

特约专栏

TiAl 基合金冷坩埚定向凝固研究现状与发展趋势

丁宏升, 郭景杰, 陈瑞润, 傅恒志

(哈尔滨工业大学 金属精密热加工国家级重点实验室, 黑龙江 哈尔滨 150001)

摘要: 冷坩埚定向凝固技术基于材料电磁加工原理, 将合金连续熔化、电磁约束成形和连续凝固过程统一, 避免模壳法定向凝固造成的合金熔体污染, 是 TiAl 等高活性合金高纯净定向凝固的重要方法之一。报告了 TiAl 基合金冷坩埚定向凝固技术的研究结果, 建立了电磁场、温度场与电磁冷坩埚系统主要参数之间的规律性关系。通过改变冷坩埚的横截面形状, 初步制备出具有定向凝固组织的 TiAl 基合金圆、方和扁锭, 研究结果表明该方法不但适合于 Ti-Al 二元合金, 而且施与多元多相 TiAl 基合金也是可行的。通过对成分和组织控制, 所研究的 TiAl 基合金定向凝固试样的室温拉伸塑性最高达到 1.5% 左右。最后指出将该方法应用于耐高温的轻质高 Nb 含量的 γ -TiAlNb 合金的定向凝固是未来的发展趋势。

关键词: TiAl 基合金; 冷坩埚; 定向凝固; 电磁场

中图分类号: TG146.2; TG249.7 文献标识码: A 文章编号: 1674-3962(2010)02-0014-10

Development of Directional Solidification Technology Based on Electromagnetic Cold Crucible to Prepare TiAl Intermetallics

DING Hongsheng, GUO Jingjie, CHEN Ruirun, FU Hengzhi
(National Key Laboratory for Precision Heat Processing of Metals,
Harbin Institute of Technology, Harbin 150001, China)

Abstract: On basis of electromagnetic processing principle of materials, directional solidification technology based on electromagnetic cold crucible integrates the inductive melting into electromagnetic continuous casting using a water-cooled copper crucible device is investigated. It has been with much flexibility to perform directional solidification of TiAl avoiding contaminations by the present method compared to a traditional Bridgman method. By systematic experiments and analysis on the behavior of the electromagnetic and temperature field within cold crucible and their coupling effect, a semi-quantitative relationship between temperature, electromagnetic intensity and unit parameters of crucible was set up. Billets with multiple cross-sections of round and square as well as near-rectangular were solidified successfully into unidirectional structures for Ti-Al binary alloys, in which by controlling the compositions and modifying the microstructures it revealed that the method is available for TiAl-based alloy in multiple composition and phases effectively. Finally, tensile testing results show that a tensile elongation of about 1.5% can be attained for as-DS samples. This means, due to the improvement of castings quality, enhancing its application for light-weight high-Nb containing γ -TiAlNb are with great prospective in the future.

Key words: TiAl-based intermetallics; cold crucible; directional solidification; electromagnetic field

1 前言

TiAl 基合金是指 Ti/Al 原子比接近 1:1 的有序金属化合物材料, 按照组织状态可分为具有 L_{10} 结构的单相 γ -TiAl 合金和以 γ 相为基体含有具有 DO_{19} 结构的 α_2 -Ti₃Al 的双相 TiAl 合金, 由于原子排列状态的有序化,

使其具有高比强、耐腐蚀、高弹性模量的优点, 同时兼备高温抗蠕变的特点, 是航空航天材料中最具发展潜力的一类材料^[1-2]。若 TiAl 基合金与高温合金及高温陶瓷材料的性能对比, TiAl 基合金的比强度/比寿命、导热性、韧性及可加工性均优于或接近于高温合金, 而密度却大为减少, 是 650 ~ 1 000 °C 使用的最佳候选材料, 而 Ti 合金在低于 750 °C 时则与 TiAl 基合金并列成为性能最优的结构材料(图 1)。美国航空航天局在预估航空航天发动机用材时, 将钛合金基复合材料与 TiAl 基合金作为最重要的结构用材, 估计到 2020 年可占发动机用材的 40% ~ 50%^[3]。

收稿日期: 2009-11-30

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(50671032); 教育部“新世纪优秀人才支持计划”资助项目(NCET-08-0164)

通信作者: 丁宏升, 男, 1968 年生, 博士, 教授

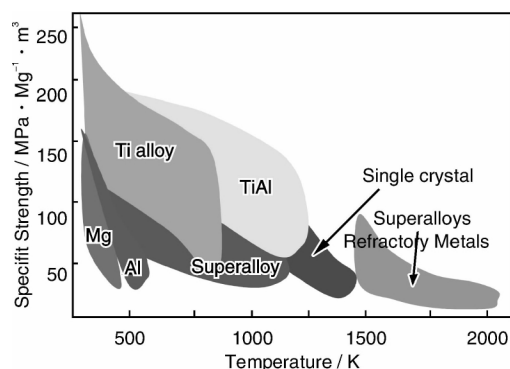


图1 不同温度时 TiAl 基金属的比强度与其它合金比较

Fig. 1 The specific strength of TiAl alloys in comparison with other alloy systems at different serving temperature

目前已有开始利用 TiAl 基金属研制航空发动机低压涡轮叶片、静叶片、汽车发动机增压叶轮、排气阀等构件的报道^[4]。尤其是经过定向凝固的, 具有单向组织的 TiAl 基金属将拥有更好的应用和发展空间, 这是由于与铸造的等轴晶相比, 采用定向凝固方法可制备出具有平行于生长方向的, 以 α_2/γ 片层取向排列的单向柱状晶, 会使 TiAl 在 750 °C 左右的高温蠕变变形量减小, 且蠕变速率降低, 并且其持久寿命也远高于商业化的多种铸造 γ -TiAl 合金^[5]。但是 TiAl 基金属的熔点通常较高(大于 1 500 °C), 特别是化学活性高, 沿用传统的定向凝固方法将无法实现 TiAl 基金属的高纯净凝固。而水冷铜坩埚感应熔化技术为钛基合金的无污染熔炼和高性能材料的制备开辟了广阔的前景, 同时依赖冷坩埚的软接触电磁连铸技术或称之为冷坩埚电磁约束铸造技术在钢铁、Al 和 Ti 等材料的高质量连续铸造方面得到了快速发展^[6-8]。

为了更好地发挥冷坩埚的技术优势, 哈尔滨工业大学开发了集成感应熔化、连续铸造和定向凝固过程的电磁冷坩埚定向凝固技术, 在定向凝固 Ti 合金、TiAl 基金属和多晶硅方面进行了探索。本文以 α_2/γ 双相 TiAl 基金属的定向凝固为例, 采用具有自主知识产权的电磁冷坩埚定向凝固方法研究了冷坩埚电磁约束定向凝固大尺度坯锭的成形特点, 并对坯锭的表面质量和内部组织变化进行了考察。试验所采用的冷坩埚电磁约束铸造与定向凝固装置(图2)中, 冷坩埚为分瓣设置的通透式结构, 横截面有圆形和近矩形。加热采用交变式高频感应电源, 频率为 20 ~ 50 kHz。铸造时采用上送料棒、下抽拉式的连续过程。该设备的真空系统具有抽真空和多次反充氩气等功能, 可使真空室达到一定的真空度, 或充氩气保护, 保证了所熔化和铸造的 TiAl 基金属不会被污染和氧化。

