

# (TiB+La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)/IMI834 复合材料铸造性能

李九霄<sup>1</sup>, 王冀恒<sup>2</sup>, 黄光法<sup>1</sup>, 吕维洁<sup>1</sup>

(1. 上海交通大学 金属基复合材料国家重点实验室, 上海 200240)

(2. 江苏科技大学, 江苏 镇江 212003)

**摘要:** 通过钛基复合材料螺旋线流动性实验, 探索钛基复合材料的流动停止机理。材料在真空自耗电弧炉中熔炼成母合金锭, 在凝壳炉中进行螺旋线浇铸, 采用金相显微镜进行螺旋线不同部位的组织和增强体观察。结果表明: 复合材料流动性试样的根部组织粗大, 具有较大的原始  $\beta$  晶粒和较宽的  $\alpha$  片层, 试样中部组织较根部细小, 试样头部的组织最细小。增强体 TiB 均匀地分布在基体中。钛基复合材料的流动停止机制为金属液中部的等轴晶不断长大, 当堵塞区的孔径减小到一定值时, 金属液和复合材料等轴晶间的摩擦力使金属液停止流动。

**关键词:** 钛基复合材料; 显微组织; 增强体; 流动性; 停止流动机制

中图分类号: TG290

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2017)S1-085-06

流动性是指液态金属本身的流动能力, 是金属的重要铸造性能之一。良好的流动性对金属的铸造至关重要。影响流动性的因素包括铸造合金的性能、熔炼和浇注条件和铸型性能等。较窄的合金结晶温度范围、适当的过热度和良好的铸型性能均可获得较好的流动性。M. C. Flemings<sup>[1]</sup>以 Al-Sn 合金为研究对象提出了宽、窄两种结晶温度范围合金熔体的停止流动机理。宽结晶温度范围的合金熔体由于金属液前端固相堵塞停止流动。窄结晶温度范围合金是由于柱状晶成长, 在金属液中部形成堵塞区从而使金属液停止流动, 适用于纯金属和共晶合金。张湛<sup>[2]</sup>研究了纯 Sn, Sn-2.5%Pb, Sn-38%Pb 3 种材料, 提出了纯金属、共晶合金、宽结晶温度范围合金 3 种停止流动机理。杨闯<sup>[3]</sup>以 Ti-6Al-4V 为研究对象, 提出了钛合金的停止流动模型: 一方面, 端部发生堵塞, 更重要的是根部柱状晶粗大并相接, 阻止了金属液的流动。钛基复合材料由于增强体的加入, 其流动性下降, 并且关于钛基复合材料的停止流动机理尚不明确<sup>[4-7]</sup>。所以, 探索钛基复合材料的流动停止机理对复合材料的铸造成形具有重要意义。

本研究主要通过对比基体合金和钛基复合材料的流动性, 讨论增强体的加入对复合材料流动性的影响, 并通过对基体合金和复合材料螺旋线流动试样不同部位的宏观和微观组织观察, 探索钛基复合材料的流动停止机理。

## 1 实验

钛基复合材料在真空自耗电弧炉中熔炼而成, 材料为合金加 LaB<sub>6</sub>, 合金成分: Ti-6.6Al-4.6Sn-4.6Zr-0.9Nb-1.0Mo-0.32Si; 熔炼过程中发生的化学反应为  $12\text{Ti}+2\text{LaB}_6+3[\text{O}]=12\text{TiB}+\text{La}_2\text{O}_3$ 。增强体体积分数为: La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>=0.582%, TiB=1.26%; 相变点: 1040 °C。

