

# Ti14 合金半固态等温热处理过程中的组织演化规律

王 慧<sup>1</sup>, 陈永楠<sup>1</sup>, 魏建锋<sup>1</sup>, 赵永庆<sup>2</sup>, 屈可朋<sup>1</sup>

(1. 西安交通大学 金属材料国家重点实验室, 陕西 西安 710049)

(2. 西北有色金属研究院, 陕西 西安 710016)

**摘 要:** 研究了 Ti14 合金在 1000 和 1050 °C 半固态下, 不同保温时间微观组织的演化过程, 计算不同半固态温度下晶粒的生长指数, 并分析半固态温度和保温时间对晶界和晶粒尺寸以及形态的影响规律。结果表明: 随着保温时间的延长, 晶粒明显长大, 晶粒形态趋于圆整, 晶界处液相由不连续分布转变为连续分布最终呈网格状; 1000 和 1050 °C 对应的晶粒生长指数分别为 0.88 和 0.97, 表明温度的升高加速了微观组织的演化。

**关键词:** Ti14 合金; 半固态; 微观组织; 晶粒生长指数

**中图分类号:** TG146.2<sup>+</sup>3

**文献标识码:** A

**文章编号:** 1002-185X(2009)09-1533-04

金属材料微观组织的研究在材料科学中具有很重要的意义。高温下, 几乎所有的晶体缺陷(点缺陷、位错、晶界等)都扮演重要的角色, 其中材料行为最显著的变化就是与晶粒生长有关的各种活动越来越活跃<sup>[1]</sup>。高温下的晶粒长大是通过晶界迁移来实现的, 而在半固态条件下, 液相的存在增加了晶界的活性, 晶粒的长大行为表现出与常规不同的特征<sup>[2,3]</sup>。国内外多名研究人员对半固态条件下微观组织的演化进行了研究, 但多数集中于铝、镁合金以及钢的半固态研究。通过对 Al 及 Mg 合金进行的半固态压缩变形实验, 表明在液体充满固体骨架的过程中, 合金晶粒形态及长大规律取决于温度及固相的初始形态<sup>[4-6]</sup>。而对于钛及其合金在半固态条件下微观组织的演化规律, 尚无详尽报道。因此, 本工作以 Ti14 合金为研究对象, 对该合金在不同半固态温度及等温不同时间下组织的演变规律进行研究, 旨在丰富 Ti 合金的理论知识, 并为后续半固态成形提供理论依据。

## 1 实 验

所用的材料为 Ti14 合金铸锭, 其组成为 Ti-Cu-Si-Al, 其中 Cu 的含量大于 10%(质量分数, 下同), 室温组织为  $\alpha$ +Ti<sub>2</sub>Cu, 其中 Ti<sub>2</sub>Cu 相熔点为 990 °C, 理论上温度高于 990 °C 时合金即处于半固态状态<sup>[7,8]</sup>。取  $\phi$ 8 mm 的试样, 分别加热到不同的半固态温度: 1000 和 1050 °C, 保温不同时间后快速水冷至室温, 以保持高温组织。用金相显微镜(OM)观察合金的微观

组织特征, 应用 Olymics 3m 软件及平均截线法统计平均晶粒尺寸, 晶粒的形状因子  $\zeta$  按以下公式计算<sup>[9]</sup>:

$$\zeta = \frac{4\pi A}{p^2} \quad (1)$$

式中:  $p$  为晶粒界面的长度( $\mu\text{m}$ ),  $A$  为晶粒的截面积( $\mu\text{m}^2$ )。  $\zeta$  值在 0 到 1 之间变化, 0 表示一个拉长的横截面, 1 表示一个圆, 即  $\zeta$  值越接近 1 晶粒越圆整。

## 2 结果与分析

### 2.1 半固态条件下 Ti14 合金晶界的演变

半固态条件下液相含量的多少, 直接影响晶界的形态及分布。不同半固态温度下液相含量通过 Scheil<sup>[9]</sup> 公式计算:

$$f_1 = \left( \frac{T_M - T_L}{T_M - T} \right)^{\frac{1}{1-k}} \quad (2)$$

式中  $T_M$  为纯溶剂的熔点(K),  $T_L$  是合金液相线温度(K),  $k$  为平衡分配系数。由式(2)可知, 半固态温度和液相分数成正比, 即半固态温度高时, 平衡理论液相量大。