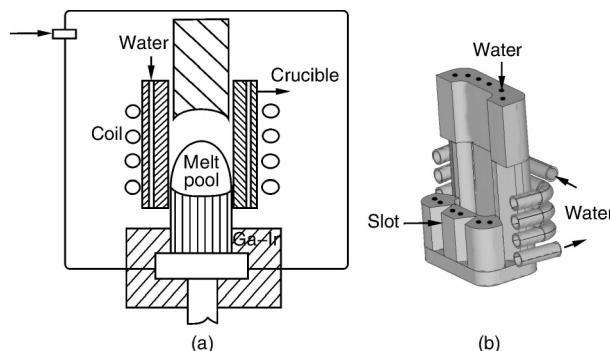


图2 电磁冷坩埚定向凝固装置示意图

Fig. 2 Electromagnetic cold crucible directional solidification equipment (a) scheme and (b) structure of the crucible

2 电磁冷坩埚定向凝固方法研究

2.1 电磁场分布

电磁冷坩埚定向凝固运用了电磁场的感应熔化和电磁力约束而实现, 电磁场的分布对于合理利用电磁场和指导工艺有重要作用。冷坩埚内电磁场分布受很多因素的影响, 功率和线圈匝数是磁场变化的主要影响因素, 而不同空间位置, 包括轴向、径向和坩埚瓣间(开缝处)以及瓣内不同位置的磁场也不相同。

采用 4 匝线圈, 测试了冷坩埚内缘处, 在不同功率(3, 5 和 7 kW)和线圈匝数(3, 4 和 5 匝)条件下磁场的轴向分布(图3)。可以看出: 轴向磁场的强度在线圈内较大, 最大值出现在感应线圈高度的中部偏上, 在线圈高度的上下部分的磁场强度衰减较大, 且在坩埚的切缝开始处(开缝和未开缝交叉处)出现较大转折, 这是由于坩埚底部不开缝区对磁场屏蔽的结果。磁场强度都随功率的增大而增加, 但增加幅度并不相同, 越靠近线圈轴向中部, 磁场强度增加越大, 在坩埚两端, 磁场强度变化不大, 特别是在下端, 在坩埚切缝开始处磁场强度随功率增加不是很明显。根据电磁场理论, 相同条件下, 空间任何一点的磁场强度与系统的有效功率的平方根成正比, 即 $B = k \sqrt{P}$ (k 为系数, 由系统的其他条件决定)。随线圈匝数增加磁场强度最大值变大, 且磁场强度最大值位置始终处于感应线圈的中部, 在切缝上不同高度, 磁场强度随线圈匝数变化不相同, 3 圈中部以下高度, 随线圈匝数增多磁场强度减小, 但减小幅度很小, 3 圈中部以上高度, 磁场强度随线圈匝数增加而增大, 且增加幅度很大。对于每一条曲线, 感应线圈内部的磁场强度较大, 而且最大值出现在线圈的中部, 在线圈中部以上磁场强度衰减缓慢, 在线圈中部以下磁场强度衰减剧烈。在坩埚切缝处以下的不开缝区域, 随线圈匝数增多, 磁场强度减小; 随往坩埚底部距离增加, 3

匝线圈时磁场强度较切缝处增加较大, 4匝线圈时增加较小, 而5匝线圈时磁场强度反而较切缝处减小。

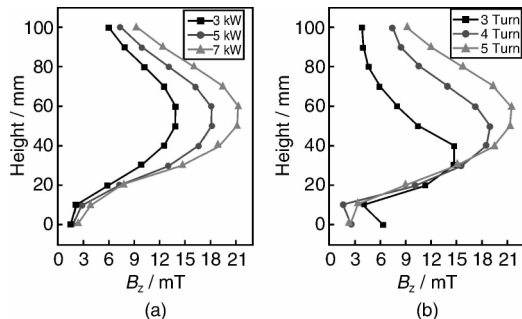


图3 功率(a)和线圈匝数(b)对冷坩埚轴向磁场分布的影响
Fig. 3 Influence of input power (a) and coil number (b) on the distribution of axial magnetic intensity

在所设计的近矩形冷坩埚内(图4), 测试沿坩埚周边A, B, C三点及坩埚内部B, E, D处沿高度的磁感应强度(图4a)。可以看出, 虽然A, B, C三点距冷坩埚内壁的距离相等, 但在相同的电源参数时, 由于长边和短边磁场产生的叠加效果, 位置B(坩埚拐角部)的磁场强度最大, 位置A的磁场强度次之, 位置C的磁场强度最小(图4b)。短边边界上的磁感应强度明显高于长边边界的磁感应强度, 拐角处附近磁通密度最高, 在冷坩埚内呈现出沿直边部分的“马鞍形”分布。由图4c中B, D, E各点磁感应强度分布曲线可知, B_z 由中心向边缘增强。同时, 越靠近侧内壁, 其值增大越明显。

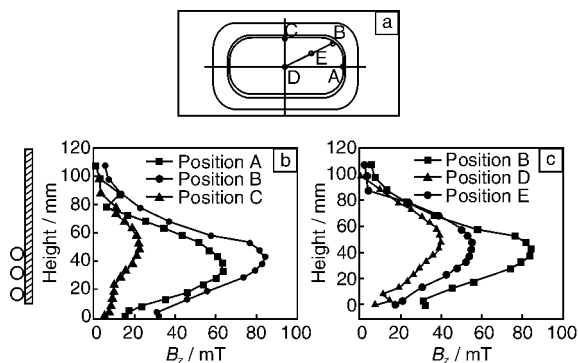


图4 冷坩埚内各点轴向磁感应强度沿坩埚高度的变化
Fig. 4 Changes of magnetic induction inside cold crucible with its height at different sites of their positions (a), along the periphery (b) and the diagonal line (c) of the crucible, respectively

2.2 温度场条件

水冷坩埚的主要特点之一是有强烈的侧向散热。因此, 一般认为在冷坩埚中形成一个与定向凝固所需的抽拉方向一致的近单向热流几乎是不可能的。然而应指出的是, 并非试样的所有侧向散热都会破坏定向凝固。只

要在合金发生凝固的区域, 即固/液界面附近的区域主要是轴向的单向热流, 就可以保证定向凝固的热场条件^[9]。其他区域(如已凝固的或过热熔体部分)的侧向散热对合金单向的生长并没有多大影响(图5)。

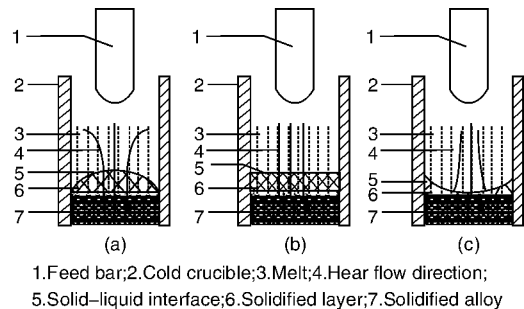


图5 热流与凝固界面形状的关系

Fig. 5 The coherence of the heat flux directions and the solidification interface shapes: (a) solid-liquid interface convex, (b) solid-liquid interface plane, and (c) solidliquid interface concave

