

# SPS 制备 TiAl 基合金微观组织演变研究

杨鑫<sup>1,4</sup>, 马文君<sup>1</sup>, 王婉琳<sup>1</sup>, 康新婷<sup>2</sup>, 谷文萍<sup>3</sup>, 刘世锋<sup>4</sup>, 汤慧萍<sup>2</sup>

(1. 西安理工大学, 陕西 西安 710048)

(2. 西北有色金属研究院 金属多孔材料国家重点实验室, 陕西 西安 710016)

(3. 长安大学, 陕西 西安 710064)

(4. 西安建筑科技大学, 陕西 西安 710055)

**摘要:** 以等离子旋转电极雾化球形 Ti47Al2Cr2Nb0.2W 预合金粉末为原料, 采用 SPS 技术在不同烧结温度下 (1100, 1200, 1250, 1300 °C) 制备 TiAl 基合金。结合 XRD、SEM 及 TEM 等检测手段, 对预合金粉末致密化过程中显微组织演变以及不同烧结温度对力学性能的影响进行了系统研究。结果表明: 当烧结温度超过 1200 °C 时, 组织内存在少量高温残留 B2 相, 且随着烧结温度的升高,  $\beta$  相 (B2 相) 含量有所增加; 烧结温度在 1100 °C 时合金具有最高的抗压缩断裂强度、抗拉伸断裂强度和断裂应变, 分别为 2367 MPa、600 MPa 和 2.25%;  $\alpha_2$  相、 $\beta$  相和  $\gamma$  相存在如下晶体学关系:  $(0001)\alpha_2 // \{111\}\gamma // \{110\}\beta$ ,  $\langle 11\bar{2}0 \rangle \alpha_2 // \langle 1\bar{1}0 \rangle \gamma // \langle \bar{1}11 \rangle \beta$ ; 1300 °C 烧结样品中有形变诱导  $\alpha_2 \rightarrow \gamma$  相变以及形变孪晶产生。

**关键词:** 金属间化合物; 钛铝合金; 放电等离子烧结; 显微组织演变; 析出相

中图分类号: TG146.23

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2019)09-2994-07

TiAl 基合金具有密度低、比强度高、比模量高以及良好的高温抗氧化性, 优异的抗疲劳性能等特点, 是一种非常有潜力的高温结构材料, 在一些领域可代替高密度镍基高温合金, 因此在航空航天、石油化工和汽车工业等领域有着非常广泛的应用前景<sup>[1-4]</sup>。然而, TiAl 基合金室温塑性低, 热加工难度大严重制约了它的发展和应用。

大量研究表明, 通过添加适量的  $\beta$  稳定型元素或者采用先进成形技术引入少量  $\beta$  相或其有序结构的 B2 相, 并使其在合金中稳定存在, 作为塑性相改善 TiAl 基合金的组织, 以提高材料的室温塑性、断裂韧性和热加工性能<sup>[5-8]</sup>。

$\gamma$ -TiAl 基合金的铸造性能较差, 易产生铸态缺陷。粉末冶金方法在消除宏观成分偏析、疏松、缩孔和近净成形方面具有明显优势, 因而是制备  $\gamma$ -TiAl 基合金的主要方法之一。粉末冶金方法制备  $\gamma$ -TiAl 基合金的工艺很多, 如真空烧结/热等静压、包套热等静压、挤压/热等静压、热压和爆炸成形等, 但目前最主要的是前 3 种, 且都需要结合热处理等后处理才能得到较为致密的样品。

放电等离子烧结 (spark plasma sintering, SPS) 是近年来发展制备 TiAl 基合金的新技术之一。该技术融

合离子活化、热压和电阻加热为一体, 具有升降温速度快、烧结温度低、烧结时间短、烧结体晶粒细小、更易获得具有可控显微组织的致密烧结体等优点; 同时合金可获得高温残留少量  $\beta$  相或其有序结构的 B2 相, 并可稳定存在于合金中<sup>[9-12]</sup>。但是, 对于在 SPS 烧结技术中显微组织演化规律鲜有研究。因此, 本研究以球形预合金粉末为原料, 采用 SPS 烧结技术, 探索含有  $\beta$  相稳定元素的 Ti47Al2Cr2Nb0.2W (at%) 合金粉末在不同 SPS 烧结温度下合金显微组织及高温残留  $\beta$  相或其有序结构的 B2 相的显微组织演化规律, 为开发具有良好室温塑性和热加工性能的新型 TiAl 基合金材料提供参考。

## 1 实验

本实验所采用原料为金属多孔材料国家重点实验室等离子旋转电极雾化 (plasma rotating electrode processing, PREP) 技术制备的球形钛铝基预合金粉末, 粉末粒径分布范围为 50~125  $\mu\text{m}$ , 平均粒径为  $D_{50}=85 \mu\text{m}$ , 粉末成分为 Ti45.9Al1.98Cr2.20Nb0.36W (at%); 采用的 SPS 设备为 Dr Sinter Sumitomo 8250 型设备; 预合金粉末形貌及相成分如图 1 所示。将 TiAl 基粉末装入石墨模具中, 装填好粉末的模具置入烧结

