

Ti₂AlNb 基合金(B2+O)相区多向锻造微观组织

薛克敏, 胡勇, 时迎宾, 纪小虎, 甘国强, 李萍

(合肥工业大学, 安徽 合肥 230009)

摘要: 通过多向锻造工艺制备 Ti₂AlNb 基合金(B2+O)相区内 800 °C 不同变形道次的试样, 水冷冷却后切取中心部位样品, 利用电子背散射衍射和 X 射线衍射技术, 分析多向锻造道次对 Ti₂AlNb 钛合金组织演变的影响。结果表明, Ti₂AlNb 基合金经(B2+O)相区多向锻造变形后获得显著细化的等轴组织, 但随着变形道次增加, 晶粒尺寸快速降低后趋于平稳, 同时变形促进小角度晶界向大角度晶界发生转化; 变形后合金相组成主要为 B2+O, 以及部分残留 α_2 相, 相比初始组织 α_2 相减少、O 相增多; 变形后微观应变和位错密度大幅增加, 在动态回复作用下, 随着锻造道次增加, 微观应变增幅逐渐减小, 位错密度略有减小。

关键词: Ti₂AlNb 基合金; (B2+O)相区; 多向锻造; 显微组织

中图法分类号: TG379

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2019)08-2556-06

随着航空发动机向大推力和进一步减重的趋势发展, Ti₂AlNb 基合金凭借优异的比强度、较低的热膨胀系数、优良的高温拉伸和疲劳强度等综合性能优势^[1,2], 逐渐代替传统高密度镍基合金, 成为极具潜力的新型航空航天用轻质高温结构材料, 并成功在发动机高压压气机静子和转子部件中得到应用^[3,4]。

由于 Ti₂AlNb 基合金内金属键和共价键的混合键合方式使其存在本征脆性, 实际中需进行热机械变形调节合金组织和性能^[5,6]。传统研究多偏重于(α_2 +B2+O)三相区及以上高温相区的近等温锻造^[7-9], 一方面常规锻造过程因为变形量小对合金组织改善效果有限, 常需要结合复杂的梯度热处理辅助调节组织形态^[10-12], 另一方面过高的变形温度增大了加工难度和成本, 限制了实际工业应用。多向锻造(multi-directional forging, MDF)是一种代表性的大塑性变形工艺, 该工艺在材料 3 个轴向不断进行压缩和拉长, 可以在较低变形温度下使试样发生强烈的塑性变形, 显著细化变形组织, 提高材料综合性能。多向锻造与其他大塑性变形方法相比不仅工艺简单、成本低, 而且可实现对大体积块状材料的加工, 具有可观的工业化应用前景^[13,14]。

目前, 针对 Ti₂AlNb 基合金大变形量下的热加工过程, 尤其大塑性变形方面研究较少, 而利用大塑性变形制备超细晶对于改善合金室温强度-塑性匹配、提升高温热成形性能等具有重要意义和研究价值; O 相

作为 Ti₂AlNb 基合金特征相, 在提高合金强度和蠕变性能方面强于脆性 α_2 相, B2+O 两相组织也被认为具有最佳力学性能, 而目前针对低温(B2+O)相区内的热变形对合金组织演变的影响鲜见报道。

因此本研究对 Ti₂AlNb 基合金进行(B2+O)相区不同道次的多向锻造, 探索 Ti₂AlNb 基合金在低温(B2+O)相区的大塑性变形对微观组织演化的影响规律。

1 实验

本实验所用原材料是经热轧处理的 Ti₂AlNb 基合金, 其化学成分见表 1。材料的初始组织如图 1 所示, 初生长条状 α_2 相和短棒状 O 相分布于连续的 B2 相基体中。

借助 RZU200HF 型塑性成形液压机, 在 Ti₂AlNb 基合金(B2+O)相区内 800 °C 进行单次压下量为 40% 的 1~3 道次非限制型多向锻造实验。实验所用模具材料为 zK403 高温合金, 所用长方体试样尺寸为 15 mm×15 mm×30 mm, 实验时冲头下行速度约为 0.6 mm/s。为保留并测试高温变形组织, 将变形后试样立

