

快速凝固 Nb₃Al-Nb 固溶体两相合金 的组织与性能^①

郭鸿镇 姚泽坤

(西北工业大学材料科学与工程学院, 西安 710072)

花田修治 吉见亨祐

(东北大学金属材料研究所, 仙台 980, 日本)

摘 要 用快速凝固粉末冶金法制备完全致密的含Ti的Nb₃Al-Nb固溶体两相合金, 和铸锭法相比较, 所制合金的组织显著细化, 屈服强度显著提高。通过Nb₃Al与塑性相Nb固溶体的复合, 合金的低温脆性较Nb₃Al明显减小。

关键词 Nb₃Al-Nb 两相合金 快速凝固 粉末冶金 强度 塑性

中图法分类号 TG146.4

高熔点金属间化合物Nb₃Al可望成为下世纪的新型高温结构材料, 已受到极大关注。Nb₃Al具有A15型复杂晶体构造, 虽然具有优越的高温强度, 但约1000℃以下呈脆性。因此, 低温韧性的改善成为Nb₃Al合金向实用化发展的重要课题。目前所采取的方法之一, 是探索与塑性相的复合, 制作高温强度与低温韧性良好配合的Nb₃Al-Nb固溶体两相合金, 而两相合金的组织控制是一个需要研究的关键问题。液体浸透法^[1]、粉末法^[2]、切片包套挤压法^[3]、铸锭法^[4]等制作方法可以用来改变合金的组织状态, 调整合金的力学性能。

采用快速凝固粉末冶金技术, 可获得性能优异的金属材料。此项技术已在Ti₃Al, TiAl, Ni₃Al, NiAl等金属间化合物的制备中得到了应用^[5, 6]。

本文研究了旋转电极熔液激冷粉末冶金法制作含Ti的Nb₃Al-Nb固溶体两相合金, 研究了合金的组织与性能, 通过和铸锭法相比较,

探讨本文所用方法的有效性。

1 实验方法

1.1 合金制备

Nb₃Al-Ti系母合金在氩气保护电弧炉中熔炼并凝固, 铸块尺寸为 $d\ 50\text{ mm} \times 10\text{ mm}$ 。用阴离子旋转电极型熔液激冷装置将铸块制成粉末。即用固定的钨电极产生的电弧, 连续熔化高速旋转的电极(铸块), 旋转电极端面被熔化的液滴在离心力的作用下飞出, 撞击在反向旋转的冷却板上, 形成片状或粒状粉末。铸块的旋转速度为200Hz, 冷却板的旋转速度为40Hz。将制得的粉末在模具中冷挤压成形为 $d\ 18\text{ mm} \times 12\text{ mm}$ 的小圆柱, 并用等温锻装置在氩气保护气氛下进行等温压缩(近似热等静压)烧结。等温压缩的工艺参数为1600℃, 100MPa, 1h, 炉冷。等温压缩烧结后的圆柱尺寸为 $d\ 20\text{ mm} \times 6\text{ mm}$ 。将圆柱试样在1200℃

① 航空科学基金资助项目 95G53105 收稿日期: 1998-02-09; 修回日期: 1998-05-04
郭鸿镇, 男, 48岁, 硕士, 副教授

时效处理 170 h, 以使合金的相组织均匀稳定化。

所制合金的化学成分为(摩尔分数, %): Nb 76.08, Al 13.45, Ti 10.4(以下简称 Nb-13Al-10Ti 合金)。对所制合金进行显微组织观察及 EPMA 相成分分析等。

1.2 压缩试验及形变组织观察

以 $1.7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 的初始应变速率对所制合金的试样进行等温压缩试验, 测试不同温度下的屈服强度, 并对变形后的合金组织进行显微组织观察。

2 实验结果与讨论

2.1 制作方法对合金组织的影响

图 1 示出了等温压缩烧结后合金的金相组织。可以看出, 所得组织非常致密, 没有孔隙、疏松等缺陷。等轴晶粒平均直径约为 100 μm , 在等轴晶的部分晶界上有等二相析出。由 Nb-Al-Ti 平衡状态图可知, 等轴晶为 Nb 固溶体, 析出相为具有 A15 型晶体构造的 Nb₃Al 相。

