

[文章编号] 1004-0609(2002)02-0245-05

定向凝固 NiAl-Fe-Nb 金属间化合物的 显微组织和类超塑性行为^①

齐义辉^{1, 2}, 郭建亭¹, 崔传勇¹

(1. 中国科学院金属研究所, 沈阳 110016; 2. 辽宁工学院材料与化工工程系, 锦州 121001)

[摘 要] 研究了定向凝固 Ni-20Al-27Fe-3Nb 金属间化合物的显微组织和高温拉伸条件下的变形行为。结果表明, 该合金的显微组织由枝晶 β -NiAl 相和枝晶间 γ/γ' 相组成。在 950~1100 °C 之间以 $5.2 \times 10^{-4} \sim 1.04 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 的初始应变速率拉伸变形时, 该合金表现出类似超塑性的变形行为, 应变速率敏感指数 m 在 0.21~0.45 之间。在 1050 °C 以 $5.2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 的初始应变速率拉伸时, 获得最大延伸率 260%, $m = 0.29$ 。通过显微组织观察, 对这种具有类似超塑性变形行为的机理进行了初步的讨论。

[关键词] 定向凝固; 金属间化合物; 显微组织; 类超塑性

[中图分类号] TG 113.25; TG 135.3

[文献标识码] A

金属间化合物 NiAl 具有许多优异的性能, 包括熔点高、密度低、热传导性好以及优异的抗氧化性能等, 但要成为实用的高温结构材料, 还必须克服其室温塑性和韧性差, 高温强度低等缺点。采用定向凝固技术制备的 NiAl 与难熔金属相组成的共晶合金, 其室温断裂韧性和高温强度同时得以提高^[1~4]。对 Ni-20Al-30Fe 合金作为塑性相强化 NiAl 的模型合金研究得较广泛^[5~8], 但对其高温变形行为, 特别是定向凝固 Ni-20Al-30Fe 合金的高温变形行为研究得较少。为此, 本文作者以 Ni-20Al-30Fe 合金为基础, 以少量 Nb 元素代替 Fe 元素, 制备 Ni-20Al-27Fe-3Nb 合金, 并采用定向凝固技术得到多相金属间化合物。

NiAl 及其合金的加工成型性能是其实用化的又一障碍, 超塑性成型被认为是解决这一问题的最好方法之一。目前关于细晶粒金属间化合物(如 Ni₃Al, Ni₃Si, TiAl, Ti₃Al, Co₃Ti 等)的超塑性已有评述^[9], 大晶粒的 FeAl, Fe₃Al 及其合金在高温变形过程中因动态回复及动态再结晶也表现出超塑性行为^[10, 11], 令人鼓舞的是: 单晶高温合金中发现了内应力超塑性^[12], 单晶 NiAl 合金也发现了类似超塑性的变形行为^[13]。最近, 关于多晶 NiAl 及其合金的超塑性已得到相继报导^[14~16], 而对于定向凝固合金的超塑性或类超塑性的变形行为未见报

导。为此, 本文作者研究定向凝固 Ni-20Al-27Fe-3Nb 合金在拉伸条件下所表现出的类超塑性的变形行为, 为材料的加工成型提供新的工艺方法。

1 实验

实验合金采用电解 Ni, 金属 Al, Fe, Nb 作为原材料, 在真空感应炉中熔炼, 并浇注成直径 $d 100 \text{ mm}$ 的母合金。合金的配料成分(摩尔分数, %, 下同)为 Ni50, Al20, Fe27, Nb3。采用改进的 Bridgman 方法, 在定向真空炉内拉成 $d 16 \text{ mm} \times 200 \text{ mm}$ 的圆棒, 抽拉速度为 3 mm/min , 固液界面的温度梯度为 $70 \sim 80 \text{ }^\circ\text{C/cm}$ 。标距段尺寸为 $2 \text{ mm} \times 2.5 \text{ mm} \times 16 \text{ mm}$ 的平板拉伸试样进行线切割加工, 试样长度方向平行于定向凝固方向。拉伸测试在 Shimadzu AG-250KNE 试验机上进行, 测试温度范围为 $950 \sim 1100 \text{ }^\circ\text{C}$, 初始应变速率为 $5.2 \times 10^{-4} \sim 1.04 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 。金相腐蚀剂有两种, 一是化学腐蚀: $5 \text{ g FeCl}_3 + 15 \text{ mL HCl} + 65 \text{ mL CH}_3\text{COOH}$; 另一种是电解腐蚀, 高氯酸和冰醋酸(体积比为 1:4)。扫描电镜观察在 JSM-6301F 冷场发射扫描电镜上进行。透射电镜试样采用离子减薄方法制取, 并在 Philips TEM420 型分析电子显微镜上观察, 操作电压 100 kV 。

