

Ti 颗粒增强混晶镁基复合材料组织性能

汪以祥^{1,2} 虎鹏鸿¹ 邸 鹏¹ 许朝勃¹ 徐 岩¹

(1.燕山大学先进锻压成形技术与科学教育部重点实验室;2.福建省瑞奥麦特轻金属有限责任公司)

摘 要 以金属 Ti 颗粒作为增强相,通过高能球磨、机械混合及放电等离子烧结,获得微米晶纯 Mg(Mg_{MC})烧结坯和质量分数分别为 3%、6%和 9%的 Ti 颗粒弥散强化混晶镁基复合材料 Ti_p/Mg_{MCS}。通过微观组织表征和压缩性能测试,研究了 Ti 颗粒含量对 Ti_p/Mg_{MCS}复合材料致密性、基体组织形貌及第二相颗粒演变的影响规律,揭示了 Ti_p/Mg_{MCS}复合材料在放电等离子烧结过程中的致密化行为,并阐明了 Ti 颗粒含量对复合材料室温压缩性能的影响。结果表明,Ti_p/Mg_{MCS}复合材料的基体呈混晶组织特征,增强体金属 Ti_p与 Mg 基体结合良好,Ti/Mg 复合界面不发生界面反应。随着 Ti 含量由 3%提高至 9%,复合材料的致密度呈减小趋势。研究证实,金属增强相 Ti 和基体混晶结构的引入可有效提高材料的压缩力学性能。相对于纯 Mg_{MC} 烧结坯,Ti 含量为 3%~9%的 Ti_p/Mg_{MCS}复合材料的屈服强度、抗压强度和压缩失效应变分别提高了 11.28%~38.17%、14.35%~16.56%和 35.45%~54.97%。

关键词 镁基复合材料;Ti 颗粒;放电等离子烧结;混晶组织;压缩性能

中图分类号 TF124;TB331 **文献标志码** A

DOI:10.15980/j.tzzz.2023.03.001 **开放科学(资源服务)标识码(OSID):**



Microstructure and Properties of Ti Particle Reinforced Magnesium Matrix Composites with Mixed Crystal

Wang Yixiang^{1,2}, Hu Penghong¹, Di Peng¹, Xu Zhaobo¹, Xu Yan¹

(1.Key Laboratory of Advanced Forging Technology and Science, Ministry of Education, Yanshan University;2. Fujian Ruiomaite Light Metal Co., Ltd.)

Abstract: Pure magnesium sintered billet with micron crystal (Mg_{MC}) and Ti particle dispersion strengthened magnesium matrix composites with mixed crystal and various Ti_p content were prepared by high energy ball milling, mechanical mixing and spark plasma sintering. The influence of Ti_p content on the compactness, matrix microstructure and evolution of secondary phase particles was systematically investigated by microstructure characterization and compression tests. The densification behavior of Ti_p/Mg_{MCS} composites during spark plasma sintering process was revealed, and the effect of Ti_p content on the compressive properties of the composites was also clarified. The results indicate that the matrix of the Ti_p/Mg_{MCS} composites is characterized by mixed crystal, and well bonding between Ti_p reinforcement and Mg matrix is obtained without interfacial reaction at Ti/Mg compound interface. The density of composites is decreased with the increase of Ti content from 3% to 9%. It is proved that the compressive mechanical properties of Ti_p/Mg_{MCS} composites can be significantly improved with the introduction of Ti_p reinforcement and mixed crystal structure. The yield strength, compressive strength and failure strain of Ti/Mg_{MCS} composites with Ti contents from 3% to 9% are increased by 11.28%~38.17%, 14.35%~16.56% and 35.45%~54.97%, respectively, compared with those of sintered Mg_{MC} billet.

Key Words: Magnesium Matrix Composites, Ti particle, SPS, Mixed Crystal Structure, Compressive Properties

面对环境恶化、资源枯竭的共同问题,绿色经济转型是实现我国可持续发展的必然要求,镁及其合金在节能降耗和轻量化领域具有广阔的应用前景^[1-2]。作为最轻的金属结构材料,镁合金具有比强度高和比刚度高、电磁屏蔽性好等特点,在航空航天、轨道交通和 3C 等领域具有广阔的应用前景。但镁及其合金的绝对强度、硬度低,限制了其在工业中的进一步应用。非连续增强型镁基复合材料(Discontinuously reinforced magnesi-

收稿日期:2022-06-14
基金项目:河北省自然科学基金资助项目(E2020203073)
第一作者简介:汪以祥,男,1981 年出生,高级工程师,河北秦皇岛(066004),E-mail: wangyixiang66@gmail.com
通信作者:徐岩,女,1983 年出生,副教授,河北秦皇岛(066004),E-mail: xuyan_916@yus.edu.cn
引用格式:汪以祥,虎鹏鸿,邸鹏,等. Ti 颗粒增强混晶镁基复合材料组织性能[J]. 特种铸造及有色合金,2023,43(3):289-295.
WANG Y X, HU P H, DI P, et al. Microstructure and properties of Ti particle reinforced magnesium matrix composites with mixed crystal [J]. Special Casting & Nonferrous Alloys, 2023, 43(3):289-295.

um matrix composites, DRMMCs)能够发挥多种增强手段,显著改善镁合金的强度和热稳定性,同时根据需求还可获得优良的阻尼、储氢和电磁屏蔽性能^[3-5]。SiC、TiC 等陶瓷颗粒常作为 DRMMCs 的增强相^[6-9]。PODDAR P 等^[10]通过搅拌铸造法制备了体积分数为 15% 的 SiC_p增强镁基复合材料,证明 SiC_p的添加显著提高了合金的屈服强度、弹性模量和硬度。WANG X J 等^[11]采用“搅拌铸造法+固溶处理”制备了不同体积分数的 SiC_p增强 AZ91 镁合金,其屈服强度、抗拉强度和弹性模量随着 SiC 颗粒体积分数的增加而增大,但伸长率损失严重。尽管以陶瓷颗粒作为增强体的 DRMMCs 具有较高的强度、刚度和耐磨性,但由于脆性增强体/基体界面的不良润湿,易萌生断裂,显著降低合金的延展性和成形性能。

