

# 半固态搅拌铸造 TiO<sub>2</sub>/A356 复合材料的力学性能研究

黄世源<sup>1</sup>, 袁丽丽<sup>2</sup>, 唐鑫<sup>3</sup>, 吴聪<sup>1</sup>

(1. 广西交通职业技术学院, 广西南宁 530023; 2. 南宁学院, 广西南宁 530200;

3. 桂林理工大学材料科学与工程学院, 广西桂林 541004)

**摘要:** 采用半固态搅拌结合超声处理技术, 制备了不同纳米尺寸二氧化钛颗粒增强A356铝基复合材料, 并对复合材料进行了力学性能测试及显微结构分析。试验结果表明, 纳米TiO<sub>2</sub>是一种有效的陶瓷颗粒增强体, 有利于抑制 $\alpha$ -Al树枝晶生长, 细化共晶硅, 提高A356铝合金的力学性能。在同等质量百分比下, 添加1% 40 nm 二氧化钛颗粒铸造制备的TiO<sub>2</sub>/A356复合材料力学性能增强效果最佳。

**关键词:** A356; 铝基复合材料; 纳米二氧化钛; 超声处理

众所周知, 铝合金及其复合材料因具有轻质高强的特点, 备受各行业的青睐, 被广泛应用于汽车工业、高铁装备制造、航空航天等领域, 是工业中极为重要的轻金属材料<sup>[1-2]</sup>。

A356铝合金铸造性能优秀、易气焊及耐腐蚀等优点突出, 被应用在汽车工业、机电制造工业中。但是, 由于其合金强度偏低, 机械加工性能一般, 它的发展和运用受到严重限制<sup>[3]</sup>。近年来, 颗粒增强铝基复合材料由于制备成本较低、可组合获取特定性能等优点, 得到人们广泛关注。其中, 以SiC、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>颗粒作为增强相而开展的研究及应用最多<sup>[4-5]</sup>。不同种类的陶瓷颗粒, 它们的形态和性能各不相同, 对复合材料制备工艺和功能实现存在很大的影响。本文以A356铝合金作为基体, 设计并利用半固态搅拌结合超声处理铸造工艺, 添加TiO<sub>2</sub>纳米颗粒, 铸造制备TiO<sub>2</sub>/A356复合材料, 并研究了复合材料的力学性能和显微结构。

## 1 试验设备、材料及方法

### 1.1 设备和原料

试验自制电阻炉用于铝合金熔炼, 系统装置如图1。系统主要试验仪器及设备包括: 惰性气体保护装置、数字智能程序温度控制仪(温度控制能达到 $\pm 5$  °C)、自动搅拌器(钛合金搅拌头)、智能数显超声发生器(型号TJS-3000、最大使用功率2 000 W)、氧化铝坩埚等。该系统用于A356基体合金的熔炼制备, 及通过采用半固态搅拌结合超声处理技术改善TiO<sub>2</sub>纳米颗粒与合金的润湿性来制备复合材料。

试验制备基体合金的原料包括: 纯镁(纯度 $\geq 99.6\%$ )、纯铝(纯度 $\geq 99.7\%$ )、铝硅中间合金(含25wt.% Si)。根据A356铝合金所含各元素化学成分范围, 计算并配料, 通过电阻炉熔炼制成基体合金备用。试验用基体合金成分如表1所示。

试验所采用的是由Aladdin公司提供的TiO<sub>2</sub>纳米颗粒, 平均粒径分别为5~10 nm、40 nm、100 nm, 分析纯AR 99.8%。

### 1.2 试验方法与步骤

试验中将预制750 g的基体合金装入氧化铝坩埚, 并置于电阻炉内加热, 通入氩

作者简介:

黄世源(1990-), 男, 讲师, 研究方向为铝合金加工和金属基复合材料。E-mail: 562604476@qq.com。

中图分类号: TG146.2<sup>+</sup>1

文献标识码: A

文章编号: 1001-4977(2021)

