

Ta 对新 β 型 γ -TiAl 基合金板材组织与性能的影响

罗媛媛, 赵 彬, 郭荻子, 张菁丽, 杨 帆, 吴金平, 毛小南

(西北有色金属研究院, 陕西 西安 710016)

摘 要: 以 Ti-42.5Al-2Cr-0.2W 与 Ti-42.5Al-2Cr-0.2W-3Ta 合金板材为研究对象, 系统分析了 Ta 对合金不同状态下的显微组织及硬度的影响规律与内在的机制变化。结果表明: 加工状态下, 未含 Ta 的组织片层粗大且原始 α 晶粒较多; 含 Ta 的组织片层细小均匀, 再结晶晶粒数量多, 原始 α 晶粒少。热处理状态下, 含 Ta 的组织中片层球化趋势增加, B2 相易分解为 $\alpha_2+\gamma$ 。热处理时间延长, 未含 Ta 的合金组织内的晶团长大速度更快。TEM 组织中含 Ta 的合金板材组织中存在更多的 β 相以及少量的 ω 相, 不含 Ta 的组织中 β 相少且无 ω 相。此外, 硬度分析发现含有 Ta 的 γ -TiAl 合金板材硬度值低于不含 Ta 的合金板材, 这与片层细小及 β 、 ω 相的数量有关。

关键词: TiAl 基合金; 显微组织; 热处理; 显微硬度

中图法分类号: TG146.23

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2019)08-2677-06

β -TiAl 合金因其具有细小均匀的铸态组织, 优良的高温变形能力以及机加工能力, 备受各国研究者的关注, 成为各国科研工作者集中发展的第 4 代 TiAl 合金^[1-3]。板材被认为是 γ -TiAl 合金产业化应用的重要方向之一^[4]。 β 型 γ -TiAl 合金的研究大多集中在合金的铸锻件上, 而对工艺流程较长、工序复杂的板材研究较少, 这是因为 TiAl 合金的本征脆性大, 板材制备困难, 成品率很低。考虑到 TiAl 合金的室温塑性差, 通过添加 Nb、Ta 等 β 稳定元素引入塑性好的 β /B2 体心相, 可以改善合金的塑性^[5,6], 其中 Ta 的加入还可以提高 TiAl 合金的强度与抗氧化性能, 提高蠕变抗力, 因此 Ta 元素逐渐成为 TiAl 合金中一种重要的添加元素^[7]。然而添加 Ta 较多, 容易增加合金铸锭的热裂性, 因此 Ta 的添加量成为研究的重要方向之一^[8]。目前, TiAl 合金添加 Ta 范围为 0.8%~8% 之间, 如 Ti-46Al-8Ta^[9] 与 Ti-48Al-3Nb-1Ta^[10] 合金。考虑到含 8%~5% Ta 的 TiAl 合金加工性差, 很难加工成板材, 而含 0.8%~2% Ta 的 TiAl 合金的相含量与组成变化不大^[11], 而 Ta 含量在 3% 时, TiAl 合金相结构变化, 组织细小, 且性能优异^[12], 但该合金的板材研究鲜见详细报道。因此本研究以 Ti-42.5Al-2Cr-0.2W 合金为基础合金, 添加 Ta 制备成 Ti-42.5Al-2Cr-0.2W-3Ta 合金, 对锻态合金进行包套轧制后获得 2 种合金板材, 随后利用光学显微镜 (OM) 和电子显微镜 (SEM) 与透射电镜 (TEM), 研究 Ta 的添加对合金板材加工态组

织的影响, 随后分析 Ta 对不同热处理温度、时间下合金板材显微组织影响规律, 同时测试了合金板材的显微硬度值, 以研究 3%Ta 元素的添加对板材相变与性能的影响机制。

1 实 验

铸态 Ti-42.5Al-2Cr-0.2W 合金与 Ti-42.5Al-2Cr-0.2W-3Ta 合金(at%)材料经 3 次真空自耗熔炼和 1000 °C/10 h 均匀化处理得到。经过包套锻造, 合金锻态组织为 $\alpha_2+\gamma+\beta$ 混合组织。随后在 $(\alpha+\beta+\gamma)$ 三相区包套轧制后, 获得总变形量为 50%(如图 1 所示)的板材, 轧制后合金板材慢冷至室温, 利用线切割制成 10 mm × 10 mm × H 的金相样品, 以观察轧态与锻态组织。同时在 $(\alpha_2+\gamma)$ 相区进行 1180 °C/10 min, 1180 °C



