

[文章编号] 1004- 0609(2000) 06- 0779- 06

Ti-48Al 合金全片层组织的稳定性^①

李臻熙, 孙福生, 曹春晓

(北京航空材料研究院, 北京 100095)

[摘 要] 研究了 Ti-48Al 合金全片层组织在 1 150 ℃时效时的组织稳定性。结果表明, 1 400 ℃, 1 h 固溶处理后炉冷获得的粗片层组织的稳定性远远优于空冷获得的细片层组织。细片层组织首先在晶界处发生不连续粗化, 而后粗化片层组织中的 α_2 相发生溶解并球化, 从而转变为近 γ 组织; 空冷组织中魏氏片层的存在降低了片层组织的稳定性, 魏氏片层/基体界面与晶界一同成为片层组织发生分解的起始部位。Ti-48Al+ 0.8% B(摩尔分数)合金的细片层组织因晶界 TiB₂ 相的存在有效抑制了晶界不连续粗化, 但 γ 相从 TiB₂/基体界面和晶界重新形核生长使片层组织转变为均匀的细晶近 γ 组织。

[关键词] TiAl 合金; 片层组织; 稳定性; 不连续粗化

[中图分类号] TG 146

[文献标识码] A

γ + α_2 两相 TiAl 基合金的全片层组织具有优良的抗蠕变性能和室温断裂韧性。片层组织的高温稳定性直接影响到合金的力学性能^[1~4]。片层组织的 γ/α_2 相界面为低能共格的平直界面, 没有界面曲率缺陷来促进体扩散控制的连续粗化, 因此由 γ 和 α_2 片层端部构成的晶界的稳定性成为决定片层组织稳定性的关键因素。通常在 800~ 1 200 ℃进行时效时, 片层组织在晶界处常发生不连续粗化。有关片层组织的不连续粗化转变的研究多集中在低 Al 含量(42% ~ 45% Al, 摩尔分数)的 TiAl 合金中^[5~8]。本文作者对 Ti-48Al 合金全片层组织在略高于共析温度(约为 1 125 ℃)的 1 150 ℃时效时的组织转变规律进行了研究, 并探讨了微量元素硼对晶界不连续粗化的影响。

1 实验方法

采用真空非自耗电弧熔炼法熔炼 Ti-48Al 和 Ti-48Al+ 0.8% B(摩尔分数)合金。1 400 ℃, 1 h 固溶处理后空冷或炉冷, 而后在 1 150 ℃时效处理。在 NEOPHOT-21 型金相显微镜、JSM-5600LV 型扫描电镜和 JEM-200CX 型透射电镜下观察组织形貌。TEM 试样采用双喷减薄法制备, 电解液为 59% 甲醇+ 35% 正丁醇+ 6% 高氯酸, 温度为 - 30 ℃, 电压为 35 V。在 TEM 下测量片层厚度, 入射电子束方向 $B = \langle 011 \rangle_\gamma \parallel \langle 11\bar{2}0 \rangle_{\alpha_2}$ 。

2 实验结果与分析

2.1 片层厚度对组织稳定性的影响

图 1(a) 和(b) 所示分别为 Ti-48Al 合金在 α 单相区固溶处理后空冷和炉冷得到的全片层组织晶界形貌。空冷组织的晶界光滑平直, 而炉冷组织的晶界则因片层相互生长进入毗邻晶粒内而呈不规则的锯齿状。空冷组织中存在许多与基体片层位向不同的魏氏片层束, 而炉冷组织中则没有。空冷和炉冷组织片层的平均粒径均为 2 μm , 平均片层厚度分别为 0.2 μm 和 0.7 μm 。

空冷和炉冷的全片层组织在 1 150 ℃经不同时间时效后的组织形貌见图 2。空冷的细片层组织晶界处发生了不连续粗化(DC), 随时效时间延长, DC 胞的长度增加, 体积分数也增加, 时效时间达到 24 h 后, 原始细片层组织转变为近 γ 组织, 在图 2(c) 中可观察到因不连续粗化而形成的拉长的 γ 晶粒。炉冷的粗片层组织经 48 h 时效后(如图 2(d) 所示), 片层组织仍未发生分解, 晶界处未发生不连续粗化, 只是晶界两侧片层进一步相向生长进入毗邻晶粒内而使晶界形貌更不规则。

DC 组织的高倍金相形貌见图 3。DC 胞沿着初生片层方向由晶界向晶内生长而呈拉长的块状, 其生长前沿界面大多平行或垂直于初生片层方向(如图 3 中箭头所示)。DC 胞的片层方向与其生长进入的晶粒内的初生片层方向不同, 但却与晶界另一侧