对于单向热流, 凝固界面是平直的, 而对于存在侧向热流(加热或者散热)的情况则会使凝固界面出现上凸或下凹。界面深入固态区会造成界面下凹, 由内向外的侧向散热使得柱状晶向内侧切入; 界面深入液态区则会造成界面上凸。因此, 在凝固过程中需调节各相关参数尽可能使之成为平直界面。

实验中用激冷法固定固/液界面的形状。发现在正常的过热与凝固条件下, 固/液界面与常规电磁连铸结晶中固/液界面的形状迥然不同, 呈现比较平直的形状。这与模拟计算的试样中的等温曲线完全一致。以Ti6Al4V为例(图6), 该合金 T_L 为 $1\,620\,^{\circ}\text{C}$, T_S 为 $1\,560\,^{\circ}\text{C}$ 。可看出, 在 $1\,620\sim 1\,560\,^{\circ}\text{C}$ 的凝固区间, 其固/液界面基本上

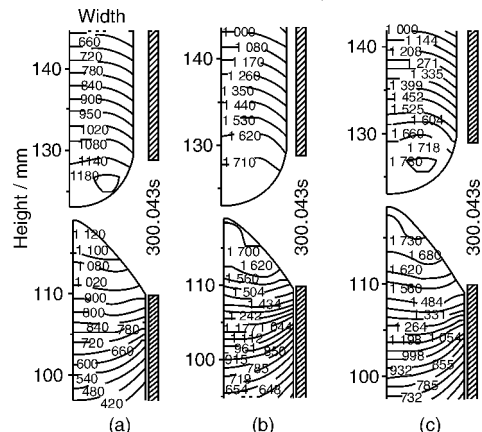


图6 在 $V=8\,\mu\text{m/s}$, $f=50\,\text{kHz}$ 时Ti6Al4V 坯锭的温度场随输入电流密度的变化

Fig. 6 The temperature field in a Ti6Al4V ingot in variations with the input currents: (a) $5.0 \times 10^{10}\,\text{A/m}^2$, (b) $6.6 \times 10^{10}\,\text{A/m}^2$, and (c) $6.7 \times 10^{10}\,\text{A/m}^2$

是比较平直的,垂直于凝固方向。形成这种状况的原因主要是:首先,所用冷坩埚系统的电源频率较高,为 20~50 kHz,集肤深度小于 1 mm,焦耳热集中于试样表层,它抵消了强烈侧向散热逸失的热量;其次,是在电磁压力作用下形成稳定的驼峰,熔体大部分与坩埚壁脱离接触。熔体与坩埚接触的高度可按照需要通过增大功率进一步减少,从而大大减少固/液界面区域的侧向散热;第三,由于 Ti 或 TiAl 合金液-固转变时体积收缩较大,凝固过程伴随体积的缩小,在试样与坩埚壁间形成间隙,大大增加了侧向散热的热阻。

3 TiAl 基合金成形锭电磁冷坩埚定向凝固

3.1 TiAl 圆锭定向凝固

针对 TiAl 合金圆锭开展了电磁冷坩埚定向凝固实验,考察了抽拉速度对 Ti-50Al 试样宏观定向凝固组织的影响(图 7)。在抽拉速度为 2 mm/min 的条件下,如图 7a,凝固组织细小,晶粒生长方向与轴向约成 45°角,凝固界面下凹很大,糊状区组织晶粒细长,且以轴心呈发散状,这是由于突然停止加热而导致的快速冷却,组织沿热流方向快速竞争生长的结果;抽拉速度为 1 mm/min 时,如图 7b,晶粒较大,而且基本成柱状晶,但晶粒生长方向与轴向有一定的夹角,但夹角相对 7a 中的变小,试样边部晶粒较多且小,为等轴晶,试样内部晶粒较大,晶粒内部片层方向并不一致,也不与晶粒的生长方向相同,凝固界面下凹;抽拉速度为 0.5 mm/min 时,宏观晶粒为柱状晶,但晶粒并不连贯,而是有的从中间断开,晶粒方向与抽拉方向的夹角更小;抽拉速度为 0.2 mm/min 时凝固界面基本为平界面,晶粒生长方向与抽拉方向平行,但是晶粒较大。驼峰体积对凝固界面也有影响,驼峰体积越大,在电磁力不变的情况下, H_0 变大,导热能力变差,凝固界面容易下凹。

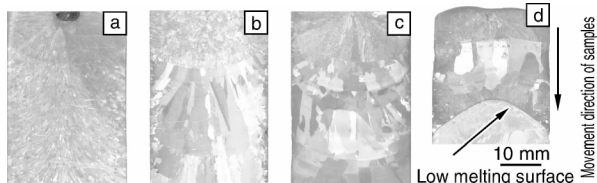


图 7 不同速度下 Ti-50Al 宏观组织: (a) 2 mm/min, (b) 1 mm/min, (c) 0.5 mm/min, (d) 0.2 mm/min

Fig. 7 Macrostructure of Ti-50at% Al ingot continuous cast by cold crucible at different velocities: (a) 2 mm/min, (b) 1 mm/min, (c) 0.5 mm/min, and (d) 0.2 mm/min

通过以上观察得出:抽拉速度是影响宏观组织的主要因素,随抽拉速度减小,晶粒逐渐变大,晶粒生长方向与抽拉方向的夹角逐渐变小,最后变为 0 度,凝固界

面随抽拉速度的减小下凹程度也逐渐变小,最后变为平界面。需要指出的是合金的导热系数、结晶潜热、液相线和固相线温度、密度以及电导率等合金性质的不同将引起凝固界面形态的变化,进而影响宏观晶粒状态。

实验还对比了多元多相 TiAl 基合金的宏观凝固组织变化(图 8)。虽然抽拉速度相同,但不同成分试样表现出不同的组织,对于 Ti-45Al,凝固晶粒粗大,虽然晶粒沿轴向生长,但晶粒方向并不完全平行轴向,这是由于晶粒生长过程不稳定,晶粒竞争生长的结果,试样边部为晶粒较小的等轴晶,试样中部为柱状晶,凝固界面基本为平界面,界面两端和中间略有上翘,凝固界面以上的组织为柱晶;对 Ti-43Al-3Si 而言,底部为细小的等轴晶,试样边部也为等轴晶,中间为柱状晶,且柱状晶很细,晶粒方向基本平行于轴向,凝固界面与图 8a 相似,凝固界面以上为等轴晶组织;而 Ti-43Al-1.5Si-1.5Mo 则看不出晶粒和相的区别,凝固界面与图 8a 相似,凝固界面为以上为等轴晶组织。

