

高压凝固 Ti-48Al 合金片层组织失稳机理

朱冬冬^{1,2}, 董多¹, 贺庆¹, 周兆忠¹, 张元祥¹, 王琪斌¹, 倪成员¹

(1. 衢州学院, 浙江 衢州 324000)

(2. 哈尔滨工业大学, 黑龙江 哈尔滨 150001)

摘要: 采用高压凝固设备制备了 Ti-48Al (原子分数, %)合金, 并在真空封装后进行热处理试验, 研究热处理工艺对高压凝固 Ti-48Al 合金的片层组织失稳机理。结果表明, 在低于共析转变温度进行热处理时, 常压凝固 Ti-48Al 合金组织中较难发现 α_2 相颗粒, 而高压凝固片层组织界面处已开始析出 α_2 相颗粒。加热至 1280 °C 进一步确定, 相比于常压凝固, 高压凝固 Ti-48Al 合金更易分解, 且片层组织中 γ 相优先分解, 长杆状的残余 α_2 相经历球化长大, 这为进一步研究高压下组织与相转变提供了基础, 丰富了高压凝固理论。

关键词: 高压凝固; 片层组织; 钛铝金属间化合物

中图分类号: TG146.2⁺1

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2017)S1-217-04

合金在高压条件下凝固, 可以改变原子间距, 从而引起晶体结构的变化^[1,2]; 高压作用于凝固过程使得合金的熔点、过冷度、晶体生长速率、原子扩散过程、表面张力等均发生变化, 甚至会使合金在平衡时的相图发生改变, 引起合金高压条件下凝固时的相组成以及最终凝固组织与常压时的组织不同^[3,4]。压力的增加能够大大降低扩散系数, 使得凝固过程中的扩散急剧减少, 进而使得在高压条件下需要扩散进行的反应被大大抑制^[5], 因此研究高压对合金凝固过程的影响有着尤为重要的意义。

TiAl 合金具有低密度、高比弹性模量、高比强度以及良好的高温抗氧化性能和抗蠕变性能, 被认为是具有极大应用潜力的高温结构材料^[6-8], 但室温塑性极大的限制了其应用, TiAl 合金的力学性能与其组织密切相关^[9,10], 研究其相变机理对于建立 TiAl 合金组织与性能的关系有着重要意义^[11]。目前, 关于热处理对高压下凝固钛铝金属间化合物片层组织稳定性报道的研究尚未见报道, 因此研究热处理后高压凝固钛铝金属间化合物片层组织的失稳机制, 对于研究高压凝固规律有重要意义, 并为改善合金性能提供相关的理论基础。

1 实验

采用 0 级海绵钛和高纯铝(99.99%)为原料, 配制名义成分为 Ti-48Al 合金, 浇入石墨模具得到 150 mm×100 mm×16 mm 的板状试样。采用线切割技术将

铸态板件切割成 $\Phi 20$ mm×9 mm 的圆柱试样, 再用 5%HF 清洗, 打磨表面氧化物, 制成高压凝固试样。高压试验在 HTDS-032F 型六面顶压机上进行。试样用绝缘圈包裹, 将叶腊石焙烧后作为密封、传压材料, 待压力升高至指定压力(2、4 GPa)后, 开始加热直至合金完全熔化, 保温保压 5 min 后, 停止加热, 待试样冷却到室温, 卸压、取出试样。将高压凝固试样真空封装后, 待热处理炉温升到指定温度, 放入真空封装试样, 进行热处理试验。

合金显微组织观察在 Hitachi S-570 扫描电子显微镜和 CM12 型透射电子显微镜上进行, 透射电镜样品采用双喷电解抛光技术制备, 电解抛光液配方为: 60% 甲醇, 34% 正丁醇和 6% 高氯酸。

2 结果与讨论

图 1 为不同压力下凝固的 Ti-48Al 合金经 1100 °C 保温 12 h 空冷后的扫描电镜组织照片。由图可以看出, 在常压下凝固, α_2 相颗粒尺寸极其细小(图 1a), 呈分散分布, 放大至 2000 倍亦不易观察到(图 1b); 2 GPa 压力下凝固试样经热处理后组织如图 1c 所示, 颗粒状的 α_2 相主要分布在片层组织及魏氏组织的边界处, 同时枝晶间 γ 相中也可以观察到少量颗粒状的 α_2 相, 分布仍然比较分散; 在 4 GPa 压力下凝固的试样经热处理后, α_2 相颗粒的数量进一步增多, 尺寸亦比 2 GPa 时增大, 如图 1 d 所示。