表 1 Ti₂AlNb 基合金化学成分

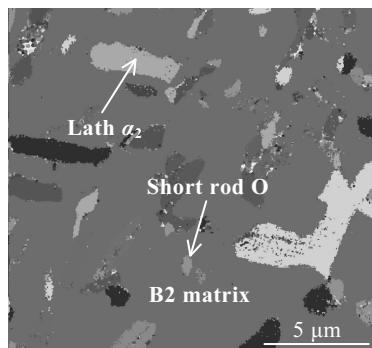
Table 1 Chemical composition of Ti₂AlNb-based alloy

| | Ti | Al | Nb | O | N | H |
|-----|-------|-------|-------|------|------------|------|
| ω/% | 44.68 | 10.98 | 44.20 | 0.10 | 0.02 | 0.01 |
| at% | 51.32 | 22.43 | 26.24 | | Negligible | |

收稿日期: 2018-08-25

基金项目: 国家自然科学基金(51675154, 51175137)

作者简介: 薛克敏, 男, 1963 年生, 博士, 教授, 合肥工业大学材料科学与工程学院, 安徽 合肥 230009, 电话: 0551-62905110, E-mail: xuekm0721@sina.com

图 1 Ti₂AlNb 基合金初始显微组织Fig.1 Initial microstructure of Ti₂AlNb-based alloy

即置于水冷条件下快速冷却后沿最终压缩方向剖开, 切取中心部位 5 mm×5 mm×2 mm 样品, 变形过程和试样切取位置如图 2 所示。试样经机械抛光、电解抛光后, 采用 JEOL-JSM-6500F 场发射型扫描电镜进行 EBSD 测试, 采用 D/MAX2500VL/PC 型衍射仪进行 XRD 测试。

2 结果与分析

2.1 晶粒细化分析

Ti₂AlNb 材料 800 °C 等温多向锻造不同道次的晶粒形貌如图 3 所示。由图 3a 可知, 相比于原始组织, 经过 1 道次多向锻造变形后, Ti₂AlNb 基合金晶粒得到明显细化且呈等轴状, 原有板条状组织也发生球化作用向等轴组织转变。由图 3b 可知, 2 道次变形后, 晶粒相比于 1 道次进一步破碎, 同时能观察到个别尺寸异常粗大的晶粒, 分析认为 800 °C 的保温过程导致部分 B2 相晶粒发生一定程度的长大^[15]。由图 3c 可知, 3 道次变形后晶粒形貌与 2 道次近似, 仍然存在粗大晶粒, 但整体晶粒尺寸分布均匀性略有提升。

初始组织及不同道次变形后 Ti₂AlNb 基合金的晶

粒尺寸分布如图 4 所示。可以看出, Ti₂AlNb 原始组织粗大且晶粒尺寸分布不均匀, 平均晶粒尺寸为 $12.50\pm0.44 \mu\text{m}$, 直径在 16 μm 左右的晶粒占比约 72.0%。经过 1 道次多向锻造变形后, 组织明显细化且分布均匀, 平均晶粒尺寸为 $0.51\pm0.19 \mu\text{m}$, 其中亚微米级 (0.1~1 μm) 晶粒约占 97.6%。2 道次变形后, 部分晶粒的细化程度更高, 平均晶粒尺寸为 $0.43\pm0.07 \mu\text{m}$, 亚微米级晶粒约占 54.9%, 但组织均匀性较差。3 道次变形后的平均晶粒尺寸为 $0.50\pm0.13 \mu\text{m}$, 亚微米级晶粒约占 78.6%, 相比于 2 道次有小幅度增大。