04-0438-06

基金项目:

2018年度广西壮族自治区中青年骨干教师基础能力提升项目(2018KY1026)。

收稿日期:

2020-10-09 收到初稿,

2020-12-21 收到修订稿。

气(纯度99.9%)进行熔炼全程保护。待合金温度升温至625℃,达到熔融半固态后,启动自动搅拌器,转速约1 200 r/min,在机械搅拌作用下连续加入1.0% TiO<sub>2</sub>纳米颗粒,半固态搅拌加料过程持续15 min。搅拌结束后,对熔体加热升温并控温稳定在680℃,将超声发生器的铝合金变幅杆伸进熔体液面下20 mm进行预热,时间约10 min。预热结束后,启动超声波发生器,以1 kW功率连续作用12~15 min,对熔体中的纳米粒子进行分散以及改善浸润性<sup>[7-8]</sup>。超声处理结束后,将熔体表面残渣扒除,静置后升温至740℃,最后浇注。铸造所用模具为钢模,如图2所示,浇注前预热温度为350℃。

按照金属材料室温拉伸试验(GB/T228.1—2010)的相关规定,铸模冷却至室温后脱模,对复合材料铸件加工成如图3所示的标准拉伸试棒,并进行拉伸试验(加载速度为2 mm/min,试验用电子万能试验机型号DDL200)。复合材料的金相组织和显微结构则通过光学显微镜(Leica DMI8)、扫描电镜(Japan-S-4800)进行分析。试验分别制备了添加1.0% 5~10 nm、40 nm、100 nm三种不同纳米尺寸TiO<sub>2</sub>颗粒增强复合材料,以对比研究添加不同纳米尺寸的TiO<sub>2</sub>颗粒对A356铝合金力学性能及复合材料制备工艺的影响。

## 2 试验结果与分析

### 2.1 力学性能分析

A356铝合金与分别添加1.0% 5~10 nm、40 nm、100 nm的TiO<sub>2</sub>,制备的复合材料经拉伸试验后的真实工程应力-工程应变曲线如图4所示。试验中以R<sub>p0.2</sub>(规定非比例伸长强度)作为屈服强度。表2是铸态下A356铝合金和各类复合材料的力学性能结果。

图4表明,铸态A356合金屈服点较低,合金材料发生断裂前,其应力大小几乎呈线性上升趋势,在达到最大抗拉强度后直接断裂。不同尺寸TiO<sub>2</sub>纳米颗粒添加量均为1%的条件下,复合材料的屈服强度、抗拉强度及伸长率三项力学性能指标均得到了提高,但是各类复合材料力学性能提升的程度不同。其中,添加1%粒径40 nm TiO<sub>2</sub>制备的复合材料表现出更好的强度和韧性。A356合金与各类复合材料在铸态下的力学性能如表2所示。1% 40 nm的TiO<sub>2</sub>/A356复合材料屈服强度、抗拉强度及伸长率比A356合金的分别高出44.4%、38.5%、60.5%。

根据陶瓷颗粒润湿角相关理论,颗粒粒径越小,其浸润性越差;反之,颗粒粒径越大,其浸润性越好<sup>[9-10]</sup>。所以,二氧化钛纳米颗粒的润湿性随粒径减小而变差。复合材料铸造制备试验过程反映,在相同铸造工艺条件及TiO<sub>2</sub>纳米颗粒添加量都为1%时,粒径相对较大的纳米颗粒更易于与合金熔体混合,而平均粒

