

铸件检测

ZTC4 钛合金铸件组织晶粒度测定及评估方法研究

吴国清¹, 郝喜望², 文富华³, 赵文正¹, 李世昊¹, 南海²

(1. 北京航空航天大学 材料科学与工程学院, 北京 100191; 2. 中国航发北京航空材料研究院, 北京 100191; 3. 临沂高新区双航材料科技有限公司, 山东 临沂 276000)

摘要: **目的** 针对大型复杂精密钛合金铸件等飞机关键结构件组织和性能的评估, 提出了一种 ZTC4 钛合金铸件组织晶粒度的评估及分析方法。**方法** 通过对各类钛合金典型铸件的结构复杂性、凝固过程等关键因素进行分析, 对铸件组织随机取样、试样制备与试样显示、试样检验、图像自动拼接、晶界描绘、图像处理测量和数据统计分析的组织定量表征方法。**结果** 确定铸件在取样过程中需要关注的重要因素, 如壁面厚度变化、筋板的交接状态、铸型的种类以及浇冒口位置等, 建立了反映铸件上性能的取样原则, 建立了基于像素统计的组织定量表征方法, 涵盖了晶粒最大尺寸、最小尺寸、平均尺寸和晶粒不规则度等指标。**结论** 该方法可以真实、准确、定量地反映钛合金铸件的显微组织特征, 为钛合金铸件的综合评估提供基础数据支撑。

关键词: 钛合金; 铸件; 组织; 统计; 晶粒度

DOI: 10.3969/j.issn.1674-6457.2018.03.020

中图分类号: V221+.3; TB553 **文献标识码:** A **文章编号:** 1674-6457(2018)03-0110-07

Study on the Determination and Assessment of Grain Size for ZTC4 Titanium Alloy Castings

WU Guo-qing¹, QIE Xi-wang², WEN Fu-hua³, ZHAO Wen-zheng¹, LI Shi-hao¹, NAN Hai²

(1. School of material science and Engineering, Beihang University, Beijing 100191, China;

2. AECC Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100191, China;

3. China Linyi High-tech Zone Shuanghang Material Technology Co., Ltd., Linyi 276000, China)

ABSTRACT: This paper aims at assessment on structure and performance of key structural components such as large complex precision titanium alloy for airplane and to present a method to assess and analyze grain size for ZTC4 titanium alloy castings. Through analyzing key factors such as structural complexity, solidification process, etc. in titanium alloy castings, microstructure quantitative characterization methods, including random sampling, sample preparation and sample display, sample inspection, automatic image mosaic, grain boundary description, image measurement and statistical analysis were established. The casting thickness, rib plate, cast type and casting head position were considered as key factors needing attention in the sampling process. Sampling principles reflecting casting properties were established. Quantitative characterization methods based on pixel statistics were established, covering the maximum grain size, minimum size, average size, and grain irregularity. This method can truly, accurately and quantitatively reflect microstructure characteristics of titanium alloy castings and provide basic data support for comprehensive evaluation of titanium alloy castings.

KEY WORDS: titanium alloy; casting; microstructure; statistics; grain size

收稿日期: 2018-04-19

基金项目: 工信部民用飞机专项科研技术项目 (MJZ-2014-G-25)

通讯作者: 吴国清 (1974—), 男, 副教授, 博士, 主要研究方向为轻合金及其复合材料设计、仿真与成形技术、面向产品的合金工艺-组织-性能定量综合评估。

随着我国大型飞机的研制和适航认证体系的完善,对大型复杂精密钛合金铸件等飞机关键结构件的组织和性能评估提出了更高的要求。钛合金大型铸件的晶粒度控制和有效评估成为亟待解决的关键问题之一^[1-3]。目前,国内外在针对钛合金组织的表征分析方面比较常用的方法有截线法^[4]、评级比较法^[5-6]和面积法^[7]等,截线法是实际生产过程中工程验收航空钛合金铸件最常用的方法,通常以美国材料与试验协会制订的《ASTM E112-2012 Standard Test Methods for Determining Average Grain Size》标准为基础,通过测量给定线段的长度以及与晶界交点的个数来测定某一区域晶粒度^[8],该方法误差较大,仅可用于定性的简单评估工作。评级比较法则是与标准评级图谱对照,通过目视的方法来确定目标部位的组织级别,标准评级图谱由国家颁布的统一标准确定。目前,如《GB/T 5168—2008 两相钛合金高低倍组织检验方法》给出了典型的两相钛合金组织图片;《GJB 494A—2008 航空发动机压气机叶片用钛合金棒材规范》规范了棒材低倍组织与高倍组织,这主要针对锻造钛合金组织,而对于铸造钛合金没有相关规定^[5-6]。面积法则是通过统计一定面积内的晶粒个数得到晶粒的平均面积,进而得到晶粒的等效尺寸^[7]。上述的组织分析评判方法存在精度低、评级标准不完善、半定量、主观因素较大等问题,更值得强调的是,这些组织评级方法往往只能反映铸件组织满足标准规范组织的平均程度,而对铸件整体组织的均匀性及不同区域组织之间的差异还无法进行定量评定。在实际生产过程中不同公司往往根据经验及要求制订自己内部的评价标准,例如,

