

# 高 Nb-TiAl 合金 $\alpha_2 \rightarrow \alpha$ 等温相变中的组织演变

李莹<sup>1,2</sup>, 刘建秀<sup>2</sup>, 樊江磊<sup>2</sup>, 王艳<sup>2</sup>, 周廉<sup>1</sup>, 林均品<sup>3</sup>, 常辉<sup>1</sup>

(1. 南京工业大学, 江苏 南京 210009)

(2. 郑州轻工业大学, 河南 郑州 450002)

(3. 北京科技大学 新金属材料国家重点实验室, 北京 100083)

**摘要:** 采用热膨胀法结合金相显微镜(OM)、X射线衍射仪(XRD)和显微硬度等测试手段, 系统研究了固溶处理后 Ti-45Al-8.5Nb-(W, B, Y) 合金在等温过程中的显微组织演变规律。结果表明: 高 Nb-TiAl 合金  $\alpha_2 \rightarrow \alpha$  相变温度区间为 1 140~1 209 °C;  $\alpha_2 \rightarrow \alpha$  等温相变过程中,  $\alpha$  相的形成呈“S”形曲线, 合金在等温过程中显微组织主要由  $\alpha_2$ 、 $\gamma$  相和少量  $\beta$  相形成的片层结构组成, 随保温时间的延长, 晶界处存在的  $\beta$  相逐渐减少; 沿晶界产生的细小等轴  $\gamma$  晶粒逐渐增大; 显微硬度随保温时间延长呈先增大后减小的趋势。

**关键词:** 高 Nb-TiAl 合金; 相变; 显微组织; 力学性能

中图分类号: TG146.23

文献标识码: A

文章编号: 1009-9964(2020)02-035-04

## Microstructure Evolution of $\alpha_2 \rightarrow \alpha$ Phase Transformation in High Nb-TiAl Alloy under Isothermal Treatments

Li Ying<sup>1,2</sup>, Liu Jianxiu<sup>2</sup>, Fan Jianglei<sup>2</sup>, Wang Yan<sup>2</sup>, Zhou Lian<sup>1</sup>, Lin Junpin<sup>3</sup>, Chang Hui<sup>1</sup>

(1. Nanjing Technology University, Nanjing 210009, China)

(2. Zhengzhou University of Light Industry, Zhengzhou 450002, China)

(3. State Key Laboratory for Advanced Metals and Materials, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, China)

**Abstract:** Microstructure evolution of Ti-45Al-8.5Nb-(W, B, Y) alloy exposed to isothermal processing were investigated using dilatometry (DIL), optical microscopy (OM), X-ray diffraction (XRD) and microhardness tester. The results indicate that the transformation temperature of  $\alpha_2 \rightarrow \alpha$  is 1 140 ~ 1 209 °C and the growth curve of  $\alpha$  phase is “S” shape during isothermal treating. The microstructure of this alloy is lamellar and it is consisted of  $\alpha_2$ ,  $\gamma$  and a little of  $\beta$  phase.  $\beta$  phase at the grain boundary gradually decreases with the holding time increasing and the size of  $\gamma$  phase generated along the grain boundary increases, however, the microhardness of alloy increases firstly and later decreases with the increase of holding time.

**Key words:** high Nb-TiAl alloy; phase transformation; microstructure; mechanical property

$\gamma$ -TiAl 基合金具有低密度、高屈服强度、良好的高温蠕变性能和抗氧化性能等特点, 是航空航天、汽车工业等领域极具应用前景的高温结构材料。 $\gamma$ -TiAl 基合金中添加 8%~10% (原子分数) 的 Nb 元素后, 韧性和延展性得到进一步改善, 服役温度也提高了 60~100 °C<sup>[1-3]</sup>。然而, 由于较高含量 Nb 元素