① [基金项目] 国家自然科学基金资助项目(59895152); 国家“八六三”计划资助项目(715-005-0030)

[收稿日期] 2001-04-26; [修订日期] 2001-07-09

[作者简介] 齐义辉(1965-), 男, 博士研究生。

2 实验结果

2.1 显微组织

定向凝固 Ni-20Al-27Fe-3Nb (以下称为 DS NiAlFeNb) 合金的显微组织如图 1 所示。图 1(a) 和(b) 所示分别是合金的横向和纵向显微组织。扫描电镜能谱分析及 TEM 电子衍射分析表明, 枝晶臂为 $\beta(\text{Ni, Fe})(\text{Fe, Al})$ 相, 枝晶间区为 γ/γ' 相。图 1(c) 所示为枝晶间区的中心暗场像, 圆形的 γ' 相均匀分布在 γ 基体上。图 1(d) 所示为经化学腐蚀后的枝晶臂的放大组织, 可见针状的 $\gamma'-(\text{Ni, Fe})_3(\text{Al, Fe})$ 相与定向凝固方向成近似 45° 分布在枝晶臂上。这种由相对较韧的 γ/γ' 相包围较脆的 β 相的组织以及两相内弥散分布的相组成, 对产生超塑性变形至关重要。

2.2 真应力—真应变曲线

不同条件下试样的拉伸真应力—真应变曲线可分为两种类型(见图 2(a) 和(b))。在 1050°C 时, 应变速率的变化几乎不影响真应力—真应变曲线的形状。当应变速率为 $5.2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 时, 温度的变化明显地影响曲线的形状, 即低温 950°C 和 1000°C 时, 应变初期应力增加很快, 达到峰值后随应变的增加

应力不断下降, 表现为应变软化, 温度越低, 应变软化越明显, 表明应变软化的阻力较小; 而在高温 1050°C 和 1100°C 时, 应变达到峰值后出现稳态流变, 即应变硬化与应变软化相平衡, 此时应变软化的阻力较大。这种较大的应变软化阻力会阻止颈缩的发生, 使材料容易获得大的延伸率。

2.3 延伸率和应变速率敏感指数

图 3 给出了不同温度和应变速率下合金的延伸率。在 $950 \sim 1100^\circ\text{C}$ 和实验的应变速率范围内延伸率在 $94\% \sim 260\%$ 之间, 而且延伸率对温度比较敏感, 对应变速率不敏感。 1050°C 时延伸率存在明显的峰值, 即存在最佳温度和最佳应变速率范围。在研究的实验范围内, 一个有趣的现象是, 在每一温度下出现最大延伸率时, 温度与应变速率存在对应关系, 即在低温 (950°C) 对应于最慢的应变速率 ($5.2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$), 而在高温 (1100°C) 对应于最快的应变速率 ($1.04 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$); 在 1050°C 对应于中等应变速率 $5.2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, 此时获得最大的延伸率 260% 。

表 1 给出了应变速率敏感指数 m 与温度和应变速率的关系。 m 是利用 Backofen 应变速率突降法求得:

$$m = \partial(\ln \sigma_1 - \ln \sigma_2) / \partial(\ln \dot{\epsilon}_1 - \ln \dot{\epsilon}_2) \quad (1)$$

