

热处理对搅拌铸造 $Ti_p/AZ91D$ 镁基复合材料组织与力学性能的影响

郭婷婷^{1, 2}, 张晓辉², 康跃华², 李建波³, 陈先华³, 刘桐宇¹, 郑开宏², 潘复生^{2, 3}

(1. 沈阳工业大学材料科学与工程学院, 辽宁沈阳 110000; 2. 广东省金属强韧化技术与应用重点实验室, 广东省科学院新材料研究所, 广东广州 510650; 3. 重庆大学材料科学与工程学院, 重庆 400044)

摘要: 采用光学显微镜、扫描电子显微镜、X射线衍射和显微硬度及室温拉伸力学性能测试等方法, 分析研究了固溶、时效热处理对搅拌铸造 $Ti_p/AZ91D$ 复合材料(体积分数4.0%, 平均粒径 $6.5\ \mu m$)的微观组织和力学性能的影响规律。结果表明, 400 °C固溶热处理时, $Ti_p/AZ91D$ 复合材料的固溶时间为2 h, 比基体AZ91D合金缩短8 h, 原因是复合材料组织中的共晶 β -Mg₁₇Al₁₂相比基体合金中的较细小、弥散, 更快溶解进入 α -Mg基体相。在168 °C时效热处理时, 复合材料中的Ti颗粒界面促进 β 相析出, 使其峰值时效时间只需16 h, 比基体合金缩短一半。经过固溶时效热处理后, 复合材料的屈服强度和抗拉强度分别达到150 MPa和217 MPa, 比基体合金均有所提高。

关键词: $Ti_p/AZ91D$ 镁基复合材料; 固溶时效热处理; 微观组织; 力学性能

作者简介:

郭婷婷(1996-), 女, 硕士研究生, 研究方向为镁基复合材料。Email: guo20350723@163.com

通讯作者:

康跃华, 男, 高级工程师, 博士。电话: 020-87716032, E-mail: yhkang11s@alum.imr.ac.cn

刘桐宇, 男, 副教授, 博士。电话: 18642618880, E-mail: tongyu311@sut.edu.cn

中图分类号: TG146.2

文献标识码: A

文章编号: 1001-4977(2023)06-0673-07

基金项目:

国家重点研发计划青年科学家项目(2022YFB3708400); 国家自然科学基金青年科学基金项目(52203372); 广东省基础与应用基础研究重大项目(2020B0301030006); 广东省科学院建设国内一流研究机构行动专项资金项目(2020GDASYL-20200101001); 桂林理工大学有色金属及材料加工新技术教育部重点实验室/广西光电材料与器件重点实验室开放基金资助(20KF-7)。

收稿日期:

2023-02-27 收到初稿,

2023-03-31 收到修订稿。

镁合金是目前应用的最轻的金属结构材料, 具有比强度和比刚度高、导热导电性能良好、阻尼性能优良等优点, 在航空航天、交通运输、医疗器械和3C电子产品等领域具有广泛的应用潜力^[1-6]。

通过搅拌铸造制备金属钛颗粒(弹性模量约为106 GPa)增强制备镁基复合材料以提高合金绝对强度和弹性模量, 并且能克服如SiC和 Al_2O_3 使镁基复合材料断裂塑性显著降低的问题^[4, 7-16]。搅拌铸造法相比粉末冶金法制备颗粒增强镁基复合材料具有工艺灵活、流程短和成本低以及适合大规模生产铸件和变形用铸锭的优势^[17]。谢耀等人^[18]系统研究了搅拌铸造制备 $Ti_p/AZ91D$ 镁基复合材料(平均颗粒粒径为 $32\ \mu m$)的工艺, 包括搅拌温度、速度和时间对Ti颗粒分布均匀性、铸态微观组织和力学性能的影响规律。后续其通过调整Ti颗粒平均粒径至 $6.5\ \mu m$, 成功制备了整个复合铸锭内颗粒较均匀分布(体积分数为4.0%)的 $Ti_p/AZ91D$ 复合材料。

鉴于AZ91D镁合金是可热处理强化合金, 通过时效析出细小 β 相可以有效提高合金强度, 并且复合添加金属Ti颗粒使AZ91D镁合金的显微组织发生改变, 从而将影响其热处理工艺、组织和力学性能^[16, 18-24]。因此, 本工作进一步研究 $Ti_p/AZ91D$ 复合材料的热处理组织, 以优化其力学性能。依据AZ91D镁合金的标准固溶时效热处理制度, 并考虑到现有热处理炉的控温精度, 设计固溶温度为400 °C和时效温度为168 °C。