**流动性实验:** 基体合金和复合材料在 10 kg 凝壳炉中熔炼。铸型为石墨型, 采用螺旋形, 每隔 50 mm 有一个小标记, 铸型有 3 条螺旋线可以保证实验结果的重现性。

**宏观组织观察:** 采用柯达 Z915 数码相机进行宏观组织拍照。

**微观组织观察:** 分别从螺旋线的根部、中部、头部 3 个部分切取样品, 采用传统方法 (磨光、机械抛光和腐蚀) 制备, 在莱卡金相显微镜 LEICA (MEF4A/M) 上进行观测。

## 2 结果与讨论

制备的螺旋流动性试样如图 1 所示。测量 3 条螺旋线的长度, 取平均值得到螺旋试样的长度。由于增强体的含量较少, 在同样的浇注条件下复合材料的流动性与基体合金的相当。图 2 为流动性试样示意图。

### 2.1 基体合金螺旋线试样的显微组织与其流动停止机理

收稿日期: 2016-12-11

基金项目: 国家重点基础研究发展计划 (国家“973”计划) (2012CB619600); 国家自然科学基金 (51371114, 51504151)

作者简介: 李九霄, 女, 1978 年生, 博士, 上海交通大学金属基复合材料国家重点实验室, 上海 200240, 电话: 021-54742564, E-mail: lijiaoxiao@126.com

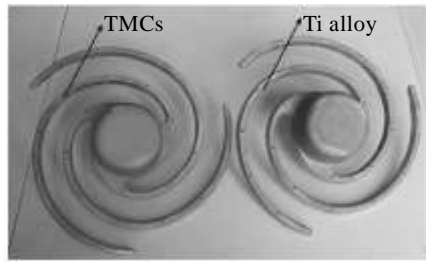


图 1 螺旋流动性试样

Fig.1 Specimen of spiral fluidity

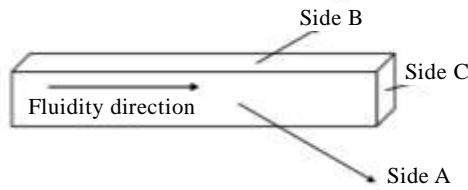


图 2 流动性试样示意图

Fig.2 Schematic diagram of liquidity sample

图 3 为基体合金流动性螺旋线试样头部照片。由图 3 可以看到，基体合金流动性试样头部表皮致密，顶端轮廓饱满圆滑，呈凸出馒头状，可以初步判断基体合金的堵塞区在头部。头部最先凝固可以得到液态金属的补缩，所以密实饱满。图 4 为基体合金流动性试样的宏观组织。图 4 中所标数字为试样两端距螺旋流动性试样根部的距离，流动方向如箭头所示。在根部(图 4a)可以看到，两侧分布着粗大的柱状晶，柱状晶垂直于流动方向生长，但是并没有搭接在一起。中间部分是粗大的等轴晶，而且沿流动方向柱状晶变得越来越小。在中部(图 4b, 4c)可以看到，中部组织为等轴晶，没有发现柱状晶，沿流动方向等轴晶的尺寸逐渐减小，但减小得十分缓慢。流动性试样的头部(图 4d)为细小的等轴晶，晶粒比流动性试样的中部更加细

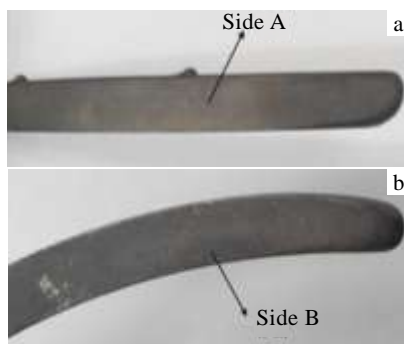


图 3 基体合金流动性螺旋线试样头部

Fig.3 Top part of the fluidity specimen of matrix alloy:

(a) side A and (b) side B

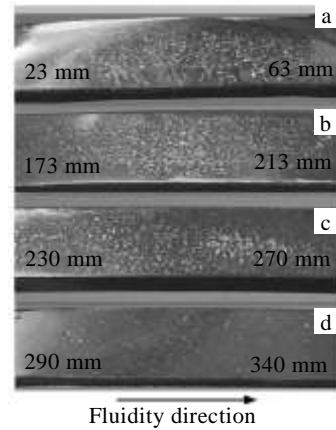


图 4 基体合金流动性螺旋线试样的宏观组织

Fig.4 Macrostructures of the fluidity specimen of matrix alloy:

