

DOI: 10.12442/j.issn.1002-185X.20240784

热处理对含锰 β 型 γ -TiAl 合金组织和力学性能的影响

陈传毅^{1,2} 郝俊杰² 舒磊² 陈波² 牛红志¹ 李小兵^{*2} 刘奎²

(1 东北大学 材料科学与工程学院 沈阳 110819)

(2 季华实验室 佛山 528200)

摘要: β 型 γ -TiAl 合金由于不发生包晶转变, 成分偏析小, 表现出良好的热加工性和高温性能。Mn 作为一种低成本的强 β 相稳定元素, 对发展低成本、易变形的 β 型 γ -TiAl 合金发挥着重要作用。本文以一种低成本、易变形的 Ti-44Al-3Mn-0.4Mo-0.4W-0.1B-0.1C 合金 (at.%) 为研究对象, 利用真空感应熔炼及常规热轧工艺制备了直径为 12 mm 的棒材, 采用电子探针 (EPMA)、透射电子显微镜 (TEM)、电子背散射衍射 (EBSD) 等检测手段, 研究了 1270 °C、1220 °C、1170 °C 高温处理对合金棒材的组织与力学性能的影响规律。结果表明, 热处理后合金的显微组织均由 γ 、 α_2 、 β_0 三相组成。在相同时效制度条件下, 随着高温处理温度的降低, 合金中 α_2/γ 片层含量明显减少, 且片层晶团尺寸和片层间距显著降低。拉伸性能测试表明, 随着高温处理温度的下降, 三种组织的室温和 800 °C 拉伸强度均降低。室温条件下, 三种热处理延伸率呈现先增加后降低的趋势, 数值均处于 0.5~1.0% 范围; 800 °C 条件下, 三种热处理延伸率存在明显差异, 随着等轴 γ 相含量的增加, 合金延伸率随之增加。对比 1270 °C 高温处理, 1220 °C 热处理试样的延伸率提高了 280%, 1170 °C 热处理后提高了 480%。这是由于相较室温拉伸, 在高温拉伸时, 等轴 γ 相的变形能力大大增强, β_0 相内位错开动较多, 并且 γ/γ 和 α_2/γ 界面会阻碍孪晶和位错的运动。论文还对不同热处理组织演变行为与规律、组织与力学性能关系进行了深入讨论。

关键词: β 型 γ -TiAl 合金; 低成本; 热处理; 显微组织; 拉伸性能

中图分类号: TG146.23

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2017)0?-0??-0?

γ -TiAl 基金属间化合物是一种轻质高温材料, 具有密度低 (~4g/cm³)、高比强度、抗蠕变性能和抗氧化性能优异等特点, 有望部分取代某些高温合金制备航空航天结构件及车辆发动机零部件^[1-4]。传统的 γ -TiAl 合金具有较大包晶偏析和不易加工成形等缺点, 限制了 TiAl 合金的进一步发展^[5]。近年, 研究者们通过在 γ -TiAl 合金中添加足量的 V、Cr、Mn、Nb 等 β 相稳定元素, 同时控制相对较低的 Al 含量 (40~44 at.%) 发展了一类新的 γ -TiAl 合金, Y. W. Kim 教授将此类合金命名为 β 型 γ -TiAl 合金^[6]。这类合金高温不再发生包晶反应, 且高温下存在大量无序的 β 相, 这些相滑移系充足, 可在 {112} 和 {123} 滑移面上进行, 大幅改善了合金的热加工性^[7-8]。目前, 典型的 β 型 γ -TiAl 合金主要包括 Ti-43.5Al-4Nb-1Mo-0.1B (TNM)、Ti-45Al-8Nb、Ti-43Al-9V-Y、Ti-42Al-5Mn 等, 其中日本 MHI 发明的 Ti-42Al-5Mn 合金具有成本低、加工性好的特点^[9], 是低成本变形 TiAl 合金重要的发展方向。研究发现, 虽然 Ti-42Al-5Mn 合金具有上述优点, 但是该合金在 700 °C 以上服役时, 存在抗氧化性不足^[10]和析出 Laves 有害相^[11]的问题, 影响该

类合金的进一步推广应用。通过添加适当的合金元素可以改变 TiAl 合金的相转变温度和相区位置, 进而影响合金的显微组织和相关性能^[12,13]。Tang 等人的研究表明, 添加 Mo 元素能够提高 Ti-42Al-5Mn 合金中 Laves 相形成能, 抑制 Laves 相的析出^[14]。Zhao 等人的研究发现, 添加 W 元素能够促进 Ti-42Al-5Mn 合金氧化过程中 Al 的选择性氧化, 抑制 Mn 的选择性氧化, 提高合金的抗氧化性^[15]。因而, 在 Ti-42Al-5Mn 合金的基础上, 发明了一种新的含锰 β 型 γ -TiAl 合金, 这种合金主成分为 Ti-44Al-3Mn-0.8(Mo,W) (TMMW), 这类合金具有良好的组织稳定性和高温抗氧化性^[16]。

通常而言, 对金属材料进行适当的热处理是确保其具有良好力学性能的重要途径。对于传统 γ -TiAl 合金, 它一般会存在四种典型组织, 分别为全片层 (FL, fully lamellar) 组织、近片层 (NL, near lamellar) 组织、双态 (DP, duplex) 组织和近 γ (NG, near γ) 组织^[2]。目前, 对于传统 γ -TiAl 合金存在的上述四类组织的力学性能特征已有大量报道。普遍观点认为, 全片层组织和近片层组织具有较好的断裂韧性和优异的抗蠕变性能,

收到初稿日期:

基金项目: 广东省基础与应用基础研究基金区域联合基金项目 (地区培育项目) (2023A1515140056); 国家自然科学基金 (52271026 和 52471033)

作者简介: 陈传毅, 男, 1998 年生, 硕士生

通讯作者: 李小兵, 男, 博士, 研究员, 主要从事 TiAl 合金材料研究, E-mail: lixb@jihualab.ac.cn

但室温塑性较差;而双态组织具有良好的塑性和强度,但断裂韧性和抗蠕变性能较差。对比而言,由于引入了足量的 β 相稳定元素, β 型 γ -TiAl合金显微组织与传统 γ -TiAl合金显微组织有所不同。例如,T. Leitner等人通过研究TNM合金,将TNM合金显微组织分为四类,分别为NL+ γ 、NL+ β 1、NL+ β 2和NL+高 β [17]。然而,迄今为止对于热处理后这类 β 型 γ -TiAl合金组织演变及其与力学性能的关系报道仍较少,尤其是对于含锰 β 型 γ -TiAl合金的研究鲜有报道。为了加快推进这类低成本、易变形TiAl合金的应用进程,需要对这类合金的组织与力学性能关系开展深入的研究。

为此,本文以TMMW这类含锰 β 型 γ -TiAl合金为研究对象,采用差示扫描量热法(DSC)和水淬实验方法确定了这类合金的特征相变温度,在此基础上通过热处理调控出不同的组织结构,分析了合金微观组织特征,测试其拉伸力学性能,系统探究了含锰 β 型 γ -TiAl合金组织与性能的影响及其内在原因。

