

DOI:10.16410/j.issn1000-8365.2025.5072

# Ti<sub>p</sub>/TiB<sub>2p</sub> 混杂增强镁基复合材料组织性能研究

郭光辉, 郭文波, 吕书林, 向渴望, 严兆祥, 毛有武, 吴树森

(华中科技大学 材料科学与工程学院, 材料成形与模具技术全国重点实验室, 湖北 武汉 430074)

**摘 要:** 混杂增强镁基复合材料将两种或多种不同性质的增强相同时加入到基体中, 发挥了各种增强相与基体的优势, 可得到综合性能良好的复合材料。研究了挤压铸造及铸挤一体化成形对 0.5%Ti<sub>p</sub>/AZXW9100(质量分数, 下同)、0.5%TiB<sub>2p</sub>/AZXW9100 及 0.5%Ti<sub>p</sub>+0.5%TiB<sub>2p</sub>/AZXW9100 镁基复合材料微观组织、力学性能的影响规律。结果表明, 单独添加 0.5%Ti<sub>p</sub> 或 0.5%TiB<sub>2p</sub> 均能细化复合材料的铸坯基体晶粒; 联合添加 0.5%Ti<sub>p</sub>+0.5%TiB<sub>2p</sub> 后, 铸坯基体晶粒细化效果最佳(118.25 μm 减小至 53.79 μm)。添加 0.5%Ti<sub>p</sub> 后, 复合材料的 β-Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> 相显著细化, 第二相面积分数相对于基体合金减少, 是 3 种材料中面积分数最低的; 添加 0.5%TiB<sub>2p</sub> 后, β-Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> 相尺寸增大, 第二相面积分数最大; 联合添加 0.5%Ti<sub>p</sub>+0.5%TiB<sub>2p</sub> 后, β-Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> 相相对于单独添加 0.5%TiB<sub>2p</sub> 显著细化, 第二相面积分数(5.175%)含量介于单独添加 0.5%TiB<sub>2p</sub>(5.694%)和 0.5%Ti<sub>p</sub>(3.642%)之间, 但高于基体合金(4.433%)。单独添加 Ti<sub>p</sub> 或 TiB<sub>2p</sub> 均能减弱基体的织构强度, 联合添加 0.5%Ti<sub>p</sub>+0.5%TiB<sub>2p</sub> 得到了最小的基体织构强度。添加 0.5%TiB<sub>2p</sub> 能够提高复合材料强度但使伸长率下降; 添加 0.5%Ti<sub>p</sub> 小幅提高材料强度, 同时显著提高伸长率; 联合添加 0.5%Ti<sub>p</sub>+0.5%TiB<sub>2p</sub> 后, 复合材料的屈服强度和抗拉强度分别为 211 和 318 MPa, 较基体分别提高 13.4%和 7.4%, 且伸长率达到 14.9%, 兼具较高的强度和良好的韧性。

**关键词:** 镁基复合材料; 混杂增强; 微观组织; 力学性能; 热挤压; 铸挤一体化

中图分类号: TG146.2+2

文献标识码: A

文章编号: 1000-8365(2025)06-0541-09

## Microstructure and Mechanical Properties of Ti<sub>p</sub>/TiB<sub>2p</sub> and Hybrid Reinforced Magnesium Matrix Composites

GUO Guanghui, GUO Wenbo, LYU Shulin, XIANG Kewang, YAN Zhaoxiang,  
MAO Youwu, WU Shusen

(National Key Laboratory of Forming and Mold Technology, School of Materials Science and Engineering, Huazhong University of Science and Technology, Wuhan 430074, China)

**Abstract:** Hybrid reinforced magnesium matrix composites incorporate two or more reinforcement phases with different properties into the matrix, leveraging the advantages of each reinforcement phase and the matrix to achieve composites with excellent comprehensive performance. This study investigated the effects of squeeze casting and continuous squeeze casting-extrusion on the microstructure and mechanical properties of 0.5 wt.% Ti<sub>p</sub>/AZXW9100, 0.5 wt.% TiB<sub>2p</sub>/AZXW9100, and 0.5 wt.% Ti<sub>p</sub>+0.5 wt.% TiB<sub>2p</sub>/AZXW9100 magnesium matrix composites. The results show that the addition of either 0.5 wt.% Ti<sub>p</sub> or 0.5 wt.% TiB<sub>2p</sub> alone can refine the as-cast matrix grains of the composites. The most significant grain refinement effect (from 118.25 μm to 53.79 μm) is achieved when 0.5 wt.% Ti<sub>p</sub> and 0.5 wt.% TiB<sub>2p</sub> are added together. With the addition of 0.5 wt.% Ti<sub>p</sub>, the β-Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> phase in the composite is significantly refined, and the area fraction of the second phase decreases compared with that of the matrix alloy, becoming the lowest among the three materials. In contrast, the addition of 0.5 wt.% TiB<sub>2p</sub> increases the size of the β-Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> phase and results in the highest second-phase area fraction. When 0.5 wt.% Ti<sub>p</sub> and 0.5 wt.% TiB<sub>2p</sub> are added together, the β-Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> phase is significantly refined compared with the addition of 0.5 wt.% TiB<sub>2p</sub> alone, and the second-phase area fraction (5.175%) lies between that of the individual additions of 0.5 wt.% TiB<sub>2p</sub> (5.694%) and 0.5 wt.% Ti<sub>p</sub> (3.642%), although it remains higher than that of the matrix alloy

收稿日期: 2025-04-22

基金项目: 国家自然科学基金(52175321)

作者简介: 郭光辉, 2000 年生, 硕士生. 研究方向为镁基复合材料. Email: 2524919729@qq.com

通信作者: 毛有武, 1965 年生, 学士, 高级工程师. 研究方向为实验教学与实验管理. Email: maoyouwu\_hust@163.com

引用格式: 郭光辉, 郭文波, 吕书林, 向渴望, 严兆祥, 毛有武, 吴树森. Ti<sub>p</sub>/TiB<sub>2p</sub> 混杂增强镁基复合材料组织性能研究[J]. 铸造技术, 2025, 46(6): 541-549.

GUO G H, GUO W B, LYU S L, XIANG K W, YAN Z X, MAO Y W, WU S S. Microstructure and mechanical properties of Ti<sub>p</sub>/TiB<sub>2p</sub> and hybrid reinforced magnesium matrix composites[J]. Foundry Technology, 2025, 46(6): 541-549.

(4.433%). The addition of  $\text{Ti}_p$  or  $\text{TiB}_{2p}$  alone weakens the texture strength of the matrix, whereas the combined addition of 0.5 wt.%  $\text{Ti}_p$ +0.5 wt.%  $\text{TiB}_{2p}$  results in the lowest matrix texture strength. The addition of 0.5 wt.%  $\text{TiB}_{2p}$  improves the strength of the composite but reduces its elongation. In contrast, the addition of 0.5 wt.%  $\text{Ti}_p$  slightly increases the strength but significantly improves the elongation. When 0.5 wt.%  $\text{Ti}_p$  and 0.5 wt.%  $\text{TiB}_{2p}$  are added together, the composite achieves a yield strength of 211 MPa and a tensile strength of 318 MPa, representing increases of 13.4% and 7.4%, respectively, compared with those of the matrix alloy, while maintaining an elongation of 14.9%. This demonstrates a combination of high strength and excellent toughness.

