

# TiAl 基合金中 / 界面关系的定量分析

## Quantitative Analyses of / Interfacial Relations of TiAl-based Alloy

陈善华<sup>1,2</sup>, G. 舒马赫<sup>2</sup>

(1 成都理工大学材料与生物工程学院, 成都 610059;

2 Hahn-Meitner 研究院固体结构与动力学所, 柏林 14109)

CHEN Shan-hua<sup>1,2</sup>, G. SCHUMACHER<sup>2</sup>

(1 College of Materials and Bioengineering,

Chengdu University of Technology, Chengdu 610059, China;

2 Structure and Dynamics of Solids,

Hahn-Meitner-Institute Berlin GmbH, Berlin 14109, Germany)

**摘要:** / 界面对于 ( + <sub>2</sub>) 双相 TiAl 基合金的力学性能具有重要影响。本工作利用汇聚束电子衍射技术对一种含有 Mn, Nb 合金元素的 ( + <sub>2</sub>) TiAl 基合金中具有六种不同晶体学取向的 相及 / 界面关系进行了实验唯一测定。结果表明, 仅利用一套 334 高阶劳厄带花样就可以完全决定该合金中 层片的晶体学取向。该合金中 / 界面有四种, 即绕 111 旋转 120° 旋转 180° 呈镜面对称真孪晶、旋转 60° 呈镜面对称的伪孪晶和反相畴界面。统计分析表明, 真孪晶 / 界面的比例最高, 伪孪晶 / 界面和旋转 120° / 界面较少。TiAl 合金中偶尔也会出现 / 反相畴界面。

**关键词:** -TiAl 基合金; 汇聚束电子衍射; / 界面

**中图分类号:** TG 146.2 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-4381 (2004) 05-0003-04

**Abstract:** The / lamellar interfaces play a critical role in the mechanical properties of ( + <sub>2</sub>) two phase TiAl-based alloys. An unambiguous experimental determination of all six domain orientations in lamellar structure and the interface types between neighboring laths in a ( + <sub>2</sub>) two-phase TiAl alloy containing Mn and Nb were analysed by means of convergent-beam electron diffraction. The results show that a single High-Order-Laue-Zone (HOLZ) line pattern is adequate to uniquely describe the lath orientation, and four types of interfaces, i. e., 120° rotational interfaces, true-twin interfaces, pseudo-twin interfaces and antiphase boundaries occurred in the present alloy. The statistical analysis shows that among the possible interface types, true-twin related interfaces are observed most frequently, while the pseudo-twin interfaces and the 120° rotational interfaces are less. The occurrence of antiphase boundaries in this alloy is rather low.

**Key words:** -TiAl-based alloy; convergent-beam electron diffraction; / interfaces

-TiAl 基合金由于其低密度、高强度以及良好的抗氧化等特性而成为航天、航空及汽车发动机耐热结构件极具竞争力的材料<sup>[1]</sup>。( + <sub>2</sub>) 双相 TiAl 基合金中 <sub>2</sub> 和 层片间存在 (0001) <sub>2</sub>// {111} 和 11 $\bar{2}$ 0 <sub>2</sub>// 110 晶体取向关系<sup>[2]</sup>。由于 相为 L1<sub>0</sub> 结构, 其 110] 不同于 011], 因此, 层片间可以形成旋转 120° 孪晶、伪孪晶等取向关系<sup>[3]</sup>。这些由不同取向 相形成的界面关系对于 -TiAl 基合金在外部载荷作用下的力学性能有着很大影响<sup>[4]</sup>。尽管有研究者曾尝试利用透射电镜下的选区衍射方法<sup>[5]</sup>和明暗场衍射方法<sup>[6]</sup>来测定 -TiAl 基合金中不同取向的 相以及 / 界面关系的统计分布, 但是这些方法