收稿日期: 2018-09-10

基金项目: 国家自然科学基金(51504191, 51671152); 陕西省自然科学基金计划(2014JM6229); 陕西省教育厅自然科学专项(14JK1512); 西安市科技局科研项目(CXY1438(5)); 中央高校基本科研业务费专项资金(310832161002); 粉末冶金国家重点实验室项目

作者简介: 杨鑫, 男, 1981 年生, 博士, 副教授, 西安理工大学材料科学与工程学院, 陕西 西安 710048, E-mail: yangxin0301@126.com

腔后施加成形压力, 炉腔内部抽真空至 5 MPa 时, 系统开始加热直至烧结温度, 烧结结束后随炉冷却。为防止过烧, 粉末加热到 600 °C 之后以 100 °C/min 升温至  $T-100$  °C ( $T$  为设定最终温度), 再以 50 °C/min 升温至  $T-50$  °C, 然后以 25 °C/min 升温至  $T$ , 最后在此温度下保温 5 min, 烧结过程中维持 70 MPa 压力不变, 保温结束后随炉冷却并手动泄压。本实验设定的烧结温度分别为 1100、1200、1250 和 1300 °C 4 个烧结温度点, 对烧结体显微组织及组织演化进行系统研究。

粉末原料及烧结样品相成分及分布采用 XRD、背散射模式的扫描电镜以及透射电镜衍射斑点检测分析; 析出相成分及相结构采用透射电镜技术表征, 双喷液成分为: 65% 甲醇、30% 正丁醇和 5% 高氯酸 (vol%)。

## 2 结果与讨论

### 2.1 烧结温度为 1100 °C 显微组织表征及演变

烧结温度为 1100 °C、压力为 70 MPa 时, 样品成分为 Ti45.6Al1.96Cr2.22Nb0.38W (at%), 图 2 为粉末烧结体 SEM 图像。由图 2a 可以看出此时只有少量粉末颗粒互相接触, 没有发生明显塑性变形。粉末颗粒显微组织如图 2b 所示, 图 2b 是图 2a 白色圆圈区域放大图像, 组织仍为典型的枝状晶组织, 类似于原始粉末颗粒组织, W 元素在枝晶臂(dendritic arm, DA)区域密集分布, 为 W 元素过饱和  $\gamma$  相 (supersaturated,

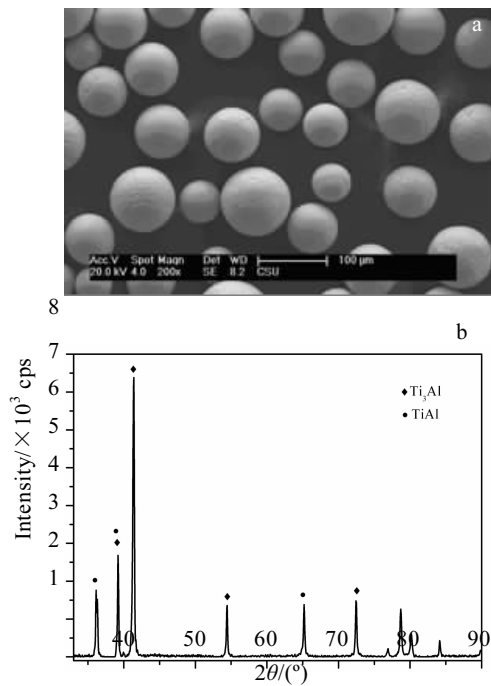


图 1 PREP 制备 TiAl 粉末形貌及相成分图

Fig.1 SEM image (a) and XRD pattern (b) of TiAl powers by PREP

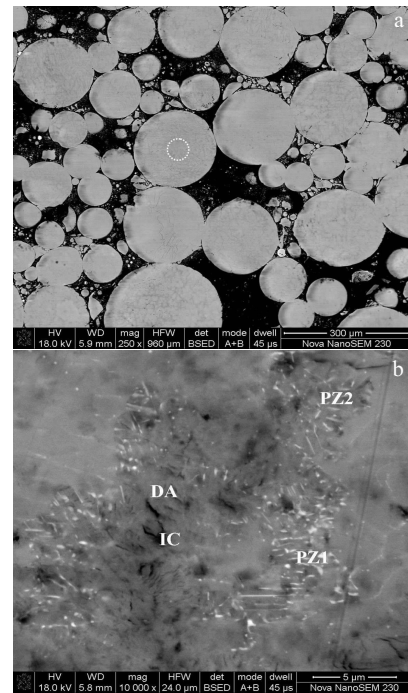


图 2 烧结温度为 1100 °C 时烧结体显微组织形貌和颗粒内部形貌

Fig.2 SEM image of the microstructures after sintering at 1100 °C (a) and higher magnification of the zone delimited in Fig.2a (b)