**Key words:** magnesium matrix composites; hybrid reinforcement; microstructure; mechanical properties; hot extrusion; continuous squeeze casting-extrusion

颗粒增强镁基复合材料具有较高的比强度、比刚度,良好的耐磨性,以及低热膨胀系数和优良尺寸稳定性等特性,在汽车、电子、航空航天等领域具有广阔的应用前景。针对不同的性能强化需求,如强度、模量、热膨胀性等,可通过不同基体镁合金与增强相颗粒种类的选择,及对增强相含量、粒径的控制,设计出符合实际需求的镁基复合材料<sup>[1]</sup>。在常用的增强体材料中, $\text{TiB}_2$ 具有高硬度、高熔点及化学性质稳定的特点。并且  $\text{TiB}_2$  与镁晶格错配度较小,能够显著细化镁合金晶粒,是一种理想的增强相。 $\text{TiB}_2$  的添加大大提高了基体材料强度,但是陶瓷颗粒的添加会不可避免地造成材料塑性下降,而且当  $\text{TiB}_2$  在基体中的含量达到一定值后,继续增加含量将会形成  $\text{TiB}_2$  团簇而割裂基体,降低材料的力学性能<sup>[2-7]</sup>。金属增强颗粒中,Ti 具有相对低的密度,与镁合金有较好的润湿性,在镁基体中的固溶度极低,不与镁发生反应生成界面产物,且 Ti 金属的弹性模量及硬度、强度等力学性能均优于镁合金基体,这使得 Ti 颗粒成为镁基复合材料混杂增强体较好的选择<sup>[8-10]</sup>。研究表明,Ti 颗粒可以显著提高材料塑性,但是对其强度提升十分有限。因此,为了平衡镁基复合材料强度与塑性,本研究拟通过  $\text{TiB}_2$  与 Ti 颗粒的混杂增强进一步提高镁基复合材料的力学性能,扩大其应用范围。

搅拌铸造是制备金属基复合材料最常用的方法,成本低廉、操作简单<sup>[11]</sup>。但是,在剧烈的搅拌过程

中,会将夹杂物和气体卷入合金熔体中,而且搅拌铸造很难分散纳米级的增强体颗粒,这些因素共同作用极有可能在复合材料中产生明显的铸造缺陷。通过引入超声振动来辅助搅拌铸造,在显著缩短搅拌时间的同时减少卷气和夹杂,同时超声振动产生的空化效应和声流效应还可以有效分散尺寸较小的纳米增强体<sup>[12-13]</sup>。

对颗粒增强镁基复合材料进行热变形能够进一步消除铸态组织中的缺陷,改善颗粒分布,提高复合材料的力学性能。连续挤压铸挤工艺(continuous squeeze casting-extrusion, CSCE) 将挤压铸造技术与热挤压成形工艺有机结合,有望在改善镁基复合材料微观结构和力学性能的同时缩短材料的制备流程<sup>[14]</sup>。因此,本文拟采用超声辅助搅拌铸造结合连续挤压铸挤工艺制备镁基复合材料,探究  $\text{Ti}_p/\text{TiB}_{2p}$  及其混杂增强对复合材料微观组织和力学性能的影响规律。

## 1 实验材料与方法

采用连续挤压铸挤一体化制备镁基复合材料,其流程(图 1)为:①在  $\text{N}_2$  和  $\text{SF}_6$ (99:1)混合气体保护下将工业纯 Mg、纯 Al 和纯 Zn 及 Al-10Mn、Mg-30Ca、Mg-30Y 中间合金置于低碳钢坩埚电阻炉中熔化,制备 Mg-9Al-0.8Zn-0.3Ca-01Y-0.2Mn (AZXW9100) 镁合金熔体。调节熔体温度至半固态温度(590 °C),将预热至 400 °C 的不锈钢搅拌桨放入熔体中,以

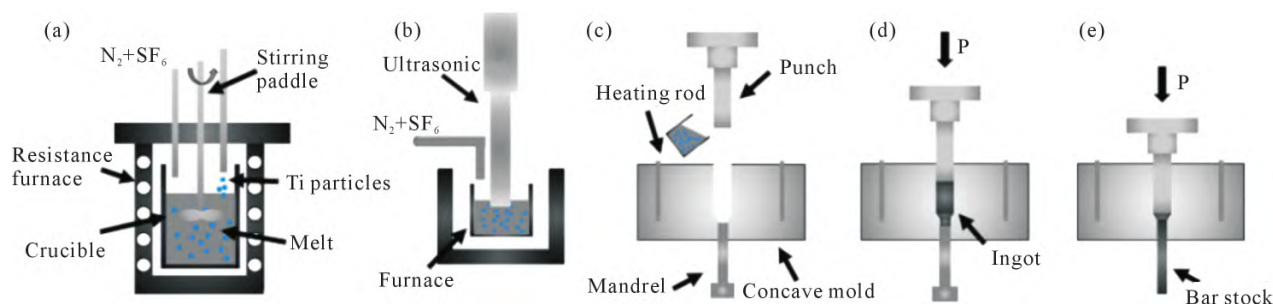


图 1 复合材料铸挤一体化制备流程:(a)合金熔炼与颗粒添加;(b)超声处理;(c)浇注;(d)挤压铸造;(e)热挤压  
Fig.1 Integrated preparation process of composite material casting and extrusion: (a) alloy melting and particle addition; (b) ultrasonic treatment; (c) pouring; (d) extrusion casting; (e) hot extrusion

300 r/min 的速度进行搅拌,同时将预热后的 Ti<sub>p</sub>、TiB<sub>2p</sub> 或(Ti<sub>p</sub>+TiB<sub>2p</sub>)加入到熔体中。②待颗粒完全加入后停止搅拌,将熔体升温至 630 ℃并转移至保温炉中对增强颗粒进行超声分散(超声频率 20 kHz,超声功率 2 800 W,超声时间 150 s)。③超声分散完成后,将熔体倒入预热至 150 ℃的金属型中。④对熔体进行挤压铸造,压力为 100 MPa,保压 10 s 后熔体完全凝固获得挤压铸造坯料。⑤撤去下顶杆,对铸坯直接进行热挤压,挤压比为 16:1,挤压速度(模具出口处棒料速度)为 7 mm/s,最后将挤压后的棒材放入水中进行淬火。

AZXW9100 合金基体及复合材料名义成分如表 1 所示。以纳米 TiB<sub>2p</sub> 和不规则微米纯 Ti<sub>p</sub> 作为增强相。其中,TiB<sub>2p</sub> 由安徽中航纳米科技有限公司提供,图 2a 和 b 显示了 TiB<sub>2p</sub> 的 SEM 形貌和粒径分布,其尺寸主要分布于 15~87 nm 之间,平均粒径为 50 nm。Ti<sub>p</sub> 由北京兴荣源公司提供,Ti<sub>p</sub> 形貌和粒径分布如图 2c 和 d 所示,Ti<sub>p</sub> 为不规则形状,其尺寸主要分布于 3~21 μm 之间,平均粒径为 15 μm。