1 试样制备与方法

本试验采用搅拌铸造法制备 $Ti_p/AZ91D$ 复合材料(体积分数为4.0%, 平均粒径为 $6.5\ \mu m$)和相同工艺制备基体AZ91D合金, 搅拌铸造法中, 搅拌温度、速度和时间分别为580 °C、500 rpm和10 min^[18]。对复合材料和基体合金的固溶、时效热处理均采用箱式电阻炉, 固溶热处理时电阻炉内放置细小颗粒状硫化亚铁矿以防止合金氧化。设计固溶温度为400 °C, 时间分别为2 h、5 h、10 h、15 h、20 h, 固溶后水冷和时效

温度为168 ℃, 时间分别为2 h、4 h、8 h、16 h、32 h, 时效后空冷。

试样采用砂纸打磨至2000目后进行机械抛光, 之后采用4.0 vol% HNO₃酒精溶液对试样腐蚀约10 s后, 利用光学显微镜 (OM, Leica DMI3000M) 观察试样金相组织。利用配置EDS能谱仪的扫描电子显微镜 (SEM, JEOLHXA-8100型) 观察试样微观组织和拉伸断面形貌。采用标准GB/T 6394—2017中截线法统计晶粒尺寸^[25]。采用X射线衍射仪 (XRD) 进行物相分析, Ka射线 $\lambda=1.54 \text{ \AA}$, 管压40 kV, 扫描速度10°/min, 扫描角度 $2\theta=10^\circ\sim 90^\circ$ 。

试样维氏硬度测试采用HVS-1000型数显显微硬度计, 测试压力和保压时间分别为0.3 kg (2.94 N) 和10 s, 每个试样重复测试5次, 取平均值。为避免Ti颗粒对复合材料测试硬度值的较大影响, 对其显微硬度的测试是基体相, 以与基体合金进行比较。室温拉伸力学性能测试采用DNS200型万能材料试验机, 横梁移

动速率为2 mm/min, 对应试样的应变速率约为 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 。图1为拉伸试样的尺寸规格, 采用电火花线切割机制备。拉伸测试前采用砂纸将试样打磨至光滑, 拉伸测试重复3次, 取平均值。

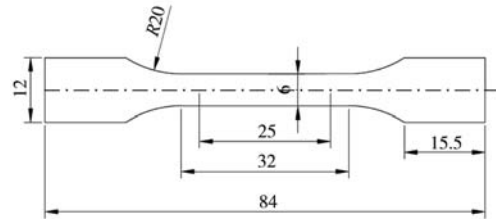


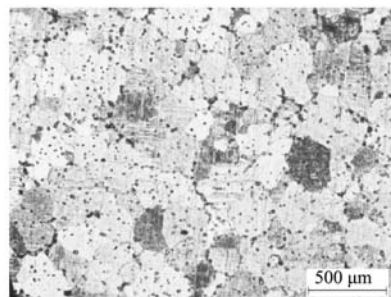
图1 拉伸试样的尺寸规格

Fig. 1 The sizes of the tensile specimen

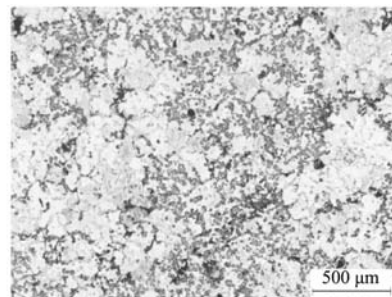
2 试验结果与讨论

2.1 固溶热处理

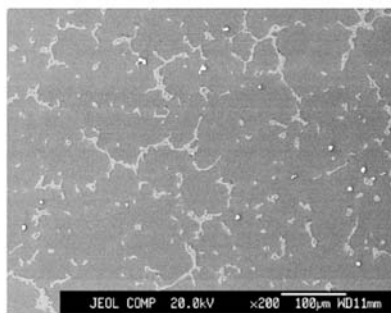
Ti_p/AZ91D复合材料和基体AZ91D合金的典型铸态组织及其XRD物相分析如图2所示。基体合金主要由