某公司曾对其生产的航空钛合金铸件做出相应要求,当铸件的壁厚不超过 5.0 mm 时,铸件表面的晶粒尺寸应小于 1.5 mm,可以存在少量的、尺寸不超过 2.0 mm 的单独晶粒;当铸件的壁厚大于 5.0 mm 时,铸件表面的晶粒尺寸不应超过 4.0 mm,可以存在少量的、尺寸不超过 5.0 mm 的单独晶粒^[9-10],在执行过程中存在不好把握、主观因素较大等问题。

TC4 铸造钛合金的微观组织是典型的魏氏组织,存在原始的 β 晶粒,在 β 晶粒内部存在若干取向不同的 α 片层, α 片层被中间的 β 相隔开^[11]。 β 晶粒尺寸大小和 α 片层间距成为评估其组织状况的重要指标^[12-15]。一般地,铸件经过酸洗后, β 晶粒清晰可见,可以通过手持显微镜完成组织拍摄工作,而 α 片层间距需要专门制样,并通过高倍金相显微镜进行拍摄,如果能确定两者之间的相关性,可以简化评估指标。

基于像素统计、截线统计手段和铸件组织取样的基本原则建立一套 β 晶粒尺寸的定量分析方法,通过对 β 晶粒的最大尺寸、最小尺寸、平均尺寸晶粒不规则度等指标和 α 片层的平均间距进行统计分析,确定 β 晶粒尺寸和 α 片层的平均间距的关系,并利用该方法对 ZTC4 钛合金铸件组织晶粒度测定。

1 实验方法

以某 ZTC4 钛合金大型复杂精密钛合金铸件为研究对象,铸件的化学成分达到《GB/T 15073—1994 铸造钛及钛合金牌号和化学成分》的要求,具体成分见表 1。

表 1 ZTC4 钛合金元素含量(质量分数)
Tab.1 Element content of ZTC4 titanium alloy (mass fraction) %

合金元素	Ti	Al	V	Fe	Si	C	N	H	O
ZTC4	余量	5.5~6.8	3.5~4.5	≤0.40	≤0.15	≤0.10	≤0.05	≤0.015	≤0.25

金相分析时,所用的试样腐蚀剂见表 2,浸蚀时间以能充分显示显微组织为准。采用 CARL ZEISS 科研级数字全自动正置金相显微镜按照《GB/T 5168—2008 钛合金金高低倍组织检验方法》进行组织检验,获得试样组织照片,并进行统计分析。

表 2 钛及钛合金显微组织浸蚀剂
Tab.2 Microstructure etchant of titanium and titanium alloy

序号	浸蚀剂	试样状态
1	HF : HNO ₃ : H ₂ O=1 : 2 : 47	TC4退火
2	HF : HNO ₃ : H ₂ O=1 : 6 : 193	
3	HF : HNO ₃ : H ₂ O=1 : 4 : 45	TC4固溶 (固溶+时效)

2 结果与讨论

2.1 ZTC4 钛合金 β 晶粒定量分析方法

考虑到钛合金铸件结构的多样性,本文制定的面向铸件的组织试样取样原则和制备方法如下。

1) 区域划分: 取样前应对铸件结构的复杂性和凝固因素做整体分析,划分为能代表铸件各类特征的若干区域。对于铸件的壁面厚度变化、结构中的工字型和箱型结构、厚薄凹凸与断面的急剧过渡区、筋板筋条的交接区以及铸件在服役过程中的薄弱区域等都要取样。