Ti14 合金在 1000 °C 等温时, 平衡理论液相含量较少, 保温 5 min 时, 由于保温时间较短, 液相首先于三角晶界处析出, 液相沿晶界分布不均匀且不连续(如图 1a 所示); 随着保温时间的延长, 液相含量有所增多, 并逐渐向晶界扩散, 使得晶界分布相对均匀(图 1b); 保温 20 min 时, 液相含量进一步增加, 液相在晶界连续分布, 形成液相薄膜(如图 1c 所示); 保温时间

收稿日期: 2008-10-11

基金项目: 重大基础研究前期研究专项项目(2005CCA06400)和国家“973”项目(2007CB613807)

作者简介: 王 慧, 女, 1983 年生, 硕士生, 西安交通大学 金属材料强度国家重点实验室, 陕西 西安 710049, 电话: 029-82664764, E-mail: coco@stu.xjtu.edu.cn

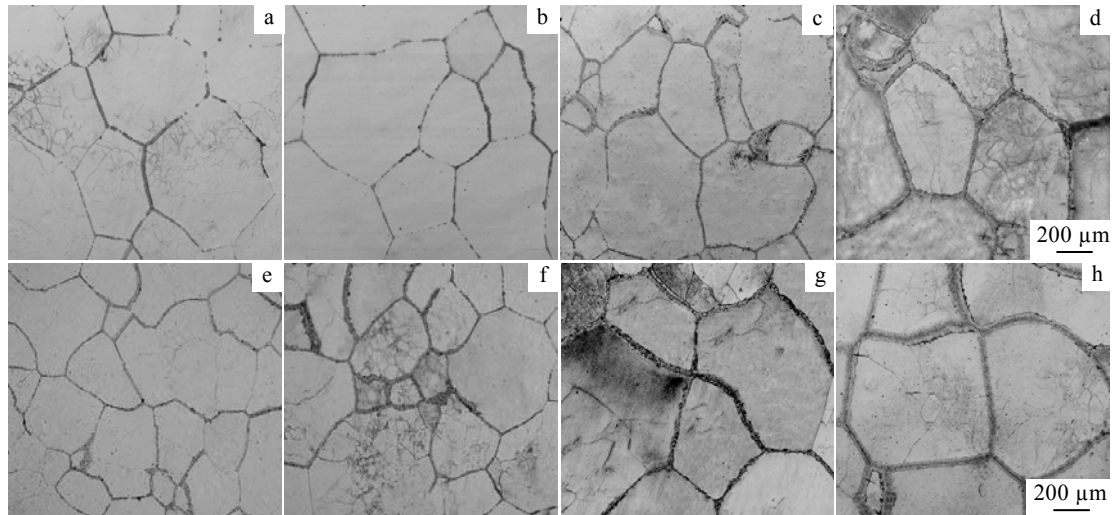


图 1 Ti14 合金在 1000 和 1050 °C 下保温不同时间晶界的演变过程

Fig.1 Grain boundary evolution of Ti14 alloy at 1000 °C for (a) 5 min; (b) 10 min; (c) 20 min; (d) 30 min and at 1050 °C for (e) 5 min; (f) 10 min; (g) 20 min; (h) 30 min

延长至 30 min，晶界粗化且连续分布，形成网格状液相晶界(如图 1d 所示)。由图 1e~1h 可知，1050 °C 等温时晶界演变具有与 1000 °C 等温时相似的规律，只是由于加热温度的升高，使得晶界的活性增大，缩短了液相在晶界由不连续分布到连续分布所需的时间。

### 2.2 等温过程中晶粒尺寸和形态的变化规律

图 2 分别为 Ti14 合金在不同半固态等温温度下平均晶粒尺寸和晶粒的形状因子随时间的变化规律。由图 2a 可见，随着保温时间的延长，平均晶粒尺寸增大。保温时间较短时，液相含量少，保温初期是液相增加的一个过程，晶粒尺寸变化不大；随着保温时间的延长，液相的增加，固相的减少和溶质元素的扩散都会产生微对流，晶粒之间产生微小的转动，使得晶粒满足合并生长的条件，当液相含量在晶界上形成液相薄膜时，由于 Rayleigh 失稳<sup>[10]</sup>发生晶界熔断，两种生长机制的共同作用使得晶粒尺寸迅速增大；保温时间进一步延长，形成网格状液相晶界，此时晶粒开始以 Ostwald 熟化机制生长，由于 Ostwald 粗化过程需要溶质原子的远距离扩散，所以晶粒粗化速度变慢。温度的升高，使晶粒活性增大，从而加速晶粒的长大。

