

1073—1173 K 温度范围内 TiAl 合金的超塑性行为*

孙 坚 刘润开 吴建生

贺跃辉

(上海交通大学教育部高温材料及高温测试开放实验室, 上海 200030) (中南大学粉末冶金国家重点实验室, 长沙 410083)

摘 要 研究了经热机械处理的 TiAl 合金在温度 1073—1173 K 和 2×10^{-5} — $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 应变速率范围内的超塑性行为。结果表明, 在上述实验条件下 TiAl 合金表现出良好的超塑性, 其最高拉伸延伸率达到 533%; 同时, 合金具有较高的应变速率敏感指数。计算得到的 TiAl 合金超塑性变形的表观激活能为 220 kJ/mol。此时 TiAl 合金超塑性变形主要是受晶界扩散所控制的晶界滑动机制, 同时动态再结晶也是合金超塑性变形的一种协同机制。

关键词 超塑性, 显微组织, TiAl 合金, 热机械处理

中图分类号 TG146.2, TG113.25 **文献标识码** A **文章编号** 0412-1961(2001)01-0095-04

SUPERPLASTICITY OF TiAl BASED ALLOYS AT RELATIVELY LOW TEMPERATURES RANGING FROM 1073 K TO 1173 K

SUN Jian, LIU Runkai, WU Jiansheng

Open Laboratory of Education Ministry of China for High Temperature Materials and High Temperature Tests, Shanghai Jiaotong University, Shanghai 200030

HE Yuehui

State Key Laboratory for Powder Metallurgy, Central South University, Changsha 410083

Correspondent: SUN Jian, associate professor, E-mail: jsun@mail1.sjtu.edu.cn

Manuscript received 2000-05-15, in revised form 2000-09-12

ABSTRACT Superplastic behaviors of thermo-mechanically processed TiAl based alloys were investigated at relatively low temperatures ranging from 1073 K to 1173 K and at strain rates ranging from $2 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ to $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. The results showed that the alloys exhibit excellent superplasticity, and the maximum tensile elongation reaches 533%. Also, the strain rate sensitivity values are of high level. The apparent activation energy of the alloys for the superplastic deformation was calculated to be 220 kJ/mol. The mechanism of grain boundary diffusion controlled by grain boundary slide is considered to be responsible for the superplastic deformation of the alloys, and the dynamic recrystallization also is the accommodated mechanism for the deformation.

KEY WORDS superplasticity, microstructure, TiAl-based alloy, thermo-mechanical processing

研究表明, 金属间化合物 TiAl 合金在一定条件下可以表现出非常优越的超塑性, 这为 TiAl 合金的加工成型提供了有效途径。目前, 文献报道的 TiAl 合金的超塑性变形温度几乎都在 1273 K 以上^[1-4]。如文献 [1,2] 报道了热变形态和双相组织的 TiAl 合金在 1323 K 和 $8 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ 条件下的拉伸延伸率分别达到 570% 和 467%。但是, 超塑性变形温度过高会导致 TiAl 合金严重氧化和

晶界的空洞化, 因此 TiAl 合金如何在更低温度下获得超塑性是当前人们研究的重点。最近 Nieh 等人^[5]研究了粉末冶金方法制备的 TiAl 合金的超塑性行为, 发现该合金在 1073 K, $2 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ 条件下的超塑性为 310%。粉末冶金方法制备的 TiAl 合金含有亚稳态的 B2 相, 这种亚稳态的 B2 相在变形过程中的转变被认为是导致该 TiAl 合金低温超塑性的主要原因。材料的晶粒大小对其超塑性行为起着决定性的作用, 而热机械处理是获得细晶组织 TiAl 合金的重要方法, 因此, 本文将研究经热机械处理的热变形态 TiAl 合金在 1073—1173 K 较低温度范围内的超塑性行为, 并就组织对合金超塑性变形的影响及 TiAl 合金在此温度范围内超塑性变形的机制进行讨论。

* 国家自然科学基金资助项目 59671006

收到初稿日期: 2000-05-15, 收到修改稿日期: 2000-09-12

作者简介: 孙 坚, 男, 1963 年生, 副教授;