的存在, 加速了合金冷却过程中的  $\alpha \rightarrow \alpha_2$  相转变, 影响了由  $\alpha_2/\gamma$  相组成的室温组织。不同的热处理工艺影响着合金相组成、组织结构等。Cao 等<sup>[4]</sup> 通过控制高 Nb-TiAl 合金  $\beta$  单相区冷却速度以控制  $\alpha_2$  相含量。Qiang 等<sup>[5,6]</sup> 研究指出, 高 Nb-TiAl 合金的  $\beta \rightarrow \alpha$  相变过程中, 热处理制度不仅影响  $\alpha$  相和  $\beta$  相之间的晶相关系, 而且影响室温  $\alpha_2/\gamma$  相层状结构特征。掌握高 Nb-TiAl 合金的相变过程及机理有助于控制其微观结构和优化力学性能。室温  $\alpha_2$  相 (Ti<sub>3</sub>Al) 导致合金塑性差、高温易氧化, 严重制约着高 Nb-

收稿日期: 2019-10-24

基金项目: 国家自然科学基金项目(51501167); 郑州轻工业大学博士科研基金项目(2017BSJJ015)

通信作者: 李莹(1985—), 女, 博士, 讲师。

TiAl 合金的服役质量, 因此研究  $\alpha_2 \leftrightarrow \alpha$  有序-无序相变至关重要, 而通过热处理获得室温  $\alpha_2$  相, 研究等温过程中  $\alpha_2 \rightarrow \alpha$  相变行为对推动高 Nb-TiAl 合金的广泛应用具有重要意义。

为此, 系统研究高 Nb-TiAl 合金在等温过程中的  $\alpha_2 \rightarrow \alpha$  相变及相变过程中组织演化规律, 以期为掌握高 Nb-TiAl 合金的组织结构-性能关系与制定热处理工艺提供数据支撑和理论依据。

## 1 实验

实验材料采用由北京科技大学新金属材料国家重点实验室提供的高 Nb-TiAl 合金锻坯, 名义成分为 Ti-45Al-8.5Nb-0.2W-0.2B-0.02Y (原子分数, %)。该锻坯由等离子冷床炉熔炼 (PAM) 制得铸锭, 再经过准等温 3 次包套锻造得到。从高 Nb-TiAl 合金锻坯心部截取试块, 置于热处理炉中以 5 °C/min 加热速率从室温升温至 1 340 °C ( $\alpha$  单相区), 保温 12 h, 然后以 5 °C/min 速率冷却至 900 °C, 最后炉冷至室温, 得到组织均匀的高 Nb-TiAl 合金试块。

从均质化处理后的 Nb-TiAl 合金试块上切割圆柱形热膨胀试样 (规格  $\phi 6 \text{ mm} \times 20 \text{ mm}$ ), 采用金相磨机去除圆柱表面氧化层, 并使圆柱两端面平齐, 然后在酒精中超声波清洗 15 min。从均质化处理后的试块上切取多个  $\phi 6 \text{ mm} \times 4 \text{ mm}$  试样, 用石英管将试样真空封装, 放入箱式热处理炉中以 40 °C/min 速率从室温升温至 1 180 °C, 分别保温 12.5、27、32、48、60 h, 快速取出试样进行水冷淬火。热处理后的样品表面均用 SiC 水砂纸打磨至 1200#, 抛光, 用酒精擦拭。

采用德国耐驰公司生产的 DIL 402C 热膨胀分析仪测试高 Nb-TiAl 合金在连续升温过程中的热膨胀曲线, 即合金由室温以 5 °C/min 速率升温至 1 400 °C ( $\alpha$  单相区) 时的热膨胀曲线; 测试高 Nb-TiAl 合金在等温过程中的长度变化率曲线, 即由室温以 40 °C/min 速率升温至等温温度后保温一定时间, 试样长度变化率随保温时间的变化曲线。采用瑞士 ARL 公司的 X'TRA 型 X 线衍射仪 (XRD) 分析热处理试样的相组成, 测量参数为: Cu 靶  $K_\alpha$  射线, 步长 0.02°, 扫描范围 20°~85°, 扫描速率 10°/min。采用 ZEISS 金相显微镜观察热处理后试样的组织, 腐蚀液为 HF + HNO<sub>3</sub> + H<sub>2</sub>O (体积比为 1:3:17) 混合液。采用上海卡拉设备有限公司生产的 MICRO-586 显微硬度计对热处理后的试样进行显微硬度测试, 载荷为