2) 取样的全面性: 取样应反映铸件的整体性,对于同类特征区域(如法兰环),最少选择 3 个取样

位置,避免取样位置过于集中。

3) 样本数量:在组织取样中,取样位置均在各区域截面,并保证各区域总取样面积不小于 30 mm^2 以及统计晶粒个数不少于 300 个。

4) 取样方法:截取试样时,应减少金属变形(流动),不允许过热。试样用冷加工如切、剪、锯等方法切取时,必须通过粗磨将冷加工变形层去除。

5) 试样制备:试样的镶嵌、磨削、抛光和浸蚀等参照 GB/T 13298 执行。规则 and 尺寸较大的试样不需要进行镶嵌,而对于不规则试样和尺寸较小试样需要进行镶嵌,具体以操作者方便为宜。

ZTC4 钛合金铸件浇铸成型后,其典型组织往往具有晶粒粗大、晶界清晰可辨等特征, β 晶粒尺寸成为合金组织定量表征的主要指标之一(见图 1)。文中根据该组织特点,提出了一种 ZTC4 钛合金 β 晶粒

定量分析方法,具体步骤包括:铸件组织取样→试样制备、显示与检验→图像自动拼接→晶界描绘→图像处理及测量→数据统计。

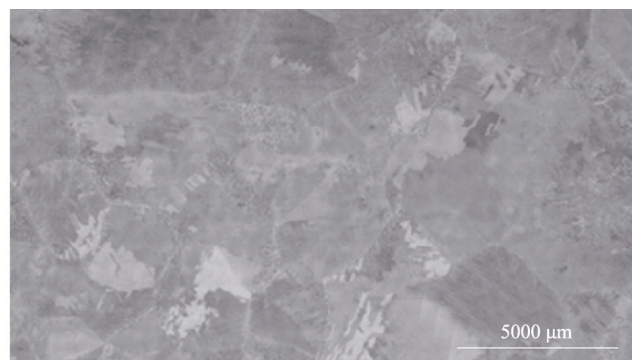


图 1 ZTC4 钛合金铸件典型金相组织
Fig.1 Metallographic structure of ZTC4 titanium alloy casting

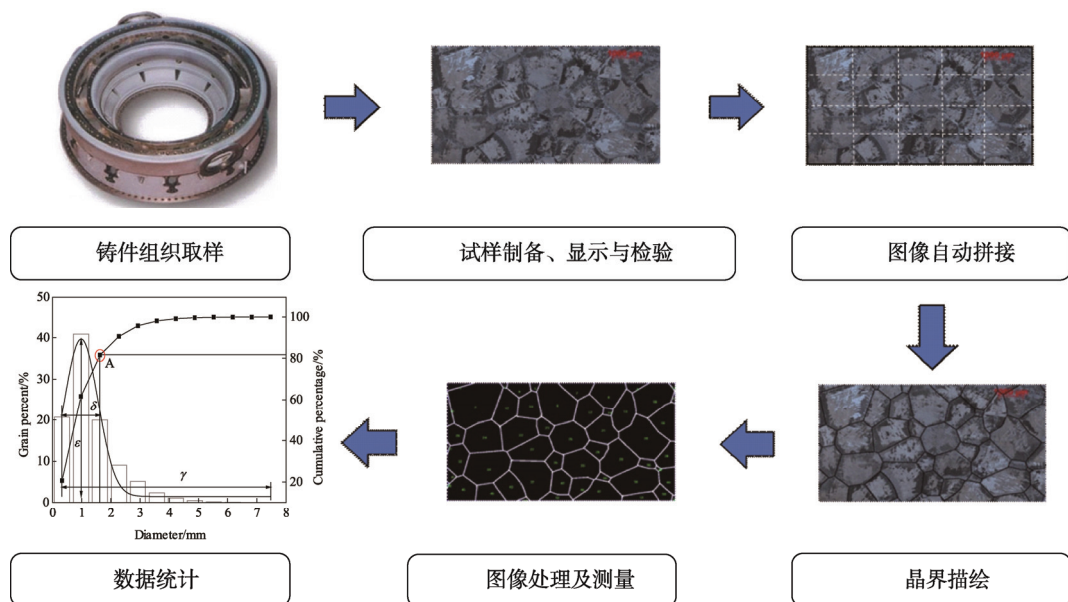


图 2 ZTC4 钛合金 β 晶粒组织定量统计分析方法流程图

Fig.2 Flowchart for organization quantitative statistical analysis of β crystal grains in ZTC4 titanium alloy

