

冷坩埚定向凝固工艺参数对 Ti-46Al-0.5Si-0.5W 合金扁锭宏观组织的影响

罗亮^{1,2}, 宏升²

(1. 北京航空材料研究院 先进高温结构材料国防科技重点实验室, 北京 100095 2 哈尔滨工业大学 材料学院, 哈尔滨 150001)

摘要: 利用冷坩埚定向凝固技术制备了晶粒较为细小柱状晶的 Ti-46Al-0.5Si-0.5W 扁锭试样。采用正交试验法考察了工艺参数对凝固组织晶粒形态的影响趋势。结果表明, 随着功率增大, 晶粒长大倾向明显, 但晶粒的生长方向性会改善; 随着抽拉速度增大, 晶粒尺寸变小, 但方向性会在试样一定范围内变差; 随着预热时间延长, 晶粒尺寸和取向均有变差的趋势。在抽拉速度为 1.0 mm/min 时获得了最佳的定向凝固组织。

关键词: 冷坩埚; 定向凝固; Ti-46Al-0.5Si-0.5W; 晶粒

中图分类号: TH 142.2 TG 146

文献标识码: A

文章编号: 1005-5053(2009)05-0019-05

在众多的金属间化合物中, γ -TiAl 基合金不仅具有良好的耐高温、抗氧化性能, 而且其弹性模量、抗蠕变性能均比钛合金好得多, 甚至优于 Ti₃Al 基合金, 而与 Ni 基高温合金相当, 但其密度还不到 Ni 基合金的一半, 是一种在航空航天及地面燃气轮机上应用的比较理想的材料。近年来, TiAl 合金的定向凝固技术取得了很大进步, 通过在光悬浮区熔炉 (optical floating zone furnaces) 内^[1,2] 采用 Al₂O₃、Y₂O₃^[3] 或者 CaO^[4] 坩埚, 成功地进行了 TiAl 等合金的定向凝固, 然而由于 TiAl 在液态下较为活泼, 几乎与所有的金属或者陶瓷模型材料发生反应, 污染合金材料, 破坏材料的定向凝固宏观组织, 降低力学性能。冷坩埚定向凝固是将冷坩埚技术、连续成形技术和定向凝固技术有机的结合起来, 充分发挥三者的优势。在保证金属连续铸造的基础上, 发挥冷坩埚低成本、无污染的特点, 使凝固按顺序进行, 不但可以节约成本、降低污染, 而且大幅度改善此类合金的单向力学性能。因此, 本工作利用冷坩埚进行 Ti-46Al-0.5Si-0.5W 合金扁锭的定向凝固试验, 通过考察工艺参数对宏观晶粒组织的影响规律, 为钛铝基合金定向凝固坯件的制备和冷坩埚定向凝固技术的进一步发展奠定技术基础。

1 试验过程

1.1 试验材料

由于钛铝基合金的塑性很差, 严重地限制了其工程应用。通过添加某些合金元素可以改善其组织, 从而提高其综合性能。添加微量的 Si 和 W 可以提高合金的抗蠕变能力和抗氧化能力, 还可作为稳定化元素改善组织形貌^[5], 因此, 采用 TiAl + Si + W。为避免硅化物 (Ti₃Si) 的生成, 降低 TiAl 合金材料的断裂韧性^[6], 将 Si 含量定为 0.5% (原子百分含量)。为获得直线排列的片层结构, 并综合 Al 当量法^[7], 将合金成分确定为 Ti-46Al-0.5Si-0.5W。试验用料取自采用水冷铜坩埚真空感应熔炼炉熔炼的该合金圆锭, 其化学成分如表 1 所示。

表 1 化学成分 (质量分数 %)

Table 1 Chemical composition (mass fraction %)

Ti	Al	Si	W	O
65.534	31.87	0.34	2.23	0.026

1.2 试验方法

该试验采用多功能冷坩埚电磁约束成形与定向凝固设备, 其工作原理 (如图 1 所示) 是: 感应线圈与电源相连, 围绕在具有开缝结构的电磁冷坩埚外面, 坩埚和线圈内通冷却水, 坩埚上部为上送料机构, 原料伸入坩埚内部能被感应线圈感应到的位置, 坩埚底部为下抽拉机构, 拉锭伸入坩埚内部; 当感应线圈内通入高频交变电流时, 产生高频磁场, 磁场通