对比原始组织及不同道次的变形组织, 发现 Ti₂AlNb 基合金的晶粒经多向锻造变形后得到显著细化, 但随着变形道次的增加, 晶粒尺寸快速降低后趋于平稳。

2.2 晶界取向差演化分析

图 5 是原始组织及不同道次变形后 Ti₂AlNb 基合金的晶界取向差分布。由图可知, Ti₂AlNb 基合金原始组织的晶界平均取向差约为 35°, 其中大角度晶界 ($\theta>15^\circ$) 占比约为 66.1%; 经过 1 道次多向锻造变形后, 晶界平均取向差增大至约 49°, 大角度晶界占比略微上升至 67.9%; 2 道次变形后, 大角度晶界占比进一步提升至 73.3%, 这反映了大塑性变形促进小角度晶界向大角度晶界的转化作用。3 道次变形后的晶界取向差分布特征与 1 道次变形试样近似, 大角度晶界在 60°左右两侧几乎呈对称分布, 说明随着变形量增大, 晶粒沿顺时针和逆时针方向都发生了充分的转动^[16]。值得注意的是, 据文献[17]指出 Ti₂AlNb 基合金中 B2 相由于层错能较高, 在变形过程中动态回复作用强而动态再结晶作用弱, 因而 B2/B2 相间取向主要表现为小角度, 由此推测变形前后的角度晶界组成主要是 B2/B2, 且由于前述原因, 变形后小角度晶界含量虽降低但幅度不大。初始组织中取向差约为 45° 的晶界含量较多, 经 3 道次变形后含量由 42% 大幅降低至约 16%, 由 α_2 相与 B2 相间的 Burgers 位相关系可知, 二者间取向差正是位于 45° 左右, 由此可推测变形后组织中 α_2 相含量明显减少。另外, 变形后组织中取向差约为 90° 的晶界含量明显提高, 相关研究表明^[16], 90° 左右取向差主要产生于等轴 O/等轴 O 相间, 且这种位相关系中的 O 相来源于 B2 相, 分析认为是在多向锻造及随后的冷却过程中发生了 B2 到 O 的相转变, 造成 O 相含量提高, 这也与文献[18]中研究结果相符。

2.3 XRD 分析

图 6 是 Ti₂AlNb 基合金初始态和不同道次多向锻造后的 XRD 图谱。可以看出, 初始态 Ti₂AlNb 基合金

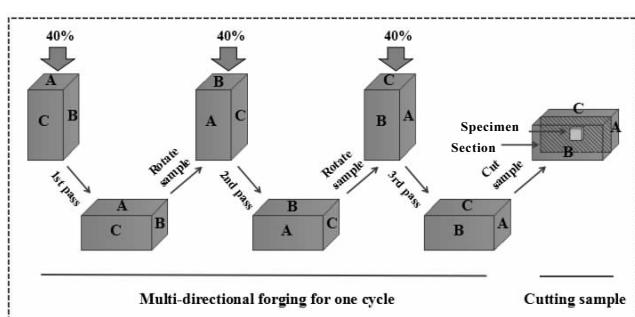
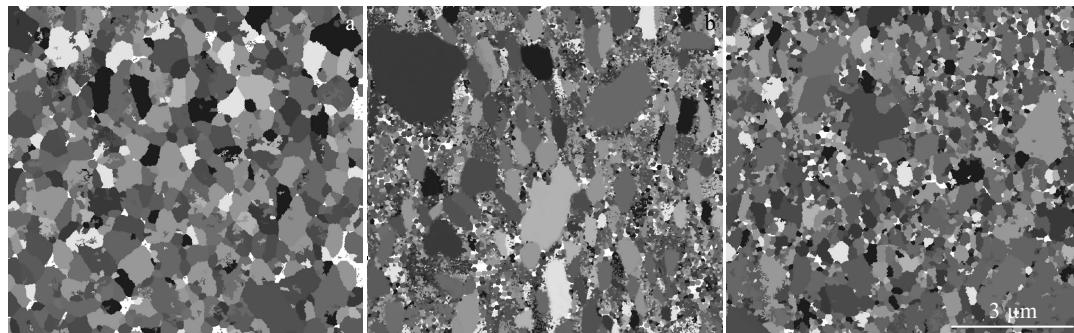
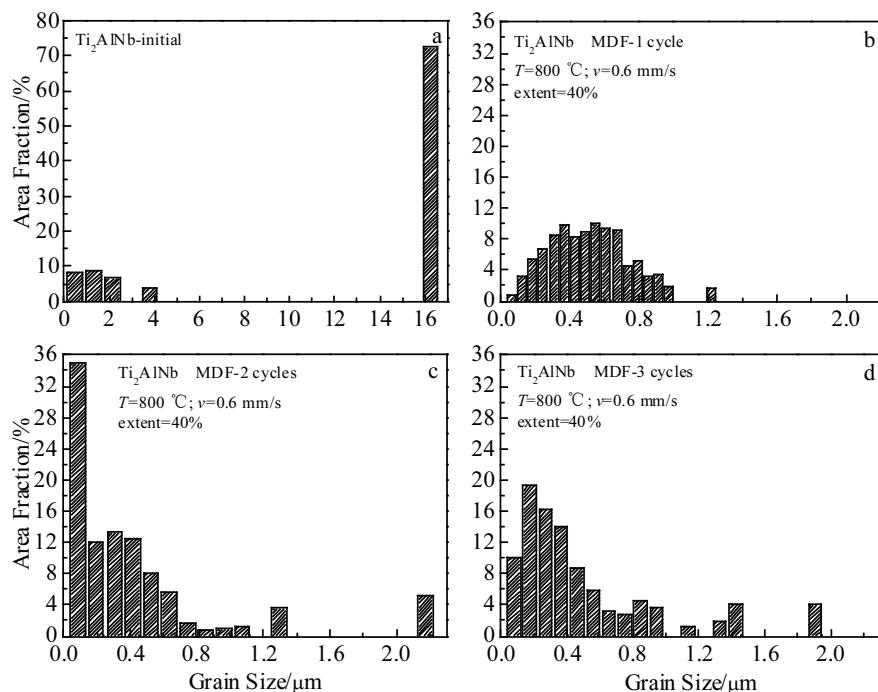


