

文章编号: 1004-0609(2006)01-0029-06

热处理细化铸态 Ti46Al8Nb 合金晶粒^①

陈波, 江治国, 赵秀娟, 刘奎, 李依依

(中国科学院金属研究所, 沈阳 110016)

摘要: 研究一种热处理制度对细化铸造 Ti46Al8Nb 合金晶粒所起的作用。结果表明, 加热至 1 360 ℃于 900 ℃熔融盐淬火—退火—正火处理能够有效地破坏合金稳定、粗大的铸态组织, 铸态晶粒尺寸由 800 μm 可细化至 200 μm。同时该热处理还可显著降低合金的淬火裂纹倾向性, 得到细小均匀的 $\gamma + \alpha_2$ 全片层组织(FL), 提高铸造合金的室温力学性能。

关键词: Ti46Al8Nb 合金; 热处理; 晶粒细化

中图分类号: TG 146.2

文献标识码: A

Refining grain of as-cast Ti46Al8Nb alloy by heat treatment

CHEN Bo, JIANG Zhiguo, ZHAO Xiurjuan, LIU Kui, LI Yiyi

(Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, China)

Abstract: A new heat treatment was developed to investigate the grain refinement of as-cast Ti46Al8Nb alloy. The results indicate that the original coarse grain of 800 μm and stable as-cast grains can be effectively refined to 200 μm by heating to 1 360 ℃ and then quenching into 900 ℃ molten salt, followed by the annealing and normalizing treatment. Such heat-treatment leads to the formation of a fully lamellar microstructure with refined grain size consisted of the γ and α_2 phases. Besides, quenching into 900 ℃ salt bath reduces the tendency of cracking and mechanical properties at room temperature can be improved.

Key words: Ti46Al8Nb alloy; heat treatment; grain refinement

TiAl 基合金是一种具有潜在应用前景的高温结构材料。由于其室温脆性及性能不稳定, 合金难以投入实际应用。TiAl 基合金室温力学性能对显微组织很敏感, 局部区域上个别粗大晶粒将使室温延性恶化^[1]。Mercer^[2, 3]等发现合金屈服应力与晶粒直径较好地遵循 Hall-Petch 关系, 此外拉伸和压缩强度与晶粒尺寸也满足这种关系^[4]。因此细化晶粒能有效提高合金力学性能。TiAl 基合金难变形材料, 即使通过热机械处理(热压力加工加退火再结晶)也难以使粗大、稳定的铸态组织完全细化^[5, 6], 同时成本过高。而已发展的铸造合金添加晶粒细化元素^[7, 8], 在合金中形成高熔点 TiB₂ 以细化合金, 对力学性能有很大影响。由此看来, 研究

低成本 TiAl 基铸造合金的细化热处理工艺, 对促进该合金的应用具有十分重要的意义。TiAl 基合金常规热处理主要利用淬火—退火/时效细化和循环处理来细化铸造合金^[9-11]。本文作者根据 TiAl 合金固态相变原理, 针对 Ti46Al8Nb 铸造合金提出了一种新的直接热处理细化制度, 消除普通淬火过程中产生的裂纹, 提高了铸造合金室温力学性能。

1 实验

研究的合金名义成分为 Ti-46Al-8Nb(摩尔分

① 收稿日期: 2005-05-23; 修订日期: 2005-08-19

作者简介: 陈波(1976-), 男, 博士

通讯作者: 刘奎, 研究员; 电话: 024-23971986; 传真: 024-23906716; E-mail: kliu@imr.ac.cn

数, %)。通过真空感应熔炼重力铸造得到 $d20\text{ mm} \times 200\text{ mm}$ 的棒材。热处理样品($d16\text{ mm} \times 15\text{ mm}$)通过线切割获得, 加热和保温过程均在管式炉中进行, 为避免样品氧化, 管式炉中通入流动的氩气(1.5 L/min)保护。晶粒尺寸通过线截隔的方法测量。

图1所示为铸造 Ti46Al8Nb 合金热处理工艺示意图。为得到最佳热处理路线, 对包含有3个步骤的热处理工艺进行了详细研究, 研究的3个步骤如下:

1) 样品加热到 $1360\text{ }^{\circ}\text{C}$, 保温 30 min , 随后淬到 $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ 熔融盐($80\%\text{ NaCl} + 20\%\text{ BaCl}_2$)中(本文简称 SQ)。