金属 Ti 密度小、熔点高、强度高,其原子半径、电负性差决定了平衡态下 Ti 在 Mg 中几乎不溶解,因此将 Ti 作为金属增强相,可以避免 Mg/Ti 界面形成脆性相,从而在基体中形成热稳定性高的强化相。此外, Ti 塑性好(室温伸长率大于 20%),可实现基体 Mg 与增强相 Ti 之间载荷的连续传递和均匀塑性变形,避免因基体/增强相间力学性能差异而导致材料的塑性损失,从而发挥理想的强化作用、有效提高合金的塑性和热稳定性。因此,将金属 Ti 颗粒(Ti_p)或其合金颗粒作为 DRMMCs 的增强相获得关注^[12-16]。郝雨林等^[14]通过真空热压结合热挤压制备了 Ti-6Al-4V 钛合金颗粒增强 Mg-5Zn-1Zr(MB15)镁基复合材料,获得的钛合金颗粒增强 MB15 复合材料的屈服强度相较于基体提高 100 MPa,伸长率为 7.1%。DINAHARAN I 等^[15]采用搅拌摩擦工艺得到 Ti/AZ31 镁基复合材料,证实 Ti_p的晶界钉扎作用显著细化晶粒,复合材料的抗拉强度和伸长率得到了协同提高。ZHOU H P 等^[17]通过机械球磨→冷压→塑性固结制备了 Ti_p弥散强化型纳米晶 AZ31 镁合金,复合材料的室温抗拉强度和伸长率分别为 318 MPa 和 11.88%,较铸态 AZ31 合金的室温抗拉强度增幅明显,且室温伸长率增加了 12.5%。相较于陶瓷颗粒, Ti 颗粒与镁合金具有相近的晶体学、物理性能及较强的变形能力,将金属 Ti 及其合金作为 DRMMCs 的增强相,可在提高镁合金强度的同时,保持可观的伸长率。

本研究以 Mg 及其合金的强度、塑性协同提升为目标,提出将混晶基体组织和金属 Ti_p增强相同时引入 DRMMCs 中,基于放电等离子烧结法(Spark Plasma Sintering, SPS)可一次成形高精度、均质、高致密零件的优势^[18-20],在 50 MPa 下,于 580 ℃保压 10 min 的 SPS 工艺参数下制备质量分数分别为 3%、6%和 9%的

Ti_p增强混晶结构镁基复合材料块坯(Ti_p/Mg_{MCS}复合材料)。通过相对致密度测定、微观组织表征和压缩性能测试,揭示 Ti_p增强混晶镁粉在 SPS 烧结过程中的致密化过程,研究 Ti_p增强混晶结构镁基复合材料的微观结构特征,明确 Ti_p含量和混晶组织对复合材料压缩性能的影响规律。

1 试验材料与方法

采用雾化纯 Mg 粉(纯度 99.98%)和纯 Ti 粉(纯度 99.50%),通过高能球磨、低能球磨、SPS 的工艺流程制备 Ti_p/Mg_{MCS}复合材料,工艺流程见图 1。首先,利用 KEQ 型行星式球磨机进行高能球磨制备纳米晶纯 Mg 粉(Mg_{NC}),球磨转速为 250 r/min、球料比为 15:1、球磨时间为 10 h,球磨过程中每运转 1 h 间歇 10 min。分别称重未球磨微米晶纯 Mg 粉(Mg_{MC})、Mg_{NC}粉末和 Ti_p,其中 Mg_{MC}和 Mg_{NC}质量比为 7:3,称、装、取粉过程均在氩气氛保护的真空手套箱中操作。在 100 r/min、2 h 和球料比 5:1 的低能球磨条件下均匀混合获得 Ti_p/Mg_{MCS}复合粉末。烧结试验在 SPS-3.20MK-IV 型 SPS 烧结系统中进行,初始升温速率为 50 ℃/min,距目标烧结温度 100 ℃时逐渐减小升温速率。烧结温度设定为 580 ℃、保温 10 min,整个过程中的温度由测温孔中的热电偶实时测量,最终获得 φ25 mm×11 mm 的烧结坯。将 Ti_p含量为 3%、6%、9%的 Ti_p-Mg_{MCS}复合材料烧结坯分别记为 TM3、TM6、TM9。模具为高强石墨,凹模尺寸为外径 φ95 mm、内径 φ25 mm、高 80 mm,冲头尺寸为 φ25 mm×45 mm,凹模侧面设计有 φ2 mm×15 mm 的测温孔。烧结过程中,烧结系统实时自动记录压头位移、温度、轴向压力、电流、电压等数据信息。

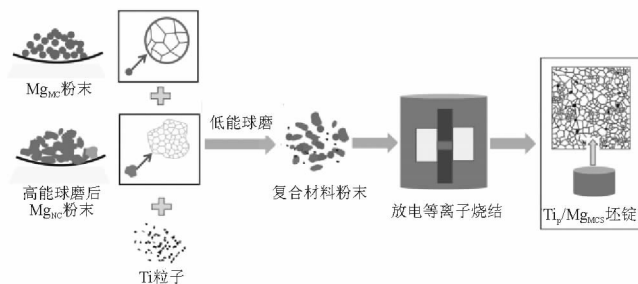


图 1 Ti_p-Mg_{MCS}复合材料制备流程

Fig.1 Flow chart of Ti_p-Mg_{MCS} composite preparation

通过阿基米德密度测试法获得复合材料烧结坯的相对密度。粉末形貌、烧结坯微观组织、压缩断口形貌等表征在 Axio Scope A1 型光学显微镜(Optical microscope, OM)和 Sigma 500 型扫描电镜(Scanning electron microscope, SEM)上进行。同时,借助 SEM

