

文章编号: 1001-4888(2020)04-0588-11

基于同步辐射 X 射线的 B_4C/Al 复合材料 原位拉伸变形和损伤研究^{*}

别必雄^{1,2}, 黄俊宇², 苏斌³, 祁美兰¹

(1. 武汉理工大学 理学院, 湖北武汉 430070; 2. 顶峰多尺度科学研究所, 四川成都 610207;

3. 中国工程物理研究院 材料研究所, 四川绵阳 621900)

摘要: 对 B_4C 质量分数分别为 15wt. % 和 30wt. % 的 B_4C/Al 复合材料进行了准静态拉伸实验研究, 采用基于同步辐射 X 射线的同时相衬成像和衍射测量技术对 B_4C/Al 的变形损伤过程进行了原位实时表征, 再结合 X 射线数字图像相关技术(XDIC), 首次获得了 B_4C/Al 复合材料拉伸过程中的多尺度力学响应: 宏观应力—应变曲线、细观变形场和微观晶格衍射谱。应力—应变曲线表明 30wt. % B_4C/Al 较 15wt. % B_4C/Al 具有更高的屈服强度和更强的应变硬化效应, 但延展性较差; 细观应变场揭示出 30wt. % B_4C/Al 的应变集中区密度更高、更容易扩展联合形成宏观裂纹, 导致材料脆断; 衍射谱则显示两种复合材料基体的衍射峰峰移和展宽都很小, 说明弹塑性变形可能主要集中在颗粒—基体界面。颗粒间距对颗粒增强金属基复合材料应变集中区的密度和其延展性有显著影响, 调整颗粒间距有助于平衡其强度和延展性。本文也讨论了 XDIC 的系统误差, 表明位移误差和应变误差控制可分别控制在 0.01pixel 和 0.1% 以下。

关键词: B_4C/Al 复合材料; 同时相衬成像与衍射; X 射线数字图像相关; 变形与损伤

中图分类号: TB331

文献标识码: A

DOI: 10.7520/1001-4888-19-013

0 引言

碳化硼(B_4C)具有低密度、高硬度等优点, 在中子吸收、装甲防护等方面有明显优势^[1-4]。 B_4C 颗粒增强的 Al 基复合材料因其优异的力学性能(如密度低和韧性好)而受到广泛关注^[4-7]。目前, 关于 B_4C/Al 复合材料宏观力学性能的研究已有大量报导^[8,9], 其中, 有关变形机理的探讨主要依赖于回收分析或有限元模拟。由于颗粒增强复合材料微结构上具有非均匀性, 导致其变形过程存在强烈的非均匀性和非线性, 因此, 有限元模拟的准确性严重依赖于本构模型和参数的可靠性^[10], 模拟给出的结果亟需实验数据来检验, 尤其是微细观尺度的数据如应变场。然而, 针对微细观尺度下 B_4C/Al 变形动力学的原位实时表征却鲜有报导, 在实验技术上也存在极大挑战。

原位微细观信息对于理解材料的变形损伤行为具有重要意义^[11]。传统的数字图像相关方法(Digital Image Correlation, DIC)作为一种常用的原位测量手段被广泛应用于实验固体力学等领域^[12]。通过光学 DIC^[12-15] 可以获得材料表面的二维应变场, 有助于描述材料的局部变形分布。近年来, 随着同步辐射光源的飞速发展, X 射线诊断技术在材料内部变形损伤过程的应用研究已有广泛报道。X 射线数字图像相关(XDIC)^[16,17] 也应运而生, 成为一种新兴的实验表征技术。与光学 DIC 不同的是, XDIC

^{*} 收稿日期: 2019-01-14; 修回日期: 2019-05-06

基金项目: 国家自然科学基金(No. 11802252), NSAF 联合基金(U1330111)资助

通讯作者: 祁美兰(1974—), 女, 博士, 教授。主要从事极端条件下固体材料的损伤与断裂研究。Email: emmy_qi@163.com

以 X 射线相衬成像(X-ray Phase Contrast Imaging, XPCI)为基础^[16-19], X 射线的强穿透能力成为 XDIC 的一大优势。Fan 等^[18]发现当 X 射线穿过镁铝合金时,材料中第二相粒子(微米量级)与基体存在相衬差异,会在 X 射线照片上产生用于 DIC 分析的“天然散斑”。这不仅省去了光学 DIC 中人工喷涂散斑^[12-15]的繁琐环节,还能提供更细小的散斑,有助于提高应变场的空间分辨率。笔者在前期工作中^[19]发现 X 射线穿透 B_4C/Al 复合材料时, B_4C 颗粒也会在 X 射线照片上产生散斑,但散斑的尺寸分布以及 XDIC 的误差评估还未展开分析。此外, X 射线在透过具有晶体结构的材料时还会发生衍射,因此,在获得相衬成像照片的同时还能获取材料的衍射图谱,提供材料晶格尺度的变形信息。这使得针对颗粒增强金属基复合材料变形过程的多尺度测量成为可能。

本文利用美国阿贡国家实验室的先进光子源(Advance Photon Source, APS)搭建了 X 射线相衬成像和衍射测量平台,对 15wt. %和 30wt. %的 B_4C/Al 复合材料进行了多尺度实验研究,获得了它们在准静态拉伸加载下的多尺度力学响应:宏观应力—应变曲线、细观应变场和微观晶格衍射谱。三者相互印证,揭示了不同增强相含量的 B_4C/Al 多尺度变形损伤特征,为检验和构建 B_4C/Al 细观本构模型提供了实验基础。

1 材料与装置

1.1 实验材料

本文选取 B_4C/Al 复合材料为研究对象。通过将 B_4C 颗粒均匀地混合在熔融铝(纯度为 99.9%)中制备出了 B_4C 含量分别为 15wt. %和 30wt. %的 B_4C/Al 复合材料,分别记为 15- B_4C/Al 和 30- B_4C/Al 。在 APS 2BM 线站上对两种材料进行了同步辐射 CT 表征,15- B_4C/Al 和 30- B_4C/Al 的三维结构分别如图 1(a)和(b)所示。由图可知,两种材料中的颗粒在三维空间上呈均匀分布;从切片图(长方体的缺口处)可以看出,单位面积上 30- B_4C/Al 的颗粒含量约为 15- B_4C/Al 的 2 倍。对同步辐射 CT 表征获取的颗粒尺寸分布进行统计分析,统计结果如图 1(c)所示,15- B_4C/Al 和 30- B_4C/Al 中 B_4C 颗粒的尺寸范围为 12~130 μm ,它们体积—平均颗粒尺寸分别为 51 μm 和 60 μm 。