图 1 TiAl 合金板材

Fig.1 Ti-42.5Al-2Cr-0.2W (a) and Ti-42.5Al-2Cr-0.2W-3Ta (b) alloy sheets

收稿日期: 2018-08-18

基金项目: 陕西省科技统筹创新工程计划 (2016KTCQ01-103)

作者简介: 罗媛媛, 女, 1980 年生, 博士, 高级工程师, 西北有色金属研究院, 陕西 西安 710016, E-mail: grass8180@126.com

/15 min, 1190 °C/10 min, 1190 °C/15 min 循环热处理 5 次, 以研究热处理温度与时间对板材的显微组织影响规律。

制备金相试样, 采用 1%HF:4%HNO₃:7%H₂O 腐蚀剂对试样进行腐蚀, 并采用奥林巴斯 PMG 3 卧式光学显微镜, JSM 6700 型扫描电子显微镜及 EM-200GX 型透射电镜上观察和分析 TiAl 合金板材的微观组织, 利用 MVS-1000JMT2 硬度仪测试热处理前后板材的显微硬度。

2 结果及分析

2.1 Ta 对板材显微组织的影响

图 2 是合金经过 50% 的高温轧制变形后的显微组织。从图中 2a 可以看出, 轧态组织中晶团尺寸大小不一, 残余层片晶团周围分布着许多细小的 γ 等轴晶粒, 这些细小晶粒的出现说明合金在轧制过程中发生了再结晶现象。细小晶粒大都出现在弯曲晶界上, 说明再结晶晶粒是通过形核-弓出机制形成的。此外, 组织中的残余层片晶团内部没有 $\alpha_2+\gamma$ 层片, 这是因为轧制后空冷速度较快, 部分层片未能析出导致的。图 2b 中含 Ta 的合金轧态组织较为均匀, 晶团内 $\alpha_2+\gamma$ 层片细小, 并且片层晶团沿轧制方向没有明显拉长现象。这与轧制过程中动态再结晶与轧后慢冷时发生静态再结晶共同作用有关。2 种合金的晶团内与晶界上都存在细小、

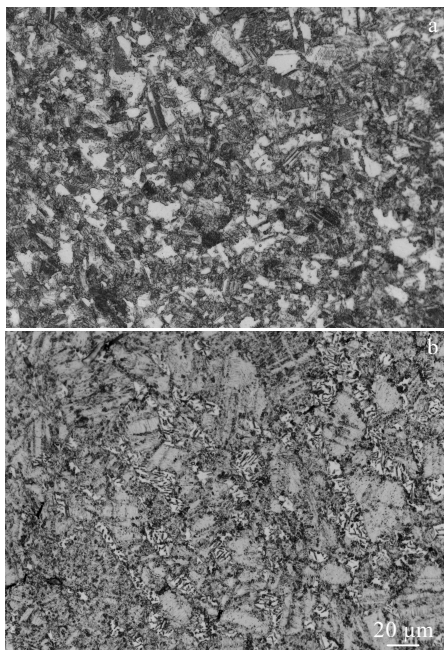


图 2 TiAl 合金轧后显微组织

Fig.2 Microstructures of as-rolled alloys: (a) Ti-42Al-2Cr-0.2W and (b) Ti-42.5Al-2Cr-0.2W-3Ta

成串的 γ 等轴晶粒。Zeng^[13]等发现 TNM 合金在轧制过程中, α_2/γ 片层易分解。由此推断, 细小、成串的 γ 等轴晶粒就是 α_2/γ 片层分解而来的。相同的冷速下, 含 Ta 的合金板材组织明显比基础合金的 α_2/γ 层片晶团更细小, 析出的再结晶晶粒数量更多, 这说明 TiAl 合金中 Ta 具有明显的细化合金组织的能力。不含 Ta 的合金板材组织中发现有未析出 γ 片层的空白区域, 说明组织中单位面积的 γ 片层减少, 又有研究发现^[14]: TiAl 合金中 γ 的孪晶变形在轧制过程中起主要作用。相对不含 Ta 的合金板材, 由于 γ 片层的数量增加, 则热变形过程中变形能力增强。相同变形量下, 不含 Ta 的基础合金的板材在轧制过程中更容易开裂。这与我们的推断一致。研究者认为^[15]: Ta 的添加可以有效地调整 α_2 形貌与结构, 并降低层错能。然而 Ta 与 Nb 类似, 容易增加合金铸锭的热裂性。本实验说明 Ta、W 同时添加, 并且添加量合适, 可有效地减少合金的热裂性。