设备附带的 Oxford EDAX 能谱仪 (Energy dispersive spectroscopy, EDS) 对烧结坯进行微区成分分析。利用 D/Max-2500/PC 型 X 射线衍射仪 (X-ray diffractometer, XRD) 对 Mg_{MC} 、 Mg_{NC} 粉末进行物相分析, 采用 MDI-Jade 软件对 XRD 测试数据进行分析。室温压缩性能测试在 Inspekt Table-100kN 型材料试验机上完成, 压缩试样尺寸为 $\phi 6\text{ mm} \times 9\text{ mm}$, 应变速率为 0.001 s^{-1} 。

2 试验结果与讨论

2.1 初始粉末形貌及物相分析

图 2 和图 3 分别为初始 Mg_{MC} 粉、 Ti_p 和球磨态 Mg_{NC} 粉形貌及 Mg_{MC} 、 Mg_{NC} 的 XRD 图谱。由图 2a 可知, 初始 Mg_{MC} 粉呈球形或近球形, 少数带有细小的卫星颗粒和毛刺, 颗粒之间存在粘着现象, 平均颗粒尺寸

约为 $70\text{ }\mu\text{m}$ 。从图 2b 可以看出, Mg_{MC} 粉平均晶粒尺寸约为 $13.48\text{ }\mu\text{m}$, 较大的晶粒内部可观察到孪晶。经历了高能球磨过程中高速运转磨球的挤压、碰撞和冲击后, Mg_{NC} 粉末形状由初始的球形演变为多边形或近球形状, 颗粒尺寸均匀性提高, 尺寸为 $78\sim 120\text{ }\mu\text{m}$, 见图 2c。初始 Ti_p 呈不规则形状, 颗粒大小不均匀, 等效粒径为 $5\sim 50\text{ }\mu\text{m}$, 见图 2d。XRD 图仅检测到 $\alpha\text{-Mg}$ 衍射峰, 见图 3, 说明高能球磨过程中 Mg 粉末未受到球磨罐和磨球污染 (或含量极少 XRD 无法检测出)。经历了高能球磨后, $\alpha\text{-Mg}$ 的衍射峰强度降低并发生宽化, 这是由于在高能球磨过程中 Mg_{MC} 粉发生了剧烈的塑性变形, 晶粒内部形成了不断增殖的高密度位错, 并逐渐演变为小角度晶界, 最终转变为大角度晶界, 粉末晶粒得到细化。晶粒细化和微观应变是导致衍射峰强度降低和宽化的原因。采用 Williamson-Hall 法^[21] 计算得到球磨态 Mg_{NC} 粉的晶粒尺寸约为 55.2 nm 。

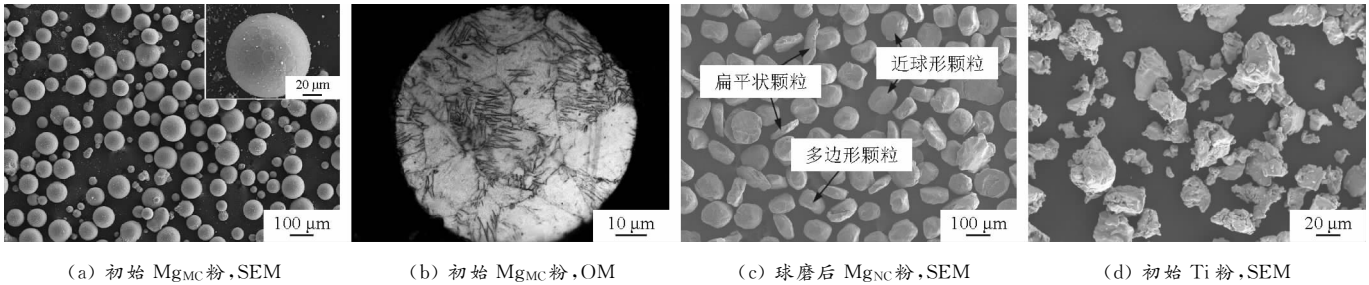


图 2 Mg、Ti 粉末颗粒的 SEM 和 OM 形貌

Fig.2 SEM and OM images of Mg powders and Ti particles

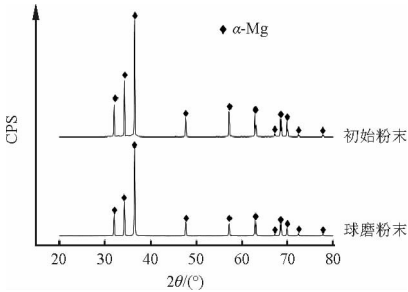


图 3 球磨前后 Mg 粉颗粒的 XRD 图谱

Fig.3 XRD patterns of Mg powders before and after ball milling

2.2 放电等离子烧结致密化行为

图 4 为 Mg_{MC} 粉及 Ti_p/Mg_{MC} 复合材料的 SPS 致密化曲线。从图 4a 可以看出, 纯 Mg_{MC} 粉位移曲线的最大值为 3.48 mm , 位移速率呈多峰变化特征, SPS 烧结过程可分为 3 个阶段: I 阶段 ($0\sim 90\text{ s}$) 位移缓慢上升, 位移速率很小, 至 I 阶段结束时的位移仅为 0.126 mm ; II 阶段 ($90\sim 700\text{ s}$): 位移快速增大, 位移速率极速上升, 出现两个位移速率峰; III 阶段 (700 s 至结束) 位移增至最大、位移速率降至最小, 且两者均在微小范围内发生波动。从图 4b~图 4d 可以看出, TM3、TM6 和 TM9 的位移和位移速率表现出相近的变化趋势, 说明不同

Ti 含量的复合粉末在 SPS 烧结过程中具有相似的致密化过程^[22]。与纯 Mg_{MC} 相似, TM3、TM6 和 TM9 的 SPS 烧结过程也表现出三段式烧结特征。I、III 阶段均表现为缓慢收缩, III 阶段位移增至最大且不再随烧结时间发生变化, 说明烧结坯近致密。相反, II 阶段则呈现快速收缩特征, 出现位移速率峰值。至烧结结束, TM3、TM6 和 TM9 的位移变化量分别为 3.693 、 3.547 和 3.229 mm 。