1 实验

以海绵钛、工业铝、提纯锰、铝钼中间合金、铝钨中间合金为原料,采用真空感应熔炼方式制备名义成分为Ti-44Al-3Mn-0.4Mo-0.4W-0.1B-0.1C的TMMW合金(at%),重力浇注成四支尺寸为直径50 mm、厚700 mm的铸棒,铸锭重共约20kg。随后对每支铸棒进行热轧变形,轧制变形是在大气环境下采用三辊Y型轧机一火多次道轧制成直径为12 mm的细棒材,轧制加热温度为1380 °C,详细轧制过程可见文献[18]。为了尽可能消除轧制过程产生的可能缺陷,对轧棒切断后,在1200 °C,150MPa下进行4h热等静压处理(HIP)。从合金铸棒上截取试样,采用差示扫描量热法(DSC, SETAR AM Evolution 18)测量TMMW合金的固态相变温度,DSC实验是在高纯度氩气气氛保护条件下进行,气体流量为20 ml/min,样品从室温以20 K/min的加热速率加热至1400 °C,然后以20 K/min的冷却速率冷却至室温,记录其热流(Heat Flow)变化。为进一步验证上述测试结果,辨析不同相变温度对应的特征相变,需要辅助特征温度下的水淬实验,水淬实验温度选择1000~1380 °C,试样尺寸为直径8 mm、厚8 mm,表面机加后分别封管,管内用氩气保护,避免实验过程发生氧化,详细实验方法详见文献[19]。如图1所示,结合DSC实验和水淬实验结果推断,1255 °C吸热峰对应 $\alpha_2/\gamma \rightarrow \alpha$ 和 $\gamma \rightarrow \beta$ 转变,此温度为 $T_{\gamma\text{-solv}}$ 温度。为了验证TMMW合金凝固和固态相变过程是否具有两相区和三相区,利用Pandant软件计算了合金的热力学平衡相图,如图2所示, $T_{\gamma\text{-solv}}$ 温度以上为两相区, $T_{\gamma\text{-solv}}$ 温度以下为三相区。在

此基础上,对合金进行热处理制度选择。

随后,对合金进行不同温度的热处理,如表1所示,1号热处理(HT1)是在 $T_{\gamma\text{-solv}}$ 温度以上的两相区,进行1270 °C的高温处理,处理时间为30min,冷却方式为空冷,然后在850 °C处理3h,冷却方式为炉冷;2号热处理(HT2)是在 $T_{\gamma\text{-solv}}$ 温度以下的三相区,进行1220 °C的高温处理,处理时间为30min,冷却方式为空冷,然后在850 °C处理3h,冷却方式为炉冷;3号热处理(HT3)是在 $T_{\gamma\text{-solv}}$ 温度以下的三相区,进行1170 °C的高温处理,处理时间为30min,冷却方式为空冷,然后在850 °C处理3h,冷却方式为炉冷。最后,对合金拉伸性能进行测试,试样尺寸为M8×54 mm,性能测试试验是在美国MTS高温拉伸试验机上进行,测试温度包括室温和800 °C,计算合金抗拉强度、屈服强度和延伸率的平均数值和方差。对于每种条件,至少进行两次测试以确保准确度。

表1 对TMMW合金进行热处理

Table 1 Heat treatments performed on the TMMW alloy

Heat treatment	1 st heat treatment step		2 nd heat treatment step
HT1	1270 °C/30min/AC	+	850 °C/3h/FC
HT2	1220 °C/30min/AC	+	850 °C/3h/FC
HT3	1170 °C/30min/AC	+	850 °C/3h/FC

Note: AC: air cooling, FC: furnace cooling

利用电子探针背散射分析仪(EPMA-BSE, JXA-iH P200F)研究合金三种组织的显微组织形貌,并用IPP 6.0图像分析软件测量和统计组织中(α_2/γ)片层团的晶团尺寸及体积分数。利用场发射扫描电子显微镜(EBS D, Verios 5 UC)分析其相分布及相分数,观察晶粒取向和织构位置。采用透射电子显微镜(TEM, Talos F2 00X G2)观察片层组织微观形貌,分析拉伸试验样品的变形机制,采用IPP 6.0图像分析软件测量和统计片层尺寸及片间距。

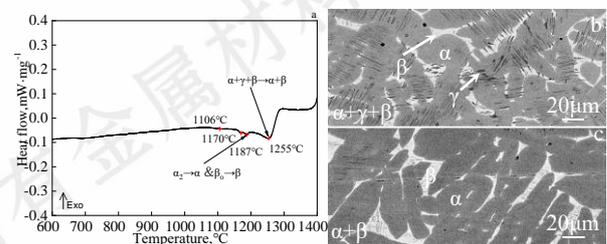


图1 TMMW合金的DSC曲线和水淬组织的EPMA图
Fig.1 (a) DSC curves; (b) microstructures at 1250 °C/1h/WC; (c) microstructures at 1260 °C/1h/WC of TMMW alloy

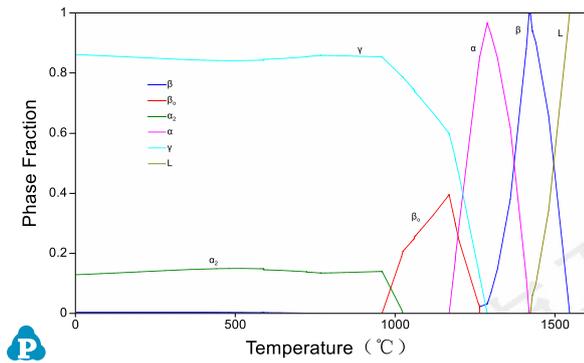


图 2 TMMW 合金的平衡相图

Fig.2 Equilibrium phase diagram of TMMW alloy

2 实验结果

2.1 合金的初始组织

合金的初始组织对应 HIP 状态, 微观结构如图 3(a) 所示, 可以看出, 热等静压后合金为等轴状形貌。图 3(b) 为局部放大的组织细节, 进一步发现合金组织由 γ (黑色对比)、 β_0 (白色对比) 和少量 α_2/γ 片层组成, α_2/γ 片层团被有序的 β_0 相和等轴状 γ 晶粒包围。

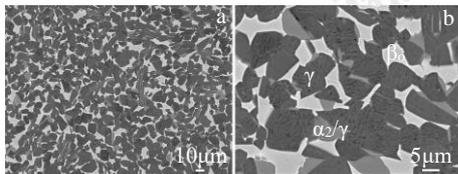


图 3 TMMW 合金的初始组织图

Fig.3 Initial microstructure of TMMW alloy (a) Hot-isostatically pressed (HIP) starting condition; (b) high-power microstructure

2.2 热处理组织

图 4 为合金三种热处理组织在 BSE 模式下的 EPMA 图像, 可以看出, 三种组织都表现出由 γ (黑色对比)、 β_0 (白色对比) 和 α_2/γ 片层组成。HT1 处理后合金为大量 α_2/γ 片层和其界面处的不规则长条状 γ 相和块状 β_0 相组成的近片层组织, 如图 4(a-b) 所示。经 HT2 和 HT3 热处理后, 合金已演变为等轴组织, 主要由少量 α_2/γ 片层和等轴 γ 晶粒 (γ_g) 以及其界面处 β_0 相构成。与 HT1 不同的是, HT2 和 HT3 处理后, 块状 β_0 相中析出一些针状的 γ 相 (γ_p)。图 5(a-b) 为 HT2 组织和 HT3 组织在透射电子显微镜下明场图像, 进一步表明晶界处为 β_0 相和 γ 相混合组织组成, 还有大块的等轴 γ 晶粒和 α_2/γ 片层组织。