都很复杂。此外, 对于 层片很薄的 -TiAl 基合金来说, 很难获得这些层片的选区衍射花样。利用透射电镜下的汇聚束电子衍射 (CBED) 技术<sup>[7]</sup>可以获得 层片的高阶劳厄带 (HOLZ) 花样。这种花样与选区衍射花样不同, 它反映了晶体的三维倒易空间信息。因此, 该方法在测定 相晶体取向方面具有两个突出的优点: (1) 对于某一 层片来说, 只需一张高阶劳厄带花样就可以完全确定其晶体取向; (2) 由于所用电子束很细, 因而这种技术可以用来测定难以获得选区衍射花样的极薄 层片的晶体取向。

本工作利用汇聚束电子衍射技术, 对一种目前得到广泛研究的 Ti-47% Al-2% Mn-2% Nb (原子分数)

+ 0.8% (体积分数)  $\text{TiB}_2\text{XD}^{\text{TM}}$  ( + 2) 双相TiAl基合金中 相晶体取向进行了唯一测定。在此基础上, 进一步确定了该合金中 / 界面关系的统计分布。

## 1 实验方法

### 1.1 材料制备

实验用 15mm 棒状合金试样由美国 Howmet 公司提供。其化学成分为 Ti-47% Al-2% Mn-2% Nb (原子分数) + 0.8% (体积分数)  $\text{TiB}_2\text{XD}^{\text{TM}}$ 。合金铸造熔炼后再经高温热等静压(1260 / 172MPa)和真空热处理工艺(1010 / 50h)处理, 其最终的组织为 ( + 2) 层片区域和等轴状 晶粒组成的双态组织 (Duplex) (图 1)。此外, 合金中尚有弥散分布的少量球状  $\text{TiB}_2$  颗粒。

TEM 试样采用双喷电解减薄法制备。减薄液为 5% 高氯酸 + 35% 丁醇 + 60% 甲醇<sup>[8]</sup>。



图 1 实验用 TiAl 合金的金相照片

Fig. 1 Optical micrograph of the studied TiAl-based alloy

### 1.2 测定 层片汇聚束电子衍射花样方法

利用飞利浦 CM 30 透射电镜, 在 120kV 加速电压条件下, 测定 层片汇聚束电子衍射花样。具体方法如下:

- (1) 在明场下, 使电子束平行于 / 界面 {111} 和  $\bar{1}\bar{1}0$  方向;
- (2) 电子束平行于 / 界面 {111}, 倾转样品台, 使电子束平行于  $11\bar{2}$  方向;
- (3) 以  $110$  极为旋转轴, 倾转样品台大约  $\pm 11.4^\circ$  (图 2), 使电子束平行于  $334$  方向, 然后将直径大约为 10nm 的电子束汇聚到 层片的中心。

图 3 示出了 ( + 2) 片层晶粒内的 基体 (111) 和李晶的 ( $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$ ) 标准投影图。由于四方 相晶格常数  $c/a$  ( $c/a = 1.02$ )<sup>[9]</sup>, 图 3 中的标准投影图是按照有序面心立方晶体结构绘制的。可以看出, M1/M1, T1/T1 等界面为反相畴界面, M1/M2, T1/T2 等界面为 60 旋转界面, M1/M3, T1/T3 等界面为

120 旋转界面, T1/M1, T2/M2 等界面为真孪晶界面, T1/M2, T1/M6 等界面为伪孪晶界面。此外, 图中还绘出了 334 和 5516 极位置。本研究中 层片的晶体取向将参照该图通过试验决定。值得指出的是, 该合金在铸造凝固过程中形成的反相畴界面与变形后形成的反相畴界面在本质上是不同的。因此, 单从形态上无法把它与其他类型晶界区别开。为了获得具有统计意义的实验结果, 利用上述试验步骤对该样品中不同 ( + 2) 层片区域内的 70 个 层片晶体取向进行了测定。在此基础上, 进一步确定了该合金中 / 界面关系的统计分布。

