

全片层与双态组织高铌 TiAl 合金 高温原位拉伸研究

In-situ Tensile Study for Fully Lamellar and Duplex
Microstructures of High Nb Containing TiAl
Alloys at Elevated Temperature

焦泽辉^{1,2,3}, 宋西平⁴, 张 敏⁴, 于慧臣^{1,2,3}

(1 北京航空材料研究院 航空材料检测与评价北京市重点实验室, 北京 100095;

2 北京航空材料研究院 先进高温结构材料重点实验室, 北京 100095;

3 中航试金石检测科技有限公司, 北京 100095;

4 北京科技大学 新金属材料国家重点实验室, 北京 100083)

JIAO Ze-hui^{1,2,3}, SONG Xi-ping⁴, ZHANG Min⁴, YU Hui-chen^{1,2,3}

(1 Beijing Key Laboratory of Aeronautical Materials Testing and Evaluation,

Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China;

2 Science and Technology on Advanced High Temperature Structural Materials Laboratory,

Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China;

3 AVIC Testing Innovation Cooperation, Beijing 100095, China;

4 State Key Laboratory for Advanced Metals and Materials, University of Science and
Technology Beijing, Beijing 100083, China)

摘要: 利用原位观察的方法研究了全片层(Fully Lamellar, FL)组织与双态(Duplex, DP)组织高铌 TiAl 合金在 750℃ 下的拉伸力学行为。结果表明:DP 组织具有较好的抗拉强度和塑性,其抗拉强度为 958MPa,断面收缩率为 45.1%,FL 组织抗拉强度较低且几乎没有塑性;随着拉伸应力的增加,DP 组织合金试样表面存在一个大量裂纹萌生和扩展的过程,这些裂纹均匀分布在试样表面,主要以萌生为主,几乎难以扩展,而在 FL 组织中只能观察到少量的裂纹萌生现象;拉伸断裂后的 DP 组织合金的裂纹是由多个孔洞合并而成,呈蠕虫状且尺寸很小,FL 组织中与拉伸方向垂直或呈一较大夹角的片层团界及片层界较易萌生裂纹,在临近断口区域,裂纹主要以穿层扩展为主。

关键词: 高铌 TiAl 合金;全片层组织;双态组织;原位拉伸

doi: 10.3969/j.issn.1001-4381.2013.09.016

中图分类号: TG146.2 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-4381(2013)09-0079-05

Abstract: The high Nb containing TiAl alloys with fully lamellar (FL) and duplex (DP) microstructures were investigated based on the *in-situ* tension tests at 750℃. The results show that DP has better tensile strength of 958MPa and area reduction of 45.1%. FL has lower tensile strength and little ductility. The microcracks initiation and propagation occur on DP specimen surface. The amount of microcracks increases and the microcracks widely distribute with the increasing loading. The microcracks hardly grow after initiation. There are a small number of microcracks observed on FL specimen surface. For DP structure, the vermiculated cracks form through the coalition of small holes. For FL structure, microcracks initiate along interlamellar and colony boundaries, being perpendicular or a large angle to the loading axis. But near the fractured location, it is the translamellar propagation cracks that result in the rupture.

Key words: high Nb containing TiAl alloy; FL microstructure; DP microstructure; *in-situ* tensile

TiAl 合金具有高的比强度、比模量、良好的高温抗氧化性及抗蠕变能力,并且其密度仅为镍基高温合金的一半,是用于未来高推重比和大涵道比发动机的

理想结构材料,在保证发动机使用可靠性与耐久性的前提下,可达到理想的减重效果。高铌含量的添加使得 TiAl 合金在保持低密度的优势下,其使用温度提高

了 60~100℃,强度提高了 300~500MPa,高温抗氧化性能达到了涡轮盘用镍基高温合金水平,有望在600~850℃温度区间成为高温合金的替代材料^[1]。研究表明^[1-9],TiAl 合金的力学性能受微观组织的影响显著,并且不同显微组织合金的断裂机制差异较大,因此,本工作选用高铌含量的 TiAl 合金为研究对象,结合其可以在更高温度下使用的特点,利用原位观察技术研究了 750℃ 下全片层与双态两种典型组织高铌 TiAl 合金的拉伸力学行为,并对拉伸断裂后的试样表面进行进一步的观察研究。