收稿日期: 2016-12-06

基金项目: 国家自然科学基金项目(51501100); 浙江省自然科学基金(LQ16E010002); 衢州市科技计划项目(2015Y008); 浙江省科技厅公益项目(2016C37066); 衢州学院中青年学术骨干计划(XNZQN20509, XNZQN201513)

作者简介: 朱冬冬, 男, 1986 年生, 博士, 讲师, 衢州学院机械工程学院, 浙江 衢州 324000, E-mail: zhudd8@163.com

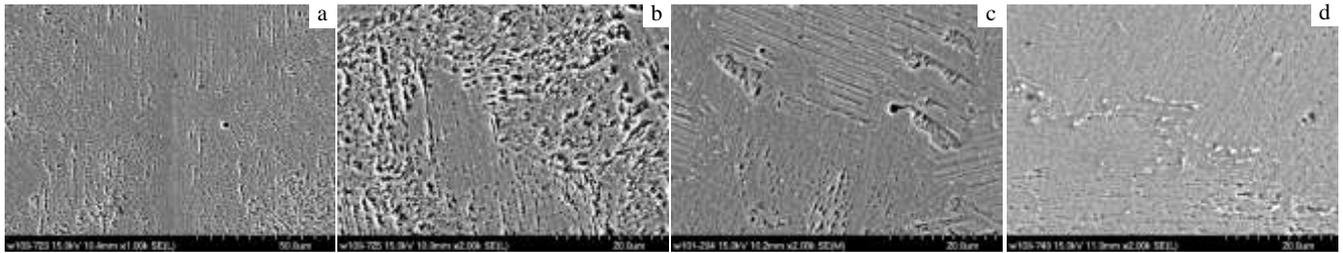


图 1 不同压力下的凝固 Ti-48Al 合金经 1100 °C/12 h 空冷组织

Fig.1 SEM images of Ti-48Al alloy solidified under different pressures after 1100 °C/12 h air cooling: (a, b) normal pressure, (c) 2 GPa, and (d) 4 GPa

进一步将热处理温度提高至共析温度以上 25 °C 即 1150 °C 保温 12 h 后, 得到 Ti-48Al 合金不同压力下凝固的扫描电镜组织如图 2 所示。由图可以观察到不同压力下凝固的 Ti-48Al 合金试样在该温度进行热处理后, α_2 相颗粒尺寸均增大, 且数量比 1100 °C 热处理时增多, 4 GPa 凝固试样的热处理组织中还出现了杆状的 α_2 相(如图 2c), 但杆状的 α_2 相均是在片层组织与 γ 相的晶界处以及片层组织的不连续粗化区域发现, 片层组织内只有颗粒状的 α_2 相存在。之前的研究表明, 当凝固压力从常压升高到 4 GPa 时, Ti-48Al 合金的片层间距由 495 nm 减小到 225 nm, 即凝固压力增加, α_2 和 γ 片层组织均要变细, 片层 α_2 相的长度 (l) 和直径 (d) 之间的比值 (l/d) 较常压凝固时将增大, 引起片层 α_2 相失稳分解的驱动力增加, 由同一片层分解而获得的 α_2 相颗粒将增多^[12]。热处理时, TiAl 合金在晶界处发生不连续粗化的生长速率很高, 在 1000 °C 左右热处理时能达到 10^{-8} m/s 的水平, 而片层组织中的 α_2 相的溶解速率往往低于不连续粗化过程中的界面迁移速率。因此, 初生片层组织在不连续粗化的初期会延伸至不连续粗化片层组织内。此外, 由于片层组织边缘的溶解速度较中部快, 故延伸至不连续

粗化片层组织内的 α_2 片层会形成杆状, 由于这种长杆状的 α_2 相是由初生片层组织溶解速度较慢而引起的, 故它与不连续粗化片层组织中的 γ 相并无位向关系, 这种长杆状的 α_2 相处于亚稳状态, 在进一步保温过程中它将会分解成杆状和颗粒状的 α_2 相。同时由于凝固压力的增大, α_2 相位错将增加, 这些位错在随后的时效过程中将成为 α_2 相球化的驱动力。因此, 随着凝固压力的增大, 呈颗粒状析出的 α_2 相也将增多。