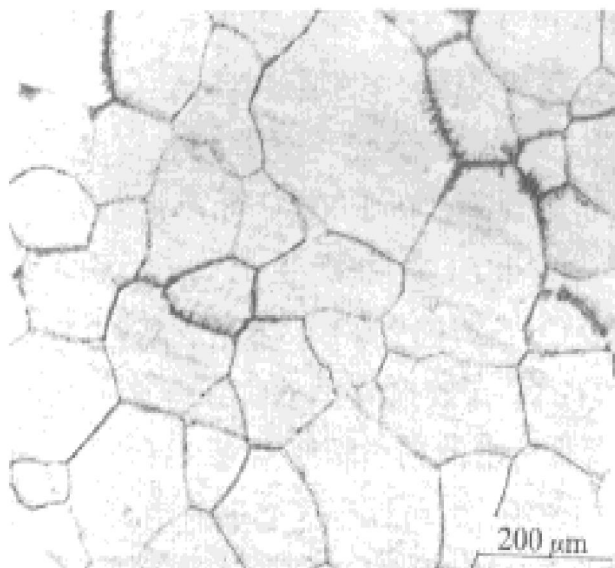


图 1 等温压缩烧结后合金的金相组织
Fig. 1 Microstructure of alloy after isothermal compressing

图 2 示出了等温压缩烧结试样经 1200 $^{\circ}\text{C}$, 170 h 时效后的合金组织, 图中 (a) 为金相照片, (b) 为 SEM 照片。可以看出, 经时效处理

后, 大量第二相呈片状在晶界和晶内析出, 形成均匀细小的两相组织。用划线法测得 Nb 固溶体和 Nb₃Al 相的含量分别为 52.4% 和 47.6%。用 EPMA 确定 Nb 固溶体和 Nb₃Al 的相成分, 分别为(摩尔分数, %): Nb-6.0Al-11.3Ti 和 Nb-18.9Al-9.2Ti。相的维氏硬度分别为 HV280 和 HV360。

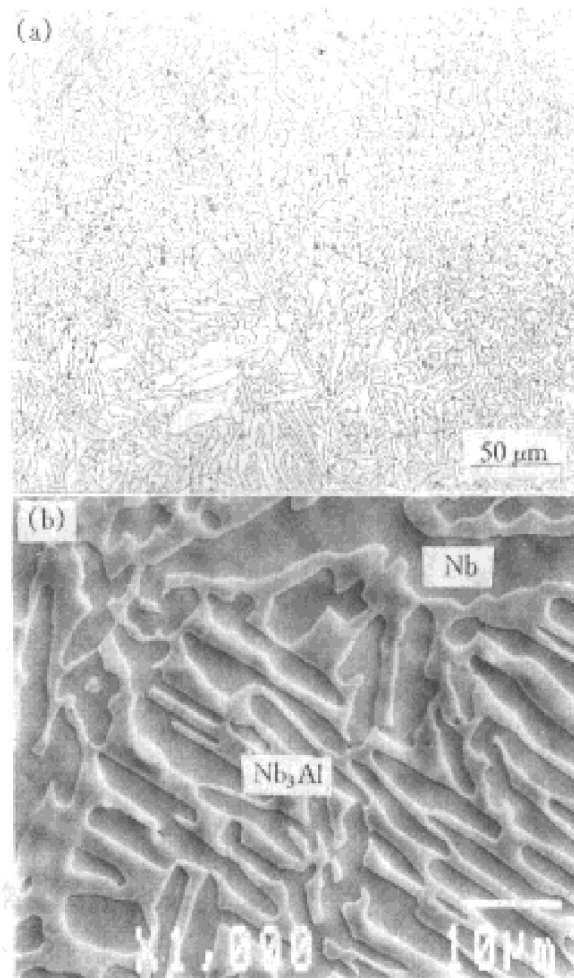


图 2 经 1200 $^{\circ}\text{C}$, 170 h 时效后的合金组织
Fig. 2 Microstructures of alloy annealing at 1200 $^{\circ}\text{C}$ for 170 h
(a) —Optical microscope; (b) —SEM

图 3 为电弧熔炼后经凝固、均匀化退火、1200 $^{\circ}\text{C}$ 、170 h 时效处理后 Nb-13Al-10Ti 合金的金相组织^[4]。和图 2(a) 相比较可知, 用铸锭法制取的合金, 经时效析出的片状 Nb₃Al 相十分粗大, 所得 Nb 固溶体和 Nb₃Al 两相组织亦十分粗大。这是因为经电弧熔炼、均匀化退火后的试样, 其原始等轴晶粒十分粗大(约 300~400 μm) 所致^[4]。