2) 将上一步样品在不同温度(1200 、 1240 和 $1280\text{ }^{\circ}\text{C}$)保温, 随后空冷。

3) 将步骤2处理后的样品在 $1355\text{ }^{\circ}\text{C}$ 短时间保温, 随后冷却。

热处理后的 $d16\text{ mm} \times 15\text{ mm}$ 样品用线切割沿中心轴切成两个半圆柱形的样品, 将切割面抛光、蚀刻后通过金相显微镜观察。金相蚀刻液体积比为 $V(\text{HF}):V(\text{HNO}_3):V(\text{无水乙醇})=1:1:3$ 。Ti46Al8Nb 合金的室温拉伸实验在 Instron8562 拉伸仪上进行, 拉伸速率为 0.001 mm/s 。

2 实验结果

图2所示为铸态 Ti46Al8Nb 合金以 $20\text{ }^{\circ}\text{C/min}$ 加热和冷却的 DSC 热分析曲线。由图可知, 加热阶段 $\alpha + \gamma \rightarrow \alpha$ 转变温度(以下简称 t_a 温度)大约为

$1352\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。对于含 8Nb 的 TiAl 合金, Chen 等^[12]给出了其准平衡的垂直切面图, 切面图中 t_a 温度约为 $1330\text{ }^{\circ}\text{C}$, $\alpha \rightarrow \alpha + \gamma$ 共析温度(以下简称 t_e 温度)约为 $1170\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。因此可以确定在 $1360\text{ }^{\circ}\text{C}$ 保温时, Ti46Al8Nb 合金样品处于单相 α 区。

铸造 Ti46Al8Nb 合金晶粒粗大, 在 $800\text{ }\mu\text{m}$ 以上, 呈现 γ 和 α_2 双相组成的全片层组织(图3(a))。而铸态合金在 $1360\text{ }^{\circ}\text{C}$ 保温 30 min 后淬到 $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ 熔融盐中, 显微组织主要由魏氏组织和羽毛状组织构成(图3(b)), 金相样品中没有观察到显微裂纹。

淬到熔融盐中的样品在不同的温度下均发生再结晶, 图4所示为退火再结晶的组织形貌。在 $1200\text{ }^{\circ}\text{C}$ (t_e 温度以上约 $30\text{ }^{\circ}\text{C}$) 退火, 从魏氏体组织和羽毛状组织中形成了小块的 γ 和少量细小的 $\gamma + \alpha$ 片层组织(图4(b)), 图4(b)所示为 $1240\text{ }^{\circ}\text{C}$ (t_e 温度以上约 $70\text{ }^{\circ}\text{C}$) 的退火组织, 从淬火的亚稳母相内部析出的 γ 新相已经长大, 淬火组织转变为 $60\sim 100\text{ }\mu\text{m}$ 的 $\gamma + \alpha$ 片层组织和少量的双态组织。图4(c)所示为 $1280\text{ }^{\circ}\text{C}$ (t_e 温度以上约 $110\text{ }^{\circ}\text{C}$) 下的退火组织, 全部是粗大的片层组织, 晶粒尺寸约为 $600\text{ }\mu\text{m}$ 。

以上退火样品在 $1355\text{ }^{\circ}\text{C}$ 正火, Ti46Al8Nb 合金重新进入单相 α 区, 冷却后的片层组织如图5所示。由图可知, 正火组织主要是 α 和 γ 相组成的全片层组织。经过 $1360\text{ }^{\circ}\text{C}$, 30 min (SQ) + $1200\text{ }^{\circ}\text{C}$, 6 h (AC) + $1355\text{ }^{\circ}\text{C}$, 10 min (FC) 处理的样品晶粒大小均匀, 尺寸在 $200\text{ }\mu\text{m}$ 左右。而 $1240\text{ }^{\circ}\text{C}$ 和 $1280\text{ }^{\circ}\text{C}$ 退火后再正火的显微组织与 $1200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 退火后再正火的组织类似, 只是晶粒更粗大, 尺寸在