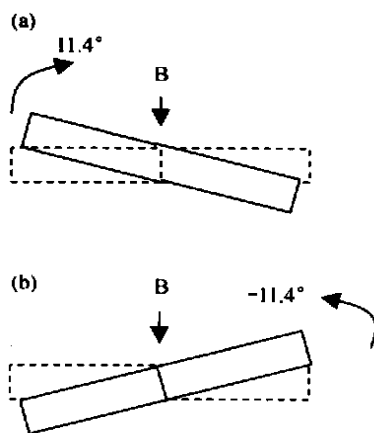


图 2 获得 基体 (a) 和李晶 (b) 中 334 入射高阶劳厄带花样的样品倾转方法

Fig. 2 The sample tilt method to obtain 334 HOLZ patterns in the matrix (a) and twin (b)

## 2 实验结果与分析

图 4 给出了一个典型 ( + 2) 层片区域的明场像。图中下方示意性表示了分析结果。其中: TW, PT,  $120^\circ$  APB 分别表示真孪晶界面、伪孪晶界面、 $120^\circ$  旋转界面和反相畴界面。所有用数字 1—24 标明层片的高阶劳厄带花样示于图 5 中。可以看出, 总共只有六种花样。花样 (a), (b), (c) 分别与 (d), (e), (f) 的花样关于 / 李晶面 (111) 呈镜面对称, 因此它们分别代表 基体和 李晶取向。利用程序 “EMS”<sup>[10]</sup> 的模拟结果很容易标定 基体的 334 花样。 基体花样的标定结果分别为  $[\bar{3}4\bar{3}]$ ,  $[\bar{4}3\bar{3}]$ ,  $[\bar{3}3\bar{4}]$  (图 5a, b, c)。 李晶花样的标定结果分别为  $[\bar{3}4\bar{3}]$ ,  $[\bar{4}3\bar{3}]$  和  $[\bar{3}3\bar{4}]$  (图 5d, e, f)。具有真孪晶界面的 层片花样之间关于 111 为旋转 180 呈镜面对称关系 (比较图 5c 与 f 花样)。Jin 和 Gray III<sup>[11]</sup> 曾认为, 铸造凝固过程中形成的基体和李晶界面都应该为 (111), 而变形基体和李晶界面则分别为 (111) 和 ( $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$ )。据此, 可以从试验上区分这两类孪晶。然而,

实验结果表明，铸造凝固过程中形成的基体和孪晶界面也应分别为 (111) 和  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ 。因此，利用衍射方法来区分这两类孪晶似乎是不可能的。从所获得的六种高阶劳厄带花样来看，它们的对称性是不同的。因此，仅仅利用一套高阶劳厄带花样就可以完全决定该层片的晶体学取向，这正是它优于选区衍射 (SAD) 技术之处。从衍射原理来说，SAD 花样仅来自于零阶

劳厄带，因此仅利用一套 SAD 花样并不能完全决定其晶体学取向。在这种情况下，必须旋转样品获得至少三套 SAD 花样才能完全决定其晶体学取向<sup>[12]</sup>。与此相反，高阶劳厄带花样包含晶体三维倒易空间信息。因此，利用 334 高阶劳厄带花样的对称特性可以唯一决定该合金中六种类型层片的晶体学取向。

