

纳米 Y_2O_3 对高 Nb-TiAl 合金高温抗蠕变性能的影响

肖树龙^{1,2}, 梁振泉^{1,2}, 王鑫^{1,2}, 郭应飞^{1,2}, 徐丽娟^{1,2}, 陈玉勇^{1,2}

(1. 哈尔滨工业大学 金属精密热加工国家级重点实验室, 黑龙江 哈尔滨 150001)

(2. 哈尔滨工业大学 材料科学与工程学院, 黑龙江 哈尔滨 150001)

摘要: 在不同温度、不同应力条件下对高 Nb-TiAl 合金进行蠕变测试, 结合扫描电子显微镜(SEM)、透射电子显微镜(TEM)等分析手段探究纳米 Y_2O_3 对 Ti-45Al-6Nb-2.5V 合金高温抗蠕变性能的影响。铸态高 Nb-TiAl 合金组织为 α_2/γ 层片结构, 纳米 Y_2O_3 的添加可显著细化合金组织并改善合金的高温拉伸性能。蠕变分析结果得出, 添加 0.15% (原子分数) 纳米 Y_2O_3 会显著改善 Ti-45Al-6Nb-2.5V 合金的抗蠕变性能, 在 800 °C/300 MPa 条件下, 合金稳态蠕变速率由 $2.389 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$ 降至 $1.500 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$; 在 850 °C/250 MPa 条件下, 合金的蠕变寿命由 14.10 h 延长至 61.50 h。添加纳米 Y_2O_3 提高合金蠕变抗力的机制是 Y_2O_3 与基体具有较高的结合强度, 可以有效阻碍位错运动, 减弱空洞萌生的倾向。经分析, 2 种合金在 800 °C/300 MPa 下的蠕变行为主要受位错攀移与孪晶控制, 蠕变损伤断裂机理为空洞萌生与裂纹扩展。

关键词: 高 Nb-TiAl 合金; 纳米 Y_2O_3 ; 抗蠕变性能; 损伤断裂机理

中图分类号: TG146.23

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2021)06-2177-09

TiAl 合金具有低密度、高比强度、高比刚度以及优异的高温抗氧化性和良好的抗蠕变等优点, 在航空航天高温结构部件领域极具发展潜力^[1-3]。但 TiAl 合金具有室温脆性大^[4]、热加工性能差^[5]等缺点, 限制了其在工程实际中的广泛应用。随着轻质耐高温结构材料的不断发展, 传统 TiAl 合金已无法满足使用要求。于是, 高 Nb-TiAl 合金应运而生。Chen 等开发的高 Nb-TiAl 合金可以有效提高合金的高温力学性能^[6,7]并改善合金组织的高温稳定性^[8]。同时, 高熔点元素 Nb 的添加将合金的使用温度提高了 60~100 °C, 从而使合金满足更高要求的服役条件。但是, Nb 作为 β 相稳定元素, 在合金凝固过程中会促进 β 相的稳定存在, 保留至室温即形成硬脆 B2 相, 这不仅会降低合金的室温塑性, 还会恶合金的抗蠕变性能^[9,10]。目前, 合金化是解决此类问题的有效途径之一^[11]。其中, 稀土元素 Y 能改善 TiAl 合金的综合力学性能^[12,13]。Y 在 TiAl 合金中会析出 YAl_2 、 Y_2O_3 等第二相, Y_2O_3 由于结构稳定而备受关注。部分研究者采用直接向 TiAl 合金中添加 Y_2O_3 的方法改善合金性能, 例如, Tian 等人^[14]研究表明 Y_2O_3 颗粒可促进 α 相的异质形核, 细化合金组织并改善 TiAl 合金塑性, 并且微米级的 Y_2O_3 会通过析出强化作用提高合金强度; 周俊^[15]研究发现 Y_2O_3 可通过改善氧化层结构, 促进生成

Al_2O_3 , 以及抑制 TiAl 合金氧化过程中氧化物形态的恶化来提高合金的高温抗氧化性。Guo 等人^[16]向 Ti-48Al-6Nb 合金中添加 0.05% Y_2O_3 (原子分数), 通过细晶强化与第二相强化作用获得了较好的室温抗拉强度与延伸率, 分别为 611 MPa, 0.79%。综上所述, 直接添加 Y_2O_3 可以在一定程度上改善 TiAl 合金综合力学性能。

作为极具潜力的高温结构材料, 高 Nb-TiAl 合金的抗蠕变性能是其实际应用中重要的衡量指标之一。TiAl 合金的抗蠕变性能与组织结构及变形机制密切相关。在组织结构方面, 研究表明^[17], 相比于双态组织或等轴近 γ 组织, 片层组织具有更长的蠕变寿命及更低的稳态蠕变速率, 这是由于如果晶界处 γ 相体积分数太大, 蠕变造成的应力集中会促进 γ 相发生动态再结晶, 加快稳态蠕变速率, 恶化抗蠕变性能。在变形机制方面, 合金成分与蠕变条件是控制蠕变行为的重要因素。比如, 田素贵等人^[18]通过对 TiAl-Nb 合金进行 W、B、Y 微合金化处理获得了较高的蠕变抗力, 其蠕变机制为位错剪切层片 α_2/γ 相, 使得大量位错相互作用促进位错攀移; 齐立春等人^[19]对 Ti-47.5Al-6(Cr, Nb, W, Si, B)合金进行蠕变研究, 发现在 200 MPa、700~800 °C 范围内的蠕变行为受原子扩散过程控制; 而在 760 °C、100~150 MPa 范围内,

收稿日期: 2020-06-15

基金项目: 国防基础科研项目子课题 (JCKYS2019603C018)