表 1 AZXW9100 镁合金基体及 3 种复合材料的名义成分

Tab. 1 Nominal compositions of the AZXW9100 alloy matrix and its composites

|                                                    | (mass fraction/%) |     |     |     |     |     |                  |     |
|----------------------------------------------------|-------------------|-----|-----|-----|-----|-----|------------------|-----|
|                                                    | Mg                | Al  | Zn  | Mn  | Ca  | Y   | TiB <sub>2</sub> | Ti  |
| AZXW9100                                           | Bal.              | 8.9 | 0.8 | 0.2 | 0.3 | 0.1 | -                | -   |
| 0.5TiB <sub>2p</sub> /AZXW9100                     | Bal.              | 8.9 | 0.8 | 0.2 | 0.3 | 0.1 | 0.5              | -   |
| 0.5Ti <sub>p</sub> /AZXW9100                       | Bal.              | 8.9 | 0.8 | 0.2 | 0.3 | 0.1 | -                | 0.5 |
| 0.5Ti <sub>p</sub> +0.5TiB <sub>2p</sub> /AZXW9100 | Bal.              | 8.9 | 0.8 | 0.2 | 0.3 | 0.1 | 0.5              | 0.5 |

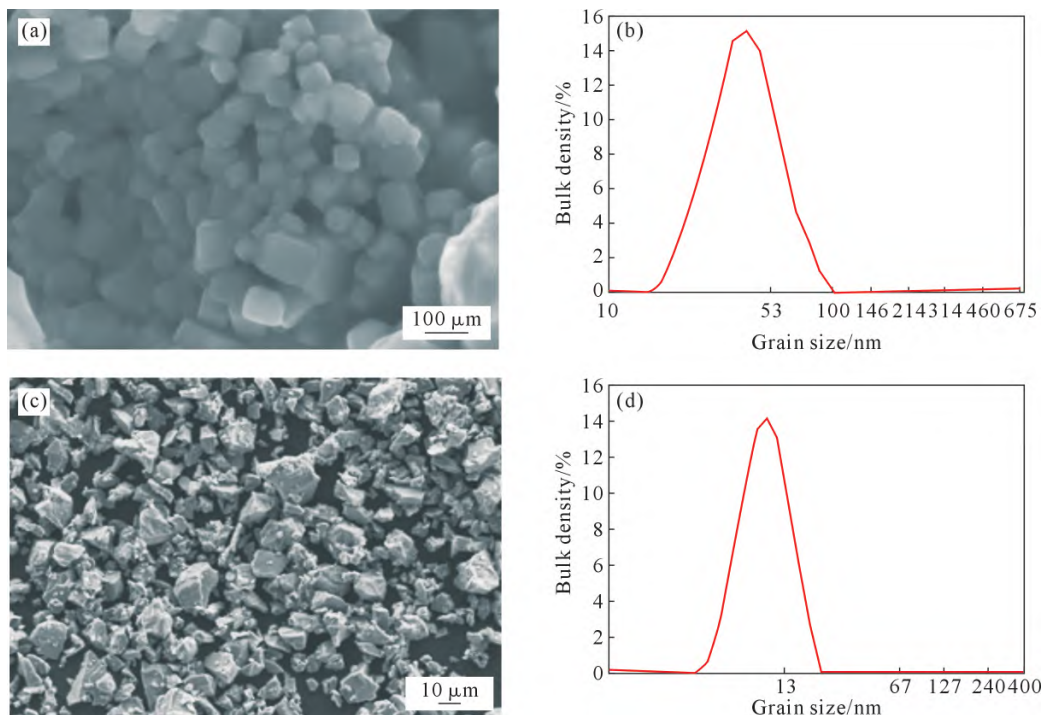


图 2 增强体颗粒形貌及粒径分布:(a) TiB<sub>2p</sub> 形貌;(b) TiB<sub>2p</sub> 粒径分布;(c) Ti<sub>p</sub> 形貌;(d) Ti<sub>p</sub> 粒径分布

Fig.2 Morphology and size distribution of reinforcement particles: (a) TiB<sub>2p</sub> morphology; (b) TiB<sub>2p</sub> particle size distribution; (c) Ti<sub>p</sub> morphology; (d) Ti<sub>p</sub> particle size distribution

在挤压铸造坯料和热挤压棒料上截取微观结构表征样品,用 SiC 砂纸(400#、1000#、2000# 和 4000#)对样品进行湿磨,然后用粒径为 0.05 μm 的 SiO<sub>2</sub> 悬浮液进行抛光。采用 X 射线衍射仪测定材料的相组成,使用配备能量色散光谱(EDS)的场发射扫描电子显微镜(GeminiSEM300)观察微观形貌,使用电子背散射衍射仪(EBSD)并通过 AZtecCrystal 软件分析获得的 EBSD 数据,沿挤压方向(ED)从挤压棒材上切取拉伸试样。采用多材料力学性能测试机(electronic universal material testing machine C45)以 0.00 025 s<sup>-1</sup> 的拉伸速度进行室温力学性能测试,至少测试 3 个样品以确保良好的重复性。利用 ImageJ 软件在至少 5 张 SEM 像中计算合金第二相尺寸和数密度。

## 2 实验结果及讨论

### 2.1 复合材料的相分析

图 3 显示了 AZXW9100 镁合金及 3 种复合材料热挤压后的 XRD 谱。在基体合金中仅检测到



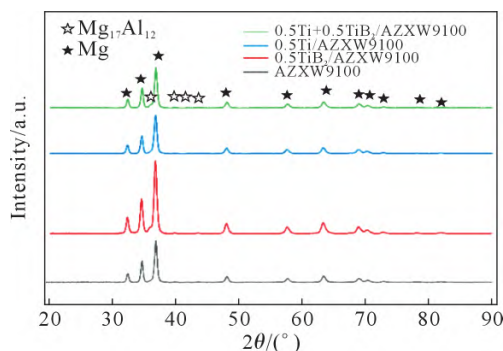


图3 AZXW9100 镁合金及其复合材料 XRD 谱

Fig.3 XRD patterns of the AZXW9100 alloy and its composites

$\alpha$ -Mg 相和  $\beta$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> 相,由于 Y、Ca 元素及增强颗粒添加量较少,Al<sub>2</sub>Y、Al<sub>2</sub>Ca、Ti<sub>p</sub> 和 TiB<sub>2p</sub> 衍射峰均未被检测到。

## 2.2 复合材料铸坯的微观组织

图 4 为基体合金及 3 种复合材料的铸态微观组织,图中标记了从 EBSD 数据中获取的平均晶粒尺寸,蓝色箭头所示为 TiB<sub>2p</sub>,白色箭头所示为 Ti<sub>p</sub>。在单独添加 TiB<sub>2p</sub> 时,TiB<sub>2p</sub> 主要与 Al<sub>2</sub>Y 共存,分布于晶内及二次枝晶臂和晶界处。TiB<sub>2p</sub> 同时分布于晶粒内部即二次枝晶臂之间,兼具异质成核和抑制晶粒长大的作用。通常位于晶粒内部的 TiB<sub>2p</sub> 作为潜在的异质形核位点, $\alpha$ -Mg 可以直接在其上形核;而位于晶界处的 TiB<sub>2p</sub> 可以沿晶界形成薄层,限制凝固过程中  $\alpha$ -Mg 晶粒的长大<sup>[3]</sup>。因此,添加 TiB<sub>2p</sub> 后