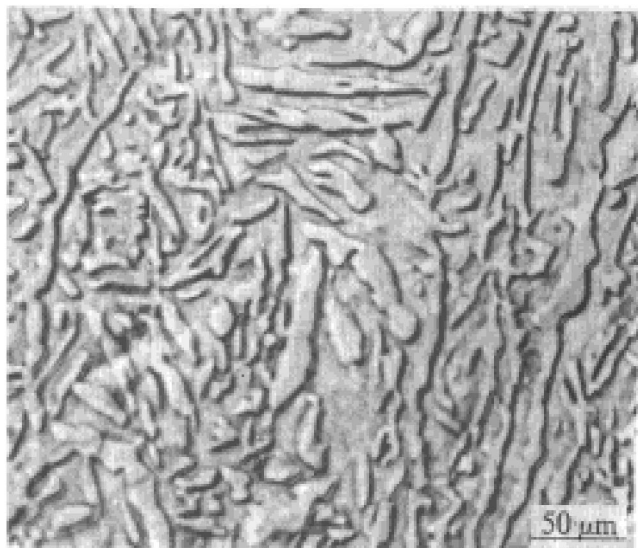


图3 铸锭法制取合金的金相组织

Fig. 3 Microstructure of alloy fabricated by solidification method

由上述结果可见,为了得到微细的两相组织,控制第二相时效析出之前的原始晶粒大小很重要。本文通过旋转电极熔液激冷,获得片状合金粉末,每个片状粉末相当于一个微铸锭,具有快冷合金极细的枝晶组织^[7],它对粉末合金的最终组织细化具有决定性的作用。因此,采用快速凝固粉末冶金法是控制 Nb₃Al-Nb 固溶体两相合金组织细化的有效途径。

需要指出的是,在以一定速度快冷的合金(例如 Nb-18Al, Nb-13.5Al 和 Nb-16.9Al 等)中发现有亚稳的 B₂ 相出现^[8],而加 Ti 可使该相稳定化^[9]。B₂ 相为 Nb 固溶体的有序形式,用 X 射线衍射方法也极难区分。当 Al 在 Nb 中的过饱和固溶体向 Nb₃Al 相的转变受到抑制时, B₂ 相可能作为中间过渡相出现。B₂ 相具有立方晶体构造,对合金塑性有利。

2.2 显微组织对力学性能的影响

图4示出合金在不同温度下进行压缩试验所得的真应力-真应变曲线。可以看出,合金在室温下也可发生屈服现象,但屈服后立即发生破坏。在 800 °C 时,屈服应力达到峰值后急剧下降,发生 23% 的有限压缩变形(真应变为 0.26)后发生破坏(用铸锭法制取的合金在相同温度下的有限压缩变形程度为 15%^[4]),在变

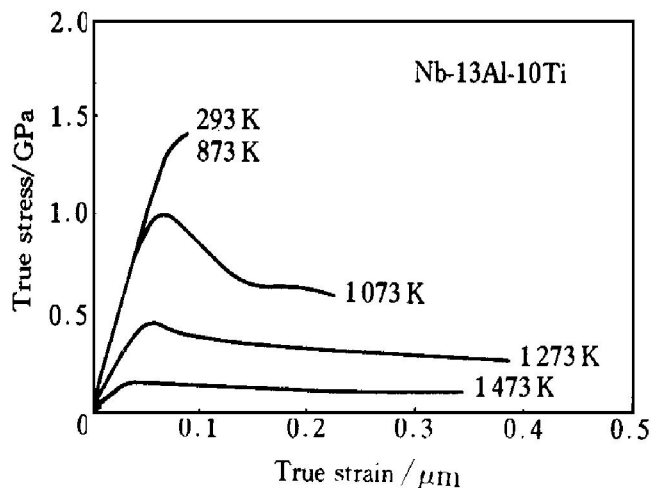


图4 Nb-13Al-10Ti 合金在不同温度下的真应力-应变曲线

Fig. 4 True stress-strain curves of Nb-13Al-10Ti alloy at different temperatures

形组织中有微裂纹出现(图5(a))。在 1 000 °C 时,变形随着屈服后的软化过程进行,压缩变形程度达 37% (真应变为 0.46) 左右仍未发生破坏,变形组织中的 Nb₃Al 相界呈弯曲状,是脆性相发生较大变形的痕迹(图5(b))。在 1 200 °C 合金屈服后进入稳定变形状态。