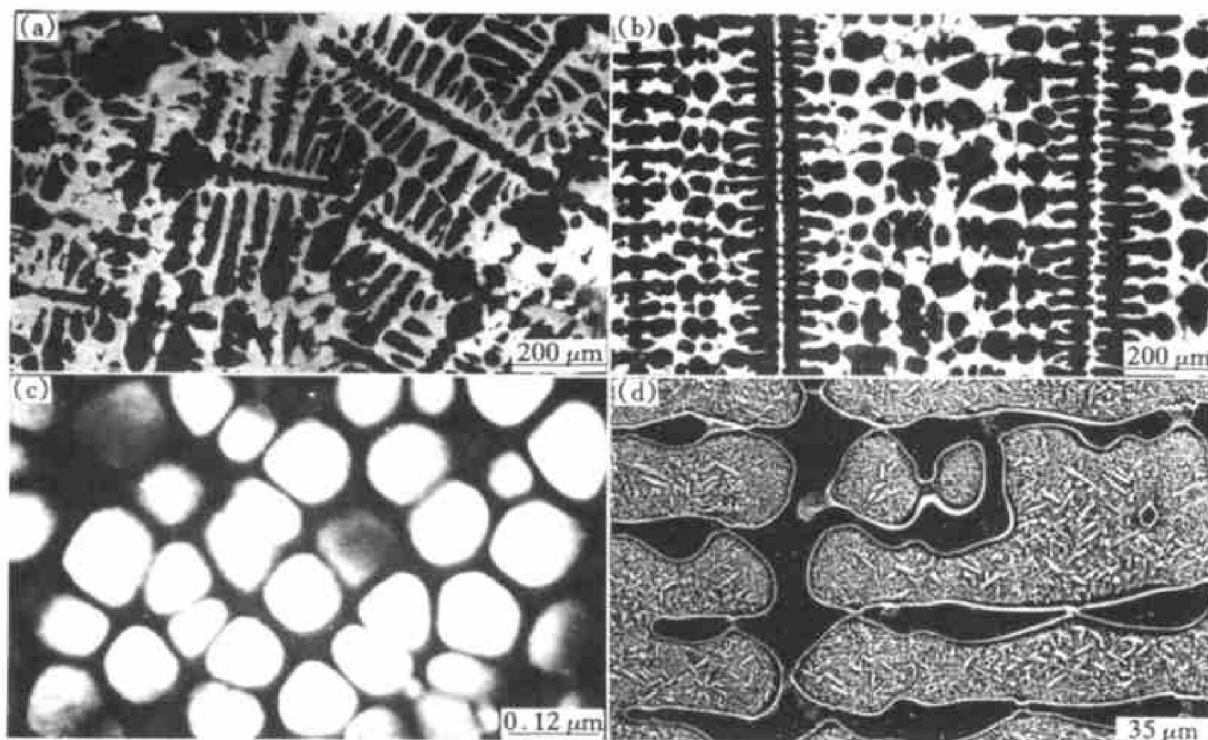


图 1 定向凝固合金的显微组织

Fig. 1 Microstructures of DS NiAlFeNb alloy

- (a) —Transverse section; (b) —Longitudinal section; (c) —Center dark field image from interdendritic region;
(d) —High magnification image of dendritic arm (chemical etching)

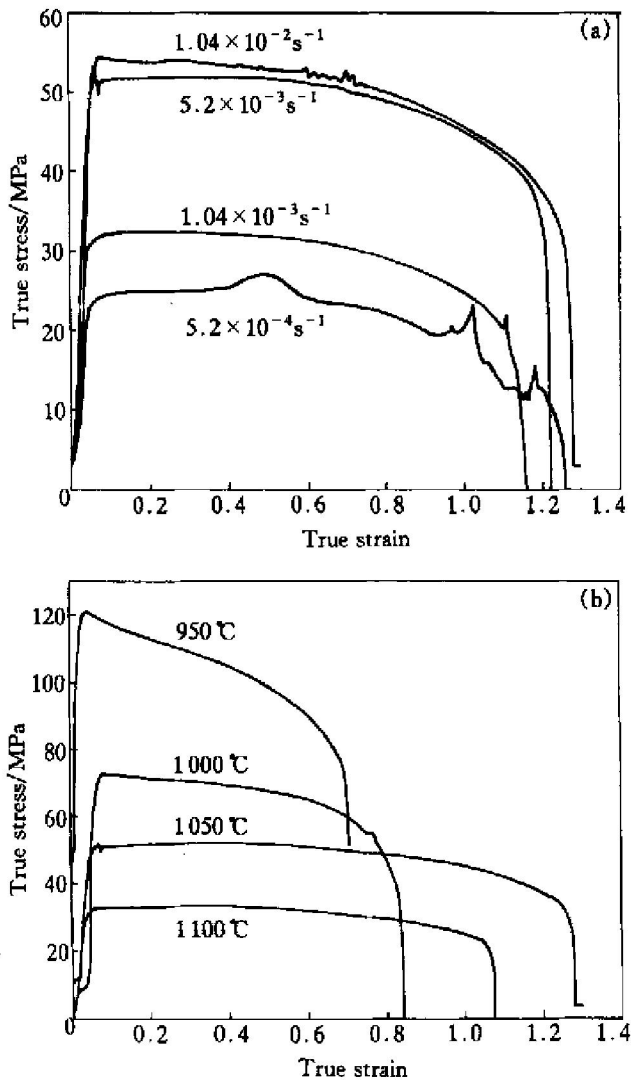


图 2 真应力—真应变曲线

Fig. 2 True stress—true strain curves
(a) —1 050 °C; (b) — $5.2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$

