

搅拌磁场强度对 Ti-1023 合金凝固组织和 Fe 偏析的影响

何永胜^{1,2}, 胡锐¹, 罗文忠², 孙峰², 王凯旋², 付宝全², 李金山¹, 刘向宏²

(1. 西北工业大学 凝固技术国家重点实验室, 陕西 西安 710072)

(2. 西部超导材料科技股份有限公司 陕西省航空材料工程实验室, 陕西 西安 710018)

摘要: 研究了工业化制备的超大规格 Ti-1023 合金铸锭在不同搅拌磁场强度下的纵向凝固组织和 Fe 元素分布。结果表明: 当磁场强度为 0.001 和 0.003 T 时, 铸锭组织主要由粗大柱状晶, 竹节状的小柱状晶和等轴晶组成; 当搅拌磁场强度为 0.002 T 时, 凝固组织转变为由粗大柱状晶和细小等轴晶组成。Ti-1023 合金铸锭中 Fe 元素在不同磁场强度下遵循正偏析规律, 沿铸锭长度方向 Fe 元素含量从底部到顶部逐渐增加, 沿径向从边缘到中心逐渐增加。随着磁场强度从 0.001 T 增加到 0.003 T, 合金元素 Fe 的宏观偏析率呈现先减小后增大的趋势。

关键词: Ti-1023 合金; 搅拌磁场; 凝固组织; Fe 偏析

中图分类号: TG146.2³

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2017)10-3063-05

Ti-1023 (Ti-10V-2Fe-3Al) 合金是美国 20 世纪 70 年代后期研发的一种新型近 β 型钛合金, 因具有比强度高、断裂韧性好、淬透截面大等优点被广泛应用于制造飞机机身、机翼和起落架结构中的零件^[1,2], 如波音 777 飞机主起落架、空客 A380 飞机起落架、承重梁等大型承力结构部件^[3]。相比而言, 在中国, Ti-1023 合金极少工程化应用于大型锻件, 其主要原因是大型锻件所需的大规格铸锭因 Fe 元素的宏观偏析导致“ β 斑”恶化锻件的塑性和疲劳性能。随着中国新型飞机用钛合金锻件的整体化结构设计, 对 Ti-1023 合金大规格铸锭熔炼技术的研发十分迫切。探索新的凝固条件和方法来改变 Ti-1023 合金熔炼过程中的液体对流, 从而改变大规格铸锭组织形貌、提高 Fe 元素分布均匀性具有重要意义。大量研究表明, 金属凝固过程中施加磁场搅拌是改善合金组织和成分均匀性的有效方法之一^[4-6]。杨志军等^[7]研究了磁场对 Ti-1023 合金小规格铸锭凝固组织和成分的影响, 发现施加磁场搅拌可细化晶粒, 提高 Fe 元素成分均匀性。相比于小规格铸锭, 大规格铸锭凝固过程的控制因素更加复杂。因此研究磁场强度对大规格铸锭组织和成分的影响具有重要的现实意义。本实验以工程化应用的超大规格 Ti-1023 合金铸锭为对象, 研究了不同磁场强度下的凝固组织和 Fe 偏析行为。

1 实验

选用纯度为 99.76% 的零级海绵钛、纯度为 99.99% 的高纯铝和 V-20%Al-12%Fe 的中间合金为原料, 按

Ti-10V-2Fe-3Al 的名义成分配料。充分混合均匀后压制成电极块。将电极块组焊成自耗电电极后放入真空自耗电弧炉 (VAR) 内抽空, 当炉体真空度达到 1×10^{-1} Pa 后起弧熔炼。反复熔炼 2 次后制备成规格为 $\Phi 640$ mm 的中间铸锭。采用以上方法共制备了 3 个中间铸锭。将中间铸锭分别放入真空自耗电弧炉中, 设定不同搅拌磁场强度 (0.001, 0.002 和 0.003 T) 进行第 3 次熔炼, 得到 3 个 $\Phi 720$ mm 长度为 1600 mm 的铸锭。