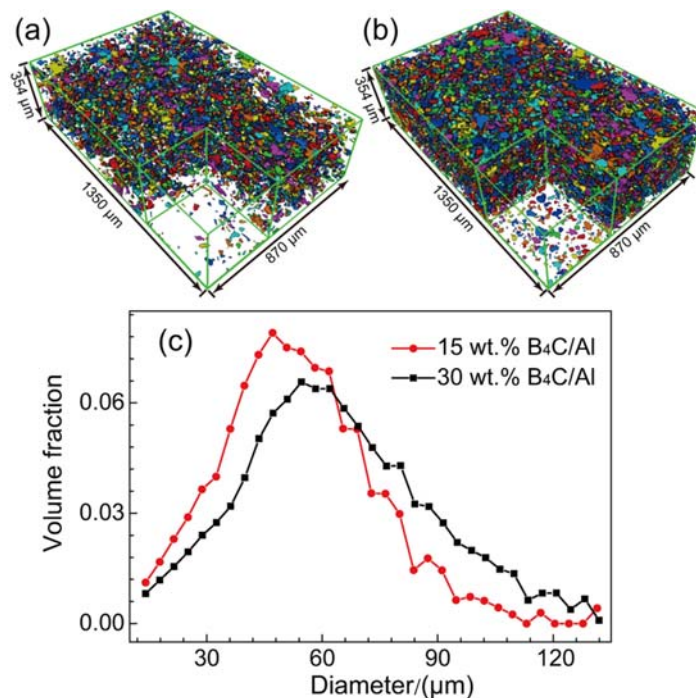


图 1 15- B_4C/Al (a)和 30- B_4C/Al (b)的颗粒三维分布以及颗粒尺寸分布统计(c)

Fig. 1 3D particle distributions of 15- B_4C/Al (a) and 30- B_4C/Al (b) and B_4C particle size distributions (c)

1.2 实验装置

基于同步辐射 X 射线的同时相衬成像和衍射实验在 APS 光源的 32-ID-B 线站进行,实验装置示意

图如图 2 所示。受限于 X 射线的光斑尺寸(约为 $2.5\text{mm} \times 1.5\text{mm}$)和穿透能力,试样尺寸不能过大。本实验试样呈狗骨头状(详见图 2 内插图),通过线切割从块体材料中加工而成,样品标距段长度为 2.50mm ,宽度为 1.38mm ,厚度为 0.45mm 。图 2 中的小型拉伸试验机是为原位 X 射线实验专门研发的,具有体积小、方便携带、测量精度高等优点,其力学传感器的测量精度可达 0.2N 。试样通过特制拉伸夹头安装到试验机上,加载时样品发生变形,X 射线穿透样品并通过成像闪烁体(LuAG:Ce)转化为可见光,再通过成像相机(Photron Fastcam SA-Z)捕获而获取图像序列。X 射线穿透 $\text{B}_4\text{C}/\text{Al}$ 时也会发生衍射,衍射信号经由衍射闪烁体(LYSO:Ce)转为可见光,再经过微通道板(MCP)增强后被衍射相机(Photron Fastcam SA-Z)采集,采集到的二维衍射图谱可通过 HiSPoD 程序^[20]转化为一维衍射谱^[21]。加载过程中试样应力—应变曲线数据由试验机记录并输出。

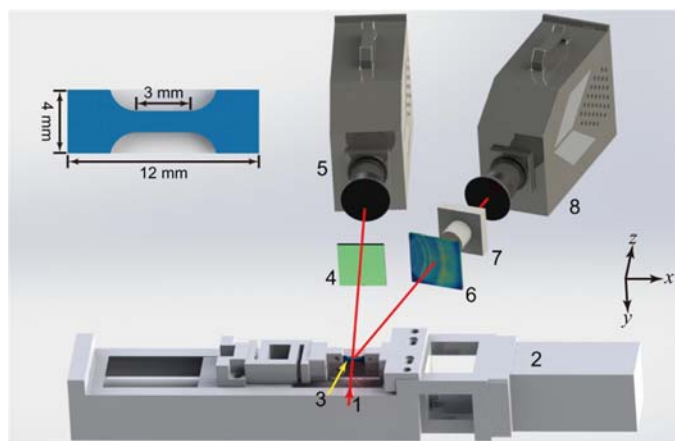


图 2 准静态加载及同步辐射 X 射线相衬成像和衍射测量系统,内插图为样品尺寸示意图。1: X 射线束; 2: 小型 MTS; 3: 样品; 4: 成像闪烁体; 5: 成像高速相机; 6: 衍射闪烁体(蒙覆了 $15\text{-B}_4\text{C}/\text{Al}$ 的衍射谱用于演示); 7: 微通道板; 8: 衍射高速相机。

Fig. 2 Schematic of the experimental setups for synchrotron based simultaneous X-ray imaging and diffraction under uniaxial tension. Inset is the schematic of sample size. 1: X-ray beam; 2: Mini-MTS; 3: sample; 4: imaging scintillator; 5: imaging camera; 6: diffraction scintillator (with illustrative diffraction rings of $15\text{-B}_4\text{C}/\text{Al}$); 7: microchannel plate; 8: diffraction camera.

实验中波荡器间距设置为 23mm , X 射线能谱如图 3(a) 所示, X 射线含有 4 次谐波, 其能量从低到高分别为 10.70keV 、 20.40keV 、 32.28keV 和 41.95keV 。其中, 一次谐波的光通量远高于其他 3 次谐波, 在相衬成像中起主导作用, 其能量展宽为 $3\% \sim 5\%$ ^[17]。为实现原位加载和探测, 同步辐射 X 射线装置、高速相机、MTS 三者要实现同步, 图 3(b) 为原位实验的时序图。当控制单元发送开始信号开启系统之后, 首先由编号为 1 的 DG535 数字延迟/脉冲发生器控制快门开启(开启耗时约 60ms), X 射线束点亮样品。快门完全打开后, 由编号为 2 的 DG535 控制两台高速相机同时被触发, 完成一次拍摄, 并随后触发 MTS 加载样品(每次实验只需触发一次)。高速相机完成拍摄后, 由于快门关闭较慢, 需通过快门快速切断 X 射线束以避免样品发生辐照损伤, 从快门完全打开到快门关闭(即 X 射线束持续时间)历时约 2ms 。重复上述过程直至加载完成, 随后由控制单元发送终止信号, MTS 停止加载, 相机停止拍照, X 射线束快门永久关闭。

2 实验结果

2.1 宏观力学响应

$15\text{-B}_4\text{C}/\text{Al}$ (红色实线)和 $30\text{-B}_4\text{C}/\text{Al}$ (黑色实线)在准静态拉伸(应变率为 $5 \times 10^{-4}\text{s}^{-1}$)下的应力—应变曲线如图 4(a) 所示, 结果显示两种复合材料的力学行为存在显著差异。 $30\text{-B}_4\text{C}/\text{Al}$ 的屈服强度为 190MPa , 拉伸强度为 270MPa , 断裂应变为 0.04 , 在其发生断裂前表现出了显著的应变硬化效应。 $15\text{-B}_4\text{C}/\text{Al}$ 则展现出近似理想塑性的应力—应变关系, 其屈服强度和最大拉伸应力分别为 70MPa 和