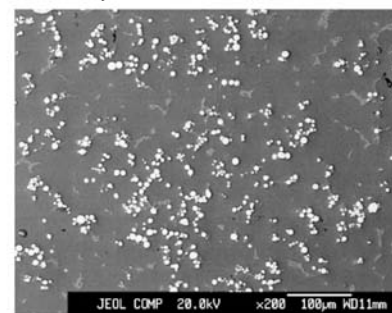
(a) 基体AZ91D镁合金典型铸态OM



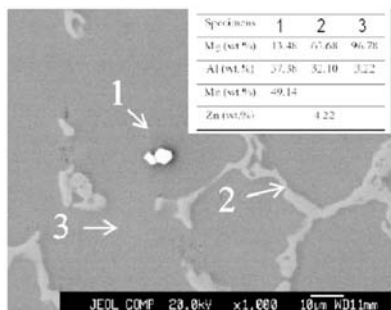
(b) Ti_p/AZ91D复合材料典型铸态OM



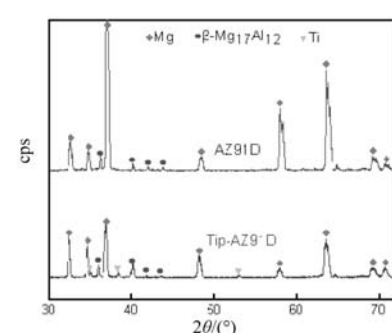
(c) 基体AZ91D镁合金SEM金相组织



(d) Ti_p/AZ91D复合材料SEM金相组织



(e) EDS能谱分析



(f) XRD物相分析

图2 基体AZ91D镁合金和Ti_p/AZ91D复合材料的微观组织及其XRD物相分析

Fig. 2 Microstructures and XRD analyses of the AZ91D and Ti_p/AZ91D composite

α -Mg和共晶 β -Mg₁₇Al₁₂相以及少量颗粒状Al-Mn化合物组成,平均晶粒尺寸约为140 μm 。复合材料的组成相除了添加的Ti颗粒相之外没有明显改变,但是共晶 β 相的尺寸和分布变得细小和弥散(对比图2c、d),而且晶粒尺寸较为细小,约为84 μm 。

固溶热处理不同时间的显微组织如图3所示,观察到复合材料固溶2 h(图3b)后,大部分共晶 β 相已基本溶解,而基体合金需要固溶10 h(图3c)。认为复合材料中的共晶 β 相较细小、弥散(对比图2c、d),能更快溶解进入 α -Mg基体相。该结果与图4所示的XRD

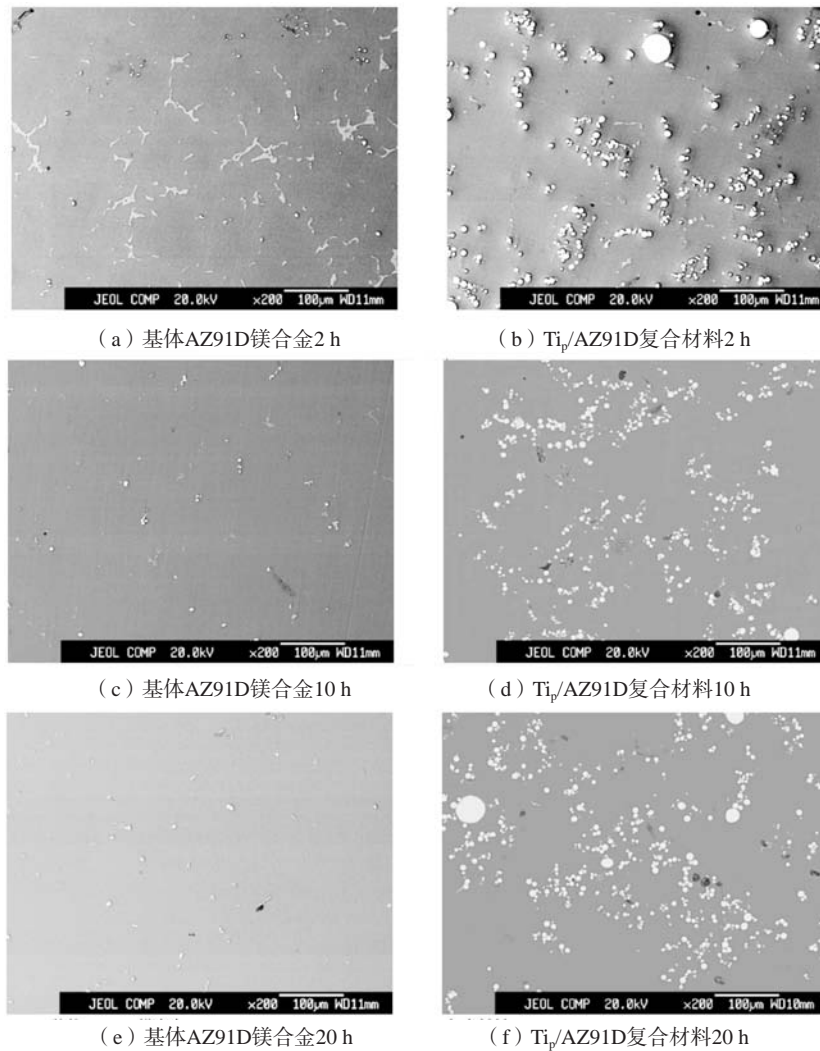
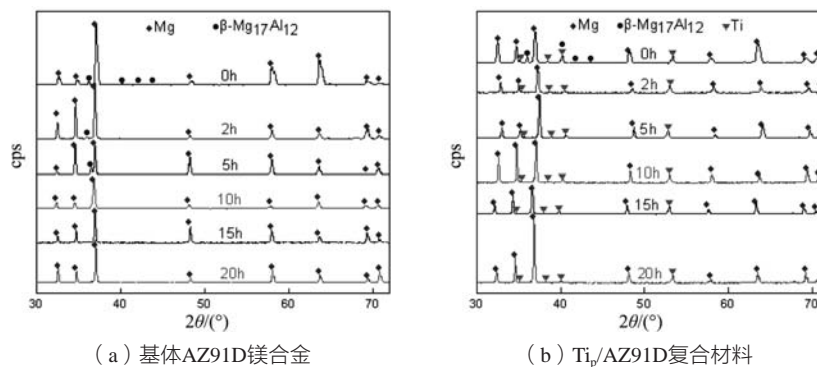