3 个铸锭的纵向对称解剖和取样示意图见图 1。用带锯沿纵向锯切一个厚度 40 mm 的试样片, 再铣削抛光 1 个锯切面, 采用 $\text{HNO}_3 + \text{HF} + \text{H}_2\text{O}$ (体积比 3:1:6) 腐蚀液腐蚀抛光的锯切面组织, 用 EDS550 型数码相机拍摄金相。再在试样片的边部、1/4 宽和中心不同部位沿长度方向等间距 (间距为 100 mm) 钻取化学成分分析屑样, 在 ICAP 7600 Radial 化学成分分析仪上用 ICP 法进行 Fe 元素含量检测。

2 结果与讨论

2.1 电磁场强度对铸锭宏观组织的影响

图 2a 为搅拌磁场强度为 0.001 T 时制备的铸锭纵剖面宏观组织。可以看出, 纵剖面上主要分布有 3 种典型的晶粒: 位于铸锭底部和顶部的粗大柱状晶, 靠近边缘中部的竹节状小柱状晶和心部的等轴晶。由于在真空自耗电弧熔炼初期, 水冷铜坩埚底部冷却速率大, 热量能很快地向坩埚底部传输, 沿着铸锭长度方向有较大温度梯度, 促使形成宽度为 0.4~1.5 cm、长度约为

收稿日期: 2016-10-16

作者简介: 何永胜, 男, 1982 年生, 博士生, 西部超导材料科技股份有限公司, 陕西 西安 710018, 电话: 029-86538751, E-mail: heysh1210@126.com

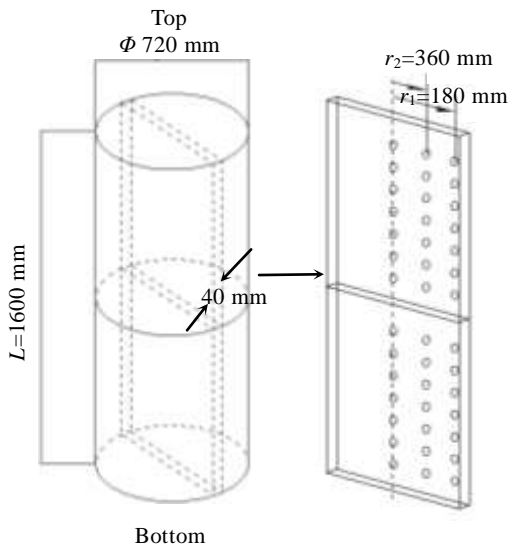


图 1 大规格 Ti-1023 合金铸锭纵向解剖和取样示意图

Fig.1 Sectional sketch of the cutting positions of analyzed samples from the large-scale Ti-1023 alloy ingot

20 cm 的粗大柱状晶粒。在熔炼中期，随着坩埚底部的金属熔体发生凝固并逐渐加厚，热量向坩埚底部的传递减缓，使得沿铸锭长度方向的冷却速率逐渐减小，径向的冷却速率变大，从而导致晶粒生长方向逐渐指向熔池中心，在铸锭边缘中部形成了竹节状的小柱状

晶区。在熔炼末期，随着热封顶操作的开始，熔炼电流减小，熔池深度变浅，在磁场作用下液相的流动使固/液界面处局部温度超过了固相熔点，从而使枝晶臂分离，分离的枝晶在顺时针磁场作用下沿熔池边缘向中心移动，促使在心部形成等轴晶区。

图 2b 为搅拌磁场强度为 0.002 T 时制备铸锭的纵剖面宏观组织。可以看出，纵剖面上分布主要有 2 种典型的晶粒：位于铸锭底部和顶部的粗大柱状晶和心部的等轴晶。与磁场强度为 0.001 T 制备的铸锭纵剖低倍组织相比，由于 0.001 T 的搅拌磁场强度较小，熔池内的电磁力弱，在铸锭内部形成大量竹节状的柱状晶组织；而当搅拌磁场强度增大到 0.002 T 时，凝固界面前沿温度梯度降低，抑制了柱状晶的生长、扩大了等轴晶区，从而在铸锭纵剖面形成几乎全部均匀分布的细小等轴晶组织。