进一步对比可以发现, TM3、TM6 和 TM9 复合材料与 Mg_{MC} 粉的致密化曲线中 II 阶段的位移速率变化存在差异。与 Mg_{MC} 不同, TM3、TM6 和 TM9 在 II 阶段仅有一个位移速率峰值, 分别出现在 157 、 176 和 159 s , 对应的位移速率峰值为 $0.019\text{ }07$ 、 $0.025\text{ }48$ 和 $0.025\text{ }18\text{ mm/s}$ 。这种差异与 SPS 过程中发生的颗粒重排、粉末颗粒局部变形与整体变形等机制相关^[23]。添加 Mg_{NC} 粉和 Ti_p 后, 改变了粉末组元的颗粒尺寸、大小及表面特性, 复合粉末具有更宽的粒径范围, 有利于烧结过程中的颗粒重排与致密化。此外, 经历高能球磨后的 Mg_{NC} 颗粒产生剧烈塑性变形, 内部形成高密度晶格畸变, 较高的晶格畸变能和表面能促进了复合粉末 SPS

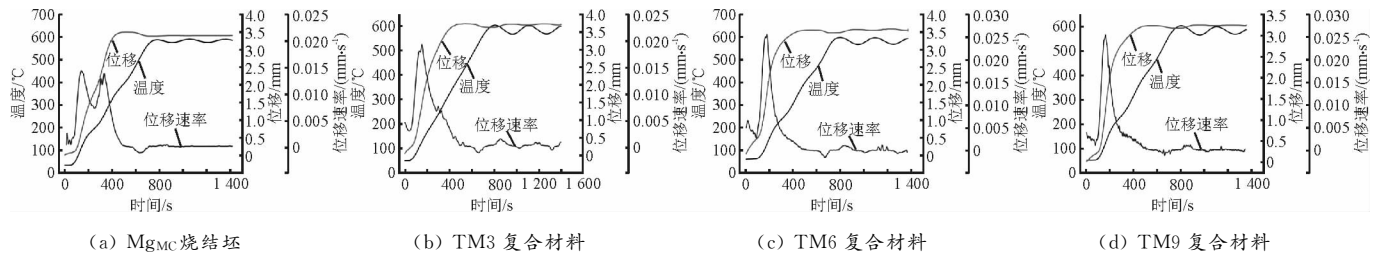


图 4 SPS 复合材料的致密化曲线

Fig.4 Densification curves of SPS composites

烧结收缩和致密化。

2.3 烧结坯相对致密度与微观组织

Mg_{MC}、TM3、TM6 及 TM9 复合材料烧结坯的致密度分别为 99.30%、99.73%、98.81% 和 98.67%，且随 Ti_p 含量的增加，复合材料的致密度呈减小趋势。图 5 为 Mg_{MC}、TM3、TM6 和 TM9 的 OM 组织形貌。可以看出，Mg_{MC} 坯及 Ti_p/Mg_{MCS} 复合材料的 Mg-Mg、Mg-Ti 颗粒间结合良好，未观察到孔隙等缺陷。部分 Mg/Mg

颗粒间的界面清晰，界面厚度约为 2 μm，见图 5b~图 5d。在 Mg-6Al 和 AZ31 粉末烧结研究中也观察到类似的现象^[24-25]，这是因为颗粒界面处的 Mg 原子在烧结过程中未充分扩散而形成的。进一步观察发现，复合材料中绝大多数 Ti_p 位于 Mg-Mg 颗粒界面处，极少数位于 Mg 颗粒内部。经机械球磨和 SPS 后，Ti_p 由初始的不规则多棱形演变为小尺寸球形颗粒 (3.68~15.78 μm) 和较大尺寸的近球状颗粒 (20.04~31.58 μm)。

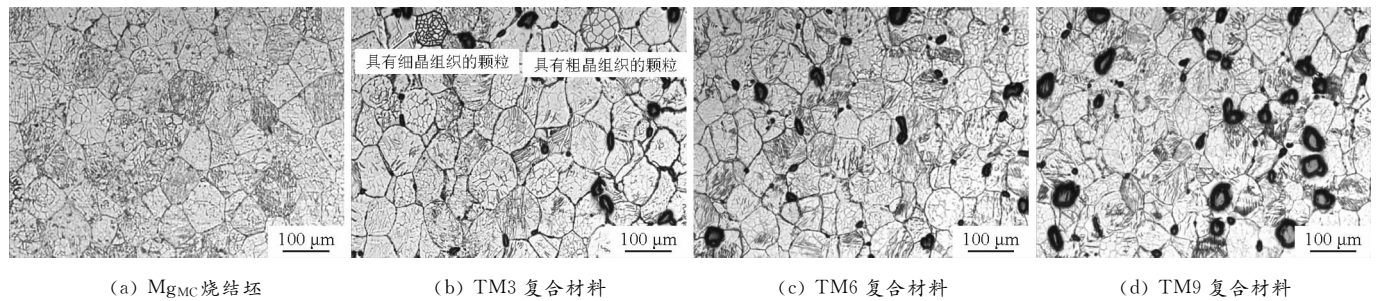


图 5 纯 Mg_{MC} 及 Ti_p/Mg_{MCS} 复合材料烧结坯的 OM 组织

Fig.5 OM images of pure Mg_{MC} and Ti_p/Mg_{MCS} sintered billet

球磨前 Mg_{MC} 和球磨后 Mg_{NC} 粉的晶粒尺寸分别约为 13.48 μm 和 55.2 nm，在经历了 SPS 后，纯 Mg_{MC} 烧结坯以及 Ti_p/Mg_{MCS} 复合材料中 Mg 晶粒均发生了长大 (见图 5)。图 6 为 Mg_{MC} 及 Ti_p/Mg_{MCS} 烧结坯中 Mg 晶粒尺寸分布的统计结果。结果显示，Mg_{MC} 坯的平均晶粒尺寸约 21.16 μm，TM3、TM6 和 TM9 中具有粗晶、细晶组织的 Mg 颗粒交错分布，平均晶粒尺寸分别为 14.15、11.87 和 12.18 μm。SPS 后，尽管初始 Mg_{MC}、Mg_{NC} 组元的晶粒均发生粗化，但其混晶结构特征被遗传下来，并呈现粗晶和细晶交叉分布的基体组织形貌。