$\gamma_{ss}$ ), 枝晶间(interdendritic channel, IC)为平衡非过饱和  $\gamma$  相(equilibrium concentration,  $\gamma_{eq}$ ), 因此, 组织没有完全均匀化。XRD 分析表明此时合金主要由大量  $\gamma$  相以及少量的  $\alpha_2$  相和 B2 相组成, 说明此温度下合金粉末已经发生  $\alpha_2 \rightarrow \gamma$  平衡相变, 此时 B2 相表现为两种形态, 如图 2b 中 PZ1 和 PZ2 所示, PZ1 和原始粉末一样, B2 相为拉伸线状形态, PZ2 为非连续的离散点状分布, PZ 为析出相区域 (precipitation zone, PZ)。在 1100 °C 时开始形成不连续点状分布的 B2 相, 并且 B2 相颗粒向枝晶组织部位生长。在 BSE 模式下 PZ 区域内部较外部区域暗, 这是由于 W 元素的偏析, 因此其在 PZ 区域外部含量比较高, EMPA 对 PZ 区域点分析表明  $\gamma_{eq}$  区域 W 元素含量低于  $\gamma_{ss}$  区域。图 2b 也表明了 W 元素含量在 DA 和 IC 部位相差不大。

### 2.2 烧结温度为 1200 °C 显微组织表征及演变

烧结温度为 1200 °C 时粉末烧结体几乎全致密化, 致密度为 99.2%, 对大尺寸颗粒与小尺寸颗粒变形状态时的微观变形状态进行了研究, 如图 3 所示, 两种不同颗粒尺寸部位先采用 SEM 低倍观测如图 3a, 再采用 TEM 进行高倍观测 (图 3b, 3c)。在大颗粒变形部位包含明显的析出相区域和无析出相区域两个不同

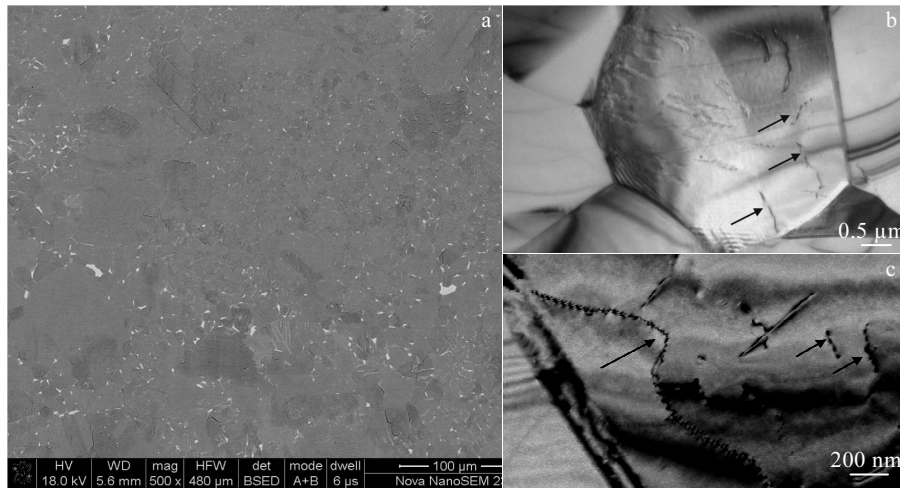


图 3 烧结温度为 1200 °C 时烧结体形貌和大尺寸晶粒内部位错形貌

Fig.3 SEM BSE image (a) and TEM images (b, c) of the microstructure after sintering at 1200 °C: (a) containing large particle, (b, c) two different kinds of dislocations in large crystal grains

组织形貌，而小颗粒变形部位没有明显的析出相。大尺寸变形颗粒内部 TEM 图像表明此时有大量的位错存在，且位错有形成位错墙现象，较小尺寸的晶粒内没有位错存在，图 3b 分别为不同尺寸晶粒明场 TEM 显微组织图像，位错如箭头所示，图 3c 为位错墙。不同晶粒内部结构不同，大尺寸晶粒内部存在大量位错，而小尺寸晶粒内部位错少，显微组织分析表明在 SPS 过程中小尺寸颗粒变形程度远远超过大尺寸颗粒，这可能与小尺寸颗粒内部易于发生动态回复有关。

### 2.3 烧结温度为 1250 °C 显微组织表征及演变

图 4 是烧结温度为 1250 °C 时粉末烧结体 TEM 照片和相应的选区电子衍射花样。合金显微组织为 FL 组织， $\gamma$  片层间距为 180~450 nm， $\alpha_2$  层片间距为 20~60 nm，片层间距细小，而且在  $\gamma$  片层晶粒上有大量位错存在，如图 4a 所示：层片晶团晶界附近部位有等轴  $\gamma$  再结晶颗粒和塑性变形  $\gamma$  晶粒存在，如图 4b 所示，而且在再结晶颗粒内部有位错墙出现，这说明此时大尺寸  $\gamma$  晶粒微观变形程度严重，与前文结果一致，再结晶颗粒相邻为塑性变形  $\gamma$  晶粒，2 个颗粒之间界面为明显的塑性结合状态，能谱分析结果表明，界面处化学成分与晶粒内部化学成分一致，不存在成分偏析。这说明在 SPS 烧结过程中烧结颈没有发生以物质迁移为基础的长大过程；图 4c 是图 4a 中箭头标明选区电子衍射花样，表明在  $\alpha_2/\gamma$  层片晶团内部有  $\beta$  相存在，此时  $\alpha_2$  相、 $\beta$  相和  $\gamma$  相有如下晶体学关系： $(0001)\alpha_2 // \{111\}\gamma // \{110\}\beta$ ， $\langle 11\bar{2}0 \rangle \alpha_2 // \langle 1\bar{1}0 \rangle \gamma // \langle \bar{1}11 \rangle \beta$ 。 $\beta$  相析出可能有 2 种方式：