图 2 单道次多向锻造工艺示意图

Fig.2 Schematic illustration of MDF for one cycle

图 3 不同锻造道次下 Ti_2AlNb 的晶粒形貌Fig.3 Grain morphologies of Ti_2AlNb -based alloy under different MDF cycles: (a) 1 cycle, (b) 2 cycles, and (c) 3 cycles图 4 不同锻造道次下 Ti_2AlNb 的晶粒尺寸分布Fig.4 Grain size distribution of Ti_2AlNb -based alloy under different MDF cycles: (a) initial alloy, (b) 1 cycle, (c) 2 cycles, and (d) 3 cycles

的衍射峰包含 α_2 相、B2 相和 O 相，这与上文 EBSD 分析的显微组织一致，在 B2 相 (110) 和 O 相 (221) 之间有明显的叠加峰，文献[19]指出应是 O 相(002)与 β 相(110)， β 相是部分有序化的 B2 相。

经多向锻造后，各相的衍射峰均向大角度方向发生不同程度的偏移，且偏移量随变形道次增加而增大，这是因为塑性变形导致的晶格畸变造成了片层间距减小。同时，部分衍射峰发生不同程度的宽化，这主要是晶粒细化和微观应变导致的。变形后组织中均存在 α_2 相(200)的衍射峰，而(300)和(110)衍射峰消失，分析

认为因 α_2 属于高温相，由于动力学原因，其在低温 (B2+O) 相区难以发生完全的溶解或转变^[18]，残留的 α_2 相因含量较少导致峰强很弱，XRD 难以完全测试出来，这验证了前文取向差演化分析所得结论。

XRD 所测衍射峰的绝对强度随实验条件不同会发生变化，而相对强度较绝对强度而言，排除了实验条件带来的影响，仅与样品本身状态有关，具有一定对比分析意义。本研究采用相对强度对特征峰衍射强度的变化情况进行分析，取所有峰强总和为 100%，以各峰实测强度与峰强总和的比值为其相对强度。表 2