图 2c 为搅拌磁场强度为 0.003 T 时制备的铸锭纵剖面宏观组织。可以看出，纵剖面上主要分布有 3 种典型的晶粒：位于铸锭底部和顶部的粗大柱状晶、心部的等轴晶和少量位于边缘中部的细小柱状晶。由于磁场强度大小对铸锭组织会产生直接影响，分析认为，当搅拌磁场强度增大到 0.003 T 时，电弧在纵向磁场作用下，电弧柱变细，限制了电弧的扩散，使得电弧能量更集中，增加了熔池的深度，缩小了径向热影响区，

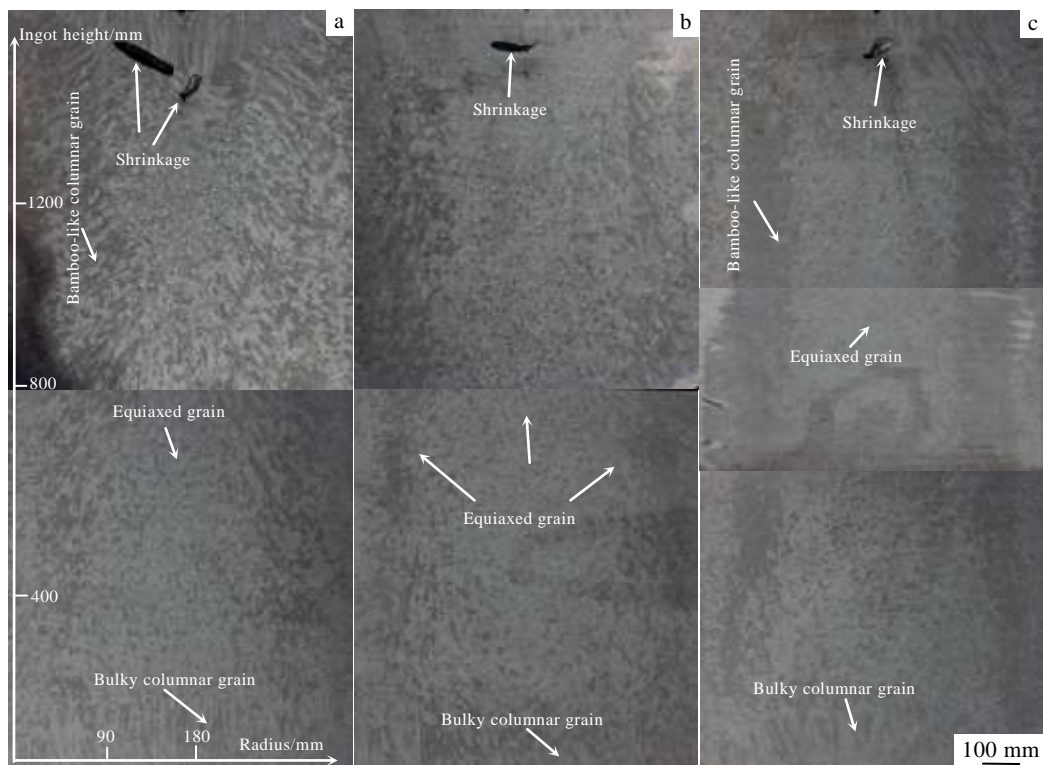


图 2 不同磁场强度下制备的 Ti-1023 合金铸锭纵剖面宏观组织

Fig.2 Longitudinal macrostructures of large-scale Ti-1023 alloy ingot under different magnetic fields: (a) 0.001 T, (b) 0.002 T, and (c) 0.003 T

