

• 极端服役条件用轻质耐高温部件高通量评价与优化设计 •

特邀专栏

High-throughput Evaluation and Optimal Design of Lightweight High-temperature-resistant Components for Extreme Service Conditions

DOI:10.16410/j.issn1000-8365.2025.4158

Ti₂AlNb 合金薄板热处理过程中 O 相析出行为

周亦奇¹, 唐 斌¹, 张智鑫^{2,3}, 邵启航¹, 陈晓飞¹

(1. 西北工业大学凝固技术国家重点实验室, 陕西 西安 710072; 2. 宝钛集团有限公司, 陕西 宝鸡 721014; 3. 西安宝钛新材料科技有限公司, 陕西 西安 710018)

摘要: Ti₂AlNb 合金可以长时间在 650~750 °C 条件下工作, 具有高比强度、良好的室温断裂韧性和良好的抗蠕变性等, 被认为是最具应用潜力的高温轻质金属材料。为研究在不同热处理制度下 O 相形核和长大过程, 探索显微组织演化规律和 O 相变体选择行为, 采用包套轧制工艺作为加工方法, 轧制材料名义成分为 Ti-22Al-24Nb-0.5Mo(原子分数, %)。通过轧制得到厚度为 1 mm 的 Ti₂AlNb 合金板材。对轧制后板材进行固溶时效处理后, O 相大量析出; 随着时效温度的提高, O 相板条越来越粗大, 同时 O 相析出量先增加后减少, 在 930 °C 时 O 相析出体积分数达到最高, 为 52%。在该热处理制度下 O 相形核析出方式既有界面不稳定形核也有感生形核, 但是 O 相在晶界附近的形核析出方式更多倾向于感生形核, 界面不稳定形核得到的 O 相数量上较少。轧板在 1000 °C 固溶、815 °C 时效以及 920 °C 固溶、800 °C 时效这两种热处理之后, 得到的组织均为双态组织, 轧制后的固溶时效过程基本没有对 O 相变体的析出造成影响。

关键词: Ti₂AlNb 合金; 包套轧制; 微观组织; 变体选择

中图分类号: TG113.12

文献标识码: A

文章编号: 1000-8365(2025)02-0099-11

Precipitation Behavior of O-Phase in Ti₂AlNb Alloy Sheets During Heat Treatment

ZHOU Yiqi¹, TANG Bin¹, ZAHNG Zhixin^{2,3}, SHAO Qihang¹, CHEN Xiaofei¹

(1. State Key Laboratory of Solidification Processing, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China; 2. Baoti Group Co., Ltd., Baoji 721014, China; 3. Xi'an Baoti New Material Technology Co., Ltd., Xi'an 710018, China)

Abstract: Ti₂AlNb alloys can operate for extended periods at temperatures between 650 and 750 °C, offering high specific strength, excellent room-temperature fracture toughness, and good creep resistance. These properties make Ti₂AlNb alloys one of the most promising lightweight metallic materials for high-temperature applications. The alloy sheets, with a final thickness of 1 mm, were produced via a clad rolling process, employing a nominal composition of Ti-22Al-24Nb-0.5Mo (at.%) as the rolling material. After the rolled sheets were subjected to solution aging treatment, a significant amount of O-phase precipitated. As the aging temperature increases, the O-phase lamellae grow coarser, and the amount of precipitated O-phase initially increases but then decreases. At 930 °C, the volume fraction of the precipitated O-phase reaches its maximum value of 52%. Under this heat treatment regime, the nucleation mechanisms for O-phase precipitation include both interfacial instability nucleation and induced nucleation. However, near grain boundaries, the O-phase tends to nucleate and precipitate predominantly through induced nucleation, with fewer O-phase particles forming through interfacial instability nucleation. Following solution treatment at 1 000 °C and aging at 815 °C, as well as solution treatment at 920 °C and aging at 800 °C, the resulting microstructures are bimodal. The solution aging process after rolling has little effect on the precipitation of O-phase variants.

Key words: Ti₂AlNb alloy; clad rolling; microstructure; variant selection

收稿日期: 2024-08-23

基金项目: 重庆市自然科学基金面上项目(CSTB2023NSCQ-MSX0824); 重庆市技术创新与应用发展专项(CSTB2022TIAD-KPX0032)

作者简介: 周亦奇, 2000 年生, 硕士生. 研究方向为 Ti₂AlNb 合金薄板轧制过程演变机制. Email: zyqzyq@nwpu.edu.cn

通信作者: 张智鑫, 1988 年生, 博士, 副研究员、高级工程师. 研究方向为先进金属结构材料及其精确热成形技术.

Email: jerry888526@126.com

引用格式: 周亦奇, 唐斌, 张智鑫, 邵启航, 陈晓飞. Ti₂AlNb 合金薄板热处理过程中 O 相析出行为[J]. 铸造技术, 2025, 46(2): 99-109.

ZHOU Y Q, TANG B, ZAHNG Z X, SHAO Q H, CHEN X F. Precipitation behavior of O-phase in Ti₂AlNb alloy sheets during heat treatment[J]. Foundry Technology, 2025, 46(2): 99-109.

基于金属间化合物的传统钛铝合金如 γ -TiAl 和 α -Ti₃Al 合金具有优异的微观结构稳定性和良好的高温性能,作为高温结构材料具有广阔的应用前景。然而,这些材料在室温情况下本质上是脆性的,其在实际应用过程中会受到严重限制^[1-3]。在 Ti₃Al 合金中添加大量的 Nb 元素可获得具有斜方结构的三元有序相,被称为 Ti₂AlNb 或者 O 相,O 相的存在可以大大提高室温塑性、拉伸强度和断裂韧性^[4-6]。与铁基和镍基高温合金相比较,Ti₂AlNb 基合金密度降低了约 40%,断裂韧性也更加优异。Ti₂AlNb 基合金在航空航天发动机中具有巨大的应用潜力,在过去的几十年里吸引了全世界研究者的密切关注^[7-9]。

Ti₂AlNb 基合金中一般含有 3 种相:体心立方相(有序体心立方 B2 相或无序体心立方 β 相)、有序斜方相(O 相)和密排六方相(α_2 相)^[10]。一般来说,合金的微观组织结构最终决定其力学性能。对于 Ti₂AlNb 基合金来说,由于相组成复杂、显微组织形态多样,其力学性能对显微组织尤其是 O 相的形貌和尺寸非常敏感。例如,片状 O 相合金具有中等的比强度和较高的抗蠕变能力,但塑性较差,而球状或等轴 O 相的合金具有良好的塑性和韧性,但强度较低^[11]。Ti₂AlNb 基合金目前已发展出 3 种典型的显微组织,包括等轴组织、双相组织和全片层 O 相组织^[12]。在这 3 种典型的显微组织中,Ti₂AlNb 基合金的片层 O 相组织一般是现在 B2 单相区热变形或者保温并在 B2+O 两相区进行热处理得到。斜方晶系的 O 相和作为母相的 B2 相之间有一定的取向关系^[6],即 $\{001\}_O // \{110\}_{B2}, \langle 1\bar{1}0 \rangle_O // \langle 1\bar{1}1 \rangle_{B2}$ 。这与钛合金的情况类似,在钛合金中也有众所周知的 Burgers 取向关系,在钛合金中,当 α 相从 β 相析出时,两相满足 $\{0001\}_\alpha // \{110\}_\beta$ 和 $\langle 1120 \rangle_\alpha // \langle 111 \rangle_\beta$ 的取向关系,根据晶体对称性,从单个 β 晶粒中析出的 α 相共有 12 种变体^[13]。但是,12 种不同变体在常规条件下不一定同时出现,并且变体选择效应以及遗传的 β 相织构都会影响 α 相的织构强度和形貌,这对显微组织的各向同性以及力学性能都有一定影响。与 β 相向 α 相的转变类似,Ti₂AlNb 基合金从 B2 相向 O 相的转变也满足特定的取向关系,并且 O 相在理论上 12 种不同变体^[14-15]。

之前关于钛合金中 α 变体选择已经有学者进行了研究,可为 Ti₂AlNb 基合金中 O 相的变体选择提供指导。晶粒内 α 相的选择主要受母体 β 晶粒中晶格缺陷的异质形核影响,如位错和孪晶界^[16]。Furuhara 和 Maki 提出,正是位错应变场对转化应变