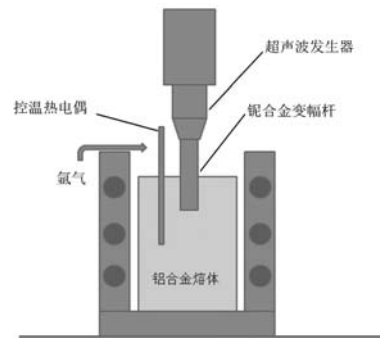


图1 试验装置

Fig. 1 Experimental apparatus

表1 基体合金的化学成分

Table 1 Chemical composition of base alloy w<sub>B</sub>/%

Si	Mg	Fe, Cu, Mn, Zn, Ti	Al
7	0.3	≤0.4	余量

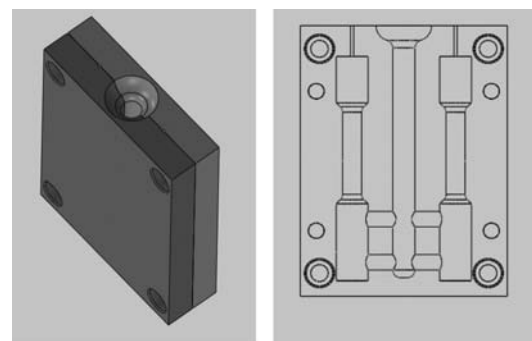


图2 铸造模具

Fig. 2 Casting mould

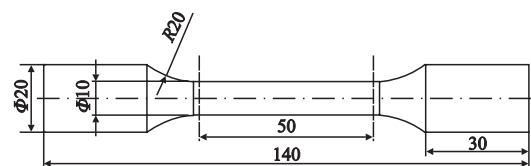


图3 拉伸试棒

Fig. 3 Size of tensile test bar

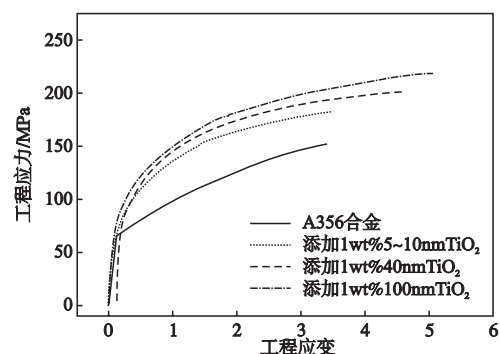


图4 铸态A356合金及各组复合材料拉伸试验工程应力-工程应变曲线图

Fig. 4 Engineering stress strain curves of as-cast A356 alloy and its composites

径为5~10 nm的二氧化钛颗粒团聚非常严重,普通功率超声作用难以改善其润湿性,因此大部分颗粒不易进入熔体内部,在浇注成形过程中,TiO<sub>2</sub>随着合金凝固而固结在铸件表面,从而导致合金的力学性能提升不明显。另外,平均粒径为100 nm的二氧化钛颗粒,润湿性相对较好,更容易进入熔体内部,用其制备的复合材料力学性能相对较好。试验结果显示,相比于40 nm TiO<sub>2</sub>颗粒制备的复合材料,添加100 nm TiO<sub>2</sub>颗粒制备的复合材料力学性能有所下降,其中伸长率相比下降了19%。相关研究表明,在合金熔体凝固过程中,粒径较大的粒子容易造成缺陷,从而损害复合材料铸件的力学性能<sup>[11]</sup>。

T6热处理工艺适用于铝硅系合金,可以减少铸态合金存在的缺陷和偏析,使晶粒细化,应力减少,从而进一步提高综合力学性能。对A356合金及复合材料热处理后,各项力学性能指标均得到了较大的提升,如表3所示。其中,1% 40 nm TiO<sub>2</sub>/A356复合材料屈服强度、伸长率相对于铸态下的分别高出131%、105%。

## 2.2 金相组织分析

铸态A356合金中, $\alpha$ -Al初晶呈现出明显的粗大树枝晶形态,且整体分布规整有序,如图5a所示。片状、板块状或粗针状共晶硅沿着 $\alpha$ -Al初晶边界连续分布,将合金基体割离,且大部分共晶硅平均粒径较大,最大的接近40  $\mu\text{m}$ ,如图5b所示。此种形态的共晶硅粒子及粗大的 $\alpha$ -Al树枝晶,脆性突出,在合金材料受力过程中,不能阻碍裂纹的扩展,易发生穿晶断裂破坏,从而出现如图6a所示的解理面拉伸断口形貌。因此,铸态A356合金的综合力学性能不高。