作者简介: 肖树龙, 男, 1976 年生, 博士, 副教授, 哈尔滨工业大学材料科学与工程学院, 黑龙江 哈尔滨 150001, 电话: 0451-86418802, E-mail: xiaoshulong@hit.edu.cn

蠕变机制为高密度界面滑移，当在 760 °C、150~200 MPa 条件下，蠕变机制又变为位错攀移。

目前，向合金中直接添加 Y₂O₃，使其作为增强相对高 Nb-TiAl 合金抗蠕变性能影响的相关研究甚少。据此，本研究在 800~900 °C、250~300 MPa 的蠕变条件下对高 Nb-TiAl 合金进行蠕变行为测试，结合蠕变后的组织形貌观察，探究纳米 Y₂O₃ 对高 Nb-TiAl 合金抗蠕变性能的影响及合金的蠕变变形与断裂机制。

1 实验

本实验采用水冷铜坩埚真空感应熔炼炉制备 Ti-45Al-6Nb-2.5V 和 Ti-45Al-6Nb-2.5V-0.15Y₂O₃ (原子分数，%下同) 2 种合金铸锭(以下简称“45Al”、“45Al-Y₂O₃”合金)。实验原材料包括高纯钛棒(99.9%)、高纯铝锭(99.9%)、Al-Nb 中间合金(58.2%Nb, 质量分数)、Al-V 中间合金(72.5%V, 质量分数)以及纳米 Y₂O₃ 粉末(纯度为 99.9%、粒径约为 30 nm)。为避免纳米 Y₂O₃ 发生严重的团聚长大现象，在基体合金熔化后，再向熔体中加入纳米 Y₂O₃。之后利用电火花线切割对试样进行加工，分别切取 10 mm×10 mm×5 mm 的组织试样、标距段为 5 mm×20 mm×2 mm 的高温拉伸试样以及标距段为 5 mm×10 mm×2 mm 的蠕变试样。试验之前，试样需依次经过 240#、600#、1000#、2000#水砂纸预磨处理，磨至试样表面光亮且无明显划痕即可。对于组织试样还需要进行约 80 s 的电解抛光处理，抛光液成分为 60%甲醇+30%正丁醇+10%高氯酸(体积分数)，电解抛光后使用 Kroll 腐蚀液对样品进行腐蚀，Kroll 腐蚀液成分为 3%HF+5%HNO₃+92%H₂O (体积分数)。

在 AG-X Plus 250kN/50kN 电子万能试验机上分别进行 800、850、900 °C 高温拉伸试验，拉伸速率为 0.05 mm/min；在 RDL100 电子蠕变试验机上进行蠕变试验，试验温度分别为 800、850、900 °C，试验应力为 250、300 MPa。随后通过能谱分析(EDS)仪测定合金成分；使用荷兰 Panalytical 分析仪器公司生产的 X 射线衍射(X' PERT)仪进行物相鉴定；通过 CLEMEX 全自动显微硬度仪、SUPRA55 SAPPHERE 场发射扫描电子显微镜(SEM)观察合金显微组织及蠕变变形区域组织，并基于光学金相照片通过截线法测量合金的平均晶粒尺寸；使用 Talos F200x 透射电子显微镜观察蠕变变形组织形貌。

2 结果与讨论

2.1 相组成及显微组织分析

对 45Al 和 45Al-Y₂O₃ 合金进行 XRD 物相分析，

其衍射图谱如图 1 所示。由 XRD 图谱分析得出，2 种合金组织均主要由 γ 相、 α_2 相及 B2 相组成。其中，B2 相为高温无序 β 相的室温有序化结构。此外，由于 Y₂O₃ 添加量少，并未寻得其对应的衍射峰。

随后利用光学显微镜和扫描电子显微镜对 2 种合金组织分别进行观察，得到各自的 OM 照片及 SEM 照片如图 2 所示。图 2a、2b 分别是 45Al、45Al-Y₂O₃ 合金的 OM 照片，二者均为典型的近片层组织，由 α_2 与 γ 相交替排布形成，不同取向的片层团之间存在锯齿状晶界。对比发现，添加纳米 Y₂O₃ 后，合金平均片层团尺寸由 480 μm 减小至 220 μm ，表明 0.15% 纳米 Y₂O₃ 的添加会显著细化合金组织。图 2c、2d 分别是 45Al、45Al-Y₂O₃ 合金的 SEM 照片，在图 2d 的晶界处发现 γ 相，如图中箭头所示，该相在高温下可以协调晶粒变形。对图 2c、2d 中 1、2、3 点进行 EDS 成分分析，结果如表 1 所示。其中，1 点 Al 含量偏高，呈黑色衬度，为 Al 偏析区域；2 点 Al 含量偏低，但 Nb、V 2 种 β 相稳定元素含量偏高，说明凝固过程中二者在此处发生局部偏聚，判断 2 点为 B2 相，又由于其存在于晶粒内部，故 2 号点为 α 偏析；3 号点成分主要为 Y、O 元素，判断此亮白色颗粒为 Y₂O₃，但由于 EDS 分析对 O 元素测量存在误差，使得 Y、O 含量比例偏低。Y₂O₃ 既分布于晶内，又部分存在于晶界处；既有圆球颗粒状，也有长条状，并且部分 Y₂O₃ 颗粒尺寸达到微米级。Barbosa 等人^[20]认为在热力学上 Y₂O₃ 比较稳定，Y、O 原子亲和力较强，不易在 TiAl 合金熔体中发生反应。据此推测此研究中尺寸较大的 Y₂O₃ 颗粒是由于外加的纳米 Y₂O₃ 在熔炼过程中发生局部团聚形成的。