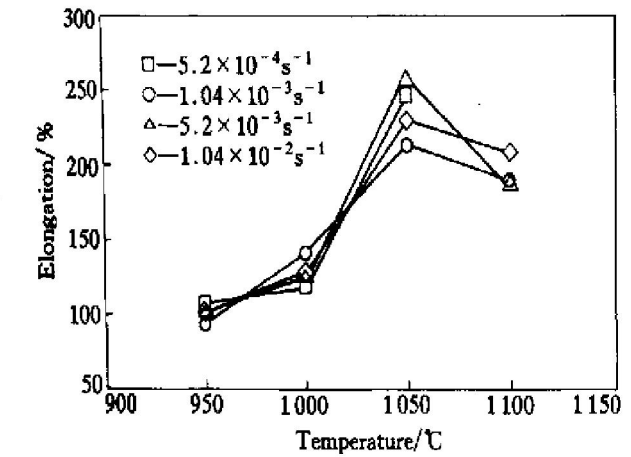


图 3 延伸率与初始应变速率和温度的关系

Fig. 3 Dependence of elongation on initial strain rate and temperature

表 1 应变速率敏感指数 m 与温度和初始应变速率的关系

Temperature / °C	Initial strain rate / s^{-1}			
	5.2×10^{-4}	1.04×10^{-3}	5.2×10^{-3}	1.04×10^{-2}
1 000	0.45	0.30	0.22	0.31
1 050	0.37	0.31	0.29	0.21
1 100	—	0.30	0.29	0.29

10^{-4} s^{-1} 时, 获得最大 m 值 0.45, 而获得最大延伸率时的 m 值为 0.29。也就是说, m 值与延伸率不存在一致的变化趋势。因此, 研究的 DS NiAlFeNb 合金的大变形行为并不唯一地取决于 m 值。

3 讨论

通常报导的超塑性有两种, 一是细晶粒多晶材料的“组织超塑性”, 常见的机理是晶界的滑动和晶粒的转动; 另一种是在金属基复合材料中由于温度的循环变化而引起的“内应力超塑性”。研究的 DS NiAlFeNb 合金具有树枝晶结构, 表现出的较大变形行为似乎不能归类于上述的任何一种。进一步研究表明, 该合金经变形后, 显微组织发生明显变化, 如图 4 所示。图 4(a) 所示是在 1 050 °C 和 $5.2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 达到 260% 变形断裂后标距段部分的显微组织。与图 1(b) 相比, 原始边缘为圆形或类似圆形的枝晶臂, 经变形后沿拉伸方向变成凸透镜状或圆状, 同时发生了相界弯曲, 说明发生了相界滑动。Mishra 等^[17] 在研究 $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-}2124\text{Al}$ 复合材料的高应变速率超塑性时也发现了相界滑动现象。图 4(b) 所示为变形后枝晶臂的放大组织, 发现分布在 β 相中的针状 $\gamma'-(\text{Ni}, \text{Fe})_3(\text{Al}, \text{Fe})$ 相发生重排, 由原来的两个方向排成与拉伸方向 (即定向凝固方向) 相同的一列。图 4(c) 所示为 1 050 °C 和 $5.2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 时的拉伸断口形貌, 枝晶间出现了明显的滑移台阶, 即发生了位错的滑移运动, 这将有利于相界的滑动, 协调相界的变形。TEM 观察 (如图 4(d) 所示) 进一步证实了在 β 相与 γ/γ' 相界面的 γ/γ' 相一侧发生了位错的滑移运动, 而且滑移呈现明显的两个方向。

4 结论

1) DS NiAlFeNb 合金的显微组织由枝晶 β -

式中 σ_1, σ_2 分别为同一温度下对应 $\varepsilon_1, \varepsilon_2$ 的真应力—真应变的峰值应力。由表 1 可见, m 值在 0.21~0.45 之间, 在 1 000 °C 应变速率为 $5.2 \times$