对不同压力下凝固的 Ti-48Al 合金经 1150 °C 保温 12 h 后的组织进行透射电镜观察, 如图 3 所示。对热处理后片层组织的暗场相进行观察发现, 其中呈亮色的颗粒状相随着压力的增大而增多, 其衍射斑点如图 3b 所示, 标定后为密排六方的 α_2 相, 其晶带轴为 $[0\bar{1}10]$ 晶带, 即热处理后片层组织中亦存在着球化的 α_2 相。由之前的分析可知, 片层组织中这些颗粒状的 α_2 相均是通过瑞利分解形成的, 并在随后的热处理过程中发生奥斯瓦尔德熟化, 高压凝固引起片层组织中的 Al 元素含量比常压时要高, 在随后的热处理过程中高压凝固组织中 Al 元素扩散更快, 因而其粗化的速度比常压时要大, 故最终形成的 α_2 相颗粒尺寸亦较常压时的要大。

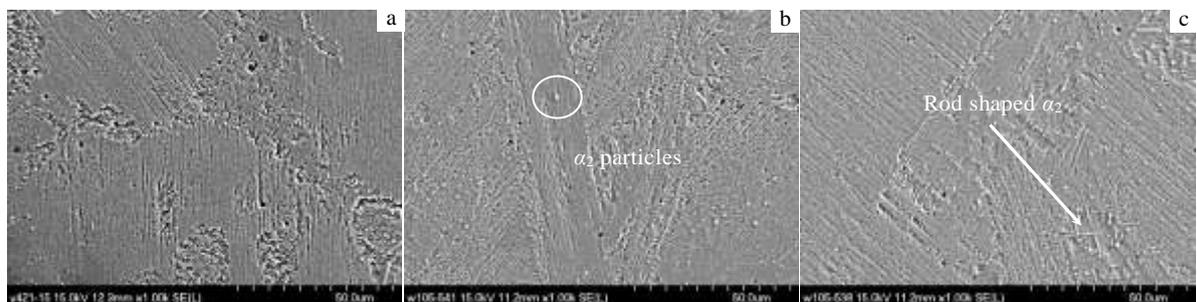


图 2 不同压力下的凝固 Ti-48Al 合金经 1150 °C/12 h 空冷组织的二次电子相

Fig.2 SEM secondary electron images of Ti-48Al alloy solidified under different pressures after 1150 °C/12 h air cooling: (a) normal pressure, (b) 2 GPa, and (c) 4 GPa

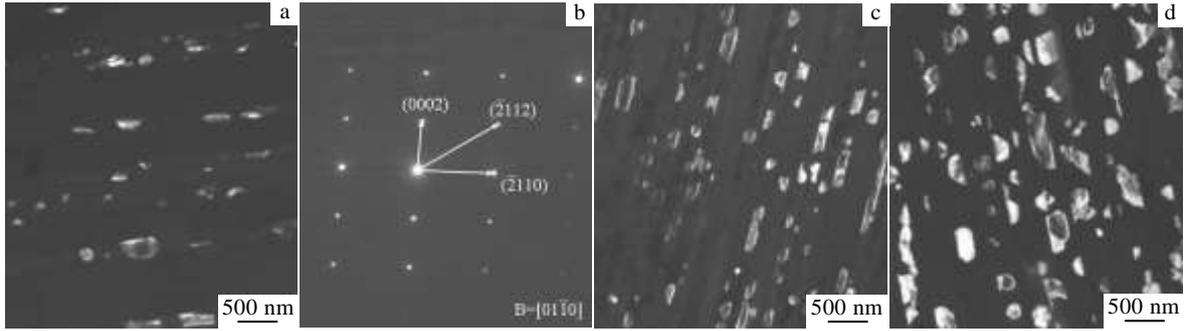


图 3 Ti-48Al 合金在不同压力下凝固后经 1150 °C/12 h 后片层组织 α_2 相 TEM 形貌

Fig.3 TEM morphologies of α_2 phase in lamellar structure of Ti-48Al alloy solidified under different pressures after 1150 °C/12 h: (a) normal pressure, (b) SAED pattern of black particles in Fig.3a, (c) 2 GPa, and (d) 4 GPa