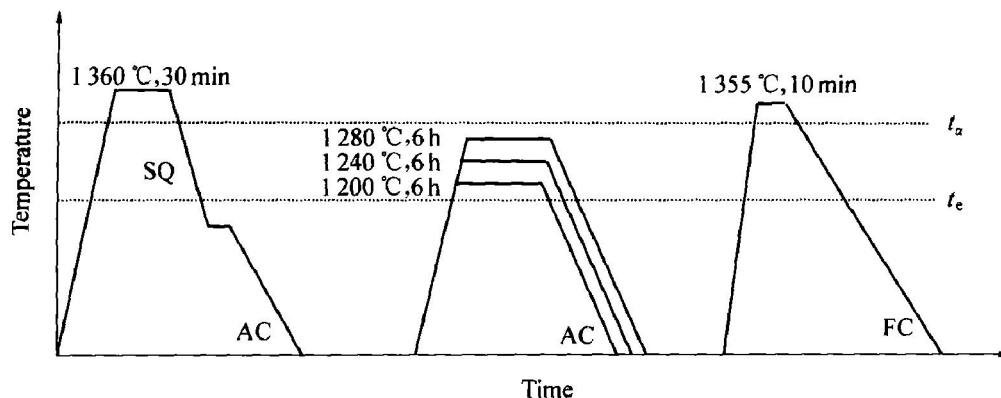


图1 热处理的时间—温度示意图

Fig.1 Schematic temperature—time path of heat treatment

(t_a — $\alpha \leftarrow \alpha + \gamma$ transition temperature; t_e — $\alpha \leftarrow \alpha_2 + \gamma$ eutectoid temperature;

SQ—Quenching into $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ molten salt; AC—Air cooling; FC—Furnace cooling)

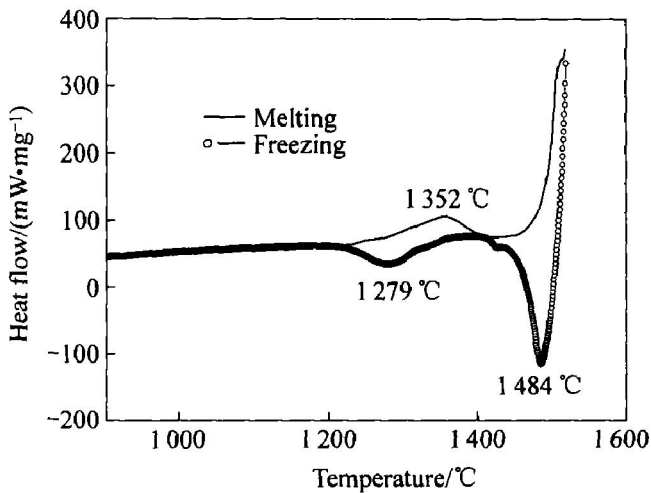


图 2 Ti46Al8Nb 样品的 DSC 曲线

Fig. 2 DSC curves of Ti46Al8Nb sample

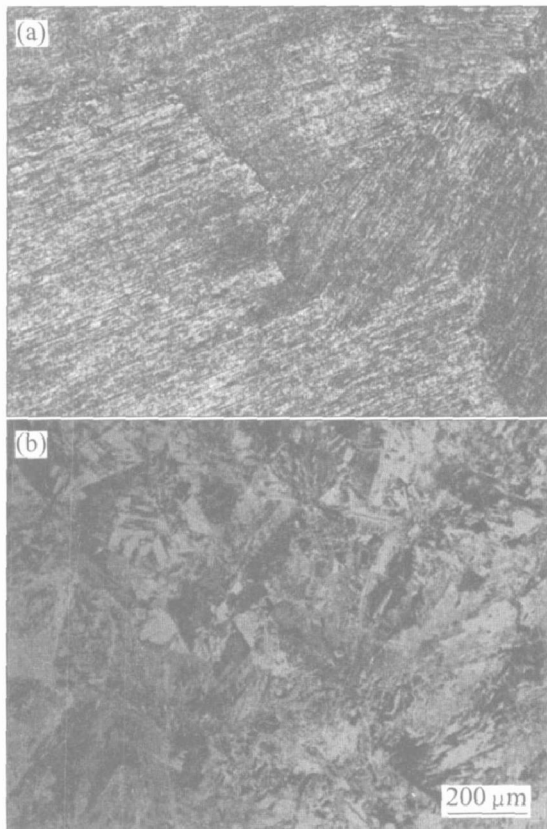


图 3 铸态 Ti46Al8Nb 合金和 1 360 °C 保温 30 min 淬到 900 °C 熔融盐内后的显微组织

Fig. 3 Microstructures of Ti46Al8Nb alloy as-cast(a) and quenched into 900 °C molten salt from 1 360 °C(b)

