

## 原位 TiC 颗粒含量对近液相线铸造 7075 铝合金 二次加热组织的影响

刘 丽<sup>1</sup>, 刘慧敏<sup>1,2</sup>, 张复懿<sup>1</sup>

- (1. 内蒙古工业大学 材料科学与工程学院, 呼和浩特 010051;  
2. 内蒙古新材料工程技术中心, 呼和浩特 010051)

**摘 要:** 采用原位反应近液相线铸造法制备具有不同原位 TiC 颗粒含量的 TiC<sub>p</sub>/7075 铝基复合材料, 在 7075 铝合金固-液两相区(477~635 )的 580 和 600 进行二次加热并保温 20 min, 水淬固定其半固态组织, 应用 Image Pro Plus 软件测量平均晶粒尺寸及形状因子, 研究原位 TiC 颗粒含量对该合金二次加热组织的影响。结果表明: 当原位 TiC 颗粒质量分数为 0~4.4% 时, 随着原位 TiC 颗粒质量分数增加, 合金铸态组织直接转变为等轴晶组织, 且在二次加热过程中, 原位 TiC 颗粒对晶粒的长大行为具有明显的抑制作用; 在相同的二次加热条件下, 4.4%TiC<sub>p</sub>/7075 铝基复合材料的平均晶粒尺寸比 7075 基体合金的减少 30~40 μm, 更加适合于半固态触变成形。

**关键词:** 7075 铝合金; 原位 TiC 颗粒; 二次加热; 铸造

中图分类号: TB 331

文献标识码: A

## Effect of in-situ TiC concentration on reheating microstructure of near-liquidus cast 7075 Al alloy

LIU Li<sup>1</sup>, LIU Hui-min<sup>1,2</sup>, ZHANG Fu-yi<sup>1</sup>

- (1. School of Materials Science and Engineering, Inner Mongolia University of Technology, Hohhot 010051, China;  
2. Centre of Technology of New Materials Engineering, Inner Mongolia, Hohhot 010051, China)

**Abstract:** The TiC<sub>p</sub>/7075 Al matrix composites with different TiC particles contents were prepared by in-situ reactive near-liquidus casting, the sectioned specimens were reheated isothermally at 580 and 600 for 20 min in the two-phase (liquid+solid) region (477–635 ) of the near-liquidus casting 7075 alloy, then quenched in water. The grain size was measured by Image Pro Plus and the effect of in-situ TiC particles on the reheating structure was analyzed. The result shows that when the content of TiC particles is 0–4.4% (mass fraction), the in-situ TiC particles can not only keep near-liquidus casting 7075 alloy with finer and globular microstructure, but also control the grain growth evidently during reheating under the same condition. The average grain size of 4.4%TiC<sub>p</sub>/7075 Al matrix composites is 30–40 μm less than that of 7075 alloy, therefore it is more suitable for thixoforming.

**Key words:** 7075 Al alloy; in-situ TiC particle; reheating; casting

TiC 颗粒增强铝基复合材料具有强度高、比刚度高、耐磨性好, 热膨胀系数小等优异的综合性能, 而半固态触变成形技术在铝基复合材料制备方面有很大的潜在优势。在半固态触变成形时, 坯料中除液-固

相共存外, 微观组织还应该完全全球化。因此, 坯料在半固态下快速均匀的加热和获得球形组织的二次加热过程是触变成形工艺中的重要部分。近年来, 关于铝合金的二次加热组织演变规律已经进行大量的研究<sup>[1-4]</sup>,

路贵民等<sup>[5]</sup>对液相线浇铸 7075 铝合金的二次加热组织进行深入研究, 并已获得适合于半固态触变成形的优异二次加热组织。本文作者将原位反应与近液相线铸造方法相结合, 形成一种较为新颖的颗粒增强铝基复合材料的制备方法——原位反应近液相线铸造法, 并对采用此方法制备的  $\text{TiC}_p/7075$  铝基复合材料半固态坯料进行二次加热试验, 通过调整原位 TiC 颗粒在基体中的含量<sup>[6]</sup>, 研究其在二次加热过程中对晶粒组织演变规律的影响<sup>[7]</sup>。为获得适合于金属半固态触变成形工艺所需的具有均匀、细小等轴晶组织的  $\text{TiC}_p/7075$  铝基复合材料提供理论依据。