① [收稿日期] 2000- 01- 07; [修订日期] 2000- 04- 18

[作者简介] 李臻熙(1974-), 男, 博士。

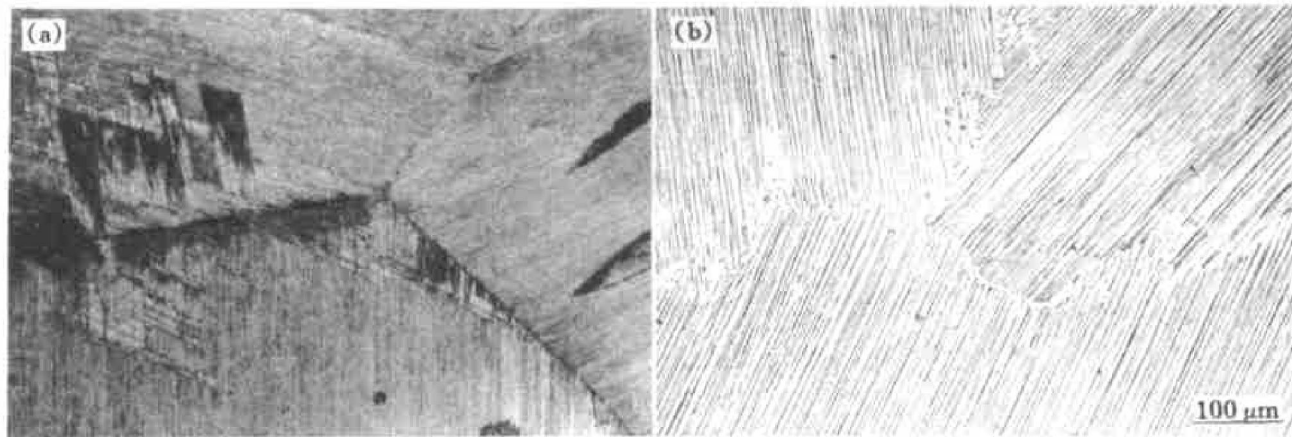


图 1 1400 ℃, 1 h 固溶处理空冷和炉冷片层组织形貌

Fig. 1 Optical micrographs of lamellar microstructures solution-treated at 1400 ℃ for 1 h