1 实验材料与方法

实验所用合金为锻造高铌 TiAl 合金,名义成分如

下:Ti-45Al-7Nb-0.2W-0.2Hf-0.3B-0.15C(原子分数/%)。原始显微组织为双态(Duplex, DP)组织(见图 1(a)),由各约占 50%体积分数且尺寸约为 5μm 的等轴 γ 晶粒及细小不规则片层团组成。将 DP 组织合金在 1340℃ 下保温 12h,随后在 900℃ 保温 30min,最后在空气中冷却,得到全片层(Fully Lamellar, FL)组织合金(见图 1(b)),片层团尺寸约为 100μm,片层宽度小于 1μm。

原位拉伸实验在 SEM-SERVO 原位疲劳试验机上进行。试样为薄片状,尺寸见图 2,厚度范围为 0.8~1.0mm。用线切割的方法从两种组织合金原料中取样,再用金相砂纸将样品所有表面及侧面粗磨、细磨到 2000# 并进行抛光。

将制备好的试样安装在疲劳试验机试验台上,并

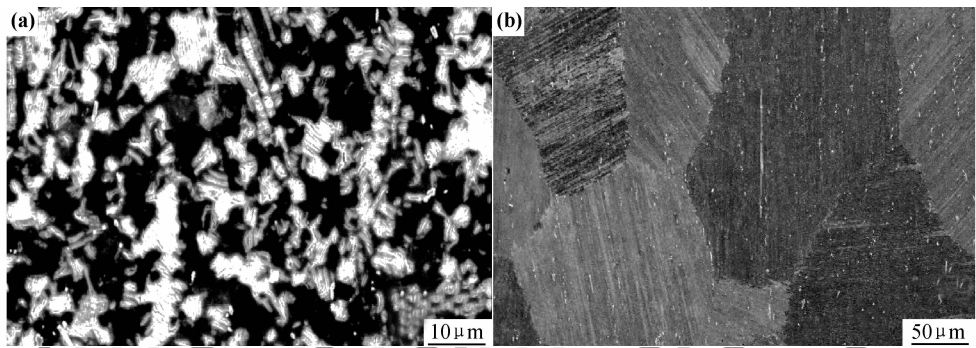


图1 高铌 TiAl 合金显微组织 (a)DP 组织;(b)FL 组织
Fig.1 Microstructures of high Nb containing TiAl alloy (a)DP microstructure;(b)FL microstructure

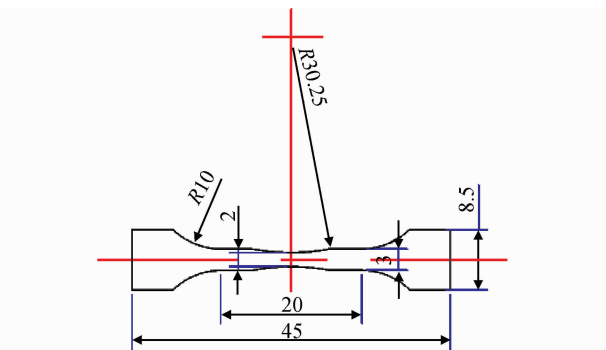


图2 拉伸试样形状及尺寸
Fig.2 The specimen size of tensile test

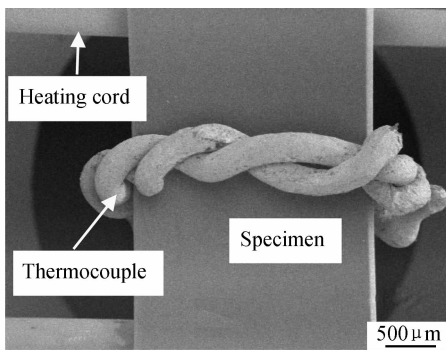


图3 高温原位拉伸试样宏观形貌
Fig.3 The macroscopical graphics of *in-situ* test specimen at elevated temperature

