DOI:10.16410/j.issn1000-8365.2022.2328

α 凝固 TiAl 合金显微组织细化

高文强[1,2],刘　川[1,2,3],楚玉东[1,2],谭　超[4]

(1. 西北工业大学重庆科创中心,重庆 401135; 2. 重庆三航新材料技术研究院有限公司,重庆 401135; 3. 西北工业大学航空学院,陕西 西安 710072; 4. 西北工业大学 材料学院,陕西 西安 710072)

摘　要:片层 TiAl 合金因其低密度和优异的高温性能,成为 650~900 ℃下取代镍基高温合金的候选材料。本文研究了热等静压和循环热处理的联合工艺对 TiAl 基合金(Ti-47Al-7Nb-2.5V-1Cr,原子百分比)中片层团尺寸的影响。结果表明,TiAl 基合金热等静压后的微观组织分布很不均匀,但晶粒得到了细化。经单级热处理(HT1)后,TiAl 基合金的片层团尺寸较为粗大,达到毫米级;而经双温热处理(HT2:1 200 ℃/20 min→1 000 ℃/20 min)可得到几乎全部为等轴 γ 相的组织;3 次热循环处理后的 TiAl 基合金中片层团得到细化,其尺寸为 50~80 μm,且相较于单级热处理的 TiAl 基合金的力学性能得到显著提升。

关键词:TiAl 合金;片层组织;循环热处理;晶粒细化;力学性能

中图分类号:TG132.3+2　　**文献标识码**:A　　**文章编号**:1000-8365(2022)12-1063-05

Microstructural Refinement of α Solidified TiAl Alloy

GAO Wenqiang[1,2], LIU Chuan[1,2,3], CHU Yudong[1,2], TAN Chao[4]

(1. Innovation Center NPU Chongqing, Chongqing 401135, China; 2. Sanhang Advanced Materials Research Institute Co., Ltd., Chongqing 401135, China; 3. School of Aeronautics, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China; 4. School of Materials Science and Engineering, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China)

Abstract: The laminated TiAl-based alloy (Ti-47Al-7Nb-2.5V-1Cr, atomic percent) has been known as a candidate material to replace Ni-based superalloys at 650~900 ℃ due to their low density and excellent high temperature properties. In this paper, a novel method of refining the lamellar structure in TiAl-based alloys by the combination of hot isostatic processing and cyclic heat treatment is proposed. The results show that the microstructure of the TiAl-based alloy is not evenly distributed after hot isostatic pressure treatment, but its grains are further refined. Afterwards, the lamellar size of TiAl-based alloy is relatively large, up to millimeters, after single heat treatment (HT1). Nevertheless, almost all equiaxed γ phase can be obtained after double temperature heat treatment (HT2: 1 200 ℃/20 min→1 000 ℃/20 min). Moreover, the lamellar structure of the TiAl-based alloy is refined after 3 cyclic heat treatment, and its size ranges from 50 to 80 μm, of which the mechanical properties are significantly improved compared with those of the single stage heat treatment.

Key words: TiAl alloy; lamellar microstructure; cyclicheat treatment; grain refinement; mechanical properties

γ-TiAl 金属间化合物具有低密度、高比强度、高比刚度以及优异的蠕变性能,使其在航空航天发动机制造领域极具潜力。TiAl 合金的使用温度为 650~900 ℃,处于高温钛合金使用温度的上限,用于替代镍基高温合金可有效地减轻发动机的质量。传统 TiAl 合金的使用温度在 650~700 ℃之间,例如 Ti-48Al-2Cr-2Nb(4822)合金和 Ti-45Al-2Mn-2Nb-0.8%TiB_2(体积分数)合金(45XD)[1-3]。近年来,随着 Nb、Mo 等合金元素的加入,TiAl 合金的高温性能得到进一步提升,其服役温度也提高至 750 ℃左右[4-5]。TiAl 合金优异的高温性能与其内部微观组织类型密切相关,其典型微观组织主要包括全片层、近片层、双态、近 γ 等 4 种,其中全片层组织具有优异的高温强度和高温抗蠕变性能[6-11]。因此,全片层组织是 TiAl 合金服役条件下最为理想的组织。