图5c显示,合金加入纳米TiO<sub>2</sub>后, $\alpha$ -Al初晶边界圆滑,晶粒平均粒径明显减小,形态趋于向等轴晶转变。在高倍镜下(图5d)可以明显观察到共晶硅的形态转变成圆球状或短棒状,平均粒径尺寸大幅度减小。由霍尔-佩奇公式可知<sup>[6]</sup>,枝晶共晶硅薄片尺寸与二次枝晶臂间距大小影响合金的抗拉强度和屈服强度。因此,证实了合金加入TiO<sub>2</sub>纳米颗粒后, $\alpha$ -Al树枝晶生长受到抑制而转化为等轴晶,且共晶硅被诱导改性、细化,从而有助于复合材料强度提高。1% 40 nm TiO<sub>2</sub>/A356复合材料在受力破坏后,拉伸断口形貌中出现晶体撕裂现象,存在少量小韧窝,表现出准解理断裂的明显特征,如图6b所示。

图7a、b所示为A356合金经过T6热处理后的金相组织形貌。合金中 $\alpha$ -Al树枝晶数量减少,晶粒细化,共晶硅圆润细小,边界光滑,分布有序。说明采用T6热处理工艺消除了A356合金各种缺陷和偏析,减小内应力对性能的影响,细化晶粒并使组织均匀,提高了合金综合力学性能。

表2 铸态下A356合金与复合材料力学性能  
Table 2 Mechanical properties of as-cast A356 alloy and its composites

试样分组	纳米TiO <sub>2</sub> 粒径	屈服强度	抗拉强度	伸长率
	/nm	/MPa	/MPa	/%
A356合金		76.2	158.1	3.8
	5~10	87.4	180.2	4.4
A356-1% TiO <sub>2</sub>	40	110	219	6.1
	100	98	201	4.9

表3 T6热处理后A356合金与复合材料力学性能  
Table 3 Mechanical properties of A356 alloy and its composites after T6 heat treatment

试样分组	纳米TiO <sub>2</sub> 粒径	屈服强度	抗拉强度	伸长率
	/nm	/MPa	/MPa	/%
A356合金		198.4	258.5	5.6
	5~10	228.3	268.4	7.3
A356-1% TiO <sub>2</sub>	40	254.2	298.5	12.5
	100	237.7	275.3	9.5

复合材料经过T6热处理后,原铸态下的 $\alpha$ -Al等轴晶平均尺寸减小,短小的共晶硅被进一步打断、碎化,细化作用明显,呈弥散分布在晶界周围及 $\alpha$ -Al中,使晶界趋于模糊,如图7c、d所示。因此,复合材料的综合力学性能相比铸态下也得到进一步提高,表现出更好的强度和伸长率。尤其是复合材料的伸长率,经过T6热处理后,增幅达到105%。