的有效调节导致了变体选择效应, α/β 边界上的最大失配方向几乎平行于位错的伯格斯矢量。Lei 等^[17]发现 TC21 合金中在 $\alpha+\beta$ 相区固溶处理后,不同取向的 β 晶粒在空冷下产生了 12 种具有相同织构类型的变体,并相互交织形成网篮组织。在炉冷后,产生典型的相互关联的 3 个变体簇表明存在很强的变体选择。Ma 等^[18]研究了激光立体成形技术制备的 Ti-6Al-4V 合金在不同区域相同取向的 β 晶粒中 α 相的变体选择,所有 12 种 α 相变体都能在 β 晶粒中析出,但由于不同区域的冷却速度不同,部分变体的析出量与理论值不同。Davies^[19]发现 Timetal® 834 钛合金中网篮组织变体的取向更加分散,而魏德曼组织中变体的取向具有明显的偏好倾向。显然, β 相的取向和 α 相的变体选择明显影响 α 相的织构。

对于 Ti₂AlNb 基合金,已经知道晶粒内析出的 O 相与母体 B2 相晶粒之间存在特定的取向关系。轧制后热处理过程中 O 相的析出行为以及热处理对 O 相变体选择的影响暂时还不清楚,但是可以肯定的是,斜方晶系 O 相的析出以及变体选择效应对显微组织的均匀性和力学性能产生影响。目前关于这一问题的相关报道不多,因此本文主要关注热轧后典型 Ti₂AlNb 基合金晶内 O 相析出特征以及相关的变体选择,为了解 Ti₂AlNb 基合金板材提供理论依据和技术支撑。

1 实验材料与方法

实验采用名义成分为 Ti-22Al-24Nb-0.5Mo(原子分数,%)的轧制合金板材作为实验材料。合金成分如表 1 所示。轧制板材在 1 100 °C 下通过包套轧制得到,轧制过程总共 4 个道次,每道次结束后回炉保温 10 min 以保证轧制时的温度,最终得到厚度为 1 mm 的板材。轧制后的组织如图 1 所示。Ti₂AlNb 合金的典型微观结构包括 B2 相、O 相和 α_2 相,在背散射电子模式中,黑色区域代表 α_2 相,灰色区域代表 O 相,白色区域代表基体 B2 相。可见轧制完成后的组织主要有晶界等轴状 α_2 相、晶粒内部短棒状 α_2 相以及纳米级 O 相,作为基体的 B2 相晶粒较大,沿着横向伸长。通过金相法和差示扫描量热法(DSC)可以确定该成分 Ti₂AlNb 合金的相变点,DSC 实验结果如图 2 所示,可以看到其中 Ti₂AlNb 合金的 B2 单相区转变温度为 1 070 °C。

表1 Ti₂AlNb合金化学成分
Tab.1 Chemical composition of Ti₂AlNb
(mass fraction/%)

Element	Ti	Al	Nb	Mo
Content	Bal.	9.32	40.77	0.88

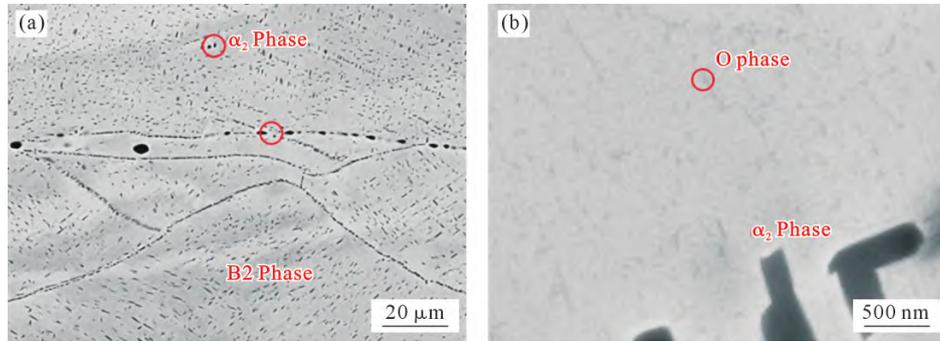
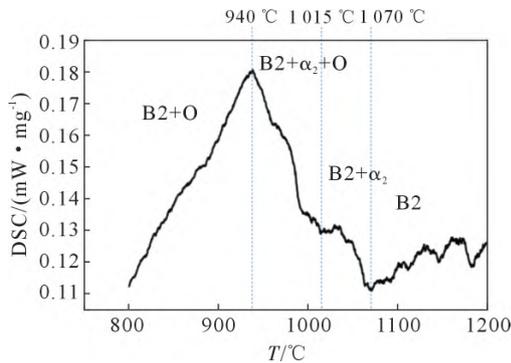


图1 1100 °C轧制后的板材显微组织:(a)低倍;(b)高倍

Fig.1 Microstructure of the plate after rolling at 1100 °C: (a) low magnification; (b) high magnification

图2 Ti₂AlNb合金轧板升温过程中的DSC曲线Fig.2 DSC curves of Ti₂AlNb alloy rolled plates during the warming process

通过线切割在轧制板材的轧制方向(rolling direction, RD)和横向(transverse direction, TD)取样,得到RD 10 mm×TD 5 mm的样品若干个。了解B2单相中析出O相的过程、O相长大及组织演化具有重要意义,而在B2单相区保温后以较快的冷却速率冷却可使O相析出较多。为了研究固溶时效过程中O相的析出行为,设计了如下热处理实验:轧制态样品先在1080 °C固溶处理15 min,随后水淬冷却至室温,再于900、930、950、960 °C时效30 min后水淬保留其组织。同时还选择了两种热处理制度,分别是在两相区和三相区固溶,得到不同的固溶组织,随后在较低温度下时效处理,用于研究热处理过程中O相变体选择效应以及O相相变过程:一种热处理制度为在1000 °C下固溶处理2 h后水淬,随后在815 °C时效保温12 h后随炉冷却;另一种热处理制度为在920 °C下固溶处理2 h后水淬,随后在800 °C时效保温24 h后随炉冷却。为了更好地观察显微组织演变和相变的变化,将采用常规金相技术制备得到的10 mm×5 mm的样品在不同目数的金相砂纸上打磨(80#、240#、600#、1000#、1500#、2000#),磨至2000#后进行电解抛光,电解液成分为:甲醇、正丁醇、高氯酸,体积分数分别为60%、35%和5%。电解液温度保持在0 °C以下,电压为35 V,电解时

间为15 s。电解抛后的样品进行扫描电镜(scanning electron microscope, SEM)和电子背散射衍射(electron back scatter diffraction, EBSD)分析,扫描电镜主要进行形貌观察,电子背散射衍射主要进行取向分析。本文所使用的扫描电镜型号为Tescan Clara GMH,使用Tescan场发射扫描电镜附带的牛津C Nano EBSD探头对合金进行取向分析。

2 实验结果及讨论

2.1 B2固溶时效过程中O相析出行为

图3为通过如前所述的热处理方法处理轧制后的Ti₂AlNb板材所得到的SEM显微组织图,就像热处理制度设计意图那样,在该制度下获得固溶态的B2相单相组织后于不同温度下时效,O相在晶界以及晶粒内部均有大量析出。Muraleedharan等^[20]对成分为Ti-24Al-15Nb的合金在不同相区保温处理,然后对不同冷却速度得到的相析出行为以及在不同相区固溶处理后再时效处理的相析出行为分别进行了较为系统的研究,认为在炉冷等类似的冷却速度较慢的情况下,过冷度相对较小同时过冷度的变化较为缓慢,有利于让合金的状态趋近于达到平衡态,所以在随炉冷却过程中O相的析出行为具有一定的选择性,即会优先在能量较高的晶界处析出。此外,关于在冷却速度较慢状态下的相析出行为,学者们在关于钢的研究中也有相似结论。而Franetovic等^[21]在研究Ag-In合金中的相变行为时发现,在快速冷却过程中,组织中更容易生成空位、位错甚至堆垛层错等缺陷,这些缺陷将成为新相的形核点位,从而导致固溶体α相向δ相的转变更容易发生。

因此在水冷等快速冷却的条件下,固溶态合金将会达到过饱和状态,就如所选择的热处理制度得到固溶态B2单相组织后,在不同温度保温时,O相会大量析出,如图3所示。可以看到,在900~960 °C保温30 min后,O相不仅在晶界以及晶界附近有析