纯 Mg_{MC} 烧结坯的晶粒在 21 μm 的位置出现唯一峰 (见图 6a)，而 TM3、TM6 和 TM9 复合材料的晶粒则呈现双峰分布的趋势 (见图 6b~图 6d)。图 5b 中分别显示了 TM3 中典型粗晶 (浅色) 和细晶 (深色) 的 Mg 颗粒，晶粒尺寸分别为 17.61 和 6.35 μm。Ti_p 的加入阻碍了基体的位错运动和晶界迁移，对晶粒粗化起到抑制作用，因此 Ti_p/Mg_{MCS} 复合材料具有更小的平均晶粒尺寸。本试验中因 Ti_p 含量较低，对晶粒粗化的抑制作用有限，因此随 Ti_p 含量增加基体晶粒尺寸并未发生显著变化。

图 7 为 TM6 复合材料的 EDS 元素分布。从图 7a~

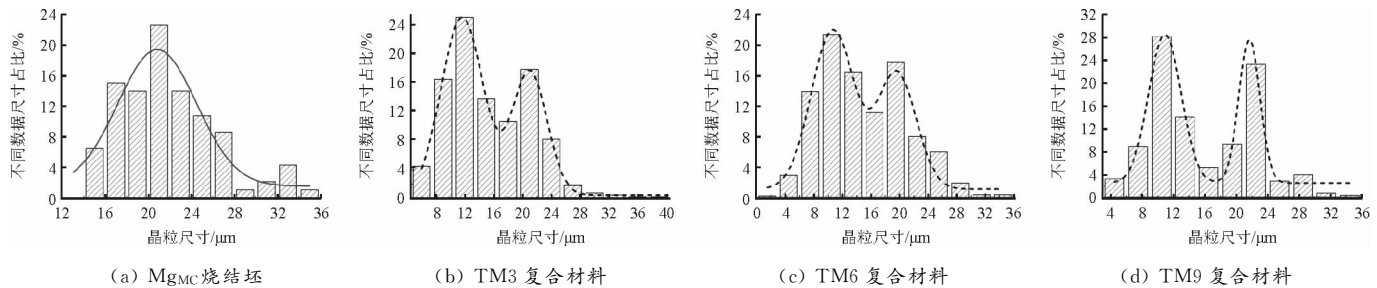


图 6 Mg_{MC} 烧结坯及 Ti_p/Mg_{MCS} 复合材料的晶粒尺寸分布

Fig.6 Grain size distribution of pure Mg_{MC} billet and Ti_p/Mg_{MCS} sintered composites

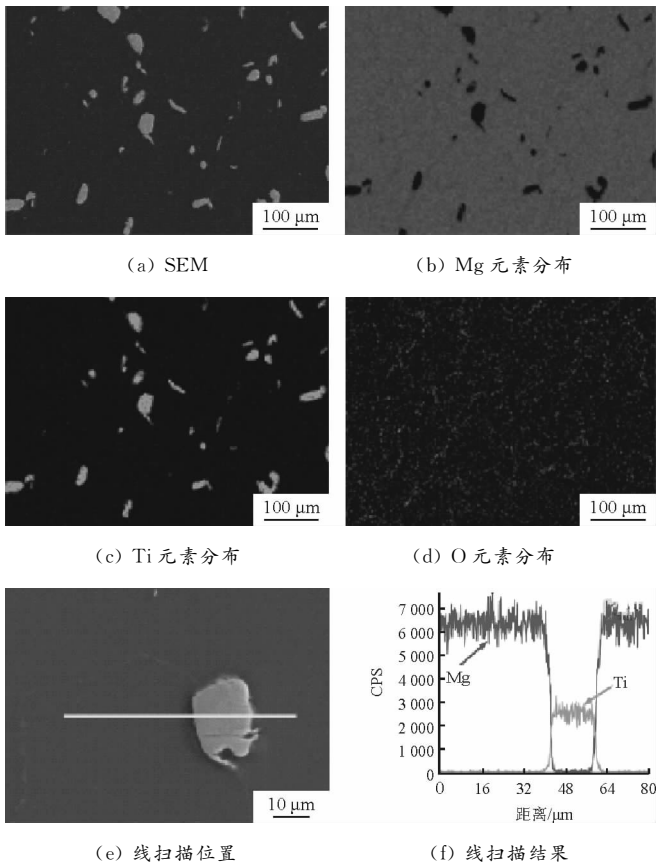


图 7 TM6 复合材料的元素分布

Fig.7 Element distribution of TM6 composite

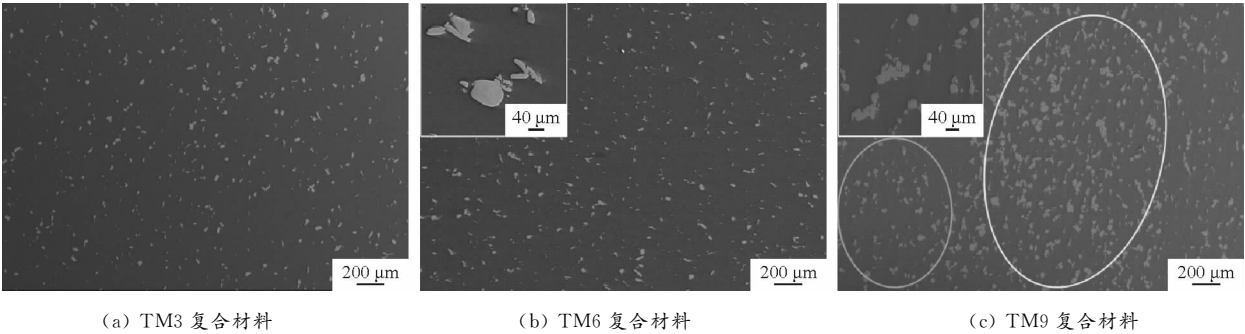


图 8 Ti_p/Mg_{MCS} 复合材料的 SEM 形貌

Fig.8 SEM images of Ti_p/Mg_{MCS} composites

聚集则会造成力学性能的下降^[26]。SAJURI Z等^[27]在制备 SiC/Mg 复合材料时发现,当 SiC 的体积分数由 0 增加至 10% 时,复合材料呈强化趋势,但 SiC 含量继续增加,则会因 SiC 聚集而引起强度下降。