收稿日期: 2009-06-08 修订日期: 2009-07-20

基金项目: 国家自然科学基金资助项目 (50671032); 教育部

“新世纪优秀人才支持计划”资助项目 (NCET08-0164)

作者简介: 罗亮 (1983-), 男, 硕士, (E-mail) luoliang_biam@126.com。

过开缝进入坩埚内部与原料自身感应电流交互作用使原料熔化, 熔化后的原料因重力作用与引锭结合在一起, 液态原料会在电磁推力作用下与坩埚内壁出现软接触状态, 当电磁推力与液态金属表面张力大于液态金属的静压力时会形成驼峰, 且由于引锭

底部的铸钢合金的强烈冷却作用, 会沿轴向形成一定的温度梯度, 在控制侧向散热的条件下获得定向凝固所需的温度梯度, 调节上送料和下抽拉速率可进行连续铸造。

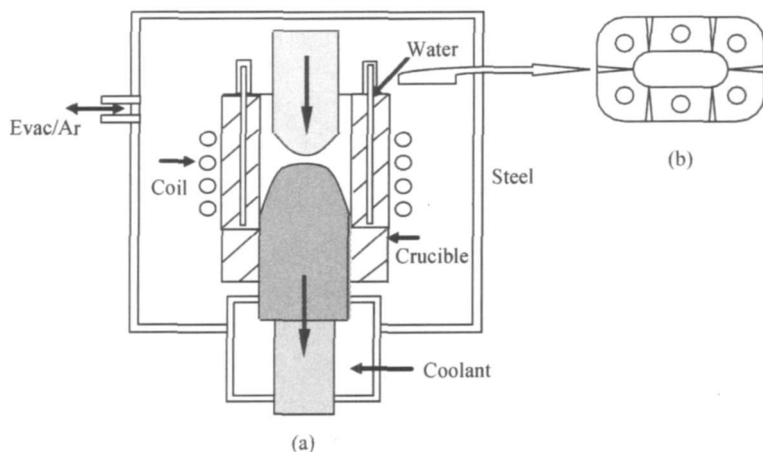


图 1 电磁冷坩埚定向凝固设备工作原理图 (a)设备整体; (b)冷坩埚截面

Fig. 1 Scheme of cold crucible directional solidification equipment showing on the whole apparatus (a) and cross section of the cold crucible (b)

为了考察外部工艺参数对钛铝基合金冷坩埚定向凝固组织的影响, 选定的定向凝固工艺实验参数

如表 2 所示。

表 2 冷坩埚定向凝固实验工艺参数

Table 1 Parameters of cold crucible directional solidification experiments

No.	A Power/kW	B Withdrawal velocity / (mm · min ⁻¹)	C Preheating time/min
1	60	0.8	8
2	65	1.0	2

将定向凝固扁坯试样沿宽边方向纵向剖开, 然后经过研磨、抛光和腐蚀 (5% HNO₃ + 5% HF + 90% H₂O), 用 SONY-F717 五百万像素数码相机拍摄宏观组织。

2 试验结果与讨论

2.1 试验结果

冷坩埚定向凝固钛铝基合金扁锭宏观组织如图 2 所示。从图中可以看出, 功率为 65kW 时, 晶粒方向与生长方向基本平行, 而功率为 60kW 时, 晶粒方向均与生长方向有一定夹角。抽拉速度为 1.0mm/min 的晶粒比抽拉速度为 0.8mm/min 的晶粒细小。