(1) PREP 制粉过程中由于很高的冷却速率和  $\alpha/\gamma$

相变速率，因此容易形成含有过饱和 W 元素的  $\gamma$  相，在随后的 SPS 烧结过程中过饱和  $\gamma$  相( $\gamma_{ss}$ )为平衡相变  $\gamma_{ss} \rightarrow \gamma_{eq} + \beta$  提供驱动力，生成含有接近平衡相成分的  $\gamma$  相( $\gamma_{eq}$ )和  $\beta$  相，与  $\gamma_{ss}$  相比较， $\gamma_{eq}$  相 W 元素含量相对较低。Jabbar 等人<sup>[8-11]</sup>以 Ti-47Al-1W-1Re-0.2Si 预合金粉末为原料采用 SPS 烧结给出了  $\beta$  相形成机制。室温时粉末颗粒形成以 B2 ( $\beta$ )相为骨架的枝晶结构，在随后的烧结过程中发生  $\gamma_{ss} \rightarrow \gamma_{eq} + \beta$  平衡相变，此时析出的  $\beta$  相为不连续析出机制，Manna 等人<sup>[12]</sup>证实了这种固相界面迁移相变机制。发生这种相变时基体中溶质元素穿过迁移界面使得过饱和相形成不连续颗粒，而且此时的迁移界面为溶质原子提供了最短的扩散路径。更确切的说，此时的不连续析出机制对应于 Williams-Butler's 经典理论第一种析出方式。这种不连续相变开始发生于含 W 元素很高的 B2 骨架附近，与此同时 B2 骨架开始破碎形成细小的  $\beta$  相颗粒。

(2) SPS 烧结过程中测试温度为 1250 °C，此时粉末烧结体内部实际温度可达 1400 °C，甚至更高，此温度位于 Ti-Al 二元相图  $\alpha$  相转变温度  $T_\alpha$  附近的  $\alpha + \beta$  相区，此时有大量的高温  $\beta$  存在。在随后的快速冷却至  $\alpha$  相区的过程中原始无序  $\beta$  相以下凝固路径  $\beta \rightarrow \beta + \alpha \rightarrow \alpha$  转变为  $\alpha$  相，然而在快速  $\beta \rightarrow \alpha$  冷凝过程中含有较高 W 元素含量的高温  $\beta$  相不能完全转变为全部  $\alpha$  相，因此高温残留  $\beta$  相位于等轴  $\gamma$  晶界处，如图 4d，当降温至 1100 °C 附近时高温残留  $\beta$  相通过有序化反应转变成 B2 相。 $\gamma$  相和  $\beta$  相的 SAED 花样如图 4d 和 4e 所示。总而言之，在  $\beta \rightarrow \alpha$  相变过程中  $\beta$  相稳定元素 Nb 和 W 在  $\alpha$  相和  $\beta$  相重新再分配，导致  $\beta$  相中