## 2.3 扫描电镜 (SEM) 显微结构分析

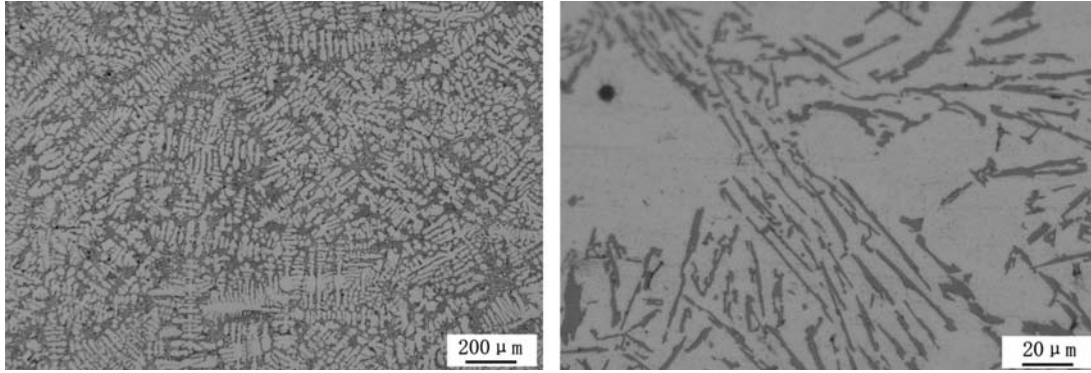
图8是铸态下1% 40 nm TiO<sub>2</sub>/A356复合材料的扫描电镜 (SEM) 照片。图中箭头所指的白色粒子是TiO<sub>2</sub>,粒径均在纳米量级。从照片可以看出,大部分TiO<sub>2</sub>纳米颗粒在基体中呈均匀分散状态,只存在少量的颗粒团聚现象。纳米颗粒嵌入在合金基体组织中,彼此间无明显界限,也未见纳米颗粒脱落现象,说明TiO<sub>2</sub>纳米颗粒与合金基体界面结合良好。对半固态合金熔体进行高速机械搅拌,可通过搅拌过程产生的漩涡将TiO<sub>2</sub>纳米颗粒带进熔体中,并使之与熔体产生粘附作用。然后利用超声空化作用,能进一步改善纳米粒子与合金熔体的浸润性,并实现良好分散效果<sup>[12]</sup>。但是,通过扫描电镜发现 $\alpha$ -Al晶界边缘普遍出现纳米颗粒富集区,如图8b所示。

复合材料浇注凝固初期,熔体中纳米粒级的TiO<sub>2</sub>充当了形核剂作用,有效促进 $\alpha$ -Al形核率。随着 $\alpha$ -Al初晶形核长大,部分纳米颗粒则被推至晶界边缘,阻碍了初晶的继续生长<sup>[13]</sup>。此过程中,初晶的二次枝晶臂间距减小,并最终导致 $\alpha$ -Al初晶趋于等轴晶生长,



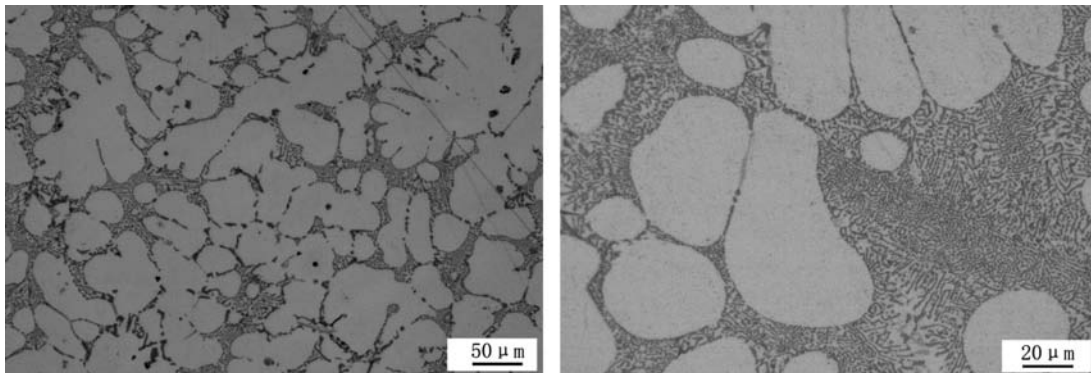
树枝晶数量大幅度减少，晶粒明显细化。而在凝固末期，TiO<sub>2</sub>纳米颗粒被推至晶界边缘并产生富集，阻碍了共晶硅与熔体之间的物质流动，减少硅原子析出和附着，从而有效地抑制了块状、长条状共晶硅的形成，

使共晶硅得到有效细化。1% 40 nm TiO<sub>2</sub>/A356复合材料中 $\alpha$ -Al初晶和共晶硅形貌改变及细化，是其综合力学性能提升的关键因素。