图3 基体AZ91D和Ti_v/AZ91D复合材料固溶热处理不同时间的SEM微观组织

Fig. 3 SEM microstructures of the AZ91D and Ti_v/AZ91D composite after different solution treatment times



(a) 基体AZ91D镁合金

(b) Ti_v/AZ91D复合材料

图4 固溶处理不同时间的XRD物相分析

Fig. 4 XRD analysis results of the AZ91D and Ti_v/AZ91D composite after different solution treatment times

物相分析结果相一致，即复合材料固溶2 h后就不存在共晶 β 相的衍射峰，而基体合金的共晶 β 相衍射峰需要固溶10 h后才基本消失。但是，显微组织中仍存在少量细小 β 相未溶解（图3c、d），为提高后续时效强化效果，固溶时间均延长至20 h，以使共晶 β 相完全溶解并扩散均匀。

2.2 时效热处理

图5为复合材料中基体相和基体合金的时效硬化曲线，发现硬度均随时效时间的延长逐渐达到峰值，峰值硬度均约为HV 93，随后开始降低。但是，复合材料中基体相的峰值时效时间仅为16 h，而基体合金为32 h。该结果表明，复合添加Ti颗粒促进了基体合金的时效硬化速率。

时效不同时间的典型显微组织如图6所示，观察到时效2 h时晶界和Ti颗粒界面处均析出 β 相（图6a、b），分析认为，Ti颗粒和AZ91D合金具有明显不同的

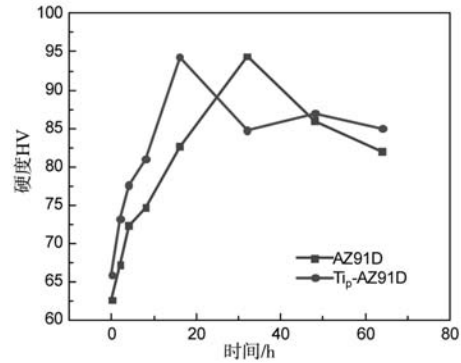


图5 基体AZ91D镁合金和Ti_p/AZ91D复合材料中基体相的时效硬化曲线

Fig. 5 Age-hardening curves of the matrix phase of the AZ91D alloy and Ti_p/AZ91D composite