包晶 TiAl 合金是传统 TiAl 合金中非常重要的一类合金。由于其 γ 相的含量较高,使得其片层组织具有较好的稳定性。然而,包晶 TiAl 合金的片层组织一般比较粗大,其最大尺寸可达到毫米级别,导致该类合金的室温塑性和强度都较低。因此,一般通过细化片层组织的方式,提高包晶 TiAl 合金的强度和

收稿日期:2022-11-17

基金项目:重庆市高端研发机构项目(5110190001);凝固技术国家重点实验室自主课题(2022-TS-06)

作者简介:高文强(1981—),学士,高级工程师.研究方向:轻质高温合金制备技术研究工作.电话:15353736564,Email:15353736564@163.com

通讯作者:刘　川(1993—),博士,助理研究员.研究方向:稀有金属高温合金结构材料设计及制备技术研究.电话:18842525046,Email:neuliuchuan@outlook.com

(C)1994-2023 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net

塑性[12]。在过去的研究中,有研究者通过淬火+回火工艺细化了包晶合金的片层组织[13-15]。但由于 TiAl 合金的本征脆性,这种通过淬火工艺细化晶粒的方法仅适合实验室研究。Zhang 等[16]则通过添加多种类的合金元素,使合金在空冷条件下可以获得羽毛状组织,然后通过回火工艺来得到细小的片层组织。就本质而言,细化片层团的核心是将铸态组织中原有的粗大片层团破碎为细小的 γ 相。

本文选用 Ti-47Al-7Nb-2.5V-1Cr 合金为研究对象,这种合金的高 Nb 含量主要是为了提高合金的使用温度,而 V 和 Cr 则是韧化元素,研究发现这种合金可以通过循环热处理方式细化片层团,进而优化该类合金的高温性能,同时提高其拉伸性能[17-18]。循环热处理后获得的组织为全片层组织,相比 HT1(单级热处理,single stage heat treatment)的片层组织,这种片层组织的片层团很细小。循环处理的目的是控制 α 相的生长,通过不断形成 γ 和溶解 γ 相来实现。由于 α 相和 γ 相符合 Blackburn 取向关系,α 从 γ 中形成可能存在 6 种情况,这会导致不同取向的 α 相。通过循环处理可以增加形成不同取向 α 相的可能性,最终得到细小的片层团。

虽然大多数合金通过淬火+回火工艺细化片层组织时,在回火阶段可以采用循环处理工艺,但 TiAl 合金并不能使用淬火工艺。先前的文献[14-16]细化晶粒的思路是:首先形成细小的等轴 γ 相,然后再回火形成 α 晶粒,降温后形成细小片层组织。如果不采用淬火处理很难实现细化的效果。本文发现增加合金化元素的含量(Nb/V/Cr),可以在热等静压条件下使粗大片层团变为细小等轴的 γ 组织,通过循环处理来获得细小片层组织。

国内外研究循环热处理的报道并不多,而通过循环热处理来细化片层团的报道更鲜有报道,这种方法的难点是如何获得由 γ 晶粒组成细小的组织。本文发现 Ti-47Al-7Nb-2.5V-1Cr 合金可以利用热等静压来获得细小等轴 γ 组织,这种不涉及快冷的方法具有工程化意义。

1 实验材料及方法

本实验采用的合金名义成分为 Ti-47Al-7Nb-2.5V-1Cr(原子百分比,下同),实际成分为 Ti-46.66Al-6.94Nb-2.38V-1.05Cr。合金铸锭(ϕ160 mm)经真空水冷铜坩埚感应熔炼炉浇注所得。为消除铸锭内部的缺陷,铸锭随后进行热等静压处理(热等静压制度:1 260 ℃/4 h/175 MPa)。随后将样品制备成 ϕ10 mm×7 mm 的圆柱体进行热处理实验,热处理工艺如图 1 所示。热处理后的样品采用标准金相试样制备方法对试样表面进行打磨,然后利用电解抛光对试样表面进行抛光,腐蚀液为甲醇、正丁醇和高氯酸的混合溶液,其体积比为 12:7:1。采用型号为 Helios G4 CX 的扫描电子显微镜观察抛光后试样合金的显微组织。使用型号为 Instron 3822 的 5 T 电子万能实验机测试试样的力学性能,样品尺寸和测试试验参照国家标准(GB/T 228.1-2010)进行。