1.96 N, 加载时间为 10 s, 每个试样测试 5 个点, 结果取平均值。

## 2 结果与讨论

### 2.1 热膨胀曲线

图 1 为以 5 °C/min 速率连续升温至 1 400 °C 时, 均质化处理后的 Nb-TiAl 合金的热膨胀曲线及其一阶导数曲线。从图 1 可以看出, 热膨胀曲线近似一条直线。在 1 100~1 400 °C 范围内, 热膨胀曲线的一阶导数曲线上存在 2 个峰, 说明高 Nb-TiAl 合金在升温过程中存在 2 个相变: ①  $\alpha_2 \rightarrow \alpha$  相无序化转变; ②  $\gamma \rightarrow \alpha$  相扩散转变<sup>[7,8]</sup>。对于  $\alpha_2 \rightarrow \alpha$  相变, 因  $\alpha_2$  相为  $\alpha$  相的低温有序相, 所以一阶导数曲线所对应的峰值相对较小,  $\alpha_2 \rightarrow \alpha$  相转变温度区间为 1 140~1 209 °C。

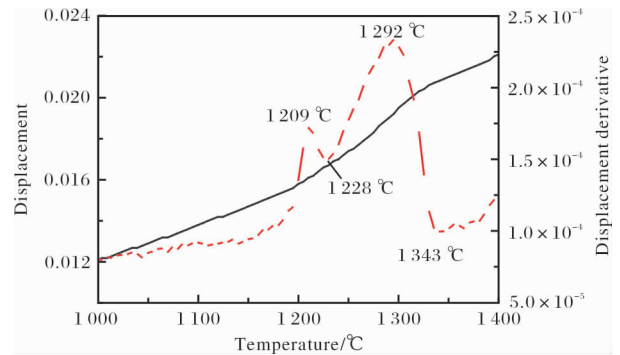


图 1 高 Nb-TiAl 合金的热膨胀曲线及其一阶导数曲线  
Fig. 1 DIL curve and displacement derivative curve of high Nb-TiAl alloy

### 2.2 热膨胀与时间的关系

图 2 为高 Nb-TiAl 合金等温过程中的长度变化率 ( $\Delta L/L_0$ ) 随时间的变化曲线。从图 2 可以看出, 在等温开始时, 曲线比较稳定, 随等温时间的延长, 曲线呈逐渐上升状态, 直至达到平衡状态, 此时  $\alpha_2 \rightarrow \alpha$  相转变基本完成。整个过程显示出  $\alpha$  相的转化过程呈“S”形变化, 即存在 3 个阶段: 孕育期、生长期和平衡期。 $\alpha_2 \rightarrow \alpha$  相转变的孕育期是  $\alpha$  相形核过程; 生长期是合金随着等温时间的延长,  $\alpha$  相形核饱和并迅速长大的过程; 随等温时间的继续延长,  $\alpha$  相从母相  $\alpha_2$  中持续析出, 直至  $\alpha_2$  基本消失,  $\alpha$  相的转变基本完成, 此过程为平衡期。

### 2.3 等温过程中的组织演变

在等温过程中, 随着保温时间的延长, 高 Nb-TiAl 合金的相组成和组织结构会发生变化, 相应的合金性能将受到影响。

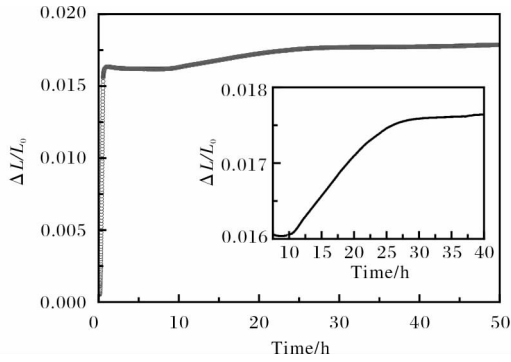


图 2 高 Nb-TiAl 合金在等温过程中的长度变化率随时间的变化曲线

Fig. 2 Curve of length change rate with time of high Nb-TiAl alloy under isothermal treatment