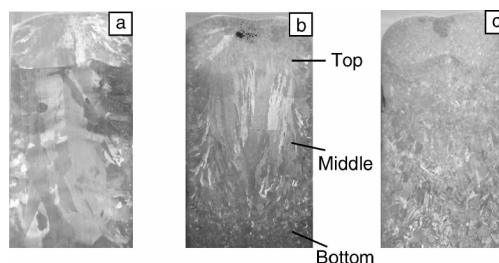


图 8 钛铝基合金冷坩埚铸棒宏观组织: (a) Ti45Al, (b) Ti43Al3Si, (c) Ti43Al1.5Si1.5Mo

Fig. 8 Macrostructure of TiAl alloys ingot cast by cold crucible: (a) Ti45Al, (b) Ti43Al3Si, and (c) Ti43Al1.5Si1.5Mo

以上观察可以看出,虽然抽拉速度相同,凝固界面的形状也相似,但是晶粒却表现不相同,从图 a 到 b 到 c 晶粒尺寸变小,晶粒数量增加。同时由于合金元素能起到细化晶粒的作用,使定向组织形成能力发生了变化。

3.2 TiAl 方锭定向凝固

针对 Ti-46Al-0.5W-0.5Si 方锭试样开展了定向凝固实验(图 9)。在定向凝固区,试样的主体部分均匀而且比较致密,没有缩孔、缩松和裂纹等缺陷。晶粒的大小和方向是评定定向凝固优劣的两个最重要的指标。对于定向凝固区及最后凝固即激冷区的宏观组织,可以看出在功率为 40 kW 下,随抽拉速度的增加,晶粒变得越来越小。其原因是:速度较快时,晶粒生长时间较短,来不及长成较大的晶粒。Lapin J 等人^[10]的研究表明,随着生长速度的增加,一次枝晶间距相应地减小,二者之间具有如下关系: $\lambda = KV^a$ ($a < 0$)。在定向凝固过程中,柱状晶的大小与抽拉速度之间也应具有类似的关系。

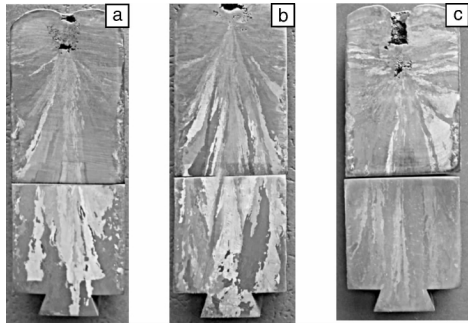


图9 功率为40 kW时的宏观组织

Fig. 9 Macrostructure of Ti-46Al-0.5Si-0.5W square billets with $P = 40$ kW at velocity of (a) $V = 0.8$ mm/min, (b) $V = 1$ mm/min, and (c) $V = 1.2$ mm/min

凝固界面形状是影响定向凝固组织的关键,最终由传热过程决定。从传热分析入手我们建立了固液界面形状变化的物理模型。根据单元体位置不变的条件是单元体的净热流为零得出:

$$H = \frac{\lambda \cdot dS \cdot (T_s - T_b)}{\Delta P_j + L \cdot \rho \cdot dS \cdot V \cdot \Delta j} \quad (1)$$

式中 ΔP_j 为A点有效功率的垂直分量; L 为熔化潜热; V 为抽拉速度; Δj 为凝固潜热热量的垂直分量系数; T_s 为凝固界面温度; T_b 为冷却液水平方向的棒的温度; H 为A点到冷却液水平面的距离。

由式(1)可知,当 V 变大时, H 缩小,凝固界面下移,界面也由上凸逐渐变为平直。当 V 继续增大时,界面再由平直逐渐向下凹转变。图10为在功率为45 kW 时在各个抽拉速度下的凹陷深度 h ,可以看出随着抽拉速度的增加凝固界面凹陷的深度逐渐增加 ($h_i > h_n > h_g > h_f > h_e > h_d$)。根据上面给出的凝固界面与凝固组织形态的关系,从图中也可以发现:随着凹陷深度的增加晶粒与抽拉方向的夹角也随之增大。

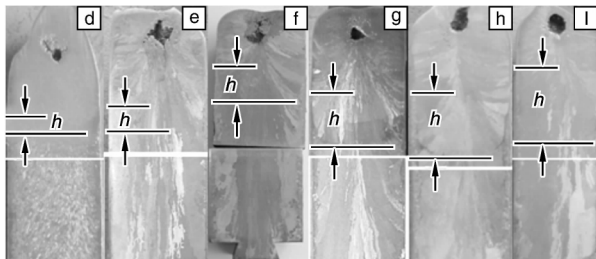


图10 功率为45 kW 不同抽拉速度下试样凝固界面凹陷的深度

Fig. 10 The deepness of concave level of solidified interface with $P = 45$ kW at velocity of (d) $V = 0.5$ mm/min, (e) $V = 1$ mm/min, (f) $V = 1.2$ mm/min, (g) $V = 1.5$ mm/min, (h) $V = 2$ mm/min, and (i) $V = 2.5$ mm/min

定向凝固最重要的指标就是固液界面前沿温度梯度。特别是在高温合金定向凝固过程中,固/液界面前

沿温度梯度 G_L 对于柱状晶生长效率以及定向凝固材料的质量具有重要的影响。本文所用的电磁冷坩埚区域熔化液态金属冷却也是一种高梯度定向凝固方法,它是通过电磁加热方式,将区域熔化与液态金属冷却相结合,利用感应加热集中对凝固界面前沿液相进行加热,从而可有效地提高固/液界面前沿的温度梯度,所允许的抽拉速度也大为增大,因此冷却速度得到提高,达到了亚快速凝固水平^[11]。快的冷却速度可以细化合金定向凝固枝晶组织,从而大幅度提高了材料的力学性能,材料的持久强度、持久寿命、断面收缩率、伸长率、各项高温性能将会得到大幅度的提高。

3.3 TiAl 扁锭定向凝固

在不同工艺参数条件下制备了 TiAl 扁锭试样(图11),试样内部区域可以分为固相区、糊状区和液相区,在试样的宏观组织上固相区表现为定向区和凝壳等轴区,糊状区则表现为糊状区组织,液相区生成等轴组织。在试样和冷坩埚软接触的状态下,试样固液界面附近基本达到单向传热,熔体内部温度较高,固液界面前沿温度基本相等,晶体逆着热流方向生长,若晶体生长稳定,在保证固液界面平直的状态下晶体垂直于固液界面单向生长。可看出,不同开缝形式的冷坩埚所制备的扁锭凝固末端形状不一样,这主要是因为所设计的宽厚比3:1的冷坩埚在宽边中间处多开了一条缝,这增强了坩埚中部的磁场强度,使坩埚内部磁场分布比较均匀,使驼峰受力均匀,驼峰以大弧面的形式存在。

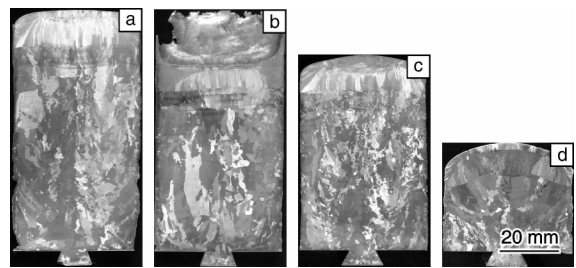


图11 Ti-50Al 扁锭试样定向凝固组织

Fig. 11 Macrostructures of Ti-50Al near-rectangular billets of different parameters of (a) 40/1.5, (b) 45/1, (c) 45/2, and (d) 40/0.5