拍照拼图。为了保证选取的晶粒数不少于 300 个,需对所得金相图片进行拼接。铸件某区域利用全自动金相显微镜拼接拍照得到的金相组织见图 3。



图 3 金相照片拼接后效果

Fig.3 Effect picture after stitching of metallographic

晶界描绘。利用图像处理软件,以金相照片为背景,新建图层进行人工晶界描绘,并标注清楚比例尺。描绘完成后将新建图层另存为 JPG 格式用于分析统计。钛合金组织定量分析步骤见图 4。在人工晶界描绘中,根据钛合金组织特点和图像描绘经验,遵循以下几点原则(见图 5):① 保证三边晶界交汇于一点,两边夹角约为 120° ;② 保证所描晶界为直线段,晶粒形状为凸多边形;③ 组织边缘区域晶粒只记取闭口晶粒,剔除开口晶粒;④ 晶界两端的 α 集束为不同取向,以此规律分辨走向不清的晶界。

数据统计分析。利用相关软件对人工描绘的晶粒尺寸进行测量统计分析。每个晶粒所测的特征值包括:最大尺寸、最小尺寸、平均尺寸和晶粒的不规则度。在这四类特征参数中,晶粒最大尺寸与最小尺寸反映铸件组织晶粒的极限尺寸情况,平均尺寸和晶粒