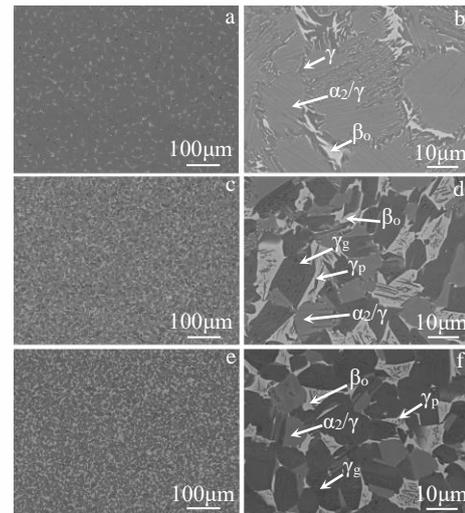


图 4 TMMW 合金的 EPMA-BSE 组织图

Fig.4 EPMA-BSE organization diagram of TMMW alloy (a)-(b) HT1; (c)-(d) HT2; (e)-(f) HT3

合金三种热处理后组织中对应的片层体积分数及尺寸的定量分析结果列于表 2 中。从表中可以看出, 随着第一步热处理温度由 1270 °C 降低至 1170 °C, 合金中 α_2/γ 片层体积分数逐渐减少, 片层尺寸明显降低。与 HT1 组织相比, HT2 组织片层团体积分数从 60.33% 下降至 29.37%, 而片层团尺寸从 18.54 μm 减小至 7.3 μm ; HT3 组织片层团体积分数仅为 10.2%, 而片层团尺寸减小至 4.97 μm 。图 5(c-e) 为三种组织片层内部的 TEM 图, 可以看出, 片层团是由典型的 α_2 片层 (黑色) 和 γ 片层 (灰色) 的交替排列组成, 片层均较为完整、平直, 且满足 Blackburn 晶体学位向关系 $[011]\gamma // [1120]\alpha_2$ 。采用图像分析软件对片层间距进行了测量, 统计结果列于表 2。随着热处理温度的降低, 片层结构的片层间距也随之减小。与 HT1 组织相比, HT2 组织的片层间距从 46.29 nm 减小至 14.19 nm, HT3 组织的减小至 11.64 nm。

表 2 合金显微组织成分的体积分数和尺寸

Table 2 Volume fraction and size of microstructure components of alloy

Alloy	Lamellar volume fraction (%)	Lamellar colony size (μm)	Lamellar spacing (nm)
HT1	60.33±9.14	18.54±0.42	46.29±2.58
HT2	29.37±3.64	7.30±0.10	14.19±5.59
HT3	10.20±0.33	4.97±0.04	11.64±4.98

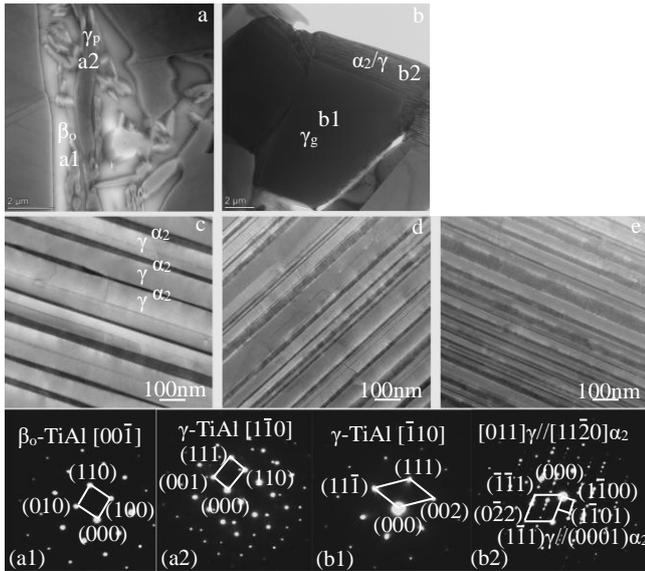


图 5 TMMW 合金的组织 TEM 图

Fig. 5 TEM diagram of structure of TMMW alloy (a) β_0 and γ_p phase; (b) γ_g phase and α_2/γ lamellar; (c) lamellar of HT1; (d) lamellar of HT2; (e) lamellar of HT3

图 6 显示了 TMMW 合金的 EBSD 显微组织图片, 其中根据频带质量指标对比度, α_2 相为黄色, β_0 相为蓝色, γ 相为红色, 三种组织均由这三相组成, 未发现其他相析出。应该注意的是, EBSD 相图看起来没有明显可检测的相边界, 特别是 α_2 和 γ 之间的边缘, 这是由于片层间距太小, 很难被识别出来。通过对比可以发现, HT2 组织片层周围的 β_0 相最少, 并且由 EBSD 图像可以看出, HT2 和 HT3 组织的晶粒更加细小。基于 EBSD 结果, 对三种组织不同相的含量进行定量统计, 结果列于表 3。由于 EBSD 只能得到整体 γ 相的含量, 为确定不同形貌 γ 相包括片层结构周围等轴状、不规则状和片层内部层片状的含量, 本文结合 EBSD 和 EPMA 测试结果, 可以将片层团内部的 γ 片层和片层团周围的 γ 晶粒区分开, 具体计算方法为:

$$\gamma_A = 100\% - \beta_o(EBSD) - V_L \quad (1)$$

$$\gamma_L = \gamma(EBSD) - \gamma_A \quad (2)$$

其中, γ_A 为片层团周围 γ 相含量, $\beta_o(EBSD)$ 为 EBSD 测得的 β_0 相含量, V_L 为统计软件测得的片层团积分分数, γ_L 为片层团内部 γ 相含量, $\gamma(EBSD)$ 为 EBSD 测得的 γ 相含量。应该注意, HT2 和 HT3 组织生成了等轴状 γ 相, 故片层团周围 γ 相包括 β_0 相内不规则形状 γ 相和等轴状 γ 相。

表 3 TMMW 合金组成相的相分数

Table 3 Phase fraction of the different phases in TMMW

Alloy	alloy					Total content of γ phase (%)
	α_2	β_0	γ phase in α_2/γ lamellar (%)	γ phase in β_0 phase (%)	γ_g volume fraction (%)	
HT1	2.07	12.66	58.26	27.01	-	85.27
HT2	3.2	9.51	26.17	12.22	48.90	87.29
HT3	4.51	15.61	5.69	7.72	66.47	79.88

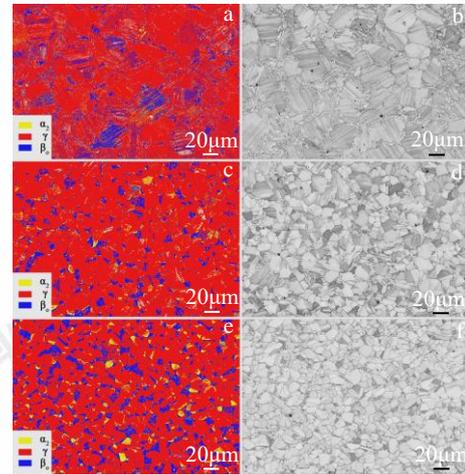


图 6 TMMW 合金的 EBSD 组织图

Fig.6 EBSD organization diagram of TMMW alloy (a)-(b) HT1; (c)-(d) HT2; (e)-(f) HT3

通过表 3 可以看出, 相较于 HT1 组织, HT2 组织中 β_0 相减少了 3.15%, γ 片层含量减少了 32.09%, β_0 相内 γ 晶粒含量降低了 14.79%, 整体的 γ 相稍有增加, 增加数值 2.02%, α_2 相含量增加了 1.13%; HT3 组织中 β_0 相增加了 2.95%, γ 片层含量减少了 52.57%, β_0 相内 γ 晶粒含量降低了 19.29%, 整体的 γ 相稍有减少, 减少数值 5.39%, α_2 相含量增加了 2.44%。由于第一步热处理温度不同, HT1 组织未生成等轴 γ 晶粒, HT2 组织中等轴 γ 晶粒含量为 48.9%, HT3 组织中等轴 γ 晶粒含量为 66.47%。 β_0 相含量在 9.51~15.6% 之间, 对于这种含 Mn β 型 γ -TiAl 合金, 通过热处理是很难消除 β_0 相的, 其主要是因为合金中加入较高含量的 Mn 元素和少量 W、Mo 元素, 这些元素均为强 β_0 相稳定元素^[4], Mn 的作用导致 β_0 相的转变无法完全完成。