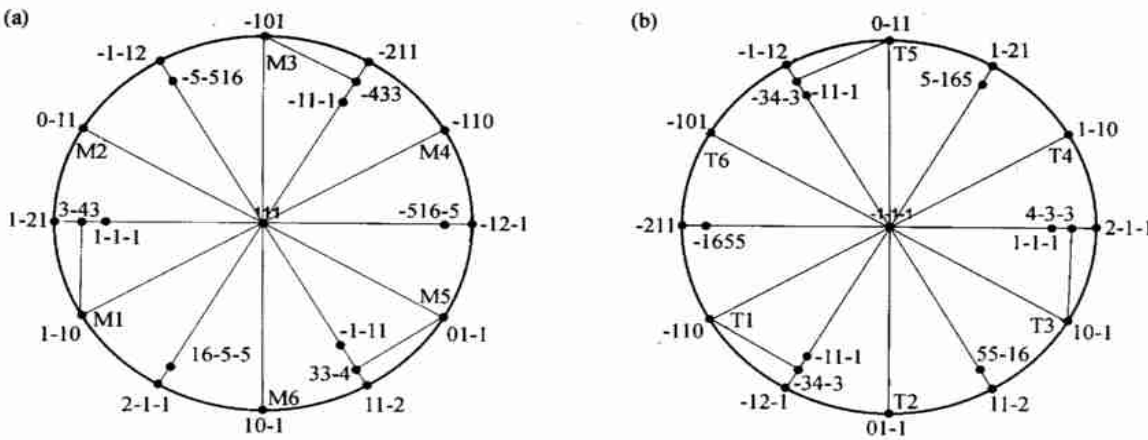


图3 基体 (111) 和 孪晶  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$  标准投影图  
Fig. 3 Stereographic projection in (111) matrix plane and  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$  twin plane  
(a) matrix; (b) twin

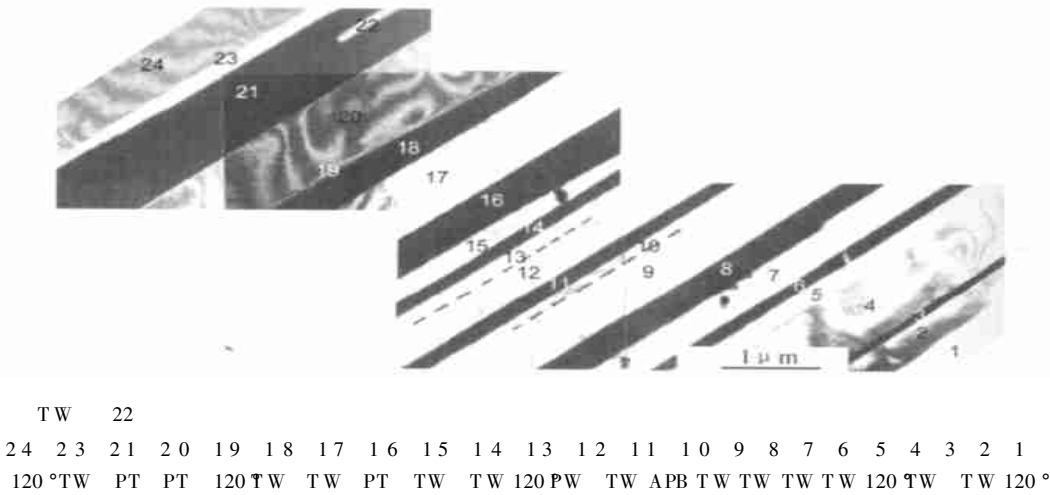


图4 本研究分析过的一个区域的明场像  
Fig. 4 Bright-field image of one of the analysed areas

研究测定了不同 (2+) 晶粒内的 70 块个界面。这些 / 以及 / 2 界面统计分布结果示于图 6 中。尽管所测层片数量有限 (与文献 [6] 相当)，但仍然具有一定代表性。该合金中具有真孪晶关系的 / 界面明显高于伪孪晶和 120 旋转关系的 / 界面。该结果与文献 [6] 对束集孪生片状 TiAl 基合金中 / 界面关系的测定结果相似。这可能与 / 孪晶界面

具有最小的晶错配度和最低的界面能有关<sup>[13]</sup>。值得注意的是，本研究所用样品中也含有 Mn, Nb 等合金元素。但由于这些合金元素并不会在 / 界面偏聚<sup>[14]</sup>，因而其统计分布仍然与二元束集孪生片状 TiAl 基合金中 / 界面关系的统计分布相当。少量的反相畴界的出现可能与合金快速凝固过程中与其他层片界面的反应有关<sup>[15]</sup>。