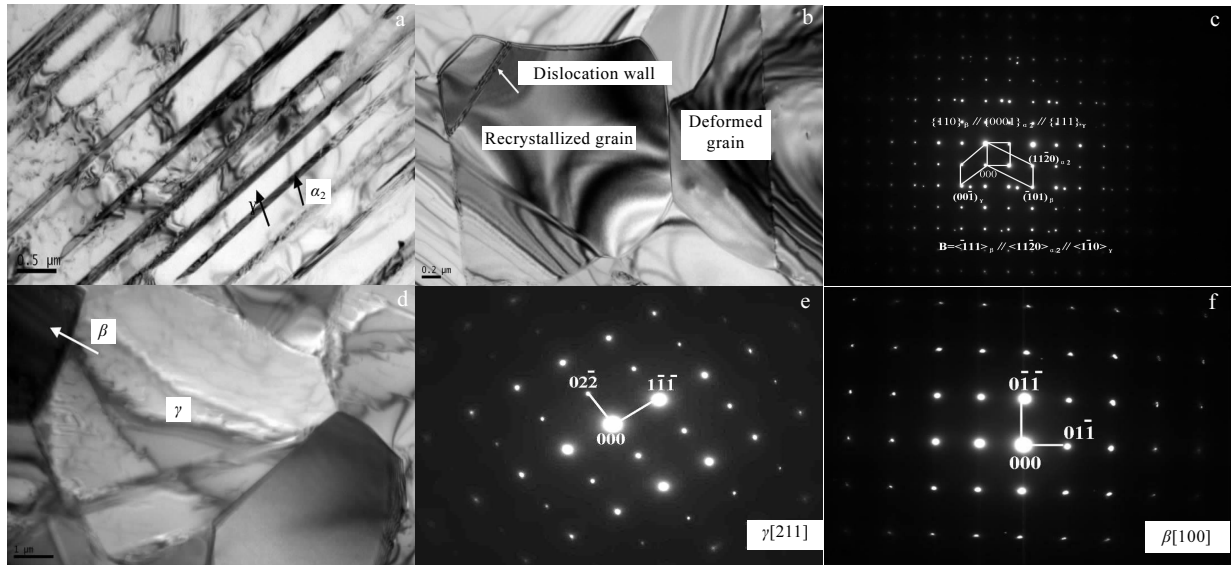


图 4 烧结温度为 1250 °C 时烧结体层片晶团, 大尺寸晶粒内再结晶和变形, 图 4a 标注区域选区电子衍射花样, 层片组织界面处  $\gamma$  晶粒和  $\beta$  析出相晶粒以及相对应的选区电子衍射花样

Fig.4 TEM bright field images of SPSed TiAl alloy at 1250 °C: (a)  $\alpha_2/\gamma$  lamellar and (b) two different kinds of  $\gamma$  grains with deformed and recrystallized condition; (c) SAED pattern of  $\alpha_2/\gamma$  lamellar shown in Fig.4a; (d)  $\gamma$  and  $\beta$  particles along lamellar colony boundaries and corresponding SAED pattern of  $\gamma$  phase (e) and  $\beta$  phase (f)

元素偏析, 生成残留的  $\beta$  相。此外, 有人证明含有  $\beta$  相稳定元素的 TiAl 合金在降温过程中  $\beta$  相会以以下形式从  $\alpha$  相中析出  $\alpha_2 + \gamma \rightarrow \alpha_2 + \gamma + \beta \rightarrow \gamma + \beta$ , 也就是说  $\beta$  相在非平衡  $\beta \rightarrow \alpha$  过程中会生成含有大量  $\beta$  相稳定化元素的过饱和  $\alpha_2$  生成, 随后会发生  $\alpha_2 \rightarrow \beta$  相变, 即在  $\alpha_2$  板条晶粒内部会生成不连续  $\beta$  相, 这与本实验结果相符, 见图 4a。Seo<sup>[13]</sup>等人对含 W 元素的 TiAl 时效实验结果中也发现了类似的现象, 因此可以判断在含有 W、Mo、Nb 等元素的 TiAl 合金中不可避免的会有一些数量高温残留  $\beta$  相存在, 且  $\alpha_2$ 、 $\gamma$ 、 $\beta$  3 种相之间有明确的晶体学位关系, 如图 4c 和 4f 所示。另据报道<sup>[10,11]</sup> $\beta$  相会以  $\alpha_2 \rightarrow \alpha_2 + \gamma + \beta$  反应在  $\gamma/\gamma$  和  $\gamma/\alpha_2$  界面析出, 此时  $\beta$  会在层片组织界面析出, 本实验中并没有发现此种现象。

#### 2.4 烧结温度为 1300 °C 显微组织表征及演变

粉末烧结体密度及位移变化很小的烧结晚期阶段 1300 °C 时, 粉末烧结体显微组织形貌如图 5a 所示, 在  $\gamma$  板条晶粒内部有非连续针状和球状  $\beta$  相析出,  $\gamma$  板条晶粒内部有大量的位错, 图 5b 的 TEM 像表明, 此时合金中有形变孪晶产生, 此时在压力作用下塑性变形基本结束, 合金发生类似蠕变过程, 结合图 5c 的 HRTEM 照片发现有明显形变诱导  $\alpha_2 \rightarrow \gamma$  相变现象,

如图 5c 所示, 有 2 个  $\gamma$  薄片层明显由  $\alpha_2/\gamma$  晶团中的  $\alpha_2$  相形成, 图 5d 为相应傅里叶转换衍射斑点, 形变诱导形成  $\gamma$  相晶格参数为:  $a=0.396$  nm,  $c=0.402$  nm, 与标准  $\gamma$  晶粒晶格指数一致, 表明在热变形时形成的是标准  $\gamma$  相。采用 EDS 对图 5c 的  $\alpha_2$  基体和  $\gamma$  相成分分析表明, 两相成分相差不大, 如下表 1 所示。结果表明, 此时的相变不存在物质迁移, 因此可认为此种相变为形变诱导相变, 也间接表明了 SPS 制备 TiAl 基金属末期相变为非热诱导相变。此时发生的相变是由于  $a/3[\bar{1}\bar{1}00]_{\alpha_2}$  肖克来(Shockley)部分位错在  $(0001)_{\alpha_2}$  晶面上滑移从而改变晶面原子堆垛顺序而形成的。