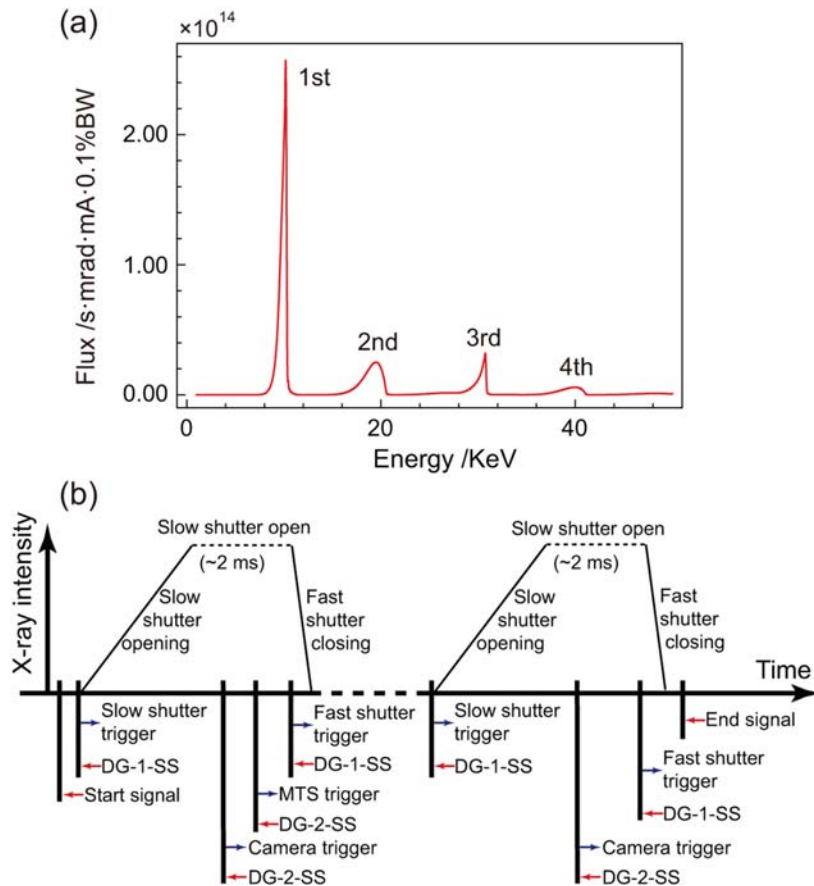


图3 (a) 振荡器间距为 23mm 时 X 射线的光通量谱; (b) 基于同步辐射 X 射线的准静态加载时序示意图, DG-1-SS 和 DG-2-SS 分别表示编号为 1 和 2 的 DG535 数字延迟/脉冲发生器发出的单脉冲信号。

Fig. 3 (a) Spectral photon flux of X-ray for undulator gap 23mm; (b) Timing/synchronization schemes for the Quasi-static loading, DG-1-SS and DG-2-SS are single-shot signal from a DG535 digital delay/pulse generator numbered 1 and 2, respectively.

104MPa, 远低于 30- B_4C/Al , 但其断裂应变远大于 30- B_4C/Al , 表现出更为优异的延展性。这表明颗粒含量的变化导致 B_4C/Al 的变形损伤机制出现了转变。

2.2 细观应变场

利用 XPCI 技术获取 15- B_4C/Al 和 30- B_4C/Al 准静态拉伸过程中的变形图像时, 考虑到 15- B_4C/Al 和 30- B_4C/Al 的延展性差异, 二者的拍摄频率分别设置为 0.1Hz 和 0.2Hz, 曝光时间均为 $1\mu s$, 图像名义分辨率均为 $4\mu m/pixel$ 。选取样品的中心区域作为成像区域 ($2.1mm \times 1.1mm$)。由于 B_4C/Al 微结构(图 1)的特征尺寸较小, 因此, 选取的成像区域可代表样品的整体响应。由于 X 射线束的截面呈二维高斯分布, 中心区域 X 射线强度最高, 因此, 需对 X 射线图像进行平场校正^[17]。15- B_4C/Al 和 30- B_4C/Al 拉伸过程中, 7 个典型时刻的 X 射线相衬成像图片(已平场校正)分别如图 4(b) 和 (c) 所示, 图片序列 f1~f7 按应变从小到大的顺序排列, 并与应力-应变曲线(图 4(a))上的标记点相对应。图片中的白点为 B_4C 颗粒, 这是因为 B_4C 的电子密度比铝低的缘故。由图 4 可知, 15- B_4C/Al 在应变为 10% 时, 出现了一个明显的局部亮点(图 4(b) f4, 虚线椭圆标记), 说明此处密度相对其他区域较弱, 即在样品内部或表面出现了孔洞形核。这是普通光学成像所无法观测的, 因为, 即使孔洞形核发生在样品表面, 由于颗粒的存在以及大塑性变形(会导致样品表面变得粗糙)都不利于微小孔洞的观测。随后, 该孔洞随着应变的增加而长大并贯穿整个样品, 最终导致样品发生宏观断裂。在此过程中, 样品内应力呈现缓慢下降的趋势。30- B_4C/Al 在最大拉伸应力处微裂纹开始萌生(图 4(c) f6, 箭头标记处)。随后, 该裂纹快速生长并贯穿整个样品, 导致材料发生断裂, 应力迅速下降。

