

基于体视学原理的钛合金显微组织定量分析

王凯旋^{1,2}, 曾卫东¹, 邵一涛¹, 赵永庆², 周义刚¹

(1. 西北工业大学, 陕西 西安 710072)

(2. 西北有色金属研究院, 陕西 西安 710016)

摘要: 钛合金显微组织的多样性给定量金相学研究带来了很大困难。在分析钛合金金相学特点及热变形中显微组织演变机制的基础上, 应用体视学和定量金相学的方法, 结合图形的数学运算, 初步建立了一套针对钛合金不同典型显微组织特征参数的定量测量分析模型与方法, 为量化研究钛合金显微组织的演变以及组织与性能之间的关系进行了探索性工作。该定量分析模型与方法具有较强的可行性, 实现了包括相的体积分数、 β 晶粒大小、魏氏组织中 α 条的厚度、丛域尺寸及网篮等多种类型组织中 α 相的尺寸、形态、位向分布等显微特征参数化定量描述与分析。同时, 提出了对网篮等多种类型组织中 α 相的计算机图像处理技术——手工分离 α 相的原则, 有效地实现了 α 相的图像“解体”。并给出了上述显微组织特征定量分析的实例。

关键词: 钛合金; 显微组织; 体视学; 量化; 模型

中图分类号: TG146.2; TG115.21

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2009)03-0398-06

对材料的显微组织定量分析和描述是预测材料的性能和获得高质量产品的重要保障。微观组织的定量分析已经成为金相学的一个重要分支, 它随着材料科学、计算机图形技术和体视学的有机结合而得到发展^[1]。应用体视学和定量金相学的方法去解决材料显微组织形貌与性能之间相互关系的问题, 这也是材料显微分析一开始便涉及的内容^[2]。然而材料组织的复杂多样性给量化研究带来了许多困难。钛合金组织的多样性具体表现在组织中各种相(α 相和 β 相等)的比例、形态、尺寸变化范围很广^[3]。钛合金通过不同的热加工工艺可以得到魏氏组织、网篮组织、混合组织、等轴组织^[4]和三态组织^[5]等。不同类型组织的性能各不相同, 同种类型组织中显微特征的差异也会造成性能显著变化。如较小的 α 丛域可以提高抗拉强度^[6,7]。初生 α 相的粗化以及初生 α 相从球化转变为针状会导致塑性降低^[8~10]。随着航空工业对钛合金构件性能要求日益提高, 对量化分析不同变形条件下钛合金显微组织的演变规律、组织性能与宏观热力学参数之间深层次关系以及显微组织性能模拟预测, 特别是三维显微组织模型提出了迫切的要求。

但至今, 仅有极少数研究人员在钛合金显微组织定量分析方面做出了探索^[11,12], 其根本原因在于因钛合金显微组织的多样性而缺乏一套针对不同组织显微

特征系统的可行的定量分析模型或方法。本研究结合钛合金的金相学特点及热变形中显微组织演变机制, 应用体视学和定量金相学的方法初步建立了一套针对不同典型显微组织的特征参数的定量分析模型(方法), 对钛合金显微组织特征的定量分析进行了探索性研究, 其中显微特征参数包括: 相的体积分数、 β 晶粒大小、魏氏组织中 α 条厚度及丛域尺寸、多种类型组织(网篮组织、混合组织、等轴组织等)中 α 相的尺寸、位向分布、形态等等。

1 体视学及定量金相学分析的基本原理

1.1 体视学的基本原理

体视学应用于显微组织分析时, 实际上就是根据试样截面上显微组织的低维信息, 依据体视学原理(几何概率学、拓扑学等原理)来解析其三维信息^[2]。体视学和定量金相学认为, 材料中的各组织结构可看成是由空间的点、线、面和体组成的图像, 点、线、面、体之间有一定的相互联系, 可用下面一组公式来表示^[1,2,13]:

$$V_V = A_A = L_L = P_P \quad (1)$$

$$S_V = 4L_A/\pi = 2P_L \quad (2)$$

$$L_V = 2P_A \quad (3)$$

$$P_V = L_V S_V / 2 = 2P_A P_L \quad (4)$$

参数含义详见上述文献。如公式(1)表明某相的体

收稿日期: 2008-02-21

基金项目: 国家重点基础研究发展计划(2007CB613807); 教育部“新世纪优秀人才支持计划”项目(NCET-07-0696)