装好电热丝及热电偶,电热丝的主要加热部位为样品的中间圆弧段,盖上高温罩后将试验台小心推入扫描电镜样品舱,开始实验。图 3 显示拉伸实验前试样在扫描电镜舱内的宏观形貌。实验温度为 750℃,真空环境,真空度为 10⁻⁵Pa,拉伸实验采用载荷控制,加载速率为 0.06kN/min。在进行拉伸实验的同时利用扫描电镜实时观察试样在加载过程中的变形行为,并对拉伸断裂后的试样表面进行观察研究。

2 结果与分析

2.1 拉伸实验结果

图 4 显示 750℃ 下高铌 TiAl 合金 FL 组织与 DP 组织的拉伸 σ-ΔL 曲线,表 1 为相应的拉伸力学性能结果。可见,与 FL 组织相比,DP 组织具有较好的抗拉强度及高温塑性,FL 组织在 750℃ 下几乎无塑性。

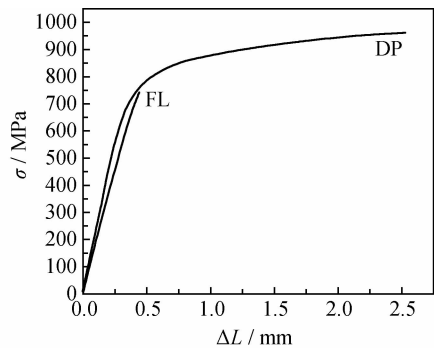


图 4 750℃下高铌 TiAl 合金 σ - ΔL 拉伸曲线
Fig. 4 The σ - ΔL tensile curves of high Nb containing TiAl alloys at 750℃

2.2 原位观察结果

图 5 显示 750℃下拉伸过程中 FL 组织合金的变形情况。拉伸前,试样表面观察不到微裂纹(图 5 (a)),当应力达到 683MPa 时(抗拉强度为 745MPa),试样表面边缘开始出现微裂纹,但数量很少(图 5 (b))。随着载荷的进一步增大,在试样临近断裂时,中间部位可观察到少量微裂纹(图5(c))。这说明在

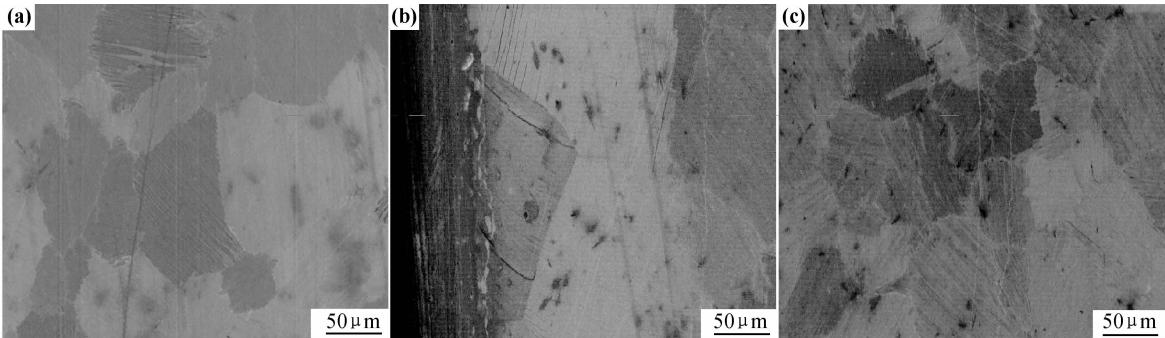


图 5 FL 组织合金 750℃时的原位拉伸结果 (a)初始形貌;(b)683MPa;(c)743MPa(断裂前)
Fig. 5 Micrographs of *in-situ* observation of FL microstructure alloys at 750℃
(a)original microstructure;(b)683MPa;(c)743MPa (near fracturing)

2.3 表面裂纹形貌

图 7 显示 FL 组织合金在 750℃下拉伸断裂后的表面形貌。图 7(a),(b)显示取向与拉伸方向垂直或呈一较大夹角的片层边界及片层界是裂纹的主要分布区域。图 7(c)显示在断口附近出现了穿层裂纹。图 7 (d)显示断口附近的裂纹穿层扩展时的形态,说明当裂纹尺寸较大时,片层组织中的裂纹沿着片层界扩展时容易破断一个个片层而穿层扩展,形成大量台阶。裂纹与裂纹之间会形成韧带区,通过剪切这些韧带区(如图 7 中箭头所指),裂纹发生桥接,形成一个更大尺寸的裂纹。由于片层组织中裂纹穿层扩展时受到的阻力较大,容易形成台阶及韧带,因此扩展路径比较弯曲。