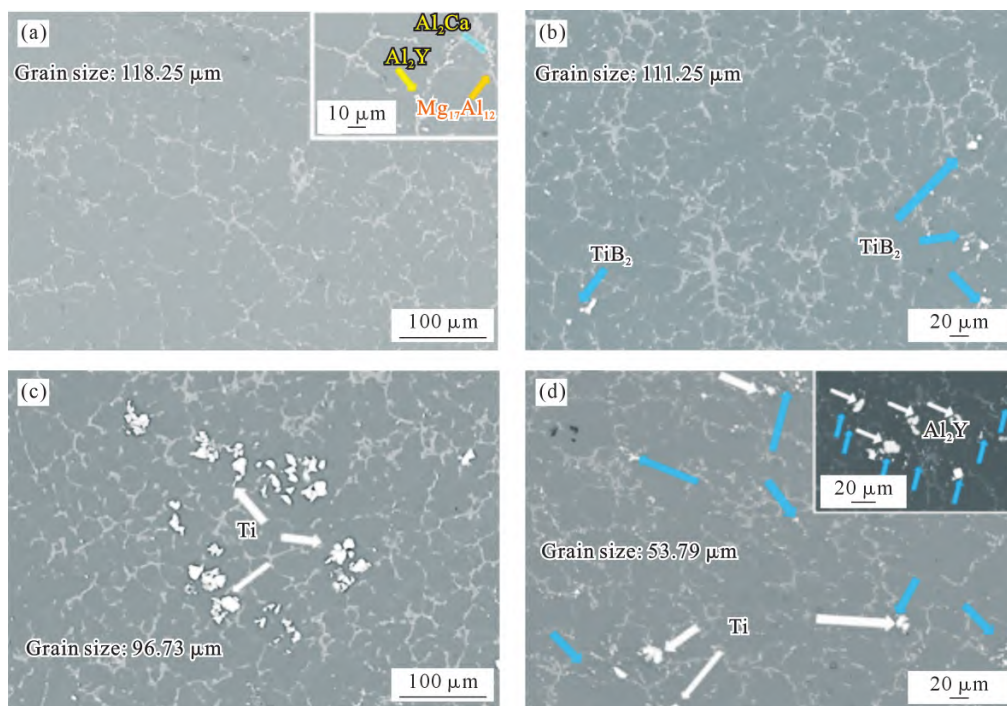
晶粒尺寸明显细化。单独添加 Ti<sub>p</sub> 时,晶粒尺寸减小。图 4d 中放大图清晰显示了当 TiB<sub>2p</sub> 和 Ti<sub>p</sub> 同时添加时 TiB<sub>2p</sub> 的分布情况。当 2 种增强相颗粒混合添加时,TiB<sub>2p</sub> 分布可分为 2 种情况:①与 Ti<sub>p</sub> 和 Al<sub>2</sub>Y 共同分布在晶内;②分布在晶界或二次枝晶臂处。因此由于 TiB<sub>2p</sub> 和 Ti<sub>p</sub> 的共同作用,联合添加 0.5%Ti<sub>p</sub>+0.5%TiB<sub>2p</sub>(质量分数,下同)后,具有最佳的晶粒细化效果,平均晶粒尺寸从 118.25  $\mu$ m 减小至 53.79  $\mu$ m,减小了 54.5%。

图 4a 中 AZXW9100 合金各箭头所示 EDS 结果如表 2 所示,橙色箭头所示为  $\beta$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>,浅蓝色箭头所示为 Al<sub>2</sub>Ca,黄色箭头所示为 Al<sub>2</sub>Y;同时,第二相呈连续网状分布。添加 0.5%TiB<sub>2p</sub> 后,第二相尺寸增大、连续性增强,出现尺寸较大且连续的  $\beta$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> 相。TiB<sub>2p</sub> 的添加使复合材料中形成了更多大块状  $\beta$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> 相,这是由于凝固过程中,TiB<sub>2p</sub> 的异质成核作用降低了  $\alpha$ -Mg 相成核所需过冷度,使形核率和成核温度提高<sup>[15]</sup>,从较高温成核的初

表2 图4中第二相EDS结果

Tab.2 EDS results of the second phase indicated by different arrows in Fig.4

|        | (mass fraction/%) |       |      |      |       |    |
|--------|-------------------|-------|------|------|-------|----|
|        | Mg                | Al    | Ca   | Mn   | Y     | Zn |
| Blue   | 60.23             | 23.42 | 1.48 | 0.67 | 14.20 |    |
| Orange | 59.74             | 32.32 | 7.94 | -    | -     | -  |
| Yellow | 2.30              | 38.30 | -    | 0.60 | 58.80 | -  |

图4 基体合金及3种复合材料的铸态微观组织:(a) AZXW9100;(b) 0.5%TiB<sub>2p</sub>/AZXW9100;(c) 0.5%Ti<sub>p</sub>/AZXW9100;(d) 0.5%TiB<sub>2p</sub>+0.5%Ti<sub>p</sub>/AZXW9100Fig.4 As-cast microstructures of the matrix alloy and composites: (a) AZXW9100; (b) 0.5 wt.% TiB<sub>2p</sub>/AZXW9100; (c) 0.5 wt.% Ti<sub>p</sub>/AZXW9100; (d) 0.5 wt.% TiB<sub>2p</sub>+0.5 wt.% Ti<sub>p</sub>/AZXW9100

生  $\alpha$ -Mg 晶核数增加。根据 Mg-Al 合金相图,从较高温度成核的  $\alpha$ -Mg 相中固溶的 Al 元素含量较少,这使得凝固过程中更多的 Al 元素从  $\alpha$ -Mg 相中被排至剩余液相中。同时,挤压铸造的高冷却速度抑制了 Al 元素在液相和固相中的扩散,使剩余液相中 Al 元素含量提高,达到共晶反应的剩余液相区域增多,大块状层状共晶数量相应增多,并使  $\beta$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> 相沿晶界互连,最终形成尺寸较大且连续的  $\beta$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> 相。添加 0.5%Ti<sub>p</sub> 后,复合材料中未出现大块状的  $\beta$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> 相,第二相转变为半连续网状。这是因为 Ti<sub>p</sub> 的添加能够有效降低 Al 元素在 Mg 基体中的扩散速度,提高 Al 元素在  $\alpha$ -Mg 基体中的固溶度,导致最后凝固时参与共晶反应的 Al 元素减少,抑制了  $\beta$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> 相的析出<sup>[16]</sup>。而联合添加 0.5%Ti<sub>p</sub>+0.5%TiB<sub>2p</sub> 后, $\beta$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> 相尺寸明显细化,基体组织由  $\alpha$ -Mg、半连续网状和短棒状的第二相组成。这是由于 Ti<sub>p</sub> 的添加提高了 Al 元素在  $\alpha$ -Mg 基体中的固溶度,抑制了单独添加 TiB<sub>2p</sub> 时大块状层状共晶  $\beta$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> 相的形成,使得  $\beta$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> 相尺寸减小。

### 2.3 热挤压复合材料的微观组织

图 5 显示了基体合金及 3 种复合材料热挤压后的微观组织。热挤压后, $\beta$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> 相沿着热挤压方向被拉长。在压力作用下,基体、第二相和增强体颗粒均沿着变形方向发生了塑性流动,使得第二相和增强相颗粒分布相较于铸态复合材料得到一定改善。添