作者简介: 王凯旋, 男, 1977年生, 博士生, 西北工业大学材料学院, 陕西 西安 710072, 电话: 029-88494298, E-mail: zengwd@nwpu.edu.cn

积分数 V_V 等于该相在截面上的面积率 A_A , 也等于该相在截面上任意测试线上所占的平均比率 L_L 和在截面上随机测试点落在该相上的平均几率 P_P 。以上公式列出了一些基本量的换算关系, 把不能直接测量的量用可以直接测量的量推算出来。由此可见, 很多复杂的三维组织参数测量可通过低维的点数、长度以及面积来计算获得。

1.2 金相定量分析中的图像分析技术

为了尽可能准确有效地分析显微组织的几何形态和光密度数据, 消除系统干扰的影响, 有必要对二维图像进行一系列预处理, 包括二值化、腐蚀、膨胀、开闭运算、去噪、分离等图像处理。二值化图像是灰度图像的特例, 其图像的数字矩阵仅有0、1两值构成, 可有效地使图像产生分割从而区分不同性质的研究对象。腐蚀和膨胀均是形态滤镜, 分别用于减小和增加对象尺寸, 从而改变其形态。在图像分析过程中, 有时会存在晶界与有效域相连的现象, 使模式识别不易进行。为此, 需采用图像腐蚀技术来割断二者的联系, 再利用膨胀技术对图像进行复原^[1], 从而实现了有效区域的分离。此外, 手工分离也是实现对象区分的重要手段。上述图像处理均可利用常用图像处理软件 Image-Pro Plus 等完成。

2 钛合金显微组织参数评价及分析

2.1 相的体积分数

根据体视学公式(1), 相的体积分数可通过测定该相在截面上的面积比率、所截线段的百分比或观察点数的百分比来确定, 可分别采用面积测量法、截线法、计点法^[12]来实现。其中面积测量法在计算机上比较容易实现, 同时也反映出整个视野中的平均比率, 避免了截线法中截线的选取问题。面积测量法是用待测相的像素点除以总的像素点得到面积百分数^[1]。在钛合金显微组织分析中, 由于主要相为 α 相和 β 相两类, 采用面积测量法因图像可二值化处理的特点更具方便性。对灰度 OM 或 SEM 图像选择合理阈值^[1]进行二值化处理, 可增大不同相之间的灰度对比, 从而使具有不同灰度值的相以黑白进行区分, 便于进行面积测定。图 1a 为 TC21 钛合金经 β 区锻造及热处理的显微组织 OM 照片。图中亮区白色为 α 相, 暗区黑色为 β 相, 图 1b 为图 1a 的二值化图像, 依据面积测量法统计得出 α 相的体积分数为 46%。

2.2 β 晶粒大小

晶粒大小一般可以用晶粒的平均面积、平均直径等来表示。因此, 晶粒度可以用平均截距法求得。测量时用随机直线(或者曲线)多次截取晶粒, 若测量线

总长度为 L , 截过的晶粒数为 N , 则对连续分布的单相晶粒的大小 L_N 为: $L_N = L/N$ 。图 2 为 TC21 钛合金较低放大倍率的 OM 照片。在照片中随机画出多条截线(从理论上讲, 截线数量越多且截取的晶粒数量越多, 测量数据有效性越高), 并在截线与 β 晶粒晶界相交处作标记点, 统计各测试线上的晶粒个数 N (截线端点尽量位于晶界, 避免不完全通过晶粒带来的计算误差)。采用平均截距法测得的图 2 中 β 晶粒平均直径约为 153 μm 。