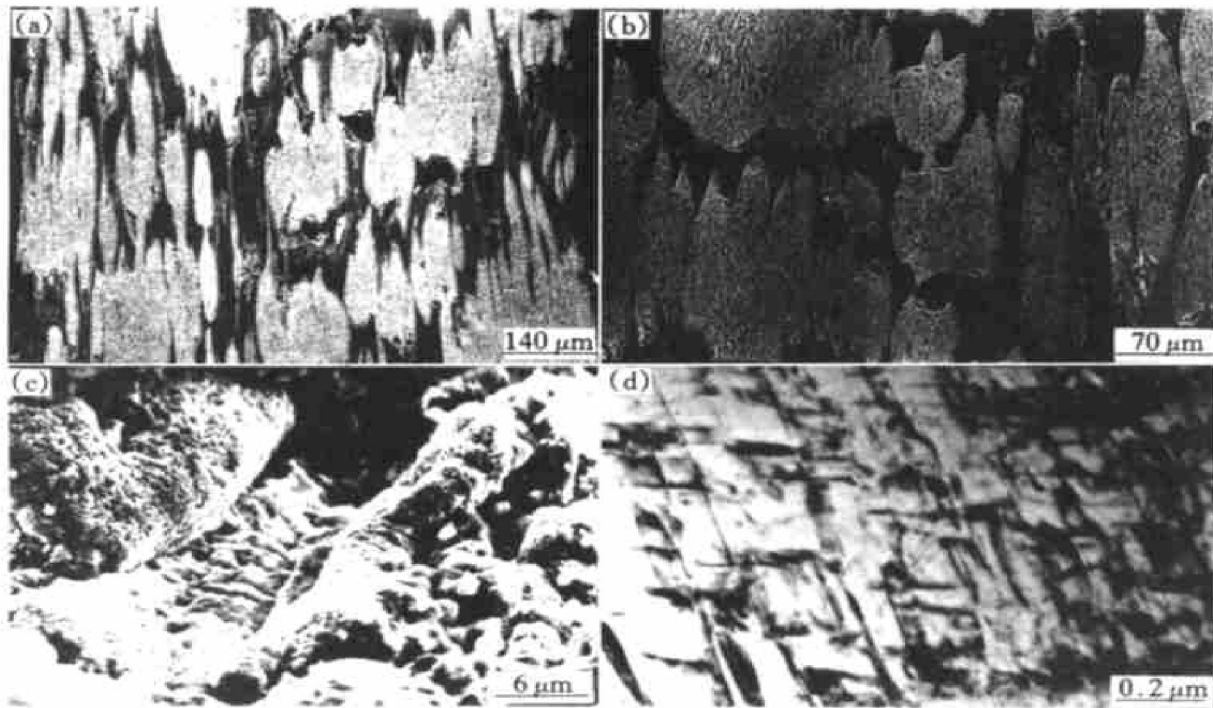


图 4 在 1050 °C 以 $5.2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 拉伸至 260% 断裂后的显微组织

Fig. 4 Microstructures deformed at 1050 °C and $5.2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ to failure

(a) —Gauge section(chemical etching); (b) —High magnification image of Gauge section(chemical etching);
(c) —Fractograph; (d) —TEM micrograph

NiAl 相和枝晶间 γ/γ' 相组成。

2) DS NiAl-Fe-Nb 合金在 950~ 1100 °C 之间以 $5.2 \times 10^{-4} \sim 1.04 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 的应变速率拉伸变形时, 表现类似超塑性的变形行为。在 1050 °C 应变速率为 $5.2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 时, 获得最大延伸率 260%, 应变速率敏感系数 $m = 0.29$ 。

[REFERENCES]