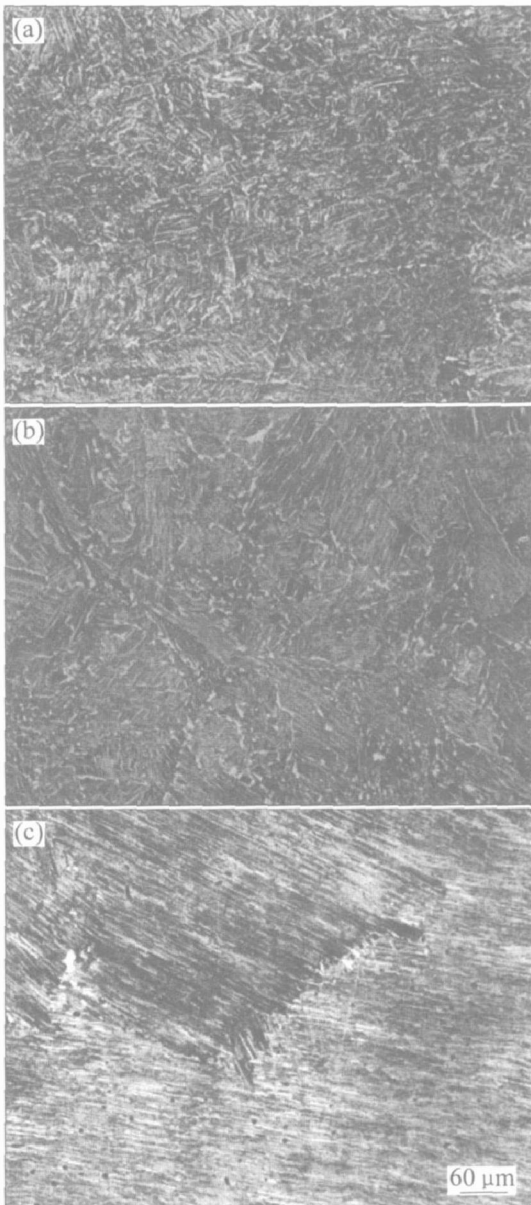


图 4 淬到熔融盐的 Ti46Al8Nb 合金 在不同温度下退火的显微组织

Fig. 4 Microstructures of Ti46Al8Nb alloy at different annealing temperatures after quenching into molten salt

- (a) −1 360 °C, 30 min(SQ) + 1 200 °C, 6 h(AC);
(b) −1 360 °C, 30 min(SQ) + 1 240 °C, 6 h(AC);
(c) −1 360 °C, 30 min(SQ) + 1 280 °C, 6 h(AC)

400~ 600 μm 之间。有学者^[13, 14]认为在 t_a 正火后炉冷然后在 t_c 温度以下快冷可以细化晶粒, 但本研究通过实验后发现作用不大。铸态 Ti46Al8Nb0. 5B

和 Ti46Al8Nb0. 7B 的显微组织如图 6 所示, 对比图 6 和图 5(a) 可以看出, 热处理组织和添加 0. 7B 的铸态组织晶粒尺寸相当。
铸造 Ti46Al8Nb 合金内部晶粒粗大并且存在很多的微观缺陷, 因此其力学性能差, 室温塑性很低。通过热处理细化晶粒和热等静压(HIP)减少微观缺陷以后, 其室温拉伸性能有很大的改善。表 1 列出了不同状态下合金的室温拉伸结果。