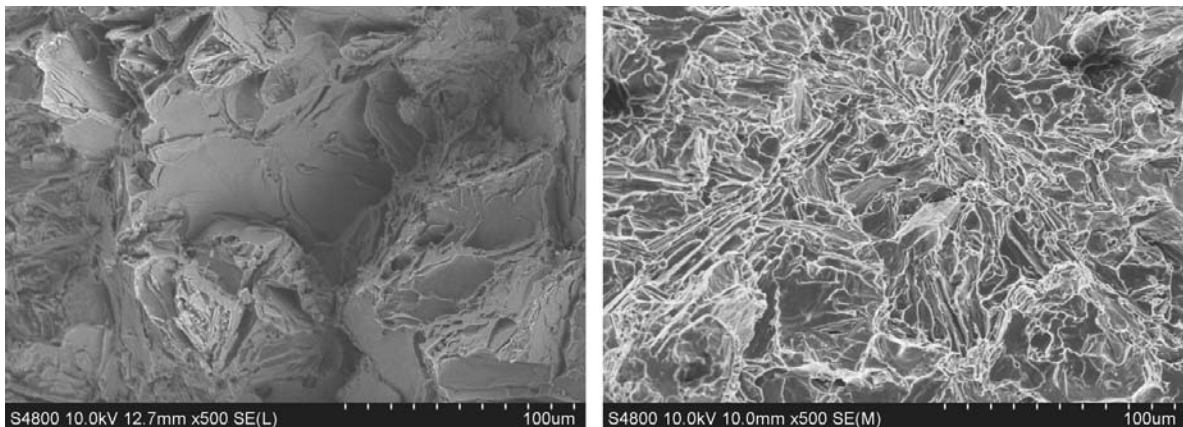
(a) A356合金金相（低倍）

(b) A356合金金相（高倍）



(c) 复合材料金相（低倍）

(d) 复合材料金相（高倍）

图5 铸态下A356合金和1% 40 nm TiO<sub>2</sub>/A356复合材料的金相图Fig. 5 Microstructure of as-cast A356 alloy and 1% 40 nm TiO<sub>2</sub>/A356 composite

(a) A356合金断口

(b) 复合材料断口

图6 铸态下A356合金和1% 40 nm TiO<sub>2</sub>/A356复合材料拉伸试样的断口形貌Fig. 6 Fracture morphologies of as-cast A356 alloy and 1% 40 nm TiO<sub>2</sub>/A356 composite