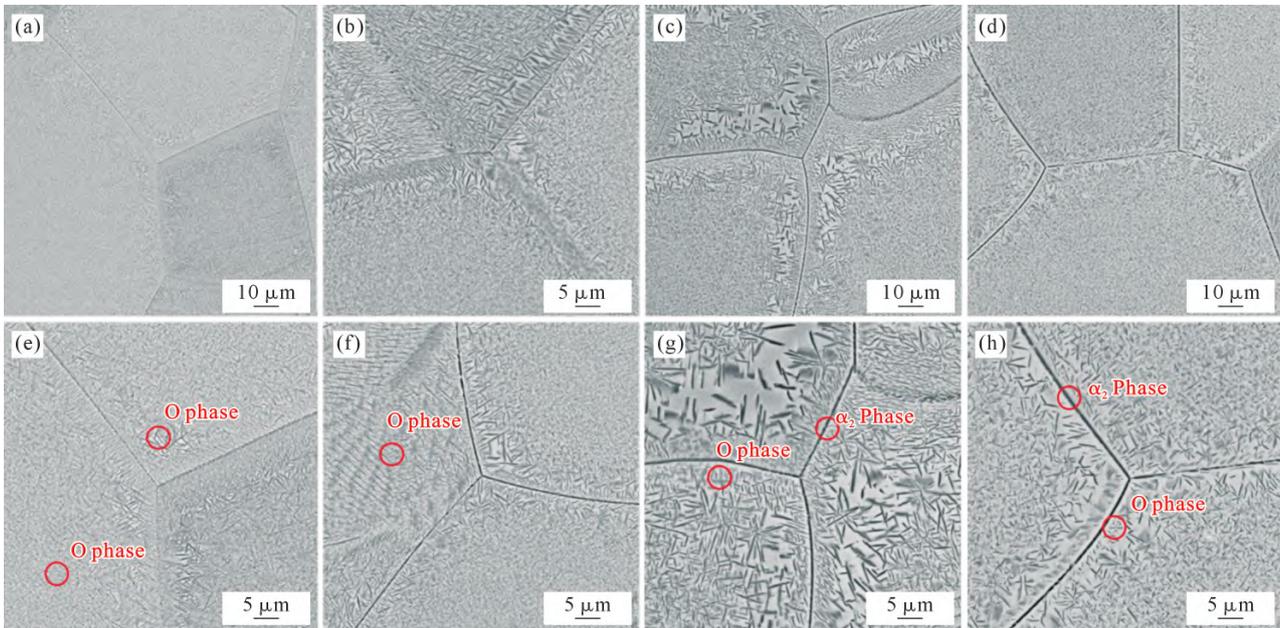


图3 固溶态基体 B2 相在不同温度时效保温 30 min 后显微组织:(a, e) 900 °C; (b, f) 930 °C; (c, g) 950 °C; (d, h) 960 °C
 Fig.3 Microstructures of the solid solution matrix B2 phase after aging and holding at different temperatures for 30 min: (a, e) 900 °C, (b, f) 930 °C, (c, g) 950 °C, (d, h) 960 °C

出,在基体内部也有大量的 O 相析出。从图 3a 和 e 中可以观察到,由于 900 °C 位于 B2+O 的两相区内,因此晶界处也基本都是 O 相析出,基本上没有 α_2 相。从图 3b~d, f~h 中可以发现,由于 930 °C 接近两相区和三相区的相变点,950 和 960 °C 都是位于三相区内,此时虽然 O 相在晶界处也有析出,晶界处同样也能看到比较明显的黑色 α_2 相,同时 O 相会在晶界附近以及基体内部大量析出;随着温度的提高,晶界附近的 O 板条会变得越来越粗大。对比图 3a 和 e 及图 3b 和 f 可以发现,在 B2 单相区水淬然后在 900 °C 保温 30 min 后,所得到 O 相的平均尺寸略小于在 930 °C 条件下得到的 O 相的,并且在图 3e 和 f 中可以观察到在晶界与晶内都有 O 相的析出,这是因为选择的 900、930 °C 时效温度都是在 B2+O 两相区内,距离 B2+O 两相区与 B2+O+ α_2 三相区的相变转变温度(大概 940~950 °C)较远,过冷度相对比较大,可以促使 O 相在晶界与晶内同时形核。在此将晶界处析出的 O 相命名为 O_{GB} ,同时可以看到在晶界附近有 O 相小板条垂直于或者以一定夹角沿着 O_{GB} 形核的同时朝着晶内长大,称这种 O 相为 O_{LGB} 。从图 3c 和 g 可以观察到,在 B2 单相区水淬随后在 950 °C 时效 30 min 后,O 相在部分晶界处呈现圆点的形状析出,这是因为晶界处于两个取向不同的 B2 相晶粒之间,是原子错排的过渡区,因而晶界处更容易聚集空位和杂质等缺陷,能量较高,故易于 O 相形核。并且图 3c 和 d 显示出,此时在晶界处已经有很多 α_2 相析出,这可以说明 B2+O 两相区和

B2+O+ α_2 三相区的转变温度在 940~950 °C 之间,这与前面 DSC 的实验结果相吻合。在图 3 中体现出晶界、晶内的 O 相析出没有明显的选择性,这是因为此时过饱和固溶态 Ti-22Al-25Nb 合金晶内也聚集了大量缺陷,与晶界同样属于高能量区域,在一定的过冷度条件下便同样会析出 O 相,并且过冷度越大,驱动力越大,析出的 O 相体积分数就越多。

由于析出相密集且比较细小,通过 Image-Pro Plus 软件统计了析出相的体积分数,结果如图 4 所示,随着温度升高,O 相析出量先是增加,随后减少。900~930 °C 时 O 相体积分数是增加的,因为此时的温度都位于两相区内,提高温度会增加过冷度,使得 O 相析出的驱动力变大,因此有利于析出 O 相;930 °C 保温时 O 相析出体积分数最高,达到了 52%;

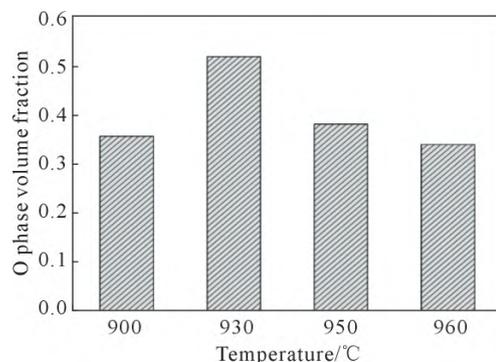


图4 B2 单相固溶后在不同温度保温 30 min 后 O 相析出体积分数
 Fig.4 The volume fraction of the O-phase that precipitated after the B2 single-phase solid solution held at different temperatures for 30 min

当温度进一步提高到 950 °C 时, O 相析出开始明显降低, 因为此时温度已经位于三相区的区间内, O 相和 B2 相会部分转变为 α_2 相, 所以 O 相析出减少; 到 960 °C 时 O 相析出量达到最低, 只有 33%。

由于 O 相会在短时间内大量析出, 因此选择 2 个样品先在 1 080 °C 保温 15 min 后水淬, 再分别在 900 °C 保温 5 和 30 min 后水淬, 通过对比, 分析保温时间对 O 相析出的影响。获得 SEM 显微组织如图 5 所示。从图 5a 和 c 中可以看出, 在 5 min 时效处理后, O 相在晶界旁边呈现出相对较大的 O 相板条, 而在晶粒内部则析出了细小的针状 O 相; 随着时效时间延长, 如图 5b 和 d 所示, 无论是在晶界附近还是在晶粒内部析出的 O 相都明显增多, 并且尺寸也有所增加, 30 min 的保温时间更长, 留给 O 相长大的时间也更长, 故 O 相尺寸略大一些。该热处理下 B2 晶粒内部析出的 O 相形貌细小, 两种制度得到相组织的共同点是析出的 O 相都和 B2 相保持一定的 Burgers 取向关系, 并且 O 相呈现雪花状析出。之前已有学者^[6,20]对 Ti-28.5Al-13Nb 中有关 α_2 相析出 A+、B+、C+、A-、B-、C 6 种变体现象做了研究, 发现其中各变体之间最小的夹角为 30°, 同号变