图 3 为高 Nb-TiAl 合金在 1 180 °C 分别保温 12.5、27、32、48、60 h 后的金相照片。从图 3 可

以看出，随着保温时间的延长，高 Nb-TiAl 合金片层组织结构发生明显变化。当保温时间为 12.5 h 时，高 Nb-TiAl 合金以  $\gamma$  和  $\alpha_2$  相组成的片层结构为主，晶界处存在少量  $\beta$  相，如图 3a 所示，这是由于  $\beta$  相在凝固过程中产生  $\beta$  偏析所致。当保温时间延长至 27 h 时，合金仍以  $\gamma$  和  $\alpha_2$  相组成的片层结构为主，但片层间距变小，如图 3b 所示，这是由于随着等温时间的延长， $\alpha_2$  相进一步分解，实现了组织细化。当保温时间延长至 32 h 时，片层间距进一步变小，晶界处仍有少量  $\beta$  相，如图 3c 所示。当保温时间延长至 48 h 时，合金中存在大量块状  $\gamma$  相，晶界处的  $\beta$  相出现明显减少现象，如图 3d 所示。当保温时间延长至 60 h 时，合金仍以  $\gamma$  和  $\alpha_2$  相组成的片层结构为主， $\gamma$  相数量进一步增多，如图 3e 所示。

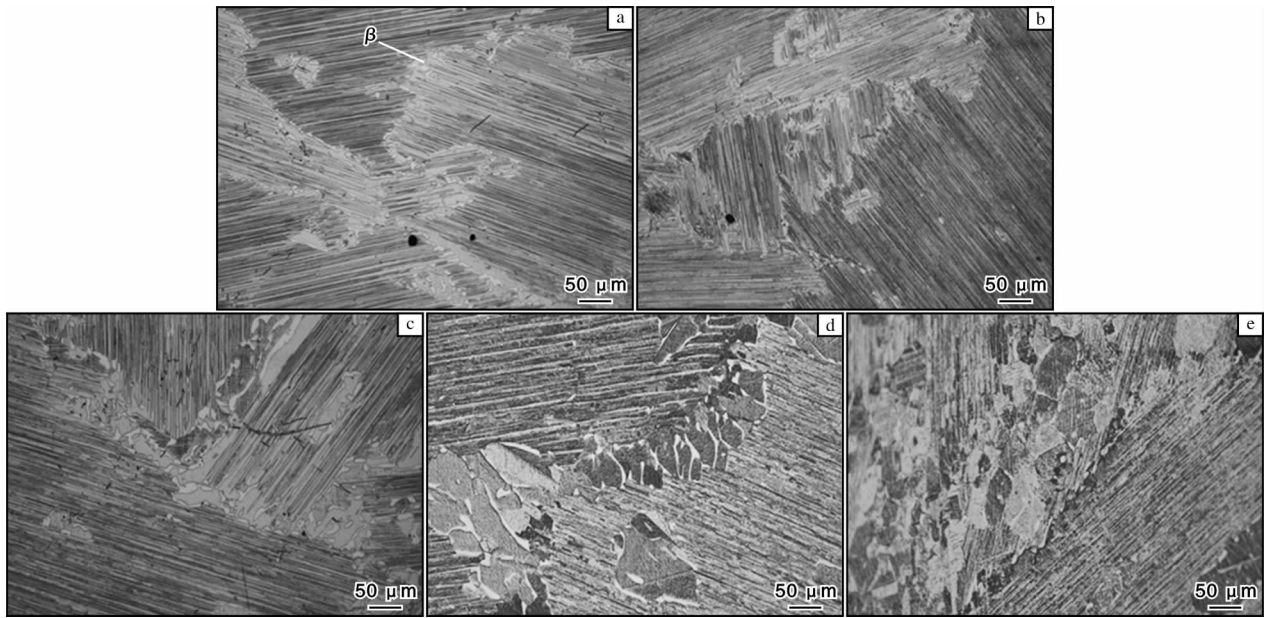


图 3 高 Nb-TiAl 合金在 1 180 °C 保温不同时间后的金相照片

Fig. 3 Microstructures of high Nb-TiAl alloys at 1 180 °C for different holding time: (a) 12.5 h; (b) 27 h; (c) 32 h; (d) 48 h; (e) 60 h