由图11还可看出,在维持固液界面平直的工艺参数条件下,随着抽拉速度的增大晶粒变得细小,而且生长的不太稳定,在试样边部,一些晶粒生长方向和抽拉方向成一定的夹角。同时功率的增大虽然增加了熔体过热度,但同时也增强了对熔体的扰动,使生长过程变得不太稳定。为了能够较为准确而全面地了解凝固组织生长的空间形貌和晶粒生长过程,对图11a试样在不同高度位置切取横截面(图12)。在连续凝固生长过程中,晶粒的生长一般都经历初始生长阶段,激烈竞争阶段和

稳定生长阶段,从而在试样的纵剖面上形成几个明显的区域。这些区域的晶粒,无论大小还是形态,都存在不同程度的差异。在凝固初期,在各个试样的底端,晶粒呈等轴状,且细小均匀。随着时间的增长,沿晶粒的生长方向,晶粒逐渐变得粗大,晶粒的数量急剧地减少。由于交变电磁场对金属熔体的搅拌以及熔体重力引起的流动,在这个时期内,晶粒竞相生长,相互淘汰,沿着传热方向生长的晶粒散热条件较好,能够得以快速生长,而沿着其它方向生长的晶粒越来越处于劣势,最终将被淘汰掉。由于固液界面处一维单向热流尚未完全形成,凝固过程尚未达到稳定,已经形成的柱状晶并不是完全平行生长,而是显得有些发散。随着凝固过程的进行,在上部强热和下部强冷条件下,一维单向热流逐渐形成,定向凝固过程趋于稳态,使得凝固组织由等轴晶逐渐向柱状晶转变,获得了平行生长的柱状晶。

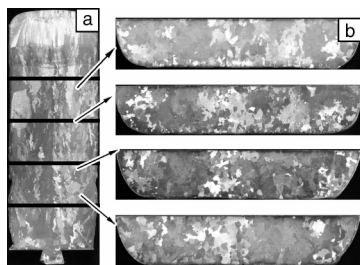


图 12 Ti-50Al 定向凝固组织生长形貌

Fig. 12 Morphology of Ti-50Al sample of (a) longitudinal section and (b) cross sections

固液界面形貌决定凝固组织生长的方向性和稳定性,为获得固液界面的形貌,选择图 11 中(d)试样进行观察,从中可以看出固液界面并不是一个平界面,而是底部有一定起伏的近“U”形曲面,在固液界面底部,在靠近强磁场区域,固液界面较低;在窄边附近界面基本是平的,且位置最低,在宽边未开缝处固液界面向上凸出,在中间开缝处固液界面又下降。固液界面较低的部位和坩埚内部磁场强度分布是相一致的,磁场强度大的地方,加热能力比较强,导致固液界面下降。除去坩埚本身结构的影响外,固液界面形貌主要和抽拉速度有关,抽拉速度较小时,感应加热时间比较长,磁场强度大的区域吸收的能量较多,导致固液界面出现较大的起伏。速度增大,感应加热时间减少,在电磁力的作用下,温度容易实现均匀分布,从而使固液界面达到近似平直状态。从图中还可以看出在宽边处凝壳较厚、较高,两边厚度逐渐减薄、降低,到窄边附近凝壳已经很小,这和通过淬火保留下来的凝壳形貌是一致的。从图中还可以看出固液界面前沿在断电后的生长状况。在试样顶部有一层晶粒,固液界面前沿有一簇生长方向不同的晶粒。从图中还可以看出,这两种方向不同的晶粒非

常细,主要形成条件是断电后驼峰塌陷,有一部分完全进入凝壳,形成一个方向的温度梯度,另一部分则和气体接触,形成另一个很大的温度梯度,由于加热停止,熔体的过冷度很大,而且熔体没有了电磁力的扰动,晶体生长比较稳定,这为以后制备组织定向较好的坯锭提供了好的参考。增大固液界面前沿的温度梯度和保持驼峰的稳定性是获得较好凝固组织的重要保证。

3.4 多元 TiAl 基合金的连续熔铸实验

为深入了解多元 TiAl 基合金在冷坩埚条件下连续熔铸与凝固过程,对较好凝固组织的 Ti-43Al-3Si 试样的不同生长区域截取横截面(图 13)。

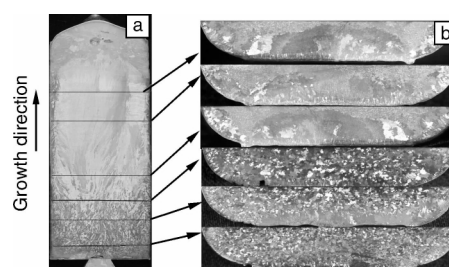


图 13 Ti-43Al-3Si 定向凝固组织生长形貌

Fig. 13 Morphology of Ti-43Al-3Si sample of (a) longitudinal section and (b) cross sections

无论在横截面还是纵截面,在试样外层都有细小多晶区,即凝壳。可见在冷坩埚连续熔铸凝固过程中,由于坩埚内壁为水冷结构,存在强烈侧侧向导热,而定向凝固过程中的凝壳起到了隔热层的作用,一方面凝壳作为内部液态金属和坩埚内壁之间的过渡层起到了阻碍侧向传热作用,另一方面凝壳在坩埚内部受到电磁场的感应加热作用,对内部液态金属又有加热作用,因此凝壳在冷坩埚连续熔铸过程中至关重要。

还进行了 Ti-46Al-0.5Si-0.5W 合金的定向凝固实验,原来冷坩埚所加的功率达到 65 kW,而利用优化的 3:1 冷坩埚制备图 14 中所示试样的功率仅为 35 kW,几乎节省了一半的能源。



图 14 宽厚比 3:1 冷坩埚定向凝固的 Ti-46Al-0.5Si-0.5W 扁锭

Fig. 14 Directional solidified Ti-46Al-0.5Si-0.5W rectangular billet with a width-to-thickness ratio of 3

4 定向凝固 TiAl 基合金的组织与性能

4.1 显微组织

图 15 是从图 10 试样的定向凝固区取样拍摄的显微组织照片,可观察到定向凝固区组织全部为片层结构,且大部分片层组织与抽拉方向成一定角度或平行(见图 15a~图 15c),但也有一部分则与抽拉方向垂直(见图 15d)。

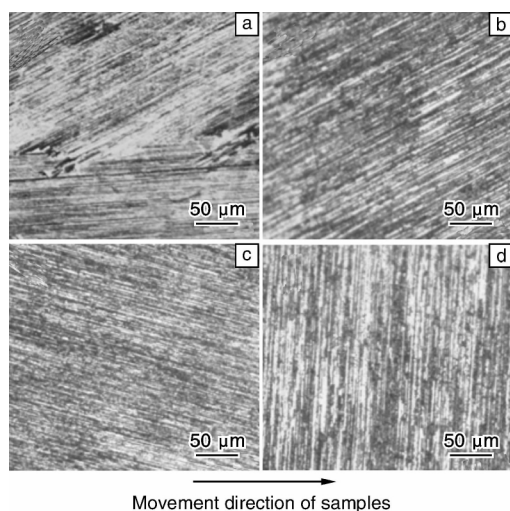
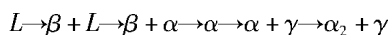