由图 2b 可以看出，晶粒的形状因子随着保温时间的延长总体来说是增大的。但不同的半固态温度等温时形状因子的变化趋势有所不同。1000 °C 等温时晶粒的形状因子有一个先减小后增大的趋势，这是因为原始铸态组织由近等轴状的颗粒组成，1000 °C 保温时间较短时，合金处于液相增加阶段，晶粒的形态变化不大，仍为近等轴状(如图 1a, 1b 所示)，随着保温时间

的延长，液相含量增多，晶粒符合合并和晶界熔断的生长条件，这一生长过程使得晶粒的形状变得不规则(如图 1c 所示)，形状因子变小，液相含量继续增加，颗粒开始以 Ostwald 为主要机制生长，使得颗粒变得圆整(图 1d)，形状因子增大。而 1050 °C 保温时，温度较高，液相增加速度较快，很快进入合并和晶界熔断

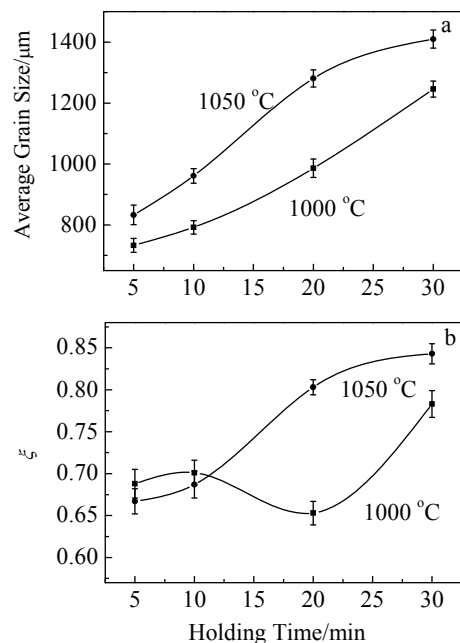


图 2 不同半固态温度下保温时间对晶粒尺寸和晶粒形状因子的影响

Fig.2 Effect of holding times on the mean grain size (a) and grain structure (b) at different semi-solid temperatures

生长, 形状因子相对较小, 但由于等温温度较高, 液相很快形成网格状并以 Ostwald 熟化机制生长, 使得颗粒的圆整度提高, 形状因子变大(如图 1e~1h 所示)。

### 2.3 晶粒生长指数

晶粒尺寸既反映金属材料的微观组织特征, 又直接影响材料的性能。晶粒生长指数反应晶粒生长的快慢。等温条件下, 晶粒长大和时间的关系可用 Beck 方程<sup>[11]</sup>描述:

$$D_t - D_0 = \Delta D = kt^n \quad (3)$$

式中:  $D_t$  为保温  $t$  时间下晶粒的平均直径, 取  $D_0$  为  $t = 5 \text{ min}$  时晶粒的平均直径;  $k$  为与温度有关的常数;  $n$  是晶粒生长指数。将所测得的数据带入式(3)得到  $\ln(D_t - D_0)$  和  $\ln t$  的关系曲线并进行线性回归分析, 其结果如图 3 所示。图中各直线的斜率对应不同温度下的晶粒生长指数。不同半固态温度等温时的  $k$  值和晶粒生长指数  $n$  值, 示于表 1。

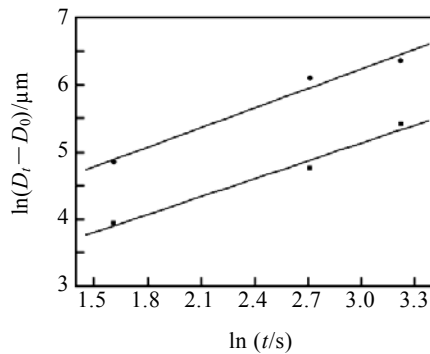


图3 Ti14 合金在不同半固态温度下  $\ln(D_t - D_0)$  和  $\ln t$  的关系曲线

Fig.3 Curves of  $\ln(D_t - D_0)$  and  $\ln t$  at different semi-solid temperatures for Ti14 alloy

表 1 不同半固态温度下保温时的  $k$  值和  $n$  值

Table 1  $k$  and  $n$  of Ti14 alloy at different semi-solid temperatures

Temperature/°C	$k$	$n$
1000	12.02	0.88
1050	28.02	0.97

纯 Ti 在相变点以上 20 °C 时晶粒生长指数  $n$  为 0.5<sup>[12]</sup>, Ti14 合金在 1000 和 1050 °C 的加热温度下的晶粒生长指数分别为 0.88 和 0.97。晶粒生长指数越大, 表明晶粒生长速度越快。影响晶粒长大的因素主要有: 温度、分散相颗粒、晶粒间的位向差、微量杂质的存在等。Ti14 合金在半固态温度下具有较高的生长指数主要是因为液相的存在。在半固态保温过程中, 液相的增加、固相的减少和溶质元素的扩散都会产生对流,