热膨胀系数，导致Ti颗粒界面处存在晶格畸变，使（析出相的形核能降低，并加速溶质原子的扩散，从而促进 β 相的析出和长大。随着时效时间的延长，逐渐析

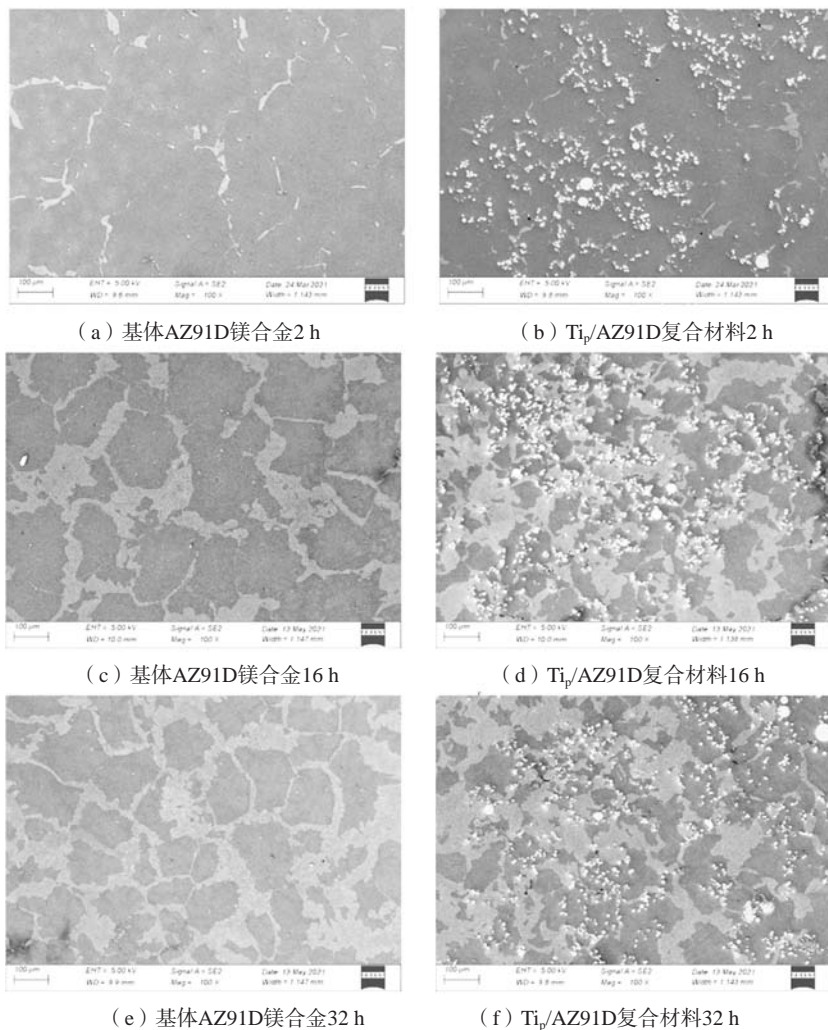


图6 基体AZ91D合金和Ti_p/AZ91D复合材料时效热处理不同时间的SEM金相组织
Fig. 6 SEM microstructures of the AZ91D and Ti_p/AZ91D composite after different aging times