第二作者现在福建省漳州市外贸公司工作

1 实验方法

研究采用的 TiAl 合金的化学成分 (原子分数, %) 为 Ti-46.8Al-2.2Cr-0.2Mo, 采用自耗电弧炉熔炼而成. 铸锭经均匀化退火和热等静压后在 1323 K 温度下进行热机械处理. 最后用线切割加工成工作尺寸为 3 mm × 2 mm × 6 mm 的拉伸试样. 高温拉伸实验时试样表面复盖抗高温氧化的涂层, 以防止试样因氧化而过早发生断裂. 超塑性拉伸实验在 Shimadzu Autograph-10 试验机上进行, 实验温度为 1073—1173 K, 应变速率范围为 2×10^{-5} — $2 \times 10^4 \text{ s}^{-1}$. 实验时通过不断调整夹头移动速度来保持试样变形时应变速率的基本恒定; 并采用应变速率提升法测定 m - $\dot{\epsilon}$ 和 σ - ϵ 关系曲线. 用光镜和透射电镜观察 TiAl 合金的原始组织; 变形后试样快速冷却后用光镜观察其显微组织变化. 选用 Kroll 溶剂作侵蚀剂, 透射电镜试样的电解抛光采用高氯酸、异丁醇与甲醇混合溶液 (其体积比为 5 : 35 : 60) 在 233 K 和 15 V 条件下进行.

2 实验结果

经热机械处理的 TiAl 合金的原始组织见图 1. 由图可见, 其组织主要由再结晶的非常细小的 γ 晶粒和 α_2 相组成, 同时还有少量带状 γ 粗晶和未破碎的层片状组

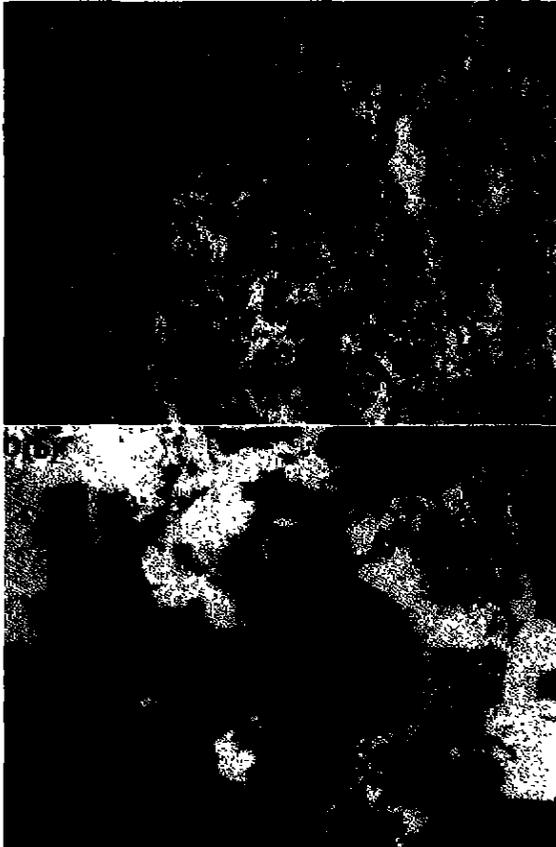


图 1 热机械处理后 TiAl 合金的原始显微组织和亚结构

Fig.1 Initial microstructure of the thermo-mechanically processed TiAl based alloys (OM) (a) and its substructure (TEM) (b)

织. TEM 观察表明合金晶粒尺寸约为 $1 \mu\text{m}$, γ 晶粒内存在着高密度的位错, 同时较粗大的 γ 晶粒内存在亚晶组织.

热变形态 TiAl 合金在 1073—1173 K, 2×10^{-5} 和 $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 实验条件下均显示出良好的超塑性, 图 2 为其真应力-真应变曲线. 可以看出在 1073 K 和 1123 K, $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 时, 真应力随真应变的增加而迅速上升, 表现出应变硬化效应, 当真应变达到 0.5 左右时, 真应力随应变的增加连续下降呈应变软化现象直至试样断裂, 合金试样的拉伸延伸率分别为 234% 和 284%; 当 1173 K, $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 或 1073 K, $2 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ 时, 真应力-真应变曲线开始仍呈应变硬化, 而后较快转入相对稳定的流变阶段, 同时合金表现出非常优越的超塑性. 此时 TiAl 合金的拉伸延伸率分别达到 425% 和 533%.