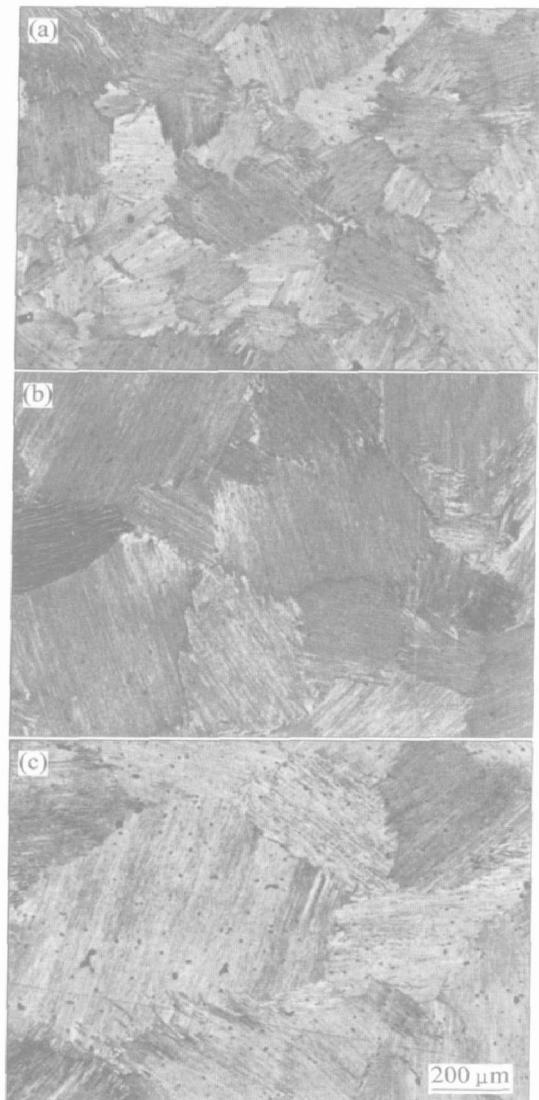


图 5 Ti46Al8Nb 合金正火后的显微组织

Fig. 5 Microstructures of Ti46Al8Nb alloy after normalizing

- (a) -1 360 °C, 30 min(SQ) + 1 200 °C, 6 h(AC) + 1 355 °C, 10 min(FC);
 (b) -1 360 °C, 30 min(SQ) + 1 240 °C, 6 h(AC) + 1 355 °C, 10 min(FC);
 (c) -1 360 °C, 30 min(SQ) + 1 280 °C, 6 h(AC) + 1 355 °C, 10 min(FC)

表 1 Ti46Al8Nb 合金不同状态的室温拉伸性能

Table 1 Ambient tensile properties of Ti46Al8Nb alloy at different conditions

Condition	σ_b /MPa	δ /%
As cast	320	0.20
As cast+ HIP ¹⁾	370	0.23
As cast+ Heat-treatment ²⁾	388	0.30
As cast+ HIP+ Heat-treatment ²⁾	573	0.59

1) HIP: hot isostatic pressing; 2) Heat-treatment: 1 360 °C, 30 min(SQ) + 1 200 °C, 6 h(AC) + 1 355 °C, 10 min(FC)

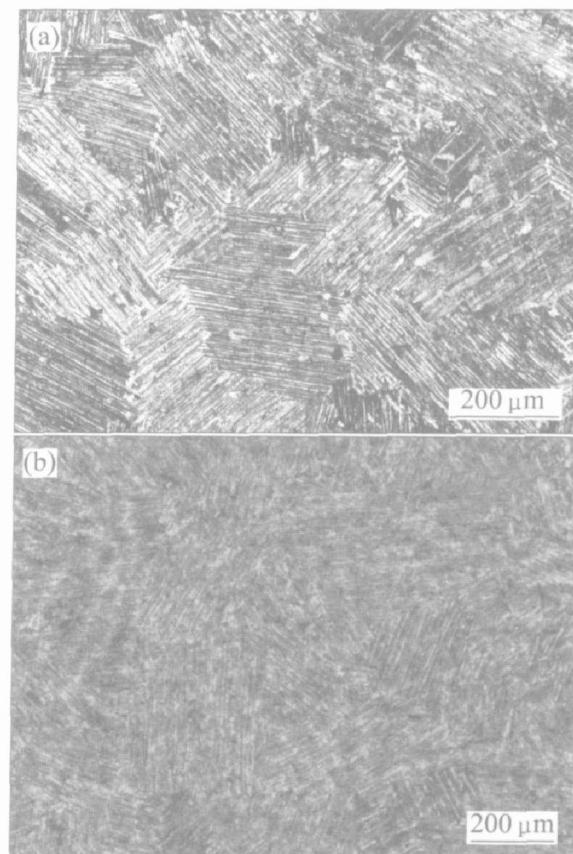


图 6 不同 B 含量的 Ti46Al8Nb_xB 铸态样品的显微组织

Fig. 6 Microstructures of as-cast Ti46Al8Nb_xB samples with different B contents
 (a) -Ti46Al8Nb0.5B; (b) -Ti46Al8Nb0.7B

