合材料 TEM 样品制备的论述,但对减薄工艺参数均无详述,故没有现成的工艺可循。为了利用 TEM 这一先进仪器,深化对于 SiC/Al 复合材料显微结构的认识,我们参考国内外的其它制样方法,通过大量的试验,成功地探索出一套用离子减薄机制备 SiC/Al 复合材料 TEM 样品的方法。本文对这种制样方法进行了总结,并运用 TEM 对所制出的 SiC/Al 预制丝样品进行了初步的显微分析。

1 TEM 样品制备

1.1 试验用材料

SiC/Al 预制丝中的纤维是日本碳素公司生产的连续丝束,每束有 500 根纤维,每根平均直径约为 $12\mu\text{m}$,纤维的组分及性能见文献 [8]、[9]。基体使用的是国产工业纯铝 (99.80wt%)。SiC/Al 预制丝是用特殊液体浸渍法拉制的^[1]。

1.2 制备方法

(1) 选样:为保证 TEM 研究结果真实、可靠并具有代表性,选择表面较光滑、匀称的预制丝作为原料。

(2) 预减薄:将经过挑选的预制丝依次在置于平板上的 $120\#$, $240\#$, ..., $4000\#$ 砂纸上进行手工研磨。磨制时,用力不能过猛,否则将导致纤维破碎,在最后阶段更应注意此点。另外,要不断改变预制丝磨面在砂纸上的位置,使磨面尽可能处于砂纸的洁净部位。在将预制丝由 0.5mm 减薄至小于 $50\mu\text{m}$ 的整个过程中,应十分仔细,尽量避免对原显微结构造成损伤。

(3) 最终减薄:将经过预减薄的预制丝样品清洗后装入离子减薄机 (IE-20, 日本 EIKO 公司制造) 的样品室进行离子减薄。离化气体采用高纯氩。减薄速率取决于离子能量、离子束与样品表面的夹角 (简称入射角,下同) 以及样品原子间的结合力等因素。因预制丝是由两个不同的组分 SiC 纤维与 Al 组成的,故在同一条件下,两者的减薄速率是不相同的。经过大量的实验研究,我们发现减薄工艺参数的选择极为重要,在某一适宜条件下,就可能使纤维、铝及界面均匀减薄,制得 TEM 样品。方法是整个离子减薄过程分为两阶段,采取不同的工艺条件。第一阶段取加速电压为 $2.8\text{kV}\sim 4.8\text{kV}$,入射角为 $20^\circ\sim 40^\circ$;第二阶段减小电压至 $1.8\text{kV}\sim 3.8\text{kV}$,并取更小入射角 ($10^\circ\sim 30^\circ$),直到制出 TEM 样品,整个轰击过程需数十小时。在此期间,要密切注意并经常查看试样减薄情况,及时对工艺参数给以适当的调整。当样品取出后,经 TEM 观察认为不够理想尚可再次进行离子减薄,因此样品制作的成品率高。

2 结果和讨论

将用离子减薄机制备出的一批 (14个) 具有不同拉制温度及不同基体成分的 SiC/Al 预制丝 TEM 样品装入日制的 H-800 型 TEM 中进行观察,都获得了满意结果。下面给出的一组图片是加速电压为 200kV 时所拍摄的其中一种预制丝样品的 TEM 照片。