(a) —Air cooling; (b) —Furnace cooling

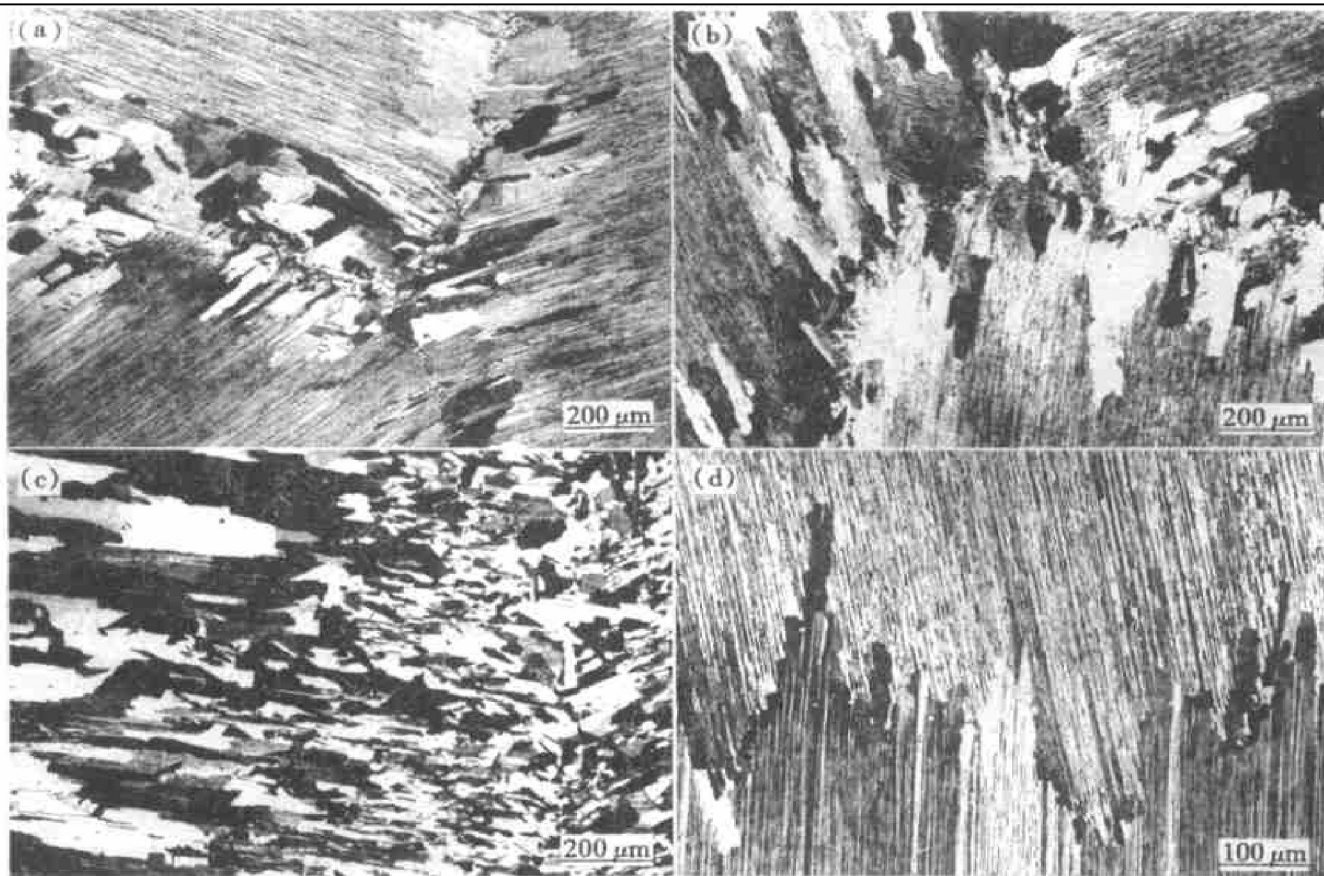


图 2 1150 ℃时效后的组织形貌

Fig. 2 Optical micrographs of lamellar microstructures aged at 1150 ℃

(a) —1400 ℃, 1 h/AC+ 1150 ℃, 4 h/AC; (b) —1400 ℃, 1 h/AC+ 1150 ℃, 16 h/AC;

(c) —1400 ℃, 1 h/AC+ 1150 ℃, 24 h/AC; (d) —1400 ℃, 1 h/FC+ 1150 ℃, 48 h/AC

晶粒内的初生片层方向相同。

图 4(a) 和 (b) 所示分别为空冷细片层组织在 1150 ℃经 4 h 和 24 h 时效处理后的 SEM 背散射电子像。图 4(a) 中除了晶界发生不连续粗化外, 部分魏氏片层束也发生了粗化, 其与基体片层之间界面上的白色颗粒为球化的 α_2 相。与图 3 的情况相同,

晶界 DC 区的片层方向与其生长进入的晶粒的初生片层方向不同, 却平行于另一侧晶粒的初生片层方向。空冷的细片层组织经 1150 ℃, 24 h 时效处理后转变为近 γ 组织, 图 4(b) 显示只有少量 (< 5%, 体积分数) 残余的球状和杆状 α_2 相粒子分布于 γ 基体中, 它们是由初生片层组织和 DC 片层组织中的

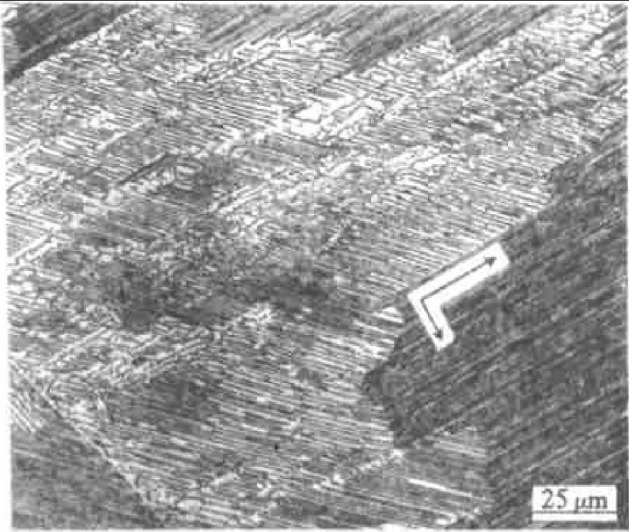


图 3 不连续粗化组织形貌

Fig. 3 Optical micrograph of discontinuous coarsening microstructure
(1 400 °C, 1 h/AC+ 1 150 °C, 4 h/AC)