3 分析与讨论

铸态 Ti46Al8Nb 合金尽管是经过非平衡凝固获得的,但是其中的显微缺陷比较少,组织稳定,不易再结晶。经过淬火得到足够快的冷却速度,在淬火热应力的作用下,合金内部容易产生大量显微组织上的亚稳因素,如位错、饱和空位、层错、孪晶等结构缺陷,积累了类似于变形合金的储存能,为合金的下一步热处理再结晶提供了驱动力。同时 Ti46Al8Nb 合金在 900 °C 时处于塑脆转变温度之上,热处理涉及到的相变转换温度也在 900 °C 之上,所以本文的 900 °C 盐淬既保持了淬火热处理相变所需的冷却速度,同时又避免了合金在淬火过程中塑脆转变温度下快冷导致的开裂。

淬到熔盐后的样品在 γ 和 α 两相区退火, γ 相将在亚稳的片层团晶界和晶粒内部形核。新相晶粒通常在母相的不连续处形核,并且遵循以下顺序:晶界形核、位错形核、层错形核、空位夹杂等显微不连续处形核^[15]。对于高温 α 相形成的亚稳片层组织来说,除片层团晶界外,在片层团晶粒内部也存

在大量的晶体缺陷^[16~18], 容易造成重新形核所需要的三个条件是能量起伏、成分起伏及结构起伏。这样大量的形核点对细化铸态组织极为有利。随着退火温度的提高, 晶粒长大的速率也在提高, 再结晶的晶粒尺寸也在增大。同时按照杠杆原理, γ 相和 α 相的比例不同, 随温度的变化退火组织也在变化, 低温退火组织中 γ 相比高温退火的组织中多。淬火样品在 1 200 °C 退火温度下保温 6 h, 因为淬火组织存在大量的晶体缺陷, 容易大量形核, 并且晶粒长大缓慢, 随着退火温度的提高和时间的延长, 再结晶的晶粒容易长大。如果在 1 200 °C 长时间保温出现等轴 γ 组织, 1 240 °C 长时保温出现双态组织, 1 280 °C 长时保温出现近片层组织。本文 1 200 °C 和 1 240 °C 保温没有出现这些组织, 与 Nb 含量高和再结晶时间短有很大关系, 但是也可以看出 γ 晶粒在片层间有粗化长大的趋势, 长时间保温则可出现等轴 γ 组织和双态组织, 而在 1 280 °C 处理温度较高, 晶粒容易长大, 已经形成了近片层组织。

1 200 °C 退火再结晶的晶粒细小, 在 1 355 °C (t_{α} 温度上) 正火, 块状 γ 相和片层区团全部转变为 α 相, 合金只有 α 单相组成。根据已知晶体学关系, α 相从 γ 相中析出时有两种方式^[19, 20], 12 种位向关系, 因此从 γ 相向 α 相转变会使晶粒变小。但为了防止析出的 α 晶粒在 t_{α} 温度以上粗化, 正火温度不易过高, 时间不易过长。正火样品随炉冷却, α 晶粒发生 $\alpha \rightarrow \alpha + \gamma$ 共析转变, 得到 α 和 γ 相组成的全片层组织。

4 结论

铸态 Ti46Al8Nb 合金通过 1 360 °C, 30 min (SQ) + 1 200 °C, 6 h (AC) + 1 355 °C, 10 min (FC) 处理能够破坏稳定的铸态组织, 消除普通淬火产生的裂纹, 同时细化铸态晶粒, 得到均匀的全片层组织。将原始的铸态晶粒细化到 200 μm 左右, 细化的效果达到铸态 Ti46Al8Nb0.7B 合金中添加 0.7B 的作用。经过上述热处理和热等静压的 Ti46Al8Nb 合金其室温断裂强度提高到 573 MPa, 延伸率达到 0.59%。