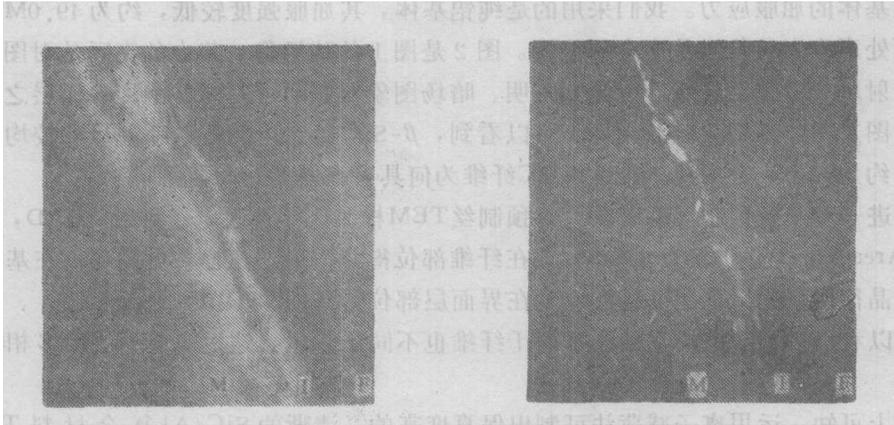


图1 SiC/Al预制丝样品TEM像 20000×

图2 图1的暗场像 20000×

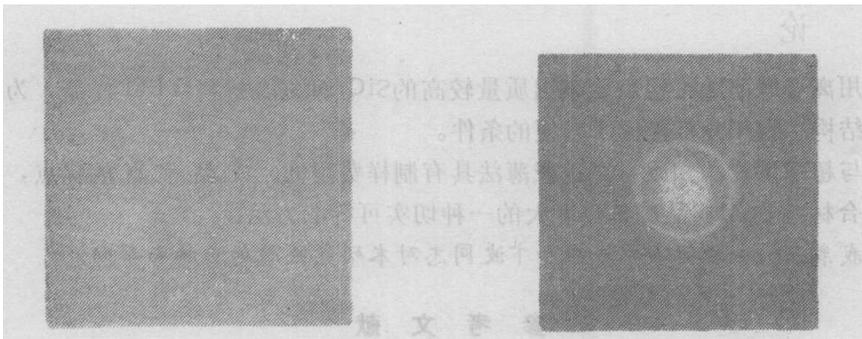


图3 图1中纤维部位的放大像 300000×

图4 图1中纤维部位的SAD图

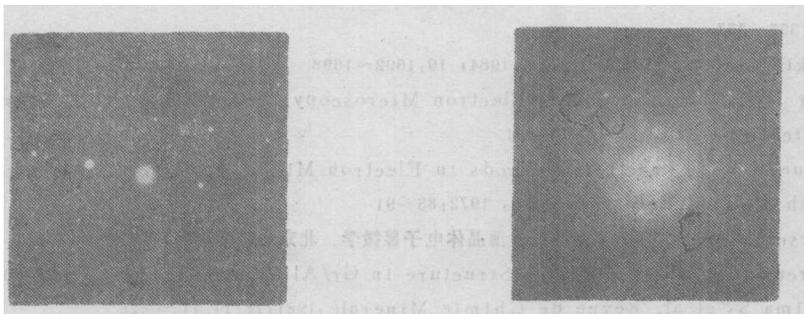


图5 图1中基体部位的SAD图

图6 图1中界面层部位的SAD图

注: 图中M, I, F分别对应于基体、界面层、纤维。

图1是SiC/Al预制丝TEM样品的纵截面照片。由图可以看到, 经离子轰击后, 界面结构保持完好, 界面层较均匀其厚度约为 $0.45\mu\text{m}$, 其中还有连在一起的析出物。在界面基体一侧, 还可见位错堆积现象, 位错是由于基体与纤维的热膨胀系数差别大($\alpha_{\text{Al}}/\alpha_{\text{SiC}}\approx 5$), 当预制丝从制造状态的高温迅速冷却到室温时, 在界面处产生的热应力所造成的。Marcus等人^[10]认为, 在许多金属基复合材料中, 界面处的这种残余应力可达到

或超过基体的屈服应力。我们采用的是纯铝基体，其屈服强度较低，约为49.0MPa，故在界面处产生大量位错是完全可能的。图2是图1的暗场像，其中的亮区是对图6中的成像衍射斑有贡献的区域。因此，将明、暗场图象对照即可判断并测出界面层之厚度。图3是图1中纤维部位的放大像。可以看到， β -SiC微晶边缘较清晰，尺寸较均匀而且极细（约为20Å）。由此不难理解SiC纤维为何具有高强度、高模量。

为进一步了解预制丝的结构，对预制丝TEM样品作了选区电子衍射（SAD，即Selected Area Electron Diffraction），在纤维部位得到衍射环花样，见图4；在基体部位得到单晶衍射花样，见图5。图6是在界面层部位得到的SAD图，通过和图4、图5比较，可以看出，界面结构复杂既不同于纤维也不同于基体，这说明界面层由多相物质所组成。

综上所述，运用离子减薄法可制出保真度高的、清晰的SiC/Al复合材料TEM样品，为可靠地进行界面结构、物相分析提供了方便的条件。

3 结 论

(1) 用离子减薄法可稳定地制出质量较高的SiC/Al复合材料TEM样品，为可靠地进行界面结构、物相分析提供了方便的条件。

(2) 与超薄切片法相比，离子减薄法具有制样费用低、成品率高的优点，是解决SiC/Al复合材料TEM样品制备难度大的一种切实可行的方法。

感谢我系五〇一教研室第一组和下波同志对本研究给予的支持和帮助。

参 考 文 献

- [1] 黄大敏等，SiC/Al先驱丝的研制，全国金属及陶瓷基复合材料学术讨论会，1985
- [2] Thomas G, Goringe M J; 洪班德等译，材料的透射电子显微术，北京：机械工业出版社，1985；355~357
- [3] Iseki T, et al, J Mater Sci, 1984; 19:1692~1698
- [4] Kay D H, Techniques for Electron Microscopy, Oxford:Blackwell Scientific Publications Ltd, 1965;378~381
- [5] Glauert A M, Practical Methods in Electron Microscopy, Vol 1, Amsterdam: North-Holland Publishing Co, 1972;83~91
- [6] Hirsch P, et al著;刘安生等译，薄晶体电子显微学，北京：科学出版社，1983;45~46
- [7] Marcus H L, The Interface Structure in Gr/Al Composites, AD-A127590
- [8] Yajima S, et al, Revue de Chimie Minerale, 1981;18(1):412~426
- [9] Yajima S, et al, J Mater Sci, 1980;8(15):2130~2131
- [10] Marcus H L, et al, In: Matthews F L, et al, ICCM-VI, Vol 1, London and New York: Elsevier Applied Science, 1987;2,460

Development of the Transmission Electron Microscope Sample of NICALON(SiC)/Al Preformed Wires

Hu Junsui Huang Datun Yang Zhitao Zhang Jiachun

Abstract

In this paper, the preparation of the Transmission Electron Microscope (TEM) sample of NICALON (SiC)/Al preformed wires has been studied by means of Argon Ion Thinning technique. The result has shown that it is a convenient and effective method to prepare the TEM sample which contains the components with very different properties, such as the composites of silicon carbide-aluminium. The sample of the preformed wires fabricated by the AIT method has preliminary been analyzed with the TEM.

key words: composite material, metal matrix composites, silicon carbide—aluminium, TEM sample, Ion-Thinning