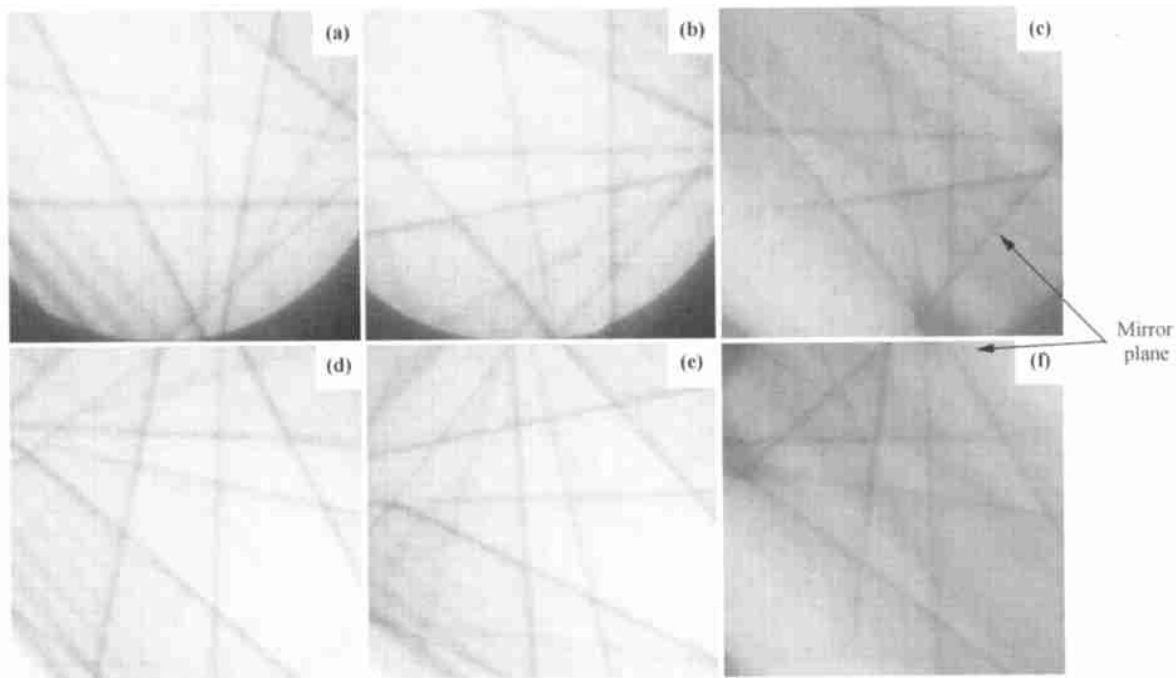


图5 图3中基体 (a) — (c) 和孪晶 (d) — (f) 层片的高阶劳厄带花样

Fig. 5 334 HOLZ line patterns from matrix orientations (a) — (c) and twin orientations (d) — (f) of fig. 3  
(a)  $[343]$ ; (b)  $[433]$ ; (c)  $[334]$ ; (d)  $[343]$ ; (e)  $[433]$ ; (f)  $[334]$

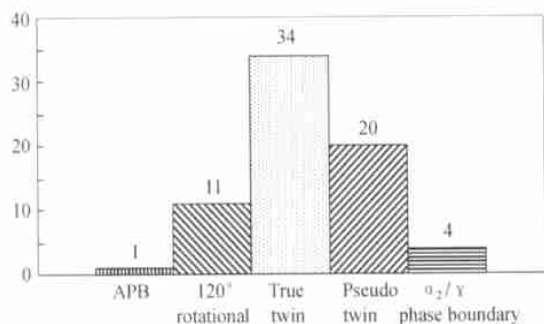


图6  $\alpha_1/\alpha_2$  和  $\alpha_2/\gamma$  界面关系统计分布

(数字表示具有不同取向关系的界面数量)

Fig. 6 Frequency distribution of  $\alpha_1/\alpha_2$  and  $\alpha_2/\gamma$  interface types (the quantity represents the number of the differently oriented lamellae)

