

特约专栏

TiAl 合金板材的制备与组织分析

陈玉勇, 孔凡涛, 崔 宁

(哈尔滨工业大学 金属精密热加工国家级重点实验室, 哈尔滨 150001)

摘 要: TiAl 金属间化合物板材以其低密度、高强度、高刚度和优异的抗蠕变和抗氧化性能等优点, 在航空航天领域, 成为替代 700 ~ 900 °C 使用的高温合金板材的重要高温结构材料。目前, TiAl 金属间化合物板材的制备方法主要为铸锭冶金技术 (IM) 和粉末冶金技术 (PM)。本文采用铸锭冶金技术 (近等温包套轧制技术) 成功制备了尺寸为 700 mm × 200 mm × 2 mm 的 TiAl 合金板材。TiAl 合金板材外观完整, 无宏观及微观裂纹等缺陷。TiAl 合金板材显微组织为近双态组织, 由 γ 相、B2 相和少量的 α_2 相、 YAl_2 相组成。其中 B2 相含量达到 24%, 呈块状或片状分布在 γ 相基体中, B2 相高温下转变为无序 β 相可显著改善合金的高温变形能力。TiAl 合金板材显微组织中存在较多的块状 γ 相和 B2 相, 这主要是由于高温轧制过程中的动态再结晶和静态再结晶引起的。

关键词: TiAl 合金; 铸锭冶金; 热轧; 板材; 组织; 再结晶

中图分类号: TG146.2⁺3 **文献标识码:** A **文章编号:** 1674-3962(2015)05-0379-04

Preparation and Microstructural Analysis of TiAl Alloy Sheet

CHEN Yuyong, KONG Fantao, CUI Ning

(National Key Laboratory for Precision Hot Processing of Metals, Harbin Institute of Technology, Harbin 150001, China)

Abstract: TiAl intermetallics sheets, which can be used to replace heavier superalloy sheets in the working temperature range of 700 ~ 900 °C, have continued to attract so much attention from aerospace applications because of its low density, high strength, high stiffness and good creep and oxidation resistance. At present, two main preparation methods, ingot metallurgy (IM) and powder metallurgy (PM), are developed to produce TiAl alloy sheets. In this paper, TiAl alloy sheets with dimensions of 700 mm × 200 mm × 2 mm were produced by ingot metallurgy technology (near-isothermal packed rolling). The microstructure of the sheets is near duplex structure, which is composed of γ phase, B2 phase and a few α_2 phase, YAl_2 phase. The content of massive/lamella B2 phase distributed in γ phase matrix is about 24%. B2 phase changed into disordered β phase at high temperature can significantly improve the hot deformability of TiAl alloys. The main deformation mechanism of TiAl alloy is dynamic recrystallization and static recrystallization in the hot rolling process.

Key words: TiAl alloys; ingot metallurgy; hot rolling; sheet; microstructure; recrystallization

1 前 言

TiAl 合金比重不到镍基合金的 50%, 使用温度可达 700 ~ 900 °C, 具有轻质、高强、耐蚀、耐磨、耐高温等性能优点, 逐渐成为航空、航天等领域重要的备选材

料^[1-2]。TiAl 合金板材制备技术是当前 TiAl 合金领域重要的研究方向之一, 铸锭冶金、粉末冶金、铸轧技术、箔材叠层扩散、EBPVD 以及增材制造等多种技术均用于 TiAl 合金板材制备技术的研究^[3-6], 其中铸锭冶金和粉末冶金两种技术研究较系统。TiAl 合金板材除了有望直接用作结构外, 还可以作为超塑性成形的预成形材料。近些年来, TiAl 合金板材在热结构及热防护性系统中的应用, 已经被纳入未来欧洲航空运输研究计划 (FESTIP), 欧洲准备将 TiAl 板材应用于高速民用运输机 (HSCT) 和可重复使用的单级入轨 (SSTO) 太空船 (RLV)。欧洲未来的飞机 A3XX 以及美国 NASA 在研的新型可重复使用的航天飞机的防热结构也准备大量使用 TiAl 合金板材。