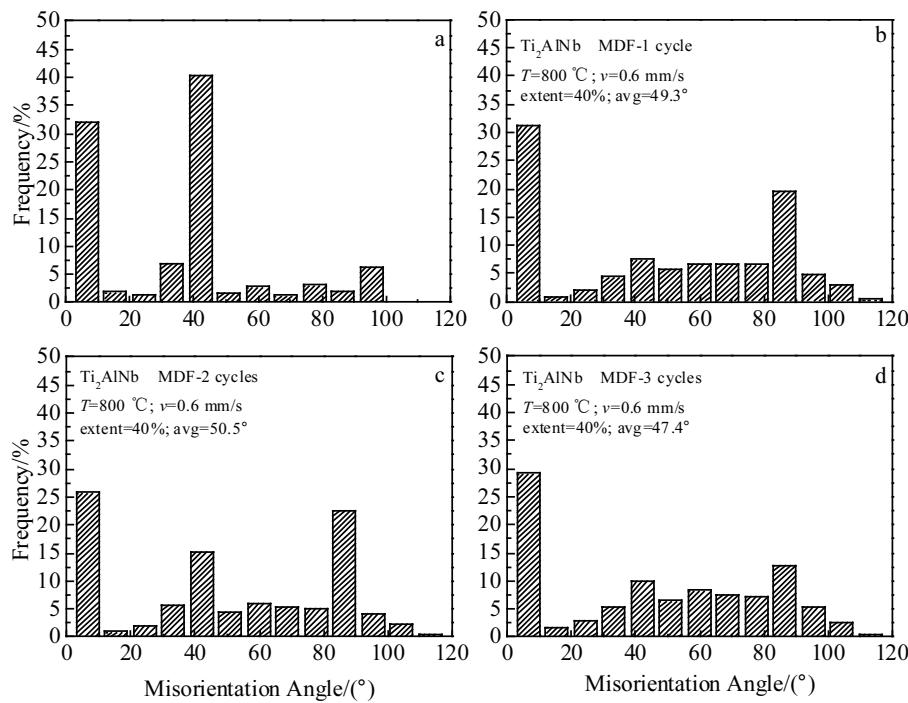
图5 不同锻造道次下 Ti₂AlNb 的晶界取向差分布

Fig.5 Grain boundary misorientation distribution of Ti₂AlNb-based alloy under different MDF cycles: (a) initial alloy, (b) 1 cycle, (c) 2 cycles, and (d) 3 cycles

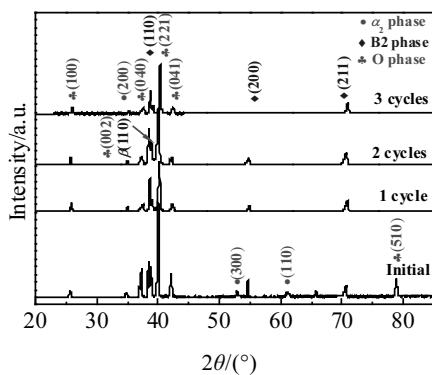
图6 不同锻造道次下 Ti₂AlNb 的 XRD 图谱

Fig.6 XRD patterns of Ti₂AlNb-based alloy under different MDF cycles

所示为 Ti₂AlNb 基合金 (B2+O) 相区多向锻造变形前后组织中各衍射特征峰的相对强度, 可以看出, 对于 bcc 晶体结构的基体 B2 相, (110) 作为其主滑移面经多向锻造变形后衍射强度明显增大; (211) 是 bcc 晶体中常见的滑移面, 同时也是孪生面, 随着变形道次的增加, 该晶面上发生滑移和孪生的可能性增加, 因此(211) 的衍射强度逐渐增强。O 相(221)始终表现为最强峰, 且变形后其相对强度明显提高, 说明变形后组织中 O

相含量增多, 与前文取向差演化分析所得结论一致。

为研究多向锻造变形后试样内部位错密度的变化, 对衍射图谱进行半高宽补偿和衍射角校正, 采用积分宽度法 (如式(1)~式(3)) 进行定量计算^[20]。首先根据峰形拟合报告, 采用最小二乘法拟合出 $(\Delta 2\theta)^2 / (\tan \theta)^2$ 与 $\Delta 2\theta / \tan \theta \sin \theta$ 的关系, 依据拟合直线的斜率和截距, 由式(1)和式(2)计算出试样的微晶尺寸和微观应变, 进而由式(3)计算位错密度:

表2 Ti₂AlNb 多向锻造前后 XRD 衍射峰相对强度

Table 2 Relative intensity of the diffraction characteristic peaks of Ti₂AlNb-based alloy under different MDF cycles (%)

| Crystal | Initial | 1 cycle | 2 cycles | 3 cycles |
|----------------------|---------|---------|----------|----------|
| O (100) | 2.1 | 6.5 | 5.7 | 5.8 |
| α ₂ (200) | 1.8 | 3.5 | 2.3 | 2.6 |
| O (040) | 8.6 | 4.7 | 5.5 | 5.2 |
| B2 (110) | 12.9 | 22.9 | 19.2 | 21.0 |
| O (002)/β (110) | 10.5 | 8.2 | 14.3 | 6.7 |
| O (221) | 33.9 | 38.6 | 37.1 | 43.7 |
| O (041) | 8.2 | 4.8 | 4.8 | 5.4 |
| α ₂ (300) | 1.8 | 0 | 0 | 0 |
| B2 (200) | 6.3 | 3.8 | 3.9 | 0.7 |
| α ₂ (110) | 1.5 | 0 | 0 | 0 |
| B2 (211) | 4.1 | 7.0 | 7.1 | 8.8 |
| O (510) | 6.1 | 0 | 0 | 0 |

$$\frac{(\Delta 2\theta)^2}{(\tan \theta)^2} = \frac{\lambda}{L} \left(\frac{\Delta 2\theta}{\tan \theta \cdot \sin \theta} \right) + 16e^2 \quad (1)$$

$$\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2} = 0.8e \quad (2)$$

$$\rho = \frac{2\sqrt{3} \langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}}{|\vec{b}| L} \quad (3)$$