真孪晶界面的比例最高, 伪孪晶界面次之, 旋转  $120^\circ$  / 界面再次之。TiAl 合金中偶尔也会出现 / 反相畴界。

### 参考文献

- [1] 陈玉勇, 孔凡涛. TiAl 基合金新材料研究及精密成形 [J]. 金属学报, 2002, 38 (11): 1141—1148.
- [2] BLACKBURN M J. Some aspects of phase transformations in titanium alloys [A]. YAFFE R, PROMISEL N. The Science Technology and Applications of Titanium [C]. Oxford: Pergamon, 1970. 633—642.
- [3] INUI H I, OH M H, NAKAMURA A, YAMAGUCHI M. Compositional variations at TiAl-TiAl lamellar boundaries in binary and some ternary polysynthetically twinned Ti-Al [J]. Phil Mag, 1996, A74: 451—464.
- [4] JIN Z, GRAY III G T, YAMAGUCHI M. Mechanical twinning in a  $45^\circ \bar{3}21$  oriented polysynthetically twinned TiAl crystal at a high strain rate and a high temperature [J]. Phil Mag, 1998, A78: 239—253.
- [5] JIN Z, GRAY III G T. Experimental determination of domain orientations and domain orientation relationships across lamellar interfaces in polysynthetically twinned TiAl crystals [J]. Mater Sci Eng, 1997, A231: 62—71.
- [6] ZGHAL S, NAKA S, COURET A. A quantitative TEM analysis of the lamellar microstructure in TiAl based alloys [J]. Acta Mater, 1997, 45: 3005—3015.
- [7] STEEDS J W. Convergent beam electron diffraction [A]. HREN J J, GOLDSTEIN J I, JOY D C. Introduction to Analytical

(下转第 11 页)

## 3 结论

(1) 利用汇聚束电子衍射方法对一种具有双态组织的 Ti-47% Al-2% Mn-2% Nb (原子分数) + 0.8% (体积分数) TiB<sub>2</sub> XD<sup>TM</sup> 合金中 相晶体学取向进行了唯一测定。实验结果表明, 仅利用一套 334 高阶劳厄带花样就可以完全决定该合金中 层片的晶体学取向。

(2) TiAl 合金中 / 界面有四种, 即绕 111 旋转  $120^\circ$  旋转  $180^\circ$  呈镜面对称真孪晶、旋转  $60^\circ$  呈镜面对称的伪孪晶和反相畴界面关系。统计分析表明,

蠕变变形主要集中于屋顶式基体通道,且蠕变过程中出现明显的相剪切现象。这是由于 $[011]$ 取向的八面体滑移系数较少和位错运动受到限制,从而导致蠕变以较高的蠕变速率进行,并产生堆垛层错,见图4b。与 $[001]$ 和 $[011]$ 取向相比, $[111]$ 取向的八面体滑移系具有较低的Schmid因子,滑移系容易被激活,三个方向的基体通道变形均匀,见图4c。

### 3 结论

(1) 760 条件下DD6合金具有明显的拉伸蠕变性能各向异性。

(2) 在580MPa条件下,DD6合金 $[001]$ 和 $[111]$ 取向的蠕变寿命相近且较高,而 $[011]$ 取向的蠕变寿命较低;在600、620和640MPa条件下, $[111]$ 取向的蠕变寿命较高,而 $[001]$ 和 $[011]$ 取向的蠕变寿命较低。

(3) 在相同蠕变试验条件下, $[001]$ 、 $[011]$ 和 $[111]$ 取向DD6合金的蠕变应变速率变化不同。 $[001]$ 和 $[111]$ 取向塑性好,变形协调能力强,初始蠕变速率和稳态蠕变速率较低;而 $[011]$ 取向塑性差,变形协调能力弱,初始蠕变速率和稳态蠕变速率较高; $[001]$ 和 $[011]$ 取向的蠕变应变速率增加较大;而 $[111]$ 取向的蠕变应变速率变化缓慢。

(4) 较小蠕变量条件下三个取向的DD6合金蠕变行为相同,都是位错在 $(111)$ 面上滑移以及反应的结果。 $[001]$ 取向蠕变变形主要集中于应力较高的水平基体通道; $[011]$ 取向蠕变变形主要集中于应力较高的屋顶式基体通道,蠕变过程中产生堆垛层错,存在明显的相剪切现象; $[111]$ 取向蠕变过程中三种基体通道应力水平大致相同,基体变形均匀。