从而使得靠近边部的凝固组织在温度梯度作用下形成细小柱状晶。

2.2 电磁场强度对 Fe 元素宏观偏析的影响

图 3 为不同搅拌磁场强度 (0.001、0.002 和 0.003 T) 下制备的铸锭在纵向不同位置测试的 Fe 元素含量。可以看出, 不同搅拌磁场下, Ti-1023 合金铸锭的 Fe 元素含量沿径向从边缘到中心呈逐渐递增分布, 在铸锭纵向心部 Fe 含量从头部到底部呈逐渐递减分布, 径向 Fe 元素遵循典型正偏析分布规律。但由于在不同搅拌磁场强度作用下, 不同部位 Fe 元素偏析程度不一, 为了表征不同磁场强度下 Fe 元素偏析程度, 采用式 (1) 中 Fe 元素偏析率 σ_m 计算:

$$\sigma_m = \frac{1}{nc_0} \sum_{i=1}^n |c_i - c_0| \quad (1)$$

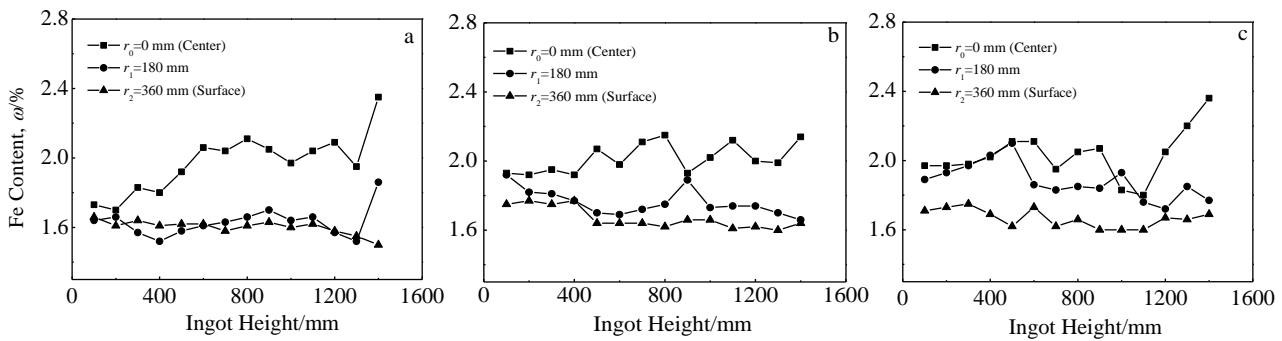


图 3 不同磁场强度下制备的 Ti-1023 合金铸锭纵向 Fe 含量

Fig.3 Longitudinal component of Fe content in large-scale Ti-1023 alloy ingots prepared in different magnetic fields: (a) 0.001 T, (b) 0.002 T, and (c) 0.003 T

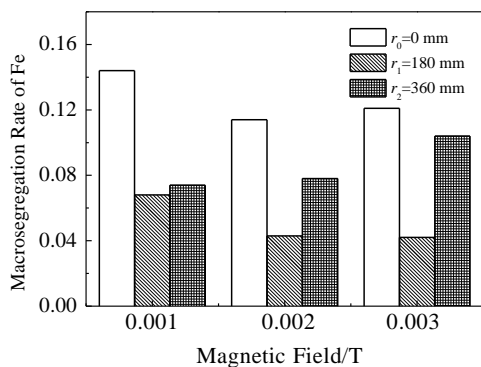


图 4 不同磁场强度下 Ti1023 合金铸锭不同位置 Fe 元素偏析率

Fig.4 Macrosegregation rate of large-scale Ti-1023 alloy ingots prepared in different magnetic fields

式中, c_i 为某位置的 Fe 元素质量分数, c_0 为 Fe 元素平均质量分数

图 4 为按照公式(1)计算得到的不同搅拌磁场强度下 Ti-1023 合金试样片边部($r_2=360$ mm)、1/4 宽($r_1=180$ mm)和中心部位($r_0=0$ mm) Fe 元素的偏析率。可以看出, 在不同搅拌磁场强度下, 试样片 1/4 宽处 Fe 的偏析率均最小, 中心部位 Fe 的偏析率最大, 边部处 Fe 的偏析率介于中间。此外, 当磁场强度由 0.001 T 增加到 0.003 T 时, 中心部位和 1/4 宽处的 Fe 偏析率均呈现先减小后增大分布趋势。而边部 Fe 的偏析率却呈现不断增大分布趋势。综合来看, 磁场强度为 0.002 T 时 Fe 的偏析率最小, Fe 的宏观成分分布最均匀。