其中, $\Delta 2\theta$ 为衍射峰积分宽度; 2θ 为衍射角; λ 为 Cu 靶 $K\alpha$ 的 X 射线波长; L 为微晶尺寸; e 为晶格畸变量; $\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}$ 为微观应变量; ρ 为位错密度; $|\vec{b}|$ 为柏氏矢量, 对于 bcc 结构的 B2 相, $|\vec{b}|=a$, a 为晶格常数。

表 3 所示为 Ti_2AlNb 基合金多向锻造变形前后微晶尺寸和微观应变的变化情况, 可以看出, 微观应变相比初始态大幅增加, 而且随着锻造道次增加, 微观应变逐渐增大, 但增加的幅度逐渐减小, 分析认为这是由于应变量增大导致组织内小尺寸亚结构相互吞并而发生长大, 同时发生动态回复^[17], 使晶格畸变能释放, 微观应变量增幅放缓。

图 7 所示为多向锻造变形前后的位错密度。从图中可以看出, 经多向锻造变形后, 试样内部位错密度显著增加, 但随着变形道次的增加, 位错密度逐渐趋于饱和并略有下降。在 2 道次时位错密度最大, 达到 $8.53 \times 10^{14} m^{-2}$, 约为初始试样的 4 倍, 3 道次时位错密度相比 2 道次略有下降, 这是因为随着变形道次增加,

表 3 多向锻造前后 Ti_2AlNb 基合金微晶尺寸和微观应变
Table 3 Crystallite size and microstrain of Ti_2AlNb -based alloy under different MDF cycles

| Cycle number | L/nm | $\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2} \times 10^{-3}$ |
|--------------|--------|------------------------------------------------------|
| Initial | 31.36 | 0.553 |
| 1 | 24.91 | 1.18 |
| 2 | 21.01 | 1.42 |
| 3 | 23.84 | 1.56 |

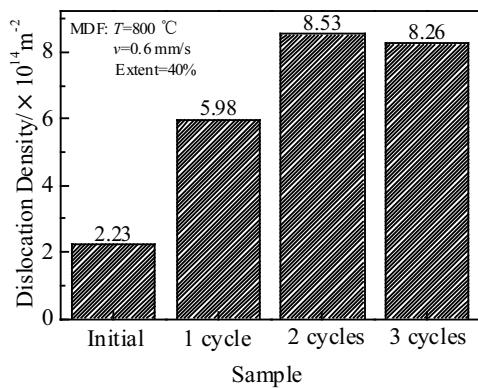


图 7 不同锻造道次下 Ti_2AlNb 试样内部位错密度

Fig.7 Dislocation density of Ti_2AlNb -based alloy under different MDF cycles

微观应变持续累积至一定程度时, 会在合金内部发生动态回复等软化行为, 回复过程中内应力的释放以及位错的滑移和攀移会在合金中形成低能态的位错网络, 从而降低位错密度^[21]。

3 结 论

1) Ti_2AlNb 基合金经多向锻造变形后获得显著细化的等轴晶粒, 但随着变形道次增加, 晶粒尺寸快速降低后趋于平稳, 变形后小角度晶界向大角度晶界发生转化。