2.2 高温拉伸性能

45Al、45Al-Y₂O₃ 合金在 800、850、900 °C 的拉伸性能如表 2 所示。对比发现，在此温度范围内，

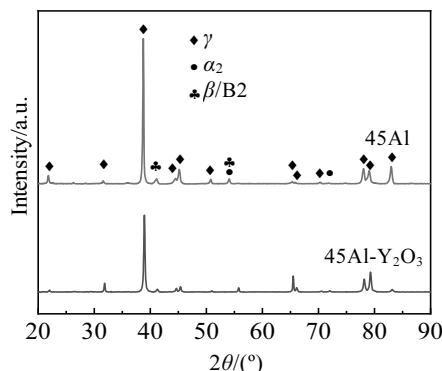


图 1 45Al 和 45Al-Y₂O₃ 合金的 XRD 图谱

Fig.1 XRD patterns of 45Al and 45Al-Y₂O₃ alloys

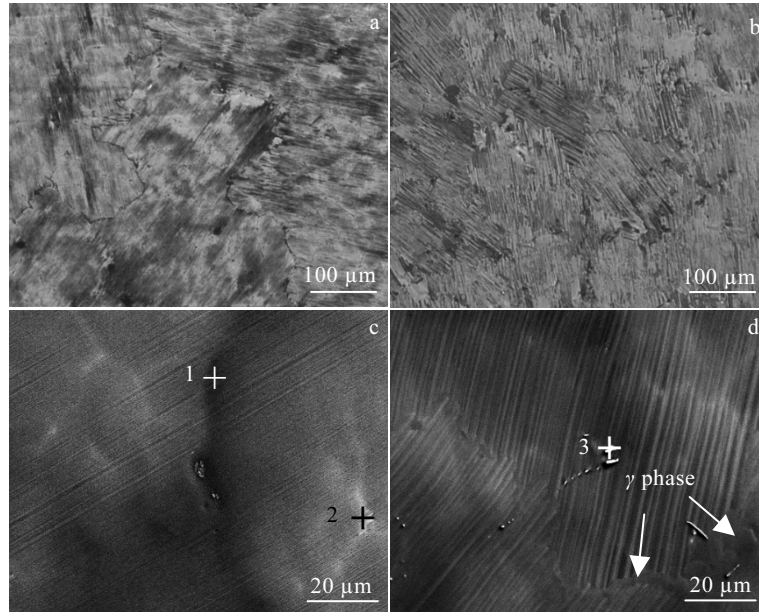


图 2 45Al 和 45Al-Y₂O₃ 合金显微组织

Fig.2 OM (a, b) and SEM (c, d) microstructures of 45Al (a, c) and 45Al-Y₂O₃ (b, d) alloys

表 1 图 2c、2d 中不同位置点的 EDS 成分分析结果

Table 1 EDS analysis results of different points in Fig.2c and 2d (at%)

Point	Ti	Al	Nb	V	Y	O
1	46.63	47.55	3.40	2.43	-	-
2	48.39	38.94	7.64	5.04	-	-
3	13.17	14.42	-	0.62	22.79	49.01

表 2 45Al 和 45Al-Y₂O₃ 合金在不同温度下的高温拉伸性能

Table 2 High temperature tensile properties of 45Al and 45Al-Y₂O₃ alloys at different temperatures

Alloy	800 °C		850 °C		900 °C	
	σ /MPa	δ /%	σ /MPa	δ /%	σ /MPa	δ /%
45Al	579	8.1	590	9.2	545	9.1
45Al-Y ₂ O ₃	747	14.1	668	22.7	597	22.5

45Al-Y₂O₃ 合金的高温拉伸性能明显优于 45Al 合金, 当温度由 800 °C 升至 900 °C 时, 45Al-Y₂O₃ 合金的抗拉强度比 45Al 合金分别提高了 168、78、52 MPa; 延伸率分别提高了 6%、13.5%、13.4%。结果表明, 添加 0.15%Y₂O₃ 会显著提高高 Nb-TiAl 合金的极限抗拉强度和延伸率, 这是因为 Y₂O₃ 的添加不仅细化了合金组织, 还引入了硬质增强相颗粒, 可以通过细晶强化与第二相强化的共同作用来改善合金的高温拉伸性能。此外, 对不同温度下合金性能提升的幅度分析得出, 随着温度的升高, 45Al-Y₂O₃ 合金的极限抗拉强度增幅明显降低, 而延伸率先显著升高而后微弱下降, 说明纳米 Y₂O₃ 的强化效应随着温度的升高逐渐减弱。

2.3 高温抗蠕变性能

2.3.1 不同应力下的合金抗蠕变性能

2 种合金在 800 °C 下分别施加 250、300 MPa 应力测定的蠕变曲线如图 3 所示。蠕变在 800 °C 大气环境中进行 100 h 后停止, 在此过程中只有 45Al 合金在 800 °C、300 MPa 条件下断裂, 蠕变寿命为 44.70 h, 其余测试均未发生断裂现象。由图 3 可知, 当蠕变应力为 250 MPa 时, 45Al、45Al-Y₂O₃ 合金的初始蠕变应变分别为 2.34%、2.28%; 当蠕变应力为 300 MPa 时, 45Al、45Al-Y₂O₃ 合金的初始蠕变应变分别为 3.43%、3.41%。结果表明, 当蠕变应力相同时, 2 种合金的初始蠕变应变基本一致, 说明添加 Y₂O₃ 对初始蠕变阶段影响甚微。