2.4 室温压缩性能

2.4.1 室温压缩应力-应变曲线

图 9 为纯 Mg_{MC} 及 Ti_p/Mg_{MCS} 复合材料烧结坯的室温压缩应力-应变曲线。可以看出, Mg_{MC} 及 Ti_p/Mg_{MCS} 的压缩应力-应变曲线均无明显的屈服平台,且在进入屈服后材料发生硬化至极限抗压强度。随后, Mg_{MC} 的应力曲线呈缓慢下降趋势至最终失效断裂,而

图 7d 可以看出, TM6 的主要组成元素为 Mg、Ti, Ti_p 弥散分布在 Mg 基体中。同时检测到沿 Mg 颗粒界面微量的 O 元素,由于含量极少,因此并未在 XRD 数据中检测出 MgO 的存在。Ti/Mg 复合界面分析的线扫结果显示, Ti/Mg 界面光滑平整, Ti、Mg 元素交替出现,没有界面反应物生成,见图 7f。

图 8 为 Ti_p/Mg_{MCS} 复合材料中 Ti_p 的形貌与分布。可以看出,复合材料致密性良好,无微孔洞等微观缺陷。TM3 中的 Ti_p 弥散于基体之间,颗粒间距较大,见图 8a。当 Ti_p 含量为 6% 时,颗粒明显增多,颗粒间距减小,整体呈弥散状态分布,极少颗粒因团聚而形成尺寸较大的颗粒团(约 $100.47\ \mu m$),见图 8b。当 Ti_p 含量为 9% 时, Ti_p 的分布状态出现了区域差异性,大椭圆内 Ti_p 分布密集,而小椭圆内 Ti_p 分布相对稀疏,证实 TM9 中 Ti_p 的局部偏聚现象加剧,团聚形成的颗粒团尺寸有所增大(约 $107.37\ \mu m$)、数量增多,见图 8c。由此可见, Ti_p 含量的增加加剧了复合材料中 Ti_p 的团聚和偏聚。这是由于一方面,在低能球磨过程中部分 Ti_p 已经发生团聚,且团聚后的颗粒团遗留至 SPS 烧结坯中。另一方面,较小尺寸的 Ti_p 具有更强的流动性,在 SPS 的轴向压力作用下, Ti_p 在重排过程中易发生流动聚集以减小表面能。增强颗粒的分布状态会对复合材料力学性能产生一定的影响,均匀分布强化材料,反之,增强颗粒

Ti_p/Mg_{MCS} 复合材料的应力则呈稳态变化直至断裂。对比发现,复合材料的室温压缩综合性能均高于 Mg_{MC} 烧结坯。 Mg_{MC} 坯的屈服强度($\sigma_{0.2}$)、抗压强度(σ_b)和伸长率(δ)分别为 50.35 MPa、194.85 MPa 和 22.23%,而不同 Ti_p 含量的 Ti_p/Mg_{MCS} 复合材料的 $\sigma_{0.2}$ 、 σ_b 和 δ 分别为 56.03 ~ 69.57 MPa、222.81 ~ 227.12 MPa 和 30.11% ~ 34.45%,相比 Mg_{MC} 烧结坯分别提高 11.28% ~ 38.17%、14.35% ~ 16.56% 和 35.45% ~ 54.97%。

综上,相比纯 Mg_{MC} 烧结坯, Ti_p 增强混晶镁基复合材料的强度和塑性明显提高。由于 Mg_{MC} 粉、 Mg_{NC} 粉、 Ti_p 三组元的协同影响,促进了复合粉末在 SPS 过程中

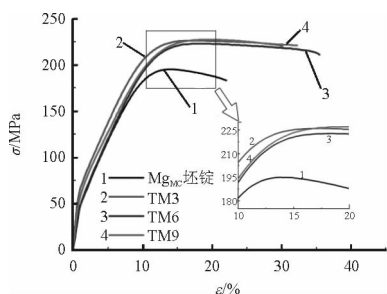
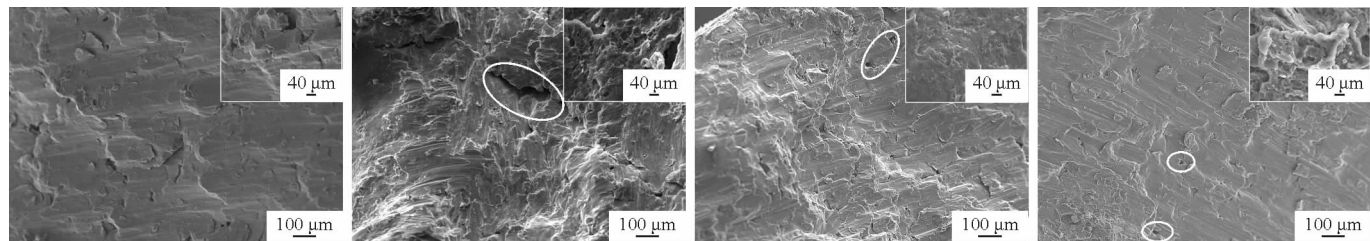