图 15 抽拉速度为 1 mm/min 时试样的显微组织

Fig. 15 Microstructure of a as-DS sample withdraw at velocity of 1 mm/min

Ti-46Al-0.5Si-0.5W 合金的具体平衡凝固过程为:



由于该片层组织主要由 L_{10} 结构的 γ 板条和六方 DO_{19} 结构的 α_2 片层交错组成,其位向遵循 Blackburn 位向关系^[12]。各片层团内片层平直,厚度均匀,片层方向以 $30^\circ \sim 45^\circ$ (片层方向与凝固生长方向的夹角)居多,有一部分垂直或平行于生长方向。由于凝固过程中的偏析及领先相的动态竞争,实际定向凝固过程中往往有 β 与 α 包晶或者 α 与 γ 包晶,甚至 β , α 与 γ 三相共存的凝固组织的出现。这样,固态相变后形成的 $\gamma + \alpha_2$ 片层,就会呈现出与凝固生长方向有多种取向差异的结果。在生长速率较低时,观察发现大部分 $\alpha_2 + \gamma$ 组织中片层方向与生长方向约成 0° 或 45° 夹角,根据其相的位向关系可推断在该生长速率下该合金的初生相为 β 相。随着生长速率的增加,最终部分 $\alpha_2 + \gamma$ 组织中片层方向与生长方向约成 90° 夹角,由此可以推断随着生长速度的增加, Ti-46Al-0.5Si-0.5W 合金初生相中慢慢出现 α 相。这是由于在生长速度较低时,稳态 β 相因界面温度高于亚稳 α 相生长的界面温度,其形核过冷度较小,因而当温度降低时就成为领先相并且优先生长;随着生长速率的增加,由于 α 相的溶质分配系数总是大于稳态 β

相的溶质分配系数, α 相在定向凝固过程中排出来的溶质量相对较少,当固相成分首先到达析出 α 相所需的液相浓度时, α 相的界面温度高于初生稳定相的界面温度成为领先相而得到优先生长^[13]。因此,随生长速度的增加, $\alpha_2 + \gamma$ 组织中片层方向与生长方向约成 0° 或 45° 夹角的片层团逐渐减少,而逐渐出现了片层方向与生长方向约成 90° 夹角片层团(见图 16)。

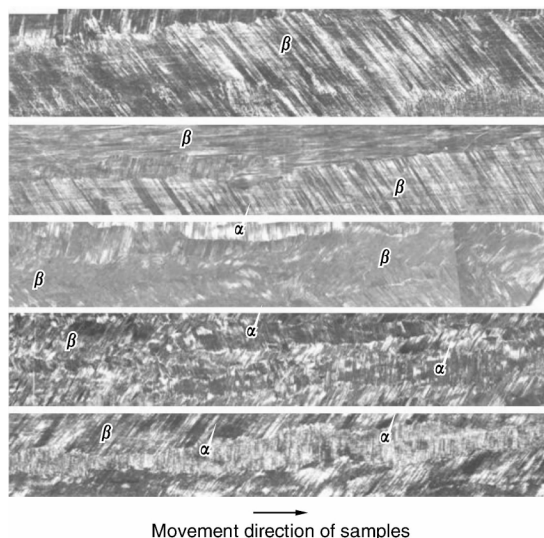


图 16 不同抽拉速度下定向凝固区相应位置显微组织

Fig. 16 Microstructure of as-DS samples withdraw at varying velocity of (1) 1 mm/min, (2) 1.2 mm/min, (3) 1.5 mm/min, (4) 2 mm/min, and (5) 2.5 mm/min

4.2 拉伸性能

低的延伸率是 TiAl 基合金应用于结构件的最大障碍,因为一般认为室温下大于 1% 是可以被接受的最低水平,但铸态试样却很少能达到这个水平^[4]。随着温度的提高,材料的延伸率升高而强度下降。在高温条件下, TiAl 基合金的延伸率基本能够满足性能要求,而高温强度则成为需要解决的难题。通过室温和高温拉伸实验来考察利用冷坩埚定向凝固工艺制备的 Ti-46Al-0.5Si-0.5W 扁锭的力学性能(室温塑性和高温强度)。

室温拉伸试样尺寸如图 17 所示。

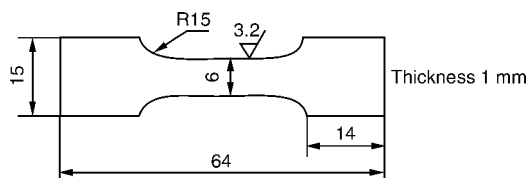


图 17 室温拉伸试样

Fig. 17 Tensile sample at room temperature

在 20°C 条件下进行拉伸实验,加载速率为 0.1 mm/min ,即应变速率为 $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$,其实验结果

如表1所示,图18为加载过程中的位移-载荷曲线。

表1 室温拉伸实验结果

Table 1 Tensile test results at room temperature

No.	Maximum load/kN	Maximum stress/MPa	Maximum displacement/mm	Elongacon/%	Modulus/MPa
1	1.239	214.4	0.047 9	1.553	130 700
2	2.114	351.2	0.039 7	0.175	157 900
3	1.976	335.0	0.045 3	0.229	149 700

从表1和图18中可以看出,2[#],3[#]试样的结果较为接近,1[#]试样的结果相差较大,则可认为2[#],3[#]试样的结果代表了该材料在室温条件下的拉伸力学性能。材料的平均抗拉强度为343.1 MPa,延伸率为0.202%。其性能虽较一般铸态组织有明显提高,但仍难以达到令人满意的程度。以前利用PST-TiAl合金进行的研究工作表明,延展性和强度对片层方向和片层间距非常敏感^[14-15]。当外加载荷垂直于片层界面时屈服强度最高而延伸率最低,外加载荷平行于片层界面时次之,而处于一定角度时正相反,屈服强度很低而延伸率高达20%。综合而言,外加载荷平行于片层界面可以获得最佳的强度与塑性的综合,这种明显的力学性能的各向异性是由于片层界面平行于或垂直于外加应力时, γ 相沿{111}面的剪切形变与片层界面相截(硬形变),剪切形变必须通过 α_2/γ 界面和 α_2 片层,造成大的形变阻力^[16-17]。由组织分析可知,该TiAl基合金的定向凝固