2 结果与讨论

2.1 热等静压后的显微组织观察

图 2 为 Ti-47Al-7Nb-2.5V-1Cr 合金热等静压后的微观组织图。由图 2(a)可知,经热等静压后合金的微观组织很不均匀,在样品不同的位置分布着尺寸相异的 γ 晶粒。通过图 2(b~c),可以发现,这些穿插分布在等轴 γ 相的片层取向是一致的,表明这些等轴 γ 相是通过破碎片层组织而形成的。陈玉勇等[19]也已经报道片层组织中 γ 片层会转变为等轴的 γ 晶粒,该现象主要出现在包晶凝固 TiAl 合金中。其原因是包晶凝固 TiAl 合金片层团中 γ 含量非常高,相邻 γ 相中存在的 γ 变体相同时会进行合并形成一个大的 γ 变体,通过不断合并 γ 变体最终会形成等轴 γ 相。由此可知,无论粗大的等轴晶粒还是细小的等轴晶粒均被镶嵌在片层团内部,表明这些等轴γ晶粒是由片层组织中 γ 片层等轴化而形成的。此外,经热等静压后合金的晶粒尺寸范围为 20~60 μm,表明合金晶粒经热等静压工艺后可显著细化。然而,热

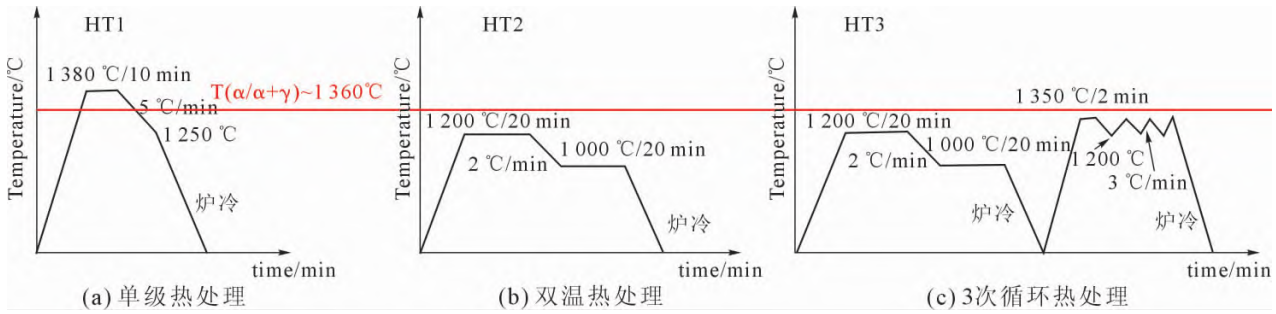
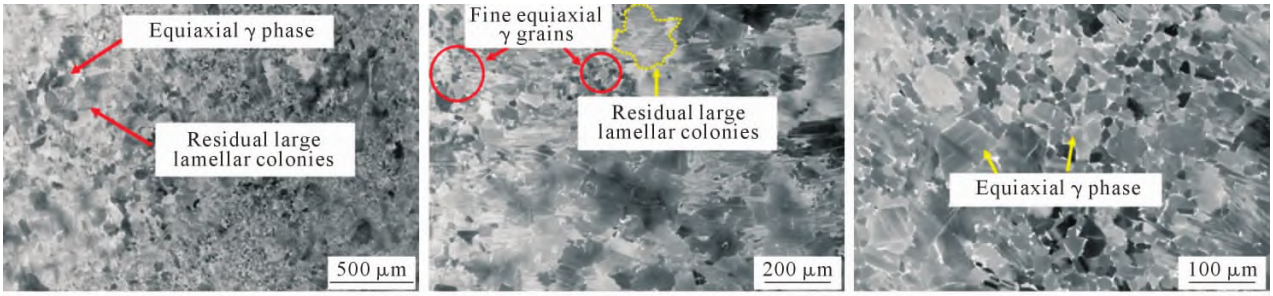