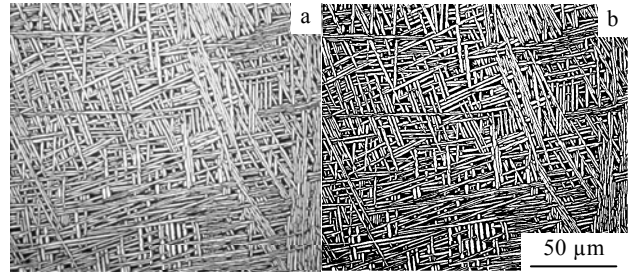


图 1 TC21 钛合金显微组织 OM 及二值化图像

Fig.1 Microstructure of TC21 titanium alloy: (a) optical micrograph and (b) binary image

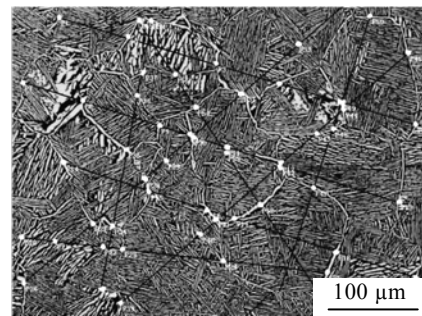


图 2 TC21 钛合金显微组织的较低倍率 OM 照片

Fig.2 Optical micrograph of TC21 titanium alloy

2.3 魏氏组织显微特征

2.3.1 魏氏组织丛域大小

钛合金中魏氏组织的显微特征是 α 相以集束形式呈丛域出现。丛域是指同取向的紧邻 α 条的集合。相邻丛域因 α 条取向不同而产生明显边界, 故可采用测量晶粒大小相同的方法, 利用平均截距法对丛域大小进行测量。但在目前对丛域的三维形貌缺乏研究的情况下, 依据在二维图像中用平均截距法得到的丛域尺寸来描述丛域的三维空间信息还缺乏有力的依据^[14]。所以, 上述丛域大小仅是丛域的二维名义尺寸, 这也是需要注意的。

2.3.2 魏氏组织内 α 条的厚度

在魏氏组织同一丛域内, α 条取向基本一致。钛合

金魏氏组织丛域 α 条的示意图见图3。为了提高 α 条厚度测量的准确度,对单个丛域内的 α 条平均厚度进行统计是十分必要的。用一组垂直于 α 条的平行等间距栅格线与丛域内 α 条相截,利用图形的数学运算保留 α 条内线段,然后求出 α 条内线段的平均长度即为该丛域内 α 条的平均厚度。实际上,栅格线与所有 α 条并非全部垂直,必然导致上述测量的 α 条平均厚度被夸大。为了尽可能地减少偏差,在一个丛域内需要随机选取设定多条 α 条分别作为取平行栅格线的基准。然后取多组数据中最小的 α 条平均厚度为该丛域内 α 条的有效厚度。整个魏氏显微组织中 α 条的有效厚度为各丛域内 α 条有效厚度的平均值。以图3中丛域 I 为例说明魏氏组织内 α 条厚度测量。选取 α_1 条为做平行栅格线组的垂直基准。图4为以 α_1 条为垂直基准的平行栅格线与图3丛域 I 内 α 条相截所得的线段集合效果图。丛域 I 内 α 条的厚度即为图4中所有线段的平均长度。

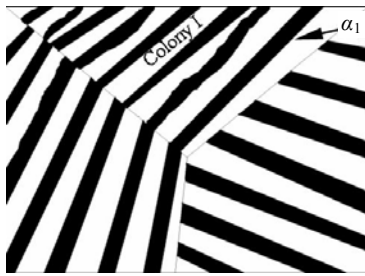


图 3 钛合金魏氏组织的示意图

Fig.3 Schematic diagram of Widmanstätten microstructure

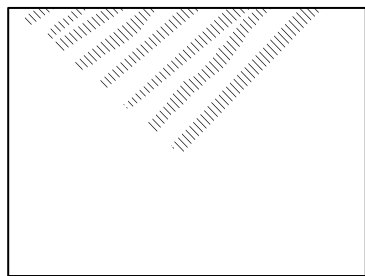


图 4 丛域 I 内魏氏 α 条厚度测量时得到的线段集合图

Fig.4 Line segments during lath thickness measurement in colony I

图 5a 是某种钛合金的魏氏组织金相照片^[4]。对其丛域 I 内 α 条厚度的一组测量数据见图 5b。实际上,丛域内的少许 α 条取向的混乱较大必将造成测量数值偏差很大,所以每次测量后必须根据各线段测量数据的置信度对其进行合理取舍。