2.3 拉伸性能测试

对三种组织进行了室温、800 °C 两个条件下的拉伸性能测试, 并将结果列于图 7 中, 拉伸曲线如图 8 所示。从图中可以看出, HT1 组织拉伸强度最高, 表明随着第一步热处理温度的降低, 合金的拉伸强度下降。与 HT1 组织相比, HT2 组织室温抗拉强度由 846MPa 下降至 755MPa, 下降了 11%, 屈服强度由 697MPa 下降至 601MPa, 下降了 14%; 800 °C 拉伸的抗拉强度也有所下降, 下降了 28%, 而屈服强度下降了 29%。HT3 组织室温抗拉强度由 846MPa 下降至 647MPa, 下降了 24%,

屈服强度由 697MPa 下降至 606MPa, 下降了 13%; 800 °C 拉伸的抗拉强度也有所下降, 下降了 34%, 而屈服强度下降了 31%。在塑性方面, 三种组织的室温延伸率变化不大, 保持在 0.5~1.0% 范围, 具体地, 随着高温热处理温度的降低, 合金室温延伸率呈现先增加后降低的趋势 (0.8%→1.0%→0.5%); 而高温拉伸时, 随着第一步热处理温度的降低, 合金的延伸率随之提高, 对比 HT1 组织, HT2 组织的延伸率提高了 280%, HT3 组织的延伸率提高了 480%。不同热处理试样延伸率的变化也可从图 8 拉伸试样宏观形貌可以得以体现。室温条件下, 拉伸试样都是在紧靠螺纹处断裂, 如图 8 (c) 所示。紧靠螺纹处的断裂很大可能是试样应力集中显著, 发生脆断。高温拉伸时, 由于塑性较好, 合金都是在试样标距段中部断裂, 且试样伸长明显, 如图 8 (d) 所示。

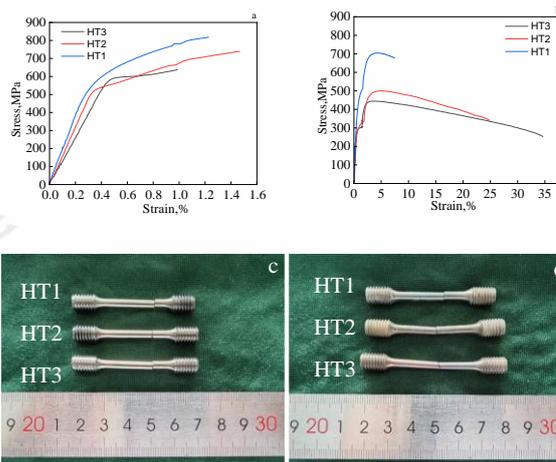


图 8 TMMW 合金的拉伸应力-应变曲线和拉伸试样外观 (实物图)

Fig.8 The stress-strain curves and appearance of tensile sample of TMMW alloy (a)(c) tensile test at room temperature; (b)(d) tensile test at 800 °C

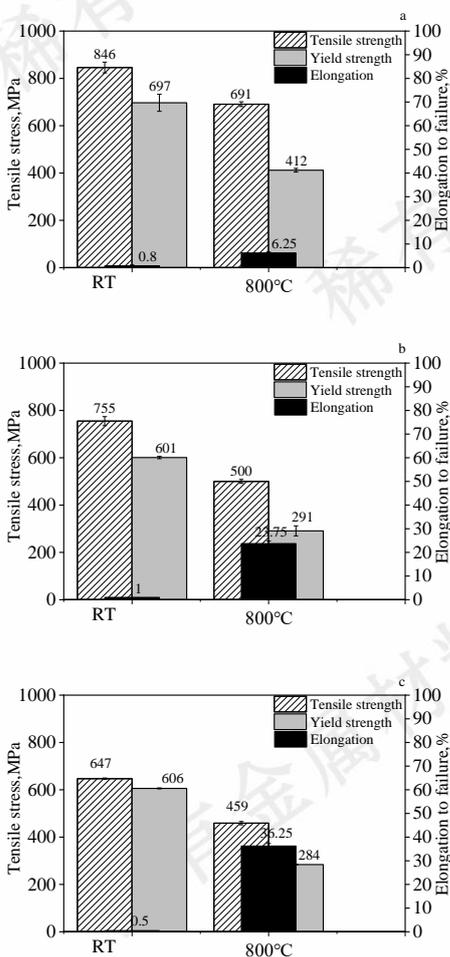


图 7 TMMW 合金的拉伸性能对比

Fig.7 Comparison of tensile property of TMMW alloy (a) HT1; (b) HT2; (c) HT3

图 9 为合金三种组织的室温拉伸断口形貌, 其中, 图 9 (a)、(c) 和 (e) 呈现断口的低倍扫描宏观形貌, 图 9 (b)、(d) 和 (f) 则对应局部区域的放大图。三个组织样品的断口形貌在宏观上均表现出无颈缩, 断口平整, 且断面与试样载荷方向垂直, 表明合金断裂前无明显塑性变形, 呈现出宏观正断的脆性断裂特征。从局部区域放大图可以看出一定数量平坦完整的解理平面, 见图 9 (b)、(d) 和 (f) 中箭头所指。作为解理断裂的一个重要特征, 局部位置还存在有大量由解理台阶构成的类似河流状花样, 其流向的反方向指向裂纹的发源地。图 10 为合金三种组织的 800 °C 拉伸断口形貌, 其中, 图 10 (a)、(c) 和 (e) 呈现断口的低倍扫描宏观形貌, 图 10 (b)、(d) 和 (f) 则对应局部区域的放大图。断口与室温拉伸时一致, 为宏观正断的脆性断裂特征, 由局部放大图可以看出, 三种组织都存在解理平面, HT1 组织还存在大量类似河流状花样, 而 HT2 组织和 HT3 组织类似河流状花样较少, 很大可能是由于塑性提高所致。

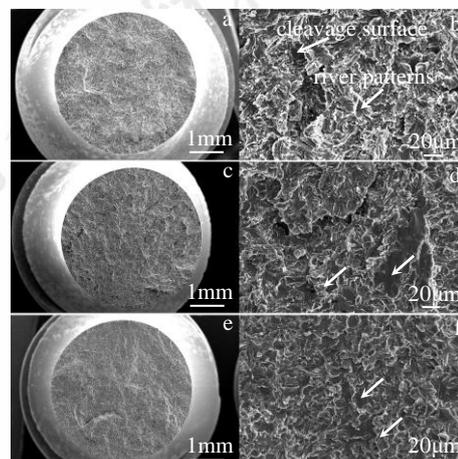


图9 TMMW 合金室温拉伸断口形貌

Fig.9 The fracture surfaces of TMMW alloy after tensile test at room temperature (a)-(b) HT1; (c)-(d) HT2; (e)-(f) HT3