图 1 TiAl 基合金热处理工艺示意图
Fig.1 Scheme of the heat treatment process for TiAl-based alloys

(C)1994-2023 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net



(a) 低倍　(b) 高倍　(c) 高倍

图 2 热等静压后 TiAl 基合金的微观组织

Fig.2 Microstructure of the TiAl-based alloy after hot isostatic pressing

等静压虽然可细化合金晶粒，但得到的近 γ 组织的室温和高温强度、塑性等综合性能较差[19-21]，TiAl 合金的服役温度为 650~850 ℃，其高温强度和高温伸长率是考虑的重点。热等静压后形成的组织虽然晶粒细小，但室温和高温的抗拉强度均不如片层组织。因此，热等静压后的组织并非理想的服役组织，还需要进一步对微观组织进行调控。

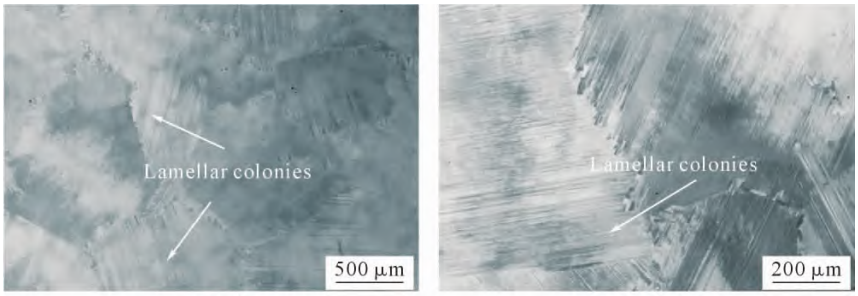
2.2 HT1 处理后的微观组织

片层组织已经被证明是 TiAl 合金高温服役条件下的理想组织。为得到全片层组织，一般将 TiAl合金在 α 单相区短暂保温后缓冷至室温。Ti-47Al-7Nb-2.5V-1Cr 合金的 α/(α+γ)相区边界温度约为 1 360 ℃。热等静压后的合金经过 HT1 处理后得到了全片层组织，如图 3 所示。由图 3 可知，经 HT1 处理后，所得合金的片层团尺寸较为粗大，达到毫米级。由于片层团尺寸大小取决于高温 α 相尺寸，因此片层团尺寸粗大表明该合金在 α 单相区保温过程中 α 相的生长速度过快。与 4822 合金相比，Ti-47Al-7Nb-2.5V-1Cr 合金的片层团尺寸更加粗大，表明 Nb、Cr 和 V 等元素的添加有效地促进了 α 相的生长。然而，粗大的片层组织会严重影响 TiAl 合金的室温强度和塑性[21]。因此，Ti-47Al-7Nb-2.5V-1Cr 合金并不能采用简单的 α 单相区保温工艺来获得全片层组织。

2.3 HT2 和 HT3 处理后的微观组织

热等静压后的晶粒尺寸极其细小，因此片层团的细化应调控热等静压后的组织，避免合金晶粒在高温热处理后进一步长大。同时，应确保合金中生成细小的 α 相，然后经过缓慢冷却得到细小的片层团组织。热等静压后的微观组织中存在大量的 γ 相经过 γ→α 相变转化为 α 相。由于 α 和 γ 相符合 Blackburn 取向关系[22]，故 12 种 α 取向变体可能从等轴 γ 晶粒中析出，增加了晶粒取向的随机性，有利于合金晶粒的细化。热等静压后的微观组织中仍然存在部分残留的片层团，这些片层团内的 γ 片层在高温下只可能转变为一种取向的 α 晶粒，对片层团整体细化极为不利。因此，通过 HT2(双温热处理，double temperature heat treatment)工艺消除微观组织中残留的片层团十分必要。经 HT2 处理后的合金微观组织如图 4 所示。由图 4 可知，经 HT2 处理后，热等静压工艺中合金残留的片层团含量大幅减少，几乎完全转变为等轴晶粒。