单相 Nb₃Al 合金在 1 070 °C 以下不发生屈服,在弹性范围内发生脆性断裂,而单相 Nb 固溶体可在室温下产生 30% 以上的较大变形^[4]。在本文试验中,通过 Nb₃Al 相与约 50% 的 Nb 固溶体的复合,合金即使在室温下也可发生屈服现象,在 1 000 °C 可产生充分变形,比单相 Nb₃Al 合金产生充分变形的温度(1 200 °C)^[4] 约低 200 °C。因此,通过与塑性相的复合,可有效地减小 Nb₃Al 合金的低温脆性,降低合金的韧脆转变温度。另外,合金组织的均匀细化,可以促进变形的均匀化,从而有利于合金塑性的提高^[10]。

图6示出了快速凝固法与铸锭法^[4]制取合金的压缩屈服强度与温度的关系曲线(两曲线所对应的初始应变速度等试验条件相同)。如图所示,铸锭法所对应曲线开始随着温度上升,至 600 °C 附近达到峰值(约 1 000 MPa),随后迅速下降,在 1 200 °C 屈服应力值约为 130 MPa。快速凝固法所对应曲线,明显高于铸锭

法所对应线, 在 < 600 °C 的温度范围内, 应力

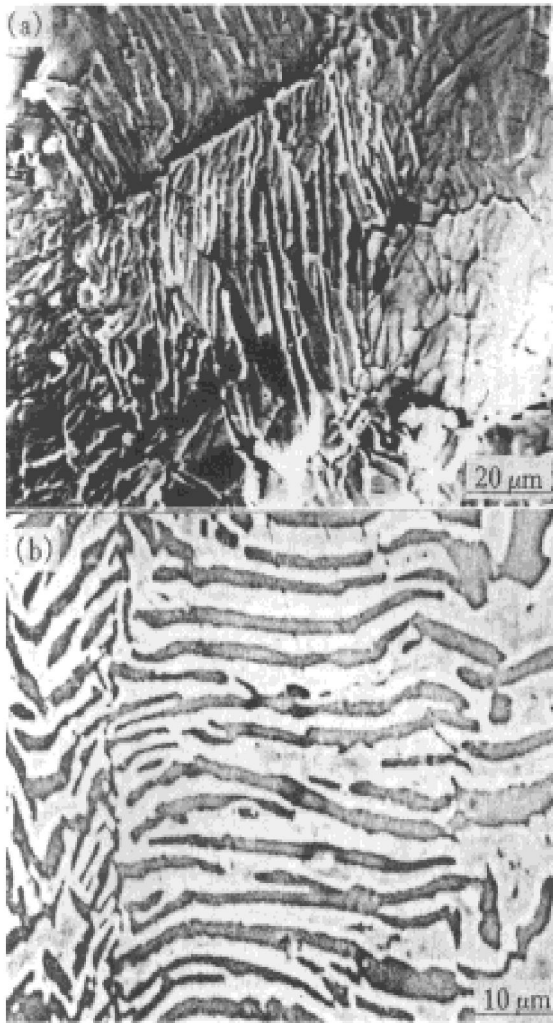


图5 合金压缩变形后的 SEM 组织

Fig. 5 Scanning electron microstructures of compressing deformation of alloy
(a) -800 °C; (b) -1000 °C