为深入理解 B_4C/Al 复合材料在拉伸加载下的“细观”变形损伤机制, 我们采用 XDIC 方法计算了

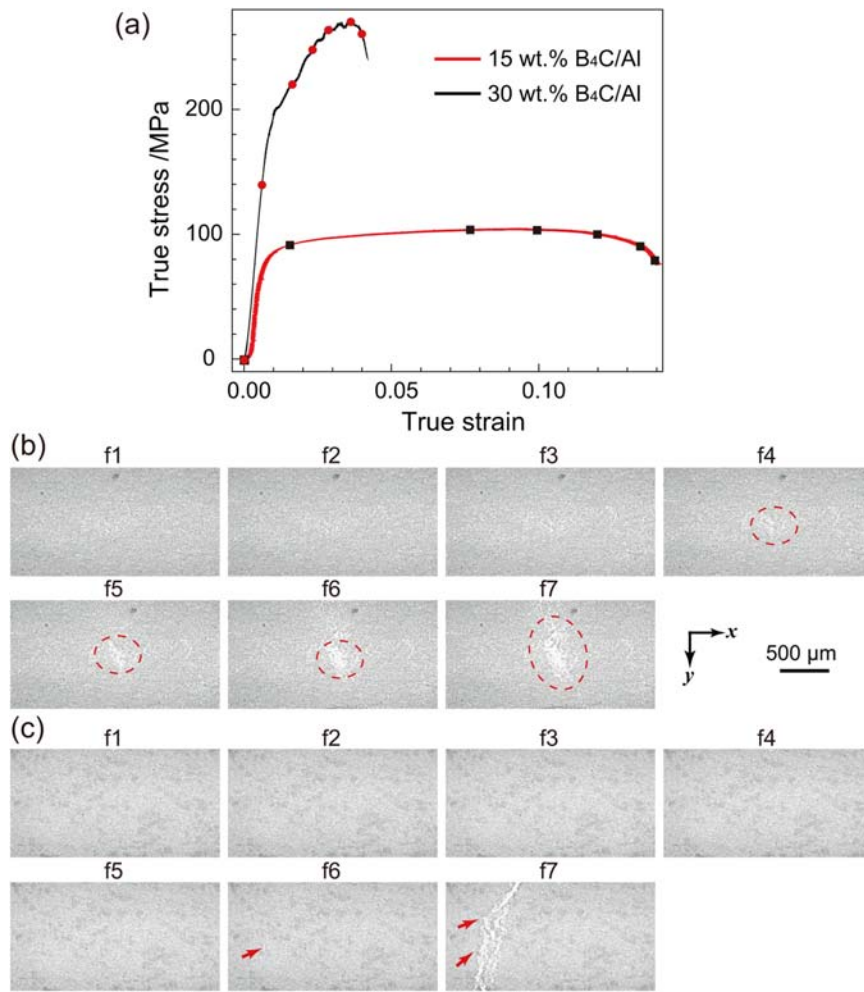


图 4 应力—应变曲线(a)和加载过程中 15-B₄C/Al (b)和 30-B₄C/Al (c)的 X 射线图像序列。

Fig. 4 True stress-strain curves (a), and snapshots for 15-B₄C/Al (b) and 30-B₄C/Al

(c) composites during Quasi-static tension.

准静态拉伸加载下样品的应变场。在 X 射线透射成像模式下, B₄C 颗粒与 Al 基体的相衬差异可作为 XDIC 分析的“天然散斑”^[16-19], 利用“天然散斑”可进行数字图像相关分析。为评估 XPCI 技术得到的图像散斑质量和 XDIC 方法的误差, 现以图 4(b)中的 f1(简称 4(b)-f1)为例进行说明。对 4(b)-f1 依次进行如下图像操作: 二值化、腐蚀和膨胀, 其中, 二值化的阈值为图像灰度分布的均值, 腐蚀和膨胀时采用的结构元素均为 3×3 的像素块, 两种样品均采用相同的参数。经上述操作后得到的散斑图如图 5(a)内插图所示。假设散斑为圆形^[17], 散斑尺寸分布如图 5(a)所示。由图可知, 平均散斑尺寸约为 5pixel, 即 20 μm, 小于颗粒平均尺寸, 这是因为 X 相衬成像时高速相机捕捉的是样品厚度方向的投影图。较小的散斑尺寸有利于 DIC 计算时选择较小的子区半径, 提高位移和应变场的空间分辨率^[21]。

图 4(b)-f1 的灰度分布如图 5(b)内插图所示, 近似为“钟形”分布。根据图像灰度分布 $f(X_{ij})$, 可定义平均灰度梯度 δ_f , 用于衡量图像散斑质量^[13,14]。 δ_f 定义如下:

$$\delta_f = \sum_{i=1}^W \sum_{j=1}^H \frac{|\nabla f(X_{ij})|}{W \cdot H} \quad (1)$$

其中, W 和 H 分别为图像的宽和高; $|\nabla f(X_{ij})| = \sqrt{f_x(X_{ij})^2 + f_y(X_{ij})^2}$ 是每个像素点灰度梯度矢量的模。 $f_x(X_{ij})$ 和 $f_y(X_{ij})$ 分别为像素点 X_{ij} 处的灰度沿 x -和 y -方向的一阶导数。图 4(b)-f1 的平均灰度梯度为 17, 表明散斑质量较高^[13,14]。理论分析^[14]表明, 位移测量误差(准确位移值与预估位移值之间的误差)的标准差 $\text{std}(u_e)$ 是噪声水平、子区半径和平均灰度梯度 δ_f 的函数。对于半径为 N pixel 的圆形子区, $\text{std}(u_e)$ 可表示为:

$$\text{std}(u_e) = 2\sigma_g / \sqrt{\pi N} \delta_f \quad (2)$$

其中, σ_g 是 Gaussian 噪声的标准差^[14,17], 根据静态不同时刻的图像计算为 2.5。位移测量误差与子区半径的关系如图 5(b) 所示。由图可知, $\text{std}(u_e)$ 在子区半径小于 6 pixel 时, 迅速降低, 随后缓慢下降。当子区半径取为 15 pixel 时, $\text{std}(u_e)$ 可小于 0.01 pixel。

拉格朗日正应变 (E_{xx} 和 E_{yy}) 和剪切应变 (E_{xy}) 可通过位移 (u) 梯度计算得出, 计算公式如下:

$$E_{ij} = \frac{1}{2}(u_{i,j} + u_{j,i} + u_{k,i}u_{k,j}) \quad (3)$$

其中 $i, j = x, y$ 。在计算应变场时, 需采用一定数量的位移点来拟合位移平面, 用于拟合的点的数目即为应变半径。本文采用 Ncorr 程序^[23] 进行 DIC 处理。图 5(c) 展示了正应变 E_{xx} 的标准差与应变半径的关系。由图可知, 随着应变半径的增加, 正应变 E_{xx} 的标准差在应变半径小于 10 pixel 时快速下降, 随后下降速度变缓, 应变误差下降到 0.1% 以下。为了计算全应变场, 将样品准静态拉伸过程中的 XPCI 图像序列分别与其初始时刻的图像进行相关计算。为降低大变形的影响和提高应变场的计算精度, 以及保证 15-B₄C/Al 和 30-B₄C/Al 复合材料 DIC 处理结果的可比性, 子区半径和应变半径均取为 15 pixel, 位移的空间分辨率约为 60 μm 。

B₄C/Al 复合材料典型时刻 (与图 4(a) 中应力-应变曲线上的标记点对应) 的应变场 (E_{xx} , E_{yy} 和 E_{xy}) 如图 6 所示, 图中 f5 和 f6 时刻应变场中的白色斑块为相关性较差区域。由图 6 可知, 15-B₄C/Al 和 30-B₄C/Al 的应变场存在显著不同。对 15-B₄C/Al (图 6(a)) 而言, $E_{xx}(x, y)$ 在 f2 时刻以前比较均匀, 但在 f3 时刻出现了两处明显的应变集中区 (图中箭头), 这早于 X 射线图像上孔洞出现的时刻 (f4 时刻), 说明是孔洞成核阶段。