## 1 实验

本试验用材料为 4 种具有不同原位 TiC 颗粒含量的近液相线铸造  $\text{TiC}_p/7075$  铝基复合材料(TiC 质量分数分别 0、1.5%、2.9%和 4.4%)。其制备过程如下: 1) 将 Ti 粉( $< 50 \mu\text{m}$ )、石墨粉( $< 75 \mu\text{m}$ )、Al 粉( $< 75 \mu\text{m}$ )按一定比例混合均匀, 并压制成  $d20 \text{ mm} \times 5 \text{ mm}$  的预制块备用; 2) 将坩埚中的 7075 铝合金升温至  $900^\circ\text{C}$ , 用石墨钟罩将规定量的 Ti-C-Al 预制块压入此合金熔液中, 通过原位反应生成 TiC 颗粒, 适当搅拌使其更加均匀地分布于合金熔体中。待反应完成后降温至  $730^\circ\text{C}$  左右时用六氯乙烷精炼除气, 并在  $635^\circ\text{C}$  附近

保温一段时间后浇注成形, 完成半固态铝基复合材料的制备。

为了在半固态 7075 铝合金触变成形所需的较为适宜的液相比(30%~50%)<sup>[7]</sup>的条件下研究原位 TiC 颗粒含量对合金组织的影响。根据 7075 铝合金的固-液两相区( $477\sim 635^\circ\text{C}$ )<sup>[8]</sup>, 实验中将二次加热温度选为  $580^\circ\text{C}$  和  $600^\circ\text{C}$ , 保温时间定为 20 min。试样尺寸约  $6 \text{ mm} \times 6 \text{ mm} \times 6 \text{ mm}$ , 采用箱式电阻炉 SX13-BYL6 进行加热保温, 控温精度为  $\pm 2^\circ\text{C}$ 。将炉温升至规定温度后, 把试样放入炉中, 达到规定的保温时间后迅速取出淬入水中。

选用 3 种酸混合溶液( $\text{HNO}_3$  2.5%(体积分数),  $\text{HCl}$  1.5%,  $\text{HF}$  1%,  $\text{H}_2\text{O}$  95%)对常规磨制后的试样进行 15~20 s 的腐蚀, 采用光学显微镜观察其显微组织。应用 Image Pro Plus 软件及平均截线法统计合金的平均晶粒尺寸及形状因子, 绘制出平均晶粒尺寸、形状因子与 TiC 颗粒含量之间的关系曲线。采用离子减薄法制备透射电镜样品, 观察原位 TiC 颗粒的形貌、尺寸和分布等。