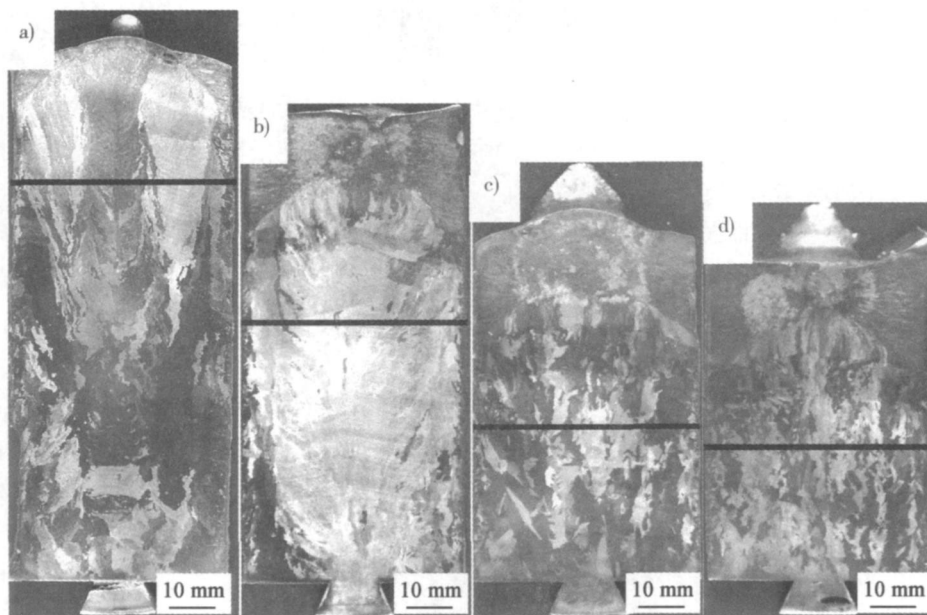
评判定向凝固组织的优劣主要是看晶粒的大小和方向, 因此我们通过考察稳定生长区的晶粒数和晶粒方向来获得不同的工艺参数对定向凝固组织的影响规律。晶粒数是指在定向凝固区段内沿宽度方

向的晶粒数, 由于各个试样的宽度相同, 那么晶粒越多就说明定向凝固组织越细小。晶粒方向则是沿宽度方向的晶粒偏离轴向的角度的统计平均值, 角度越小, 凝固晶粒的方向性就越好。

统计方法: 在试样稳定生长的定向凝固区域内, 沿宽度方向作一直线, 如图 2 中直线所示, 通过数该直线上的晶粒数就可以得到晶粒度指标, 通过测量该直线上晶粒与生长方向的夹角就可以得到晶粒取向指标。如此在各个试样稳定区的不同位置进行统计, 然后将每次统计结果进行平均, 便可得到每个试样的晶粒大小和取向指标。利用正交分析方法即可获得各工艺参数对定向凝固组织的影响规律。

2.2 工艺参数对晶粒度的影响

工艺参数对晶粒度影响的正交实验结果如表 3 所示。由表 2 可以看出, 在对定向凝固组织晶粒度的影响程度方面, 加热功率影响最大, 其次是预热时间, 最后是抽拉速率。



a) 60/0.8/8 b) 60/1.0/2 c) 65/0.8/2 d) 65/1.0/8 kW/(mm/min)/min

图 2 冷坩埚定向凝固 Ti-46Al-0.5Si-0.5W 扁锭宏观组织

Fig 2 Macrostructures of cold crucible directional solidified Ti-46Al-based billets

表 3 工艺参数对晶粒度影响的正交实验结果

Table 3 Orthogonal experiment results of the effect of parameters on grain sizes

Experiment No	A (Power)	B (Withdrawal velocity)	C (Preheating time)	Project	Grain size index
1	1	1	1	A ₁ B ₁ C ₁	26
2	1	2	2	A ₁ B ₂ C ₂	24
3	2	1	2	A ₂ B ₁ C ₂	18
4	2	2	1	A ₂ B ₂ C ₁	22
K ₁	50	44	48		
K ₂	40	46	42		
k ₁	25	22	24		
k ₂	20	23	21		
R	5	1	3		

由表 3 可得图 3 所示结果。随着加热功率增大,晶粒数减小,即晶粒变得粗大。其原因在于:加热功率增大,熔体的温度升高,晶粒长大的倾向性增大。随抽拉速率增大,晶粒数增多。其原因是:抽拉速率越快时,凝固速率越快,吸收的热量越少,晶粒长大的时间也越短。J Lapin 等人^[8]在研究 Ti-46Al-0.5Si 的定向凝固时得到,随着生长速率的增加,一次枝晶间距相应的减小,二者之间具有如下关系

$$\lambda = KV^a \quad (a < 0) \quad (1)$$

在定向凝固过程中,柱状晶的大小与抽拉速度之间也应具有类似的关系。预热时间越长,晶粒越粗大。预热时间的延长,使得熔体更为充分的过热,熔体内储存的大量热量使得晶粒长大的倾向性增大。