2.4 α 相的显微特征参数模型与分析实例

在热加工中,钛合金的针(片)状 α 相组织随着变

形量的增大趋于等轴化或者球化,其厚度、形态、取向均有所改变^[3,11,15~21]。从定量层次上认识钛合金片层组织的球化规律也是钛合金研究人员急迫解决的问题。因而对网篮组织、混合组织、等轴组织等多种类型组织中 α 相的微观组织特征应用同一组参数描述并进行测量对研究其组织演变具有十分重要的意义。

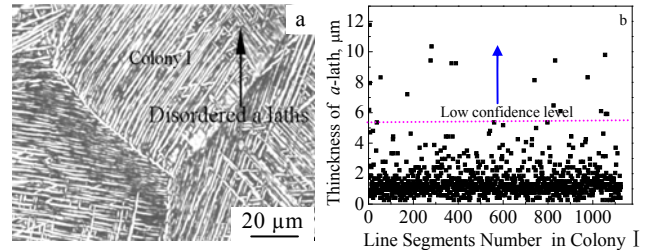


图 5 钛合金的魏氏组织金相照片及丛域 I 内 α 条厚度数值
Fig.5 Optical micrograph(a) of titanium alloy and thickness of α -lath(b) in Colony I

2.4.1 α 相的显微特征参数模型

由于 α 相在三维空间中方向的随机性,二维图像中不可能区分其宽度和厚度,故本研究中 α 相的宽度和厚度均以厚度名义定义。 α 相的取向在三维空间中十分复杂,但对 α 相在二维空间中的分布取向及其概率进行统计对研究 α 相的组织演变和合金性能同样具有重要的参考价值。本研究取 α 相的主轴与垂直方向的夹角为 α 相取向参数 θ (介于 $0\sim 180^\circ$),其示意图见图6a。

对 α 相的形态演变研究需要兼顾 α 相的不同形态采用同一组参数描述来表征。 $Feret_{max}$ 是指对象轮廓外切平行线的最大长度, $Feret_{min}$ 是指对象轮廓外切平行线的最小长度,采用二者比值($Feret_{max}/Feret_{min}$)可以形象地描述出对象的形状。根据 α 相的Feret 比值大小来定量描述 α 相形态。Feret比值很大时, α 相呈现针(片)状,随着Feret比值的不断减小, α 相的形态趋于球状。其

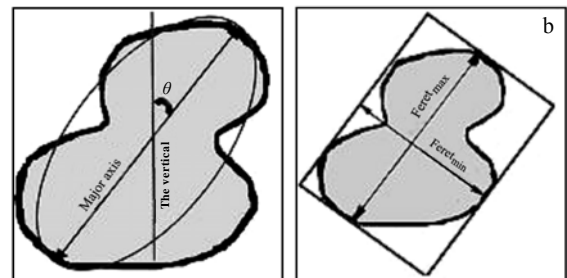


图 6 α 相的显微特征参数示意图

Fig.6 Schematic diagram of microstructural parameters of α phase: (a) orientation/ θ and (b) aspect/Feret ratio

中形态参数Feret比值的示意图见图6b。

2.4.2 α 相显微参数的获取技术

对独立的 α 相进行厚度、 $Feret_{max}$ 、 $Feret_{min}$ 以及取向参数 θ 等参数的测量是保证其数据有效性的前提。然而，实际金相图像中一些相邻 α 相趋于相接(相界灰度梯度减小)、 α 相的三维空间分布在二维图像的记录以及拍摄设备分辨率限制或拍摄质量较差，通常无法使其中一些金相性质相互独立的 α 相组织单元完整分离显示。另外，在热变形中，尤其是垂直于金属流动方向分布的 α 片层往往出现很大的形状变化(如弯折)^[3,4]，直接统计出的 α 相宽度等数值将被夸大而失去物理意义。所以，在对图像二值化、腐蚀膨胀和 α 相自动分离等处理的基础上，对 α 相进行手工分离处理十分必要。一方面，避免了因经多次腐蚀膨胀处理出现图像严重失真；另一方面，统计的 α 相对象也较为真实地反映了其金相性质。