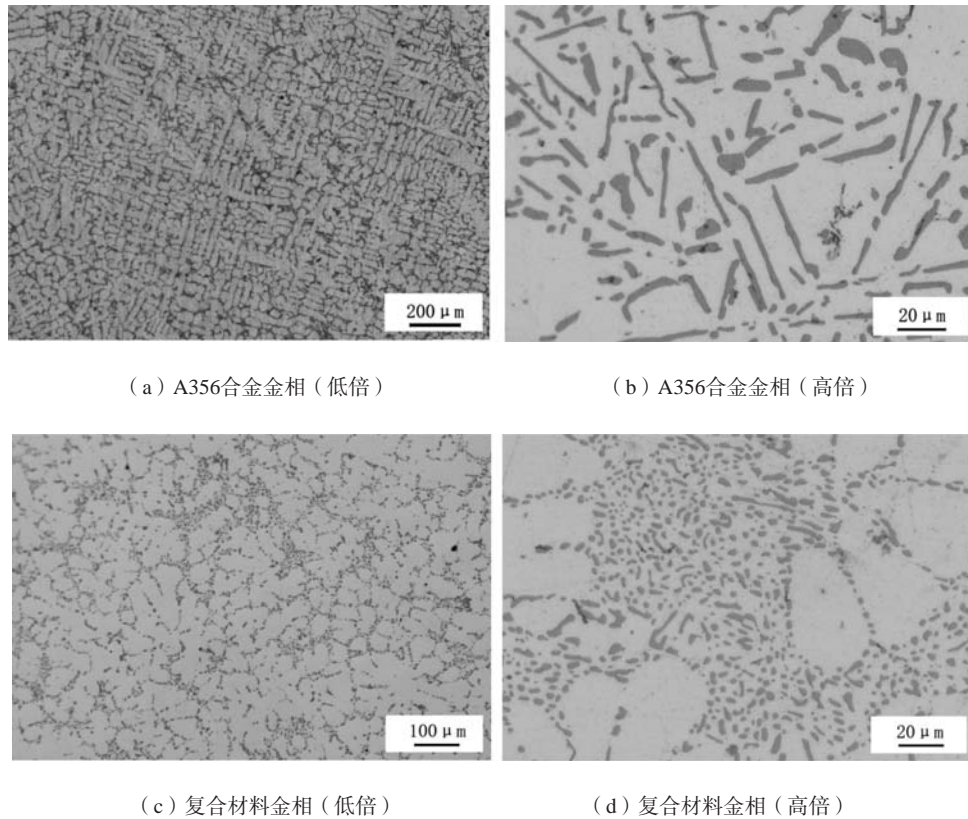


图7 T6热处理后A356合金和1% 40 nm  $\text{TiO}_2$ /A356复合材料的金相图  
Fig. 7 Microstructure of A356 alloy and 1% 40 nm  $\text{TiO}_2$ /A356 composite after T6 heat treatment

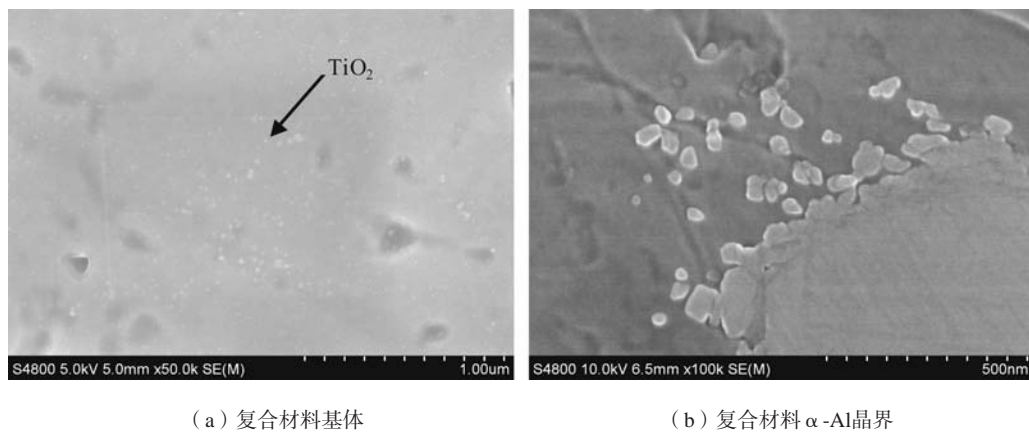


图8 铸态下1% 40 nm  $\text{TiO}_2$ /A356复合材料的电子扫描电镜照片  
Fig. 8 SEM photos of as-cast 1% 40 nm  $\text{TiO}_2$ /A356 composite

### 3 结论

(1) 采用半固态搅拌结合超声作用, 改善 $\text{TiO}_2$ 纳米粒子与铝合金熔体的润湿性, 制备了分散效果良好的 $\text{TiO}_2$ /A356铝基复合材料。

(2) 试验表明, 纳米 $\text{TiO}_2$ 是一种有效的陶瓷颗粒增强体。在同等质量百分比1%下, 加入 40 nm  $\text{TiO}_2$ 颗粒铸造制备的复合材料力学性能更好。

(3) 纳米 $\text{TiO}_2$ 的添加, 有利于A356合金在凝固过程中抑制  $\alpha$ -Al树枝晶长大, 诱导大量共晶硅改性、细化, 提高 $\text{TiO}_2$ /A356复合材料的力学性能。采用T6热处理工艺可以进一步提高复合材料综合力学性能。