在 1150 °C 保温时的组织并未完全揭示 α_2 相的球化机制，特将热处理温度提高至 1280 °C 时保温 1 h 空冷，获得在不同压力下凝固的 Ti-48Al 合金组织如图 4 所示。从图 4a 中可以观察到，常压凝固试样的热处理组织中颗粒状的 α_2 相的尺寸和数量进一步增大， α_2 相颗粒主要分布在片层组织晶粒的交界处以及片层组织与偏析 γ 相的晶界处；2 GPa 压力下凝固试样经热处理后，在连续粗化晶粒内部和魏氏组织的交界处也分布着大量颗粒状的 α_2 相，如图 4b 所示；在 4 GPa 压力下凝固的合金试样组织中也发现了连续粗化现象，而且连续粗化组织附近有大量的 α_2 相颗粒存在，由图 4c 还可以观察到仅保温 1 h，球化的 α_2 相颗粒尺寸就已经长大至 1.5 μm 左右。从图 4 中还可以观察到，在 1280 °C 时保温 1 h 空冷后，不同压力下的 Ti-48Al 合金组织中并未出现在 1150 °C 保温时的短杆状 α_2 相，即在 1280 °C 保温 1 h 后，因不连续粗化产生在晶界处的短杆状的 α_2 相均分解为颗粒状的 α_2 相。因此，设计了将 4 GPa 压力下凝固的试样将保温时间缩短至 15 min 迅速水淬的试验，进一步对 α_2 相球化机制进行研究。

图 5 为 4 GPa 压力下凝固的 Ti-48Al 经 1280 °C 保

温 15 min 水淬后的显微组织。由图可以看出，1280 °C 保温 15 min 后其组织中就有大量颗粒状的 α_2 相生成，同时还可以观察到晶界处有大量杆状的 α_2 相，并且在杆状的 α_2 相上存在颗粒状的 α_2 相，即在热处理过程中靠近晶界处的片层组织要发生溶解，而由于 α_2 相与 γ 相晶体结构上的差异，其溶解速度较慢，保温时间较短 (15 min) 时会观察到这种大量同向排列的未溶解的条状 α_2 相，条状的 α_2 相上还分布着球状的 α_2 相颗粒。通过之前的分析可知，由于片层组织中缺陷的存在，片层组织的瑞利分解会优先在 α_2 片层组织中的缺陷处产生，在最终凝固组织中就会存在这种条状的 α_2 相上附着颗粒状 α_2 相组织。

通过以上的分析可以发现，常压凝固时的试样片层间距较大、长径比较低，片层组织中的缺陷较少，因而同一 α_2 长杆上形成的颗粒状 α_2 相较少，最终热处理后所形成的球化的 α_2 相体积分数及颗粒尺寸均较小；高压凝固后片层间距减小、片层组织中的缺陷增加。因此，同一 α_2 长杆上所形成的球状颗粒较多，经热处理后球化的 α_2 相颗粒尺寸和体积分数均增大。

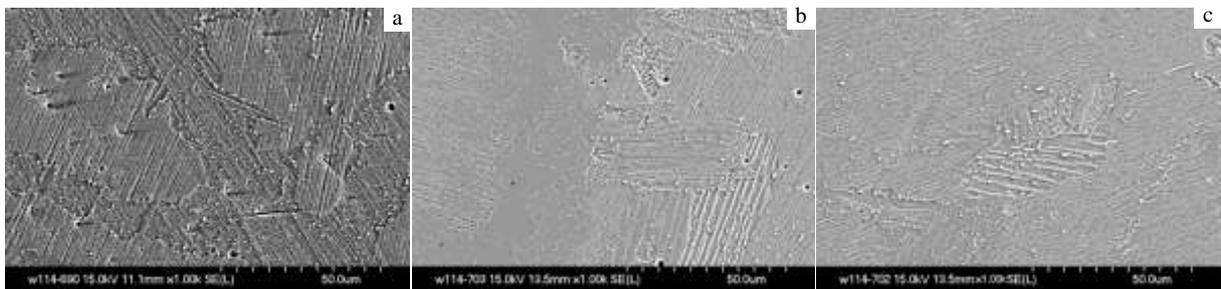


图 4 Ti-48Al 合金在不同压力下凝固经 1280 °C/1 h 空冷后的组织中 α_2 相球化现象

Fig.4 Spheroidization of α_2 phase of Ti-48Al alloy solidified under different pressures after 1280 °C/1 h/AC: (a) normal pressure, (b) 2 GPa, and (c) 4 GPa