为了实现 α 相图像单元的“解体”，并保证 α 相的金相独立性，提出在图像处理过程中应遵循以下手工分离 α 相的原则(见图7)：(1)相邻 α 相间有细长间隙(Slender gap)须对其分离；(2)相邻 α 相间是点、短接触(Point contact)须对其分离；(3)相邻 α 相间的接触处取向有突变(Mutation orientation)须对其分离；(4)相邻 α 相间接触边界长度方向有明显的内凹(Invagination)须对其分离；(5) α 针(片)相具有明显弯折(Kinked)现象的须在弯折处对其分离；(6)两个同取向 α 整体相融合在一起而局部有分离(Most Integration & Partial Separation)，沿取向对其分离。

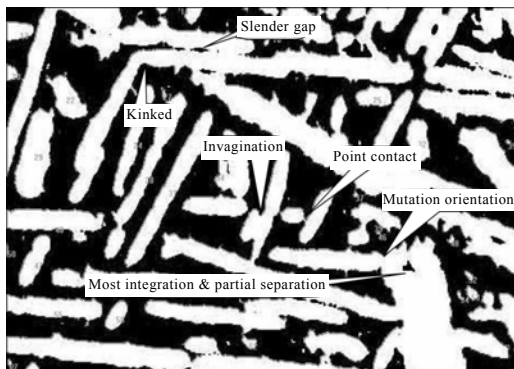


图7 手工分离 α 相原则示意图

Fig.7 Schematic diagram of the rules for manual-split α phase

相邻 α 相间有细长间隙的情况主要反映其他取向 α 相穿插，或者近似取向的相邻 α 相在边界处局部灰度差较小的现象； α 相间呈点、短接触的情况可考虑是取向差异很大的相邻 α 相边界处局部灰度差较小，

或者是其他取向 α 相穿插造成的现象；相邻 α 相间的接触处取向有突变可认为是 α 相端部在二维空间的图像重叠；相邻 α 相间接触边界长度方向有明显的内凹现象说明 α 相边界各自具有独立性需要分离，在宽度方向上的内凹现象认为是 α 相在水平方向解体分离^[4]的过渡状态而不必分离；针(片)状 α 相具有明显弯折现象可以认为是 α 相在热变形中的明显屈曲现象^[3,4](在测量厚度时，如果在弯折处不对其分离势必会极大地夸大 α 相厚度)；两个同取向 α 整体相融合在一起而局部有分离现象可认为是 α 相在二维空间的图像重叠。通过以上原则实现 α 相图像单元的“解体”，从而保证了其显微特征的定量获取。

2.4.3 α 相显微参数定量分析实例

图8a为TC17钛合金经 β 区预锻与两相区小变形锻造后热处理的金相显微组织，图8b为其经二值化等处理并对 α 相进行手工分离后的图像。图9为图8中 α 相显微参数(厚度、取向、形状)的分析数据。从图9可以得到整个组织中具有不同显微特征的 α 相占总 α 相的体积分数。从图9a可以看出各厚度区间的 α 相体积分分数，其中厚度介于1.0~2.5 μm 的 α 相的体积分分数约为70%；从图9b可以分析 α 相的取向分布均衡程度；依图9c可以得知整个组织中不同形状 α 相的具体比例，为量化研究 α 相形态演变提供了依据。