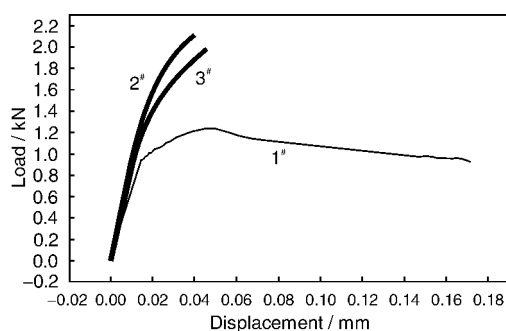


图18 室温拉伸过程中的位移-载荷曲线

Fig. 18 Load-displacement curve of tensile testing at room temperature

组织主要为全片层组织,且这些片层大都与加载方向成30~45°夹角,在此取向范围内, γ 相沿{111}面的剪切形变与片层界面平行(软形变),片层界面和 α_2 片层对剪切形变而言都不是直接的障碍,变形阻力小,较易屈服断裂。根据Yamaguchi等人^[14]的研究结果可知,在此取向范围内的片层组织应该具有较高的延伸率,而实际并非如此。塑性较低主要是由于TiAl基合金本身的脆性以及晶粒尺寸仍然较大的缘故。

γ 相的屈服强度处于中等水平,约为300 MPa,而 α_2 相则高出许多,达1 800 MPa^[18]。不同的相组成将导致具有不同的屈服强度。由能谱分析结果可知,在不同的片层团中, γ 和 α_2 相的相对含量不同,就使得材料的局部区域之间存在着性能的差异。

目前改善TiAl基合金的室温塑性有以下几种途径:①改善微观组织结构;②合金化及微合金化;③完善制备工艺;④降低环境脆性;⑤在集体中加入塑性粒子或塑性纤维等。利用冷坩埚定向凝固工艺制备TiAl合金扁坯,还需要进一步完善工艺或采用合金化的办法来改善所制备材料的微观组织结构,从而获得优异的性能。

由于高温拉伸试样取自与室温拉伸试样同一位置而不同厚度之处,为了便于试样的切割加工以及考虑高温夹具的尺寸要求,自行设计的高温拉伸试样尺寸如图19所示。

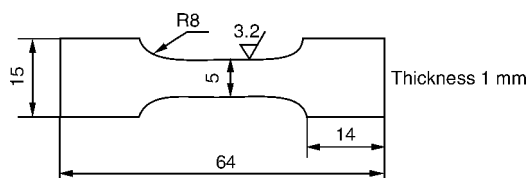


图19 高温拉伸试样

Fig. 19 Tensile sample at elevated temperature

利用Instron 5500R万能电子材料试验机进行高温拉伸实验。1[#]试样的实验条件为:800℃保温5 min、加载速率0.5 mm/min,2[#]和3[#]的条件为:800℃保温10 min,加载速率0.2 mm/min。实验结果如表2所示。图20为高温加载过程中的位移-载荷曲线。

表2 高温拉伸实验结果

Table 2 Tensile test results at high temperature

No.	Maximum load/kN	Yield load/kN	Maximum stress/MPa	Yield stress/kN	Maximum displacement/mm	Elongacon/%	Modulus/MPa
1	1.314	1.281	263.9	257.3	0.573 4	0.435 7	18 030
2	2.120	1.704	425.7	342.2	0.800 4	0.836 2	23 280
3	1.649	1.508	344.9	315.4	0.731 6	1.038 0	24 690

由表 2 可以看出,在高温下测得的结果具有较大的分散性。材料的平均抗拉强度为 344.8 MPa, 平均延伸率为 0.77%。与室温拉伸结果相比, 800 °C 高温条件下延伸率普遍提高, 弹性模量显著降低。平均抗拉强度比室温下略有提高, 而 2[#] 试样则提高得非常显著。金属间化合物力学性能的一个显著特点是屈服强度反常温度关系, 统称为屈服强度与温度关系的 R 现象。它与金属间化合物的位错运动和滑移特性密切相关。富铝 TiAl 单晶有明显的 R 现象, [001] 位向最强, 而 [110] 位向最弱, 但多晶 TiAl 的屈服强度却随温度提高不明显^[19]。由此可以说利用冷坩埚定向凝固技术制备的 TiAl 基金坯锭的局部区域组织会存在 R 现象。

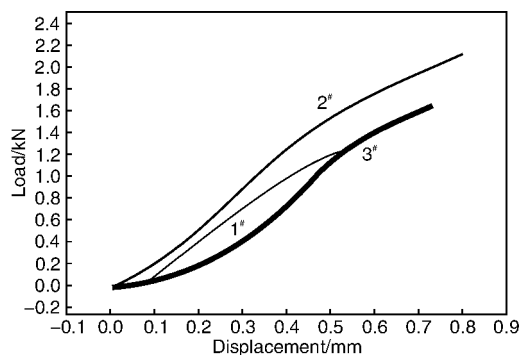


图 20 高温拉伸过程中的位移-载荷曲线

Fig. 20 Load-displacement curve of tensile testing at elevated temperature

合金的塑性可以用韧脆转变温度来表征, 它随合金成分和组织而变化。全片层组织的韧脆转变温度随晶粒尺寸增大而升高, 在韧脆转变温度以上变形, 孪生和滑移运动加剧, 孪生系和滑移系增多, 塑性明显增加^[20]。这就是高温实验得到延伸率明显提高的原因。但与实际使用温度相比, 该延伸率仍然处于较低的水平。

5 总结与展望

业已成功的实验研究表明, 电磁冷坩埚定向凝固技术基于材料电磁加工原理, 将合金连续熔化、电磁约束成形和连续凝固过程统一, 避免模壳法定向凝固造成的合金熔体污染, 是 TiAl 等高活性合金高纯净定向凝固的重要方法之一。在建立系统研究方法的基础上, 可成功地获得用电磁冷坩埚制备的 TiAl 基金合金连续熔铸与定向凝固组织的不同截面形状坯锭, 初步展示了一种可能应用于制造航空航天发动机叶片类零部件新的工艺技术。

由于高 Nb 含量的 γ -TiAlNb 合金比普通 TiAl 合金的

耐热温度更高, 热强性大为提高, 是未来 TiAl 合金发展的重要走向, 因此发展该合金体系的定向凝固技术可以更加有力地发挥合金的性能潜力, 达到 TiAl 合金实用化的应用水平。然而, 高的 Nb 含量使合金熔点升高, 热导性增强, 单向热流的实现更加困难, 包晶反应和晶体生长的控制难度加大, 为此在将冷坩埚定向凝固方法运用于该合金时要特别注意以下几个问题的研究: ①多元多相包晶金属间化合物定向凝固晶体生长动力学理论; ②冷坩埚定向凝固过程中传热、传质、动量传输规律及单向热流控制; ③冷坩埚定向凝固过程中组织、缺陷演化规律及取向组织控制; ④建立系统的定向凝固参数-组织-力学性能之间的关系。