图 8 显示 DP 组织合金 750℃下拉伸断裂后的表

拉伸应力作用下,FL 组织 TiAl 合金试样表面在其临近断裂时会出现少量的微裂纹。

表 1 高铌 TiAl 合金在 750℃时的拉伸力学性能
Table 1 The mechanical properties of high Nb containing TiAl alloys at 750℃

Microstructure	σ_b /MPa	ψ /%
DP	958	45.1
FL	745	2

图 6 显示 750℃下拉伸过程中 DP 组织合金的变形情况。与 FL 组织合金不同,DP 组织试样表面在整个拉伸过程中出现了大量的微裂纹。在应力达到 850MPa 时,试样表面开始观察到微裂纹的萌生现象,且随着载荷的增加,裂纹不断萌生,数量越来越多,最后均匀分布在试样表面。萌生裂纹的方向与拉伸方向垂直。图 6 中箭头所指裂纹在整个实验过程中尺寸未发生太大变化,这说明 DP 组织合金在受拉力时较易萌生裂纹,但不易扩展,尺寸基本维持在 5~10 μ m 之间,这可能与该 DP 组织合金中细小的片层团及 γ 晶粒有关。

面形貌。图 8(a)显示裂纹密集分布在试样表面,呈蠕虫状。图 8(b)显示 DP 组织合金的裂纹是由多个孔洞合并而成,且尺寸很小。图 8(c)是 DP 组织的断口形貌图,呈现出一种类似冰山融化的形貌,这可能是由细小的 DP 组织晶粒发生较大塑性变形后形成的,表明 DP 组织高铌 TiAl 合金在 750℃下的拉伸断裂属于韧性断裂。

3 讨论

表 1 与图 4 显示,750℃时,本实验中的 DP 组织高铌 TiAl 合金的抗拉强度 σ_b 为 958MPa,断面收缩率 ψ 为 45.1%,表现出良好的拉伸力学性能;FL 组织与