(a) tail part, (b, c) middle part, and (d) top part

小，组织十分致密。

图 5 为基体合金流动性试样不同部位不同侧面的金相照片。根部为网篮状片层组织，具有粗大的原始  $\beta$  晶粒， $\alpha$  片层也较为粗大。中部组织同样为片层组织，原始  $\beta$  晶粒和  $\alpha$  片层得到细化。头部组织变得更加细小，原始  $\beta$  晶粒尺寸进一步减小。同一位置不同侧面的组织变化不大。

结合基体合金螺旋线流动性试样的微观和宏观组织，提出基体合金的停止流动机理示意图，如图 6 所示。图 6a 显示，过热的金属液进入型腔，在流动的过程中散去过热，金属液仍然保持液态而不发生凝固。图 6b 表明，金属液温度到达液相线，产生等轴晶核，与金属液一起向前流动。等轴晶的产生部位主要为金属液流头部和铸型壁。金属液在与型壁的接触过程中，将热量传递到铸型上，接触面的温度下降到液相线时，产生等轴晶。随着金属液继续向前流动，后续金属液带来的热量使等轴晶熔化，生长速度大于熔化速度时，等轴晶逐渐增多。开始时，金属液与铸型温差大，等轴晶的生长速度大于熔化速度。随着铸型温度的上升，等轴晶的熔化逐渐占据优势，但是随着金属液温度的不断下降，等轴晶的生长速度又慢慢地超过熔化速度。等轴晶产生颈缩脱落，跟随金属液向前流动。另一方面，金属液流头部的温度也在不断下降，温度到达液相线以下后，生成等轴晶。

图 6c 显示金属液头部的晶粒不断长大，同时，随着流程的增加，金属液的温度不断下降，新晶核不断生成，等轴晶的数量越来越多。固相分数快速增加，金属液的流动速度下降。图 6d 显示金属液流头部的等轴晶不断地生成、长大，当固相分数达到某一临界