体间的夹角为 60°, 同名异号变体间的夹角为 90°。

Ti₂AlNb 合金性能会受到 O 相的分布、排列及形貌的较大影响, 但有关 O 相形核与长大机制等缺乏深入研究。因此, 本文参考近 β 钛合金的 α_{WGB} 和 α_{GB} 的形核与长大机制, 来讨论本合金中出现的一些情况。根据 Su 等^[22]对 β 钛合金的研究, 总结出两种形核与长大机制: 感生形核与界面不稳定形核。感生形核的过程如下: 首先, α_{GB} 在 β 晶粒的边界处形核; 随后, α_{GB} 开始生长, 直至 α 相完全包围 β 晶粒; 然后在 α_{GB} 表面新的 α 相形核, 向 β 晶粒内部生长形成 α_{WGB} , 该过程可以分为 4 个部分, 即: ① α_{GB} 形核, ② α_{GB} 生长, ③ α_{WGB} 形核, ④ α_{WGB} 生长。而在界面不稳定形核模型中, 认为 α_{WGB} 晶粒核与 α_{GB} 之间没有边界; 且 α_{WGB} 晶粒中的晶格取向与 α_{GB} 晶粒的晶格取向是相同的。但是 2 种模型之间也有一些共同之处: (1) 从 β 相到 α 相的相变都包括 4 个过程; (2) α_{GB} 的形核以及生长过程是相同的, 如图 6^[22]。

EBSD 技术可以得到析出相与基体相之间的取向关系。为了研究该固溶时效条件下的 O 相形核析出行为, 选取固溶态 B2 单相组织在 930 °C 保温 30 min 后的试样, 选择在一处三角晶界分叉处进行 EBSD

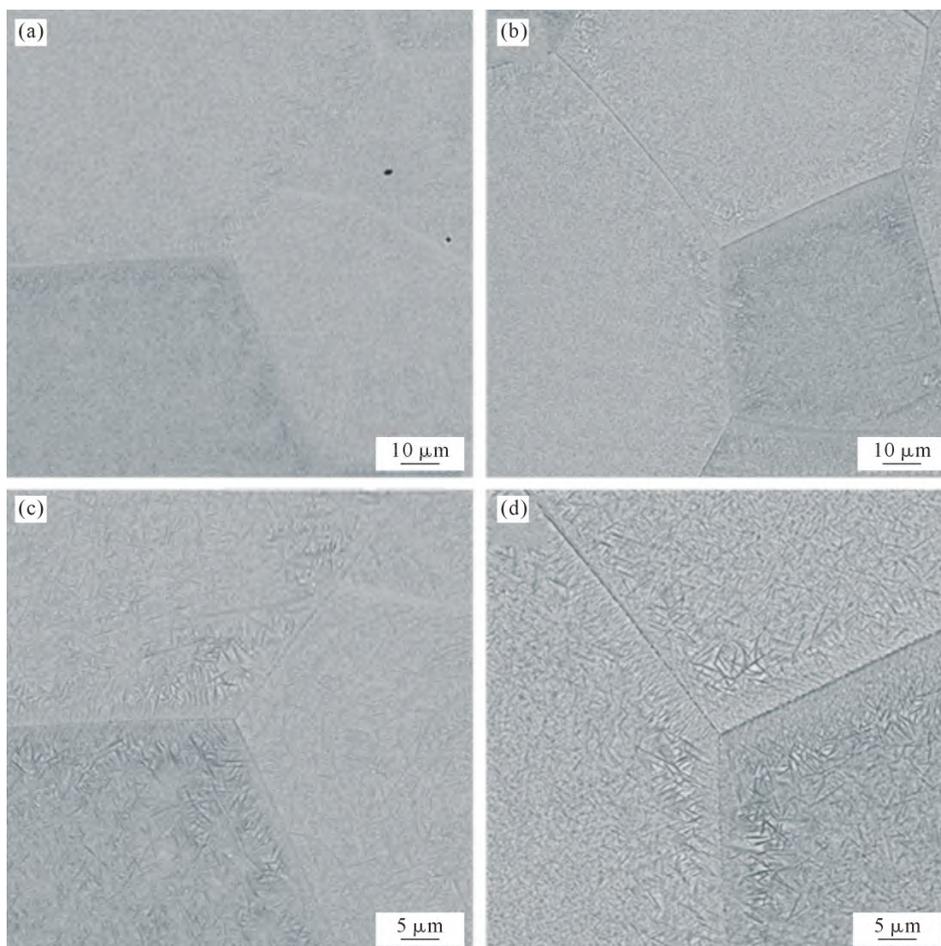


图 5 固溶态基体 B2 相在 900 °C 保温不同时间后的显微组织: (a, c) 5 min; (b, d) 30 min

Fig.5 Microstructures of the solid solution matrix B2 phase after holding at 900 °C for different durations: (a, c) 5 min; (b, d) 30 min

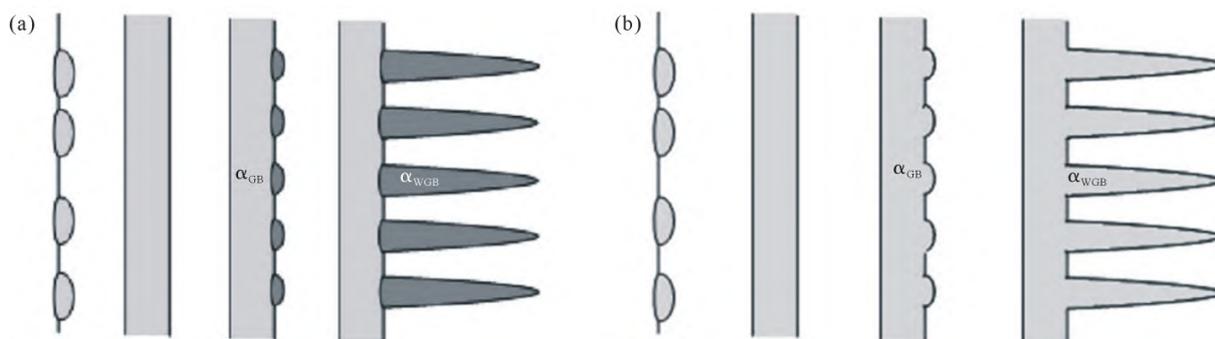


图 6 钛合金中 α 相形核及生长示意图:(a) 感生形核;(b) 界面不稳定形核^[22]

Fig.6 Schematic illustration of the nucleation and growth of the α -phase when the Ti alloy was cooled from a β -phase field:
(a) sympathetic nucleation; (b) interface instability nucleation^[22]

实验。根据 Burgers 取向关系, O 相与 B2 相之间的取向关系为 $(001)_O // (110)_{B2}$, $[1\bar{1}0]_O // [1\bar{1}1]_{B2}$, 在理想情况下, 单个 B2 相晶粒中应该可以同时析出 12 种不同取向的 O 相变体。但是在实际晶体中, 一般情况下会由于各种原因致使 12 种变体出现的概率不相同, O 相变体的选择在形核及长大阶段均会发生^[22-23]。

图 7 为 Ti_2AlNb 合金 B2 相固溶后在 930 °C 保温 30 min 后水淬样品的 EBSD 分析结果, 以研究该区域析出的 O 相与基体 B2 相之间的取向关系以及晶界析出 O 相与晶界附近析出 O 相的取向关系。其中图 7a 为表示 O 相晶粒取向的 IPF(inverse pole figure)图, 图 7b 为表示 B2 相晶粒取向的 IPF 图, 不同颜色即表示不同晶体取向。图 7c 则是析出 O 相与基体 B2 相的极图, 用于确定相互之间的取向关系。

在图 7a 中标出了不同 B2 相晶粒中析出的 O 相变体种类, O_{G1} 、 O_{G2} 和 O_{G3} 分别指在各个晶界处析出的 O 相; O_1 是 O_{G1} 相晶界附近析出的 O 相, O_4 和 O_5 分别是在 O_{G2} 相和 O_{G3} 相晶界附近析出的 O 相。从图 7a 中可以直观地看出两种形核方式在一条晶界上的 B2 相晶粒中同时出现, 从极图 7c 中可以判断, 其中 O_{G1} 极图的取向与 O_1 的取向是一致的, 同时 O_1 、 O_{G1} 均与 b1 晶粒保持 $(001)_O // (110)_{B2}$, $[1\bar{1}0]_O // [1\bar{1}1]_{B2}$ 的 Burgers 取向关系, 所以 O_1 在 b1 晶粒中的形核长大方式为界面不稳定形核。同样的, O_2 与 O_{G1} 的取向则并不一致, 但是 O_2 与 b1 晶粒同样满足 $(001)_O // (110)_{B2}$, $[1\bar{1}0]_O // [1\bar{1}1]_{B2}$ 的 Burgers 取向关系, 因此 O_2 相在 b1 晶粒中的析出方式为感生形核。这说明在 b1 晶粒中 O 相的形核析出方式既有界面