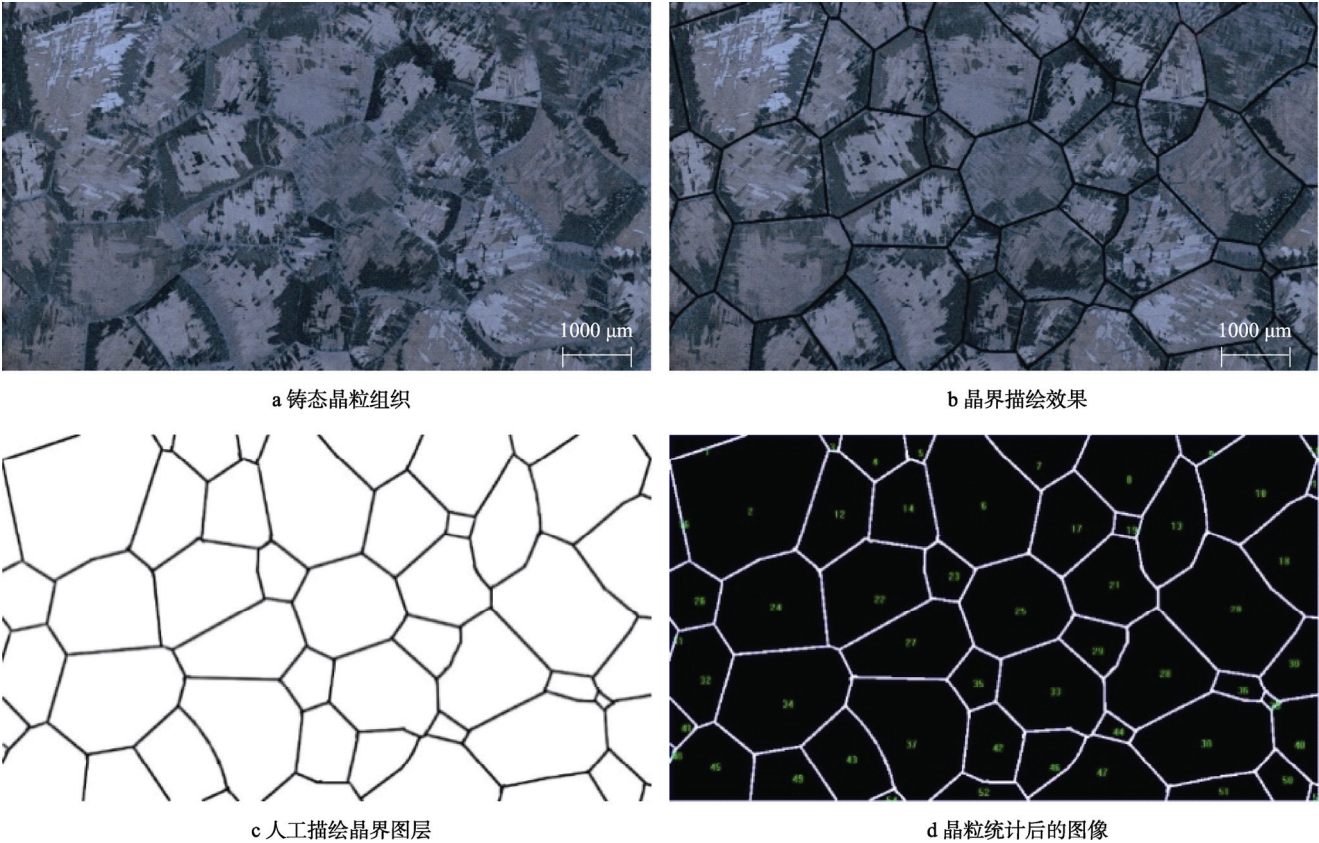


图 4 钛合金组织定量分析步骤
Fig.4 Quantitative analysis steps of titanium alloy

不规则度分别反映了铸件组织晶粒尺寸的平均分布水平和晶粒的规则程度。

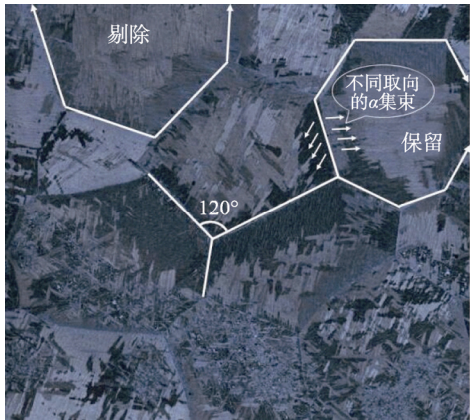


图 5 钛合金组织人工晶界描绘原则
Fig.5 Principles for artificial depicting the microstructure of the titanium alloy

每种测量特征形成一组测量数据，利用数据处理软件对该组数据进行处理分析可得到其分布曲线，进一步可得数据的平均特征、波动情况（半高宽 δ ）等。以平均晶粒尺寸特征为例，某组织平均晶粒尺寸分布曲线见图 6，其中横坐标为晶粒尺寸，左侧纵坐标为晶粒数百分含量，对应偏态分布曲线；右侧纵坐标为

累积百分比，对应累积频率曲线。偏态分布曲线可以从不同方面反映铸件组织分布的情况，其中中期望值（ X_c ）等价于现有截线法测量的平均晶粒尺寸，反映组织晶粒尺寸的平均水平；曲线分布范围（ γ ）反映组织晶粒尺寸的分布范围；半高宽（ δ ）及标准差 σ 两者综合反映组织晶粒尺寸分布的范围及波动情况。累积频率曲线可反映组织不同尺寸的晶粒所占比例情况，A 点为曲线曲率变化最大点，说明约 82% 的晶粒其尺寸处于 1.9 mm 以内。

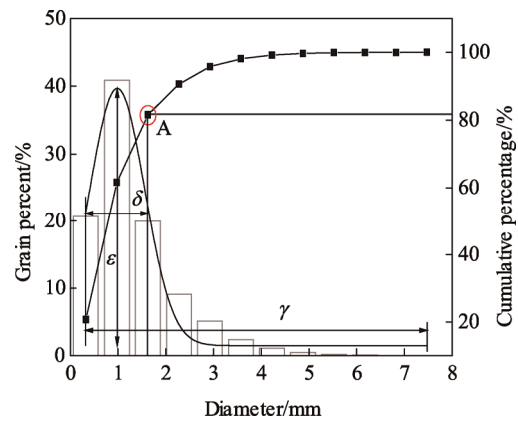


图 6 数据处理后的晶粒度分布典型曲线
Fig.6 Typical curve of grain size distribution after data processing

结果输出及组织评估。针对铸件的不同区域,可以分别给出区域的晶粒分布结果,包括最大尺寸、最小尺寸、平均尺寸和晶粒的不规则度4个特征的偏态分布曲线和累积频率曲线,并可给出偏态分布曲线的中期望值(X_c)、曲线分布范围(γ)、半高宽(δ)和标准差 σ 以及累积频率曲线的曲率变化最大点 A 等,还可以深度对比分析不同区域组织的差异性,比如通过晶粒最大尺寸与最小尺寸曲线的对比,可反映不同铸件组织晶粒的极限尺寸的大小情况;通过平均晶粒尺寸和晶粒不规则度的对比,以及对曲线各个参数的对比,可定量反映整个铸件组织均匀性的差异。