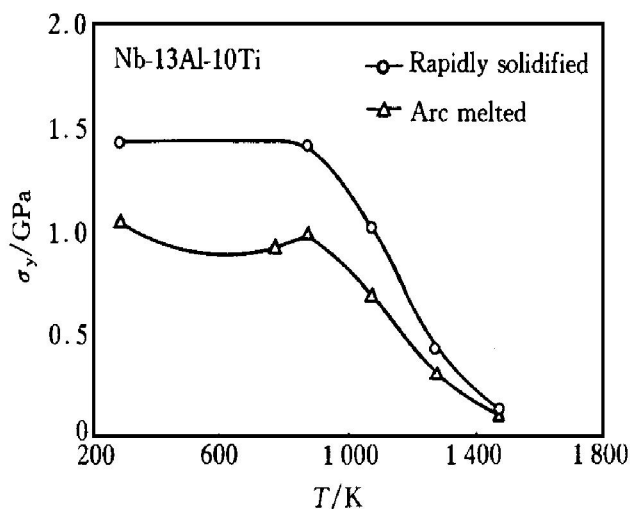


图6 压缩屈服强度与温度的关系曲线

Fig. 6 Temperature dependence of compression yield stress

值不随温度的上升而下降, 比铸锭法所对应曲线高约 400 MPa, 从 600 °C 至 1200 °C, 两曲线趋向接近。

本文合金屈服强度的显著提高主要是由于晶粒尺寸和相尺寸显著减小的结果。本文合金亦应服从于 Hall-Petch 方程 $\sigma_y = \sigma_0 + K_y d^{-1/2}$ (σ_y 为屈服应力, d 为晶粒直径, 式中的参数 σ_0 和 K_y 随变形温度的变化而变化^[11]), 即随着晶粒尺寸的减小, 合金的屈服强度提高。在本文的两相合金中, 塑性变形应首先发生于较弱的 Nb 固溶体中, 如图 2, 3 所示, 当硬脆相 Nb₃Al 以片状分布于塑性较好的 Nb 固溶体中时, Nb 固溶体的变形将受到阻碍, 位错运动被限制在 Nb₃Al 片层之间的短距离之中, 使继续变形发生困难。因此, 两相合金的屈服强度将随 Nb₃Al 片层间距的减小而提高。片层间距越小, 屈服强度越高, 而塑性并不下降。这是因为厚的片状 Nb₃Al 在变形时容易断裂, 薄的 Nb₃Al 片却可以承受一定的变形。另外, 通过快速凝固粉末冶金技术大大减轻合金中的各种偏析, 也对其强度和塑性有利。

3 结论

(1) 采用快速凝固粉末冶金法可以制备完全密实、无缺陷的 Nb₃Al-Nb 固溶体两相合金。

(2) 和铸锭法相比较, 快速凝固法所制 Nb₃Al-Nb 固溶体两相合金的显微组织显著均匀细化, 屈服强度显著提高。这主要是由于快速凝固导致合金晶粒尺寸和相尺寸显著减小的缘故。

(3) 对高熔点脆性金属间化合物 Nb₃Al, 通过与塑性相 Nb 固溶体的复合, 制作两相合金, 可明显减小合金的低温脆性。

REFERENCES

- 1 Saito S, Ikeda K, Nagata A *et al.* J Japan Inst Metals,

- 1989, 53(3): 333– 338.
- 2 Murayama Y, Hanada S and Obara K. Mater Trans JIM, 1993, 34(4): 325– 333.
- 3 Abe Y, Saito S, Murayama Y *et al.* In: Lecture Essentials of Japan Institute for Metals, 1993, 62.
- 4 Tabaru T, Murayama Y, Watanabe S *et al.* In: Lecture Essentials of Japan Institute for Metals, 1993, 61.
- 5 Venkataraman G, Jackson A G and Froes F H. In: Proceedings of International Conference on Evolution of Advanced Materials, 1989: 155– 160.
- 6 Frazier W E and Chen J S J. JOM, 1992, (11): 52 – 55.
- 7 Burke J J and Weiss V. Ultrafine-Grain Metals. Syracuse University Press, 1970: 81– 89.
- 8 Kohmoto H, Shyue J, Aindow M *et al.* Scripta Metall, 1993, 29: 1271– 1274.
- 9 Menon E S K, Subramanian P R and Dimiduk D M. Scripta Metall, 1992, 27: 265– 270.
- 10 Imayev R, Imayev V and Salishchev G. Scripta Metall, 1993, 29: 713– 716.
- 11 Imayev R, Imayev V and Salishchev G. Scripta Metall, 1993, 29: 719– 724.

MICROSTRUCTURES AND MECHANICAL PROPERTY OF $\text{Nb}_3\text{Al-Nb}$ SOLID SOLUTION TWO-PHASE ALLOYS FABRICATED BY RAPID SOLIDIFICATION METHOD

Guo Hongzhen and Yao Zekun

College of Materials Science and Engineering,

Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, P. R. China

Hanada Shuji and Yoshimi Kyosuke

Institute for Materials Research,

Tohoku University, Sendai 980, Japan

ABSTRACT $\text{Nb}_3\text{Al-Nb}$ solid solution two-phase alloy doped with Ti is fabricated by rapid solidification powder metallurgy technology. The results show that the dense material with no porosity is obtained, and compared with ordinary solidification process, the microstructure of the alloy fabricated by rapid solidification process is extremely fine and the yield strength is considerably increased. By means of the compositing with ductile phase, the low temperature brittleness of the alloy is evidently decreased.

Key words $\text{Nb}_3\text{Al-Nb}$ two-phase alloy rapid solidification powder metallurgy strength ductility

(编辑 黄劲松)