参考文献 References

- [1] Loria E A. Gamma Titanium Aluminides as Prospective Structural Materials[J]. *Intermetallics*, 2000(8): 1 339 - 1 345.
- [2] Li Chenggong(李成功), Fu Hengzhi(傅恒志), Yu Qiao(于翹). *Aviation and Aerospace Materials*(航空航天材料)[M]. Beijing: National Defence Industry Press, 2002: 16.
- [3] Buhl H. *Advanced Aerospace Materials*[M]. Berlin: Springer-Verlag, 1993: 10.
- [4] Wu X H. Review of Alloy and Process Development of TiAl Alloys[J]. *Intermetallics*, 2006, 14(10/11): 1 114 - 1 122.
- [5] Fu Hengzhi(傅恒志), Guo Jingjie(郭景杰), Su Yanqing(苏彦庆), et al. TiAl 金属间化合物的定向凝固和晶向控制[J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报), 2003, 13(4): 797 - 810.
- [6] Xu Xiuje(许秀杰), Wang Engang(王恩刚), Deng Anyuan(邓安元), et al. 圆坯软接触电磁连铸实验研究[C]//*Proceedings of China Iron and Steel Annual Meeting 2007*(2007 中国钢铁年会论文集). Beijing: Metallurgy Industry Press, 2007.
- [7] Fang Canfeng(房灿峰), Jia Fei(贾非), Jin Junze(金俊泽), et al. 铝合金的软接触电磁连铸研究[J]. *Foundry*(铸造), 2004, 53(5): 350 - 353.
- [8] Chen Ruirun(陈瑞润), Ding Hongsheng(丁宏升), Bi Weisheng(毕维生), et al. 钛合金冷坩埚电磁约束铸造工艺研究[J]. *Special Casting & Nonferrous Alloys*(特种铸造及有色合金), 2005, 25(6): 323 - 325.
- [9] Wang Yanli(王艳丽). *Study on Melting and Casting Continuously and Solidifying Directionally of Ti-Based Alloys via Near Rectangular Cold Crucible*(钛基合金近矩形冷坩埚连续熔铸与定向凝固工艺基础研究)[D]. Haerbin: Harbin Institute of Technology, 2007.
- [10] Lapin J, Ondrus L, Nazmy M. Directional Solidification of Intermetallic Ti-46Al-2W-0. 5Si Alloy in Alumina Moulds[J]. *Intermetallics*, 2004(10): 1 019 - 1 031

- [11] Chen Guang(陈光), Li Jianguo(李建国), Fu Hengzhi(傅恒志). 先进定向凝固技术[J]. *Materials Review*(材料导报), 1999, 13(5): 5-7.
- [12] Zheng Xunqiang(郑循强), Shen Jun(沈军), Ding Hongsheng(丁宏升), et al. 单一取向的 Ti243Al23Si 全片层组织制备[J]. *Materials Review*(材料导报), 2005, 19(3): 118-119.
- [13] Johnson D R, Inui H, Yamaguchi M. Crystal Growth of TiAl Alloys[J]. *Intermetallics*, 1998(6): 647-652.
- [14] Yamaguchi M, Inui H. In: Darolia R, Lewandowski J J, Liu C T, et al. *Structural Intermetallics*[M]. Warrendale(PA): TMS, 1993: 127.
- [15] Umeda H, Kishida K, Inui H, et al. Effects of Al-Concentration and Lamellar Spacing on the Room-Temperature Strength and Ductility of PST Crystals of TiAl[J]. *Materials Science and Engineering A*, 1997, 336: 239-240.
- [16] Zhang Yonggang(张永刚), Han Sufang(韩素芳). *Intermetallic Compound Structure Material*(金属间化合物结构材料)[M]. Beijing: National Defense Industry Press, 2001.
- [17] Johnson D R, Masude Y, Shimasi Y, et al. *Directional Solidification of TiAl Based Alloys*. Nathal M V. *Structural Intermetallics*[M]. Warrendale(PA): TMS, 1997: 287-294.
- [18] Huang Jinchang(黄金昌), Yan Yunqi(阎蕴琪). γ -TiAl 合金的研究与开发[J]. *Rare Metals Letters*(稀有金属快报), 2003, 21(6): 17.
- [19] Chen Guoliang(陈国良), Lin Junpin(林均品). *Physical Metallurgy on Ordered Intermetallics Structural Materials*(有序金属间化合物结构材料物理金属学基础)[M]. Beijing: Metallurgy Industry Press, 1999.
- [20] Ding Xiaofei(丁晓非). *Effect of Structure on Properties in Ti-Al-Nb Ternary Alloy*(Ti-Al-Nb 三元系中的合金组织对性能的影响)[D]. Dalian: Dalian University of Technology, 2005.



专栏特约编辑林均品



特约撰稿人张继



特约撰稿人丁宏升



特约撰稿人陆敏

林均品: 1983 年获哈尔滨工业大学金属材料及热处理专业学士学位, 1989 年, 免试直读哈尔滨工业大学博士, 获工学博士学位; 1996 年俄罗斯科学院乌拉尔分院金属物理研究所访问学者, 2001 年美国西弗吉尼亚大学作高级访问学者; 现任北京科技大学教授、博士生导师, 长江学者特聘教授, 新金属材料国家重点实验室副主任; 新世纪优秀人才计划入选者, 国务院政府特殊津贴获得者, 中国材料研

究学会理事, 金属间化合物与非晶合金委员会负责人、干事长; 发表论文 260 余篇, 其中 SCI 收录 110 篇、EI 收录 130 篇、ISI 收录 10 篇; 获部科技进步一等奖 1 项, 二等奖 3 项, 出版专著 2 本; 已授权 10 余项国家发明专利; 负责国防科工委军工建设平台、“863”课题 2 项、“973”子课题 2 项、国家自然科学基金 4 项、民口配套项目 2 项, “863”重点等 30 多项课题。

张继: 1961 年出

生; 博士、教授级高工、博士生导师, 钢铁研究总院高温材料研究所副所长, 中国金属学会高温材料分会常务副秘书长, 柴油机高增压技术国防科技重点实验室学术委员会委员; 在大功率柴油机用钛铝合金增压器涡轮研究中, 解决了合金成分和层状组织取向设计、增压器涡轮离心铸造浇铸及补缩系统设计、钛铝涡轮与钢轴连接方法等关键技术问题, 推动了我国钛铝合金发动机热端转动件试车“零”的突破,

现该部件已通过发动机长时考核; 发表研究论文 40 余篇, 在重要的国际学术会议上担任分会场主席和作特邀报告 10 余次; 获国家发明专利 4 项; 培养博士、硕士研究生 15 名(含瑞典籍博士生一名)。

丁宏升: 1968 年出生; 哈尔滨工业大学材料学院博士、教授、博士生导师, 金属精密热加工国家重点实验室副主任, 中国金属学会电磁冶金及强磁场材料科学分会委员, 全国铸造学会特种铸造及有色合

金技术委员会秘书长; 发表论文 80 余篇, 其中 SCI 和 EI 收录 30 余篇; 获国家发明专利 12 项, 部省级科技进步一等奖 2 项; 教育部“新世纪优秀人才支持计划”入选者。

陆敏: 1969 年出生; 1991 年上海交通大学应用化学系毕业, 1996 年美国约翰霍普金斯大学机械工程系硕士毕业, 1997 年获得博士学位; 1997~2005 年美国 PCC 公司任高级冶金工程师, 负责公司金属间化合物的科研及生产, 在世界上第 1 次使 TiAl 金属间化合物投入批量生产, 为公司建立了所有合金的热处理及机械性能数据库; 现任上海交通大学材料科学与工程学院特别研究员, 凝固科学技术平台、熔模精密铸造实验室的建设; 发表文章 20 余篇。