加 TiB<sub>2p</sub> 后,第二相纤维带数量明显增多,间距减小,宽度增大,在挤压方向延伸的长度明显大于基体合金。添加 Ti<sub>p</sub> 后,则呈现相反趋势。0.5%Ti<sub>p</sub>+0.5%TiB<sub>2p</sub> 混杂增强复合材料的纤维带在长度方向上相较于单独添加 0.5%TiB<sub>2p</sub> (质量分数,下同)的复合材料更短。在本文的铸挤一体化成形工艺中,挤压棒材直接由铸态合金经过热挤压制备而成,热挤压组织将继续铸态组织特征。据报道,挤压棒中  $\beta$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> 相纤维带的体积分数和数量密度取决于铸坯中初始  $\beta$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> 相的体积分数和数量密度;单个纤维带的宽度取决于初始  $\beta$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> 相的等效平均宽度;纤维带的空间分布均匀性与初始  $\beta$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> 相的分布均匀性一致<sup>[14]</sup>。添加 TiB<sub>2p</sub> 后,铸坯中二次枝晶臂间距减小( $\beta$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> 相间距减小),大块状  $\beta$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> 相数量提高,这导致热挤压后纤维带数量增多、宽度增大、间距减小并且沿挤压方向的长度明显大于基体合金。Ti<sub>p</sub> 的添加能够有效抑制铸坯中  $\beta$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> 相的析出,使得第二相纤维带数量减少、间距增大、宽度减小。而联合添加 0.5%Ti<sub>p</sub>+0.5%TiB<sub>2p</sub> 使得铸态组织中  $\beta$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> 相相对于单独添加 0.5%TiB<sub>2p</sub> 细化,并使其在热挤压后被破碎为尺寸更小的纤维带。

图 6 显示了基体合金和 3 种复合材料热挤压后第二相的面积分数。结果显示,添加 0.5%Ti<sub>p</sub> 的复合材料第二相面积分数相对于基体合金减少,是 4 种材料中面积分数最低的;添加 0.5%TiB<sub>2p</sub> 后,第二相面

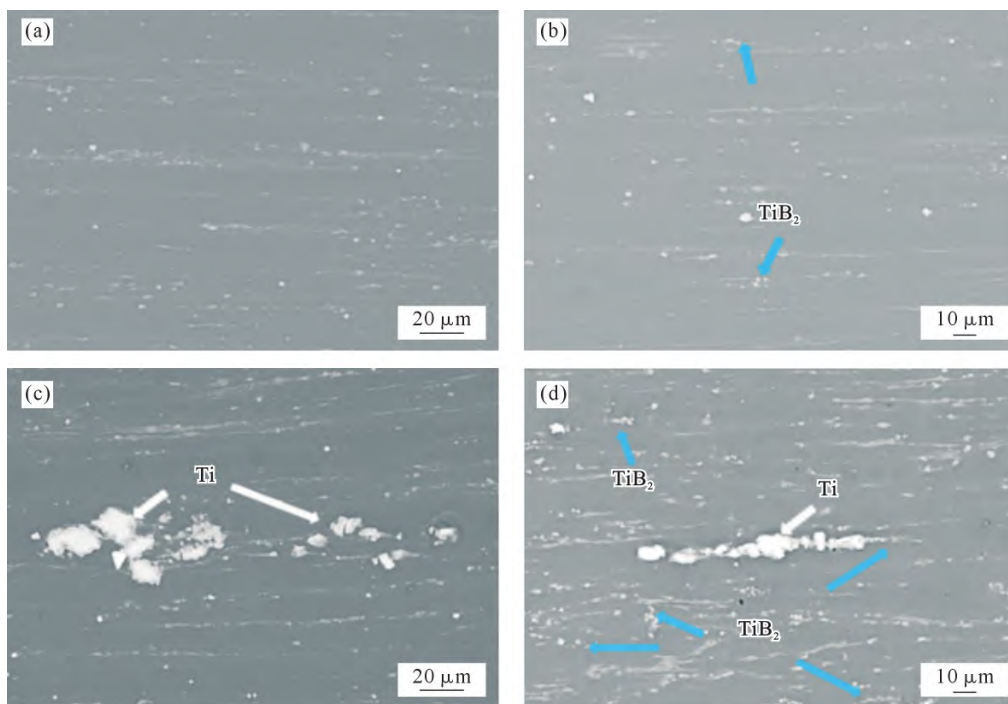


图 5 基体合金及 3 种复合材料的热挤压组织 BSE 像:(a) AZXW9100; (b) 0.5%TiB<sub>2p</sub>/AZXW9100; (c) 0.5%Ti<sub>p</sub>/AZXW9100; (d) 0.5%TiB<sub>2p</sub>+0.5%Ti<sub>p</sub>/AZXW9100

Fig.5 BSE images of the hot extrusion microstructures of the matrix alloy and composites: (a) AZXW9100; (b) 0.5 wt.% TiB<sub>2p</sub>/AZXW9100; (c) 0.5 wt.% Ti<sub>p</sub>/AZXW9100; (d) 0.5 wt.% TiB<sub>2p</sub>+0.5 wt.% Ti<sub>p</sub>/AZXW9100



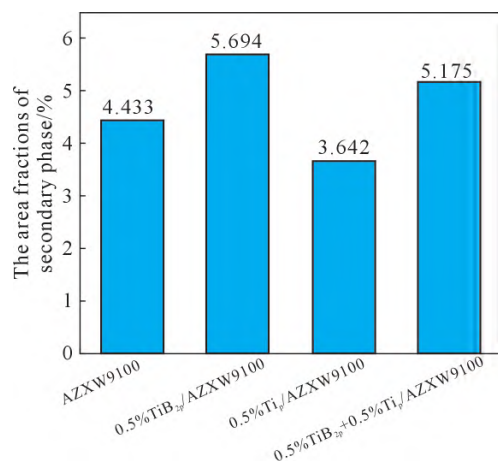


图6 基体合金及3种复合材料热挤压后第二相的面积分数统计  
Fig.6 Statistical diagram of the area fraction of the second phase after hot extrusion of the matrix alloy and composites

积分数最大;联合添加 0.5%Ti<sub>p</sub>+0.5%TiB<sub>2p</sub> 后,第二相面积分数(5.175%)较单独添加 0.5%TiB<sub>2p</sub> 有所减少,含量介于单独添加 0.5%TiB<sub>2p</sub>(5.694%)和 0.5%Ti<sub>p</sub>(3.642%)之间,但高于基体合金(4.433%)。

图7显示了基体合金和3种复合材料热挤压后的EBSD结果,图7a、d、g和j为叠加了Al元素(以红色表示)面分布的IPF图;图7b、e、h和k为PF图;图7c、f、i和l为晶粒尺寸分布。

添加 0.5% TiB<sub>2p</sub> 的复合材料晶粒尺寸最小(4.07 μm),添加 0.5%Ti<sub>p</sub> 的复合材料晶粒尺寸最大(4.94 μm)。这是因为添加 Ti<sub>p</sub> 之后第二相面积分数减少,变形过程中PSN效应和钉扎作用减弱,使晶粒尺寸偏大;而添加 TiB<sub>2p</sub> 后,尽管其会同时减小再