收稿日期: 2014-04-30

基金项目: 新金属材料国家重点实验室开放基金 (2013-ZD06); 国家自然科学基金 (51471056); 国家 973 项目 (2011CB605502)

第一作者: 陈玉勇, 男, 1956 年生, 教授, 博士生导师

通讯作者: 孔凡涛, 男, 1971 年生, 教授, 博士生导师, Email: kft@hit.edu.cn

DOI: 10.7502/j.issn.1674-3962.2015.05.09

但是,到目前为止,TiAl 合金制备技术中存在的问题仍然没有得到很好的解决,特别是采用热轧工艺制备板材时很容易开裂,使得到大尺寸、高质量板材非常困难。原因一方面是近等温包套轧制工艺的控制较难,另一方面主要是传统的 TiAl 合金属于难变形合金,不适合高温轧制成形。从轧制工艺角度,大多采用以下方法来改善 TiAl 合金板材成形困难问题:①对轧制前的材料质量要求高;②采用特种包套轧制技术进行轧制,包套工艺设计严格;③在 $\alpha + \gamma$ 两相区进行轧制,由于变形过程中温降较快,道次间要回炉加热;④仔细选择轧制速度与道次变形量等加工工艺,避免苛刻的应变速率影响;⑤避免轧制过程中板材的氧化等。但即使仔细控制工艺参数,通过轧制生产出较大尺寸的 TiAl 合金板材也是非常困难的。

近年来研究发现^[7-10],加入大量的特定 β 相稳定元素(如 V, Cr, Mn, Mo)及少量的晶粒细化元素(如 Y, B, C),得到的 beta-gamma TiAl 合金,其热加工性能要远好于传统 TiAl 合金,是一种非常有潜力的变形合金。从热加工性能上看,该合金高温流变应力低,高温变形能力较好,在热加工过程中不容易产生裂纹等缺陷。从相构成上看,该合金主要含有 β (或 B2)相和 γ 相,而 α_2 相非常少,有些合金中 β /B2 相的体积百分比甚至可以达到 20% 以上。可通过后续热处理,控制热加工后 beta-gamma TiAl 合金的显微组织及相组成,这有利于调控常温、高温力学性能。本文通过采用铸锭冶金技术制备了一种 beta-gamma TiAl 合金(Ti-43Al-9V-Y, 原子百分数)板材,并对其显微组织进行了系统分析。

2 实验方法

实验用原材料为海绵 Ti (> 99.7%),高纯 Al (> 99.99%),其它添加元素均为添加金属与 Al 的中间合金。合金名义成分为 Ti-43Al-9V-Y(原子百分数)。按照设计

的成分配料后,在真空自耗电极电弧熔炼炉(VAR)中熔炼成铸锭。将铸锭进行均匀化退火处理(900 °C/48 h)和热等静压处理(HIP)。HIP 采用 Ar 气作为保护气氛,边升温边充 Ar 气直至 170 MPa,在 1250 °C 下保温 4 h 后随炉缓冷。经 HIP 后对材料进行包套锻造(始锻温度 1200 °C,总变形量 > 85%),锻后将材料在 900 °C 条件下退火 48 h。将退火后的材料切割成试样,采用不锈钢包套后,在热轧机上近等温包套轧制成板材。包套轧制主要工艺参数如下:开轧温度 1200 °C,轧制速度 < 0.5 m/s,道次变形量约 10%,道次回炉时间 5 ~ 20 min,总变形量 > 70%。轧后板材炉冷至 400 ~ 500 °C 后,空冷至室温。采用 XRD,带有 EDS 和 EBSD 的 SEM,TEM 对 TiAl 合金板材的相组成及显微组织进行观察与分析。