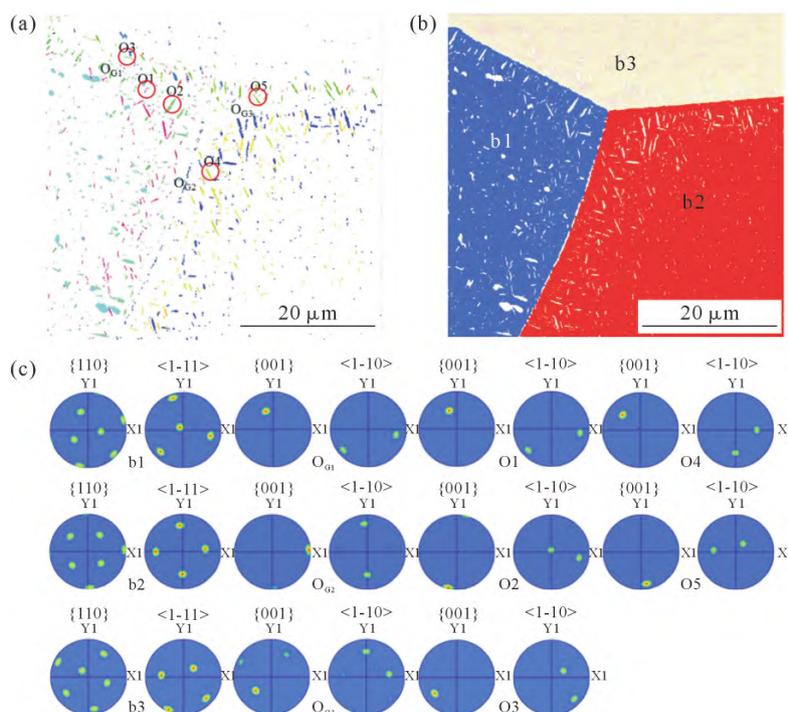


图 7 固溶态基体 B2 相在 930 °C 保温 30 min 后 EBSD 分析:(a) O 相 IPF 图;(b) B2 相 IPF 图;(c) 部分析出 O 相变体和 B2 相的极图

Fig.7 EBSD analysis of the solid solution matrix B2 phase after holding at 930 °C for 30 min: (a) IPF map of the O phase; (b) IPF map of the B2 phase; (c) polar plots of the partially precipitated O phase variant and the B2 phase

不稳定形核也有感生形核。从图 7c 中同样可以看出, O₃、O₄、O₅ 分别与 b₃、b₂、b₃ 晶粒满足 $(001)_O // (110)_{B2}$, $[\bar{1}\bar{1}0]_O // [1\bar{1}1]_{B2}$ 的取向关系,但同时 O₃、O₄、O₅ 均分别与 O_{G1}、O_{G2}、O_{G3} 的晶体取向不相同,这说明 O₃、O₄、O₅ 的形核析出方式都是感生形核。通过分析 b₂ 晶粒中析出的 O 相变体,可以看到不同变体均与 b₂ 晶粒满足一定取向关系,即 $(001)_O // (110)_{B2}$, $[\bar{1}\bar{1}0]_O // [1\bar{1}1]_{B2}$ 。因此可以说,在本文选择的固溶时效热处理制度下 O 相形核析出机理以这两种方式进行:即感生形核和界面不稳定形核。两种方式依然有一些差别,B₂ 固溶时效的热处理制度下,O 相在晶界附近的形核析出方式更多的倾向于感生形核,感生形核的 O 相数量较多,界面不稳定形核得到的 O 相数量上较少。

2.2 热处理过程中 O 相变体选择及 O 相相变

除了进行 B₂ 固溶时效的热处理外,本文还选择了两种热处理制度用于研究热处理过程中 O 相变体选择效应及 O 相的相变过程:一种热处理制度是在 1 000 °C 下固溶处理 2 h 后水淬,随后在 815 °C 时效保温 12 h 后随炉冷却;另一种热处理制度为在 920 °C 下固溶处理 2 h 后水淬,随后在 800 °C 时效保温 24 h 后随炉冷却。

图 8 为经过热处理后得到的显微组织图。从图 8a~c 中可以看到,由于该材料是在三相区固溶、两相区时效处理得到的,组织特征为双态组织,组织形貌与轧制结束后得到的组织类似,都是在晶界处和晶粒内部充满了 α₂ 相,但不同的是由于经过长时间时效处理,基体内析出了大量的针状 O 相。统计

针状 O 相的尺寸,可以得知针状 O 相平均长度为 0.71 μm,平均宽度为 0.12 μm。组织中析出的 α₂ 相是高温相,在低温时效下难以去除,所以在两相区长时间时效后轧制过程和固溶过程生成的 α₂ 相依旧保留了下来。同时可以看出,B₂ 晶粒内部分 α₂ 相沿着轧制方向伸长,聚合形成条带结构。与钛合金类似,Ti₂AlNb 基合金中铝含量较高,堆垛层错能普遍较高,不连续动态再结晶(discontinuous dynamic recrystallization, DDRX)通常受到抑制。因此,钛合金和 Ti₂AlNb 基合金的变形机制通常以单 BCC 相区的动态回复(dynamic recovery, DRV)和连续动态再结晶(continuous dynamic recrystallization, CDRX)为主^[14]。条带结构由 DRV 期间形成的子结构组成。图 8d~f 是在 920 °C 固溶后又在 800 °C 时效之后得到的显微组织图,该热处理的固溶和时效都是在两相区内进行的,组织特征也是双态组织。由于是在两相区热处理,相比于轧态和另一种热处理得到的组织,无论是晶界处还是晶粒内部的 α₂ 相,其数量明显减少,尺寸也同样变小;晶界处的 α₂ 相衬度变淡,表明发生了向 O 相转变的相变;同时晶粒内的 α₂ 相周围出现了明显的 rim-O 相;针状 O 相的尺寸相比于另一种热处理后变大了,细小的板条 O 相变粗、变长,平均长度为 1.34 μm,平均宽度为 0.27 μm,原因在于固溶处理温度更低和时效时间更长,让 O 相有充足的时间长大。时效温度升高,析出的二次 O 相数量较少,说明次生的较细 O 相尺寸和体积分数可以由时效处理控制。