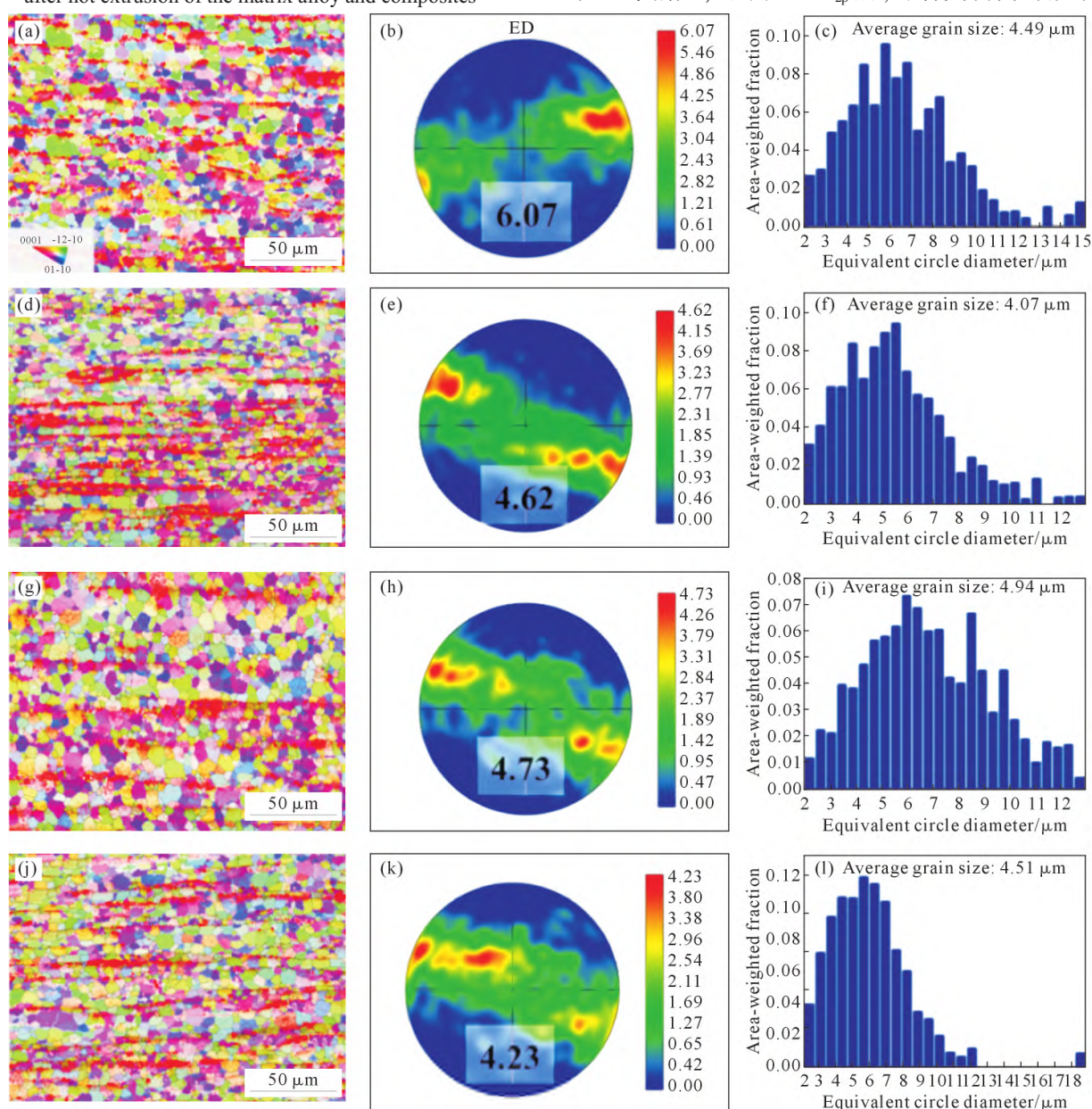


图7 基体合金及3种复合材料热挤压后的IPF图、PF图、晶粒尺寸分布:(a~c) AZXW9100; (d~f) 0.5%TiB<sub>2p</sub>/AZXW9100; (g~i) 0.5%TiP/AZXW9100; (j~l) 0.5%TiB<sub>2p</sub>+0.5%TiP/AZXW9100

Fig.7 IPF, PF maps and grain size distributions of the matrix alloy and composites after hot extrusion: (a~c) AZXW9100; (d~f) 0.5 wt.% TiB<sub>2p</sub>/AZXW9100; (g~i) 0.5 wt.% TiP/AZXW9100; (j~l) 0.5 wt.% TiB<sub>2p</sub>+0.5 wt.% TiP/AZXW9100

结晶成核率和长大速率<sup>[17-20]</sup>,但使第二相面积分数增加,由第二相导致的 PSN 效应提供额外的成核率和对晶粒长大的钉扎作用,使得晶粒尺寸更小;由于 TiB<sub>2p</sub> 对热挤压后晶粒尺寸的细化作用以及 Ti<sub>p</sub> 对晶粒尺寸的粗化作用,0.5%Ti<sub>p</sub>+0.5%TiB<sub>2p</sub>/AZXW9100 复合材料晶粒尺寸(4.51 μm)介于单独添加 0.5%Ti<sub>p</sub> 和 0.5%TiB<sub>2p</sub> 的复合材料之间。

#### 2.4 热挤压复合材料的力学性能

图 8 显示了基体合金和 3 种复合材料热挤压后的拉伸应力-应变曲线和拉伸性能。结果表明,添加 0.5%Ti<sub>p</sub>、0.5%TiB<sub>2p</sub> 及 0.5%Ti<sub>p</sub>+0.5%TiB<sub>2p</sub> 均能够提升材料强度;其中,添加 0.5%TiB<sub>2p</sub> 能够提高复合材料强度但使伸长率下降;添加 0.5%Ti<sub>p</sub> 能小幅提高材料强度,同时显著提高伸长率;添加 0.5%Ti<sub>p</sub>+0.5%TiB<sub>2p</sub> 后,复合材料的屈服强度和抗拉强度分别为 211 和 318 MPa,分别较基体提高 13.4%和7.4%,其伸长率达到 14.9%,兼具较高的强度和韧性。在加入 TiB<sub>2p</sub> 后,复合材料强度的提高通常可以归因于以下因素。

(1)晶界强化,TiB<sub>2p</sub> 加入导致再结晶晶粒细化,产生更多晶界,阻碍位错运动,强度增加。由霍尔佩奇公式可知,基体和复合材料晶粒细化导致的强度差距可表示为<sup>[21]</sup>:

$$\Delta\sigma_{\text{Hall-Petch}}=k(d_1^{\frac{1}{2}}-d_2^{\frac{1}{2}}) \quad (1)$$

式中, $k$  为霍尔佩奇系数; $d_1$  为复合材料晶粒尺寸; $d_2$  为基体合金晶粒尺寸。

(2)Orowan 强化,当位错通过不可变形的 TiB<sub>2p</sub> 时,会在其周围弯曲,并形成残余位错环,阻碍后续位错运动,由 Orowan 强化引起的强度贡献可表示为<sup>[22]</sup>:

$$\Delta\sigma_{\text{Orowan}}=\frac{0.13bG_m}{d_p\left(\sqrt[3]{\frac{1}{2V_p}}-1\right)}\ln\left(\frac{d_p}{2b}\right) \quad (2)$$