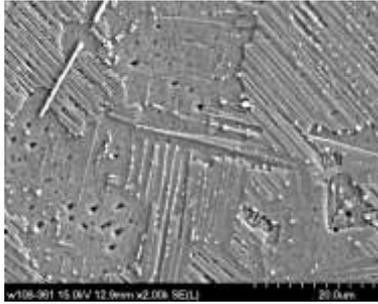


图 5 4 GPa凝固的Ti-48Al合金经1280 °C/15 min水淬后的 α_2 相球化现象

Fig.5 Spheroidization of α_2 phase of Ti-48Al alloy solidified under 4 GPa pressure after 1280 °C/15 min WQ

3 结 论

1) Ti-48Al 合金在共析转变温度附近热处理时,常压凝固组织中颗粒状 α_2 相量较少,升温至 1280 °C 后,组织中开始大量析出颗粒状 α_2 相。

2) 增加凝固压力导致 Ti-48Al 合金的片层间距变小,增加了片层组织中 α_2 相长径比,使得在随后的热处理过程中 α_2 相失稳分解的动力增大,析出的颗粒状 α_2 相增多。

参考文献 References

[1] Wang W H, Dong C, Shek C H. *Materials Science and Engineering R*[J], 2004, 44: 45

- [2] Merkel S, Wenk H R, Gillet P *et al. Physics of the Earth and Planetary Interiors*[J], 2004, 145: 239
- [3] Paszkowicz W. *Nucleat Instrument and Methods in Physics Research B*[J], 2002, 198: 142
- [4] Ma P, Zou C M, Wang H W. *Materials Letters*[J], 2012, 79: 232
- [5] Batashef A E eds. Translated by Zhang Jinsheng(张锦升) *Crystallization of Metal and Alloys at Pressure(金属和合金在压力下的结晶)*[M]. Harbin: Harbin Institute of Technology Publisher, 1987: 11
- [6] Zhu D D, Wang H W, Qi J Q *et al. Materials Science and Technology* [J], 2012, 28(12): 1385
- [7] Qin Gaowu(秦高梧), Hao Shiming(郝士明). *Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 1995, 24(2): 1
- [8] Ramanujan R V. *International Materials Review*[J], 2000, 45: 217
- [9] Cao Guoxin(曹国鑫), Lin Jianguo(林建国), Sun Zhipeng(孙志鹏) *et al. Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2000, 29(3): 172
- [10] Wang Hongwei(王宏伟), Zhu Dongdong(朱冬冬), Wei Zunjie(魏尊杰) *et al. Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2012, 41(1): 42
- [11] Gomes F, Barbosa J, Ribeiro C S. *Intermetallics*[J], 2008, 16: 1292
- [12] Nichols F. *Journal of Materials Science*[J], 1976, 11: 1077

Instability Mechanism of Lamellar Structures of Ti-48Al Alloy Solidified under High Pressure

Zhu Dongdong^{1,2}, Dong Duo¹, He Qing¹, Zhou Zhaozhong¹, Zhang Yuanxiang¹, Wang Qibin¹, Ni Chengyuan¹

(1. Quzhou University, Quzhou 324000, China)

(2. Harbin Institute of Technology, Harbin 150001, China)

Abstract: Instability mechanism of lamellar structures of Ti-48Al alloy solidified under high pressure was investigated. The results indicate that after 1100 °C/12 h air cooling, α_2 phase particles can hardly be seen in normal pressure solidified Ti-48Al alloy; however, α_2 phase has been found in high pressure solidified Ti-48Al alloy. Increasing the temperature to 1280 °C, the high pressure solidified Ti-48Al alloy is easier to decompose than the normal pressure solidified samples. Besides, α phase in the lamellar structure decomposes firstly and the long- α_2 phase experiences spheroidization and growth. It provides the basis of further studying on the microstructures and phase transformation of high pressure solidified Ti-Al intermetallics and enriches the theory of high pressure solidification.

Key words: high pressure solidification; lamellae; Ti-Al intermetallics

Corresponding author: Zhu Dongdong, Ph. D., Lecturer, School of Mechanical Engineering, Quzhou University, Quzhou 32400, P. R. China, E-mail: zhudd8@163.com