图 4 为 2 种合金在不同测试条件下的蠕变速率-时间曲线。从图中可以直观判断出 2 种合金在 800 °C 及不同

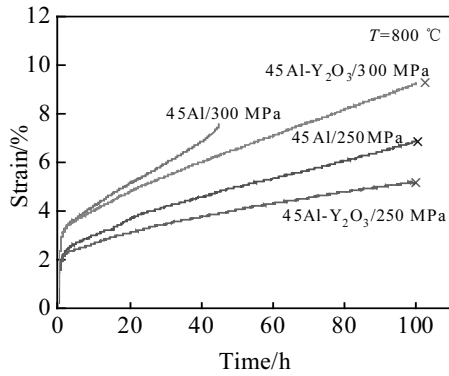


图 3 2 种合金在 800 °C 不同应力下测定的蠕变曲线

Fig.3 Creep curves of two alloys at 800 °C with different stresses

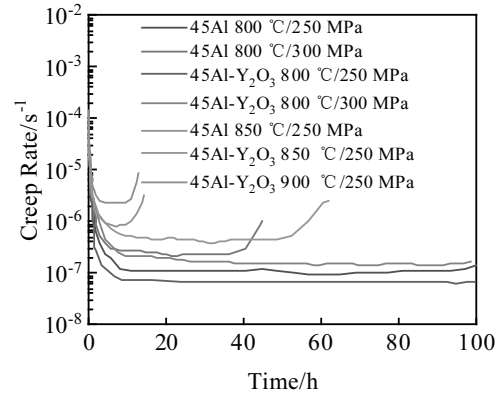


图 4 2 种合金在不同测试条件下的蠕变速率-时间曲线

Fig.4 Creep rate-time curves of two alloys under different test conditions

表 3 45Al 和 45Al-Y₂O₃ 合金的蠕变参数

Table 3 Creep parameters of 45Al and 45Al-Y₂O₃ alloys

Alloy	Test parameters	Steady-state creep rate/ $\times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$	Statistical error/%	Creep time/h	Creep results
45Al	800 °C/250 MPa	1.056	5.75	100.00	Unbroken
	800 °C/300 MPa	2.389	2.92	44.70	Broken
	850 °C/250 MPa	-	-	14.10	Broken
45Al-Y ₂ O ₃	800 °C/250 MPa	0.694	3.10	100.00	Unbroken
	800 °C/300 MPa	1.500	5.20	100.00	Unbroken
	850 °C/250 MPa	4.472	4.10	61.50	Broken
	900 °C/250 MPa	-	-	12.53	Broken

应力测试条件下均存在明显的“平台”，但有上下波动，当允许误差范围在 6%以内时，可以认为该“平台”为稳态蠕变阶段。通过计算得到不同测试条件下的合金蠕变参数如表 3 所示，当 800 °C/250 MPa 时，45Al、45Al-Y₂O₃ 的稳态蠕变速率分别为 1.056×10^{-7} 、 $0.694 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$ ，后者比前者降低了 34.2%；当 800 °C/300 MPa 时，45Al、45Al-Y₂O₃ 的稳态蠕变速率分别为 2.389×10^{-7} 、 $1.500 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$ ，后者比前者降低了 37.2%，表明 0.15% Y₂O₃ 的添加可以显著降低高 Nb-TiAl 合金的稳态蠕变速率，改善合金抗蠕变性能。同时表明，随着应力的增大，合金的抗蠕变性能变差。

2.3.2 不同温度下的合金抗蠕变性能

2 种合金在 250 MPa 下分别升温至 800、850、900 °C 进行蠕变，蠕变曲线如图 5 所示。鉴于 45Al 合金在 850 °C 时抗蠕变性能较差，对其进行 900 °C 蠕变实验意义不大，故在 900 °C 时，只对 45Al-Y₂O₃ 合金进行蠕变试验。当温度高于 800 °C 时，合金均在 100 h 内发生断裂。由图 4 可知，850 °C 下的 45Al 合金与 900 °C 下的

45Al-Y₂O₃ 合金“平台”持续时间较短且蠕变速率较大，认为其不存在稳态蠕变阶段。由表 3 可知，当温度升高时，合金的抗蠕变性能逐渐恶化。当应力为 250 MPa，温度由 800 °C 升至 850 °C 时，45Al-Y₂O₃ 合金的稳态蠕

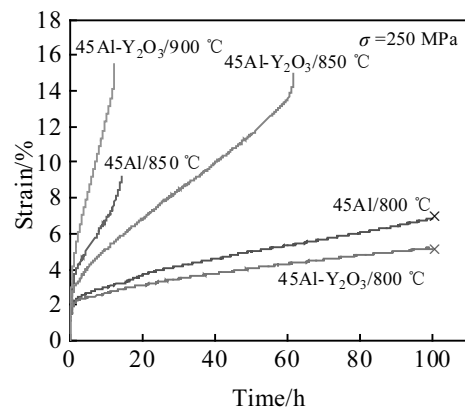


图 5 2 种合金在 250 MPa、不同温度下测定的蠕变曲线

Fig.5 Creep curves of two alloys at 250 MPa and different temperatures

变速率由 $0.694 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$ 增至 $4.472 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$; 继续升温至 $900 \text{ }^\circ\text{C}$ 时, 合金不存在稳态蠕变阶段, 直接由初始蠕变阶段进入加速蠕变阶段, 并且蠕变寿命骤减至 12.53 h , 合金的抗蠕变性能表现出强烈的温度敏感性。此外, 45Al 合金在 $850 \text{ }^\circ\text{C}$ 时就已没有稳态蠕变阶段, 并且蠕变寿命仅为 14.10 h , 与 $45\text{Al}-Y_2O_3$ 合金在 $900 \text{ }^\circ\text{C}$ 时的抗蠕变性能相近, 从而表明 Y_2O_3 可在一定程度上降低温度对合金抗蠕变性能的影响。