根据晶体对称性,BCC 结构的晶体具有 6 个等

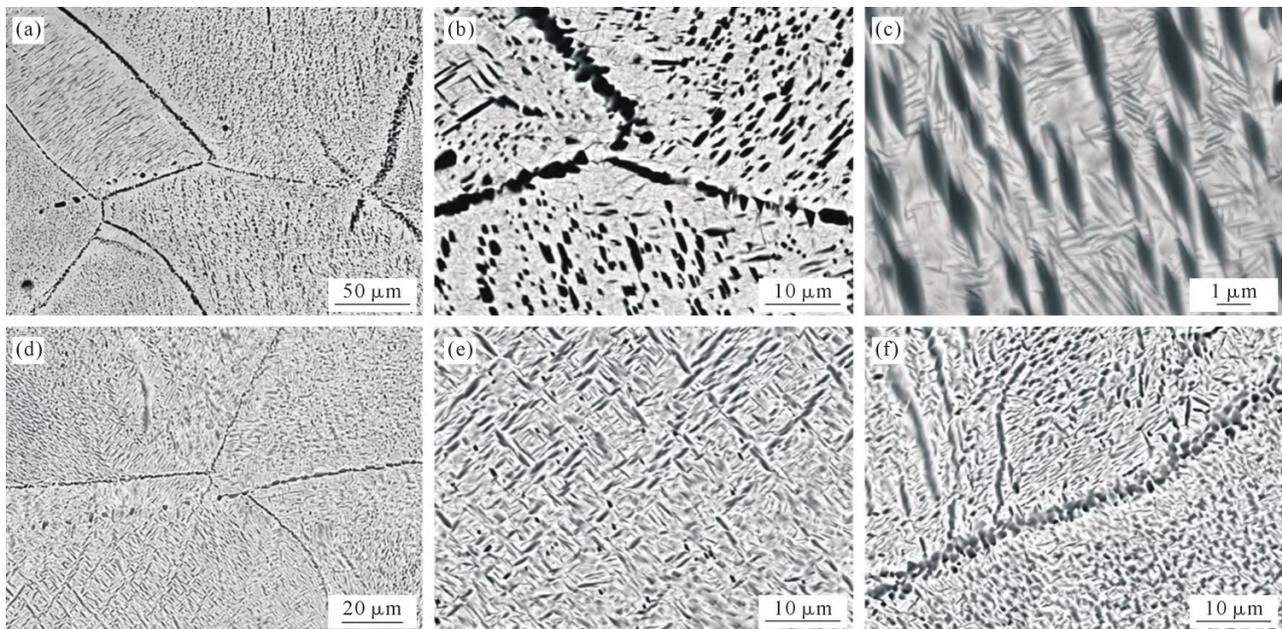


图 8 经过热处理后显微组织:(a~c) 1 000 °C/2 h/WQ + 815 °C/12 h/FC;
Fig.8 Microstructures after heat treatment: (a~c) 1 000 °C/2 h/WQ + 815 °C/12 h/FC; (d~f) 920 °C/2 h/WQ + 800 °C/24 h/FC

效的{110}平面,每个{110}平面包含两个等效的 $\langle\bar{1}11\rangle$ 方向。斜方晶系中每个{001}平面都有两个等效的 $\langle1\bar{1}0\rangle$ 方向。因此,理论上单个BCC结构晶胞中最多有24个斜方晶系变体,但B2相是有序相,具有超结构,根据Banerjee^[6]构建的B2相晶格结构,由于具有不等价性,在O相析出过程中具有固定平面关系的4个方向中有2个方向无法析出,故只有12种O相会出现在B2相晶粒中。一般来说,轧制后形成的位错不仅可以协调塑性变形,还会影响O相析出的变体选择,造成某些O相变体更容易析出。一方面,O相形核阶段,析出的O相于位错之间会发生弹性相互作用;另一方面,在O相长大阶段,位错对于O相析出的惯习面取向有很大影响,所以理论上来说,位错对于O相变体选择有重大影响。

对于在1000℃下固溶随后又在815℃进行时效的试样,选择在其中一个B2相晶粒内进行EBSD分析,所得极图如图9所示。图9a是B2相晶粒的{110}和 $\langle111\rangle$ 极图,由于BCC结构的晶胞总共有六个等效的{110}平面,所以图9a中{110}极图的六个极点说明该分析区域位于单个B2晶粒中。同时由于O相是有序正交结构,其晶格常数a,b,c互不相等,O相晶胞中只有一个等效的{001}平面和一个 $\langle100\rangle$ 方向。如图9b所示,O相的{001}极图和 $\langle110\rangle$ 极图与B2相极图的极点位置相对应,这表明所有O相均和B2相保持Burgers取向关系。图9c是O相的 $\langle100\rangle$ 极图,可以看到,极图中极点一般都集中在3个位置,但是把极图放大后可以发现,每个位置都有多个可识别的极焦点,总共约有11个极焦点,也就是说单个B2相晶粒内沉淀的所有O相中

总共有11种变体。同样,对在920℃下固溶又在800℃时效的试样做一样的处理,得到的EBSD分析区域的极图如图10所示。图10a和b分别是B2相晶粒的{110}、 $\langle111\rangle$ 极图和O相的{001}、 $\langle110\rangle$ 极图,两者之间满足Burgers取向关系。从图10c中能看到,O相的 $\langle100\rangle$ 极图中极点同样聚集在3个位置,放大之后可以看出每个位置都有4个极焦点,总共有12个极焦点,这表明在单个B2相晶粒中就可以析出所有的12种O相变体。因此轧制后的固溶时效过程基本没有对O相变体的析出造成影响,O相析出没有发生强的变体选择效应。

目前关于rim-O相的形成有很多讨论,但具体的形成机制尚不明确。一般认为rim-O是通过B2和 α_2 相的包析反应形成。由于B2相和 α_2 相的Nb元素含量差异较大,B2相的Nb元素含量高而Al元素含量低, α_2 相则是完全相反,在扩散过程中B2相的Nb元素向 α_2 相扩散, α_2 相中Al元素向B2扩散,在低温时,两相之间的扩散速度比较慢,在B2相和 α_2 相之前会生成阻碍扩散的rim-O相。并且O相的Ti、Nb、Al元素含量都介于B2相和 α_2 相之间,B2相和 α_2 相的界面就是O相理想的形核点位,所以从化学成分上也可以理解rim-O相在B2/ α_2 相界面处形核而不是在 α_2 相内部^[24]。图11是Ti₂AlNb合金轧板在1000℃固溶815℃时效处理后的EBSD分析结果,从图11a中可以看到在B2晶粒区域的右侧存在有 α_2 相边缘生成的O相,推测这是由包析反应生成的rim-O相。从图10b的IPF图中可以看出,对于指定的 α_2 相外侧的rim-O相的取向是一致且均匀的。通过图11右上角的极图分析可以看出,O

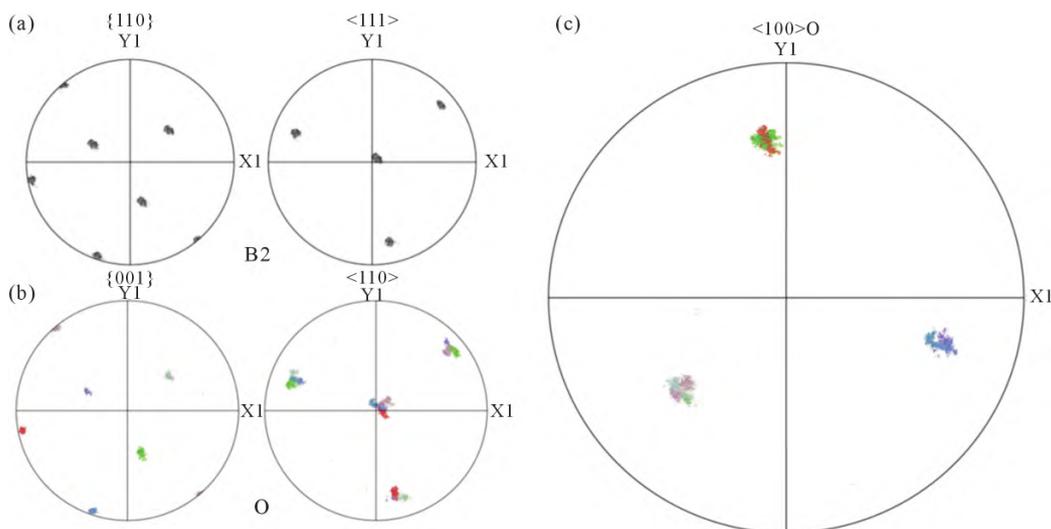


图9 Ti₂AlNb合金在1000℃固溶后815℃时效处理的EBSD分析:(a)B2相的{110}和 $\langle111\rangle$ 极图;(b)O相的{001}和 $\langle110\rangle$ 极图;(c)O相的 $\langle100\rangle$ 极图

Fig.9 EBSD analysis of the Ti₂AlNb alloy treated with a solid solution at 1000℃ followed by aging at 815℃:(a){110} and $\langle111\rangle$ polar plots of the B2 phase;(b){001} and $\langle110\rangle$ polar plots of the O phase;(c) $\langle100\rangle$ polar plot of the O phase