**参考文献:**

- [1] 周立玉, 李秀兰, 钟强, 等. 陶瓷颗粒增强铝基复合材料制备工艺研究进展 [J]. 热加工工艺, 2020 ( 18 ): 21-25.
- [2] 樊建中, 石力开. 颗粒增强铝基复合材料研究与应用发展 [J]. 宇航材料工艺, 2012, 42 ( 1 ): 1-7.
- [3] 颜陆军, 唐鑫, 高经, 等. 金属模铸造Al-7Si-0.3Mg/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>复合材料的性能研究 [J]. 铸造技术, 2014, 35 ( 8 ): 1776-1779.
- [4] 谭锐, 唐骥. 铸造法制备SiC<sub>p</sub>/Al复合材料的研究现状 [J]. 铸造, 2005, 54 ( 7 ): 642-647.
- [5] 崔岩. 碳化硅粒子增强铝基复合材料的航空航天应用 [J]. 材料工程, 2002, 6 ( 3 ): 6.
- [6] 黄世源, 唐鑫, 莫龙华. SiO<sub>2</sub>/Al-7Si-0.3Mg铝基复合材料力学性能及显微结构的研究 [J]. 铸造, 2015, 64 ( 10 ): 980-984, 988.
- [7] 冯海阔, 于思荣. 超声波在冶金及金属基复合材料制备过程中的应用 [J]. 特种铸造及有色合金, 2006, 26 ( 1 ): 31-33.
- [8] ESKIN G I. Cavitation mechanism of ultrasonic melt degassing [J]. Ultrasonics Sonochemistry, 1995, 2 ( 2 ): S137-S141.
- [9] TAHAMTAN S, HALVAEE A, EMAMY M, et al. Fabrication of Al/A206-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nano/micro composite by combining ball milling and stir casting technology [J]. Materials & Design, 2013, 49: 347-359.
- [10] GHANDVAR H, FARAHANY S, IDRIS J. Wettability enhancement of SiC<sub>p</sub> in cast A356/SiC<sub>p</sub> composite using semisolid process[J]. Materials and Manufacturing Processes, 2015, 30 ( 12 ): 1442-1449.
- [11] 陈剑锋, 武高辉, 孙东立. 金属基复合材料的强化机制 [J]. 航空材料学报, 2002, 22 ( 2 ): 49-53.
- [12] CUI W, WANG C, YAN J, et al. Wetting and reaction promoted by ultrasound between sapphire and liquid Al-12Si alloy [J]. Ultrasonics Sonochemistry, 2013, 20 ( 1 ): 196-201.
- [13] DECICCO M P, TURNG L S, LI X, et al. Nucleation catalysis in aluminum alloy A356 using nanoscale inoculants [J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2011, 42 ( 8 ): 2323-2330.

---

## Study on Mechanical Properties of TiO<sub>2</sub>/A356 Composites Prepared by Semi-Solid Stirring Casting

HUANG Shi-yuan<sup>1</sup>, YUAN Li-li<sup>2</sup>, TANG Xin<sup>3</sup>, WU Cong<sup>1</sup>

(1. Guangxi Vocational and Technical College of Communications, Nanning 530023, Guangxi, China; 2. Nanning University, Nanning 530200, Guangxi, China; 3. College of Material Science and Engineering, Guilin University of Technology, Guilin 541004, Guangxi, China )

**Abstract:**

The A356 aluminum matrix composites reinforced by different nano-sized titanium dioxide nanoparticles were prepared by semi-solid stirring and ultrasonic treatment. The mechanical properties and microstructure of the composites were tested. The experimental results show that TiO<sub>2</sub> nanoparticles contribute to inhibit the formation of  $\alpha$ -Al dendrite, refine eutectic silicon, and improve the mechanical properties of A356 aluminum alloy. Under the same mass percentage, the TiO<sub>2</sub>/A356 composite prepared by adding 1wt.% 40 nm titanium dioxide particles shows the best mechanical properties.

**Key words:**

A356; aluminum matrix composites; nano titanium dioxide; ultrasonic treatment