2.4 蠕变变形区域组织分析

2 种合金在 $800 \text{ }^\circ\text{C}$ 及不同应力下蠕变后的变形区域组织如图 6 所示。图 6a、6b 分别是 45Al 、 $45\text{Al}-Y_2O_3$ 合金在 250 MPa 下蠕变的变形区域组织。与图 6b 相比, 图 6a 中较多部位发生了层片组织弯曲现象, 宏观上表现为 45Al 合金具有较大的变形量, 与图 3 中 45Al 合金在 250 MPa 时的较大应变量相对应。同时图 6a 中存在较多的孔洞, 使得合金实际承载面积大幅减小, 承担应力增大, 导致稳态蠕变速率加快; 而图 6b 中仅在 Y_2O_3 颗粒附近发现了微裂纹, 基体组织中并未发现明显的孔洞或裂纹, 说明 Y_2O_3 可以减弱基体层片组织中出现孔洞的倾向, 保证基体组织的完整性, 从而使合金保持较低的稳态蠕变速率。图 6c、6d 分别是 45Al 、 $45\text{Al}-Y_2O_3$ 合金在 300 MPa 下蠕变的变形区域组织。图 6c 为靠近断口区域的组织形貌, 可看到明显的主裂纹; 图 6d 为蠕变

试样中间区域, 组织形貌变化较大, 但由于 $45\text{Al}-Y_2O_3$ 合金在此条件下尚未断裂, 故图 6d 中不存在主裂纹。图 6c 中标注出了应力轴的方向, 如白色双箭头所示, 其中, 二次裂纹的扩展方向与应力轴接近垂直, 如图中白色箭头所指, 这是由于与应力轴垂直的 α_2/γ 相界在应力集中的作用下极易萌生微裂纹, 在持续拉应力作用下, 裂纹不断向外扩展, 当裂纹两侧尖端遇到其他取向的片层团时, 会因阻碍作用而改变扩展方向, 直至能量不足而使裂纹扩展停止。图 6d 中晶界开始出现孔洞及微裂纹, 表明 Y_2O_3 只能暂时延缓基体组织受损, 当应力增大时, 孔洞就开始在合金的脆弱部位形核, 如图 6d 中白色虚线所示, 尤其在多个晶粒交汇处更易产生孔洞, 这是由于三叉晶界处组织不均匀, 偏析较严重, 同时蠕变过程中各晶粒的变形不协调加速了孔洞的萌生。

图 7 是 $45\text{Al}-Y_2O_3$ 合金在 250 MPa 及不同温度条件下蠕变后的变形区域组织。其中, 图 7a、7b 分别是合金在 $850 \text{ }^\circ\text{C}/250 \text{ MPa}$ 下的蠕变组织, 图 7c、7d 分别是合金在 $900 \text{ }^\circ\text{C}/250 \text{ MPa}$ 下的蠕变组织。4 幅图均为靠近断口区域的组织。从图 7a 中可以看到较多的裂纹和孔洞, 均分布于晶界附近, 这是由于高温下, 位错有更大的热激活能, 能量足以越过 Y_2O_3 而继续向前运动, 极易在晶界处塞积形成应力集中。图 7b 是图 7a 方框的局部放大图, 此二次裂纹周围的层片组织均发生明显的弯曲变

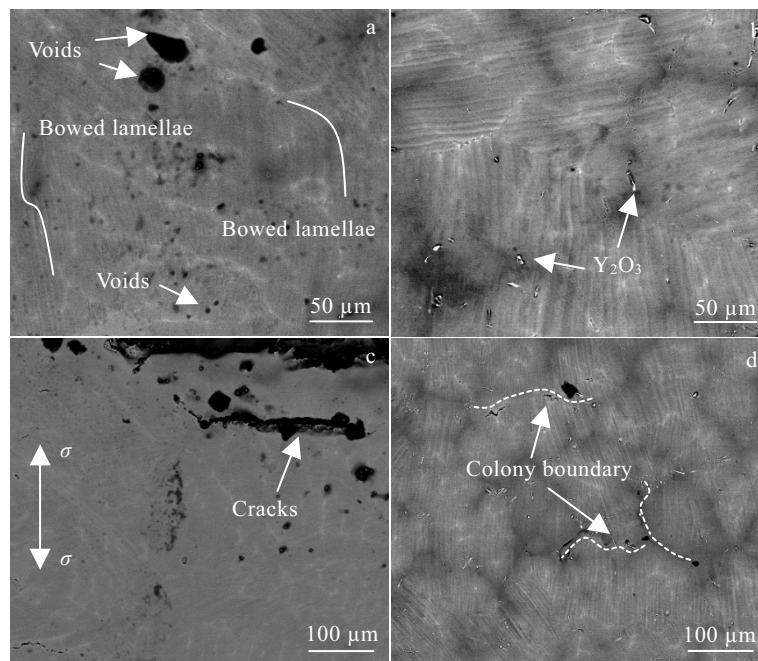


图 6 2 种合金在 $800 \text{ }^\circ\text{C}$ 及不同应力下蠕变的变形区域组织

Fig.6 Microstructures of two alloys after creep tests at $800 \text{ }^\circ\text{C}$ with different stresses: (a) $45\text{Al}/250 \text{ MPa}$; (b) $45\text{Al}-Y_2O_3/250 \text{ MPa}$; (c) $45\text{Al}/300 \text{ MPa}$; (d) $45\text{Al}-Y_2O_3/300 \text{ MPa}$