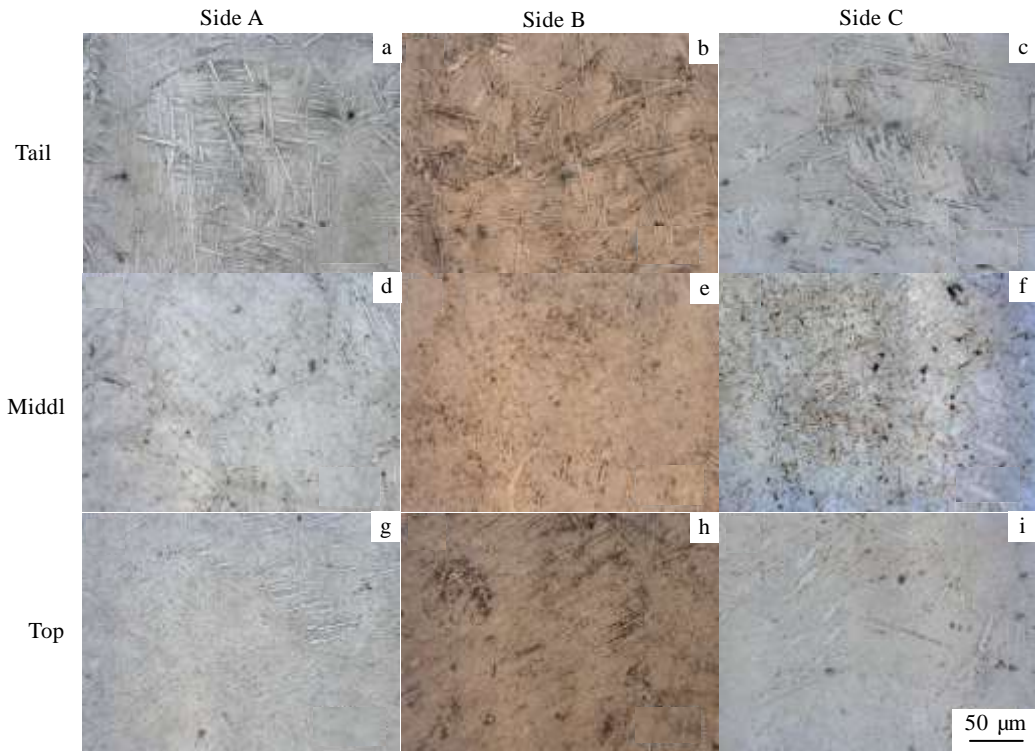


图 5 基体合金流动性试样的金相照片

Fig.5 OM images of fluidity specimen of matrix alloy

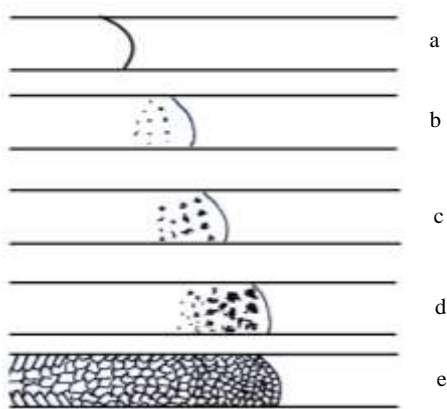


图 6 基体合金的停止流动机理

Fig.6 Flow stop mechanism of matrix alloy

值时,液流头部发生堵塞停止流动。图 6e 显示液流头部停止流动后,金属液继续凝固,由于温度从头部到根部逐渐增高,等轴晶的组织也由头部到根部变得逐渐粗大。

### 2.2 复合材料螺旋线试样的显微组织与其流动停止机理

图 7 为复合材料流动性试样头部照片。由图 7 可以发现,与基体合金饱满的头部不同,复合材料的头部呈细长状,有一个较细的尖端,在尖端处还观察到

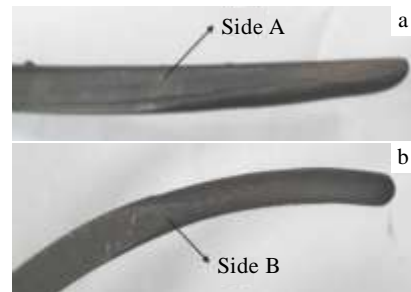


图 7 复合材料流动性试样头部

Fig.7 Top part of the fluidity specimen of TMCs: (a) side A and (b) side B

少量缩孔。这说明复合材料的堵塞区与基体合金不同。初步判断堵塞区在中部,头部的金属液在凝固过程中无法得到补缩,因此形成细长的头部。图 8 为钛基复合材料螺旋线流动性试样的宏观照片。图中所标数字为试样两端距螺旋线流动性试样根部的距离,流动方向如箭头所示。可以看到,流动性试样根部(图 8a)为等轴晶,增强体的加入使等轴晶得到极大的细化,晶粒较基体合金的明显减小,而且没有观察到柱状晶的存在。流动性试样中部(图 8b,图 8c)同样为等轴晶,沿流动方向晶粒组织细化,但变化不明显。流动性试



样头部 (图 8d) 为细小的等轴晶, 组织相比于根部和中部都更为细小。

图 9 为复合材料流动性试样不同部位不同侧面的金相照片。复合材料流动性试样的显微组织明显比基体合金的更加细小, 增强体 TiB 均匀地分布在基体中。与基体合金流动性试样的组织变化规律相同, 复合材料流动性试样的根部组织粗大, 具有较大的原始  $\beta$  晶粒和较宽的  $\alpha$  片层, 试样中部组织变得细小, 流动性试样的头部具有最细小的组织。同一部位, 不同侧面的组织无明显变化。