2) (B2+O)相区多向锻造变形后 α_2 相减少、O 相增多, 合金相组成主要为 B2+O, 以及部分残留 α_2 相。

3) 变形后微观应变量大幅增加, 在动态回复作用下, 随着锻造道次增加微观应变量增幅逐渐减小, 位错密度先增大后略有减小。

参考文献 References

- [1] Wang Wei(王伟), Zeng Weidong(曾卫东), Yang Jin(杨锦) et al. Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)[J], 2016, 45(6): 1605
- [2] Wu Jie, Xu Lei, Lu Zhengguan et al. Journal of Materials Science and Technology[J], 2015, 31(12): 1251
- [3] Feng Aihan(冯艾寒), Li Bobo(李渤海), Shen Jun(沈军). Journal of Materials and Metallurgy(材料与冶金学报)[J], 2011, 10(1): 30
- [4] Ma Junlin(马俊林), Liu Yusheng(刘雨生), Li Ping(李萍) et al. Journal of Harbin Institute of Technology(哈尔滨工业大学学报)[J], 2016, 48(5): 172
- [5] Zhang Yonggang(张永刚). Intermetallic Compounds of Structural Materials(金属间化合物结构材料)[M]. Beijing: National Defense Industry Press, 2001
- [6] Shen Jun(沈军), Feng Aihan(冯艾寒). Acta Metallurgica Sinica(金属学报)[J], 2013, 49(11): 1286
- [7] Zhang Jianwei(张建伟), Liang Xiaobo(梁晓波), Cheng Yunjun(程云君) et al. Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)[J], 2014, 43(5): 1157
- [8] Boehlert C J. Materials Science and Engineering A[J], 2000, 279(1-2): 118
- [9] Cheng Yunjun(程云君), Han Jiting(韩积亭), Zhang Jianwei(张建伟). The Chinese Journal of Nonferrous Metals(中国有色金属学报)[J], 2010, 20(S1): 215
- [10] Xue Chen, Zeng Weidong, Wang Wei. Materials Science and Engineering A[J], 2013, 573: 183
- [11] Wang Wei, Zeng Weidong, Liu Yantao. Journal of Materials Engineering and Performance[J], 2018, 27(1): 293

- [12] Cowen C J, Boehlert C J. *Philosophical Magazine*[J], 2006, 86(1): 99
- [13] Valiev R Z, Estrin Y, Horita Z. *JOM*[J], 2016, 68(4): 1216
- [14] Miura H, Yu G, Yang X. *Materials Science and Engineering A*[J], 2011, 528(22-23): 6981
- [15] Xue Chen, Zeng Weidong, Xu Bin *et al.* *Intermetallics*[J], 2012, 29: 41
- [16] Li D Q, Boehlert C J. *TMS Letters*[J], 2004, 1(7): 159
- [17] Chen Zhuo(陈卓). *Thesis for Master*(硕士论文)[D]. Harbin: Harbin Institute of Technology, 2013
- [18] Xue Chen(薛晨). *Thesis for Doctorate*(博士论文)[D]. Xi'an: Northwestern Polytechnical University, 2014
- [19] Yang S J, Nam S W, Hagiwara M. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2003, 350(1-2): 280
- [20] Tian Ye(田野), Li Ping(李萍), Wang Jiulin(王久林) *et al.* *Journal of Plasticity Engineering(塑性工程学报)*[J], 2016, 23(2): 98
- [21] Zhou Wei(周伟), Yao Zekun(姚泽坤), Qin Chun(秦春). *Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2014, 43(1): 209

Microstructure of Ti₂AlNb-based Alloy Processed by Multi-directional Forging in (B2+O) Phase Region

Xue Kemin, Hu Yong, Shi Yingbin, Ji Xiaohu, Gan Guoqiang, Li Ping

(Hefei University of Technology, Hefei 230009, China)

Abstract: Multi-directional forging (MDF) process with different cycles was conducted on the Ti₂AlNb-based alloy under the temperature of 800 °C in the (B2+O) phase region followed by water cooling. The microstructure was characterized by electron backscatter diffraction (EBSD) and X-ray diffraction (XRD), and the effect of MDF process cycles on microstructure evolution of Ti₂AlNb-based alloy was analyzed. The results show that the microstructure is significantly refined to submicrometer, the misorientation of grain boundaries has the transformation from low angle to high angle and the equiaxed ultrafine grains with high angle boundaries are obtained after MDF processing. The grain size decreases rapidly after one cycle of MDF and the value keeps nearly constant with the increasing number of MDF cycles. After deformation, the major phases of the alloy are B2+O, as well as some residual α_2 phase. The content of α_2 phase decreases while the O phase increases compared to the initial sample. In addition, the microstrain and dislocation density increase significantly after deformation. Because of dynamic recovery, the microstrain saturates to a stability level with the number of cycles increasing, while the dislocation density experiences a slight decrease.

Key words: Ti₂AlNb-based alloy; (B2+O) phase region; multi-directional forging; microstructure

Corresponding author: Li Ping, Ph. D., Professor, School of Materials Science and Engineering, Hefei University of Technology, Hefei 230009, P. R. China, Tel: 0086-551-62901368, E-mail: li_ping@hfut.edu.cn