2.2 Ta 对循环热处理后的板材组织的影响

TiAl 合金以双态组织晶粒最为细小, 同时具有最高的塑性、较高的强度和较低的断裂韧性。对 2 种合金进行不同热处理以期获得最佳的组织与性能。有研究表明^[16], 5 次以上的循环热处理, 可有效地细化 TiAl 合金组织。因此本实验直接循环热处理 5 次, 以观察热处理温度与时间对合金的组织影响以及细化效果。图 3 所示为 2 种合金经过 1180 和 1190 °C 热处理后的显微组织。图 3a 所示 Ti-42.5Al-2Cr-0.2W 合金经过 1180 °C 热处理后, 与加工态组织相比, 再结晶组织明显长大, 经过 1190 °C 热处理后 (图 3b), 细小的等轴 γ 晶粒明显长大。图 3c 所示的 Ti-42.5Al-2Cr-0.2W-3Ta 合金热处理后, 与加工态相比, 等轴 γ 晶粒明显长大, 细小片层在晶内析出。随着热处理温度的升高, 等轴 α 晶粒度增加, 粗大片层逐渐溶解 (图 3d), 与不含 Ta 的合金相比, 晶团尺寸增大, 这显然与 Ta 元素的含量有关。2 种合金在循环热处理温度后都有球化趋势, 但含 Ta 的合金片层晶团球化趋势明显; 随着热处理温度升高, 晶团尺寸增加, 含 Ta 的合金片层数量显著减少; 反之, 热处理温度降低, 片层状晶团的相对量及尺寸均减小, 且容易形成层状晶团与 γ 单相晶粒体积分数约相等的双态组织。

由于 β 相在扫描电镜的 BSE 模式下观察更清晰, 因此对合金板材循环热处理组织进行了 SEM 观察。图 4 所示为合金经过 50% 的轧制变形并经 1180 °C/10 min 热处理后的 SEM 组织。由图 4a 合金组织中可看出, 等轴 γ 晶粒分布在 α 晶界处与层片晶内, 大小均匀, 为 10~15 μm 。 $\alpha_2+\gamma$ 层片细长, 被等轴晶粒分割