由复合材料的微观组织分析可知, 沿流动方向组织逐渐细化。结合钛基复合材料的宏观和微观组织, 提出钛基复合材料的流动性停止机理, 如图 10 所示。图 10a 为过热的金属液进入型腔, 与型壁接触散去过热, 金属液温度仍在液相线以上, 不发生凝固。图 10b 为金属液的温度下降, 至液相线以下后, 在型壁处生成等轴晶核。同时, 金属液流前端也生成少量等轴晶。图 10c 为随着金属液温度的进一步下降, 等轴晶继续长大。当堵塞区的孔径减小到一定值后, 金属液与等轴晶粗糙表面的摩擦力使金属液停止流动, 发生堵塞。此时, 液流头部的等轴晶进一步增加, 但是依然未达到发生头部堵塞的情况。图 10d 为停止流动后金属液继续凝固, 等

轴晶从根部到头部逐渐细化。复合材料流动停止机理与文献[6]报道一致。

流动性是金属的重要铸造性能之一。决定流动性的因素<sup>[8]</sup>有: 1) 铸造合金的性能: 包括液态金属的结晶特性、热物理性能、黏度、密度和氧化程度等; 2) 熔炼和浇注条件: 包括金属过热度、浇注速度、浇注方式和熔铸气氛等; 3) 铸型性能: 包括热物理性能、润湿性能、表面粗糙度、孔隙度和化学反应特性。

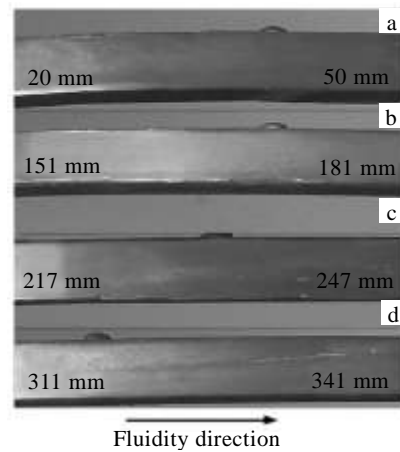


图 8 钛基复合材料流动性螺旋线试样的宏观组织

Fig.8 Macrostructures of the fluidity specimen of TMCs: (a) tail part, (b, c) middle part, and (d) top part