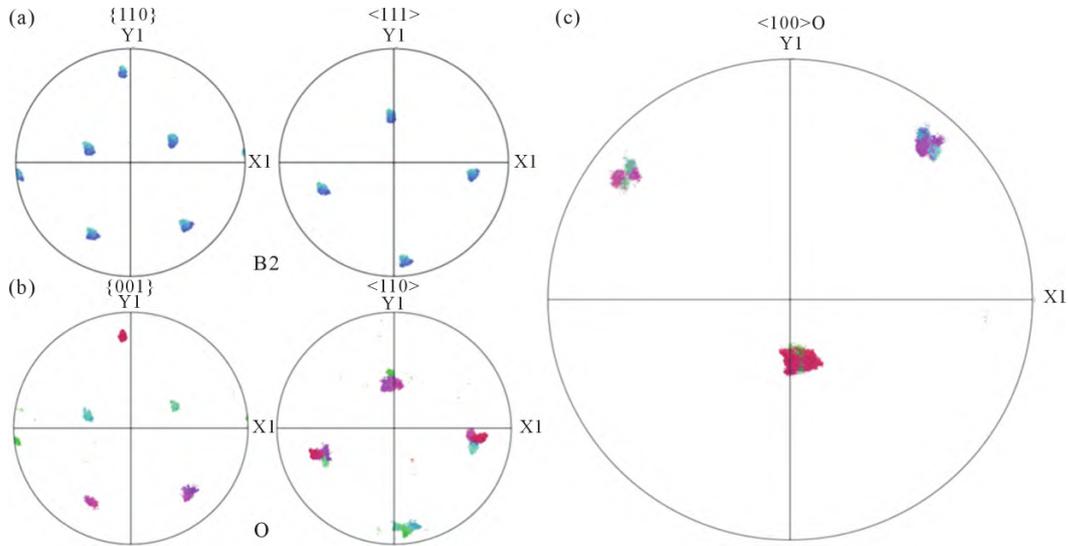


图 10 Ti₂AlNb 合金在 920 °C 固溶后 800 °C 时效处理的 EBSD 分析:(a) B2 相的 {110} 和 <111> 极图;(b) O 相的 {001} 和 <110> 极图;(c) O 相的 <100> 极图

Fig.10 EBSD analysis of the Ti₂AlNb alloy treated with a solid solution at 920 °C followed by aging at 800 °C: (a) {110} and <111> polar plots of the B2 phase; (b) {001} and <110> polar plots of the O phase; (c) <100> polar plot of the O phase

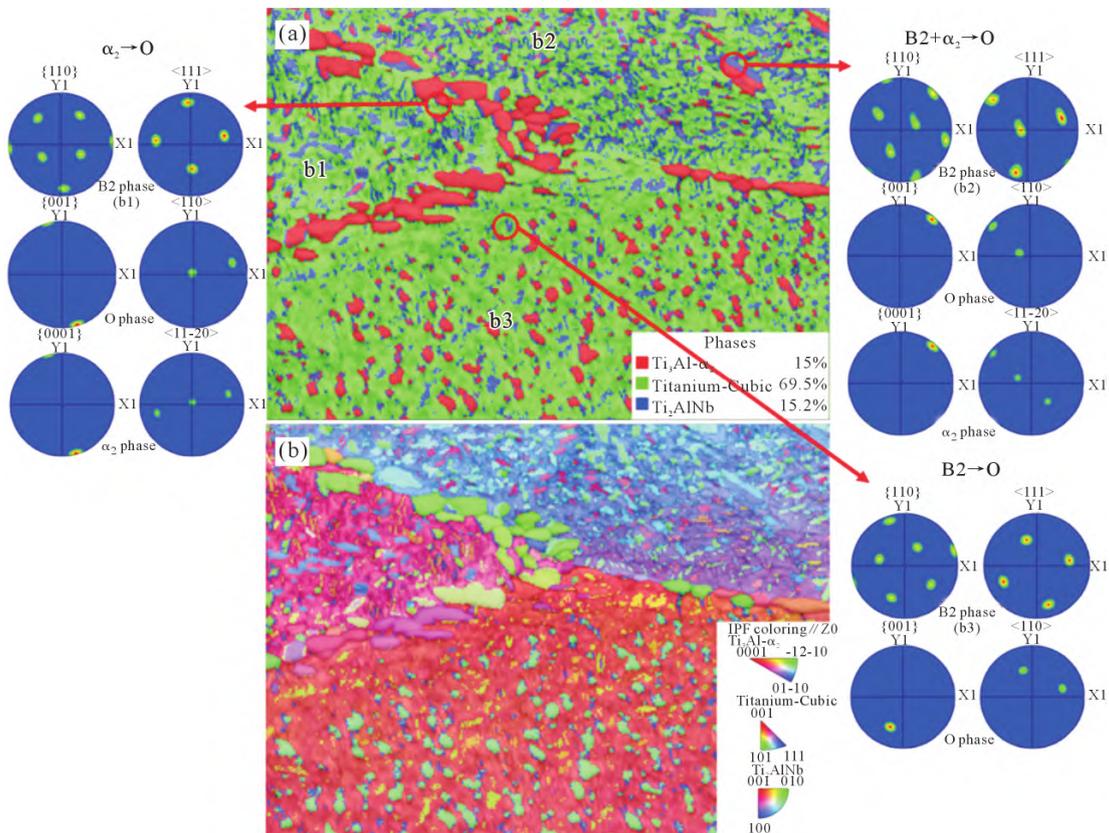


图 11 Ti₂AlNb 合金在 1 000 °C 固溶与 815 °C 时效处理后的 O 相相变:(a) 相图及 PF 图;(b) IPF 及 PF 图

Fig.11 O-phase phase transformation of the Ti₂AlNb alloy after solid solution treatment at 1 000 °C and aging at 815 °C: (a) phase map and PF map; (b) IPF and PF maps

相与 α₂ 相满足 {001}_O//{0001}_{α₂}, <110>_O//<11 $\bar{2}$ 0>_{α₂} 取向关系;同时 O 相与基体 B2 相满足 {001}_O//{110}_{B2}, <1 $\bar{1}$ 0>_O//<1 $\bar{1}$ >_{B2} 的取向关系, 所以从极图的角度可以判断此处确实发生了 B2+α₂→O 包析反应, 生成 rim-O 相。图 11 中还能看到 O 相的其他相变方式, 如右下角所示, 从 B2 相基体中直接析出 O 相;或者

如图中左侧所示, O 相与 α₂ 相保持取向关系一致, 却和基体 B2 相取向关系不同, 这表明 O 相从 α₂ 相中析出得到。图 12 是 Ti₂AlNb 合金轧板在 920 °C 固溶以及 800 °C 时效处理后的 EBSD 分析结果, 同样可以找到 O 相的三类形成方式, 即 B2→O、α₂→O 和 B2+α₂→O 3 类, 与图 10 的结果一致。这说明在