依据以上方法进行定量测量钛合金显微组织的特征参数可以较好地认识组织演变及性能与组织之间的关系以及显微组织的三维形貌。显微组织的体视学分析建立在几何测量和概率统计的基础之上^[13]。任何一个测量不可避免地存在误差，为了精确地评价钛合金显微组织，如何减少测量误差和计算误差都还有许多值得深入研究的问题^[22]：如样品的制备方法还没有一个统一、完善的标准，而同一金相采用不同的金相腐蚀方法以及同一参数采用不同倍率的金相图像均会带来数据的偏差；图像采集设备精度、图像分辨率对数

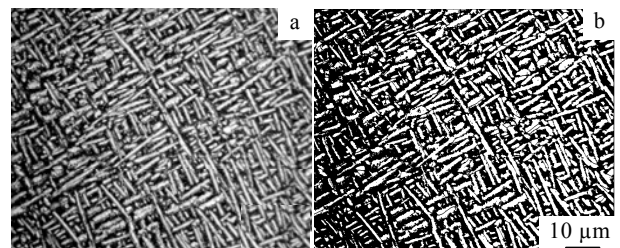
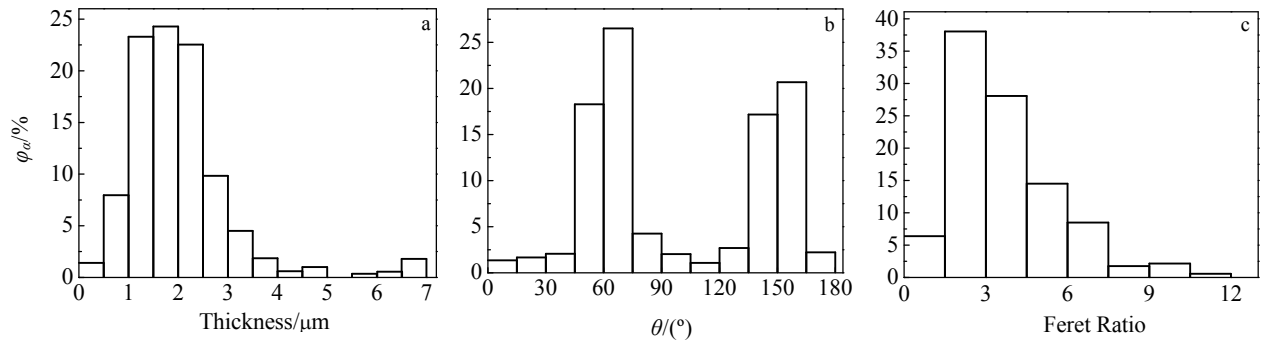


图8 TC17钛合金经两相区锻造及热处理的显微组织

Fig.8 Microstructure of TC17 titanium alloy: (a) optical micrograph and (b) binary and manual-split image

图 9 TC17 钛合金显微组织中 α 相显微特征参数Fig.9 Date of microstructural features of α phase of TC17 titanium alloy: (a) thickness, (b) orientation- θ , and (c) aspect-Feret ratio

据精确性的影响；图像处理引起的误差；显微组织结构的均匀性、方向性、投影截面的局限性等等。此外，严格采用体视学原理去测量钛合金微观组织的各个特征参数从而实现三维组织形貌的复原还十分困难，因为这需要一个大量统计数据构成的显微组织参数数据库以及智能化较高的图像处理软件。

3 结 论

1) 建立了一套较为严格、可行的钛合金显微组织特征的定量分析模型与方法，对多种类型的显微组织特征初步实现了参数化描述，为量化研究钛合金显微组织演变及性能与组织之间的关系提供了契机。

2) 在 α 相的定量分析中，结合钛合金金相学特点及热变形中显微组织演变机制提出了图像处理中的 α 相手工分离原则，有效地实现了应用同一组参数描述多种组织中 α 相的显微组织特征。

3) 提出分别采用参数Feret比值与 θ 来描述对 α 相的形状与取向，其中形状参数Feret比值为 α 相的 $Feret_{max}$ 与 $Feret_{min}$ 的比值，取向参数 θ 为图像中 α 相的主轴与垂直方向的夹角。