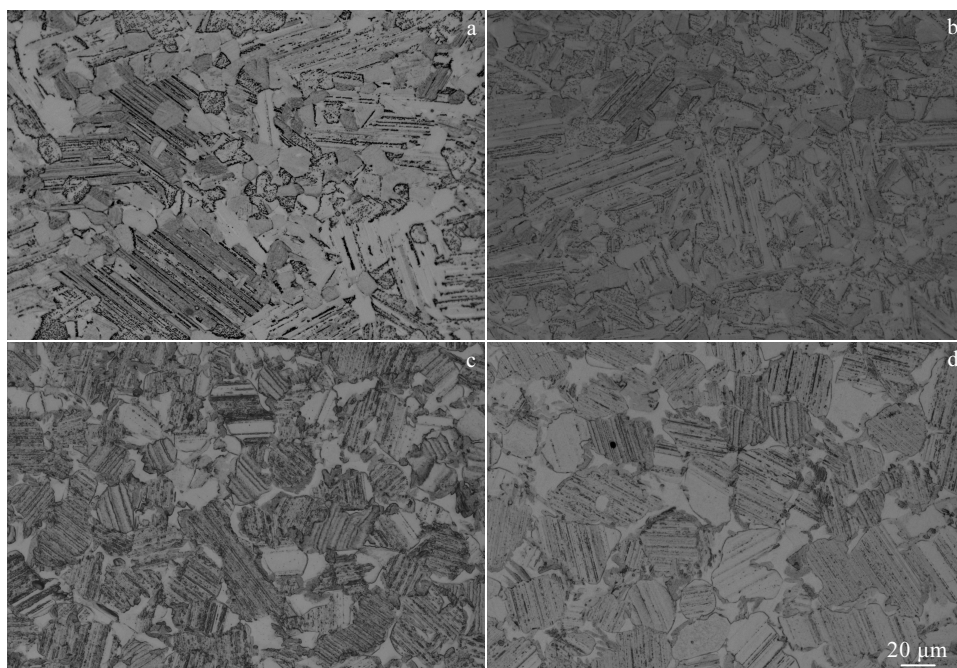


图 3 合金在不同循环热处理下的微观组织

Fig.3 Microstructures of the Ti-42.5Al-2Cr-0.2W (a, b) and Ti-42.5Al-2Cr-0.2W-3Ta (c, d) alloys after 50% deformation followed by heat treatment at 1180 °C (a, c) and 1190 °C (b, d)

成几部分, 等轴晶与层片界面上、 α_2 层片与 γ 层片界面, 都分布着少量白色 B2/ β 晶, 能谱显示 B2/ β 晶中 Cr 元素约为 9.61 at%, W 约为 0.91 at%, 说明 Cr, W 元素在 B2/ β 聚集。图 4b 合金组织中等轴的再结晶晶粒较多, 尺寸均匀, 为 15~20 μm 。晶界上分布白色 B2/ β 相数量较多。能谱分析显示 β 相中的稳定元素 Ta, Cr, W 元素聚集, Ta 约为 3.5 at%, Cr 约为 9.86 at%, W 约为 0.98 at%。B2/ β 的形成是由于添加大量的 β 相稳定元素 Ta, W, Cr 引起的。与基础合金相比, 说明 Ta 的添加, 促进了组织中 β 相的析出, 同时还促进 Cr, W 元素的聚集, 更有利于细化组织。此外还观察到, 2 种合金中片层组织数量没有明显增加, 但 α 晶尺寸长大, 这说明热处理温度主要影响 α 晶的晶粒尺寸。还发现含 Ta 的合金组织中 γ 层片较少, 等轴晶较多, 这是因为 B2 相容易发生 $\text{B2} \rightarrow \alpha_2 + \gamma$ 相变, 那么热处理过程中含 Ta 的 B2 相分解为 $\alpha_2 + \gamma$, 所以等轴 γ 晶数量较多。

图 5 所示为合金板材 1180 °C 不同热处理时间后获得的显微组织。图 5a 所示 Ti-42.5Al-2Cr-0.2W 合金在经过 10 min 循环热处理后的显微组织, 等轴晶团较多, 晶团内部层片较少; 延长热处理时间至 15 min (图 5b), 细层片逐渐析出, 并迅速沿长度方向长大, 同时组织内的等轴晶合并长大。从图 5c 中可以看出, 在循

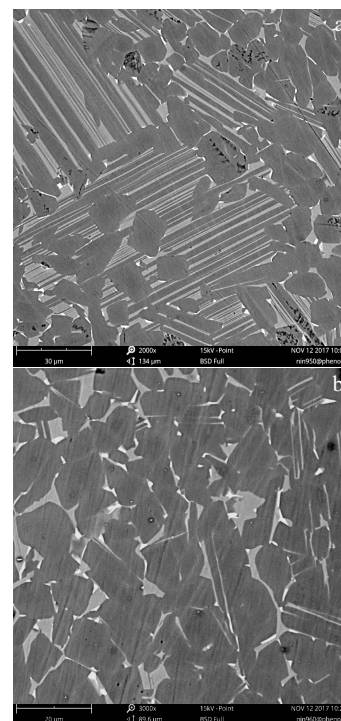


图 4 合金在 50%变形后 1180 °C/15 min 热处理后的微观组织

Fig.4 Microstructures of the alloys after 50% deformation followed by heat treatment at 1180 °C for 15 min: (a) Ti-42.5Al-2Cr-0.2W and (b) Ti-42.5Al-2Cr-0.2W-3Ta