出细小 β 相,从而达到时效峰值,之后析出相粗化,导致时效硬度降低即过时效^[26]。图7为复合材料和基体

合金时效16 h的金相显微组织,发现其平均晶粒尺寸相近,分别约为220 μm 和230 μm 。

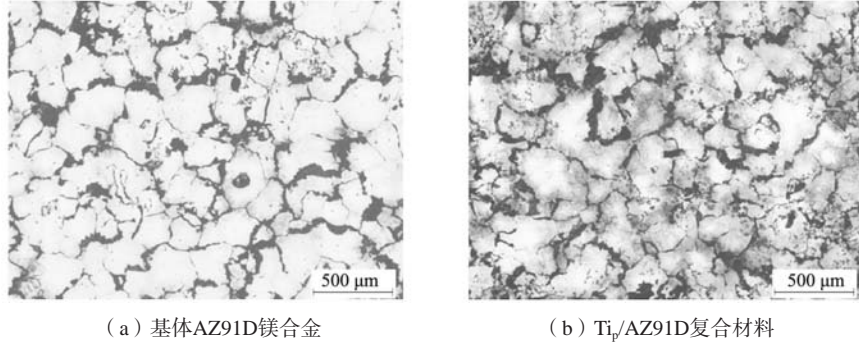


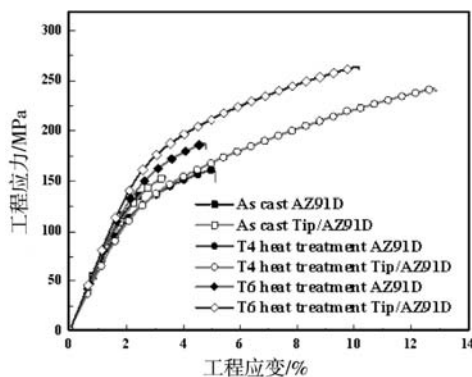
图7 时效16 h的OM金相组织

Fig. 7 OM microstructures of the composite after 16 h aging

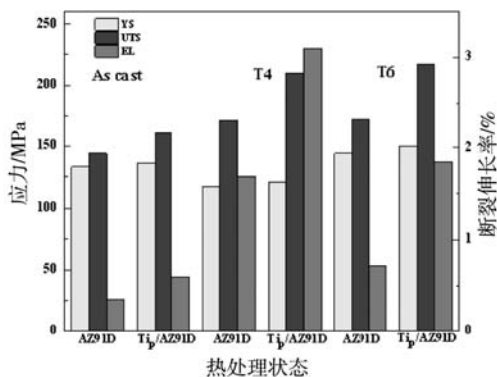
2.3 力学性能和断口分析

复合材料和基体合金不同热处理态的室温拉伸曲线和力学性能如图8所示,固溶态复合材料的屈服强度、抗拉强度和断裂伸长率分别为(121 \pm 3.3) MPa、(210 \pm 27.1) MPa和3.1% \pm 1.12%。对比铸态,固溶热处理使屈服强度有所降低,而断裂伸长率有所提高。峰值时效热处理后,复合材料的屈服强度和抗拉强度分别提升至(150 \pm 10.5) MPa和(217 \pm 23.9) MPa。

但是,断裂伸长率降低至1.84% \pm 0.72%。对比基体合金,复合材料的屈服强度和抗拉强度均有所增加,而断裂伸长率没有降低。图9为固溶和时效热处理态复合材料和基体合金的室温拉伸断口形貌,均观察到解理断裂面和撕裂棱,均为准解理断裂。但是,复合材料断口还观察到Ti颗粒,该结果证实,Ti颗粒与基体合金的复合界面处产生裂纹,影响复合材料的断裂伸长率。



(a) 室温拉伸应力-应变曲线



(b) 拉伸力学性能

图8 Ti_p/AZ91D复合材料和基体AZ91D合金不同热处理状态的室温拉伸应力-应变曲线和拉伸力学性能

Fig. 8 Room temperature tensile engineering stress-strain curves and mechanical properties of the Ti_p/AZ91D composite and AZ91D alloy after different heat treatments

3 结论

(1) Ti_p/AZ91D复合材料的400 $^{\circ}\text{C}$ 固溶热处理时间从基体AZ91D合金的10 h缩短至2 h,原因是复合添加Ti颗粒使共晶 β -Mg₁₇Al₁₂相尺寸细化、分布更加弥散,从而更容易溶解并扩散均匀。

(2) Ti_p/AZ91D复合材料的168 $^{\circ}\text{C}$ 时效峰值热处理

时间为16 h,比基体合金缩短一半,观察到细小 β 相从Ti颗粒界面较早析出,从而促进了时效析出。

(3) 经过T6热处理(400 $^{\circ}\text{C}$ \times 20 h+168 $^{\circ}\text{C}$ \times 16 h),Ti_p/AZ91D复合材料的屈服强度和抗拉强度分别为150 MPa和217 MPa,比基体合金的强度均有所增加。