#### 2.5 不同烧结温度的室温力学性能

图 6 为 SPS 烧结温度分为 1100, 1200, 1250 和 1300 °C, 成形压力为 70 MPa 时合金压缩与拉伸应力应变曲线, 压缩和拉伸速率均为 0.5 mm/s。由图 6a 可知所有样品在压缩时有大量塑性变形且在断裂前的加工硬化现象, 随着烧结温度的升高断裂强度、屈服强度和塑性变形量呈规律性变化, 这和显微组织有关。图 6b 是合金的拉伸应力应变曲线, 由于 TiAl 基金属是脆性材料, 故其在拉伸试验过程中, 应变小于 0.7%。所有曲线斜率变化不大, 几乎没有屈服点, 说明在

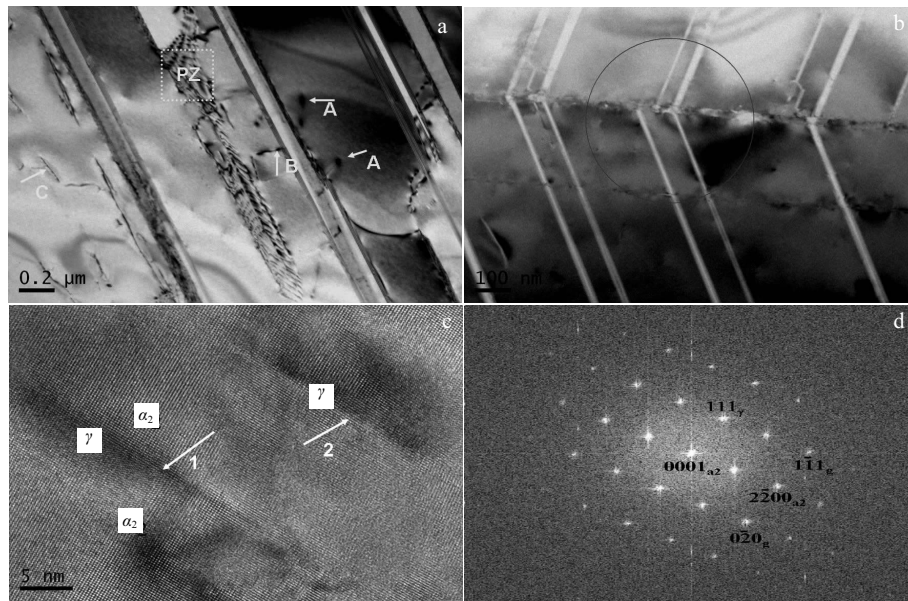


图 5 烧结温度为 1300 °C 时烧结体形貌,  $\gamma$  晶粒内部孪晶, 形变诱导  $\gamma$  相以及相对应的傅里叶转变衍射斑点

Fig.5 TEM bright field images showing two kinds of B2 precipitate in  $\gamma$  grains presented by arrow A and B, and dislocations (arrow C) and PZ zone within another B2 precipitates (a); deformation twins in the  $\gamma$  grains (b); HRTEM image showing two pieces of  $\gamma$  thin plates precipitated from the pre-existing  $\alpha_2$  phase during the end of SPS cycle (c) and the composite diffraction pattern of the DI- $\gamma$  plate and the  $\alpha_2$  matrix obtained by Fourier transform (d)

表 1 形变诱导  $\gamma$  相与  $\alpha_2$  基体化学成分

Table 1 Chemical composition of the DI- $\gamma$  phase and the surrounding  $\alpha_2$  matrix

|                                   | Al<br>content/at% | Ti<br>content/at% | Nb<br>content/at% | (Ti+Nb)/Al |
|-----------------------------------|-------------------|-------------------|-------------------|------------|
| DI- $\gamma$ phase                | 46.8              | 47.4              | 2.3               | 1.06       |
| Surrounding<br>- $\alpha_2$ phase | 46.4              | 49.2              | 1.8               | 1.08       |

拉伸过程中合金在未达到屈服强度之前就发生了断裂, 这种不可避免的室温脆性导致合金低的断裂韧性, 也制约了 TiAl 合金作为结构材料的应用。

TiAl 基合金力学性能强烈的依赖于显微组织, 包括晶粒尺寸和  $\alpha_2$  相体积分数, 研究表明随着晶粒尺寸的减小合金室温塑性和强度都随之增加, 这是因为随着晶粒尺寸的减小晶界部位的变形一致性和塑性相容性在变形过程中均得到了改善。烧结温度为 1100 °C 时合金为双态组织, 此时合金晶粒细小, 且具有一定数量的细晶粒层片组织, 因此此时合金具有最优异的综合强度和韧性, 压缩和拉伸曲线表现相同的规律, 即具有最高的抗压缩断裂强度、抗拉伸断裂强度以及断裂应变, 分别为 2367 MPa、600 MPa 和 2.25%。这种规律和 Kim<sup>[14]</sup> 等人研究结果一致, 即在拉伸或压缩过程中力的加载方向与夹角在 30°~70° 之间时  $\alpha_2/\gamma$  层片组织变现为软组织