参考文献 References

- [1] Xu Jianlin(徐建林) *et al.* *Acta Metrologica Sinica* (计量学报)[J], 1994, 25(4): 369
- [2] Pellisier G E *et al.*, Translated by Sun Huilin(孙惠林). *Morphology and Quantitative Metallography*(体视学和定量金相学)[M]. Beijing: China Machine Press, 1980
- [3] Chen Huiqin(陈慧琴) *et al.* *Materials Engineering*(材料工程)[J], 2007, (1): 60
- [4] Lai Yunjin(赖运金). *Dissertation of Master's Degree*(硕士论文)[D]. Xi'an: Northwestern Polytechnical University, 2005
- [5] Zhou Y G *et al.* *Materials Sci Engi* [J], 2005, A393: 204
- [6] Gerd Lutjering *et al.* *Titanium*[M]. Berlin Heidelberg: Springer-Verlag, 2003: 177
- [7] Lutjering G. *Materials Sci Engi* [J], 1998, A243: 32
- [8] Terlinde G T *et al.* *Metall Trans* [J], 1983, 14A: 2101
- [9] Boyer R R *et al.* *Metall Trans* [J], 1987, 18A: 2095
- [10] Christoph Leyens *et al.*, Translated by Chen Zhenhua (陈振华). *Titanium and Titanium Alloys*(钛与钛合金)[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2005: 37
- [11] Weiss I *et al.* *Metall Trans* [J], 1986, 17A: 1935
- [12] Monique Dallair *et al.* *Advanced Materials & Processes*[J], 2004, 62(12): 25
- [13] Liu Guoquan(刘国权). *Chinese Journal of Serology and Analysis*(中国体视学与图像分析)[J], 2001, 6(1): 1
- [14] Russ J *et al.* *Practical Serology, Second Edition*[M]. Holland: Kluwer Academic Press, 2000
- [15] Semiatin S L *et al.* *Metall Trans* [J], 1983, 14A: 2363
- [16] Seshacharyulu T *et al.* *Materials Sci Engi* [J], 2002, A325: 112
- [17] Stefansson N *et al.* *Metall Trans* [J], 2003, 34A: 691
- [18] Stefansson N *et al.* *Metall Trans* [J], 2002, 33 A: 3527
- [19] Seshacharyulu T *et al.* *Scripta Materialia* [J], 1999, 41(3): 283
- [20] Seshacharyulu T *et al.* *Materials Sci Engi* [J], 2000, A279: 289
- [21] Sun Xinjun(孙新军). *Dissertation of Doctor's Degree*(博士学位论文)[D]. Beijing: Tsinghua University, 1999
- [22] Liu Guoquan(刘国权) *et al.* *Chinese Journal of Serology and Analysis*(中国体视学与图像分析)[J], 2002, 7(4): 251

Quantification of Microstructural Features in Titanium Alloys Based on Stereology

Wang Kaixuan^{1,2}, Zeng Weidong¹, Shao Yitao¹, Zhao Yongqing², Zhou Yigang¹

(1. Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China)

(2. Northwest Institute for Nonferrous Metal Research, Xi'an 710016, China)

Abstract: The complexity and diversity of microstructural information involved in Ti alloys makes it rather difficult to quantitatively analyze properties or describe microstructural evolution behavior. Feasible and rigorous models capable of quantifying various microstructural data are rarely researched. Based on metallographical characteristics and mechanism of microstructure evolution, applying the stereology and quantitative Metallography rules, a preliminary system of models and methods for quantifying many important microstructural features of Ti alloys was developed. The work is an exploration for investigating the microstructure evolution and the relationship between microstructure and performance of Ti alloys. These microstructural features mainly include phase volume fraction, β grain size, thickness of Widmanstätten α laths, colony size, and α phase information (size/orientation/aspect) in some microstructures. Six rules for manual-splitting α phase on image processing was presented. These models and methods are feasible, and explained with some examples.

Key words: titanium alloys; microstructure; stereology; quantification; model

Biography: Wang Kaixuan, Candidate for Ph. D., School of Materials Science, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, P. R. China, Tel: 0086-29-88494298, E-mail: zengwd@nwpu.edu.cn