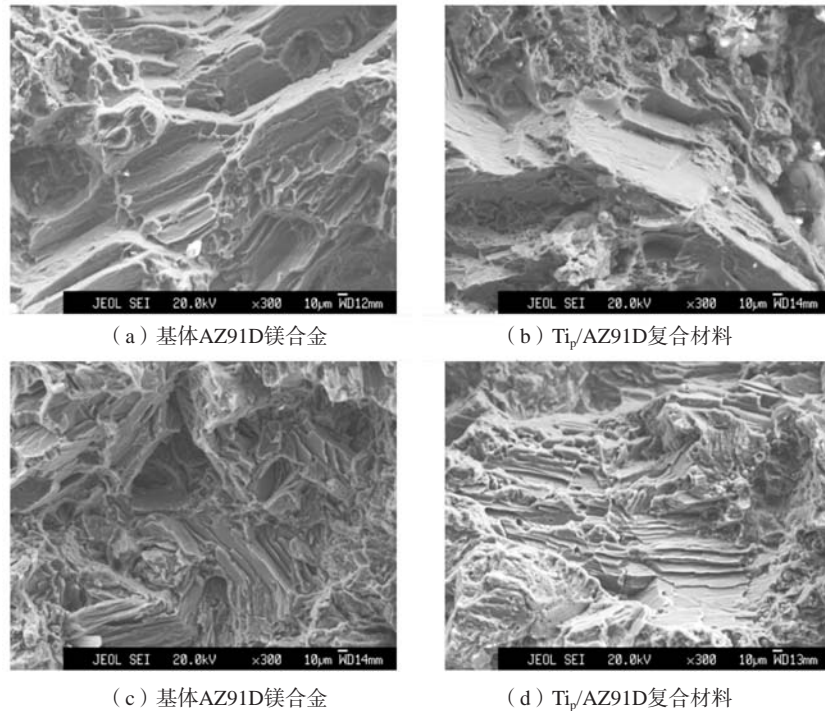


图9 基体AZ91D合金和Ti_p/AZ91D复合材料分别固溶20 h和时效16 h的室温拉伸断口形貌

Fig. 9 Room temperature tensile fracture morphologies of the AZ91D alloy and Ti_p/AZ91D composite after solution treatment of 20 h and aging of 16 h

参考文献:

- [1] 陈振华. 镁合金 [M]. 北京: 化学工业出版社, 2004.
- [2] 张碧云. Ti对Mg-Zn合金组织与性能的影响 [D]. 重庆: 重庆大学, 2019.
- [3] XU T, YANG Y, PENG X, et al. Overview of advancement and development trend on magnesium alloy [J]. Journal of Magnesium and Alloys, 2019, 7 (3): 536-544.
- [4] JIANG A X, YOU Z Y, DUAN Z, et al. Effects of SiC_p on microstructures of semi-solid extruded AZ91D magnesium alloys in recrystallization process [J]. China Foundry, 2021, 18 (6): 565-573.
- [5] GOVINDARAJU M, VIGNESH R V, PADMANABAN R. Effect of heat treatment on the microstructure and mechanical properties of the friction stir processed AZ91D magnesium alloy [J]. Metal Science and Heat Treatment, 2019, 61 (5): 311-317.
- [6] LIU Lizi, CHEN Xianhua, PAN Fusheng. A review on electromagnetic shielding magnesium alloys [J]. Journal of Magnesium and Alloys, 2021, 9 (6): 1906-1921.
- [7] 张善保, 于思荣, 许骏, 等. 颗粒增强镁基复合材料的研究现状及发展趋势 [J]. 铸造技术, 2016, 37 (1): 1-6.
- [8] 陈利文. 半固态注射成型铸造法制备石墨烯纳米片/AZ91D镁基复合材料工艺及性能研究 [D]. 太原: 中北大学, 2019.
- [9] HABIBNEJAD-KORAYEM M, MAHMUDI R, POOLE W J. Enhanced properties of Mg-based nano-composites reinforced with Al₂O₃ nano-particles [J]. Materials Science and Engineering: A, 2009, 519 (1-2): 198-203.
- [10] KUMAR N, SOREN S. Selection of reinforcement for Al/Mg alloy metal matrix composites [J]. Materials Today: Proceedings, 2020, 21: 1605-1609.
- [11] 任峰岩, 许磊, 历长云, 等. 粉末冶金法制备颗粒增强镁基复合材料的研究进展 [J]. 粉末冶金技术, 2020, 38 (1): 66-73.
- [12] SUN X, WANG C, DENG K, et al. High strength SiC_p/AZ91 composite assisted by dynamic precipitated Mg₁₇Al₁₂ phase [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2018, 732: 328-335.
- [13] 冯艳, 陈超, 彭超群, 等. 镁基复合材料的研究进展 [J]. 中国有色金属学报, 2017, 27 (12): 2385-2407.
- [14] 张乾, 齐乐华, 李贺军. 碳纳米管增强镁基复合材料制备及界面研究进展 [J]. 材料科学与工艺, 2020, 28 (3): 76-88.
- [15] SEETHARAMAN S, SUBRAMANIAN J, GUPTA M, et al. Influence of micron-Ti and nano-Cu additions on the microstructure and mechanical properties of pure magnesium [J]. Metals, 2012, 2 (3): 274-291.
- [16] BRASZCZYŃSKA-MALIK K N, PRZEŁOŻYŃSKA E. Analyses of AM50-TiP metal-metal composite microstructure [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2018, 731: 1181-1187.
- [17] FAHAD M, BAVANISH B. Tribological and ageing behavior of AZ91D magnesium alloy fortified with nano lanthanum and nanoceria by stir casting for aviation application [J]. Industrial Lubrication and Tribology, 2021, 73 (4), 635-641.