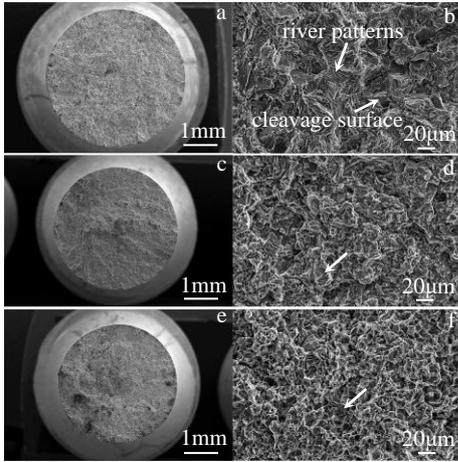


图10 TMMW 合金 800 °C拉伸断口形貌

Fig.10 The fracture surfaces of TMMW alloy after tensile test at 800 °C (a)-(b) HT1; (c)-(d) HT2; (e)-(f) HT3

为进一步理解合金的微观断裂机理,分析了断口附近纵剖面的显微组织。如图11所示,从室温拉伸断口剖面组织中裂纹扩展路径可知,断裂方式为穿晶断裂和沿晶断裂,穿晶断裂又有穿片层断裂和穿等轴 γ 晶粒断裂。如图11(a)所示,HT1组织基本都是穿片层裂纹,少量在 β_0 相内部和 β_0/γ 的相界面处形成微裂纹。如图11(c)(e)所示,HT2和HT3组织基本都是穿等轴 γ 晶粒裂纹,少量穿片层裂纹以及在 β_0 相内部和 β_0/γ 的相界面处形成微裂纹。裂纹扩展路径多垂直于应力方向,微裂纹在外加应力作用下快速扩展,当裂纹长度达到一定阈值时,试样在特定位置断裂。裂纹可能首先在片层团内部形成并向邻近片层团延伸,也有可能片层团界面处起裂,然后沿片层团边界扩展或向其内部扩展。值得注意的是,部分裂纹扩展至 γ 相发生转折,表明 γ 相对裂纹扩展还会具有一定的阻力。但是由图11(b)(d)(f)可以看出,在 β_0 相内部和 β_0/γ 的相界面处,裂纹宽度最大,且有许多微裂纹向四周延伸。这是由于晶界处的高应力集中和高应力水平所致。如图12所示,对比室温拉伸断口,800 °C拉伸断口裂纹较少。从800 °C拉伸断口剖面组织中裂纹扩展路径可知,裂纹存在形式与室温拉伸相同。

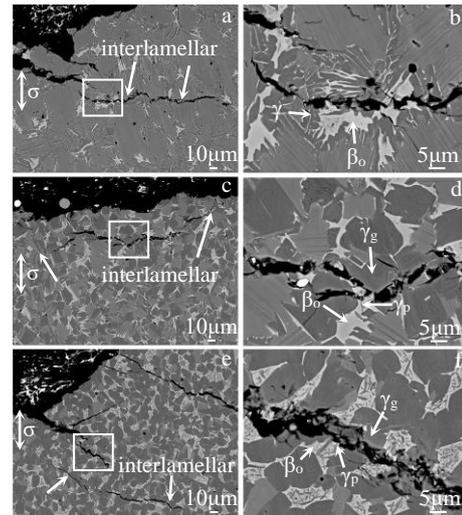


图11 TMMW 合金室温拉伸断口纵剖面的显微组织

Fig.11 The longitudinal microstructure of fracture of TMMW alloy after tensile test at room temperature (a)-(b) HT1; (c)-(d) HT2; (e)-(f) HT3

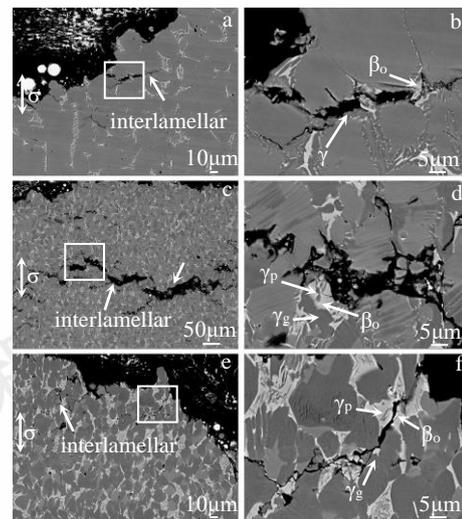


图12 TMMW 合金 800 °C拉伸断口纵剖面的显微组织

Fig.12 The longitudinal microstructure of fracture of TMMW alloy after tensile test at 800 °C (a)-(b) HT1; (c)-(d) HT2; (e)-(f) HT3

图13显示了拉伸断裂后HT1样品微观结构的TEM明场图像。拉伸变形后,在样品中观察到了大量的位错和孪晶,表明合金在变形过程中激活的主要变形模式为位错和孪晶运动的组合,该孪晶为 γ 孪晶,这在我们最近报道文献^[6]中也有述及。如图13(a)(c)拉伸断口片层组织微观特征可知,在 α_2/γ 片层团内部,室温和800 °C拉伸条件下, γ 相中均发现了高密度位错和孪晶, α_2 相并未出现明显的位错和孪晶的运动。位错在 γ 相中运动,但是会受到两侧 α_2 相的阻碍,位错堆积在 γ 片层与 α_2 片层的晶界处,也表明片层组织中 γ 相比 α_2 相更易诱发位错产生。如图13(b)(d)拉伸断口片层周围组织微观特征可看出,在 β_0 相内部和 β_0/γ 的相界面处,室

温拉伸时， β_0 相中的位错基本未开动，高温拉伸时， β_0 相的位错开动较少。室温和高温下不规则状 γ 相中位错和孪晶开动较多，且位错密度较高， γ/γ 界面处也堆积了大量位错，存在大量的位错缠结。总之，在室温下 γ 片层及片层周围的 γ 相可以通过位错和孪晶的运动来变形，然而由于位错和孪晶数量远小于高温拉伸时产生的，导致室温拉伸变形时滑移不足，延伸率较高温拉伸明显更低。

图 14 显示了拉伸断裂后 HT3 样品微观结构的 TEM 明场图像。与 HT1 样品拉伸类似，变形形式也是位错运动和形变孪晶的结合。如图 14 (a) (d) 所示， γ 相中发现了高密度位错运动，并且 800 °C 拉伸时位错密度明显较高。如图 14 (b) (e) 所示，在 β_0 相内部和 β_0/γ 的相界面处，800 °C 拉伸时， β_0 相内明显位错密度较高。值得注意的是，由于 HT3 组织多了一种等轴 γ_g 相，且占比较高，所以等轴 γ_g 相承担了主要的变形。如图 14 (c) 所示，下面的等轴 γ_g 晶粒有较高的位错密度和孪晶，上面的等轴 γ_g 晶粒位错开动较少，在 γ_g/γ_g 界面处出现位错堆积，这导致了等轴 γ_g 晶粒之间的变形不协调，这也是室温拉伸时试样呈现脆性行为的原因。如图 14 (f) 所示，800 °C 拉伸时，等轴 γ_g 晶粒明显位错密度较高。总之，在拉伸时， γ 相存在较高的位错运动和形变孪晶，并且 γ/γ 和 α_2/γ 界面阻碍孪晶和位错的运动。可以观察到大量的位错固定在这些界面处，导致位错缠结和积累的形成。