式中, $G_m$  为基体剪切模量; $b$  为柏氏矢量; $d_p$  为纳米颗粒平均直径; $V_p$  为纳米颗粒体积分数。

(3)热错配强化,由于基体材料和 TiB<sub>2p</sub> 的热膨胀系数(CTE)不匹配,从加工温度冷却到室温时,在 TiB<sub>2p</sub> 周围会产生几何必要位错和热残余应力,使塑性变形变得更加困难。由热错配强化引起的强度贡献可表示为<sup>[23]</sup>:

$$\Delta\sigma_{\text{CTE}}=\beta G_m b \sqrt{\frac{12V_p\Delta\alpha\Delta T}{(1-V_p)b d_p}} \quad (3)$$

式中, $\beta$  为强化系数; $\Delta\alpha$  为基体和增强体之间 CTE 系数之差; $\Delta T$  为加工温度与试验温度之差。

(4)载荷转移强化,当基体 TiB<sub>2p</sub> 界面结合良好时,载荷可以从较软的基体转移到硬质的 TiB<sub>2p</sub> 上,由载荷转移导致的强度增加值为<sup>[24]</sup>:

$$\Delta\sigma_{\text{Load}}=0.5V_p\sigma_{ym} \quad (4)$$

式中, $\sigma_{ym}$  为基质屈服应力。

上述每种机制对纳米复合材料屈服应力改善的贡献可以通过以下式预测<sup>[24]</sup>:

$$\Delta\sigma=\Delta\sigma_{\text{Hall-Petch}}+\Delta\sigma_{\text{Load}}+\sqrt{(\Delta\sigma_{\text{CTE}})^2+(\Delta\sigma_{\text{Orowan}})^2} \quad (5)$$

根据表 3 中参数及式(1~5),计算了 4 种不同强化机制对材料屈服强度的具体贡献值及总的理论( $\Delta\sigma_{\text{theory}}$ )和实验增量( $\Delta\sigma_{\text{experiment}}$ ),结果如表 4 所示。由表可知,屈服强度理论增量稍大于实验实际增量,屈服强度的提升主要来自热错配强化和 Orowan 强化

表3 计算不同项对纳米复合材料屈服应力贡献的基本参数<sup>[21-24]</sup>

Tab.3 Fundamental parameters for calculating the contributions of different terms to the yield stress of nanocomposites<sup>[21-24]</sup>

| $k/(\text{MPa}\cdot\mu\text{m}^{\frac{1}{2}})$ | $b/\text{nm}$ | $G_m/\text{MPa}$ | $\beta$ | $\Delta\alpha/\text{K}^{-1}$ | $\Delta T/\text{K}$ |
|------------------------------------------------|---------------|------------------|---------|------------------------------|---------------------|
| 210                                            | 0.32          | 16 500           | 1.25    | $19.6\times 10^{-6}$         | 275                 |

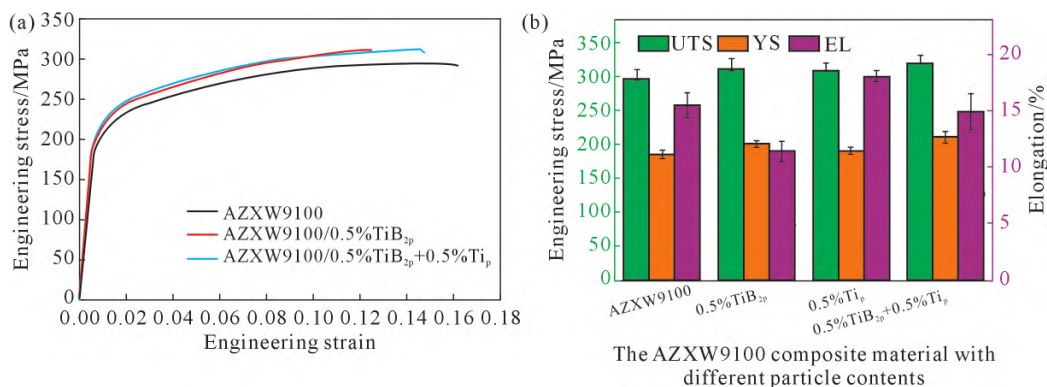


图 8 AZXW9100 镁合金及复合材料热挤压后的拉伸应力-应变曲线和拉伸性能:(a) 拉伸应力-应变曲线;(b) 力学性能  
Fig.8 Tensile stress-strain curves and tensile properties of the AZXW9100 alloy and composites after hot extrusion: (a) tensile stress-strain curve; (b) mechanical properties



表 4 4 种强化机制对材料屈服强度的具体贡献值及总的屈服强度理论和实验增量

Tab.4 Contributions of four strengthening mechanisms to the material yield strength, along with theoretical and experimental increases in the total yield strength

|                       | $\Delta\sigma_{\text{Hall-Petch}}$ | $\Delta\sigma_{\text{Load}}$ | $\Delta\sigma_{\text{CTE}}$ | $\Delta\sigma_{\text{Crown}}$ | $\Delta\sigma_{\text{experiment}}$ | $\Delta\sigma_{\text{theory}}$ |
|-----------------------|------------------------------------|------------------------------|-----------------------------|-------------------------------|------------------------------------|--------------------------------|
| 0.5%TiB <sub>2p</sub> | 4.988                              | 0.188                        | 18.879                      | 11.334                        | 15                                 | 27.196                         |

机制的贡献。

而在加入 Ti<sub>p</sub> 后,织构强度下降,晶粒尺寸略有增加,会使强度下降<sup>[8]</sup>,但由于 Ti<sub>p</sub> 导致 Al 元素固溶量增大使得材料强度略有提高。联合添加 0.5%Ti<sub>p</sub>+0.5%TiB<sub>2p</sub> 后,由于 TiB<sub>2p</sub> 和 Ti<sub>p</sub> 的共同作用使得强度进一步提升。

### 3 结论

(1)添加 0.5%Ti<sub>p</sub> 和 0.5%TiB<sub>2p</sub> 均能细化复合材料基体晶粒,联合添加 0.5%Ti<sub>p</sub>+0.5%TiB<sub>2p</sub> 后,复合材料铸坯基体晶粒尺寸细化效果最佳(由 118.25 μm 减小至 53.79 μm)。添加 0.5%Ti<sub>p</sub> 和添加 0.5%Ti<sub>p</sub>+0.5%TiB<sub>2p</sub> 后,β-Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> 相尺寸显著细化,基体组织由 α-Mg、半连续网状和短棒状的第二相组成。添加 0.5%TiB<sub>2p</sub> 后,β-Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> 相尺寸增大。

(2)添加 0.5%Ti<sub>p</sub> 的复合材料第二相面积分数相对于基体合金降低,是 3 种材料中面积分数最低的;添加 0.5%TiB<sub>2p</sub> 后,第二相面积分数最大;联合添加 0.5%Ti<sub>p</sub>+0.5%TiB<sub>2p</sub> 后,第二相面积分数(5.175%)较单独添加 0.5%TiB<sub>2p</sub> 有所减少,含量介于单独添加 0.5%TiB<sub>2p</sub>(5.694%)和 0.5%Ti<sub>p</sub>(3.642%)之间,但高于基体合金(4.433%)。Ti<sub>p</sub> 和 TiB<sub>2p</sub> 添加均能减弱基体的织构强度,0.5%Ti<sub>p</sub>+0.5%TiB<sub>2p</sub> 联合添加得到了最小的基体织构强度。

(3)添加 0.5%TiB<sub>2p</sub> 能够提高复合材料强度,但使伸长率下降;添加 0.5%Ti<sub>p</sub> 能小幅提高材料强度,同时显著提高伸长率;联合添加 0.5%Ti<sub>p</sub>+0.5%TiB<sub>2p</sub> 后,复合材料的屈服强度和抗拉强度分别为 211 和 318 MPa,分别较基体提高 13.4%和 7.4%,其伸长率达到 14.9%,兼具较高的强度和良好的韧性。

### 参考文献:

- [1] BHARATHI P, SAMPATH T. Latest research and developments of ceramic reinforced magnesium matrix composites-A comprehensive review[J]. Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part E: Journal of Process Mechanical Engineering, 2023, 237(3): 1014-1035.
- [2] SUN J W, DING D H, LIU W C, WU G H, LIU H J, WEI G L, LIU H Z. Strength and elastic modulus enhancement in Mg-Li-Al matrix composites reinforced by ex situ TiB<sub>2</sub> particles via stir casting[J]. Journal of Magnesium and Alloys, 2024, 12(9): 3574-

3588.