随后, 左边应变集中区的幅值和面积逐渐增加, 并形成显著的拉伸应变集中区, 与图 4(b) 中的裂纹区域吻合; 但右边集中区在 f4 时刻以后停止生长, 这是因为左边集中区或孔洞的快速生长导致局部应力卸载, 抑制了其他孔洞的生长, $E_{yy}(x, y)$ 亦显示出类似的变化趋势。由于泊松效应, $E_{yy}(x, y)$ 在拉伸应变集中区出现了显著的压缩变形。对 30-B₄C/Al (图 6(b)) 而言, $E_{xx}(x, y)$ 在弹性变形阶段 (f2 时刻) 幅值较小且均匀。一些分散且幅值较低的应变集中区 (图 6(b) 中虚线椭圆标注) 在 f3 时刻 (材料已发生屈服) 开始出现, 并随着宏观应变的增加, 其幅值和面积逐渐增加; 随后这些应变集中区迅速生长联合 (f6 时刻), 形成拉伸变形带并产生微裂纹 (图 4(c) 中箭头所示), 随后导致材料断裂; 同时, 在产生裂纹的区

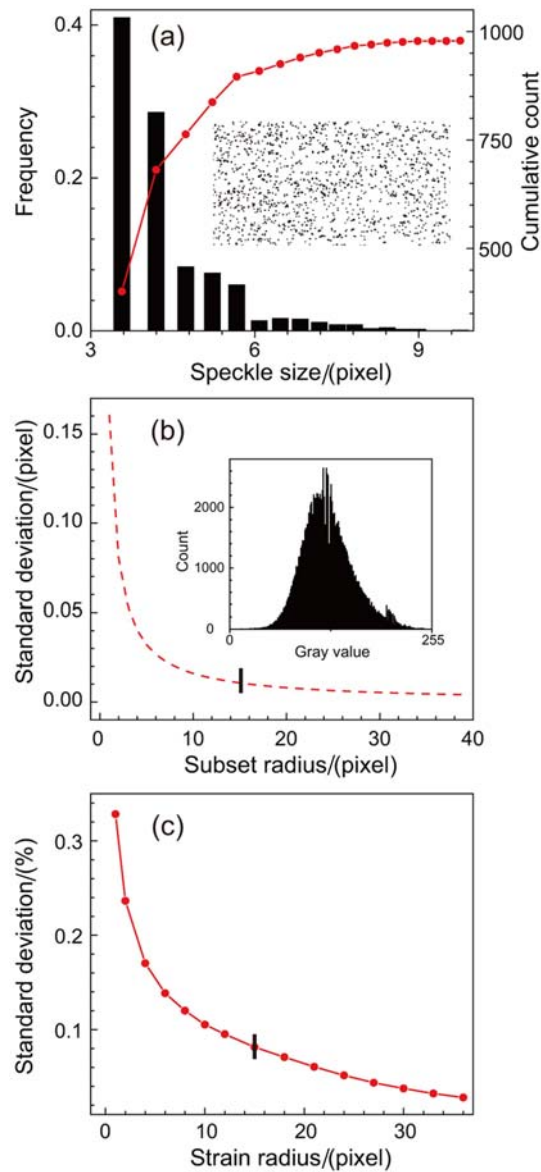


图 5 (a) 散斑尺寸分布与累计频数统计, 内插图: 散斑图;

(b) 位移的标准差与子区半径的关系, 内插图: 对应的 X 射线图像灰度统计直方图; (c) 正应变 E_{xx} 的标准差

与应变半径的关系。

Fig. 5 (a) Speckle size distribution and cumulative counts.

Inset is speckle pattern; (b) Standard deviation of displacement as a function of subset radius. Inset is gray value

histogram of corresponding snapshots; (c) Standard deviation of normal strain E_{xx} as a function of strain radius.

域,应变场 E_{xx} 和 E_{yy} 也都出现了显著的应变集中。然而,由于 $E_{yy}(x, y)$ 幅值较小,在样品断裂前并未观察到显著的颈缩现象,这可能是由于裂纹萌发后迅速合并扩展,导致 30-B₄C/Al 在出现显著颈缩之前已发生断裂失效。

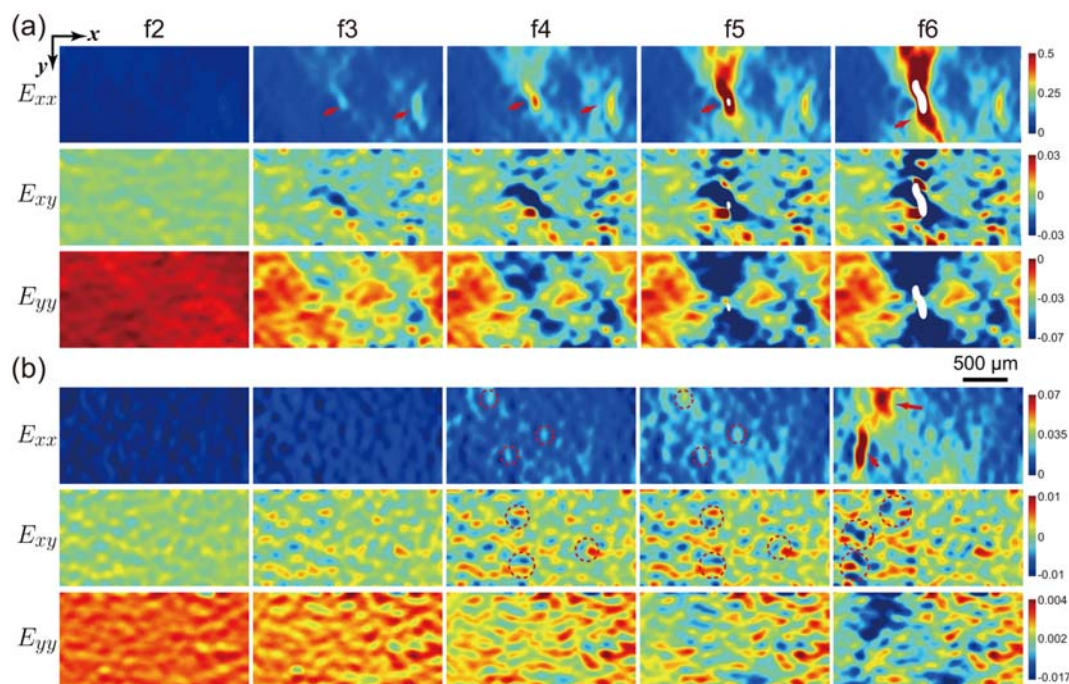


图 6 15-B₄C/Al (a) 和 30-B₄C/Al (b) 随时间演化的应变场

Fig. 6 Time evolution of strain fields for 15-B₄C/Al (a) and 30-B₄C/Al (b)

损伤演化方程是损伤力学的必备方程之一,在采用连续介质方法模拟材料损伤破坏过程中扮演着重要角色。为分析 15-B₄C/Al 和 30-B₄C/Al 的损伤演化过程,定义材料损伤度为:

$$D(t) = \lambda(t)/\lambda(t_f) \quad (4)$$

其中, $\lambda(t)$ 定义为样品屈服后某时刻 t 的应变场 $E_{xx}(x, y)$ 中应变值大于 N 倍 $E_{xx}^{av}(E_{xx}(x, y)$ 的均值) 的区域面积与应变场有效面积(去除相关性较差的区域)之比; t_f 表示材料断裂时刻,且 $D(t_f) = 1$ 。