2.2 α 片层间距的定量分析及其与 β 晶粒尺寸的相关性

β 晶粒由若干取向不同的 α 片层集束组成,片层之间相互交叉,看起来呈“网篮”状,每束 α 片层又是由若干平行的 α 和 β 相交替组合而成,其典型的组织见图 7, α 片层间距也是 ZTC4 钛合金重要的组织定量表征参数之一。文中对 α 片层的平均厚度进行了测量:在目标区域选定 α 片层集束,沿垂直 α 片层方向画一条横线,保证横线的端点在 β 相(黑色)上,通过线段的长度和 α 片层的数目计算 α 片层的平均厚度;重复前述步骤多次,通过求平均值获得某区域 α 片层的平均厚度。为了保证测量时测量的精确性, α 片层金相照片的拍摄采用 500 $\times$, 保证片层组织清晰可测。

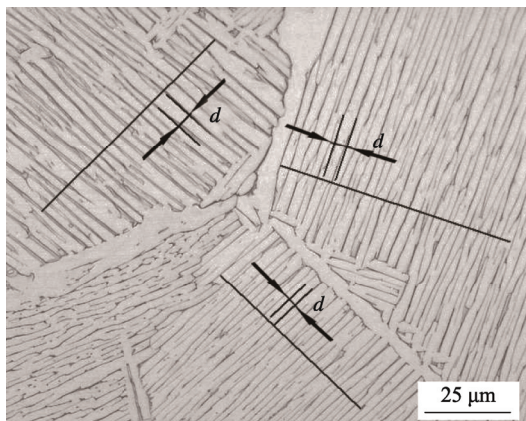


图 7 ZTC4 钛合金 α 片层金相特征及厚度测量方法
Fig.7 Metallographic characteristics and thickness measurement of α -sheet of ZTC4 titanium alloy

以某大型铸件为例,采用该方法,分别针对铸件 12 个不同区域的表层 β 晶粒组织及与之相对应的 α 片层间距分别进行测量。两者之间的相关性分析结果见图 8,可以看出, α 片层间距随 β 晶粒尺寸的增大而线性增大,两者之间存在线性的正相关关系:

$$h = -0.38 + 0.00324d \quad (1)$$

式中: d 为 β 晶粒尺寸; h 为 α 片层间距。

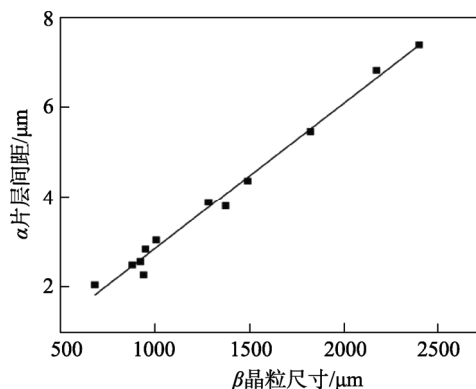


图 8 α 片层间距与 β 晶粒尺寸相关性分析
Fig.8 Correlation analysis between α - lamellar spacing and β -grain size

2.3 ZTC4 钛合金铸件组织晶粒度分析

运用上述方法对某 ZTC4 钛合金大型复杂铸件各区域表层和中心层组织 β 晶粒的最大尺寸、最小尺寸、平均尺寸和晶粒的不规则度做统计分析。

铸件各区表层 β 晶粒尺寸分布曲线见图 9, 可以得出, 铸件底部薄区、横筋、斜筋、底部厚区的平均晶粒尺寸分别为 0.82, 0.75, 1.53, 1.02 mm, 同时发现, 在 β 晶粒尺寸分布范围方面, 底部薄区(A区)、横筋(B区)、底部厚区(D区)及斜筋(C区)依次增加。随着铸件壁厚的增加, 其组织不规则度呈增大趋势, 说明在薄壁铸件中, 厚壁区比薄壁区组织晶粒形状更规则。

铸件整体表层 β 晶粒的最大尺寸为 4.3 mm, 最小尺寸为 0.2 mm, 平均尺寸为 1.3 mm。铸件整体表层平均晶粒尺寸分布见图 10, 拟合曲线函数见式(2)。