- [3] XIAO P, GAO Y M, XU F X, YANG S S, LI B, LI Y F, HUANG Z F, ZHENG Q L. An investigation on grain refinement mechanism of TiB<sub>2</sub> particulate reinforced AZ91 composites and its effect on mechanical properties[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2019, 780: 237-244.
- [4] QIU D, ZHANG M X, FU H M, KELLY P M, TAYLOR J A. Crystallography of recently developed grain refiners for Mg-Al alloys[J]. Philosophical Magazine Letters, 2007, 87(7): 505-514.
- [5] SAHOO S K, PANIGRAHI S K. Comparative study on high temperature deformation behavior and processing maps of Mg-4Zn-1RE-0.5Zr alloy with and without in-situ sub-micron sized TiB<sub>2</sub> reinforcement[J]. Journal of Magnesium and Alloys, 2022, 10(12): 3520-3541.
- [6] SAHOO S K, PANIGRAHI S K. A synergetic approach to nullify tension to compression yield asymmetry of Mg matrix composite by *in-situ* TiB<sub>2</sub> reinforcement and microstructural modification[J]. Composites Part B: Engineering, 2023, 251: 110476.
- [7] SUI X, XU H Y, JIANG B, WANG Y, HU M L, JI Z S. Effect of the TiB<sub>2</sub> content on the mechanical and tribological properties of TiB<sub>2</sub>/AZ91 composites fabricated by vacuum hot-press sintering process incorporating vacuum ball milling [J]. Materials Today Communications, 2024, 40: 109722.
- [8] PU D M, CHEN X H, WANG J F, TAN J, LI J B, YANG H, FENG B, ZHENG K H, PAN F S. Effect of Ti particles on the microstructure and mechanical properties of as-extruded Titanium-reinforced Mg-9Gd-4Y-1Zn-1Mn matrix composites[J]. Materials Science and Engineering: A, 2023, 879: 145278.
- [9] CHEN X D, XU J, ZHENG K H, LI X T, WANG T G, HAN S L, KANG Y H, FENG B, YANG H, ZHOU N, ZHANG W W, PAN F S. Effect of Ti particles on microstructure and mechanical properties of Mg-9Al-1Zn based composite sheets[J]. Journal of Materials Research and Technology, 2023, 27: 1242-1257.
- [10] PU D M, WU S F, YANG H, CHEN X H, LI J B, FENG X W, ZHENG K H, PAN F S. Effect of Ti particles on microstructure and mechanical properties of TiP/AZ91 composites[J]. Journal of Materials Research and Technology, 2023, 22: 1362-1374.
- [11] NIE K B, WANG X J, DENG K K, HU X S, WU K. Magnesium matrix composite reinforced by nanoparticles - A review[J]. Journal of Magnesium and Alloys, 2021, 9(1): 57-77.
- [12] ESKIN D G, TZANZKIS I, WANG F, LEBON G S B, SUBROTO T, PERICLEOUS K, MI J. Fundamental studies of ultrasonic melt processing[J]. Ultrasonics Sonochemistry, 2019, 52: 455-467.
- [13] NIE K B, WANG X J, WU K, XU L, ZHENG M Y, HU X S. Processing, microstructure and mechanical properties of magnesium matrix nanocomposites fabricated by semisolid stirring assisted ultrasonic vibration[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2011, 509(35): 8664-8669.
- [14] ZHAO D J, LYU S L, GUO W B, LI S L, LI J Y, GUO G H, GUO W, WU S S. Effects of Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> phase on microstructure evolution and ductility in the AZ91 magnesium alloy during the continuous rheo-squeeze casting-extrusion process[J]. Journal of Materials Science & Technology, 2024, 191: 63-79.
- [15] 马志强. 氧化夹杂对 Mg-Al 系合金晶粒细化效果的影响及其机制



- 研究[D]. 广州:华南理工大学,2019.
- MA Z Q. Effect of oxide inclusions on grain refinement of Mg-Al alloys and its mechanism[D]. Guangzhou: South China University of Technology, 2019.
- [16] CANDAN S, UNAL M, KOC E, TUREN Y, CANDAN E. Effects of titanium addition on mechanical and corrosion behaviours of AZ91 magnesium alloy[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2010, 509(5): 1958-1963.
- [17] HANSEN N, BAY B. The effect of particle content, particle distribution and cold deformation on the recrystallization of low oxide Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> products[J]. Journal of Materials Science, 1972, 7(12): 1351-1362.
- [18] BAKER I, MARTIN J W. The effect of particle size and spacing on the retardation of recrystallization in two-phase copper crystals[J]. Journal of Materials Science, 1980, 15(6): 1533-1538.
- [19] DAALAND O, NES E. Recrystallization texture development in commercial Al-Mn-Mg alloys[J]. Acta Materialia, 1996, 44(4): 1413-1435.
- [20] SAHOO S K, PANIGRAHI S K. Comparative study on high temperature deformation behavior and processing maps of Mg-4Zn-1RE-0.5Zr alloy with and without in-situ sub-micron sized TiB<sub>2</sub> reinforcement[J]. Journal of Magnesium and Alloys, 2022, 10(12): 3520-3541.
- [21] DENG K K, SHI J Y, WANG C J, WANG X J, WU Y W, NIE K B, WU K. Microstructure and strengthening mechanism of bimodal size particle reinforced magnesium matrix composite[J]. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 2012, 43(8): 1280-1284.
- [22] ZHANG Z, CHEN D L. Consideration of Orowan strengthening effect in particulate-reinforced metal matrix nanocomposites: A model for predicting their yield strength[J]. Scripta Materialia, 2006, 54(7): 1321-1326.
- [23] ZHANG K, GAO Y Y, ZHANG A, CHEN Z Y, DONG Z H, YANG Y, SONG J F, JIANG B, PAN F S. Effects of nano-micron TiB<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>Y particles on the microstructural evolution and mechanical properties of extruded Mg-9Y-0.6La composites[J]. Materials Science and Engineering: A, 2024, 913: 147016.
- [24] HABIBNEJAD-KORAYEM M, MAHMUDI R, POOLE W J. Enhanced properties of Mg-based nano-composites reinforced with Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nano-particles[J]. Materials Science and Engineering: A, 2009, 519(1): 198-203.

(责任编辑:李亚敏)