由前人模拟结果^[24]可知,在颗粒增强金属基复合材料中,颗粒附近基体的应变值是材料平均应变的两倍以上,因此应有 $N \geq 2$ 。综合考虑应变场 $E_{xx}(x, y)$ (图 6) 的数值范围,取 N 等于 2、2.5、3 时,损伤度随宏观应变的变化关系如图 7 所示。由图可知, $N=2$ 时,两种材料在未发生损伤时其损伤度却明显大于 0,说明损伤阈值过低;取 $N=3$ 时,会造成部分损伤区域未被统计,如 15-B₄C/Al 在 10% 应变时已经出现肉眼可见的孔洞(图 6(a) f4),但损伤度依旧为 0(图 7(a) 中蓝色箭头),说明损伤阈值过高。因此,本文选取 $N=2.5$ 来量化材料损伤度的演化规律。由图 7 可知,两种材料的损伤演化曲线表现出显著差异。15-B₄C/Al 在 5% 应变以前损伤度约等于 0,此后由于产生明显的变形集中区(图 6(a) f3),损伤度开始缓慢增加;且在孔洞形核和长大开始后(图 6(a) f4,与图 7(a) 中红色箭头标记处对应),损伤度开始随应变增加而急剧升高。30-B₄C/Al 在 2% 应变之前的损伤度不为 0,可能的原因是小应变时 DIC 测量精度不够高。此后,损伤度保持在 0 附近,直到微裂纹开始萌生(图 4(c) f6,箭头标记处)后,材料损伤度迅速从 0 增加到 1(图 7(b) 中红色箭头标记处),显示出脆性断裂的特征。这与应力—应变曲线(图 4) 结果一致,即颗粒含量较高的 30-B₄C/Al 的延展性要比 15-B₄C/Al 的更差。

2.3 X 射线衍射

15-B₄C/Al 和 30-B₄C/Al 拉伸过程中,与 X 射线相衬成像同步采集的 X 射线衍射图谱如图 8 所示。实验中共采集到四个主峰,结合 X 射线能谱(图 3(a)) 和探测角度对衍射图谱进行标定可知,图 8 所示衍射信号主要来自于 Al 基体的 {111} 和 {200} 晶面族, X 射线的二、三和四次谐波均有贡献。B₄C 晶体由于对称性较低且其含量较少,其衍射信号大多淹没在噪声中而难以探测。由于 15-B₄C/Al 中 Al

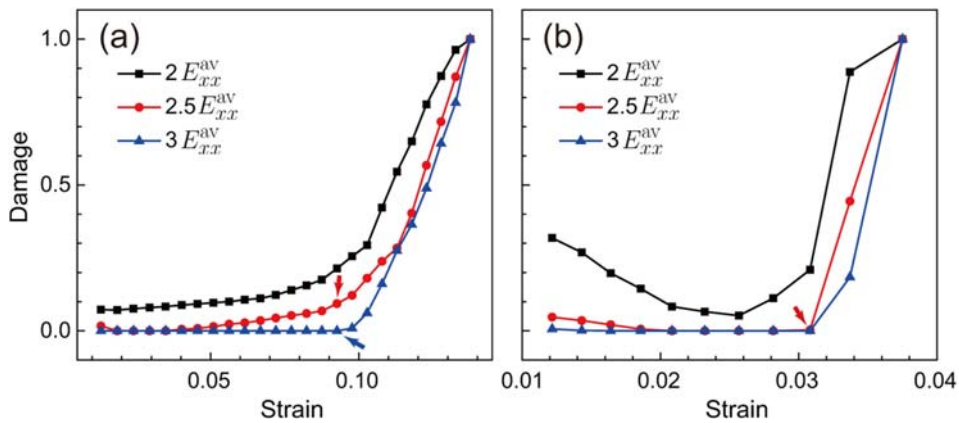


图7 N 等于 2、2.5、3 时, 15- B_4C/Al (a) 和 30- B_4C/Al (b) 的损伤度与应变的关系

Fig. 7 Damage evolving with strain for 15- B_4C/Al (a) and 30- B_4C/Al (b) composites at N equal to 2, 2.5 and 3

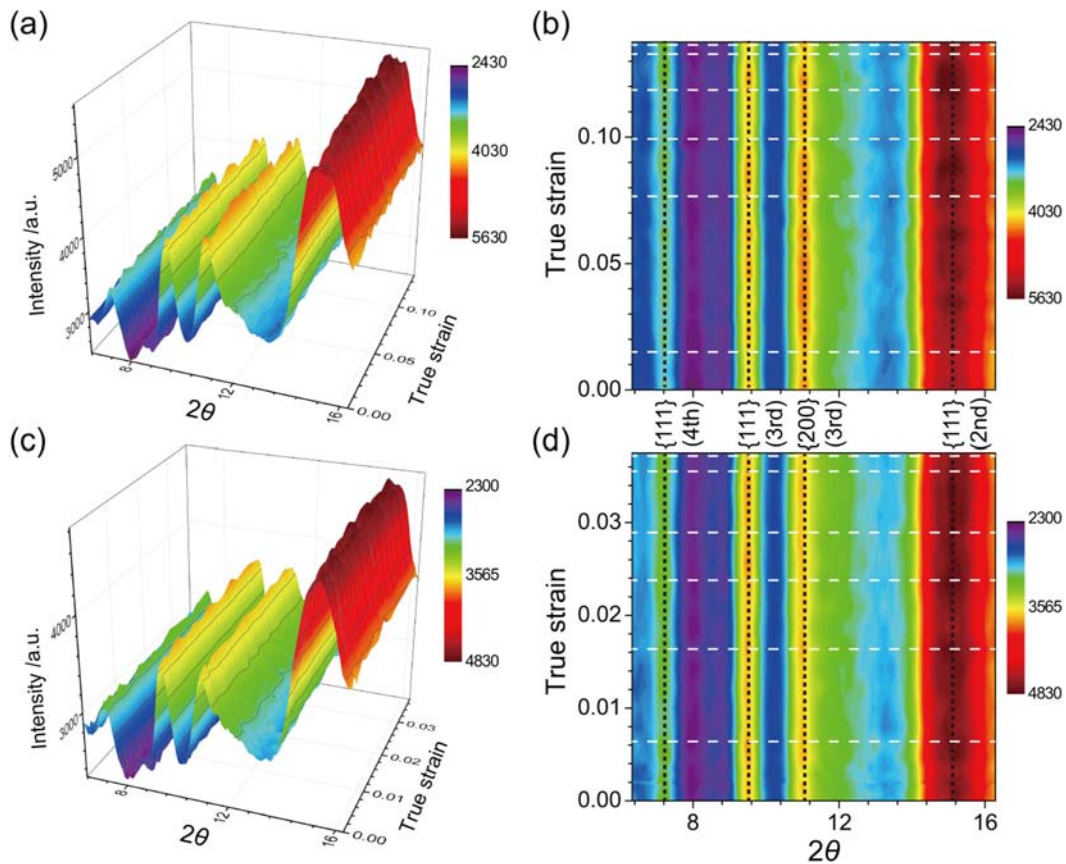


图8 不同应变下 15- B_4C/Al ((a),(b)) 和 30- B_4C/Al ((c),(d)) 的 X 射线衍射图谱, 颜色表示强度, 白色虚线 ((b)和(d)) 处的衍射信号与应力-应变曲线上的标记点对应。