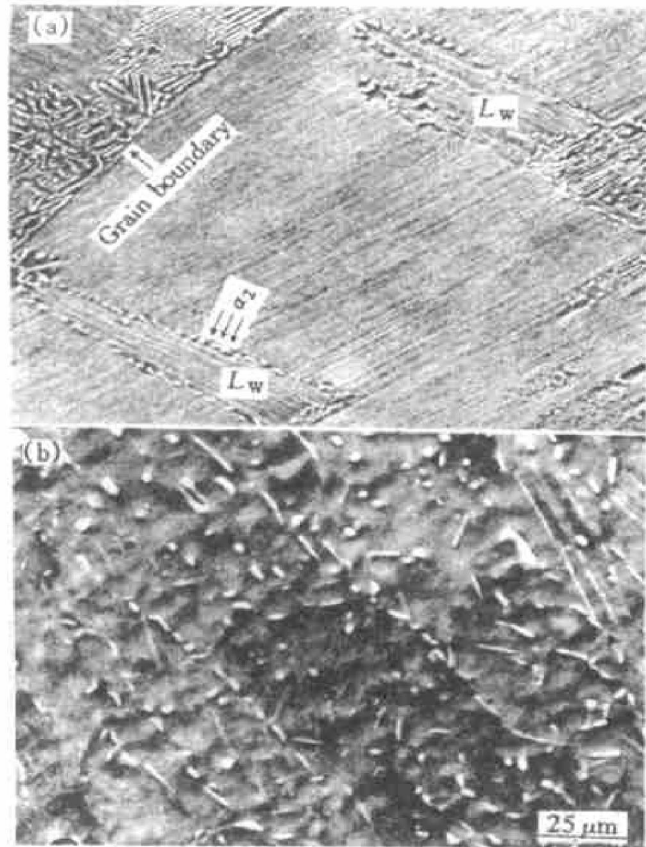


图 4 1 150 °C 时效后组织的 SEM 背散射电子像

Fig. 4 SEM backscattered electron images of lamellar microstructures aged at 1 150 °C
(a) -1 400 °C, 1 h/AC+ 1 150 °C, 4 h/AC;
(b) -1 400 °C, 1 h/AC+ 1 150 °C, 24 h/AC

片状 α_2 相溶解进而球化而形成的, 残余 α_2 相粒子的分布呈现出原始片状 α_2 相的残留特征。

DC 组织的 TEM 形貌像及选区电子衍射

(SAD) 花样见图 5。图 5(b) 为 DC 区 SAD 花样, $B = \langle 11\bar{2}0 \rangle_{\alpha_2} \parallel \langle 011 \rangle_{\gamma}$; 图 5(c) 为基体的 SAD 花样, $B = \langle 11\bar{2}0 \rangle_{\alpha_2} \parallel \langle \bar{1}10 \rangle_{\gamma} \parallel \langle \bar{1}10 \rangle_{\gamma}$ 。DC 组织的 α_2 相的宽度约为 0.16 μm , 与初生 α_2 相的宽度相当, 而 γ 相的宽度约为 2 μm , 是初生 γ 相的 10 倍。与初生片层组织相比, DC 组织的 α_2/γ 界面不平整, 且存在少量 α_2 相粒子。SAD 花样显示, DC 组织中的 α_2 相和 γ 相仍保持 $\{111\}_{\gamma} \parallel (0001)_{\alpha_2}$ 和 $\langle 011 \rangle_{\gamma} \parallel \langle 11\bar{2}0 \rangle_{\alpha_2}$ 的位向关系, 但 DC 区与基体片层之间却无任何位向关系, 而且与基体片层组织不同, 单个 DC 胞内的 γ 相只有一个晶体取向, 没有基体片层组织中存在的真孪晶、伪孪晶和 120° 旋转位向关系的 γ 片层^[9], 也没有有序畴, 表明 DC 组织是从晶界重新形核并向着与 DC 晶核无共格位向关系的片层晶粒内生长, 其形核机制与初生片层组织的形核机制不同。