为进一步获得全片层组织，本文通过 HT3(3 次循环热处理，3 cyclic heat treatment)工艺将 HT2 处理后得到的等轴 γ 晶粒转变为细小的片层团晶粒。合金在 α 相区的保温过程中，α 晶粒生长速度非常快，因此，HT3 处理采用了(α+γ)两相区上部温度保温的方法。根据二元 Ti-Al 合金相图可知 (图 5)[23]，在

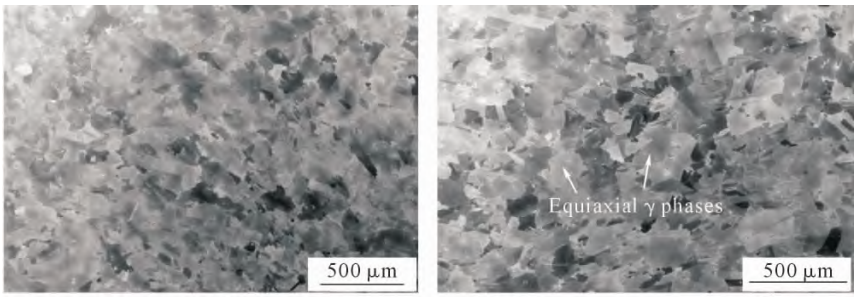


(a) 低倍　(b) 高倍

图 3 热等静压后 TiAl 基合金经 HT1 处理后的微观组织

Fig.3 Microstructure of the TiAl-based alloy treated by HT1 after hot isostatic pressing

(C)1994-2023 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net



(a) 低倍　(b) 高倍

图 4 热等静压后 TiAl 基合金经 HT2 处理后的微观组织

Fig.4 Microstructure of the TiAl-based alloy treated by HT2 after hot isostatic pressing

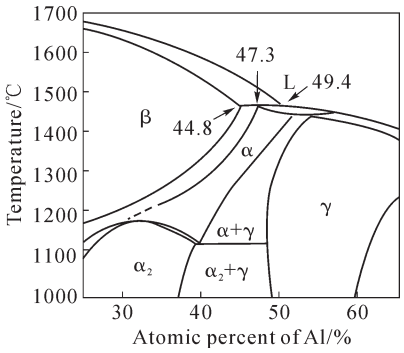


图 5 Ti-Al 二元合金相图[23]

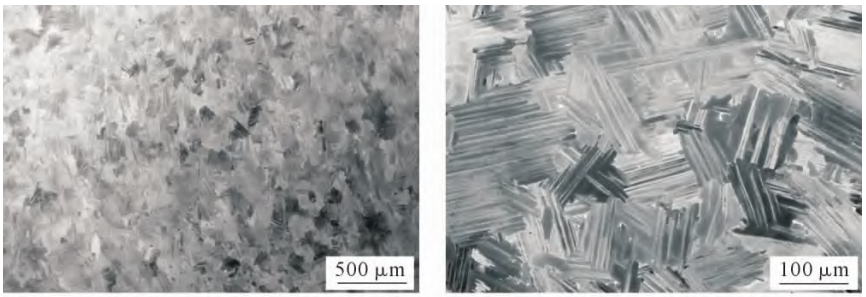
Fig.5 Phase diagram of the Ti-Al binary alloy[23]

(α+γ)两相区保温过程中，随着温度的升高，γ 相向 α 相转变。当温度升高至 1 350 ℃时，γ 相含量大幅降低，α 相含量增加。因此，为避免 α 晶粒快速生长，HT3 采用短时保温+循环处理的工艺。通过这种工艺尽可能地减少合金在高温段的处理时长，同时减少残留的等轴 γ 相含量。