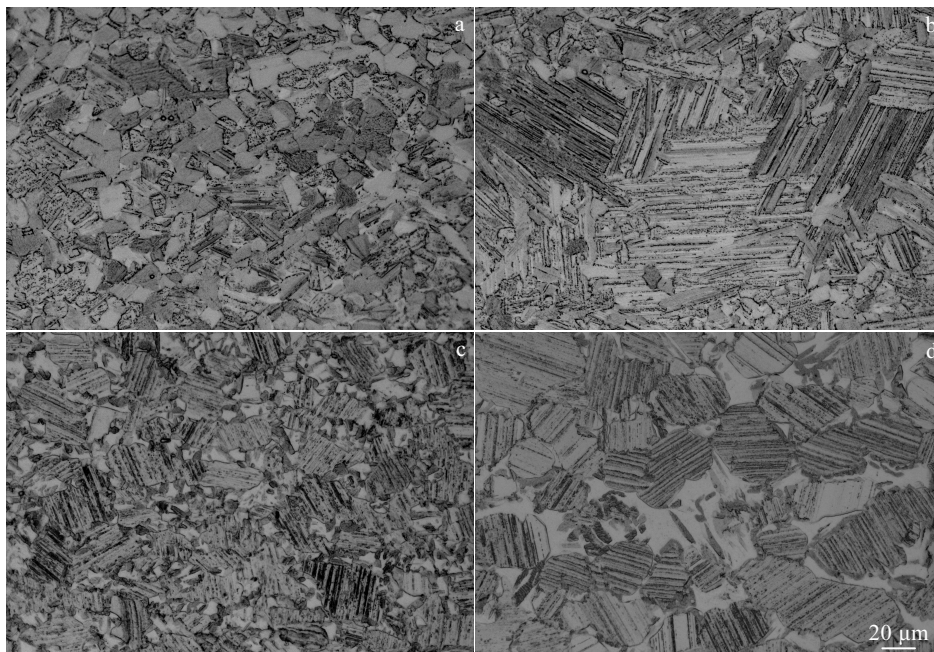


图 5 合金在 50%变形后在不同热处理时间下的微观组织

Fig.5 Microstructures of the Ti-42.5Al-2Cr-0.2W (a, b) and Ti-42.5Al-2Cr-0.2W-3Ta (c, d) alloys after 50% deformation followed by heat treatment at 1180 °C for 10 min (a, c) and 15 min (b, d)

环热处理 10 min 后, Ti-42.5Al-2Cr-0.2W-3Ta 合金板材组织内细小的等轴晶粒较多, 晶粒尺寸为 7~10 μm , 晶团内的层片沿长度方向呈不连续颗粒状析出。随着循环热处理时间的延长 (图 5d), 等轴晶逐渐长大, 晶团长大并出现合并, 由此出现了大晶团间更多的空白区域, 晶团尺寸为 20~30 μm 。值得注意的是, 未含 Ta 的合金组织内层片长大更快, 片层晶团约是含 Ta 合金的 2 倍, 这说明热处理时间对含 Ta 的合金中的晶团尺寸与层片影响较大。热处理时间延长, 片层晶团长大, 晶团内的层片沿长度方向长大, 且数量较多。此外, 由于层片状组织在对抗变形能力方面, 可通过层片弯曲来适应应力作用, 从而调节合金的高温性能, 因此晶团尺寸小、层片多的含 Ta 的合金板材具有较高的高温延性与抗蠕变性。

图 6 所示为合金热处理后的 TEM 组织。不含 Ta 合金组织 (图 6a) 中, 黑色 β 晶位于三叉晶界处, $\alpha_2+\gamma$ 层片粗大且排列稀疏。含 Ta 合金组织中 (图 6b), 晶界处的黑色 β 相数量较多, 其中某些特定取向的 β 相内含有约 15% 的 ω 相; $\alpha_2+\gamma$ 层片细小且排列密集, 晶团尺寸较小。值得注意的是, Ti-42.5Al-2Cr-0.2W 合金中层片粗大, 晶团尺寸大, β 相少, 导致合金板材脆性大, 易开裂; Ti-42.5Al-2Cr-0.2W-3Ta 中塑性好的体心相 B2/ β 较多, 且晶粒内部很少看到位错或孪晶,