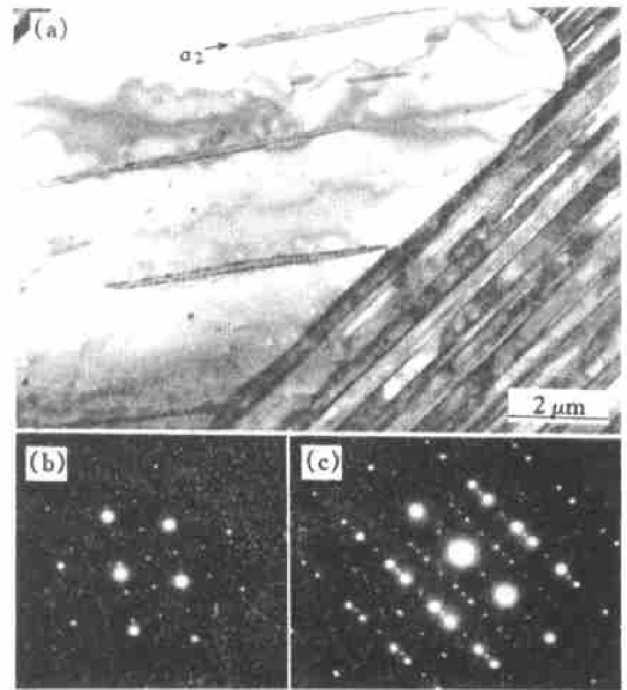


图 5 DC 组织的 TEM 形貌像及选区电子衍射花样

Fig. 5 TEM image of DC microstructure (a) and SAD patterns of DC zone (b) and matrix (c)

2.2 硼对组织稳定性的影响

Ti-48Al+ 0.8% B 合金经 1 400 °C, 1 h/AC 固溶处理后进行 1 150 °C 时效处理的组织见图 6。合金中加入硼可生成细长的带状 TiB_2 相^[10], 在 α 单相区固溶处理时, 能有效钉扎 α 晶界, 阻碍 α 晶粒发生等轴化, 晶界硼化物的存在改变了晶界形貌, 片层组织晶界变得不规则(如图 6(a) 所示)。比较图 6(a) 和图 2(a) 发现, 含硼合金的晶界处未发生不连

续粗化,只是沿晶界析出了许多白色的 γ 相,而且在晶内的 TiB_2 /基体界面上也析出了白色的块状 γ 相。1150 °C, 24 h 时效处理后,片层组织转变为均匀的细晶等轴近 γ 组织(如图 6(b) 所示),平均粒径为 30 μm ;而 Ti-48Al 合金因晶界不连续粗化, γ 晶粒呈拉长的块状形貌,长度可达 500 μm 。 γ 晶粒在 TiB_2 /基体界面上析出的 TEM 形貌像见图 7。

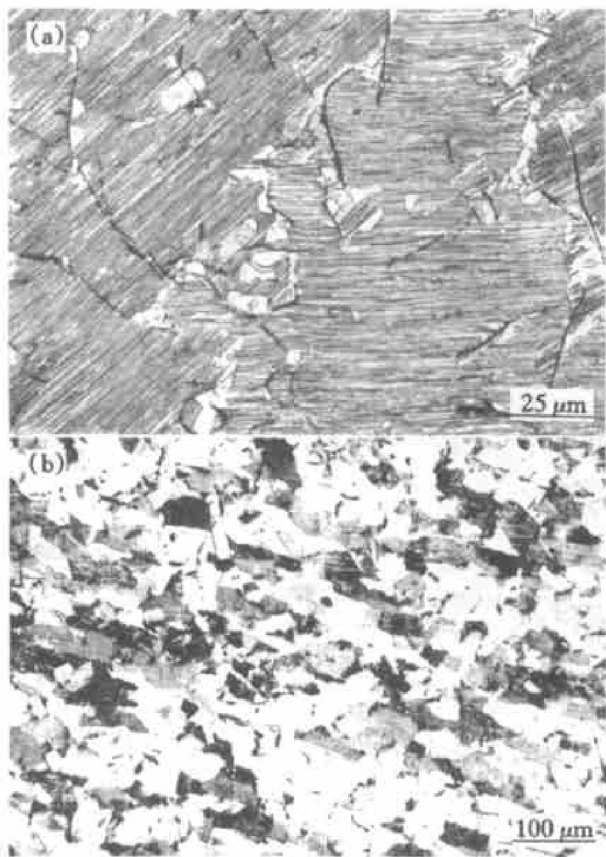


图 6 Ti-48Al+ 0.8% B 合金 1150 °C 时效后的组织形貌

Fig. 6 Optical micrographs of Ti-48Al+ 0.8% B alloy aged at 1150 °C

(a) -1400 °C, 1 h/AC+ 1150 °C, 4 h/AC;