## 2 结果与分析

### 2.1 铸态组织

图 1 所示为近液相线铸造 7075 基体合金和原位 TiC 颗粒含量为 1.5%、2.9%和 4.4%的  $\text{TiC}_p/7075$  铝基

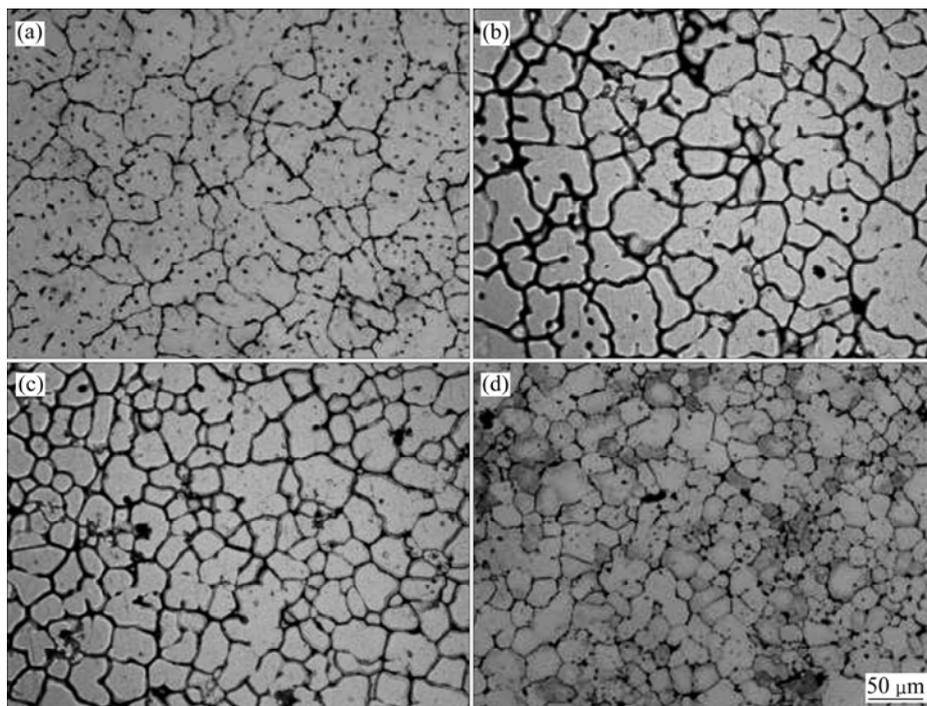


图 1 近液相线铸造合金的显微组织

Fig.1 Microstructures of near-liquidus casting alloys: (a) 7075; (b) 7075+1.5%TiC; (c) 7075+2.9%TiC; (d) 7075+4.4%TiC

复合材料的铸态组织。由图1(a)可以看出,7075基体合金具有典型的蔷薇状组织<sup>[10]</sup>。由图1(b)、(c)和(d)可知:合金组织中已经出现等轴晶,且随着原位TiC颗粒含量的增加,组织内部等轴晶所占比例也逐渐增大;当原位TiC颗粒含量达到4.4%时,基体合金组织基本全部转变为等轴晶组织,其平均晶粒尺寸为23.8 μm。这表明原位TiC颗粒对近液相线铸造7075基体合金组织有着显著的球化和细化作用。

原位反应近液相线铸造方法之所以能够获得TiC<sub>p</sub>/7075铝基复合材料的等轴晶组织,其原因主要有以下3个方面:1)原位TiC颗粒属于陶瓷颗粒,具有很高的熔点,在7075基体合金的液相线温度附近仍以固态形式弥散分布在熔体中,在形核过程中起到形核剂的作用,是合金凝固时非均匀形核的重要条件;2)从晶体学角度分析,TiC颗粒与7075基体合金的晶体结构相同,均属于面心立方结构<sup>[11]</sup>,并且二者的晶格常数相差很小<sup>[12]</sup>( $0.43285(a_{\text{TiC}}) - 0.40494(a_{\text{Al}}) = 0.02791 \text{ nm}$ ),最邻近的金属原子的间距也相近。TiC晶格中最邻近的金属原子的间距为0.305 nm,与铝中的最短原子间距(0.282 nm)相差7.5%,即原子之间的失配度符合点阵匹配原理要求(相应界面上原子的失配度通常不超过9%)。因此,原位TiC颗粒在合金的凝固过程中起到形核剂的作用,从而细化基体铝的晶粒;3)在液相线温度附近浇注时,合金熔体迅速过冷,其过冷度可达到1~5<sup>[13]</sup>,此时大量的准固相原子团因与晶核有较好的润湿作用,可迅速地发展成为游离晶核<sup>[14-15]</sup>,而这种晶核的形成、长大过程同时发生在整个熔体之中,直到相互之间接触为止,但在凝固过程中仍存在一定的凝固潜热,所以晶核也不能以等轴晶方式长大,而以介于等轴晶和枝状晶之间或以两者的混合状态生长,最终得到蔷薇状组织。

正是由于以上3方面作用的相互有机叠加,使得在相同的近液相线铸造工艺条件下,TiC<sub>p</sub>/7075铝基复合材料内部可以比单纯的7075基体合金形成更多的晶核,从而减小晶核的长大空间,且随着原位TiC颗粒含量的增加,晶核最终成长为均匀、细小的等轴晶,为后续的二次加热保温工艺提供了优异的材料。