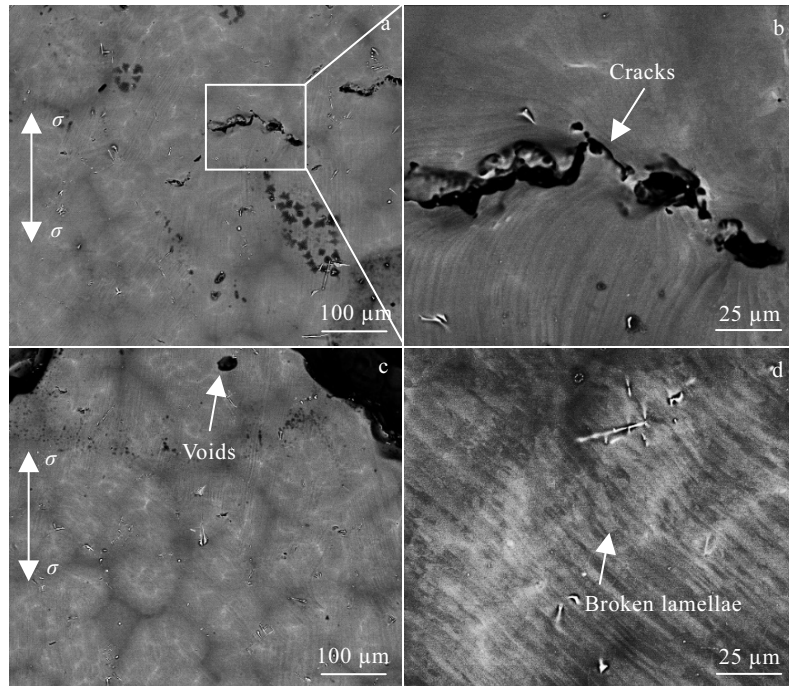


图 7 45Al-Y₂O₃ 合金在 250 MPa 及不同温度下的蠕变变形区域组织

Fig.7 Microstructure of 45Al-Y₂O₃ alloys after creep tests at 250 MPa with different temperatures: (a, b) 850 °C and (c, d) 900 °C

形现象，这是由于在持续拉应力的作用下，合金各层片团组织首先发生不同程度的弯曲现象，在其交汇处产生严重的应力集中，而在 850 °C 的高温下晶界强度较低，故通过萌生孔洞以释放应力，之后孔洞贯通，向外扩展形成裂纹，同时由于消耗了大量能量而延缓了蠕变断裂的发生。对图 7c 整体分析发现，合金中并未发现大量明显的裂纹或孔洞，且断口边缘较为光滑，说明主裂纹扩展较为容易，因此在此条件下的蠕变寿命仅有 12.53 h。对图 7d 观察可见，合金组织中出现了大量碎化组织，这是由于温度升至 900 °C 时，晶内强度进一步降低，当相界产生应力集中时极有可能达到片层抗拉强度，通过折断片层而释放应力，故合金来不及萌生孔洞便断裂。这正是 45Al-Y₂O₃ 合金在 900 °C 比 850 °C 蠕变寿命更短的原因。

综上所述，2 种合金的损伤断裂机制均为位错塞积引起应力集中，孔洞在合金薄弱部位处形核，并在拉应力的持续作用下发生长大现象，相邻的孔洞连接贯通形成微裂纹，之后扩展直至合金失稳断裂。而 Y₂O₃ 可以改善合金抗蠕变性能的原因是 Y₂O₃ 颗粒能够有效阻碍位错运动，从而减弱了位错在层片中的扩展，使得基体中不易萌生孔洞或裂纹。

2.5 蠕变变形机制

图 8 为 45Al 合金在 800 °C/300 MPa 条件下蠕变后

的组织形貌。图 8a 为 45Al 合金 α₂ 与 γ 相交替排布的层片结构形貌，其中，颜色较暗的层片为 α₂ 相、颜色较亮的层片为 γ 相。γ 层片内存在大量位错，并在相界塞积，当应力大于 α₂ 与 γ 相的界面结合强度时，宏观上则表现为层片团内部产生孔洞或裂纹。图 8b 为纳米孪晶结构，右上角插图为孪晶的高分辨率图像，纳米孪晶结构不仅会阻碍位错运动，还能在孪晶界容纳大量位错，改善合金的强塑性。

图 9 为 45Al-Y₂O₃ 合金在 800 °C/300 MPa 条件下蠕变后的组织形貌。图 9a 为 45Al-Y₂O₃ 合金的层片结构，较宽的是 γ 相，较窄的是 α₂ 相，同样地，发现大量位错剪切进入层片组织。图 9b 为纳米 Y₂O₃ 结构，由于其硬质特点，位错难以直接切过 Y₂O₃ 颗粒而向前运动，故在其与基体的界面处塞积，形成高密度位错网，暂时阻碍了位错在层片团内部的攀移，延缓了晶界处由于位错塞积造成的应力集中而产生孔洞，但这导致极易在 Y₂O₃ 与基体界面处产生微裂纹，如图 9b 中白色箭头所示。同时，Y₂O₃ 颗粒附近出现了局部孪晶，推测其为高密度位错网诱发产生，说明 Y₂O₃ 能间接促进孪晶的产生，从而进一步阻碍位错运动，起到强化作用。此外，图 9b 中白色虚线圈表示 Y₂O₃ 与基体的界面部位，由于 Y₂O₃ 能作为高温 α 相的异质形核核心^[13]，所以二者结合较好，未发现明显的界限，保证了界面具有一定的结合强度，