- [18] 谢耀, 康跃华, 李新涛, 等. 搅拌铸造金属Ti颗粒增强AZ91D复合材料的组织与力学性能 [J]. 铸造, 2021, 70 (7): 793-799.
- [19] 齐磊, 靳玉春, 赵宇宏, 等. 热处理对 SiC_p/AZ91D 复合材料组织和力学性能的影响 [J]. 热加工工艺, 2014, 43 (10): 114-116.
- [20] 张尧成, 宋兵兵, 张韦祎, 等. 热处理对汽车用AZ91镁合金微观组织和力学性能的影响 [J]. 热加工工艺, 2018, 47 (4): 238-241.
- [21] YUAN G, YOU G, BAI S, et al. Effects of heat treatment on the thermal properties of AZ91D magnesium alloys in different casting processes [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2018, 766: 410-416.
- [22] YOU Z, JIANG A, DUAN Z, et al. Effect of heat treatment on microstructure and properties of semi-solid squeeze casting AZ91D [J]. China Foundry, 2020, 17 (3): 219-226.
- [23] AMALAN A P A, SIVARAM N M, BAVATHARANI C, et al. A study on the effect of ageing heat treatment on hardness, tensile and corrosion behaviour of stir-cast AZ91D-5SiC-1Gr hybrid magnesium composite [J]. International Journal of Metalcasting, 2022, 16 (2): 1-14.
- [24] JIANG A X, YOU Z Y, GAO J L, et al. Effects of solution and aging treatment on microstructure and prop-erties of semi-solid extruded SiC/AZ91D alloy [J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2021, 50 (3): 824-828.
- [25] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局, 中国国家标准化管理委员会. 金属平均晶粒度测定方法: GB/T 6394-2017 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2017.
- [26] 尹晓明, 冯凯旋, 刘瑞, 等. 镁合金时效析出行为的研究进展 [J]. 特种铸造及有色合金, 2018, 38 (2): 155-160.

Effect of Heat Treatment on the Microstructure and Mechanical Properties of Ti_p/AZ91D Magnesium Alloy Composite Fabricated by Stir Casting

GUO Ting-ting^{1,2}, ZHANG Xiao-hui², KANG Yue-hua², LI Jian-bo³, CHEN Xian-hua³, LIU Tong-yu¹, ZHENG Kai-hong², PAN Fu-sheng^{2,3}

(1. School of Materials Science and Engineering, Shenyang University of Technology, Shenyang 110000, Liaoning, China; 2. Guangdong Provincial Key Laboratory of Metal Toughening Technology and Application, Institute of New Materials, Guangdong Academy of Sciences, Guangzhou 510650, Guangdong, China; 3. School of Materials Science and Engineering, Chongqing University, Chongqing 400044, China)

Abstract:

The effect of heat treatment including solution and aging treatment on the microstructure and mechanical properties of Ti_p/AZ91D composite (with 4.0 vol% of metal Ti particles and average diameter of 6.5 μm) fabricated by stir casting had been investigated by optical microscopy, scanning electron microscopy, X-ray diffraction, and microhardness and room temperature tensile mechanical properties tests. The results indicated that the solution treatment time of the Ti_p-AZ91D composite was 2 h, which was 8 h shorter than that of the AZ91D alloy. It was found that the eutectic phase size of β-Mg₁₇Al₁₂ in the composite was finer than that in the AZ91D alloy, which led to the rapidly dissolution. When aging at 168 °C, the peak aging time of the composite was 16 h, which was half that of the AZ91D alloy. It was observed that the β phase precipitates at the Ti particles interface, which resulted in the rapidly age hardening. The yield and tensile strength of the composite was 150 MPa and 217 MPa, respectively, after aging treatment, both of which were increased compared with the matrix alloy.

Key words:

Ti_p/AZ91D magnesium matrix composites; solution and aging treatment; microstructure; mechanical properties