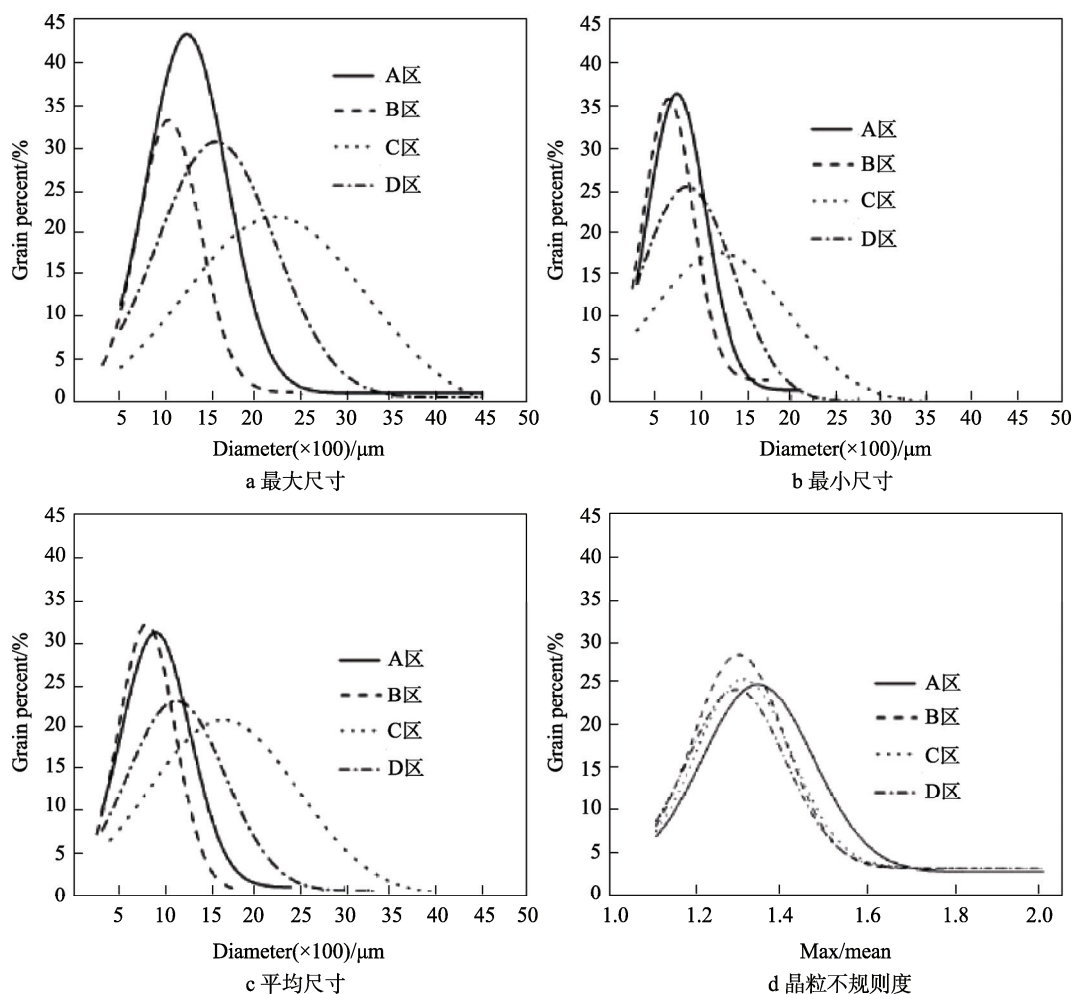
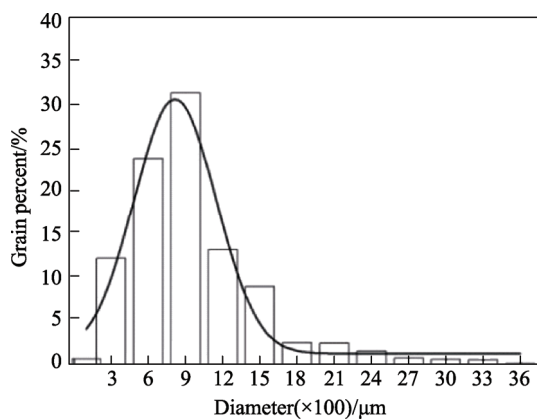
$$y = 54.4 + \frac{9666.1}{6.6\sqrt{\pi/2}} e^{-2\left(\frac{x-8.2}{6.6}\right)^2} \quad (R^2=0.94) \quad (2)$$