3 结果与讨论

采用铸锭冶金技术制备的大尺寸 TiAl 合金板材如图 1a 所示。合金板材的尺寸约为 700 mm × 200 mm × 2 mm。从宏观形貌看,经包套轧制后的 Ti-43Al-9V-Y 合金板材变形均匀,未出现裂纹等质量缺陷,表明 Ti-43Al-9V-Y 合金本身具有较好的热加工性能。这主要得益于锻态组织中较多的 γ 和 B2 相。关于 γ 相的变形机制已经被广泛研究,在热加工条件下, γ 相通过开动位错和孪晶滑移可以获得大变形。室温 B2 相在高温下会转变为无序的体心立方 β 相, β 相可为变形提供较多的滑移系,作为变形润滑剂,承载部分变形,进而改善合金的高温变形能力。同时,Ti-43Al-9V-Y 合金细小的显微组织,对高温变形也极为有利^[11]。对 Ti-43Al-9V-Y 合金板材进行 XRD 分析,结果如图 1b 所示。XRD 结果表明,板材主要由 γ 相、B2 相组成,而 α_2 相衍射峰基本与其它相的衍射峰重合,说明板材中 α_2 相含量不高,难以分辨。Ti-43Al-9V-Y 合金板材与铸态和锻态合金的相组成基本一致^[11]。

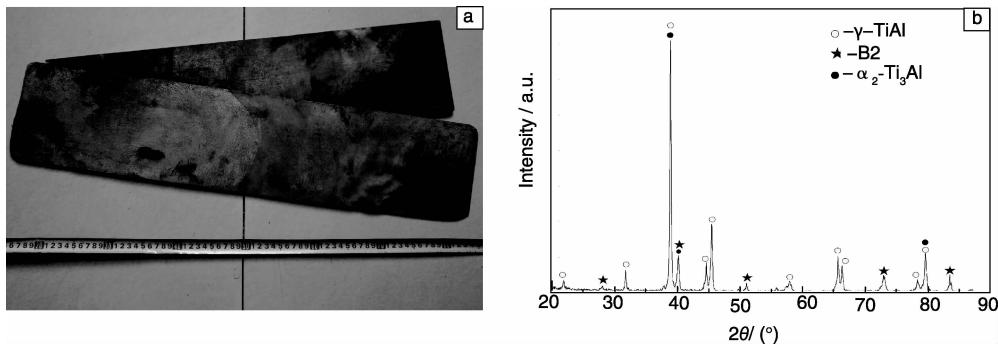


图 1 TiAl 合金板材宏观形貌(a)及 TiAl 合金板材的 XRD 花样(b)

Fig. 1 Morphology (a) and XRD pattern (b) of TiAl alloy sheets

图 2 为 Ti-43Al-9V-Y 合金板材的 BSE 组织。可以看出, Ti-43Al-9V-Y 合金经热轧后,显微组织比较均匀,轧

态组织接近于双态组织(DP),由不平直的板条和块状组成。为确定合金的相组成,在 Ti-43Al-9V-Y 合金板材组

织中选取3个不同的区域(如图2b所示),进行EDS分析,结果如表1所示。图2b中,深色相(A点)为基体相,其Ti和Al的原子比接近1:1,确定为 γ -TiAl相;灰白色相(B点)中含有较多的V,V原子和Al原子的原子数之和等于Ti原子数,判断为B2相,该相是 β 相稳定元素V偏聚形成的一种热平衡相;亮白色相(C点),为Y析出,与析出的Al作用形成的 YAl_2 相。图1b的XRD花样显示板材的相组成中有 α_2 -Ti₃Al的存在,但在BSE图片中难以辨别,这一方面是由于板材中 α_2 相含量较少,另一方面由于 α_2 相的对比度较低,在SEM图片中较难分辨。由Ti-Al-V三元相图可以推测,在1200℃进行轧制过程中,高温 α 相发生反应: $\alpha \rightarrow \beta + \gamma$,导致在轧制后的板材内部由于 α 相有序化,形成的 α_2 相含量较少。