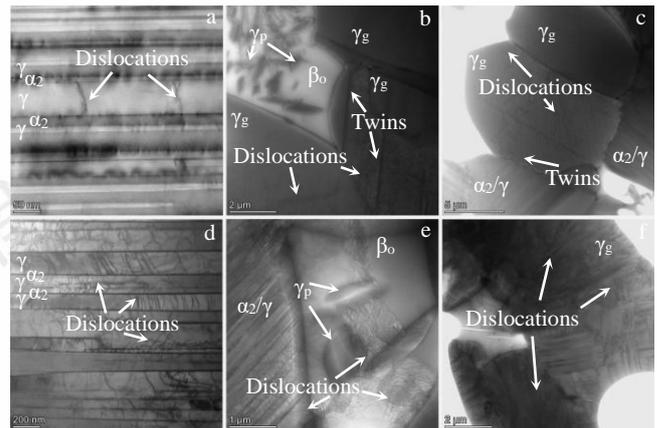


图 14 拉伸试验后 HT3 变形组织中位错分布的 TEM 明场图

Fig.14 TEM bright field images showing the distribution of dislocations in the deformation microstructure of HT3 after tensile test (a)-(c) tensile test at room temperature; (d)-(f) tensile test at 800 °C

3 讨论与分析

3.1 热处理组织的演变

对于本研究所用的 Ti-44Al-3Mn-0.4Mo-0.4W-0.1B-0.1C (at%) 合金，添加了 Mn、W 和 Mo 三种 β 相稳定元素，会明显拓宽合金高温无序 β -Ti 相区^[20-22]。应当指出，Mn 是一种相对廉价的强稳定 β 相元素，除能显著扩大合金的热加工窗口外^[8]，适量的 Mn 还可以降低 β_0 的显微硬度^[23]，改善相间的协调变形行为，同时该元素还可以降低堆垛层错能和增加反相畴界能，这些潜在的作用使得其在一定程度上具有改善合金室温塑性的作用^[24]。添加 B 和 C 元素，则是在合金中产生第二相粒子，从而细化合金的组织 and 提升合金的高温强度^[25,26]。由于固溶 W、Mo 和 Mn 后的高温 β 相具有较高的热稳定性，冷却过程 $\beta \rightarrow \alpha$ 转变难以完全发生，从而无法获得 α 单相区，部分未转变的 β 相将保留至室温成为有序化的 β_0 。因此， β 型 γ -TiAl 合金室温相已由传统 γ -TiAl 合金的 ($\gamma + \alpha_2$) 两相演变为 ($\gamma + \alpha_2 + \beta_0$) 三相^[27]。在此基础上，通过热处理来调整 β_0 、 α_2 、 γ 相的数量，以期获得平衡的综合力学性能。

一般地，采用“高温处理+时效处理”两步热处理可进一步优化 β 型 γ -TiAl 合金组织结构和力学性能。高温处理的目的是控制合金中 β_0 、 α_2 、 γ 相的含量和特征，如在 $T_{\gamma\text{-solv}}$ 温度以上进行处理时，通常可获得较低含量的 β_0 ^[28]，而时效处理主要是诱发 $\alpha \rightarrow \gamma + \alpha_2$ 共析转变，获得一定尺寸的较为稳定的片层结构^[29]。本文中，对于 TMMW 合金，HT1 热处理制度对应的高温处理温度为 1270 °C，位于 ($\alpha + \beta$) 两相区，即在 $T_{\gamma\text{-solv}}$ 温度以上约 15 °C (图 1)。由于在该温度下合金存在 α 和 β 两相， β 相的存在可对 α 相产生一定钉扎作用，从而避免如传统

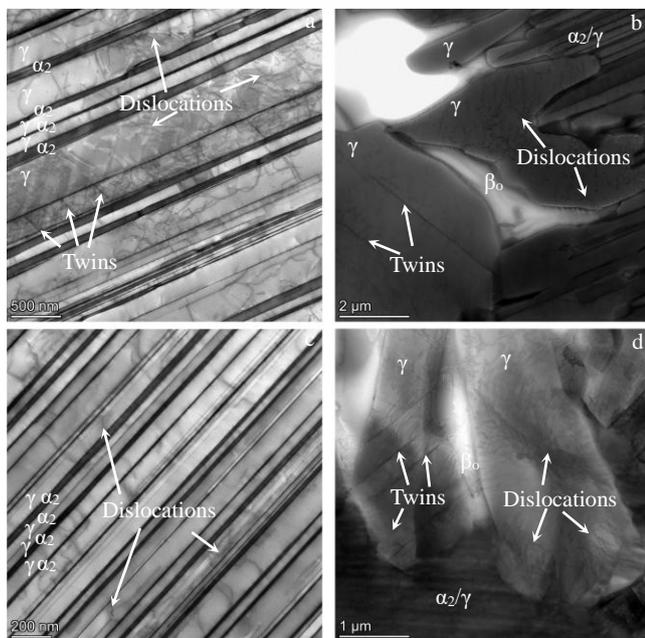


图 13 拉伸试验后 HT1 变形组织中位错分布的 TEM 明场图

Fig.13 TEM bright field images showing the distribution of dislocations in the deformation microstructure of HT1 after tensile test (a)-(b) tensile test at room temperature; (c)-(d) tensile test at 800 °C

γ -TiAl 合金那样在 α 单相区处理获得极为粗大的片层组织。此外, β 转变为 α 时原则上可以形成 12 种不同方向的 α 变体, 这种被钉扎过的细小 α 变体在随后冷却过程中会继续形成更细小的片层状结构^[30]。正是由于上述原因, HT1 热处理制度后合金片层晶团尺寸仅约为 $\sim 20 \mu\text{m}$ (表 2)。

另一方面, 基于 Li 等^[31]实验结果, β 型 γ -TiAl 合金在 $(\alpha+\beta)$ 两相区空冷过程, 会发生 $\beta \rightarrow \gamma$ 和 $\beta \rightarrow \alpha$ 两类转变, 其中 $\beta \rightarrow \gamma$ 会形成片层组织周围的 β_0/γ 混合相, 而 $\beta \rightarrow \alpha$ 转变则会使得合金中的过饱和 α 相含量增多。相反, 在 $(\alpha+\beta+\gamma)$ 三相区空冷过程, 仅发生明显的 $\beta \rightarrow \gamma$ 转变。基于此原理, 可以认为, 对于 TMMW 合金, HT1 热处理制度下合金片层结构周围的 β_0/γ 混合相即为空冷过程 $\beta \rightarrow \gamma$ 转变所致, 因为 γ 相是在空冷这种相对较快的冷却速度下形成, 因此其尺寸较小, 呈长条的不规则形状。而且由于空冷过程还会伴随 $\beta \rightarrow \alpha$ 转变, 从而确保合金具有较高含量的片层组织 (60.33%)。反之, 对于 HT2 和 HT3 热处理, 高温处理温度分别为 1220°C 和 1170°C , 即位于 $(\alpha+\beta+\gamma)$ 三相区, 分别低于 $T_{\gamma\text{-solv}}$ 温度 35°C 和 85°C 。在该温度段空冷, 不会发生明显的 $\beta \rightarrow \alpha$, 主要为 $\beta \rightarrow \gamma$ 转变。可以看出 (图 4), $(\alpha+\beta+\gamma)$ 三相区空冷后 $\beta \rightarrow \gamma$ 转变形成的 γ 相以细小针状为主。推测由于 HT1 高温处理温度较 HT2 和 HT3 高, 因此空冷过程 $\beta \rightarrow \gamma$ 转变动力学条件更好, 合金元素扩散更加充分, 形成的 γ 相尺寸更大。对比也可以发现 (图 4), HT3 热处理合金组织中 γ_p 相的尺寸较 HT2 更小, 这也是因 HT2 处理温度更高所致。对于 HT2 和 HT3 热处理后合金中存在大量的等轴 γ 相, 这主要是由于二者高温处理均位于 $(\alpha+\beta+\gamma)$ 三相区, 处理过程未溶 γ 相会在冷却过程进一步长大, 获得由片层和片层组织界面处或片层中存在等轴 γ (γ_g) 混合而成的组织^[32]。一般认为, 片层组织周围的 γ 相可以抑制片层长大^[33], 由表 2 所示, HT3 热处理制度后合金片层晶团尺寸仅约为 $\sim 5 \mu\text{m}$ 。此外, 由于 $(\alpha+\beta+\gamma)$ 三相区空冷过程不会明显发生 $\beta \rightarrow \alpha$ 转变, 因此 HT2 和 HT3 热处理后合金片层组织含量大幅降低, 仅分别约为 30% 和 10%。