图 4 为高 Nb-TiAl 合金在 1 180 °C 保温不同时间后的 XRD 图谱。从图 4 可以看出，当保温时间为 12.5 h 时，合金主要相由  $\gamma$  和  $\alpha_2$  两相组成，依据高 Nb-TiAl 合金组织图 3a，高 Nb-TiAl 合金组织的晶界处存在  $\beta$  相，XRD 图谱中也应存在  $\beta$  相的衍射峰，但由于  $\alpha_2$  相和  $\gamma$  相的衍射峰较强，致使  $\beta$  相的衍射峰未能在 XRD 图谱中清晰显现。当保温时间延长至 27 h 时，从 XRD 图谱中可以看出合金中存在  $\alpha_2$ 、 $\gamma$  和  $\beta$  相；当保温时间延长至 32 h 时，合金主相为  $\alpha_2$  和  $\gamma$  相，其中  $\gamma$  相在  $43^\circ \sim 45^\circ$  之间的衍射峰出现分

峰，这是由于随等温时间的延长，合金中掺杂元素的有序度增加，在晶格中分散更均匀所致<sup>[9]</sup>；当保温时间延长至 48 h 时， $\gamma$  相衍射峰较强，对应图 3d 中晶界处存在大量的块状  $\gamma$  相，而此时  $\alpha_2$  相衍射峰较弱，表明随着等温时间的延长， $\alpha$  相增多，在急速冷却的过程中  $\alpha$  相未能及时完全转变为  $\alpha_2$  相<sup>[10]</sup>；当保温时间延长至 60 h 时， $\gamma$  相衍射峰更强，含量进一步增多，从对应的显微组织图 3e 中可以看出，合金晶界处确实存在大量的  $\gamma$  相，而  $\alpha_2$  相也存在减少现象，这是因为  $\alpha_2 \rightarrow \alpha$  相转变继续进行， $\alpha$  相进

一步增多所致。

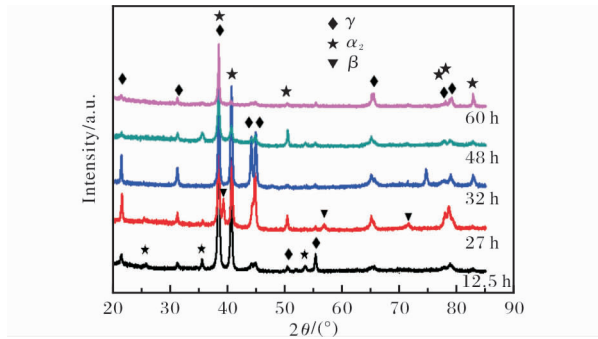


图4 高 Nb-TiAl 合金在 1 180 °C 保温不同时间后的 XRD 图谱

Fig. 4 XRD patterns of high Nb-TiAl alloy at 1 180 °C for different holding time

#### 2.4 等温过程中的硬度变化

图 5 为高 Nb-TiAl 合金在 1 180 °C 下保温不同时间后的显微硬度。从图 5 可以看出，当保温时间延长至 27 h 时，合金显微硬度达到最大，这是因为此时  $\alpha_2$  和  $\gamma$  相含量相当，同时两相存在钉扎作用，片层间距较为致密所致；当保温时间延长至 32 h 和 48 h 时，高 Nb-TiAl 合金的显微硬度明显下降，这是由于合金中  $\gamma$  相增多，其显微硬度相对较低，且保温时间延长会使合金的晶粒度变大所致；当保温时间延长至 60 h 时，硬度大幅度降低，这可能是由于此时合金中存在大量的  $\gamma$  相和少量的  $\alpha_2$  相， $\gamma$  相硬度较低所导致<sup>[11]</sup>。