2.3 讨论

由上述分析可知, 搅拌磁场强度对 Ti-1023 合金

凝固组织和宏观成分有显著影响。在真空自耗电弧凝固过程中, 合金凝固组织是由合金的成分及冷却条件决定的, 在合金成分确定后, 合金凝固组织主要受传热条件控制。在磁场强度为 0.001 T 的试验条件下, 得到了与通常^[8,9]VAR 凝固下形成组织形态相一致的凝固组织, 即边缘细小等轴晶、靠近边缘中部柱状晶和心部等轴晶构成的三晶带。然而当搅拌磁场强度为 0.002 T 时却形成了均匀分布的等轴晶, 表明在该条件下结晶组织发生了从柱状晶向等轴晶的转变 (CET)。根据凝固理论, 金属结晶组织由柱状晶转变为等轴晶的临界条件可表示为^[10]:

$$G_L < 0.061N_0^{1/3} \left[1 - (\Delta T_N)^3 / (\Delta T_C)^3 \right] \Delta T_C \quad (2)$$

式中, G_L —固、液界面前沿液相温度梯度, N_0 —非均匀形核率, ΔT_N —非均匀形核临界过冷度, ΔT_C —柱状晶生长前沿过冷度。

由式(2)可知,降低 G_L 和增加 N_0 可有效促进熔池柱状晶向细小等轴晶转变。在 Ti-1023 合金 VAR 熔炼过程中,施加强度为 0.002 T 搅拌磁场时,磁场与熔体内产生的感应电流相互作用,在熔体中产生洛伦兹力。在洛伦兹力作用下,熔体内液态金属离子做漩涡运动,对坩埚壁前沿的游离晶粒产生了强烈的冲刷作用,一方面抑制了晶晶粒长大,另一方面将游离晶卷入熔池心部,成为异质形核点,使得熔池中的异质形核数量增加。另外,强的搅拌磁场有利于加速熔池内部的热量交换,使熔池内部温度分布趋于均匀,凝固界面前沿的温度梯度和成分过冷减小,也有利于促进粗大枝晶向细小等轴晶转变。但当磁场强度增加到 0.003 T 时,熔体受到的洛伦兹力增大,熔体的对流更加激烈,新生枝晶受冲刷断裂程度增大,从而使得断裂枝晶臂之间的碰撞聚积几率提高,聚积形成竹节状的小柱状晶。表明磁场强度大小存在一个临界值,对于本实验条件下,0.002 T 是形成细小均匀等轴晶的最佳磁场强度值。

按照经典凝固理论,宏观偏析起因于结晶界面上的溶质分配,而受控于凝固过程中的液相流动^[11]。在凝固过程中,无论是自然对流还是强制对流对成分偏析的影响都是十分复杂的。对于 Ti-1023 合金 VAR 熔炼过程来说,Fe 的溶质分配使枝晶间形成不同成分液相,施加搅拌磁场后,磁场与熔池中感应电流产生的洛伦兹力使熔池中流体产生相对运动,将枝晶间含有高 Fe 浓度溶质原子的液相带走,减小了 Fe 元素的偏析程度。即施加强迫流动的磁场可减轻 Ti-1023 合金 Fe 的宏观偏析。但是,不同磁场强度对宏观偏析的影响却存在差异,这是由于成分偏析的形成不仅与流动、组元密度、溶质分配有关,还与晶体的生长形态有关。在本实验中,当磁场强度为 0.001 T 和 0.003 T 时,铸锭边缘中部组织中出现竹节状柱状晶,按照经典凝固 Tiller 模型理论^[12],这些柱状晶起始平均溶质为 C_0 ,结晶固体溶质浓度为 K_0C_0 ,随着凝固的进行,液/固界面溶质 Fe 元素富集,磁场搅拌产生对流将枝晶间含有高 Fe 浓度的溶质原子流向液相,使后凝固中心部分 Fe 的溶质含量升高;而磁场强度为 0.002 T 下制备的组织为等轴晶粒,枝晶生长方向随机性较大,所以成分相对比较均匀,Fe 的宏观偏析率小。