图2所示为原位TiC颗粒在基体中的形貌与分布。由图2可以看出,原位TiC颗粒弥散分布于基体内,数量较多,呈规则的多边形(空间中呈多面体)、并与基体结合良好,经测量其尺寸为0.4~1.0 μm。

## 2.2 二次加热组织

图3所示为具有不同原位TiC颗粒含量的反应近

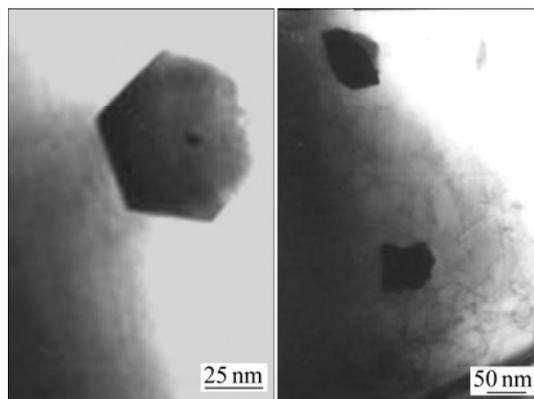


图2 原位TiC颗粒在基体中的形貌与分布

Fig.2 Morphologies and distribution of in-situ TiC particles in matrix

液相线铸造TiC<sub>p</sub>/7075铝基复合材料在580 °C保温20 min后得到的二次加热组织。由图3可看出,不含原位TiC颗粒的7075基体合金晶粒已经发生异常长大现象(见图3(a)),大部分晶粒的尺寸分布在40~70 μm之间,在晶粒内部及晶界附近产生液相,这是部分低熔点的共晶组织或化合物熔化而形成的;原位TiC颗粒含量为1.5%(质量分数)的TiC<sub>p</sub>/7075铝基复合材料的半固态组织(见图3(b))基本保持着等轴晶组织特征,但部分区域的晶粒明显粗大化。其原因是在材料的制备过程中,原位TiC颗粒未能弥散分布在该区域内,所以在较高温度进行二次加热保温时,如同不含原位TiC颗粒的7075基体合金组织一样出现晶粒异常长大的现象;随着原位TiC颗粒含量的增加,晶粒大小分布均匀、尺寸比较细小且球化效果良好,当颗粒含量达到4.4%时,此时晶粒平均等积圆直径为45.9 μm、形状因子为0.77。

图4所示为在600 °C保温20 min后合金的二次加热组织。与图3相比,原位TiC颗粒含量在0~2.9%范围内的TiC<sub>p</sub>/7075铝基复合材料晶粒长大较为明显,但均匀化及球化程度改善不大;而当原位TiC颗粒含量达到4.4%时,TiC<sub>p</sub>/7075铝基复合材料的晶粒长大趋势缓慢,但均匀化及球化程度改善显著。与之相反,含有较多原位TiC颗粒的材料晶粒长大趋势较为缓慢,且晶粒的均匀化及球化程度与前者相比都有较大程度的改善。这种情况在含4.4%原位TiC颗粒的材料中表现最为明显。经统计,此时7075基体合金和1.5%TiC<sub>p</sub>/7075铝基复合材料的平均晶粒尺寸分别为79.6和66.1 μm(见图4(a)和(b)),比在580 °C保温20 min时的平均晶粒尺寸分别增长17.8%与14%;当原位TiC颗粒含量为2.9%时,平均晶粒尺寸为54.4