等温温度越高, 对流强度越大, 固相颗粒碰撞、合并长大的几率越大。晶粒以 Ostwald 生长时, 晶粒长大主要是通过晶界迁移来实现的, 而晶界迁移是受温度控制的原子扩散过程, 温度越高, 原子扩散越充分。另外, 在半固态温度下, 晶内和晶界上的低熔点相 Ti<sub>2</sub>Cu 相熔化, 液相的润滑作用一定程度上促进了晶粒的生长, 并且等温温度越高低熔点相熔化得越充分。

### 3 结 论

1) Ti14 合金半固态等温时, 液相晶界首先于三角晶界处析出, 随着保温时间的延长, 液相沿晶界由不连续转变为连续分布, 最终形成网格状液相晶界。

2) Ti14 合金在半固态等温过程中, 随着加热温度的升高和保温时间的延长, 液相分数增加, 晶粒发生长大和圆整化。

3) Ti14 合金在半固态温度 1000 和 1050 °C 下的晶粒生长指数分别为 0.88 和 0.97, 表明液相的存在促进晶粒的生长。

#### 参考文献 References

- [1] Iwashita C H, Wei R P. *Acta Mater* [J], 2000, 48: 3145
- [2] Ringeval S, Piot D. *Acta Mater* [J], 2006, 54: 3095
- [3] Sergiy Divinski, Jens Ribbe. *Acta Mater* [J], 2007, 55: 3337
- [4] Mabuchi M, Iwasaki H, Higashi K. *Acta Mater* [J], 1998, 46: 5335
- [5] Chino Y, Kobata M, Iwasaki H. *Acta Materialia* [J], 2003, 51: 3309
- [6] Eskin D G, Suyitno, Katgerman L. *Progress in Materials Science* [J], 2004, 49: 629
- [7] Zhao Yongqing (赵永庆), Zhu Kangying (朱康英), Zhao Xiangmiao (赵香苗). *Chinese Patent*: ZL 97112302.0[P], 1997
- [8] Zhao Yongqing (赵永庆), Zhu Kangying (朱康英), Zhao Xiangmiao (赵香苗). *Rare Metal Materials and Engineering* (稀有金属材料与工程)[J], 1998, 27(6): 360
- [9] Yang Quan (杨 权). *Simulation to Solidification and Cast of Metals* (金属凝固与铸造过程数值模拟)[M]. Hangzhou: Zhejiang University Press, 1996: 137
- [10] Liu Zongchang (刘宗昌), Ren Huiping (任慧平), Song Yiquan (宋义全). *Testbook on Solid-State Phase Transformation of Metal* (金属固态相变教程)[M]. Beijing: Metallurgy Industry Press, 2003: 28
- [11] Mao Weimin (毛为民), Zhao Xinbing (赵新兵). *The Recrystallization and Grain Growth of Metal* (金属的再结晶与晶粒长大)[M]. Beijing: Metallurgy Industry Press, 1994: 236

[12] Gil F J, Planell J A. *Materials Science and Engineering A*[J], 2000, 283(1~2): 17

## Microstructure Evolution of Ti14 Alloy during Isothermal Process

Wang Hui<sup>1</sup>, Chen Yongnan<sup>1</sup>, Wei Jianfeng<sup>1</sup>, Zhao Yongqing<sup>2</sup>, Qu Kepeng<sup>1</sup>

(1. State Key Laboratory for Mechanical Behavior of Materials, Xi'an Jiaotong University, Xi'an 710049, China)

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

**Abstract:** Microstructure evolution of Ti14 ( $\alpha$ +Ti<sub>2</sub>Cu) alloy during isothermal process at different semi-solid temperatures was researched. It is found that both the semi-solid temperature and holding time would affect the morphology of grain boundary and the grain size. The grains grow obviously and the grain's shape becomes globular with increasing the holding time, the distribution of liquid on grain boundary changes from discontinuous to continuous to form a latticed structure finally. According to the statistic analysis of experimental data, the grain growth index is 0.88 and 0.97 at 1000 °C and 1050 °C, respectively, indicating that the rising of isothermal temperature would accelerated the microstructure evolution

**Key words:** Ti14 alloy; semi-solid; microstructure; grain growth index

---

Biography: Wang Hui, Candidate for Master, State Key Laboratory of Mechanical Behavior of Materials, Xi'an Jiaotong University, Xi'an 710049, P. R. China, Tel: 0086-29-82664764, E-mail: coco@stu.xjtu.edu.cn