(b) -1400 °C, 1 h/AC+ 1150 °C, 24 h/AC

3 讨论

片层组织有两种粗化方式,连续粗化(CC)和不连续粗化(DC)。连续粗化由体扩散控制,通过界面上的缺陷(如台阶、界面曲率等)迁移来实现片层的粗化;而不连续粗化则由界面扩散控制,通过晶界迁移使高密度界面的细片层组织转变为粗片层组织^[11, 12]。前者的相变驱动力为体自由能的降低,后者的相变驱动力主要为界面自由能差。TiAl 基合金片层组织中的 γ 和 α_2 相之间存在 $\{111\}_{\gamma} \parallel (0001)_{\alpha_2}$ 和 $\langle 0\bar{1}1 \rangle_{\gamma} \parallel \langle 11\bar{2}0 \rangle_{\alpha_2}$ 位向关系,由于 $\{111\}_{\gamma} \parallel (0001)_{\alpha_2}$ 共格平直界面的存在,没有界面

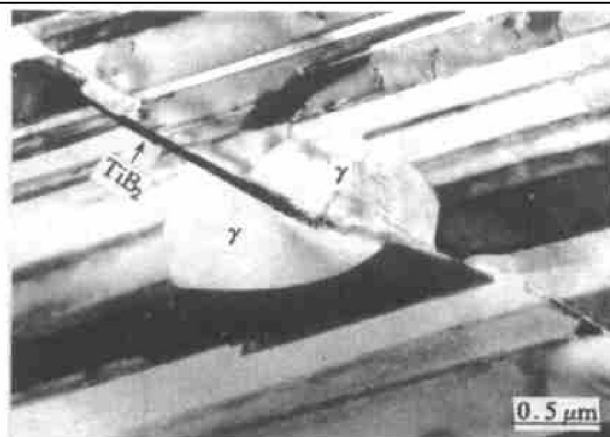


图 7 γ 相从 TiB_2 /基体界面上析出的 TEM 形貌像

Fig. 7 TEM morphology of gamma grains precipitated at TiB_2 /matrix interface

曲率缺陷来促进体扩散控制的连续粗化,因此由 γ 和 α_2 片层端部构成的晶界的稳定性成为决定片层组织稳定性的关键因素。Livingston 和 Cahn^[12] 以体系的总界面自由能差为驱动力导出了晶界不连续粗化的界面迁移速率与由体扩散控制的界面缺陷迁移速率之比为:

$$v_{\text{DC}}/v_{\text{CC}} \propto D_b \delta / D \lambda_i \quad (1)$$

式中 D 为体扩散系数, D_b 为界面扩散系数, δ 为 DC 区界面厚度, λ_i 为初生片层厚度。显然, λ_i 越小, DC 转变趋势越显著,即细片层组织与粗片层组织相比更易发生晶界不连续粗化。从 Ti-48Al 相图分析, Ti-48Al 合金在 1150 °C 的平衡组织应为近 γ 组织,因此除了界面能的贡献之外,化学自由能也对组织转变产生十分重要的作用,相比较而言,空冷片层组织的残余化学自由能高于炉冷片层组织。所以,细片层组织总的粗化驱动力高于粗片层组织,而且片层越厚,溶质原子在片层间的扩散距离越长,溶质原子实现平衡分配越困难。炉冷粗片层组织的稳定性远远高于空冷细片层组织。此外,粗片层组织的锯齿形互锁晶界与细片层组织的平直晶界相比,更不利于晶界迁移。

Mitao 和 Bendersky^[7] 在 Ti-44Al 合金中发现有三种形态的 DC 组织,如图 8 所示。

I 型: DC 组织中的 γ/α_2 界面为低能平直界面,且平行于起始片层界面,其 α_2 相的位向与起始片层晶粒的 α_2 相的位向相同。

II 型: DC 组织中的 γ/α_2 界面为高能的不规则界面,且不平行于起始片层界面,其 α_2 相的位向与起始片层晶粒的 α_2 相的位向相同。

III 型: DC 组织中的 γ/α_2 界面为低能平直界面,但其 α_2 相的位向与起始片层 α_2 相的位向不同。

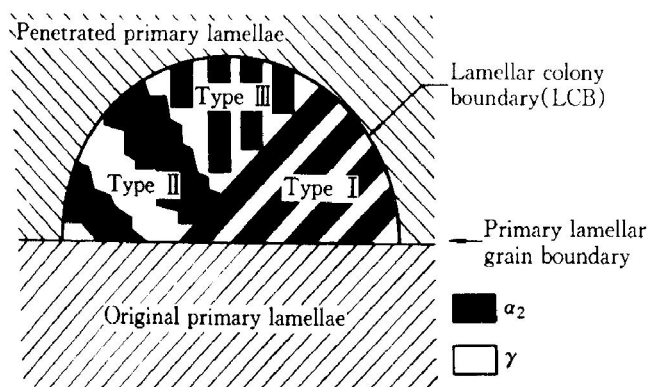


图 8 三种类型的 DC 片层示意图^[7]