3 结 论

1) 搅拌磁场强度为 0.001 和 0.003 T 时,铸锭组织主要由粗大柱状晶,竹节状的小柱状晶和等轴晶组成。但当搅拌磁场强度为 0.002 T 时,凝固组织转变为底部粗大柱状晶和细小等轴晶。

2) VAR 制备的 Ti-1023 合金中 Fe 元素遵循正偏析规律。对应铸锭 1/2 半径($r_1=180$ mm)处 Fe 的偏析率最小,中心部位($r_0=0$ mm)处 Fe 的偏析率最大,搅拌磁场强度为 0.002 T 时 Fe 的宏观成分比较均匀,偏析率最小。

参考文献 References

- [1] Weiss I, Semiatin S L. *Materials Science and Engineering A* [J], 1998, 243(6): 46
- [2] Zeng W D, Zhou Y G, Yu H Q. *Journal of Materials Engineering and Performance* [J], 2000, 9(2): 222
- [3] Cao C X(曹春晓). *Rare Meta Letter*(稀有金属快报)[J], 2006(1): 17
- [4] Kang Jilong(康纪龙), Li Tingju(李廷举), Wang Tongmin(王同敏) *et al. Rare Metal Materials and Engineering* (稀有金属材料与工程) [J], 2012, 41(2):336
- [5] Chen Zhi(陈志), Chen Changle(陈长乐), Chen Xiangyan(陈翔燕) *et al. Rare Metal Materials and Engineering* (稀有金属材料与工程) [J], 2007, 36(11): 2011
- [6] Feng Yi(冯益), Meng Xiangwei(孟祥炜), Fu Baoquan(付宝全) *et al. Titanium Industry Progress*(钛工业进展)[J], 2009, 26(5): 22
- [7] Yang Z J, Kou H C, Li J S *et al. Journal of Materials Engineering and Performance*[J], 2011, 20 (1): 65
- [8] Bertram L A, Schunk P R, Kempka S N *et al. Journal of the Minerals, Metals and Materials Society*[J], 1998, 50(3): 18
- [9] Kermapur A, Wang W, Lee P D *et al. Materials Science and Technology* [J], 2003, 35(19): 861
- [10] Hunt J D. *Materials Science and Engineering*[J], 1984, 65(1): 78
- [11] Jie Wanqi(介万奇). *Materials China*(中国材料进展)[J], 2014, 33 (6): 324
- [12] Tiller W A, Jackson K A, Rutter J W *et al. Acta Metallurgica* [J], 1953, 1(4): 435

Effect of Stirring Magnetic Field on the Macrostructure and Macrosegregation of Fe Element of Ti-1023 Alloy Ingot

He Yongsheng^{1,2}, Hu Rui¹, Luo Wenzhong², Sun Feng², Wang Kaixuan², Fu Baoquan², Li Jinshan¹, Liu Xianghong²

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

(2. Shaanxi Province Engineering Laboratory for Aerial Material, Western Superconducting Technologies Co., Ltd, Xi'an 710018, China)

Abstract: The influence of magnetic field on the solidification macrostructure and macrosegregation of Fe element of Ti-1023 alloy ingot was investigated. The results show that when the magnetic field is 0.001 T or 0.003 T, the solidified macrostructure is composed of bulky columnar crystal, small bamboo-like columnar crystal and equiaxed grains. When the magnetic field is 0.002 T, the solidified macrostructure is composed of bulky columnar crystal and fine equiaxed grains. The law of Fe segregation abides positive segregation, Fe content increases gradually from the bottom to the top of ingots along axial direction and from the edge to the center of ingots along radial direction. The macrosegregation rate of Fe element decreases firstly and then increases with the increase of magnetic field from 0.001 T to 0.003 T.

Key words: Ti-1023 alloy; magnetic field; solidification macrostructure; Fe segregation

Corresponding author: He Yongsheng, Candidate for Ph. D., Western Superconducting Technologies Co., Ltd, Xi'an 710018, P. R. China, Tel: 0086-29-86538751, E-mail: heysh1210@126.com