3.2 拉伸性能分析

拉伸性能测试结果表明, 对于抗拉强度和屈服强度, 在室温拉伸和 800°C 拉伸时, HT1 组织的强度最高, HT2 组织的强度次之, HT3 组织的强度最低。对于延伸率的变化, 在室温拉伸时, 三种组织的延伸率呈现先增加后降低的趋势, 但是数值均位于 0.5~1.0% 范围。在 800°C 拉伸时, 延伸率随着第一步热处理温度的降低增加十分明显。一方面, 合金的拉伸性能与其晶粒大小有关, 内部晶粒可以作为关键缺陷, 导致拉伸试验期间脆性增强

和早期断裂^[34,35]。由三种热处理组织的 EBSD 图像可以看出 (图 6), HT2 和 HT3 组织晶粒尺寸相差并不十分明显, 而 HT1 组织晶粒尺寸较大, 这对拉伸性能产生了一定影响。另一方面, 组织的拉伸性能与组织内部各个相组成有关。在拉伸时, γ 相存在较高的位错和孪晶运动, 并且 γ/γ 、 α_2/γ 和 β_0/γ 界面阻碍孪晶和位错的运动。可以观察到大量的位错固定在这些界面处, 导致位错缠结和位错堆积的形成。由于这些界面会阻碍位错的运动, 增加了跨片层运动和变形的阻力, 提高了组织的强度^[36]。HT1 组织的 α_2/γ 片层组织数量最多, HT2 的 α_2/γ 片层组织数量次之, HT3 的 α_2/γ 片层组织数量最少, 与三种组织的强度变化趋势一致, 因此合金的强度与组织中 α_2/γ 片层含量存在密切的正相关。拉伸性能还与 β_0 相有着一定关系, 位于 α_2/γ 片层团晶界处的 β_0 相是三相中最硬的^[7,37], 在室温下有着硬而脆的特点, 由拉伸断口纵剖面的裂纹情况可以看出, 在 β_0 相内部和 β_0/γ 的相界面处出现变形不协调, 容易产生应力集中, 导致裂纹宽度最大, 且有许多微裂纹向四周延伸, 当裂纹密度足够高时样品开裂失效^[38]。而在 800°C 高温拉伸时, 合金强度有了降低而延伸率明显增加, 这与合金中 β_0 相的变形行为有关。如上所述, 由于合金中添加了一定量的 Mn、Mo、W 等强 β 相稳定元素, 这些元素使得合金中存在一定量的 β_0 相。虽然普遍观点认为具有 B2 结构的 β_0 相自身滑移是难以开动的^[39], 这在本文中合金室温拉伸样品 TEM 观察结果也得到证实 (图 14(b)), 但是结合 800°C 拉伸样品 TEM 观察结果可以发现 (图 14(e)), 随着拉伸测试温度由室温提升至 800°C 后, 在 β_0 相内部出现了明显位错, 表明, 在该条件下 B2 结构的 β_0 相已发生了塑性变形, 这也是合金塑性提升的重要原因。实际上, Niu 等在 Ti-43Al-4Nb-2Mo-0.5B 合金中也指出, 在 800°C 温度拉伸条件下, β_0 相会发生软化, 会显著降低合金的抗拉强度, 但未对 β_0 相内部的位错进行表征^[40]。

由于 γ 相很容易激活滑移和孪生变形^[41], 所以在 γ 、 α_2 和 β_0 三相中 γ 相最软。根据拉伸断口的 TEM 结果 (图 14), γ 相存在较高的位错运动和形变孪晶, 变形能力更优, 因此合金塑性与合金中 γ 相总含量, 包括 α_2/γ 片层中 γ 相、晶界处的 γ_p 和等轴 γ_g 晶粒有密切对应关系^[37]。由表 3 可知, HT2 组织的 γ 相数量最多, HT1 组织的 γ 相数量其次, HT3 组织的 γ 相数量最少, 所以在室温拉伸时 (图 8 (a)), HT2 组织延伸率最高, HT1 组织延伸率其次, HT3 组织延伸率最低。然而, 合金塑性不仅与 γ 相有关, 还与 β_0 相有着密切关系, 由于在室温下 β_0 相为脆性相, 且位错开动较少, 而 HT3 组织的 β_0 相数量最多, 所以 HT3 组织的室温延伸率下降较大。高温拉伸

时,合金延伸率提高较明显。一方面是在高温下 β_0 相内位错开动较多,易于变形,有利于塑性变形。另一方面是随着温度的升高,位错迁移率会增强^[42,43],加速了位错的运动有利于塑性变形。800 °C拉伸时,HT1组织的延伸率提高到6.25%,而HT2组织的延伸率提高了280%,HT3组织的延伸率提高了480%。这是由于HT2组织和HT3组织为等轴组织,相比于HT1组织的近片层组织,组织中多了等轴 γ 晶粒,这类等轴 γ_g 相对提高合金塑性变形能力有更强的作用。而HT2组织和HT3组织中中等轴 γ_g 相数量逐渐增加,因此延伸率也呈上升的趋势。

4 结 论

1) 在相同的时效处理制度条件下,高温处理温度为1270 °C ($\alpha+\beta$)两相区时TMMW合金为近片层组织,在($\alpha+\beta+\gamma$)三相区处理时为等轴组织。随着高温处理温度由($\alpha+\beta$)两相区降低至($\alpha+\beta+\gamma$)三相区,合金中 α_2/γ 片层含量明显减少,且片层晶团尺寸和片层间距显著降低。

2) 随着高温处理温度的下降,三种组织的室温和800 °C拉伸强度均降低。室温条件下,三种热处理延伸率呈现先增加后降低的趋势,但是数值均位于0.5~1.0%范围;800 °C条件下,三种热处理延伸率存在明显差异,随着等轴 γ 相含量的增加,合金延伸率随之增加。对比HT1热处理,HT2热处理的延伸率提高了280%,HT3提高了480%。

3) 室温拉伸时, γ 相存在较高的位错运动和形变孪晶, α_2 相未出现明显变形,主要起到阻碍 γ 相中位错和孪晶的运动; γ_p 和 β_0 相的变形能力较弱,位错开动较少。

4) 高温拉伸时, α_2 相仍未出现明显变形,但 γ 相的变形能力大大增强, β_0 相内位错开动较多,并且 γ/γ 和 α_2/γ 界面阻碍孪晶和位错的运动。由于三种组织的 γ 、 α_2/γ 和 β_0 体积分数不同,造成了拉伸性能的差异。