图 9 室温压缩应力-应变曲线

Fig.9 Compressive stress-strain curves at room temperature

的颗粒重排和扩散效应,颗粒间的结合更加紧密,因此 $\text{Ti}_p/\text{Mg}_{\text{MCS}}$ 复合材料坯具有更高的压缩强度。混晶基体组织的引入,使 $\text{Ti}_p/\text{Mg}_{\text{MCS}}$ 复合材料基体具有更小的平均晶粒尺寸(见图 5 和图 6),晶粒细化使晶界增多,实现界面强化^[28]。而相当比例的 Mg 粗晶储存位错的能力较强,保证材料的连续塑性变形,因此塑性得到提升。Mg/Ti 界面结合良好、无界面反应物,实现复合材料变形时界面的传递载荷^[29],而 Ti 相对 Mg 具有更高的强度和硬度,因此复合材料强度增加。此外, $\text{Mg}(\alpha = 28.4 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1})$ 、 $\text{Ti}(\alpha = 9.17 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1})$ 存在热膨胀系数差异,在烧结中 Mg/Ti 界面会产生热残余应力,形成近 Ti_p 区的高密度位错而起到强化作用^[29]。由热配错引起的强度增量与增强体的体积分数、粒径有关,颗粒越小、体积分数越大则强化越明显^[30]。而本试验中 Ti_p 含量增大引起的强度变化并不显著,这是因为 Ti_p 含量的增大引起了颗粒的偏聚和聚集(见图 8),团聚的颗粒团尺寸增大,从而削弱了位错强化效应。



(a) 纯 Mg_{MC} 烧结坯

(b) TM3 复合材料

(c) TM6 复合材料

(d) TM9 复合材料

图 10 纯 Mg_{MC} 烧结坯及 $\text{Ti}_p\text{-Mg}_{\text{MCS}}$ 复合材料的压缩断口形貌

Fig.10 Compression fracture morphologies of Mg_{MC} sintered billet and $\text{Ti}_p\text{-Mg}_{\text{MCS}}$ composites

碍作用而发生了强烈的非均匀变形,也因此表现出更优的压缩性能。

3 结 论

(1) 基于放电等离子烧结的粉末冶金技术成功制备了 Ti_p 增强混晶镁基复合材料,其中 Mg/Ti 及 Mg/Mg 颗粒间结合良好, Mg/Ti 复合界面无反应产物。

(2) $\text{Ti}_p/\text{Mg}_{\text{MCS}}$ 复合材料的基体呈混晶交错分布特征,致密度达 98.67%~99.73%,且随 Ti_p 质量分数的增

2.4.2 压缩断口形貌

图 10 为 Mg_{MC} 烧结坯及 $\text{Ti}_p/\text{Mg}_{\text{MCS}}$ 复合材料的室温压缩断口形貌。可以看出, $\text{Ti}_p/\text{Mg}_{\text{MCS}}$ 复合材料断口粗糙,表明 $\text{Ti}_p/\text{Mg}_{\text{MCS}}$ 复合材料具有更优的塑性变形能力。从图 10a 中可观察到 Mg_{MC} 的解理台阶,呈脆性断裂特征,这与 Mg 具有密排六方晶体结构、室温下可开启的滑移系少以及低温塑性差相关。同时,断口中可观察到微裂纹,这是因为 Mg/Mg 颗粒界面的结合强度相对较弱,在压缩变形过程容易引起裂纹的萌生、扩展,最终导致材料断裂失效。在 $\text{Ti}_p/\text{Mg}_{\text{MCS}}$ 复合材料断口中也观察到解理台阶(见图 10b~图 10d),表现出脆性断裂,这同样是由于 Mg 的本征脆性所致。然而,高倍断口形貌显示 TM3、TM6 和 TM9 复合材料断口中存在较浅的韧窝(见图 10b~图 10d),韧窝平均直径约为 1.23、1.16 和 1.42 μm ,说明 Ti_p 及 Mg_{NC} 粉的加入改善了复合材料的塑性变形能力,表现出脆性和韧性并存的混合断裂特征。由于 Mg/Ti 界面较强的结合强度,复合材料断口中微裂纹和微孔洞(圆圈处)数量较少。 Mg_{MC} 坯及 $\text{Ti}_p/\text{Mg}_{\text{MCS}}$ 复合材料的断口中均可观察到剪切带,这是因为基体 Mg 在压缩载荷下发生了非均匀变形而形成的^[31]。SANKARANARAYANAN S 等^[29] 在 $\text{Mg-(5.6Ti+1.0SiC)}_{\text{BM}}$ 的研究中也发现剪切带存在,并将其归因于材料的非均匀变形和加工硬化行为。 Mg_{MC} 坯为单相材料,因缺少第二相对基体流动的阻碍,变形更为均匀,因此剪切带的数量相对较少。而复合材料中的剪切带则呈长、多特征,这是由于增强颗粒 Ti_p 的阻

加而减小。 Ti_p 含量为 3% 的 $\text{Ti}_p/\text{Mg}_{\text{MCS}}$ 中,增强颗粒呈弥散分布状态, Ti_p 含量增加至 6% 和 9% 时,复合材料中的 Ti_p 出现了局部偏聚和团聚。

(3) $\text{Ti}_p/\text{Mg}_{\text{MCS}}$ 复合材料的压缩屈服强度、抗压强度和伸长率显著改善。 Ti_p 含量为 3%、6% 和 9% 的 $\text{Ti}_p\text{-Mg}_{\text{MCS}}$ 复合材料的屈服强度、抗压强度及伸长率分别为 69.57 MPa、225.69 MPa 和 30.11%, 56.03 MPa、222.81 MPa 和 34.45%, 62.46 MPa、227.12 MPa 和 32.22%, 相比纯 Mg_{MC} 烧结坯,分别提高了 11.28%~