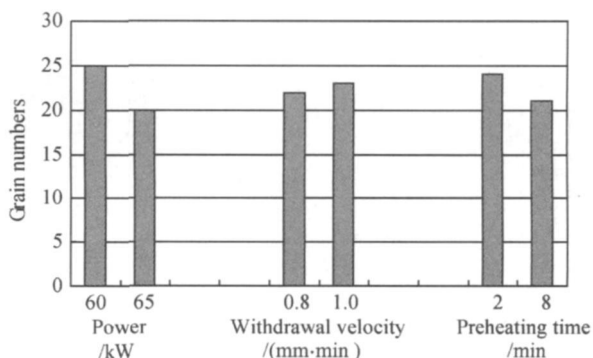


图 3 工艺参数对晶粒数的影响

Fig 3 Effects of parameters on grain sizes

2.3 工艺参数对晶粒取向的影响

工艺参数对晶粒度影响的正交实验结果如表 4

所示。由表 4 可以看出,在对定向凝固组织晶粒方向的影响程度方面,加热功率影响最大,其次是预热时间,最后是抽拉速率,与对晶粒度的影响程度顺序相同。

由表 4 可得图 4 所示结果。加热功率增大,晶粒与轴向的夹角变小,即晶粒的方向性改善。原因在于:功率越大,熔体内部沿抽拉方向的温度梯度越大,定向效果越明显。随抽拉速度增大和预热时间的延长,晶粒的方向性变差。

2.4 分析与讨论

从定向凝固的角度来说,首先要保证晶粒的方向性。图 2d 中试样具有平直的固液界面,各个晶粒几乎都与晶体生长方向平行,具有最佳的定向组织。当抽拉速率为 0.8 mm/min 时,凝固界面有些上凸,相应的根据固液界面的物理模型,若抽拉速率超过 1.0 mm/min 时,固液界面就开始下凹。从利用圆形

冷坩埚和 $2.5:1$ 扁形冷坩埚进行钛合金的定向凝固以及利用 $2.5:1$ 扁形冷坩埚进行钛铝合金的定向凝固结果来看,无论是坩埚形状还是合金成分,都没有对获得最佳定向组织时的抽拉速率造成影响,均稳定在 1.0 mm/min 左右。

其次,在保证定向凝固组织具有明显的单一择优取向的基础上,为了提高其室温塑性和高温强度,很主要的一个方面就是通过定向凝固工艺来控制晶粒的大小,尽量使柱晶组织细化。而本文中通过冷坩埚定向凝固工艺制备的 TiAl 基合金扁坯中,稳定生长区的平均晶粒尺寸在 $1.7 \sim 2.4 \text{ mm}$ 范围内波动,晶粒尺寸依然很大。为了获得综合性能优良的钛铝合金坯件,需要在保证成型稳定及组织定向的基础上,适当降低加热功率,增大抽拉速率,缩短预热时间。

表 4 工艺参数对晶粒取向影响的正交实验结果

Table 4 Orthogonal experiment results of the effect of parameters on grain directions

Experiment No	A (Power)	B (Withdrawal velocity)	C (Preheating time)	Project	Grain size index
1	1	1	1	$A_1B_1C_1$	20
2	1	2	2	$A_1B_2C_2$	40
3	2	1	2	$A_2B_1C_2$	5
4	2	2	1	$A_2B_2C_1$	0
K_1	50	44	48		
K_2	40	46	42		
k_1	25	22	24		
k_2	20	23	21		
R	5	1	3		

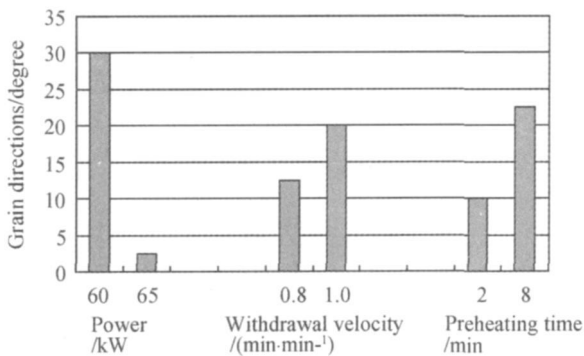


图 4 工艺参数对晶粒取向的影响

Fig 4 Effects of parameters on grain directions

最后,在保证晶粒定向、细小的同时,仍然需要晶粒长得连续。因为消除横向晶界才是定向凝固的初衷与根本。图 2d 中试样虽然具有最好的定向性、相对较为细小的柱晶组织,但其定向晶粒生长得并不连续,过于短小。这是由于在凝固前沿有新的晶