模式, 可以大幅提高合金的变形行为从而提高室温塑性;  $\alpha_2/\gamma$  层片晶团中较硬的  $\alpha_2$  相可以阻塞裂纹的扩展或者在  $\gamma$  相变形时钝化裂纹来提高合金的韧性; 此外层片晶团中得的  $\alpha_2$  相相比较于  $\gamma$  相对杂质元素 (O、N、H) 具有更高的溶解度, 可以通过净化晶界杂质元素改善合金的力学性能。烧结温度为 1200 和 1250 °C 时 SPS 烧结试样分别为近层片组织和全层片组织, 这两种组织合金的压缩强度和抗拉伸强度均低于双态组织合金, 这是由于这两种组织中有大量大尺寸层片晶团, 这将显著的降低合金强度。近层片组织强度高于全层片组织的原因是由于随着烧结温度的提高合金中出现一定量  $\beta$  相, 除此之外在片层晶团之间的界面上会有少量等轴  $\gamma$  晶粒存在,  $\gamma$  晶粒强度相对较高可以阻碍微裂纹的扩展提高合金强度; 而高温偏析  $\beta$  相一般存在于大尺寸晶团之间界面上或三角接触区域, 而  $\beta$  相和基体在变形时变形行为不一致很容易在这些部位形成微裂纹, 且微裂纹在晶粒界面之间传播迅速导致合金室温韧性降低。在 1300 °C 时合金为可达 85  $\mu\text{m}$  粗大的片层组织, 而且相比于较低温度时  $\beta$  相含量也最多, 因此具有最低的室温强度和延伸率。

表 2 列出了其他粉末冶金方法制备 TiAl 基合金的力学性能<sup>[15]</sup>。可以看出目前主要的这几种制备 TiAl

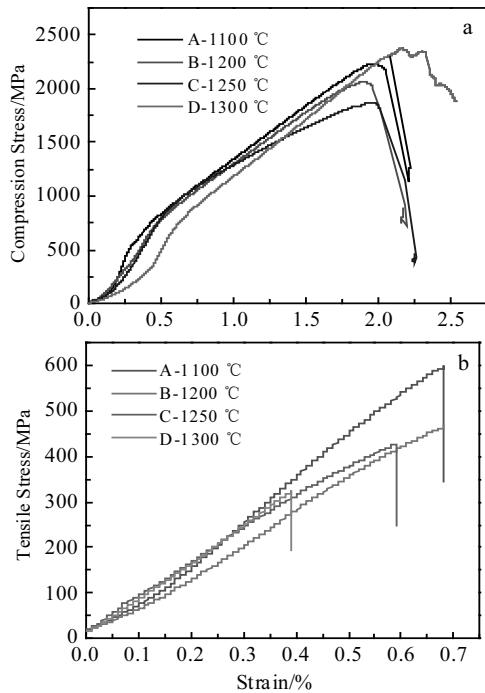


图6 SPS 不同烧结温度样品压缩和拉伸应力应变曲线

Fig.6 Typical compression (a) and tensile (b) stress-strain curves of the bulk samples produced by SPS at different spark temperatures

表2 其他粉末冶金方法制备 TiAl 基金属的力学性能

Table 2 Mechanical properties of TiAl-based alloys prepared by other powder metallurgy methods<sup>[15]</sup>

| Alloy                      | $\delta$ (R.T.)/% | $\sigma_s$ (R.T.)/MPa | $\sigma_b$ (R.T.)/MPa | Preparation |
|----------------------------|-------------------|-----------------------|-----------------------|-------------|
| Ti-48Al-2Cr-2Nb            | 2.3               | 370                   | 488                   | PA/HIP/HE   |
| Ti-46.6Al-1.4Mn-2Mo        | 3.1               | 548                   | 606                   | BE/HE/HT    |
| Ti-45Al-1.6Mn              | 1.7               | 552                   | 692                   | BE/HE/HIP   |
| Ti-46.5Al-4(Cr, Nb, Ta, B) | >1.0              | 550                   | 620                   | PA/HR/HT    |

PA: prealloyed powder; HT: heat-treatment; HE: hot extrusion; BE: blended elemental powder; HR: hot rolling

基合金的粉末冶金方法都需要一定的后处理才能尽量消除合金的孔隙, 来提高断裂强度, 而 SPS 烧结不经过后处理即可达到 99% 以上的致密度。

### 3 结论

1) SPS 烧结时, 合金粉末已经发生  $\alpha_2 \rightarrow \gamma$  平衡相变, 主要相为大量  $\gamma$ -TiAl 相和  $\alpha_2$ -Ti<sub>3</sub>Al。1200 °C 时粉末内部有两种不同形态 B2 相, 分别是原始颗粒残留 B2 相和过饱和  $\gamma$  相平衡反应新生成平衡 B2 相, 随着烧结温度的增加, B2 相含量也随之增加。

2) 烧结温度为 1250 °C 时  $\gamma$  晶粒内有 B2 相析出,  $\alpha_2$  相、 $\beta$  相和  $\gamma$  相有如下晶体学关系:  $(0001)\alpha_2 // \{111\}\gamma // \{110\}\beta$ ,  $\langle 11\bar{2}0 \rangle \alpha_2 // \langle 1\bar{1}0 \rangle \gamma // \langle \bar{1}11 \rangle \beta$ ; 对 1300 °C 烧结样品分析表明在 SPS 制备 TiAl 合金中有形变诱导  $\alpha_2 \rightarrow \gamma$  相变以及形变孪晶产生。