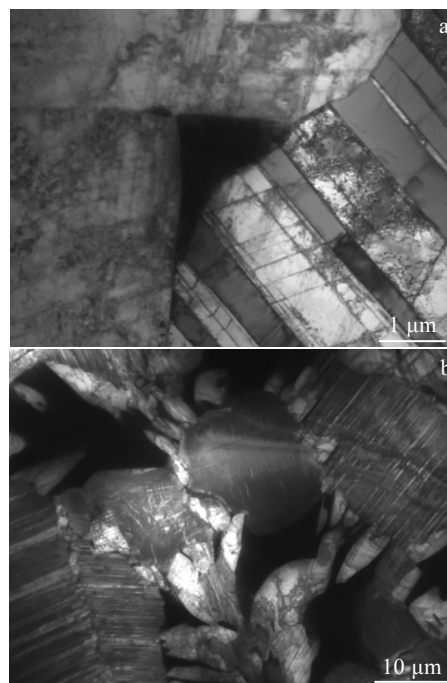


图 6 合金在 50%变形后经过热处理后的 TEM 组织

Fig.6 TEM images of the alloys after 50% deformation followed by treat treatment at 1180 °C for 10 min: (a) Ti-42.5Al-2Cr-0.2W and (b) Ti-42.5Al-2Cr-0.2W-3Ta

这说明 B2/ β 相承担部分变形,同时回复或再结晶速率较快^[17];还发现有的 B2/ β 晶粒内部存在一定的 ω 相,这说明在 TiAl 合金中添加少量 Ta,不仅能促进 B2/ β 晶粒的析出量,还能促进 ω 相的析出。此外,还发现含 Ta 的合金中 γ 片层较细,数量较多,这是因为 Ta 能明显促进 γ 片的析出,细化组织,提高合金塑性与热变形能力,这与其他研究者的结论一致^[10]。

2.3 Ta 对板材显微硬度的影响

图 7 所示为 2 种合金经过热处理后的硬度值。从图中可以看出, Ti-42.5Al-2Cr-0.2W-3Ta 合金的加工态硬度值 (HV) 约 3000 MPa,而 Ti-42.5Al-2Cr-0.2W 合金的加工态硬度值为 4250 MPa,含 Ta 的合金比不含 Ta 的合金硬度值降低 1250 MPa,约为 30%,这是因为 Ta 促进 B2/ β 相与 γ 的析出量,细化片层,可明显降低合金的硬度值,从而降低高温变形抗力,使合金更容易热加工,而这与 Larson^[11]等人所研究 Ti-47Al-2Cr-1Nb-0.8Ta-0.2W-0.15B 合金中的发现基本一致。值得注意的是,虽然含 Ta 合金中存在 ω 相,但由于其数量稀少,未能对合金的硬度值造成影响。经过不同的热处理后,随着保温时间的增加, Ti-42.5Al-2Cr-0.2W-3Ta 合金的硬度值基本不变,而 Ti-42.5Al-2Cr-0.2W 合金的硬度值则略有升高,说明 Ta 元素的存在对合金的热处理敏感性减小。与加工态相比,热处理后 2 种合金的硬度值都明显下降(如图 7 中 1180 °C/10 min 的合金所示),说明热处理可明显降低硬度值,有利于二次加工。

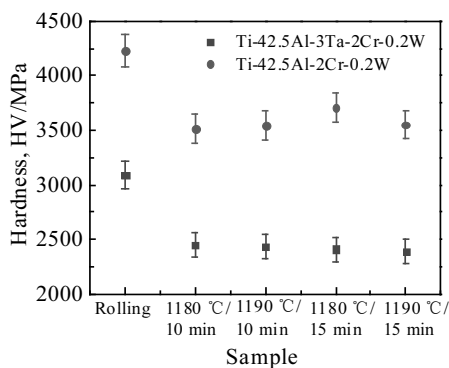


图 7 合金在 50%变形后在不同热处理制度下的硬度

Fig.7 Hardness of the alloys after 50% deformation and different heat treatments

3 结 论

1) 3%Ta 添入 β 型 TiAl 合金,可有效地细化合金组织,提高热变形能力。

2) 热处理温度越高,含 3%Ta 合金板材组织的 β 相易于分解,等轴 γ 晶较多, α 晶粒长大;而热处理时间越长,未含 Ta 的组织内片层越粗大,晶团更易长大。