参考文献 References

- [1] Yang Rui. *Acta Metallurgica Sinica*[J],2015,51(2):129
- [2] Clemens H, Mayer S. *Advanced Engineering Materials*[J],2013,15(4):191
- [3] F. Appel, H. Clemens, F. D. Fischer. *Progress in Materials Science*[J],2016,81:55
- [4] Chen G, Peng Y B, Zheng G et al. *Nature Materials*[J],2016,15(8):876
- [5] Lasalmonie A. *Intermetallics*[J],2006,14(10-11):1123
- [6] Kim J S, Lee Y H, Kim Y W et al. *Materials Science Forum*[J],2007,539-543:1531
- [7] Schloffer M, Iqbal F, Gabrisch H et al. *Intermetallics*[J],2012,22:231
- [8] Tetsui T, Shindo K, Kaji S et al. *Intermetallics*[J],2005,13(9):971
- [9] Tetsui T, Shindo K, Kobayashi S et al. *Scripta Materialia*[J],2002,47(6):399
- [10] Zhao P X, Li X B, Tang H J et al. *Oxidation Of Metals*[J],2020,93(5-6):433
- [11] Tang Hongjian, Li Xiaobing, Ma Yingche et al. *Intermetallics*[J],2020,126:106932
- [12] Gerling R, Clemens H, Schimansky F P. *Advanced Engineering Materials*[J],2004,6(1-2):23
- [13] Kainuma R, Fujita Y, Mitsui H et al. *Intermetallics*[J],2000,8(8):855
- [14] Tang H J, Xing W W, Li X B et al. *Intermetallics*[J],2021,128:107022
- [15] Zhao Pengxiang, Ma Hui, Li Xiaobing et al. *Journal of Materials Science & Technology*[J],2024,178:188
- [16] Yang X Y, Hao J J, Xue P et al. *Materials Science and Engineering: A*[J],2024,916:147291
- [17] Leitner T, Schloffer M, Mayer S et al. *Intermetallics*[J],2014,53:1
- [18] Hao Junjie, Qian Kun, Li Xiaobing et al. *Journal of Materials Research and Technology*[J],2023,26:7722
- [19] Xu H, Li X B, Xing W W et al. *Journal of Materials Science & Technology*[J],2019,35(11):2652
- [20] Jiang B B, Wang Q, Dong C et al. *Scientific Reports*[J],2019,9:3404
- [21] Bibhanshu N, Bhattacharjee A, Suwas S. *Journal of Alloys and Compounds*[J],2020,832:154584
- [22] Zollinger J, Witusiewicz V, Drevermann A et al. *International Journal of Cast Metals Research*[J],2009,22(1-4):339
- [23] Kong F T, Cui N, Chen Y Y et al. *Metallurgical and Materials Transactions A*[J],2018,49A(11):5574
- [24] Chen Z, Jones I P, Small C J. *Scripta Materialia*[J],1996,35(1):23
- [25] Scheu C, Stergar E, Schober M et al. *Acta Materialia*[J],2009,57(5):1504
- [26] Oehring M, Stark A, Paul J D H et al. *Intermetallics*[J],2013,32:12
- [27] Li Xiaobing(李小兵),Shu Lei(舒磊),Qian Kun(潜坤) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*[J],2023,52(05):1851
- [28] Li X B, Xu H, Xing W W et al. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*[J],2022,32(7):2229
- [29] Ahmed T, Rack H J. *Materials Science and Engineering: A*

- [J],1998,243(1):206
- [30] Li Xiaobing(李小兵),Zhao Pengxiang(赵鹏翔),Chen Bo(陈波) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*[J],2022,51(10):3850
- [31] Xiaobing LI,Kun QIAN,Lei SHU *et al.* *Acta Metallurgica Sinica*[J],2023,59(10):1401
- [32] Wallgram W, Schmölzer T, Cha L M *et al.* *International Journal Of Materials Research*[J],2009,100(8):1021
- [33] Mayer S, Erdely P, Fischer F D *et al.* *Advanced engineering materials*[J],2017,19(4):1600735
- [34] Koepe C, Bartels A, Clemens H *et al.* *Materials Science and Engineering: A*[J],1995,201(1-2):182
- [35] Viswanathan G B, Vasudevan V K. *Scripta Metallurgica et Materialia*[J],1995,32(10):1705
- [36] Li H Z, Qi Y L, Liang X P *et al.* *Materials & Design*[J],2016,106:90
- [37] Schloffer M, Rashkova B, Schöberl T *et al.* *Acta Materialia* [J],2014,64:241
- [38] Chen R R, Dong S L, Guo J J *et al.* *Journal of Alloys and Compounds*[J],2015,648:667
- [39] F. Appel, J. Paul, M. Oehring. *Gamma Titanium Aluminide Alloys: Science and Technology*[M].Weinheim,Wiley-VCH,2011
- [40] Niu H Z, Chen Y Y, Xiao S L *et al.* *Intermetallics*[J],2012,31:225
- [41] Appel F, Wagner R. *Materials Science and Engineering: R: Reports*[J],1998,22(5):187
- [42] Lin D L, Wang Y, Law C C. *Materials Science and Engineering: A*[J],1997,239-240:369
- [43] Appel F, Lorenz U, Oehring M *et al.* *Materials Science and Engineering: A*[J],1997,233(1):1

Effect of Heat Treatment on the Microstructure and Mechanical Properties of Mn-Containing β -solidifying γ -TiAl Alloy

Chen Chuanyi^{1,2}, Hao Junjie², Shu Lei², Chen Bo², Niu Hongzhi¹, Li Xiaobing^{*2}, Liu Kui²

(1. School of Materials Science and Engineering, Northeastern University, Shenyang 110819, China)

(2. Ji Hua Laboratory, Foshan 528200, China)

Abstract: Due to the absence of peritectic transformation, β -solidifying γ -TiAl alloys exhibit minimal compositional segregation, thereby demonstrating outstanding thermomechanical processing capabilities and high-temperature performance. Manganese, serving as a cost-effective and potent stabilizer of the β -phase, plays a pivotal role in the development of economically viable and easily deformable β -solidifying γ -TiAl alloys. In this investigation, we focused on a low-cost and easily deformable Ti-44Al-3Mn-0.4Mo-0.4W-0.1B-0.1C alloy (at.%), which was rolled into 12 mm diameter bars via vacuum induction melting and conventional hot rolling techniques. Various characterization methods, including electron probe microanalysis (EPMA), transmission electron microscopy (TEM), and electron backscatter diffraction (EBSD), were employed to scrutinize the effects of high-temperature treatments at 1270 °C, 1220 °C, and 1170 °C on the microstructure and mechanical properties of the alloy bars. The findings reveal that post-heat treatment, the microstructure of the alloy comprises γ , α_2 , and β_0 phases. Decreasing the high-temperature treatment temperature under identical aging conditions significantly reduces the α_2/γ lamellar content within the alloy. Moreover, both the size of the lamellar colonies and the spacing between lamellae exhibit pronounced reductions as the treatment temperature decreases. The tensile performance tests demonstrate that as the high-temperature treatment temperature decreases, both the room temperature and 800 °C tensile strength of the three microstructures decline. At room temperature, the elongation of the heat-treated microstructures shows a trend of first increasing and then decreasing, with the values all within the range of 0.5% to 1.0%. However, at 800 °C, significant variations in elongation are observed among the microstructures. Specifically, an increase in equiaxed γ phase content correlates with enhanced alloy elongation. Compared to samples treated at 1270 °C, those treated at 1220 °C exhibit a 280% increase in elongation, while those treated at 1170 °C show a 480% increase. This enhancement is attributed to the improved deformability of the equiaxed γ phase at elevated temperatures. Additionally, greater activation of dislocations within the β_0 phase occurs, while the γ/γ and α_2/γ interfaces impede the movement of twins and dislocations. The study further provides a comprehensive discussion on the evolution behavior and patterns of different heat-treated microstructures, emphasizing their correlation with mechanical properties.

Key words: β -solidifying γ -TiAl alloys; low-cost; heat treatment; microstructure; tensile properties