Fig. 8 X-ray diffraction patterns as a function of true strain, color bars refer to intensity. (a) and (b) 15- B_4C/Al ; (c) and (d) 30- B_4C/Al . The diffraction signal at the white dash lines ((b) and (d)) corresponds to the markers on the stress-strain curve.

基体含量较高, 其初始衍射信号强度要显著高于 30- B_4C/Al 。两种材料的衍射谱表明, 随着应变增加, 衍射峰并未出现显著的峰移或展宽, 包括与应力-应变曲线上标记点对应时刻 (即材料出现屈服、损伤、宏观裂纹等时刻, (b) 和 (d) 中白色虚线处) 的衍射信号也无显著差异, 主要原因可能是模量失配导致界面处发生应力集中, 颗粒-基体界面通常是复合材料内部应变集中区的成核点, 这与应变场 (图 6) 出现点状的应变集中的现象一致; 而 Al 基体内的弹塑性变形也主要集中在颗粒附近, 基体在视野内的平均晶格变形会很小。因此, 与基体的弹性变形对应的峰移以及与其塑性变形对应的峰宽对两种材料而言

都不明显。此外,本次实验中采用的 X 射线为“粉”光,光斑尺寸约为 $2.5\text{mm} \times 1.5\text{mm}$,都在一定程度上造成初始衍射峰分布较宽。如何将衍射峰的变化与位错密度分析相结合,还需开展大量的理论和模拟工作。

3 讨论

颗粒体积分对颗粒增强复合材料力学性能的影响可以通过颗粒间距 λ 来度量, λ 一般被称为固有长度尺寸^[7,25],可通过下式进行估算^[7,25]:

$$\lambda = (1 - \phi_v) / \rho_l \quad (5)$$

其中, ϕ_v 是颗粒的体积分数比; ρ_l 为线密度。

通过测量可知,15-B₄C/Al 和 30-B₄C/Al 两种复合材料的平均颗粒间距 λ 分别约为 $83\mu\text{m}$ 和 $31\mu\text{m}$,前者是后者的 1.7 倍。由 15-B₄C/Al 和 30-B₄C/Al 两种复合材料的初始微观结构可知,颗粒-基体界面处容易产生应变集中。提高金属基复合材料中颗粒含量,意味着更小的颗粒间距 λ 以及更密集的颗粒-基体界面,进而诱导了更高密度的应变集中区。对比 15-B₄C/Al 和 30-B₄C/Al 的应变场(图 6)可知,前者的应变集中区相比后者间距更大,更为“独立”,应变集中区在 15-B₄C/Al 的“弱区”成核后便“独立”生长,这说明 15-B₄C/Al 中更大的颗粒间距 λ ,降低了应变集中区联合的概率。但在 30-B₄C/Al 中,应变集中区更为密集,虽然这些应变集中区的幅值(图 6)相比于 15-B₄C/Al 并不显著,但更小的颗粒间距 λ ,使得应变集中区间隔更小,更容易联合而形成损伤带和裂纹,最终导致 30-B₄C/Al 发生迅速的脆性断裂。因此,提高金属基复合材料中颗粒含量,有助于增加屈服强度和增强应变硬化效应,但颗粒间距减小会造成复合材料延展性降低。所以,在设计颗粒增强复合材料时,通过调控颗粒间距 λ 来平衡其强度和延展性不失为一种有效的方式。

本文以 B₄C/Al 复合材料为例,阐述了基于同步辐射 X 射线的同时相衬成像和衍射技术的应用,所获得的微观表征结果为构建和检验 B₄C/Al 复合材料的细观本构模型提供了实验基础。结合本文分析可知,该技术具有如下特点:(1)在测量材料的细观应变场时,能够同时获取材料的晶格衍射图谱,有助于从晶格尺度上分析材料的变形信息,进而达到多尺度测量的目的。(2)该技术以 X 射线为光源,可以获取材料内部的变形特征。而以 X 射线相衬成像为基础的 XDIC,能以 B₄C/Al 复合材料的增强相与基体的相衬差异为“天然散斑”,与光学 DIC 需要人工喷涂散斑相比,具有更高分辨率且能够反映材料内部变形信息。同时,“天然散斑”不易脱落,不会干扰样品变形。(3)由于同步辐射 X 射线具有高能量密度,高脉冲重复频率等特点^[17-19],故该技术对于霍普金森杆等动态加载下的材料变形原位表征也有显著优势。

4 结论

本文旨在展示同步辐射 X 射线同时相衬成像和衍射测量技术在 B₄C/Al 复合材料中的应用,对准静态拉伸加载下具有 15wt. % 和 30wt. % 的 B₄C/Al 复合材料(15-B₄C/Al 和 30-B₄C/Al)进行了原位实时多尺度测量,得到以下结论:

(1) 30-B₄C/Al 相比于 15-B₄C/Al 具有更高的屈服强度和拉伸强度,以及更强的应变硬化效应,但延展性较差。

(2) 通过 XDIC 技术获得了两种复合材料准静态拉伸过程中细观应变场的演化过程。15-B₄C/Al 应变场中应变集中区的间距大,应变集中区联合的概率低。但 30-B₄C/Al 应变场中应变集中区密度更高,间隔更小,更容易扩展联合而形成变形带,这导致了两者延展性的巨大差异。

(3) B₄C/Al 复合材料在拉伸过程中的衍射图谱基本保持不变,衍射峰没有明显的峰移和展宽,说明基体材料的平均变形量很小。

参考文献:

- [1] Zhang P, Li Y L, Wang W X, et al. The design, fabrication and properties of B₄C/Al neutron absorbers[J].