REFERENCES

- [1] Koepee C, Bartel J, Seeger J, et al. General aspects of the thermomechanical treatment of two-phase intermetallic TiAl compounds[J]. Metall Trans A, 1993, 24A(8): 1795 - 1806.
- [2] Mercer C, Soboyejo W O. Hall-Petch relationships in gamma titanium aluminides[J]. Scripta Mater, 1996, 35(1): 17 - 22.
- [3] TANG Jian-chen, HUANG Bo-yun, HE Yue-hui, et al. Hall-Petch relationship in two-phase TiAl alloys with fully lamellar microstructures[J]. Mater Research Bulletin, 2002, 37: 1315 - 1321.
- [4] Chu W Y, Thompson A W. Effects of grain size on yield strength in TiAl[J]. Scripta Metall, 1991, 25(3): 641 - 644.
- [5] Dimiduk D M, Hazzledine P M, Parthasapathy T A, et al. The role of grain size and selected microstructural parameters in strengthening fully lamellar TiAl alloys[J]. Metall Trans A, 1998, 29A(1): 37 - 47.
- [6] Sastry S M L, Mahapatra R N, Mahapatra R N, et al. Microstructural refinement of Ti-44Al-11Nb by severe plastic deformation[J]. Scripta Mater, 2000, 42(7): 731 - 736.
- [7] Hu D. Effect of boron addition on tensile ductility in lamellar TiAl alloys[J]. Intermetallics, 2002, 10(9): 851 - 858.
- [8] 饶光斌, 刘 奎, 韩恩厚, 等. 硼化物细化 γ -TiAl 基合金晶粒的机制[J]. 中国有色金属学报, 2004, 14(S1): 265 - 271.
- RAO Guang-bin, LIU Kui, HAN En-hou, et al. Mechanism of grain refinement effect of boron addition on γ -TiAl based alloys[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2004, 14(S1): 265 - 271.
- [9] Maziasa P J, Liu C T. Development of ultrafine lamellar structures in two-phase γ -TiAl alloys[J]. Metall Mater Trans A, 1998, 29A(1): 105 - 117.
- [10] Wu X, Hu D. Microstructural refinement in cast TiAl alloys by solid state transformations[J]. Scripta Mater, 2005, 52(8): 731 - 734.
- [11] Hu D, Wu X, Loretto M H. Advances in optimization of mechanical properties in cast TiAl alloys[J]. Intermetallics, 2005, 13(9): 914 - 919.
- [12] Chen G L, Zhang W J, Liu Z C, et al. Microstructure and properties of high-Nb contained TiAl-base alloys [A]. Gamma Titanium Aluminides[C]. TMS, 1999. 371 - 380.
- [13] Novoselova T, Malinov S, Sha W. Experimental study of the effects of heat treatment on microstructure and grain size of a gamma TiAl alloy[J]. Intermetallics, 2003, 11(5): 491 - 499.
- [14] Yang J, Wang J N, Xia Q F, et al. Effect of cooling rate on the grain refinement of TiAl-based alloys by rapid heat treatment[J]. Materials Letters, 2000, 46

[1] Koepee C, Bartel J, Seeger J, et al. General aspects of the thermomechanical treatment of two-phase intermetallic TiAl compounds[J]. Metall Trans A, 1993, 24A

- (4): 193 - 197.
- [15] 冯 端. 金属物理学(第2卷): 相变[M]. 北京: 科学出版社, 2000.
- FENG Duan. Metal Physics (Vol. 2): Phase Transformation[M]. Beijing: Science Press, 2000.
- [16] Denquin A, Naka S. Phase transformation mechanisms involved in two phase TiAl based alloys — I. Lamellar structure formation[J]. Acta Mater, 1996, 44(1): 343 - 352.
- [17] Denquin A, Naka S. Phase transformation mechanisms involved in two phase TiAl based alloys — II. Discontinuous coarsening and massive type transformation[J]. Acta Mater, 1996, 44(1): 353 - 365.
- [18] Ramanujan R V. The transformation between the γ and α phases in binary and ternary γ -based Titanium Aluminides[J]. Acta Metall Mater, 1994, 42(7): 2313 - 2322.
- [19] Kumagi T, Abe E, Kimura T, et al. The $\gamma \rightarrow \alpha$ phase transformation in γ -based TiAl alloy[J]. Scripta Mater, 1996, 34(2): 235 - 242.
- [20] LI Zheng-xi, CAO Chur-xiao. Effects of γ/γ interfacial structures on continuous coarsening of lamellar microstructure in TiAl alloy during aging[J]. Trans Nonferrous Met Soc China, 2004, 14(1): 37 - 43.

(编辑 陈爱华)