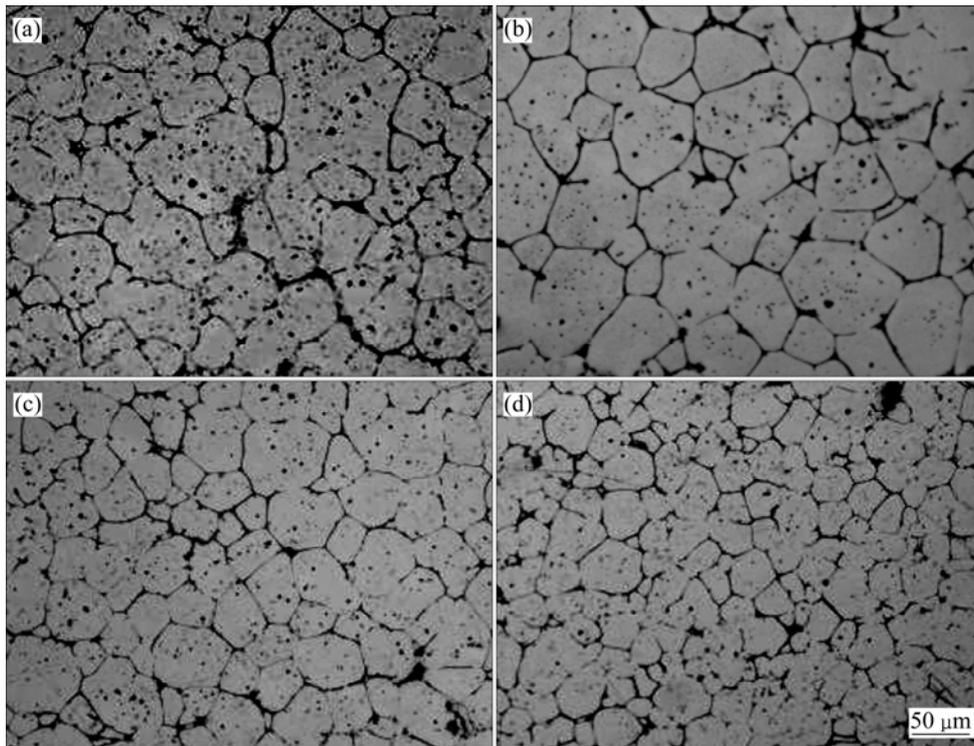


图3 原位反应近液相线铸造  $\text{TiC}_p/7075$  铝基复合材料在 580 °C 保温 20 min 后二次加热的显微组织

**Fig.3** Microstructures of in-situ reactive near-liquidus casting  $\text{TiC}_p/7075$  Al composites repeated at 580 °C for 20 min: (a) 7075; (b) 7075+1.5%TiC; (c) 7075+2.9%TiC; (d)7075+4.4%TiC