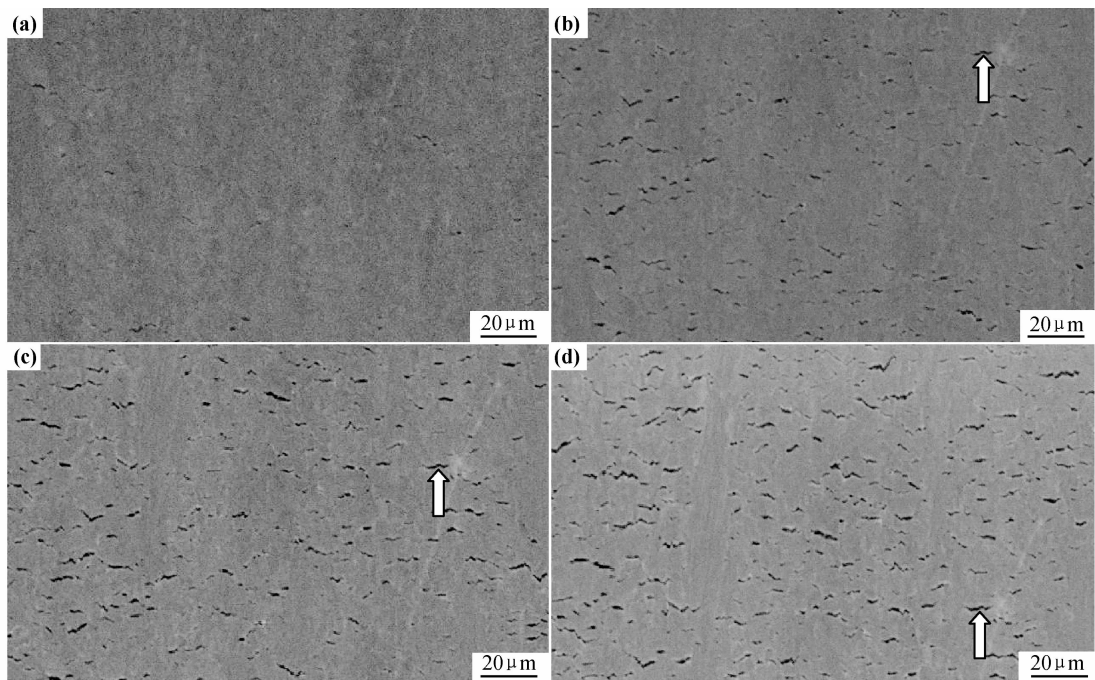


图 6 DP 组织合金 750℃时的原位拉伸结果 (a)850MPa;(b)899MPa;(c)921MPa;(d)956MPa(断裂前)
Fig. 6 Micrographs of *in-situ* observation of DP microstructure alloys at 750℃
(a)850MPa;(b)899MPa;(c)921MPa;(d)956MPa (near fracturing)

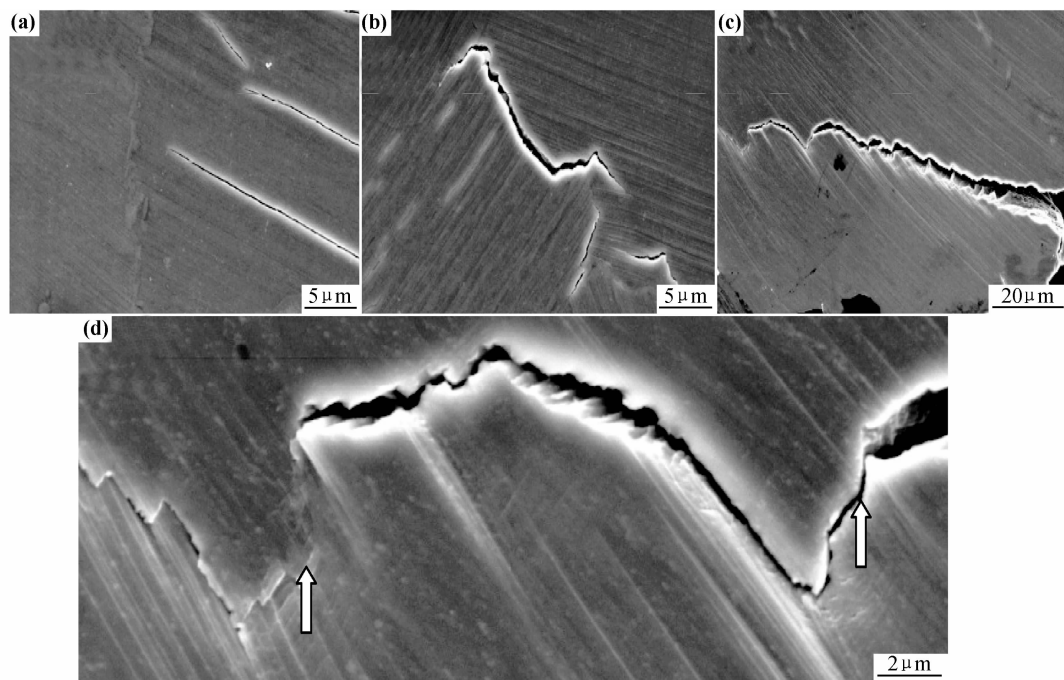


图 7 FL 组织合金 750℃时拉伸断裂后的表面形貌 (a)片层界裂纹;(b)片层团界裂纹;(c)穿层裂纹;(d)弯曲的裂纹扩展路径
Fig. 7 Surface morphology of the fractured FL microstructure alloys at 750℃
(a)interlamellar cracks;(b)colony boundary cracks;(c)translamellar cracks;(d)snaky crack propagation paths

DP 组织相比,抗拉强度较低,且几乎没有塑性。其原因如下:(1)二者晶粒尺寸不同。DP 组织的晶粒尺寸约为 5μm,FL 组织的晶粒尺寸约为 100μm。根据 Kim, Mercer 等^[10-13]的研究结论,TiAl 合金的屈服