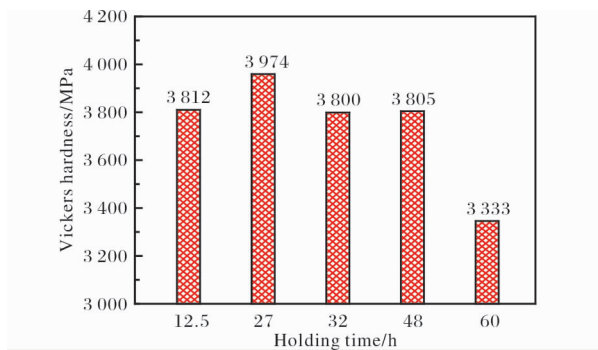


图5 高 Nb-TiAl 合金在 1 180 °C 保温不同时间后的显微硬度

Fig. 5 Microhardness of high Nb-TiAl alloy at 1 180 °C for different holding time

### 3 结论

(1) 高 Nb-TiAl 合金  $\alpha_2 \rightarrow \alpha$  相变温度区间为 1 140 ~ 1 209 °C； $\alpha_2 \rightarrow \alpha$  等温相变过程中， $\alpha$  相的形成过程呈“S”形曲线。

(2) 高 Nb-TiAl 合金在等温过程中，显微组织主

要由  $\alpha_2$ 、 $\gamma$  相和少量  $\beta$  相形成的片层结构组成。随保温时间的延长，晶界处存在的  $\beta$  相逐渐减少，沿晶界产生的细小等轴  $\gamma$  晶粒逐渐增大。

(3) 高 Nb-TiAl 合金的显微硬度与热处理保温时间密切相关，随保温时间延长呈先增大后减小的趋势。

#### 参考文献

- [1] Chen Z Y, Su X L, Xiang Z L, et al. Microstructure and phase transformation of a niobium-rich TiAl-based alloy containing boron and carbon [J]. Journal of Materials Science and Technology, 2012, 28(5): 453–460.
- [2] Banumathy S, Neelam N S, Chandravanshi V, et al. The effect of Nb addition on microstructure, oxidation behavior and strength of some  $\gamma$ -TiAl alloys [J]. Materials Today: Proceedings, 2018, 5(2): 5514–5520.
- [3] Liang Y F, Xu X J, Lin J P. Advances in phase relationship for high Nb-containing TiAl alloys [J]. Rare Metals, 2016, 35(1): 15–25.
- [4] Cao B, Yang J R, Wang X Y, et al. Microstructure evolution and mechanical properties of a Ti-45Al-8.5Nb-(W, B, Y) alloy obtained by controlled cooling from a single  $\beta$  region [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2018, 740: 1140–1148.
- [5] Qiang F M, Kou H C, Tang B, et al. Effect of cooling rate on microstructure evolution of Ti-45Al-8.5Nb-0.2W-0.2B-0.02Y alloy during multi-step heat treatment [J]. Materials Characterization, 2018, 145: 210–217.
- [6] Qiang F M, Kou H C, Tang B, et al. Multi-step heat treatment design for nano-scale lamellar structures of a cast Ti-45Al-8.5Nb-(W, B, Y) alloy [J]. Intermetallics, 2016(79): 35–40.
- [7] Perez-Bravo M, Madariaga I, Ostolaza K, et al. Microstructural refinement of a TiAl alloy by a two step heat treatment [J]. Scripta Materialia, 2005, 53(10): 1141–1146.
- [8] 李莹. 高温 TiAl-8.5at.% Nb 合金的固态相变动力学 [D]. 南京: 南京工业大学, 2016.
- [9] Göken M, Kempf M, Nix W D. Hardness and modulus of the lamellar microstructure in PST-TiAl studied by nanoindentations and AFM [J]. Acta Materialia, 2001, 49(5): 903–911.
- [10] Song L, Lin J P, Li J S. Phase transformation mechanisms in a quenched Ti-45Al-8.5Nb-0.2W-0.2B-0.02Y alloy after subsequent annealing at 800 °C [J]. Journal of Alloys & Compounds, 2016, 691: 60–66.
- [11] Beddoes J, Zhao L, Immerigeon J P, et al. The isothermal compression response of a near  $\gamma$ -TiAl + W intermetallic [J]. Materials Science and Engineering A, 1994, 183(1-2): 211–222.