#### 参考文献

- [1] 岳珠峰,吕震宙.镍基单晶合金蠕变第一阶段性能晶体取向相关性研究[J].材料科学与工艺,1998,6(2):48—52.
- [2] MACKAY R A, MAIER R D. The influence of orientation on the stress rupture properties of nickel-based superalloy single crystals[J]. Metall Trans, 1982, 13A: 1747—1755.
- [3] CARON P, OHTA Y, NAKAGAWA Y G and KHAN T. Creep deformation anisotropy in single crystal superalloys[A]. Superalloys 1988 [C]. Pennsylvania: Warrendale, 1988.
- [4] 彭志方,严演辉.镍基单晶高温合金CMSX-4相形态演变及蠕变各向异性[J].金属学报,1997,33:1147—1154.
- [5] LI JIARONG, ZHONG ZHENGANG, TANG DINGZHONG, et al. A low cost second generation single crystal superalloy DD6 [A]. Superalloys 2000 [C]. Pennsylvania: Warrendale, 2000.
- [6] 中国航空材料手册编委会.中国航空材料手册第二卷[M].第2版.北京:中国标准出版社,2002.

- [7] SASS V, GLATZEL U, FELLER-KNIEPMEIER M. Anisotropic creep properties of the nickel-base superalloy CMSX-4 [J]. Acta Mater, 1996, 44: 1967—1977.
- [8] 尹泽勇,岳珠峰,杨治国,成晓鸣.各向异性单晶合金结构强度与寿命[M].北京:国防工业出版社,2003.
- [9] 李嘉荣,刘世忠,王开国,李骋,钟振刚.第二代单晶合金DD6的拉伸性能[J].钢铁研究学报,2003,15(2):272—275.
- [10] GUNTURI S S K, MACLACHLAN D W, KNOWLES D M. Anisotropic creep in CMSX-4 in orientations distant from 001 [J]. Mater Sci Eng, 2000, A289: 289—298.

收稿日期:2004-3-24;修订日期:2004-04-12

作者简介:王开国(1973-),男,博士研究生,从事单晶高温合金研究,

联系地址:北京市81信箱1分箱(100095)。

\* \* \* \* \*

(上接第6页)

Electron Microscopy [C]. New York: Plenum Press, 1979. 387—422.

- [8] CHEN S H, et al. Microstructural characterisation of a creep-deformed TiAl-base Ti-47 Al-2 Nb-2 Mn (at. %) + 0.8 vol. % TiB<sub>2</sub> alloy [J]. Mater Sci Eng, 2001, A300: 299—308.
- [9] YAMAGUCHI M, UMAKOSHI Y. The deformation behaviour of intermetallic superlattice compounds [J]. Prog Mater Sci, 1990, 34: 1—148.
- [10] STADELMANN A. A software package for electron diffraction analysis and hrem image simulation in materials science [J]. Ultramicroscopy, 1987, 21: 131—146.
- [11] JIN Z, GRAY III G T. On deformation twins and twin-related lamellae in TiAl [J]. J Mater Sci, 1998, 33: 77—83.
- [12] HEAD A K. Computed electron micrograph and defect identification [M]. Amsterdam: North-Holland Publishing Company, 1973.
- [13] INUI H, et al. Deformation structures in Ti-rich TiAl polysynthetically twinned crystals [J]. Phil Mag, 1992, A66: 557—573.
- [14] INUI H, et al. Compositional variations at TiAl-TiAl<sub>3</sub> lamellar boundaries in binary and some ternary polysynthetically twinned Ti-Al [J]. Phil Mag, 1996, A74: 451—464.
- [15] DENQUIN A, NAKA S. On the existence of transformation-induced antiphase boundaries in the  $\gamma$ -phase of two-phase TiAl-based alloys [J]. Phil Mag Lett, 1993, 68: 13—20.

收稿日期:2003-08-14;修订日期:2003-12-24

作者简介:陈善华(1965-),男,现为成都理工大学材料与生物工程学院副教授,留德博士,长期从事金属材料结构与性能研究.联系地址:成都市成华区二仙桥东三路1号,成都理工大学材料与生物工程学院(610059)。