强度与晶粒尺寸符合 Hall-Petch 公式,即: $\sigma_y = \sigma_0 + k_{gb} \cdot d^{-1/2}$ (σ_0, k_{gb} 为与材料有关的常数; d 为晶粒尺寸),晶粒越小,强度越高。(2)显微组织对力学性能影响较大。DP 组织中具有一定比例的细小不规则 γ/α_2

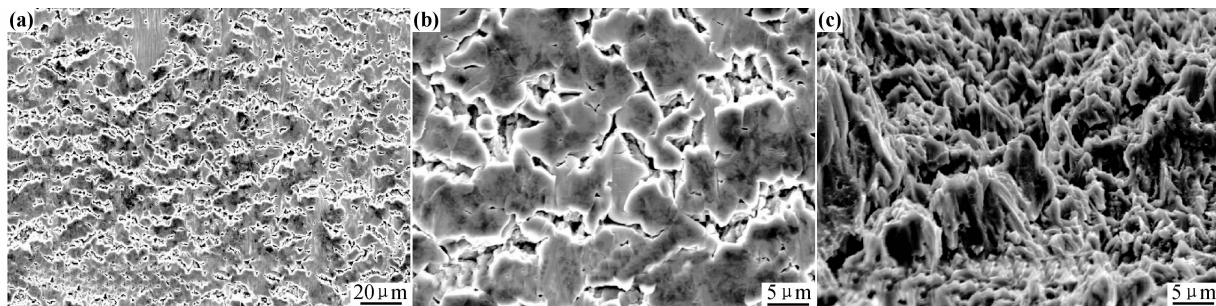


图8 DP组织合金750℃时拉伸断裂后表面形貌 (a)表面宏观形貌;(b)距离断口较远处表面形貌;(c)断口形貌

Fig. 8 Surface morphology of the fractured DP microstructure alloys at 750℃

(a)surface macro morphology;(b)morphology far from the fractured section;(c)fracture morphology

片层组织,其中 α_2 -Ti₃Al相可降低派纳力(P-N stress)的各向异性,使普通位错和形变孪生较单相合金更容易开动,还可增加相界面,且层状组织中的 γ 板条与 α_2 相之间有四种取向的孪晶关系,增加合金的滑移分散度,使塑性得到提高^[1];另外,片层组织周围细小的 γ 晶粒也起到协调片层组织变形的作用,因此,DP组织表现出较好的强度和塑性;FL组织合金中只含有片层组织,其变形的各向异性使片层团边界容易形成应力集中,导致材料过早开裂,故抗拉强度和塑性较差^[14]。

图5,6显示,随着拉伸应力的增加,DP组织高铌TiAl合金试样表面存在一个大量裂纹萌生和扩展的过程。从开始出现裂纹萌生现象到材料断裂,实验载荷持续增加了大约106MPa,并且裂纹主要以萌生为主,萌生之后的裂纹几乎难以扩展,当裂纹数量达到一定程度时,相邻裂纹产生合并,最终导致材料断裂。这一现象证明了DP组织高铌TiAl合金具有较高的高温强度和塑性;FL组织高铌TiAl合金试样在拉伸过程中较难观察到大量的裂纹萌生和扩展现象。其原因是在FL组织中,裂纹从萌生到扩展的过渡时期较短,试样中一旦萌生裂纹,便会迅速扩展,导致材料瞬间断裂,这也是造成它具有较低抗拉强度和塑性的原因。

图7显示,在750℃下,FL组织高铌TiAl合金中的裂纹主要分布在与拉伸方向垂直或呈一较大夹角的片层团界及片层界。有研究认为^[5],裂纹容易在片层组织的 γ/α_2 片层界萌生扩展,其原因是 α_2 相形变时需要激发较为困难的 $\langle 11\bar{2}0 \rangle \{1\bar{1}00\}$ 柱面滑移或 $\langle 11\bar{2}6 \rangle \{11\bar{2}1\}$ 锥面滑移,所以 α_2 板条以及 γ/α_2 片层界面的滑移和孪生难以进行,导致合金具有一定的脆性;裂纹在片层团界萌生扩展主要归因于高温拉伸时片层团之间的不协调变形从而产生应力集中;与拉伸方向垂直或呈一较大夹角的片层界或片层团界所受拉伸载荷作用力最大,故这些区域最易萌生裂纹;在临近断口的区