3 结论

以航空航天领域大型钛合金铸件的质量评估为背景, 获得了一种以 β 晶粒尺寸为研究对象的组织定量评估方法, 通过分析不同壁厚区域 β 晶粒尺寸与对应 α 片层间距间的定量关系验证了方法的可行性。结论如下。

1) 获得了一种以 β 晶粒尺寸为研究对象的组织定量评估方法, 其具体的步骤包括: 铸件组织取样→试样制备、显示与检验→图像自动拼接→晶界描绘→图像处理及测量→数据统计。该方法的优点是能够准确反映铸件各区组织晶粒度的分布状况。

2) α 片层间距随 β 晶粒尺寸的增大而线性增大, 两者之间存在线性的正相关关系, 组织评估中无需对 α 片层间距再做单独评估; 随着铸件壁厚的增加, 其组织不规则度呈增大趋势, 表明在薄壁铸件中, 厚壁

图9 铸件各区表层 β 晶粒尺寸分布曲线Fig.9 Distribution curve of surface β crystallite size in various areas of casting图10 薄壁铸件整体表层 β 晶粒尺寸分布Fig.10 Distribution of β grain size in the whole surface layer of thin-walled castings

区比薄壁区组织晶粒形状更规则。

参考文献:

- [1] 肖树龙, 陈玉勇, 朱洪艳, 等. 大型复杂薄壁钛合金铸件熔模精密铸造研究现状及发展[J]. 稀有金属材料与工程, 2006, 35(5): 678—681
- [2] 南海, 谢成木, 魏华胜. 大型复杂薄壁类钛合金铸件的研制[J]. 中国铸造装备与技术, 2001(2): 12—14.
- [3] KLEPEISZ J, VEECK S. The Production of Large Structural Titanium Castings[J]. Journal of Metals, 1997, 49(11): 18—20.
- [4] WANG S, LI W, HUANG S, et al. Effects of Different Hot Working Processes on the Microstructure and Properties of TC11 Titanium Alloy Bars[J]. China Titanium Industry, 2013.
- [5] GB/T 5168—2008. 钛合金金高低倍组织检验方法[S]. GB/T 5168—2008. Microstructure and Macrostructure Examination for α - β Titanium Alloys[S].
- [6] GJB 494A—2008, 航空发动机压气机叶片用钛合金棒材规范[S]. GJB 494A—2008, Specification for Titanium Alloy Bars

- for Aeroengine Compressor Blade[S].
- [7] BOCCACCINI A R, BOSSERT J, MALIK A. Stereology in Quantitative Microstructural Analysis: the Orientation Factor[J]. *Acta Stereologica*, 2014.
- [8] HEINZ N A, IKEDA T, PEI Y, et al. Applying Quantitative Microstructure Control in Advanced Functional Composites[J]. *Advanced Functional Materials*, 2014, 24(15): 2135—2153.
- [9] 王金海, 张伟, 李晶磊. 框架式钛合金铸件加工技术[J]. *工具技术*, 2012, 46(5): 67—70.
WANG Jin-hai, ZHANG Wei, LI Jing-lei. Maching Technique of the Frame Ti-alloy Casting[J]. *Tool Engineering*, 2012, 46(5): 67—70.
- [10] 杨健. 钛合金在飞机上的应用[J]. *航空制造技术*, 2006(11): 41—43.
YANG Jian. Titanium Alloy Application in Aircraft[J]. *Aeronautical Manufacturing Technology*, 2006(11): 41—43.
- [11] 耿浩然, 丁宏升, 张景德. 铸造钛、轴承合金[M]. 北京: 化学工业出版社, 2007.
GENG Hao-ran, DING Hong-sheng, ZHANG Jing-de. *Casting Titanium & Bearing Alloy*[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2007.
- [12] FILIP R, KUBIAK K, ZIAJA W, et al. The Effect of Microstructure on the Mechanical Properties of Two-phase Titanium Alloys[J]. *Journal of Materials Processing Technology*, 2003, 133(1): 84—89.
- [13] NIINOMI M. Mechanical Properties of Biomedical Titanium Alloys[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 1998, 243(1): 231—236.
- [14] HAN D, ZHANG P, MAO X, et al. Research Progress of BT22 Titanium Alloy and Its Large Forgings[J]. *Materials Review*, 2010(3): 13.
- [15] VERKIN B I, GRINBERG N M. The Effect of Vacuum on the Fatigue Behaviour of Metals and Alloys[J]. *Materials Science and Engineering*, 1979, 41(2): 149—181.