38.17%、14.35%~16.56%和 35.45%~54.97%。

参 考 文 献

- [1] 郭会珍, 曹富荣. Mg-Zn-Gd 合金析出相和力学性能的研究进展[J]. 特种铸造及有色合金, 2021, 41(12): 1 458-1 462.
- [2] 张举, 胡小东, 赵红阳, 等. AZ 系镁合金复合热处理及其强化机制[J]. 特种铸造及有色合金, 2022, 42(1): 64-68.
- [3] SAKTHIVELU S, SETHUSUNDARAM P P, MEIGNANA-MOORTHY M, et al. Synthesis of metal matrix composites through stir casting process-A review[J]. Mechanics and Mechanical Engineering, 2020, 22(1): 357-369.
- [4] 何阳, 袁秋红, 罗岚, 等. 镁基复合材料研究进展及新思路[J]. 航空材料学报, 2018, 38(4): 26-36.
- [5] CHEN L Q, YAO Y T. Processing, microstructures, and mechanical properties of magnesium matrix composites: A review[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2014, 27(5): 762-774.
- [6] QIAO X G, YING T, ZHENG M Y, et al. Microstructure evolution and mechanical properties of nano-SiC_p/AZ91 composite processed by extrusion and equal channel angular pressing(ECAP)[J]. Materials Characterization, 2016, 121: 222-230.
- [7] PENTHER D, GHASEMI A, RIEDEL R, et al. Effect of SiC nanoparticles on manufacturing process, microstructure and hardness of Mg-SiC nanocomposites produced by mechanical milling and hot extrusion[J]. Materials Science and Engineering, 2018, A738: 264-272.
- [8] HUANG S J, ALI A N. Effects of heat treatment on the microstructure and microplastic deformation behavior of SiC particles reinforced AZ61 magnesium metal matrix composite[J]. Materials Science & Engineering, 2018, A711: 670-682.
- [9] 陈礼清, 郭金花, 王继杰, 等. 原位反应自发渗透法 TiC/AZ91D 镁基复合材料及 AZ91D 镁合金的拉伸变形断裂行为[J]. 稀有金属材料与工程, 2006, 35(1): 29-33.
- [10] PODDAR P, SRIVASTAVA V C, DE P K, et al. Processing and mechanical properties of SiC reinforced cast magnesium matrix composites by stir casting process[J]. Materials Science and Engineering, 2007, A(460-461): 357-364.
- [11] WANG X J, HU X S, NIE K B, et al. Hot extrusion of SiC_p/AZ91 Mg matrix composite[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2012, 22(8): 1 912-1 917.
- [12] KITAZONO K, KOMATSU S, KATAOKA Y. Mechanical properties of titanium particles dispersed magnesium matrix composite produced through accumulative diffusion bonding process[J]. Materials Transactions, 2011, 52(2): 155-158.
- [13] HASSAN S F, GUPTA M. Development of ductile magnesium composite materials using titanium as reinforcement[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2002, 345(1): 246-251.
- [14] 郝雨林, 柴东朗, 张文兴, 等. 钛合金颗粒增强镁基复合材料的制备与性能[J]. 稀有金属材料与工程, 2006, 35(2): 308-311.
- [15] DINAHARAN I, ZHANG S, CHEN G, et al. Titanium particulate reinforced AZ31 magnesium matrix composites with improved ductility prepared using friction stir processing[J]. Materials Science and Engineering, 2020, A772: 1-11.
- [16] BRASZCZYŃSKA-MALIŃ K N, PRZEOŹYŃSKA E. The influence of Ti particles on microstructure and mechanical properties of Mg-5Al-5RE matrix alloy composite[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2017, 728: 600-606.
- [17] ZHOU H P, HU L X, SUN Y, et al. Synthesis of nanocrystalline AZ31 magnesium alloy with titanium addition by mechanical milling[J]. Materials Characterization, 2016, 113: 108-116.
- [18] GUILLON O, GONZALEZ-JULIAN J, DARGATZ B, et al. Field-assisted sintering technology/spark plasma sintering: Mechanisms, materials, and technology developments[J]. Advanced Engineering Materials, 2014, 16(7): 830-849.
- [19] MONDET M, BARRAUD E, LEMONNIER S, et al. Microstructure and mechanical properties of AZ91 magnesium alloy developed by spark plasma sintering[J]. Acta Materialia, 2016, 119: 55-67.
- [20] POZUELO M, MELNYK C, WEI H K, et al. Cryomilling and spark plasma sintering of nanocrystalline magnesium-based alloy[J]. Journal of Materials Research, 2011, 26(7): 904-911.
- [21] LEI R S, WANG M P, LI Z, et al. Structure evolution and solid solubility extension of copper-niobium powders during mechanical alloying[J]. Materials Science and Engineering, 2011, A528(13): 4 475-4 481.
- [22] DEVARAJ S, SANKARAN S, KUMAR R, et al. Influence of spark plasma sintering temperature on the densification, microstructure and mechanical properties of Al-4.5Cu alloy[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2013, 26(6): 761-771.
- [23] DIOUF S, MOLINARI A. Densification mechanisms in spark plasma sintering: Effect of particle size and pressure[J]. Powder Technology, 2012, 221: 220-227.
- [24] KIM K R, KIM H S, KWON S H, et al. The effect of sintering pressure on the microstructure and properties of a nanocrystalline magnesium alloy in spark plasma sintering[J]. Journal of the Korean Physical Society, 2014, 65(10): 1 669-1 674.
- [25] XU C Y, JIA S S, CAO Z Y. Synthesis of Al-Mn-Ce alloy by the spark plasma sintering[J]. Materials Characterization, 2005, 54(4-5): 394-398.
- [26] SANKARANARAYANAN S, JAYALAKSHMI S, GUPTA M. Effect of ball milling the hybrid reinforcements on the microstructure and mechanical properties of Mg-(Ti+n-Al₂O₃) composites[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2011, 509(26): 7 229-7 237.
- [27] SAJURI Z, MUTOH Y, MIYASHITA Y, et al. Microstructure and mechanical properties of magnesium composites prepared by spark plasma sintering technology[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2011, 509(20): 6 021-6 029.
- [28] CLYNET W, WITHERS P J. 金属基复合材料导论[M]. 余永宁, 房志刚, 译. 北京: 冶金工业出版社, 1996.
- [29] SANKARANARAYANAN S, SABAT R K, JAYALAKSHMI S, et al. Effect of hybridizing micron-sized Ti with nano-sized SiC on the microstructural evolution and mechanical response of Mg-5.6Ti composite[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2013, 575: 207-217.
- [30] ALJERF M, GEORGARAKIS K, et al. Strong and light metal matrix composites with metallic glass particulate reinforcement[J]. Materials Science and Engineering, 2012, A532: 325-330.
- [31] TUN K S, WONG W L E, NGUYEN Q B, et al. Tensile and compressive responses of ceramic and metallic nanoparticle reinforced Mg composites[J]. Materials, 2013, 6(5): 1 826-1 839.

(编辑:彭瑾)