域,局部应力集中较大,且此时的裂纹长度已达到了极限裂纹长度,尖端应力集中因子较大,裂纹极易破断片层实现快速穿层断裂。

对于DP组织高铌TiAl合金的高温断裂机制,文献^[6]从扩散的角度给出了这样的解释:当晶界处存在晶界弯折时,在与应力垂直的横向晶界的弯折处易产生空洞。高温下,特别是低变形速率条件下,裂纹的形成与扩展可能与扩散过程密切相关。合金中由于变形的发生,晶体缺陷如空位不断增多,这些空位为了减少其表面能,在外应力作用下,沿一定方向晶界聚集,使空洞逐渐长大,在晶界形成一串“空洞珠”,空洞相互结合而发展成具有波浪形截面的裂纹,这些裂纹继续扩展,与其他晶间裂纹互相连通,导致塑性晶间断裂。

4 结论

(1)750℃时,DP组织高铌TiAl合金具有较好的抗拉强度和塑性,其抗拉强度为958MPa,断面收缩率为45.1%;FL组织抗拉强度较低且几乎没有塑性。

(2)750℃时,随着拉伸应力的增加,DP组织高铌TiAl合金试样表面存在一个大量裂纹萌生和扩展的过程,这些裂纹均匀分布在试样表面,主要以萌生为主,几乎难以扩展;在FL组织中较难观察到裂纹大量萌生的现象。

(3)750℃时,DP组织高铌TiAl合金的裂纹是由多个空洞合并而成,呈蠕虫状且尺寸很小;对于FL组织合金,与拉伸方向垂直或呈一较大夹角的片层团界及片层界较易萌生裂纹,在临近断口区域,裂纹主要以穿层扩展为主。

参考文献

- [1] 陈国良,林均品.有序金属间化合物结构材料物理金属学基础[M].北京:冶金工业出版社,1999.285—341.
- [2] 张永刚,韩雅芳,陈国良,等.金属间化合物结构材料[M].北京:国防工业出版社,2000.762—779.

- [48] MOTOYUKI I, MIWA Y, YOSUKE N. Effect of structure of cationic dispersants on stability of carbon black nanoparticles and further process ability through layer-by-layer surface modification[J]. Chemical Engineering Science, 2012, 69(1): 1—8.
- [49] MOTOYUKI I, HIDEHIRO K. Layer-by-layer surface modification of functional nanoparticles for dispersion in organic solvents[J]. Langmuir, 2010, 26(23): 17943—17948.
- [50] YOSUKE N, MOTOYUKI I, HIDEHIRO K. Hydrophobic group functionalization of polyethyleneimine for controlling dispersion behavior of silicon carbide nanoparticles in aqueous suspension[J]. Journal of the American Ceramic Society, 2012, 95(11): 3448—3454.
- [51] KRISTOFFERSSON A. Water-based Tape Casting of Ceramics and Fabrication of Ceramic Laminates[M]. Swepub: Chalmers University of Technology, 1999. 766.
- [52] YOSHIHIRO H, SHUHEI T, JUN I. Interactions in the silicon carbide-polyacrylic acid-yttrium ion system[J]. Journal of the European Ceramic Society, 2004, 86(1): 5—11.
- [53] LEE J H, YONATHAN P, YOON D H, et al. Dispersion stability and its effect on tape casting of solvent-based SiC slurries[J]. Journal of Ceramic Processing Research, 2009, 10(3): 301—307.
- [54] WANG S C, CHENG W, WEI J. Electrokinetic properties of nanosized SiC particles in highly concentrated electrolyte solutions[J]. Journal of the American Ceramic Society, 2004, 84(7):

1411—1414.