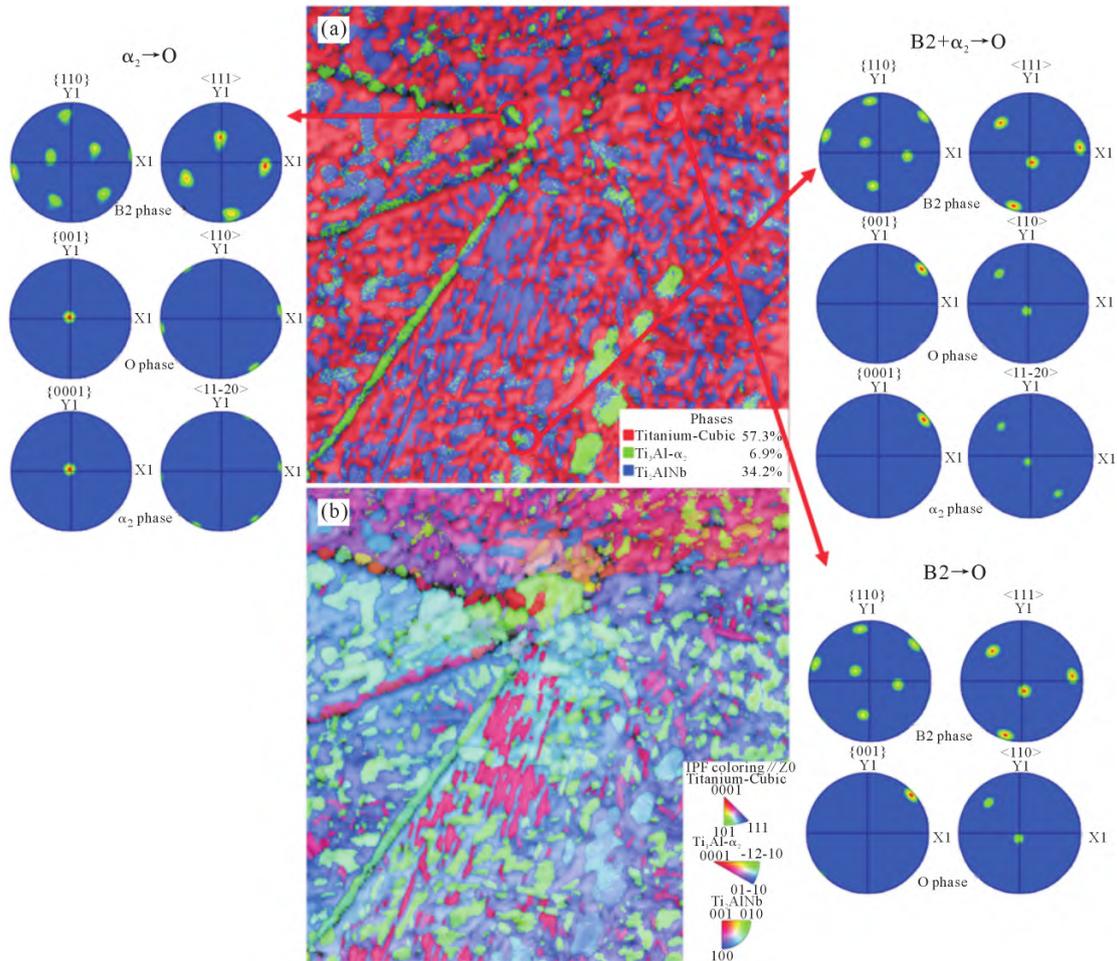


图 12 Ti₂AlNb 合金在 920 °C 固溶与 800 °C 时效处理后的 O 相相变:(a) 相图及 PF 图;(b) IPF 及 PF 图

Fig.12 O-phase phase transformation of the Ti₂AlNb alloy after solid solution treatment at 920 °C and aging at 800 °C: (a) phase map and PF map; (b) IPF and PF maps

轧制过后的固溶时效过程中,目前已知的 3 类 O 相形成机制都有所体现。

3 结论

(1)Ti₂AlNb 合金轧板在不同温度保温时,O 相不仅在晶界以及晶界附近析出,在基体内部也有大量析出;随着时效温度提高,晶界附近的 O 相板条粗化程度加剧,同时 O 相析出量先增加随后减少,930 °C 时 O 相析出体积分数达到最高,为 52%。

(2)固溶时效热处理制度下 O 相形核析出方式既有界面不稳定形核也有感生形核。但在该热处理条件下,O 相在晶界附近的形核析出方式更多的倾向于感生形核,感生形核的 O 相数量较多,界面不稳定形核得到的 O 相数量上较少。

(3)Ti₂AlNb 合金轧板在两相区和三相区固溶处理并在较低的温度下时效处理之后,得到的组织均为双态组织,组织形貌与轧制态组织类似,但是基体内析出了大量的针状 O 相;热处理后 12 种 O 相变体基本都有所体现,轧制后的固溶时效过程基本没有对 O 相变体的析出造成影响,O 相析出没有发生

强的变体选择效应。

参考文献:

- [1] ZHANG H Y, YAN N, LIANG H Y, LIU Y C. Phase transformation and microstructure control of Ti₂AlNb-based alloys: A review [J]. Journal of Materials Science & Technology, 2021, 80: 203-216.
- [2] WU J, XU L, LU Z G, LU B, CUI Y Y, YANG R. Microstructure design and heat response of powder metallurgy Ti₂AlNb alloys[J]. Journal of Materials Science & Technology, 2015, 31(12): 1251-1257.
- [3] CAI X Q, WANG Y, YANG Z W, WANG D P, LIU Y C. Transient liquid phase (TLP) bonding of Ti₂AlNb alloy using Ti/Ni interlayer: Microstructure characterization and mechanical properties [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2016, 679: 9-17.
- [4] ZHANG Y R, CAI Q, MA Z Q, LI C, YU L M, LIU Y C. Solution treatment for enhanced hardness in Mo-modified Ti₂AlNb-based alloys[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2019, 805: 1184-1190.
- [5] REN X, HAGIWARA M. Displacive precursor phenomena in Ti-22Al-27Nb intermetallic compound prior to diffusional transformation[J]. Acta Materialia, 2001, 49(19): 3971-3980.
- [6] BANERJEE D, GOGIA A K, NANDI T K, JOSHI V A. A new ordered orthorhombic phase in a Ti₂Al-Nb alloy[J]. Acta Metallurgica

- ca, 1988, 36(4): 871-882.
- [7] ZHANG X, LI H W, ZHAN M, ZHENG Z B, GAO J, SHAO G D. Electron force-induced dislocations annihilation and regeneration of a superalloy through electrical in-situ transmission electron microscopy observations[J]. *Journal of Materials Science & Technology*, 2020, 36: 79-83.
- [8] HUANG Y, LIU Y C, ZHANG Y R, LIANG H Y. Thermal stability and mechanical properties of Ti-22Al-25Nb alloy with different initial microstructures[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2020, 842: 155794.
- [9] ESIN V A, MALLICK R, DADÉ M, DENAND B, DELFOSSE J, SALLOT P. Combined synchrotron X-ray diffraction, dilatometry and electrical resistivity in situ study of phase transformations in a Ti₂AlNb alloy[J]. *Materials Characterization*, 2020, 169: 110654.
- [10] SHAO B, SHAN D B, GUO B, ZONG Y Y. Plastic deformation mechanism and interaction of B₂, α₃, and O phases in Ti-22Al-25Nb alloy at room temperature[J]. *International Journal of Plasticity*, 2019, 113: 18-34.
- [11] BU Z Q, ZHANG Y G, YANG L, KANG J M, LI J F. Effect of cooling rate on phase transformation in Ti₂AlNb alloy[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2022, 893: 162364.
- [12] BOEHLERT C J, MAJUMDAR B S, SEETHARAMAN V, MIRACLE D B. Part I. The microstructural evolution in Ti-Al-Nb O+BCC orthorhombic alloys[J]. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 1999, 30: 2305-2323.
- [13] SHI R, WANG Y. Variant selection during α precipitation in Ti-6Al-4V under the influence of local stress - A simulation study [J]. *Acta Materialia*, 2013, 61(16): 6006-6024.
- [14] ZHENG Y P, ZENG W D, LI D, XU J W, MA X, LIANG X B, ZHANG J W. Orthorhombic precipitate variant selection in a Ti₂AlNb based alloy[J]. *Materials & Design*, 2018, 158: 46-61.
- [15] SADI F A, SERVANT C. On the B₂→O phase transformation in Ti-Al-Nb alloys[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2003, 346(1-2): 19-28.
- [16] FURUHARA T, MAKI T. Variant selection in heterogeneous nucleation on defects in diffusional phase transformation and precipitation[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2001, 312(1-2): 145-154.
- [17] LEI L, ZHAO Q Y, WU C, ZHAO Y Q, HUANG S X, JIA W J, ZENG W D. Variant selection, coarsening behavior of α phase and associated tensile properties in an α+β titanium alloy[J]. *Journal of Materials Science & Technology*, 2022, 99: 101-113.
- [18] MA J K, ZHANG Y S, LI J J, WANG Z J, WANG J C. Variant selection within one β grain in laser solid formed Ti-6Al-4V alloys [J]. *Materials Characterization*, 2022, 185: 111744.
- [19] DAVIES P S. An investigation of microstructure and texture evolution in the near-α titanium alloy Timetal[®] 834[D]. Sheffield: University of Sheffield, 2009.
- [20] MURALEEDHARAN K, NANDY T K, BANERJEE D, LELE S. Transformations in a Ti-24Al-15Nb alloy: Part II. A composition invariant β₀→O transformation[J]. *Metallurgical Transactions A*, 1992, 23: 417-431.
- [21] FRANETOVIĆ V, KUNSTELJ D, BONEFAČIĆ A. The investigation of metastable ζ-hcp phase in the Ag-rich fcc region of Ag-In alloys rapidly quenched from the melt[J]. *Journal of Materials Science*, 1982, 17(10): 2771-2780.
- [22] SUN Z C, GUO S S, YANG H. Nucleation and growth mechanism of α-lamellae of Ti alloy TA15 cooling from an α+β phase field [J]. *Acta Materialia*, 2013, 61(6): 2057-2064.
- [23] QIU D, SHI R, ZHANG D, LU W, WANG Y. Variant selection by dislocations during α precipitation in α/β titanium alloys[J]. *Acta Materialia*, 2015, 88: 218-231.
- [24] LU B, YANG R, CUI Y Y, LI D. A comparison study of microstructure and mechanical properties of Ti-24Al-14Nb-3V-0.5Mo with and without Si[J]. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2000, 31: 2205-2217.