核不断形成的结果。为了避免此种情况的发生,由成分过冷判别式 $G_L R \geq [-m_L C_0 (1-k) D_L k]$ (式中 G_L 为熔液温度梯度, m_L 为该二元合金系相图中液相线斜率, C_0 为合金溶质含量, k 为溶质分配系数, R 为晶体的生长速率) 可知,如在固液界面前沿不出现成分过冷,应在固液界面前沿保持足够高的温度梯度,同时要使温度梯度与晶体生长速度的比值足够大。在生长速度基本一定的情况下,就主要是提高固液界面前沿的温度梯度。在现有的条件下,冷却液基本一定,要提高温度梯度就主要是提高加热功率。而设备的加热功率是有限的,且功率越高,能耗越大,加工制备的成本也就越高。为此,就要在现有功率条件下提高设备的加热效率,而整个设备效率的提高主要源于冷坩埚效率的提高,即优化设计出高效冷坩埚。

3 结 论

(1) 利用冷坩埚定向凝固技术制备了组织基本定向、晶粒较为细小的 Ti-46Al-0.5Si-0.5W 扁坯试样。

(2) 考察了工艺参数对凝固组织晶粒形态的影响趋势, 即: 增大功率, 晶粒长大倾向性增大, 而晶粒的方向性改善; 增大抽拉速率, 晶粒变得细小, 而方向性则在一定的范围内变差; 延长预热时间, 晶粒大小与取向均有变差的趋势。

参考文献:

- [1] KISHIDA K, NUIH, YAMAGUCHI M. Deformation of PSF crystals of a TiAl/TiAl₃ intermetallic phase alloy at 1000°C [J]. *Intermetallics* 1999 (7): 1131-1139
- [2] JOHNSON D R, NUIH, YAMAGUCHI M. Crystal Growth of TiAl Alloys [J]. *Intermetallics* 1998 (6): 647-652
- [3] JOHNSON D R, MASUDA Y, NUIH, *et al*. Alignment

- of the TiAl/TiAl₃ Lamellar Microstructure in TiAl Alloys by Directional Solidification [J]. *Materials Science and Engineering A*. 1997, 239-240: 577-583.
- [4] KIM M C, OH M H, LEE J H, *et al*. Composition and Growth Rate Effects in Directionally Solidified TiAl Alloys [J]. *Materials Science and Engineering (A)*. 1997, 239-240: 570-576
- [5] MUTO S, YAMANAKA T, JOHNSON D R, *et al*. Effects of refractory metals on microstructure and mechanical properties of directionally solidified TiAl alloys [J]. *Materials Science and Engineering A*. 2002, 329-331: 424-429.
- [6] JOHNSON D R, MASUDA Y, *et al*. Alignment of the TiAl/TiAl₃ lamellar microstructure in TiAl alloys by growth from a seed material [J]. *Acta Mater* 1997, 45 (6): 2523-2533.
- [7] MUTO Shinji, YAMANAKA Takamitsu, LEE HoNyun, *et al*. Directional Solidification of TiAl-based Alloys and Properties of Directionally Solidified Ingots [J]. *Advanced Engineering Materials* 2001, 3 (6): 391-394
- [8] LAPIN J, ONDRUS L, NAZMY M. Directional Solidification of Intermetallic Ti-46Al-2W-0.5Si Alloy in Alumina Moulds [J]. *Intermetallics* 2002 (10): 1019-1031.

Effects of Cold Crucible Directional Solidification Parameters on Macro-structures of Ti-46Al-0.5Si-0.5W Billets

LIU Liang^{1, 2}, DING Hong-sheng²

(1. National Key Laboratory of Advanced High Temperature Structural Materials, Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China; 2. School of Material Science and Engineering, Harbin Institute of Technology, Harbin 150001, China)

Abstract A composition of Ti-46Al-0.5Si-0.5W was prepared with directional and fine grains in slab shape. The effects of technical parameters on the grain modalities are studied with orthogonal experiments. The results show that with increasing power grains trends to grow up while the direction of grains is improved. Grains trend to be finer but the direction is more deviated from the growth direction in some extension with increasing withdrawal velocity. When the preheating time is prolonged, the size and the direction of grains both trend to be disbenefit. All of the best directional structures are obtained with withdrawal velocity 1.0 mm/min for different crucibles and compositions.

Key words cold crucible; directional solidification; Ti-46Al-0.5Si-0.5W; grain