Fig. 8 Schematic diagram of three types lamellae in a single DC cell

本研究发现, Ti-48Al 合金中大多数 DC 组织为 I 型 DC 组织, 因为从界面能和形核的难易程度考虑, 3 种 DC 组织中 I 型 DC 组织最容易形成。需指出的是, TEM 观察表明尽管 DC 胞内的 γ/α_2 相界面仍为 $\{111\}_{\gamma} \parallel (0001)_{\alpha_2}$ 共格界面, 但与基体的片层界面相比, 界面更不平整, 存在一定的曲率缺陷, 且不存在 3 种 γ/γ 界面和有序畴。初生片层组织的平直 γ/α_2 和 γ/γ 界面的形成由 γ 相的 Shockley 分位错形核机制及台阶生长方式决定^[13]; 而 DC 胞的形核似乎并不涉及 Shockley 分位错的扩展^[14], 事实上, DC 转变更类似于胞区沉淀, DC 胞在初生片层组织晶界一侧与之位向关系相同的晶粒内形核, 并向着晶界另一侧与之无位向关系的晶粒内生长(见图 3 和图 4(a)), 通过溶质原子的晶界扩散, 在迁移晶界的后面形成了类似于共析组织的粗化的 $\gamma+\alpha_2$ 片层组织。因 DC 组织的 γ/α_2 相界面存在曲率缺陷, 随着时效进程的延续, 在 Gibbs-Thomson 效应的作用下, α_2 片层易发生溶解进而球化。

图 1(a) 和图 4(a) 显示空冷片层组织中的魏氏片层束与基体之间的位向差很大, 虽然目前有关魏氏片层束的形成机理还没有定论, 但可以肯定的是魏氏片层束与基体之间的界面结构类似于大角度晶界, 因此魏氏片层束/基体界面必然与晶界一同成为细片层组织发生失稳分解的起始部位。如图 4(a) 所示, 由于基体片层被魏氏片层束隔断, 魏氏片层束/基体界面成为原子迁移的扩散通道, 从而导致片层端部发生分解, 在魏氏片层束/基体界面上产生了球化的 α_2 相颗粒, 并且魏氏片层束自身也发生了不连续粗化。因此, 空冷片层组织中魏氏片层束的存在会降低片层组织的稳定性。

因为不连续粗化是通过晶界迁移实现的, 因此

晶界第二相粒子的存在可以钉扎晶界, 阻碍其迁移, 从而可以降低发生晶界不连续粗化的趋势。Ti-48Al 合金中加入 0.8% B, 生成大量细长的带状 TiB_2 相, 如图 6 所示。晶界硼化物的存在有效地防止了不连续粗化的发生。从 Ti-Al 相图分析可知, 从 α 单相区空冷得到的片层组织中的 γ 和 α_2 两相的化学成分和体积分数偏离 1150 °C 的两相平衡成分和体积分数, 因此, 1150 °C 时效时, 在化学自由能的驱动下, Ti, Al 原子将通过体扩散来实现重新分布, 但因共格界面的存在, 原子很难直接扩散通过 α_2/γ 界面, 所以晶界就成为了原子扩散的通道, 同时, 因 TiB_2 相与基体之间没有共格位向关系, TiB_2 /基体界面也可以成为原子扩散的通道, 而与晶界一道成为 γ 相形核与生长的部位。由于大量的带状 TiB_2 相的存在, TiB_2 /基体界面和晶界为 γ 相析出提供了大量的形核位置, 从而可以获得由均匀细小的等轴 γ 晶粒构成的近 γ 组织。而 Ti-48Al 合金因晶界不连续粗化得到的是由拉长的粗大 γ 晶粒构成的不均匀的近 γ 组织。

4 结论

1) Ti-48Al 合金从 α 单相区炉冷的粗片层组织在 1150 °C 时效时的组织稳定性远远优于空冷的细片层组织。

2) 空冷片层组织时效时, 晶界首先发生不连续粗化, 而后随着时效时间的延长, 粗化片层组织中的 α_2 相发生溶解并球化, 最终转变为近 γ 组织。因 DC 胞由晶界向晶内延伸生长, 近 γ 组织中含有拉长的粗大 γ 晶粒。