- [55] ZHANG J X, XU Q, YE F, et al. Effect of citric acid on the adsorption behavior of polyethylene imine(PEI) and the relevant stability of SiC slurries[J]. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, 2006, 276(1—3): 168—175.
- [56] YANG C R, YANG C H, CHEN P Y. Study on anisotropic silicon etching characteristics in various surfactant added tetramethyl ammonium hydroxide water solutions[J]. Journal of Micromechanics and Microengineering, 2005, 15(11): 127—130.
- [57] BASTARDO L A, MÉSZÁROS R, VARGA I, et al. Deuterium isotope effects on the interaction between hyper branched polyethylene imine and an anionic surfactant[J]. J Phys Chem B, 2005, 109(33): 16196—16202.

收稿日期: 2012-12-18; 修订日期: 2013-07-08

作者简介: 刘亚虎(1986—), 男, 硕士, 主要从事纳米碳化硅材料及其器件方面的工作, 联系地址: 甘肃省兰州市天水南路 222 号兰州大学物理学院微电子所 4006 室(730000), E-mail: liuyahu11@lzu.edu.cn

通讯作者: 杨建红(1965—), 男, 博士, 教授, 博士生导师, 主要研究领域: 碳化硅纳米材料、半导体器件物理及模型的研究, 联系地址: 甘肃省兰州市天水南路 222 号兰州大学物理科学与技术学院微电子研究所(730000), E-mail: yangjh@lzu.edu.cn

(上接第 83 页)

- [3] KIM Y W. Intermetallic alloys based on gamma titanium aluminide[J]. JOM, 1989, 41(7): 24—30.
- [4] KIM Y W. Ordered intermetallic alloys, part III: gamma titanium aluminides[J]. JOM, 1994, 46(7): 30—39.
- [5] 邓忠勇, 黄伯云, 贺跃辉, 等. 显微组织对 TiAl 基合金超塑性的影响[J]. 材料工程, 1999, (12): 26—43.
- DENG Z Y, HUANG B Y, HE Y H, et al. Effect of microstructure on the superplasticity of TiAl-based alloy[J]. Journal of Materials Engineering, 1999, (12): 26—43.
- [6] CHAN K S, ONSTOTT J, KUMAR K S. The fracture resistance of a binary TiAl alloy[J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2000, 31(1): 71—80.
- [7] CHAN K S, KIM Y W. Relationships of slip morphology, microcracking, and fracture resistance in a lamellar TiAl alloys[J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 1994, 25(6): 1217—1228.
- [8] HUANG S C, HALL E L. Plastic deformation and fracture of binary TiAl base alloy[J]. Metall Trans A, 1991, 22(2): 427—439.
- [9] CHAN K S, KIM Y W. Influence of microstructure on crack-tip micromechanics and fracture behaviors of a two phase TiAl alloy[J]. Metall Trans A, 1992, 23(6): 1663—1677.
- [10] KIM Y W. Effects of microstructure on the deformation and

fracture of γ -TiAl alloys[J]. Materials Science and Engineering: A, 1995, 192—193: 519—533.

- [11] MERCER C, SOBOYEJO W O. Hall-Petch relationships in gamma titanium aluminides[J]. Scripta Metall, 1996, 35(1): 17—22.
- [12] CHU W Y, THORNPSON A W. Effects of grain size on yield strength in TiAl[J]. Scripta Metall, 1991, 25(3): 641—644.
- [13] SOBOYEJO W O, SCHWARTZ D S, SASTRY S M L. An investigation of the fracture behavior of gamma based titanium aluminides: effects of annealing in the $\alpha + \gamma$ and $\alpha_2 + \gamma$ phase fields[J]. Metall Trans A, 1992, 23(7): 2039—2059.
- [14] 孔凡涛, 陈子勇, 田竞, 等. 提高 TiAl 基合金室温塑性的方法[J]. 稀有金属材料与工程, 2003, 32(2): 81—86.
- KONG F T, CHEN Z Y, TIAN J, et al. Methods of improving room temperature ductility of TiAl based alloys[J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2003, 32(2): 81—86.

基金项目: 国家“973”计划项目(2011CB605506)

收稿日期: 2012-01-04; 修订日期: 2013-03-26

作者简介: 焦泽辉(1986—), 男, 硕士, 主要从事航空发动机材料力学性能研究, 联系地址: 北京市 81 信箱 23 分箱(100095), E-mail: jiaozehui@163.com