- Journal of Nuclear Materials, 2013, 437(1):350—358.
- [2] 席航, 张海生, 吴璐, 等. 中子辐照后 B_4C/Al 材料断裂机理分析[J]. 核动力工程, 2017, 38(S1):129—132 (XI Hang, ZHANG Haisheng, WU Lu, et al. Fracture mechanism of neutron irradiated B_4C/Al composite material [J]. Nuclear Power Engineering, 2017, 38(S1):129—132 (in Chinese))
- [3] Lee K B, Sim H S, Kwon H, et al. Tensile properties of 5052 Al Matrix composites reinforced with B_4C particles [J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2001, 32(8):2142—2147.
- [4] Zhang H, Chen M W, Ramesh K T, et al. Tensile behavior and dynamic failure of aluminum 6092/ B_4C composites[J]. Materials Science and Engineering:A, 2006, 433(1):70—82.
- [5] Chen X G, Da Silva M, Gougeon P, et al. Microstructure and mechanical properties of friction stir welded AA6063- B_4C metal matrix composites[J]. Materials Science and Engineering:A, 2009, 518(1):174—184.
- [6] Yazdani A, Salahinejad E. Evolution of reinforcement distribution in Al- B_4C composites during accumulative roll bonding[J]. Materials & Design, 2011, 32(6):3137—3142.
- [7] Liu B, Huang W M, Huang L, et al. Size-dependent compression deformation behaviors of high particle content B_4C/Al composites[J]. Materials Science and Engineering:A, 2012, 534:530—535.
- [8] Liu B, Huang W M, Wang H W, et al. Compressive behavior of high particle content B_4C/Al composite at elevated temperature[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2013, 23(10):2826—2832.
- [9] Liu B, Huang W M, Wang H W, et al. Study on the load partition behaviors of high particle content B_4C/Al composites in compression[J]. Journal of Composite Materials, 2014, 48(3):355—364.
- [10] Blatman G, Sudret B. An adaptive algorithm to build up sparse polynomial chaos expansions for stochastic finite element analysis[J]. Probabilistic Engineering Mechanics, 2010, 25(2):183—197.
- [11] Aydner C C, Brown D W, Mara N A, et al. In situ X-ray investigation of freestanding nanoscale Cu-Nb multilayers under tensile load[J]. Applied Physics Letters, 2009, 94(3):031906.
- [12] 潘兵, 吴大方, 夏勇. 数字图像相关方法中散斑图的质量评价研究[J]. 实验力学, 2010, 25(2):120—129 (PAN Bing, WU Dafang, XIA Yong. Study of speckle pattern quality assessment used in digital image correlation[J]. Journal of Experimental Mechanics, 2010, 25(2):120—129 (in Chinese))
- [13] Pan B. Recent progress in digital image correlation[J]. Experimental Mechanics, 2011, 51(7):1223—1235.
- [14] 潘兵, 谢惠民, 续伯钦, 等. 应用数字图像相关方法测量含缺陷试样的全场变形[J]. 实验力学, 2007(Z):379—384 (PAN Bing, XIE Huimin, XU Boqin, et al. Full-field deformation measurement of specimen with discontinuity using digital image correlation[J]. Journal of Experimental Mechanics, 2007(Z):379—384 (in Chinese))
- [15] 胡斌, 贺玲凤, 张蕊. 橡胶材料弹性模量数字图像相关测定法[J]. 实验力学, 2011, 26(2):151—157 (HU Bin, HE Lingfeng, ZHANG Rui. Digital image correlation method for rubber elastic modulus measurement[J]. Journal of Experimental Mechanics, 2011, 26(2):151—157 (in Chinese))
- [16] Lu L, Fan D, Bie B X, et al. Note: Dynamic strain field mapping with synchrotron X-ray digital image correlation [J]. Review of Scientific Instruments, 2014, 85(7):076101.
- [17] Wu S Y, Bie B X, Fan D, et al. Dynamic shear localization of a titanium alloy under high-rate tension characterized by X-ray digital image correlation[J]. Materials Characterization, 2018, 137:58—66.
- [18] Fan D, Lu L, Li B, et al. Transient X-ray diffraction with simultaneous imaging under high strain-rate loading [J]. Review of Scientific Instruments, 2014, 85(11):113902.
- [19] Bie B X, Huang J Y, Su B, et al. Dynamic tensile deformation and damage of B_4C -reinforced Al composites: time-resolved imaging with synchrotron X-rays[J]. Materials Science and Engineering:A, 2016, 664:86—93.
- [20] Sun T, Fezzaa K. HiSPoD: a program for high-speed polychromatic X-ray diffraction experiments and data analysis on polycrystalline samples[J]. Journal of Synchrotron Radiation, 2016, 23(4):1046—1053.
- [21] Lu L, Bie B X, Li Q H, et al. Multiscale measurements on temperature-dependent deformation of a textured magnesium alloy with synchrotron X-ray imaging and diffraction[J]. Acta Materialia, 2017, 132:389—394.
- [22] Lecomte D, Smits A, Bossuyt S, et al. Quality assessment of speckle patterns for digital image correlation[J]. Optics and Lasers in Engineering, 2006, 44 (11):1132—1145.
- [23] Blaber J, Adair B, Antoniou A. Ncorr: open-source 2D digital image correlation matlab software [J].

Experimental Mechanics, 2015, 55(6):1105–1122.

- [24] Bao G, Lin Z. High strain rate deformation in particle reinforced metal matrix composites[J]. Acta Materialia, 1996, 44(3):1011–1019.
- [25] Kouzeli M, Mortensen A. Size dependent strengthening in particle reinforced aluminium[J]. Acta Materialia, 2002, 50(1):39–51.

Investigations on the in situ tensile deformation and damage of B_4C/Al composites based on synchrotron X-rays

BIE Bi-xiong^{1,2}, HUANG Jun-yu², SU Bin³, QI Mei-lan¹

(1. School of Science, Wuhan University of Technology, Wuhan 430070, China; 2. The Peac Institute of Multiscale Sciences, Chengdu 610207, China; 3. Institute of Materials, China Academy of Engineering Physics, Mianyang 621900, China)

Abstract: Quasi-static tensile tests are conducted on 15wt. % and 30wt. % B_4C/Al composites, along with in situ synchrotron X-ray imaging and diffraction measurements. With X-ray digital image correlation (XDIC), we have obtained the multi-scale mechanical response of B_4C/Al composites during the tensile loading: macro stress-strain curves, mesoscopic strain fields and micro crystal diffraction patterns. The stress-strain curves indicate that 30wt. % B_4C/Al has a higher yield strength and stronger strain hardening effect but lower ductility than 15wt. % B_4C/Al . The mesoscopic strain fields indicate that the strain localizations in 30wt. % B_4C/Al has appear denser, and is more likely to grow and coalesce to form macroscopic cracks, leading to brittle fracture. The diffraction patterns show that the diffraction peak shift and broadening for the two composites are both very small. The reason may be that plastic deformation mainly concentrates in the particle-matrix interface regions. Theoretical analysis shows that inter-particle distance can significantly affect the density of strain localizations and thus ductility of the particle reinforced metal matrix composites. Controlling the inter-particle distance can help balance their strength and ductility when we design such composites. We also analyze the systematic error of XDIC, find that the displacement error and strain error can be controlled below 0.01pixel and 0.1%, respectively.

Keywords: B_4C/Al composites; simultaneous X-ray imaging and diffraction; X-ray digital image correlation; deformation and damage