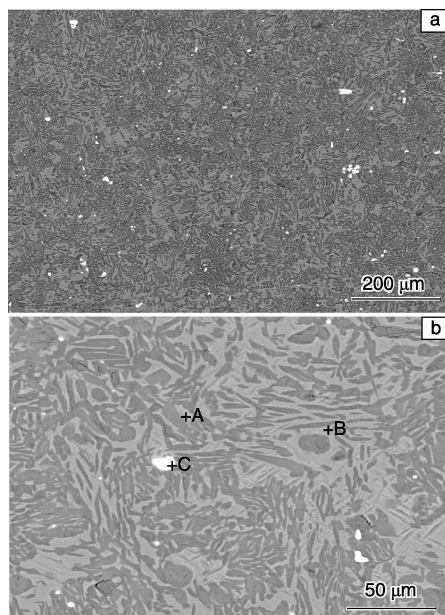


图2 Ti-43Al-9V-Y合金不同放大倍率的BSE像
Fig. 2 BSE images of TiAl alloy sheet

表1 各组成相的能谱分析(原子百分数)

Table 1 EDS results of different points as indicated in Fig. 2(b)
(atomic percentage)

Point	Ti	Al	V	Y	Phase
A	46.92	48.45	4.51	0.12	γ
B	50.22	34.96	14.76	0.06	β /B2
C	9.2	59.93	1.83	29.04	YAl_2

由图2可以看出,不同尺寸的片层状B2相随机分布在 γ 基体中,而 YAl_2 相较少,以点状在基体中随机分布。板材内部各相大多呈条块状,平直的层片组织较少,这说明在Ti-43Al-9V-Y合金板材轧制变形过程中,发生了明显的动态再结晶,同时,道次间回炉过程中也发生了静态再结晶。条块状相尺寸较大,说明高温轧制过程

中,也会伴随再结晶晶粒的长大。

由于 α_2 较低的含量和对比度,在XRD结果和SEM图片中很难辨别,进一步对Ti-43Al-9V-Y合金板材进行了EBSD分析,如图3所示,灰色相为 γ 相,灰白色相为B2相,而黑色相为 α_2 相。由相分布图可知:主相为 γ 相,含量为71.8%;B2相含量约为24%,呈块状或片状分布在 γ 相基体中;而 α_2 相含量极少且尺寸很小,含量仅有4%,在合金组织中随机分布。小尺寸的 α_2 相随机分布在合金组织中,也可能起到一定的弥散强化作用,进而提高合金的强度。

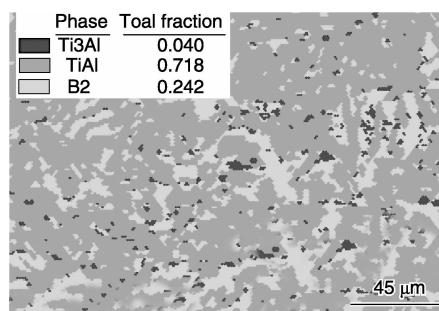


图3 Ti-43Al-9V-Y合金的相分布图(EBSD)

Fig. 3 Phase map of Ti-43Al-9V-Y alloy (EBSD)

为进一步确定Ti-43Al-9V-Y合金板材的微观组织形貌,对其进行了TEM分析。图4为Ti-43Al-9V-Y合金板材的TEM照片。从图4a可以发现, γ -TiAl相具有等轴状和层片状两种形态。等轴 γ 晶粒的形成,是由于轧制过程中,在较高的温度和应力作用下,合金发生了明显的再结晶及晶粒长大。 γ 层片宽度较窄且不平直,这与传