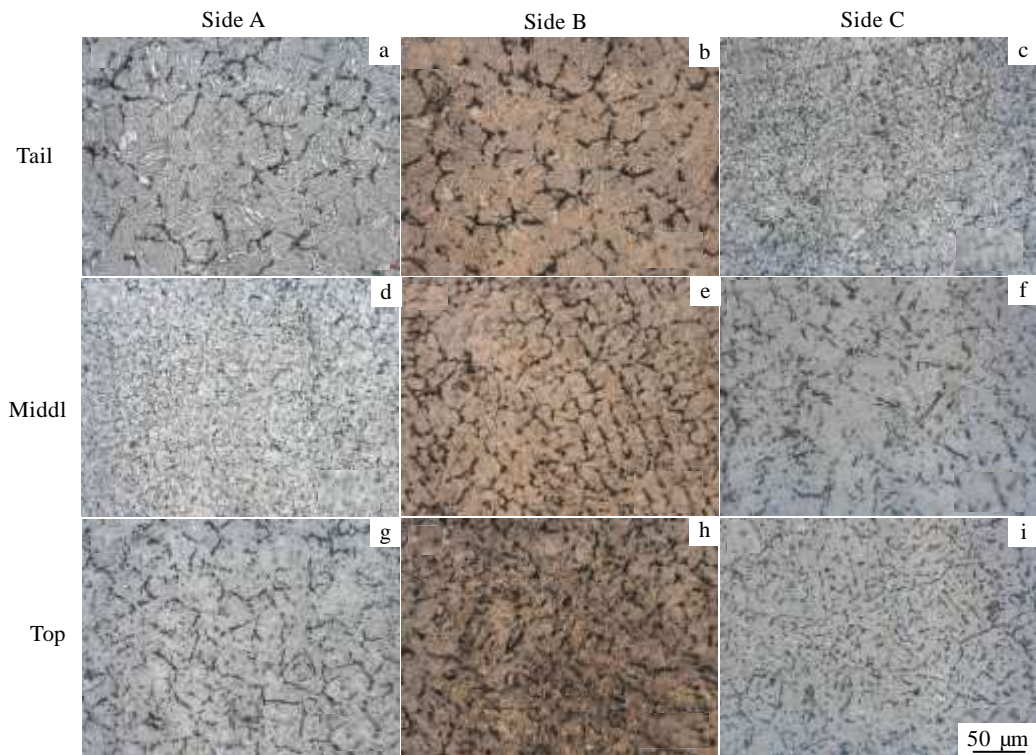


图 9 复合材料流动性试样的金相照片

Fig.9 OM images of fluidity specimen of TMCs

当熔炼和浇注条件、铸型材料、铸件结构相同时,影响材料流动性的主要因素就是铸造合金的性能。流动性是金属液流动速度和金属液保持液态时间的函数。金属液在液态保留的时间越长,流动性越好;金属液的流动速度越快,流动性越好。影响金属液保持液态时间的因素主要有过热度、液体和固相的导热系数。影响流动速度的主要因素是金属液的粘度,粘度越大,金属液的流动速度越小。

根据 Ti-B 二元相图(图 11)<sup>[9]</sup>可知,本实验制备的钛基复合材料处于亚共晶成分,在凝固过程中首先析出的是  $\beta$  Ti,当温度达到固相线以下时才有 TiB 析出。B 的加入降低了液相线温度,使复合材料熔液拥有比基体合金熔液更高的过热度。另一方面,B 的加入使金属液的热扩散率降低;固相部分析出陶瓷相 TiB,也使固相的导热能力下降,复合材料金属液保持在液态的时间比基体合金长。B 的加入大大细

化了组织,钛基复合材料拥有更细小的晶粒<sup>[10-12]</sup>。在固相占比相同的情况下,细小的晶粒拥有更大的表面积,熔体的内摩擦力增大,粘度增加,使金属液的流动速度降低。稀土元素 La 的加入净化了合金液,降低了熔液的表面张力,使复合材料金属液的流动性增加<sup>[13]</sup>。