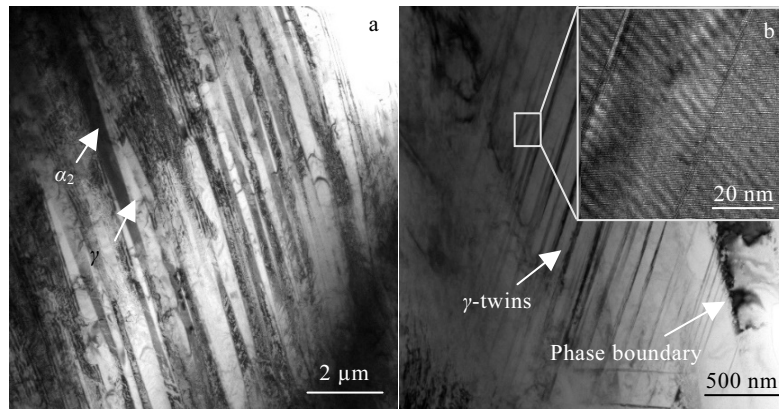


图 8 45Al 合金在 800 °C/300 MPa 条件下蠕变后的 TEM 组织形貌

Fig.8 TEM images of 45Al alloy after creep tests at 800 °C/300 MPa: (a) lamellar phase and (b) nanometer twins

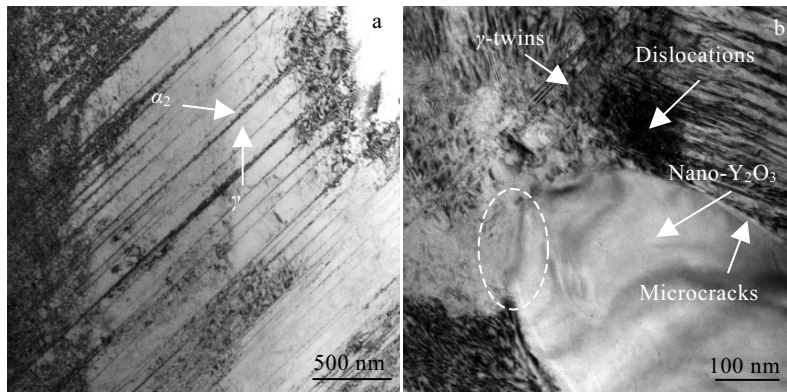


图 9 45Al- Y_2O_3 合金在 800 °C/300 MPa 条件下蠕变后的组织形貌

Fig.9 TEM images of 45Al- Y_2O_3 alloy after creep tests at 800 °C/300 MPa: (a) lamellar phase and (b) dislocations and twins around nano Y_2O_3

减少了在界面处萌生孔洞的数量。

由之前的研究^[21]可知, 45Al 合金与 45Al- Y_2O_3 合金的应力指数分别为 4.03 和 3.09, 根据应力指数推断位错攀移为蠕变变形速率的主要控制机制, 同时结合上述的蠕变组织形貌分析得知 2 种合金在 800 °C/300 MPa 条件下的蠕变变形机制为位错攀移与孪晶。位错剪切进入层片组织, 在相界及晶界处塞积, 形成应力集中, 促进孔洞形核; 同时, 高密度位错之间发生相互作用, 诱发产生孪晶组织, 既阻碍了位错运动, 又能进一步容纳位错, 发生位错缠结, 促进位错攀移。位错攀移是 TiAl 合金中很重要的蠕变变形机制之一。Beddoes 等人^[22]研究表明 TiAl 合金在高温(≥ 700 °C)、高应力(≥ 200 MPa)范围内的蠕变行为受位错攀移控制, 这恰好与本研究的蠕变机制相呼应。此外,

何素芳等人^[23]发现 Ti-45Al-9(Nb, W, B, Y)合金在 760~815 °C、80~300 MPa 的条件下蠕变行为受位错攀移控制; 李书江等人^[24]研究的 Ti-46Al-8.5Nb-0.1C-0.2B 合金在 760~815 °C、140~400 MPa 条件下的蠕变机制为位错攀移机制, 其抗蠕变性能明显优于同等条件下的其它合金。经分析, Y_2O_3 之所以能改善合金抗蠕变性能, 源于 Y_2O_3 与基体的界面强度较高, 足以承受位错塞积造成的应力集中, 因此形成位错网, 诱发产生孪晶组织而起到强化作用。

3 结 论

1) Ti-45Al-6Nb-2.5V 和 Ti-45Al-6Nb-2.5V-0.15 Y_2O_3 合金均为典型的近片层组织, 由 α_2 相与 γ 相交替排布形成, 晶界为 γ 相。对比发现, 0.15% Y_2O_3 的添加使合金

平均片层团尺寸显著减小,并且在凝固过程中形成 Y_2O_3 颗粒,在细晶强化及第二相强化的共同作用下高 Nb-TiAl 合金的极限抗拉强度和延伸率显著提高,但 Y_2O_3 的强化作用会随着温度的升高而减弱。

2) 无论是升高温度或增大应力,高 Nb-TiAl 合金的抗蠕变性能均变差,而 Y_2O_3 能减小稳态蠕变速率,提高合金的抗蠕变能力。这主要是因为 Y_2O_3 能通过暂时阻碍位错向片层团内部运动的方式,减小晶界处萌生孔洞的倾向。

3) 2 种合金在 800 °C/300 MPa 下的蠕变变形机制均为大量位错剪切进入层片组织,诱发产生孪晶,在孪晶界进一步阻碍位错运动并容纳更多位错,位错之间的相互作用又引起局部位错攀移,概括为位错攀移与孪晶。蠕变的损伤断裂机制为合金薄弱部位萌生孔洞,相邻孔洞贯通形成微裂纹并进一步扩展,最终使合金发生断裂。