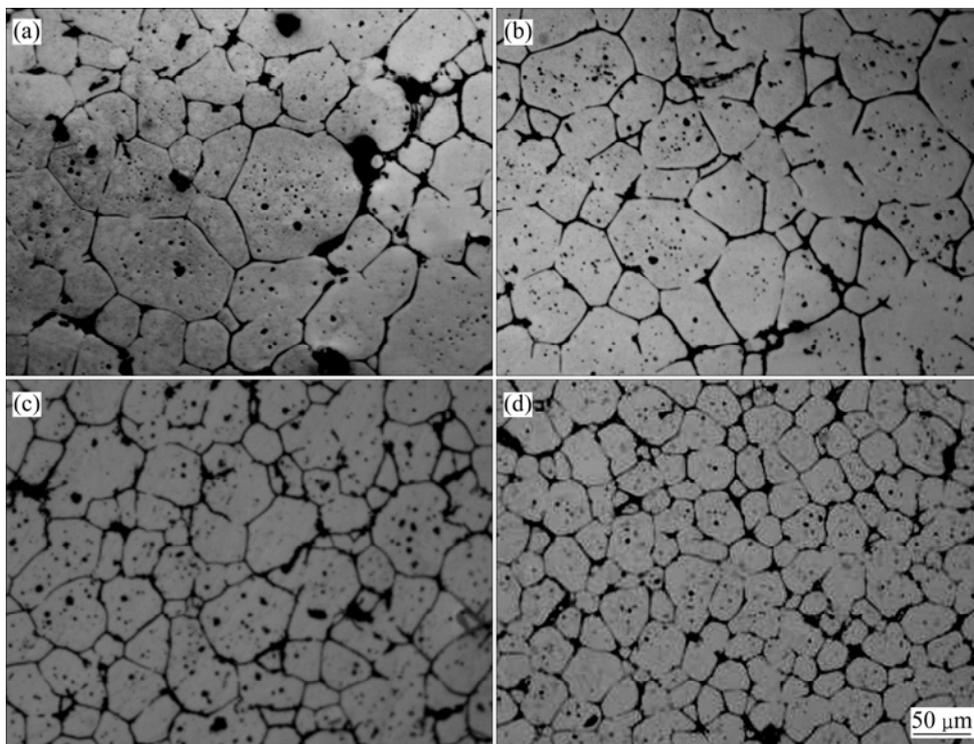


图4 原位反应近液相线铸造  $\text{TiC}_p/7075$  铝基复合材料在 600 °C 保温 20 min 后二次加热的显微组织

**Fig.4** Microstructures of in-situ reactive near-liquidus casting  $\text{TiC}_p/7075$  Al composites repeated at 600 °C for 20 min: (a) 7075; (b) 7075+1.5%TiC; (c) 7075+2.9%TiC; (d) 7075+4.4%TiC

$\mu\text{m}$ ,较580 的平均晶粒尺寸增长率降低至7.7%(见图4(c));当原位TiC颗粒含量进一步增加到为4.4%时,其平均晶粒尺寸增长率降至4.1%(见图4(d))。

图5所示为原位TiC颗粒含量对原位反应近液相线铸造TiC<sub>p</sub>/7075铝基复合材料平均晶粒尺寸及球化程度的影响规律。即合金晶粒的平均尺寸总体上随原位TiC颗粒含量的增加而减小,而晶粒分布的均匀化及球化程度则随着原位TiC颗粒含量的增加而相应提高。这与图3和4中所示的二次加热组织是相对应的。

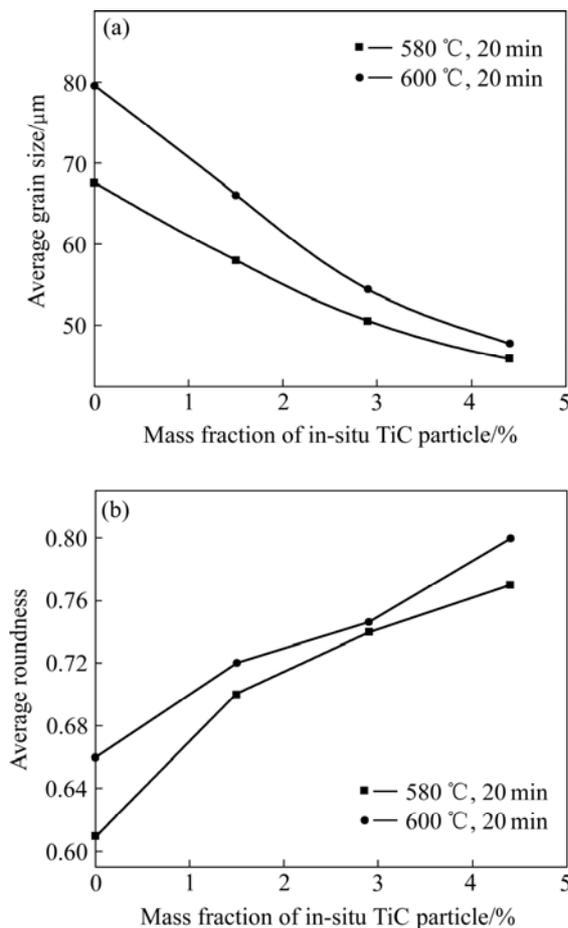


图5 固相颗粒平均晶粒尺寸、平均圆度与TiC颗粒含量的关系

Fig.5 Relationships among average grain size(a), average roundness(b) and mass fraction of in-situ TiC particle