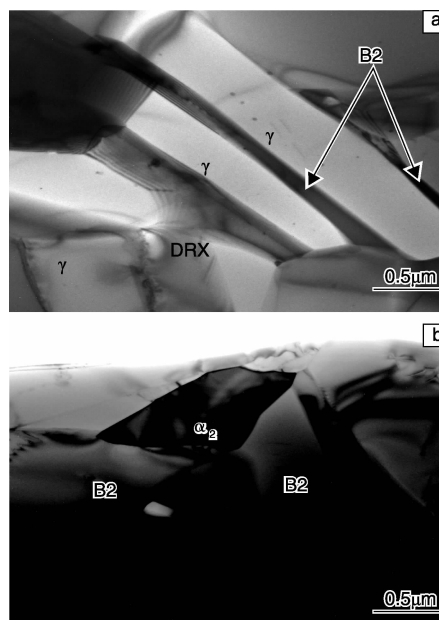


图4 Ti-43Al-9V-Y合金组织TEM照片

Fig. 4 Bright-field TEM images of Ti-43Al-9V-Y alloy

统 TiAl 合金的平直层片形貌具有显著不同。同时还可以观察到,在 γ 层片之间,还分布着 B2 相的层片,不平直 γ 层片和 B2 层片的形成是由于添加大量 β 相稳定元素 V 引起的,这与铸态与锻态 Ti-43Al-9V-Y 合金的研究结果基本一致。此外,在合金 TEM 组织中还发现较多的块状 B2 相和少量的块状 α_2 相,如图 4b 所示,说明 B2 相主要是以块状存在,这也与上述 EBSD 分析结果相同。

4 结 论

采用近等温包套轧制工艺成功制备了尺寸达 700 mm \times 200 mm \times 2 mm 的 Ti-43Al-9V-Y 合金板材。板材变形均匀,外观良好,未出现裂纹等质量缺陷,表明 Ti-43Al-9V-Y 合金本身具有较好的热加工性能。板材组织为近双态组织,由 γ 、B2 和少量的 α_2 、YAl₂ 组成,其中 B2 相含量达到 24%,呈块状或片状分布在 γ 相基体中,B2 相高温下转变为无序 β 相可显著改善合金的高温变形能力。Ti-43Al-9V-Y 合金板材组织中存在较多的块状 γ 和 B2 相,这主要是由于轧制过程中再结晶引起的。

参考文献 References

- [1] 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.
- [2] Clemens H, Mayer S. Design, Processing, Microstructure, Properties, and Applications of Advanced Intermetallic TiAl Alloys [J]. *Advanced Engineering Materials*, 2013(15): 191–215.
- [3] Das G, Kestler H, Clemens H, *et al.* Sheet Gamma TiAl: Status and Opportunities[J]. *Jom*, 2004(56): 42–45.
- [4] Luo J G, Acoff V L. Processing Gamma-Based TiAl Sheet Materials by Cyclic Cold Roll Bonding and Annealing of Elemental Titanium and Aluminum Foils[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2006(433): 334–342.
- [5] Cui X P, Fan G H, Geng L, *et al.* Fabrication of Fully Dense TiAl-Based Composite Sheets with a Novel Microlaminated Microstructure[J]. *Scripta Materialia*, 2012(66): 276–279.
- [6] Zhang D M, Chen G Q, Han J C, *et al.* Macro-Microscopic Morphology and Phase Analysis of TiAl-Based Alloys Sheet Fabricated by EB-PVD method[J]. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2007(17): 777–782.
- [7] 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): 1 531–1 536.
- [8] Kim D J, Seo D Y, Huang X, *et al.* Cyclic Oxidation Behavior of a Beta Gamma Powder Metallurgy TiAl-4Nb-3Mn Alloy Coated with a NiCrAlY Coating[J]. *Surface and Coatings Technology*, 2012(206): 3 048–3 054.
- [9] Chen Y Y, Niu H Z, Kong F T, *et al.* Microstructure and Fracture Toughness of a β Phase Containing TiAl Alloy[J]. *Intermetallics*, 2011(19): 1 405–1 410.
- [10] Clemens H, Chladil H F, Wallgram W, *et al.* In and Ex Situ Investigations of the β -Phase in a Nb and Mo Containing γ -TiAl Based Alloy[J]. *Intermetallics*, 2008(16): 827–833.
- [11] Su Y J, Kong F T, Chen Y Y, *et al.* Microstructure and Mechanical Properties of Large Size Ti-43Al-9V-0.2Y Alloy Pancake Produced by Pack-Forging[J]. *Intermetallics*, 2013(34): 29–34.

(编辑 盖少飞 惠 琼)