### 3 结 论

1) 基体合金的停止流动机制为端部堵塞,等轴晶在端部聚集长大,当固相达到一定比例时发生堵塞,金属液停止流动。

2) 钛基复合材料的流动停止机制为金属液中部的等轴晶不断长大,当堵塞区的孔径减小到一定值时,金属液和复合材料等轴晶间的摩擦力使金属液停止流动。

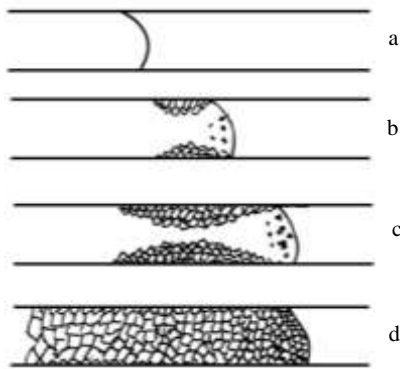


图 10 复合材料的停止流动机理

Fig.10 Flow stop mechanism of TMCs

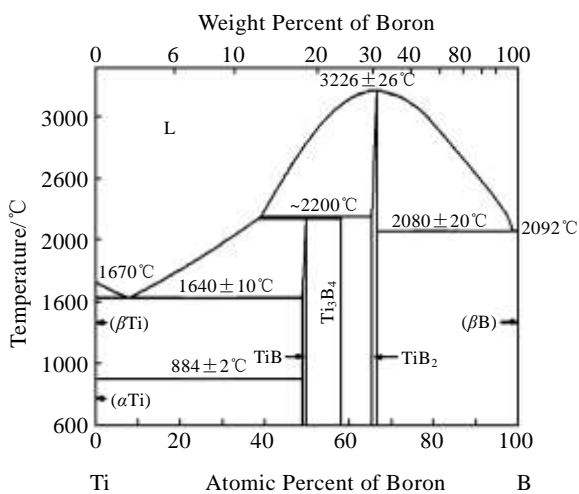


图 11 Ti-B 相图

Fig.11 Phase diagram of Ti-B<sup>[9]</sup>

### 参考文献 References

- [1] Flemings M C, Niiyama E F, Taylor H F. *AFS Trans* [J], 1961, 69 (6): 625
- [2] Zhang Zhen (张 湛), Zhou Yaohe (周尧和). *Journal of Northwestern Polytechnical University* (西北工业大学学报)[J], 1965(1): 29
- [3] Yang Chuang (杨 闯), Li Bangsheng (李邦盛), Ren Mingxing(任明星) *et al. Foundry*(铸造) [J], 2008, 57(10): 1072
- [4] Shang Junling(尚俊玲), Li Bangsheng (李邦盛), Ren Mingxing (任明星) *et al. Special Casting & Nonferrous Alloys* (特种铸造及有色合金) [J], 2007, 27(11): 831
- [5] Shang Junling(尚俊玲), Li Bangsheng (李邦盛), Ren Mingxing (任明星) *et al. Foundry* (铸造) [J], 2007, 56(11): 1175
- [6] Wang J H, Guo X L, Wang L Q *et al. Materials Transactions*[J], 2014, 55(9): 1367
- [7] Wang J H, Guo X L, Xiao L *et al. Acta Metallurgica Sinica*[J], 2014, 27(2): 205
- [8] Zhang Xiyan(张喜燕), ZhaoYongqing (赵永庆), Bai Chenguang (白晨光). *Titanium Alloys and Applications* (钛合金及应用)[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2005: 3
- [9] Lu W J, Xiao L, Geng K. *Materials Characteriza*[J], 2008, 59: 912
- [10] Li J X, Wang L Q, Qin J N *et al. Materials Transactions* [J], 2011, 9: 1728
- [11] Li J X, Wang L Q, Qin J N *et al. Materials Characterization* [J], 2012, 66: 93
- [12] Xiao L, Lu W J, Qin J N *et al. Journal Material Research*[J],

2008, 23(11): 3066

2012, 60: 2656

[13] Guo X L, Wang L Q, Wang M M *et al.* *Acta Materialia*[J],

## Fluidity of in Situ Synthesized (TiB+La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)/IMI834 Composite

Li Jiuxiao<sup>1</sup>, Wang Jiheng<sup>2</sup>, Huang Guangfa<sup>1</sup>, Lv Weijie<sup>1</sup>

(1. State Key Laboratory of Metal Matrix Composites, Shanghai Jiaotong University, Shanghai 200240, China)

(2. Jiangsu University of Science and Technology, Zhenjiang 212003, China)

**Abstract:** The fluidity of in situ synthesized (TiB+La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)/IMI834 composite was investigated by a vacuum fluidity test. The cast ingots were prepared in a consumable vacuum arc-melting furnace. Spiral fluidity test was carried out in a vacuum consumable kish furnace. The microstructures and reinforcements were examined by optical microscopy. The results show that the large  $\beta$  grain and laminar  $\alpha$  are observed on root of spiral fluidity specimen. The large  $\beta$  grain and laminar  $\alpha$  are smallest on top of spiral fluidity specimen. TiB reinforcements evenly distribute in the matrix. The termination mechanism of the melt flow is attributed to the continuous growth of equiaxed grains. Specifically, the decrease in the diameter of pores between grains would reach a critical value that finally stops the flowing, due to a sufficient friction between the melt and equiaxed grains.

**Key words:** titanium matrix composite; microstructure; reinforcements; fluidity; flow stop mechanism

---

Corresponding author: Li Jiuxiao, Ph. D., State Key Laboratory of Metal Matrix Composites, Shanghai Jiaotong University, Shanghai 200240, P. R. China, Tel: 0086-21-54742564, E-mail: ljiuxiao@126.com