以上分析结果表明,原位TiC颗粒的加入对原位反应近液相线铸造TiC<sub>p</sub>/7075铝基复合材料的半固态二次加热组织产生截然不同的效果<sup>[16]</sup>。在相同的加热保温条件下,单纯的7075基体合金组织内晶粒比含有原位TiC颗粒的TiC<sub>p</sub>/7075铝基复合材料要粗大许多,且晶粒大小极不均匀,尺寸分布范围较宽,球化程度差;加入原位TiC颗粒后,合金组织得到明显的改善,

证明原位TiC颗粒具有良好的细化晶粒及球化晶粒的作用。在本次试验中,整体组织最理想的是颗粒含量为4.4%的TiC<sub>p</sub>/7075铝基复合材料,在600 仍然保持着细小、均匀的球状或近球状组织,晶粒大小基本一致,经统计其平均直径为47.8  $\mu\text{m}$ 、形状因子为0.8,由此可以认为已具备作为半固态浆料的基本组织特征<sup>[17]</sup>。

### 3 结论

1) 原位TiC颗粒的加入能够有效地抑制原位反应近液相线铸造7075基体合金在半固态加热保温时晶粒长大,使其基本保持近液相线铸造的细小均匀的球状晶组织,为后续的半固态成形做良好的组织准备。

2) 综合效果较好的TiC<sub>p</sub>/7075铝基复合材料中原位TiC颗粒含量为4.4%(质量分数),将该TiC<sub>p</sub>/7075铝基复合材料在半固态加热保温时,温度对其平均晶粒尺寸长大速率的影响作用明显减弱,因而能够显著拓宽其二次加热温度区间,并使原位反应近液相线铸造TiC<sub>p</sub>/7075铝基复合材料的平均晶粒尺寸、球化及均匀化程度均保持在一个较为理想的状态,是一种优良的半固态坯料。

### REFERENCES

- [1] JUNG H K. Reheating process of cast and wrought aluminum alloys for thixoforging and their globularization mechanism[J]. *J of Mater Proc Tech*, 2000, 105: 176-190.
- [2] FERRANTE M, de Ferias D E. Rheology deformation behavior and microstructural evolution of the commercial A2024 aluminum alloy[C]//*Proceeding of the 6th International Conference on Semi-solid Processing of Alloys and Composites*. Turin: Edimet Spa-Via Corfu, 2000: 611-616.
- [3] CUI B, LU G, DONGJ. Microstructures after casting and reheating in a continuously cast Al alloy 7075[C]// *Proceeding of the 6th International Conference on Semi-solid Processing of Alloys and Composites*. Turin: Edimet Spa-Via Corfu, 2000: 701-704.
- [4] KIUCHI M, YANAGIMOTO J, SUGIYAMA S. Discussion on microstructures of mushy alloys in heating process[C]// *Proceeding of the 5th International Conference on Semi-solid Processing of Alloys and Composites*. Golden: Colorado School of Mines, 1998: 589-596.
- [5] 路贵民,董杰,崔建忠,王平.液相线半连续铸造7075Al合金二次加热与触变成形[J]. *金属学报*, 2001, 37(11): 1184-1188.