HT3 处理后的合金微观组织如图 6 所示。由图 6(a)可知，HT3 处理后的片层团分布非常均匀。此外，图 6(b)表明这些细小的片层团尺寸在 50~80 μm 范围内，而且片层团界相互交错，形成互锁结构。以上结果表明，通过 HT3 处理可以有效地细化片层团，进而得到均匀细小的片层组织。

2.4 力学性能测试

为测试片层团细化后合金的力学性能，本实验测试了经 HT1 和 HT3 处理后的试样在室温和 800 ℃下的拉伸性能，结果如图 7 所示。由图 7 可知，Ti-47Al-7Nb-2.5V-1Cr 合金经过 HT1 处理后的室温屈服强度为 387 MPa，室温伸长率仅为0.2%，而 800 ℃的拉伸性能与室温拉伸性能相当，且强度呈现下降的趋势，而塑性伸长率略有上升。然而，经过 HT3 处理后，试样的室温抗拉强度和屈服强度分别提升 186 MPa 和 130 MPa，分别达到了 580 MPa 和 517 MPa，且室温塑性也明显上升至 0.7%。此外，其在 800 ℃下的抗拉强度和屈服强度相较于 HT1 处理的试样均大幅度提高，分别提高 236 MPa 和 122 MPa，达到了 622 MPa 和 451 MPa，这可能与细小片层团之间形成互锁结构有关。经过 HT3 处理后的试样，其室温、高温塑性伸长率分别提升了 0.5% 和 2.9%，特别是其高温塑性伸长率达到了 3.5%。由此可知，TiAl 合金经过 HT3 处理可实现合金的片



(a) 低倍　(b) 高倍

图 6 热等静压后 TiAl 基合金经 HT3 处理后的微观组织

Fig.6 Microstructure of the TiAl-based alloy treated by HT3 after hot isostatic pressing

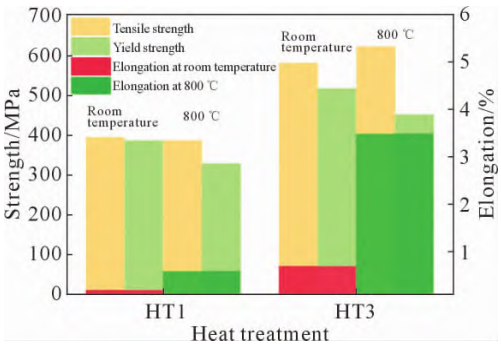


图 7 热处理后所得合金的拉伸性能测试结果

Fig.7 The results of tensile properties of alloys obtained from heat treatment experiments

(C)1994-2023 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

层团细化,进而有效提升合金的拉伸性能。

3 结论

本文通过单级热处理、双温热处理和 3 次循环热处理 3 种热处理工艺对热等静压后的Ti-47Al-7Nb-2.5V-1Cr 合金的片层团组织进行细化,得到以下结论:

(1)TiAl 基合金热等静压后的微观组织分布很不均匀,且分布着尺寸相异的 γ 晶粒,晶粒尺寸范围为 20~60 μm。

(2)经单级热处理后,TiAl 基合金的片层团尺寸较为粗大,达到毫米级,而双温热处理可使热等静压后组织中残留的片层团等轴化,得到几乎全部为等轴 γ 相的组织。

(3)双温热处理后的 TiAl 基合金经1 350 ℃短时保温,并进行 3 次循环处理以获得细小均匀的片层组织。3 次热循环处理后的 TiAl 基合金相较于单级热处理的 TiAl 基合金具有更高的强度和塑性。

参考文献:

[1] KIM Y W, KIM S L. Advances in gammalloy materials-processes-application technology: Successes, dilemmas, and future[J]. JOM, 2018, 70: 553-560.

[2] 钱九红,祁学忠. TiAl(γ)基钛合金的研究与应用[J]. 稀有金属,2002(6): 477-482.