- [1] Cline H E, Walter J L, Lifshin E, et al. Structures, faults, and the rod-plate transition in eutectics [J]. Metall Trans, 1971, 2: 189– 194.
- [2] Whittenberger J D, Noebe R D, Joslin S M, et al. Elevated temperature compressive slow strain rate properties of several directionally solidified NiAl(Nb, Mo) alloys [J]. Intermetallics, 1999, 7: 627– 633.
- [3] Yang J M, Jeng S M, Bain K, et al. Microstructure and mechanical behavior of in situ directionally solidified NiAl/Cr (Mo) eutectic composite [J]. Acta Metall Mater, 1997, 45: 295– 305.
- [4] Johnson D R, Chen X F, Oliver B F, et al. Processing and mechanical properties of in situ composites from the NiAl-Cr and the NiAl(Cr, Mo) eutectic systems [J]. Intermetallics, 1995, 3: 99– 113.
- [5] Guha S, Baker I, Munroe P R. Elevated temperature deformation behavior of multi-phase Ni20at% Al30at% Fe and its constituent phase [J]. J Mater Sci, 1996, 31: 4055– 4065.
- [6] Raj S V, Locci I E, Noebe R D. Deformation of a B2 Ni30Al20Fe-0.05Zr intermetallic alloying in the temperature range 300 to 1300 K [J]. Metall Trans A, 1992, 23A: 1705– 1718.
- [7] Huang S C, Field R D, Krueger D D. Microscopy and tensile behavior of melt-spun NiAl-Fe alloys [J]. Metall Trans A, 1990, 21A: 959– 970.
- [8] Guha S, Munroe P R, Baker I M. Room temperature deformation behavior of multiphase Ni20at% Al30at% Fe and its constituent phases [J]. Mater Sci Eng A, 1991, 131A: 27– 37.
- [9] Nieh T G, Wadsworth J. Fine structure superplastic intermetallic [J]. Inter Mater Rev, 1999, 44: 59– 75.
- [10] Li D Q, Shan A D, Liu Y, et al. Study of superplastic deformation in an FeAl based alloy with large grains [J]. Scripta Mater, 1995, 33(4): 681– 685.
- [11] 酃定强, 刘毅, 单爱党, 等. 大晶粒含钛 Fe-36.5Al 基合金的超塑性研究 [J]. 金属学报, 1996, 32: 417– 422.
- LI Ding-qing, LIU Yi, SHAN Airdang, et al. Superplasticity in large-grained Fe-36.5Al based alloys added Ti [J]. Acta Metall Sin, 1996, 32: 417– 422.
- [12] Kitazono K, Sato E, Kuribayashi K. Internal stress-induced single-crystal superplasticity in Ni-based superalloys [J]. Scripta Mater, 1999, 41(3): 263– 267.
- [13] Takasugi T, Kishino J, Hanada S. Anomalous elongar

- tion behavior of stoichiometric NiAl single crystal at intermediate temperatures [J]. *Acta Metal Mater*, 1993, 41(4): 1009– 1020.
- [14] Chen R S, Guo J T, Yin W M, et al. Superplasticity of a multiphase Ni-25Al-25Cr intermetallic alloy [J]. *Scripta Mater*, 1999, 40(2): 209– 215.
- [15] 杜兴蒿, 郭建亭, 周彼德. 等原子比 NiAl 多晶合金的超塑性行为 [J]. *金属学报*, 2001, 37: 144– 146.
- DU Xing-hao, GUO Jian-ting, ZHOU Bi-de. Superplastic behavior of polycrystalline stoichiometric NiAl [J]. *Acta Metall Sin*, 2001, 37: 144– 146.
- [16] Zhou W L, Guo J T, Chen R S, et al. Superplasticity in NiAl intermetallics macroalloyed with iron [J]. *Mater Lett*, 2001, 47(2): 30– 34.
- [17] Mishra R S, Bieler T R, Mukherjee A K. Mechanism of high strain rate superplasticity in aluminium alloy composites [J]. *Acta Metal Mater*, 1997, 45(2): 561 – 568.

Microstructure and superplastic-like deformation behavior of directionally solidified NiAl-Fe-Nb intermetallic alloy

QI Yihui^{1, 2}, GUO Jian-ting¹, CUI Chuan-yong¹

(1. Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, China;

2. Department of Materials and Chemical Engineering, Liaoning Institute of Technology, Jinzhou 121001, China)

[Abstract] The microstructure and deformation behavior in high temperature tension of a directionally solidified (DS) Ni-20Al-27Fe-3Nb intermetallic alloy have been investigated. The results show that the microstructure consists of dendritic β -NiAl phase and interdendritic γ/γ' phase. This alloy exhibits superplastic-like behavior deformed at 950~ 1100 °C with initial strain rate range of $5.2 \times 10^{-4} \sim 1.04 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ and the strain rate sensitivity index $m = 0.21 \sim 0.45$. The maximum elongation of 260% with $m = 0.29$ was obtained at 1050 °C and an initial strain rate of $5.2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. The mechanism for the superplastic-like deformation behavior has also been discussed by the observation of the microstructures.

[Key words] directional solidification; intermetallic compound; microstructure; superplastic-like deformation

(编辑 杨 兵)