3) 经过循环热处理后,3%Ta 能促进 β 相的分解, γ 片析出,且促进少量 ω 相的生成。

4) 3%Ta 能有效降低 TiAl 合金板材的硬度值,有利于二次加工。

参考文献 References

- [1] Clemens H, Wallgram W, Kremmer S *et al. Adv Eng Mater*[J], 2008, 10(8): 707
- [2] Jiang H T, Zeng S W, Zhao A M *et al. Mater Sci Eng A*[J], 2016, 661: 160
- [3] Zhang Y, Wang X P, Kong F T *et al. Materials Letters*[J], 2018, 214: 182
- [4] Cheng Yuyong(陈玉勇), Kong Fantao(孔凡涛), Cui Ning(崔宁). *Materials China*(中国材料进展)[J], 2015, 34(5): 379
- [5] Bean G E, Kesler M S, Manuel M V. *J Alloy Compd*[J], 2014, 613: 351
- [6] Zhou Y L, Niinomi M, Akahori T. *Mater Sci Eng A*[J], 2004, 371(1-2): 283
- [7] Vojtěch D, Popela T, Hamáček J. *Mater Sci Eng A*[J] 2011, 528(29-30): 8557
- [8] Shuleshova O, Holland-Moritz D, Voss A *et al. Intermetallics* [J], 2011, 19(5): 688
- [9] Saage H, Huang A J, Hu D *et al. Intermetallics*[J], 2009, 17(1-2): 32
- [10] Zhang K R, Hu R, Wang X Y *et al. Materials Letters*[J], 2016, 185: 480
- [11] Larson D J, Liu C T, Miller M K. *Mater Sci Eng A*[J], 1999, 270(1): 1
- [12] Luo Y Y, Xi Z P, Zeng W D *et al. J Mater Eng Perform*[J], 2014, 23(10): 3577
- [13] Zeng Shangwu, Zhao Aimin, Luo Lin *et al. Materials Letters* [J], 2017, 198: 31
- [14] Liu Yong, Liang Xiaopeng, Liu Bin *et al. Intermetallics*[J], 2014, 55: 80
- [15] Singh S R, Howe J M. *Philosophical Magazine A*[J], 1992, 66(5): 739
- [16] Kościelna A, Szkliniarz W. *Materials Characterization*[J], 2009, 60: 1158
- [17] Kong Fantao(孔凡涛), Cheng Yuyong(陈玉勇), Li Baohui (李宝辉). *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2008, 44(7): 815

Effect of Ta on Microstructure and Property of β Titanium Aluminide Sheet

Luo Yuanyuan, Zhao Bin, Guo Dizi, Zhang Jingli, Yang Fan, Wu Jinping, Mao Xiaonan
(Northwest Institute for Nonferrous Metal Research, Xi'an 710016, China)

Abstract: The effects of Ta on the microstructure and hardness of two kinds of β TiAl alloys, whose nominal composition is Ti-42.5Al-2Cr-0.2W-3Ta and Ti-42.5Al-2Cr-0.2W (at%) were investigated. Both as-rolled and heat-treated alloys were examined by OM, SEM and TEM. The results show that the lamella is coarse and the α grains are enriched in Ti-42.5Al-2Cr-0.2W alloy. Tantalum additions are effective in refining grains, enriching recrystallized grains and depleting the α grain. When the heat-treatment temperature increases, the globularization of the lamellar colonies tends to be more, and the metastable β phases decompose into $\alpha_2+\gamma$. As the time prolongs, the lamella grain and the γ grain grow rapidly in Ti-42.5Al-2Cr-0.2W alloy. The microstructure of the sheet with Ta contains more β phases than the sheet without Ta. Meanwhile, the ω phase precipitates in the alloy with Ta. Besides, the hardness of the alloy with Ta is lower than that without Ta, which is relative to the refined lamella and the amount of β phases and ω phases.

Key words: TiAl alloy; microstructure; heat-treatment; microhardness

Corresponding author: Wu Jinping, Ph. D., Senior Engineer, Northwest Institute for Nonferrous Metal Research, Xi'an 710016, P. R. China, Tel: 0086-29-86360416, E-mail: grass8180@126.com