3) 烧结温度为 1100 °C 时合金为双态组织, 此时合金晶粒细小, 且具有一定数量的细晶粒层片组织, 因此此时合金具有最优异的综合强度和韧性, 压缩和拉伸曲线表现相同的规律, 即具有最高的抗压缩断裂强度、抗拉伸断裂强度以及断裂应变, 分别为 2367 MPa、600 MPa 和 2.25%。

### 参考文献 References

[1] Matsugi K, Ishibashi N, Hatayama T et al. *Intermetallics*[J], 1996, 4(6): 467

[2] Xiao S L, Tian J, Li-Juan X U et al. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*[J], 2009, 19(6): 1427

[3] Mei B, Miyamoto Y. *Materials Chemistry and Physics*[J], 2002, 75(1-3): 291

[4] Lu X, He X B, Zhang B et al. *Journal of Alloys and Compounds* [J], 2009, 478(1-2): 225

[5] Couret A, Guy Molénat, Galy J et al. *Intermetallics*[J], 2008, 16(9): 1141

[6] Chen Y Y, Yu H B, Zhang D L et al. *Materials Science & Engineering: A (Structural Materials: Properties, Microstructure and Processing)*[J], 2009, 525(1-2): 166

[7] Yang F, Kong F T, Chen Y Y et al. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2010, 496(1-2): 466

[8] Jabbar H, Monchoux J P, Houdellier F et al. *Intermetallics*[J], 2010, 18(12): 2321

[9] Jabbar H, Couret A, Durand L et al. *Journal of Alloys & Compounds*[J], 2011, 509(41): 9835

[10] Jabbar H, Monchoux J P, Thomas M et al. *Acta Materialia*[J], 2011, 59(20): 7574

[11] Clemens H, Chladil H F, Wallgram W et al. *Intermetallics*[J], 2008, 16(6): 833

[12] Manna I, Pabi S K, Gust W et al. *International Materials Review*[J], 2001, 46 (2): 53

[13] Zhu H, Seo D Y, Maruyama K et al. *Philosophical Magazine Letters*[J], 2005, 85(7): 377

[14] Kim S W, Kumar K S, Oh M H et al. *Intermetallics*[J], 2007, 15: 9

[15] Liu Yong (刘咏), Huang Boyun (黄伯云), He Yuehui (贺跃辉) et al. *Journal of Aeronautical Materials*(航空材料学报)[J], 2001(04): 50

## Microstructural Evolution Mechanisms of TiAl Based Alloy Prepared by Spark Plasma Sintering

Yang Xin<sup>1,4</sup>, Ma Wenjun<sup>1</sup>, Wang Wanlin<sup>1</sup>, Kang Xinting<sup>2</sup>, Gu Wenping<sup>3</sup>, Liu Shifeng<sup>4</sup>, Tang Huiping<sup>2</sup>

(1. Xi'an University of Technology, Xi'an 710048, China)

(2. State Key Laboratory of Porous Metals Material, Northwest Institute for Nonferrous Metal Research, Xi'an 710016, China)

(3. Chang'an University, Xi'an 710064, China)

(4. Xi'an University of Architecture and Technology, Xi'an 710055, China)

**Abstract:** Using atomizing spherical Ti47Al2Cr2Nb0.2W prealloyed powder with plasma rotating electrode as starting material, TiAl-based alloy was prepared by SPS technology at different sintering temperatures (1100 °C, 1200 °C, 1250 °C, 1300 °C). The microstructure evolution of the pre-alloyed powder during densification was systematically studied by XRD, SEM and TEM and the effects of different sintering temperatures on mechanical properties were also investigated. The results show that when the sintering temperature exceeds 1200 °C, there is a small amount of high temperature residual B2 phase in the microstructure, and the  $\beta$  phase (B2 phase) content increases with the increase of sintering temperature. The alloy has the highest compressive fracture strength, tensile fracture strength and fracture strain at 1100 °C, which are 2367 MPa, 600 MPa and 2.25%, respectively. The  $\alpha_2$  phase,  $\beta$  phase and  $\gamma$  phase have the following crystallographic relationship:  $(0001)\alpha_2 // \{111\}\gamma // \{110\}\beta$ ,  $\langle 11\bar{2}0 \rangle \alpha_2 // \langle 1\bar{1}0 \rangle \gamma // \langle \bar{1}11 \rangle \beta$ . Deformation induced  $\alpha_2 \rightarrow \gamma$  phase transformation and deformation twin formation occur in the sample sintered at 1300 °C.

**Key words:** intermetallics; titanium aluminides; SPS; microstructure evolution; precipitation

---

Corresponding author: Kang Xinting, Professor, State Key Laboratory of Porous Metals Material, Northwest Institute for Nonferrous Metal Research, Xi'an 710016, P. R. China, Tel: 0086-29-86231095, E-mail: kxtfys@163.com