- LU Gui-min, DONG Jie, CUI Jian-zhong, WANG Pin. Study on the reheating and thixoforming of 7075 aluminum alloy cast by liquidus semi-continuous casting[J]. *Acta Metallurgica Sinica*, 2001, 37(11): 1184-1188.
- [6] 刘慧敏, 何建平, 杨滨, 张济山. 半固态喷射沉积 TiC<sub>p</sub>/7075 铝合金的晶粒长大规律[J]. *金属学报*, 2006, 42(2): 158-162.
- LIU Hui-min, HE Jian-ping, YANG Bing, ZHANG Ji-shan. Grain growth law of semi-solid state TiC<sub>p</sub>/7075 Al alloy prepared by spray deposition[J]. *Acta Metallurgica Sinica*, 2006, 42(2): 158-162.
- [7] 武恭, 姚良均, 李震霞, 彭如清, 赵祖德. 铝及铝合金材料手册[M]. 北京: 科学出版社, 1997: 255.
- WU Gong, YAO Liang-jun, LI Zhen-xia, PENG Ru-qing, ZHAO Zu-de. Handbook of aluminum and aluminum alloys[M]. Beijing: Science Press, 1997: 255.
- [8] 纪锦霞, 董晟全, 梁艳峰, 杨通. TiC 原位增强 Al-4.5Cu 合金的强化机理[J]. *铸造技术*, 2008, 42(2): 786-789.
- Ji Jing-xia, DONG Sheng-quan, LIANG Yan-feng, YANG Tong. Strengthening and toughening mechanisms of in-situ TiC particulates reinforced Al-4.5Cu alloy[J]. *Foundry Technology Die Casting*, 2008, 42(2): 786-789.
- [9] 刘宏伟, 张龙, 王建江, 杜心康. 自反应喷射成形制备 TiC-TiB<sub>2</sub> 复合陶瓷[J]. *材料研究学报*, 2008, 22(3): 274-278.
- LIU Hong-wei, ZHANG Long, WANG Jian-jiang, DU Xin-kang. Self-reactive spray formed TiC-TiB<sub>2</sub> composite ceramic perform[J]. *Chinese Journal of Materials Research*, 2008, 22(3): 274-278.
- [10] 刘文俊, 熊惟皓, 郑勇. Ti(C, N)基金属陶瓷断口形貌及增韧机理[J]. *中国有色金属学报*, 2006, 16(5): 800-804.
- LIU Wen-jun, XIONG Wei-hao, ZHENG Yong. Appearance of fracture and toughening mechanisms of Ti(C, N)-based cermets[J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2006, 16(5): 800-804.
- [11] GEBELING J C, SURRY M, FAVIER D. Characterization of the theological behavior in the semi-solid state of grain-refined AZ91 magnesium alloys[J]. *Mater Sci Eng A*, 1999, 272(1): 134-139.
- [12] LAWRYNOWICZ D E, WOLFENSTINE J, LAVERNIA E J. Grain growth mechanisms in a spray-formed Ni<sub>3</sub>Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite in the presence of a liquid phase[J]. *Mater Sci Eng A*, 1997, 230(1/2): 1-13.
- [13] 何祖明, 冯旺军, 夏咏梅, 杨华. 自蔓延高温合成 TiC-Al 的热力学计算与分析[J]. *甘肃科学学报*, 2008, 20(3): 175-181.
- HE Zu-ming, FENG Wang-jun, XIA Yong-mei, YANG Hua. The thermodynamic calculation and analysis of self-propagating highly temperature synthesis TiC-Al[J]. *Journal of Gansu Sciences*, 2008, 20(3): 175-181.
- [14] 王平, 崔建忠. 近液相线法铸造非枝晶 A356 合金组织与成形性能[J]. *金属学报*, 2002, 38(9): 952-955.
- WANG Ping, CUI Jian-zhong. Non-dendritic microstructure of A356 alloy obtained by the nearby liquidus casting and thixoformed properties[J]. *Acta Metallurgica Sinica*, 2002, 38(9): 952-955.
- [15] MANSOUR R, MOHAMMAD R R, ROOZBEH M. Synthesis of TiC-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanocomposite powder from impure Ti chips, Al and carbon black by mechanical alloying[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2008, 450(1/2): 463-467.
- [16] 刘慧敏, 任云, 刘军, 姚青虎. 原位反应液相线铸造半固态铝合金的晶粒长大行为[J]. *材料工程*, 2006(1): 277-279.
- LIU Hui-min, REN Yun, LIU Jun, YAO Qing-hu. Grain growth of in-situ reactive liquidus cast Al alloy at semi-solid state[J]. *Journal of Materials Science and Engineering*, 2006(1): 277-279.
- [17] 伏思静. 原位合成 TiC/Fe 基复合材料的组织与性能[J]. *机械工程材料*, 2008, 32(3): 61-64.
- FU Si-jing. Microstructure and properties of TiC/Fe matrix composite produced in-situ[J]. *Materials Mechanical Engineering*, 2008, 32(3): 61-64.

(编辑 李艳红)