3) 空冷片层组织中魏氏片层束的存在降低了片层组织的稳定性, 魏氏片层束/基体界面与晶界类似, 是片层组织发生分解的起始部位。

4) Ti-48Al+0.8% B 合金中晶界上的 TiB_2 相有效阻止不连续粗化的发生, 但晶界和 TiB_2 /基体界面为原子扩散提供了通道, 有利于 γ 晶粒形核生长, 最终可获得均匀的细晶近 γ 组织。

REFERENCES

- [1] Kim Y W. Effects of microstructure on the deformation and fracture of γ -TiAl alloys [J]. Mater Sci Eng, 1995, 192/193A: 519-533.
- [2] Kim Y W and Dimiduk M. Designing gamma TiAl alloys: Fundamentals, Strategy and Production [A]. Nathal M V. Structure Intermetallics 1997 [C]. TMS Warrardale, 1997. 531-543.

- [3] Bartholomeusz M F and Wert J A. Modeling creep deformation of a two-phase TiAl/Ti₃Al alloy with a lamellar microstructure [J]. Metall Mater Trans, 1994, 25A (6): 2161– 2172.
- [4] Ramanujan R V, Maziasz P J and Liu C T. The thermal stability of the microstructure of γ -based titanium aluminides [J]. Acta mater, 1996, 44(7): 2611– 2642.
- [5] Shong D S and Kim Y W. Discontinuous coarsening of high perfection lamellae in titanium aluminides [J]. Scripta Metall, 1989, 23(2): 257– 261.
- [6] Mitao S and Bendersky L A. Coarsening behavior of lamellars structure in Ti(40–47)Al(%) alloy [A]. Kim Y W. Gamma Titanium Aluminides TMS [C]. Warrendale, PA, 1995. 181– 188.
- [7] Mitao S and Bendersky L A. Morphology and growth kinetics of discontinuous coarsening in fully lamellar Ti-44Al alloy [J]. Acta Mater, 1997, 45(11): 4475– 4489.
- [8] Jung J Y and Park J K. Growth kinetics of discontinuous coarsening of lamellar structure in Ti-44at.% Al (-0.5at.% Cr) intermetallic compounds [J]. Acta Mater, 1998, 46(12): 4123– 4130.
- [9] Inui H, Oh M H, Nakamura A, et al. Ordered domains in TiAl coexisting with Ti₃Al in the lamellar structure of Ti-rich TiAl compounds [J]. Phil Mag A, 1992, 66 (4): 539– 555.
- [10] LI Zhen-xi and CAO Chun-xiao. Morphology and growth mechanism of borides in Ti-48Al+ B alloys [J]. Trans Nonferrous Met Soc China, 2000, 10(4): 456– 459.
- [11] Cline H E. Shape instabilities of eutectic composites at elevated temperatures [J]. Acta Metall, 1971, 19(6): 481– 490.
- [12] Livingston J D and Cahn J W. Discontinuous coarsening of aligned eutectoids [J]. Acta Metall, 1974, 22(4): 495– 503.
- [13] Denquin A and Naka S. Phase transformation mechanisms involved in two-phase TiAl-based alloys—I. Lamellar structure formation [J]. Acta Mater, 1996, 44(1): 343– 352.
- [14] Denquin A and 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.

Thermal stability of fully lamellar microstructures in Ti-48Al alloy

LI Zhen-xi, SUN Fu-sheng, CAO Chun-xiao

(Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, P. R. China)

[Abstract] The thermal stability of fully lamellar microstructures of Ti-48Al alloy after aging at 1 150 °C was studied. The thermal stability of coarse lamellar microstructure produced by heat-treatment at 1 400 °C for 1 h, followed by furnace cooling is superior to that of the fine lamellar microstructure produced by air cooling. During the aging, the discontinuous coarsening (DC) occurs at the grain boundaries of the fine lamellar microstructure, then α_2 phase of the coarsened lamellar microstructures dissolves and spheroidizes. Ultimately, the fine lamellar microstructure transforms into the near gamma microstructure. The Widmanstatten lamellar colonies produced by air cooling from the α single phase field degrade the thermal stability of the fine lamellar microstructure, the decomposition of the fine lamellar microstructure initiates at the Widmanstatten lamellar/matrix interfaces and grain boundaries. The TiB₂ particles at grain boundaries in Ti-48Al + 0.8% B (mole fraction) alloy restrain the discontinuous coarsening effectively. However, the new γ grains nucleate and grow at the TiB₂/matrix interfaces and grain boundaries. As a result, the fine lamellar microstructure transforms into the homogeneous and fine near gamma microstructure.

[Key words] TiAl alloy; lamellar microstructure; thermal stability; discontinuous coarsening

(编辑 杨 兵)