参考文献 References

- [1] Appel F, Brossmann U, Christoph U *et al.* *Advanced Engineering Materials*[J], 2000, 2(11): 699
- [2] Lin Junpin(林均品), Chen Guoliang(陈国良). *Materials China*(中国材料进展)[J], 2009, 28(1): 31
- [3] Chen Yuyong(陈玉勇), Jia Yi(贾 懿), Xiao Shulong(肖树龙) *et al.* *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2013, 49(11): 1281
- [4] Lin Junpin(林均品), Zhang Laiqi(张来启), Song Xiping(宋西平) *et al.* *Materials China*(中国材料进展)[J], 2010, 29(2): 1
- [5] Li Jinshan(李金山), Zhang Tiebang(张铁邦), Chang Hui(常辉) *et al.* *Materials China*(中国材料进展)[J], 2010, 29(3): 1
- [6] Zhang Weijun, Chen Guoliang, Wang Yandong *et al.* *Scripta Metallurgica et Materialia*[J], 1993, 28(9): 1113
- [7] Bystrzanowski S, Bartels A, Clemens H *et al.* *Intermetallics*[J], 2008, 16(5): 717
- [8] Liu Z C, Lin J P, Li S J *et al.* *Intermetallics*[J], 2002, 10(7): 653
- [9] Li Wei, Liu Jie, Zhou Yan *et al.* *Scripta Materialia*[J], 2016, 118: 13
- [10] Clemens H, Mayer S. *Advanced Engineering Materials*[J], 2013, 15(4): 191
- [11] Sun Fusheng, Cao Chunxiao, Yan Minggao *et al.* *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2001, 32(7): 1573
- [12] Xiao Shulong, Xu Lijuan, Yu Hongbao *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*[J], 2013, 42(1): 23
- [13] Wu Y, Hwang S K. *Acta Materialia*[J], 2002, 50(6): 1479
- [14] Tian Jing, Zhang Dongdong, Chen Yuyong *et al.* *Vacuum*[J], 2019, 170: 108 779
- [15] Zhou Jun(周 俊). *Thesis for Master*(硕士论文)[D]. Harbin: Harbin Institute of Technology, 2018
- [16] Guo Yingfei, Chen Yuyong, Xiao Shulong *et al.* *Materials Science & Engineering A*[J], 2020, 794: 139 803
- [17] Lin Jianguo(林建国), Zhang Yonggang(张永刚), Chen Changqi(陈昌麒). *Journal of Beijing University of Aeronautics and Astronautics*(北京航空航天大学学报)[J], 1998, 24(6): 734
- [18] Tian Sugui(田素贵), Lv Xiaoxia(吕晓霞), Yu Huichen(于慧臣) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2016, 45(11): 2835
- [19] Qi Lichun(齐立春), Li Zhenxi(李臻熙), Huang Xu(黄旭). *Chinese Journal of Rare Metals*(稀有金属)[J], 2006, 30(S2): 18
- [20] Barbosa J, Ribeiro C S, Monteiro A C. *Intermetallics*[J], 2007, 15(7): 945
- [21] Xiao Shulong, Guo Yingfei, Liang Zhenquan *et al.* *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2020, 825: 153 852
- [22] Beddoes J, Wallace W, Zhao L. *International Materials Reviews*[J], 1995, 40(5): 197
- [23] He Sufang(何素芳), Lin Junpin(林均品), Xu Xiangjun(徐向俊) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2006, 35(2): 257
- [24] Li Shujiang(李书江), Liu Zicheng(刘自成), Lin Junpin(林均品) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2002, 31(1): 31

Effect of Nano Y_2O_3 on High Temperature Creep Properties of High Nb Containing TiAl Alloy

Xiao Shulong^{1,2}, Liang Zhenquan^{1,2}, Wang Xin^{1,2}, Guo Yingfei^{1,2}, Xu Lijuan^{1,2}, Chen Yuyong^{1,2}

(1. National Key Laboratory for Precision Hot Processing of Metals, Harbin Institute of Technology, Harbin 150001, China)

(2. School of Materials Science and Engineering, Harbin Institute of Technology, Harbin 150001, China)

Abstract: Creep tests of high Nb containing TiAl alloy were carried out at different temperatures with various stresses by SEM, TEM and other analytical methods. The effect of nano Y_2O_3 on high temperature creep performance of Ti-45Al-6Nb-2.5V alloy was explored. The microstructure of the as-cast high Nb containing TiAl alloy consists of α_2/γ lamellar structure. In addition, the microstructure was refined significantly and the high temperature tensile properties were improved with the addition of Y_2O_3 . The results show that the creep resistance of Ti-45Al-6Nb-2.5V alloy is considerably improved after adding 0.15at% nano Y_2O_3 , the steady-state creep rate at 800 °C/300 MPa decreases from 2.389×10^{-7} to $1.500 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$, and the creep life of Ti-45Al-6Nb-2.5V alloy at 850 °C/250 MPa increases from 14.10 to 61.50 h. The mechanism of adding nano Y_2O_3 to improve creep resistance is that Y_2O_3 has high bonding strength with the matrix, which can effectively hinder the movement of dislocations and weaken the tendency of cavities to initiate. After analysis, the creep behaviors of the two alloys at 800 °C/300 MPa are mainly controlled by dislocation climbing and twinning, and the creep damage and fracture mechanisms are initiation of voids and propagation of cracks.

Key words: high Nb containing TiAl alloy; nano Y_2O_3 ; creep performance; damage and fracture mechanisms

Corresponding author: Xiao Shulong, Ph. D., Associate Professor, School of Materials Science and Engineering, Harbin Institute of Technology, Harbin 150001, P. R. China, Tel: 0086-451-86418802, E-mail: xiaoshulong@hit.edu.cn