[3] 寇宏超,程亮,唐斌,等. 高温 TiAl 合金热成形技术研究进展[J]. 航空制造技术,2016(21): 24-31.

[4] 王海燕,胡前库,杨文朋,等. 金属元素掺杂对 TiAl 合金力学性能的影响[J]. 物理学报,2016, 65(7): 264-272.

[5] 张伟,刘咏,黄劲松,等. 高铌 TiAl 高温合金的研究现状与展望[J]. 稀有金属快报,2007(8): 1-6.

[6] KOTHARI K, RADHAKRISHNAN R, WERELEY N M. Advances in gamma titanium aluminides and their manufacturing techniques[J]. Progress in Aerospace Sciences, 2012, 55: 1-16.

[7] 李涌泉,杜晓娟,周友世,等. 显微组织对 TiAl 合金抗热冲击性能的影响[J]. 热加工工艺,2017, 46(10): 57-59.

[8] 刘杰,薛祥义,杨劼人. 全片层组织 TiAl-Nb 合金的高温氧化行为及氧化层结构表征[J]. 稀有金属材料与工程,2015, 44(8): 1942-1947.

[9] KIM J S, LEE Y H, KIM Y W, et al. High temperature deformation behavior of beta-gamma TiAl alloy[J]. Materials Science Forum, 2007, 539-543: 1531-1536.

[10] TETSUI T. Manufacturing technology for gamma-TiAl alloy in current and future applications[J]. Rare Metals, 2011, 30: 294-299.

[11] LIU Y, HU R, KOU H C, et al. Solidification characteristics of high Nb-containing γ-TiAl-based alloys with different aluminum contents[J]. Rare Metals, 2015, 34: 381-386.

[12] 田素贵,王琪,于慧臣,等. 热处理对 TiAl-Nb 基合金组织与蠕变性能的影响[J]. 材料热处理学报,2014, 35(8): 105-111.

[13] CLEMENS H, BARTELS A, BYSTRZANOWSKI S, et al. Grain refinement in γ-TiAl-based alloys by solid state phase transformations[J]. Intermetallics, 2006, 14(12): 1380-1385.

[14] WANG J N, YANG J, WANG Y. Grain refinement of a Ti-47Al-8Nb-2Cr alloy through heat treatments[J]. Scripta Materialia, 2005, 52(4): 329-334.

[15] WU X H, HU D. Microstructural refinement in cast TiAl alloys by solid state transformations[J]. Scripta Materialia, 2005, 52(8): 731-734.

[16] ZHANG K, HU R, LI J G, et al. Grain refinement of 1 at.% Ta-containing cast TiAl-based alloy by cyclic air-cooling heat treatment [J]. Materials Letters, 2020, 274: 127940.

[17] 任威,杨肖肖,李誉之,等. 亚稳组织转变细化 TiAl 合金显微组织研究现状[J]. 铸造技术,2022, 43(7): 484-490.

[18] YU Y H, KOU H C, JIA M Y, et al. Formation of α-segregation and its impact on grain refinement in Ti-47.5Al-5Nb-2.5V-1Cr alloy[J]. Scripta Materialia, 2022, 211: 114510.

[19] 陈玉勇,孔凡涛. TiAl 合金显微组织细化[J]. 金属学报,2008, 44(5): 551-556.

[20] 张景超,陈华,魏敬丹. 微细晶 γ-TiAl 合金的显微组织分析[J]. 金属热处理,2013, 38(10): 46-50.

[21] 李臻熙,曹春晓. TiAl 合金全片层组织的热稳定性研究[J]. 中国材料进展,2010, 29(3): 6-11.

[22] BLACKBURN M J. Some aspects of phase transformations in titanium alloys[M]//JAFFEE R I, PROMISEL NE. Thescience technology and application titanium.Amsterdam: Elsevier Ltd., 1970.

[23] JUNG J Y, PARK J K, CHUN C H. Influence of Al content on cast microstructure of TiAl intermetallic compounds[J]. Intermetallics, 1999, 7(9): 1033-1041.

(C)1994-2023 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net