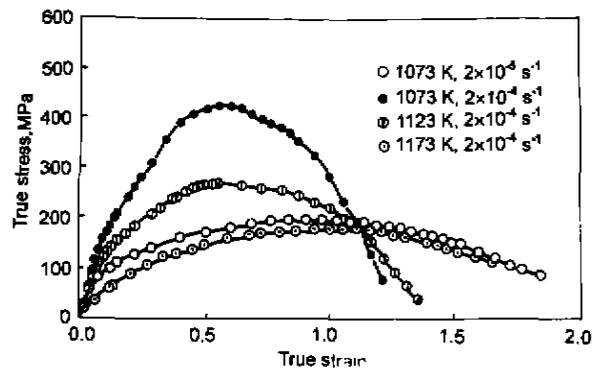


图 2 TiAl 合金超塑性变形的真应力-真应变曲线

Fig.2 True stress-strain curves of superplastic deformation of TiAl alloys

采用应变速率提升法测定的 1073—1173 K 温度范围内应变速率 $\dot{\epsilon}$ 对流变应力和应变速率敏感指数 m 的影响分别如图 3a, b 所示. 应变速率敏感指数 m 随着应变速率的升高而降低. 温度在 1173 K 时 m 值均能保持较高水平 (在 0.5 以上), 最大值达到 0.8; 在 1073 和 1123 K 时, m 值下降幅度较大. 只有当应变速率不大于 $4 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ 时, m 值才能达到 0.5 以上. 从图 3a 中一定应力水平下应变速率和实验温度的关系可以计算出 TiAl 合金在 1073—1173 K 温度范围内超塑性变形的表观激活能, 采用的公式为

$$d\epsilon/dt = A\sigma^n \exp(-Q/RT)$$

式中, $d\epsilon/dt$ 为应变速率 (s^{-1}), σ 为流变应力 (MPa), Q 为表观激活能 (kJ/mol), T 为热力学温度 (K), R 为气体常数, A 和 n 为材料常数. 本文取流变应力分别为 60, 90 和 120 MPa 时 $d\epsilon/dt$ 和 $1/T$ 的关系来计算表观激活能 (如图 4 所示), 由此得到的平均表观激活能为 220 kJ/mol.

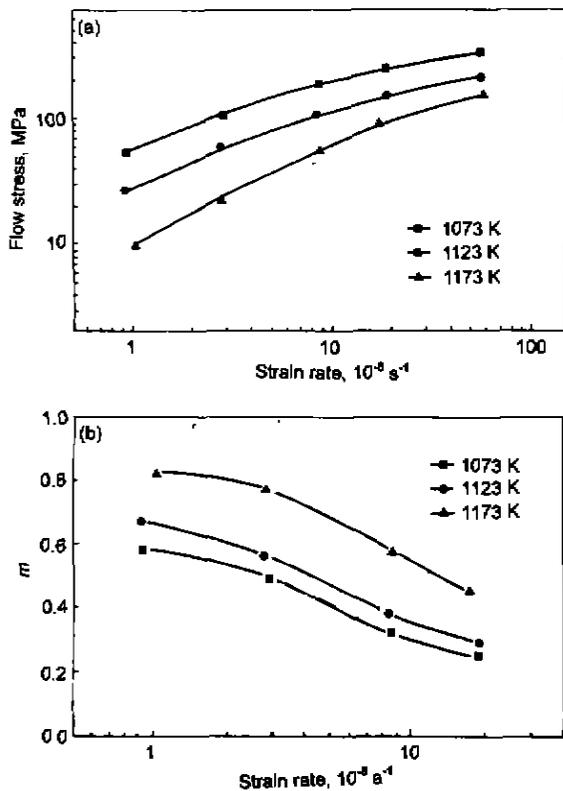


图3 应变速率和温度对 TiAl 合金的流变应力和应变速率敏感指数的影响

Fig.3 Effects of strain rate and temperature on the flow stress (a) and the strain rate sensitivity m (b) of TiAl alloys

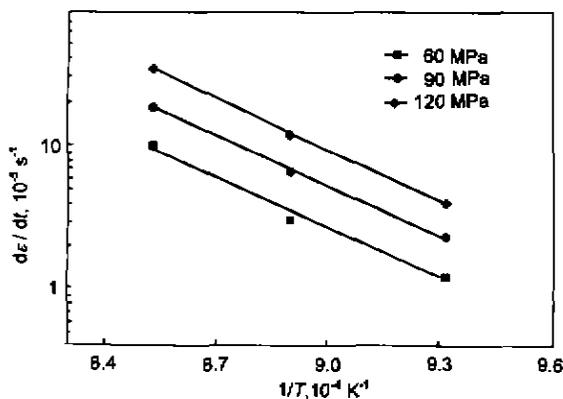


图4 流变应力分别为 60, 90 和 120 MPa 时 TiAl 合金 $d\epsilon/dt$ 与 $1/T$ 的关系

Fig.4 Plots of $d\epsilon/dt$ vs $1/T$ at stress levels of 60, 90 and 120 MPa for TiAl alloys

图5为经不同温度和应变速率变形后的 TiAl 合金的显微组织。从图可见, 在 1073 和 1123 K, $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 变形后合金的组织较原始晶粒更为均匀和细小, 相应 TiAl 合金的真应力 - 真应变曲线变化表现为前阶段是应变硬化, 而后阶段是应变软化; 当 1173 K, $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 或

1073 K, $2 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ 时, 变形后的晶粒有一定程度长大, 此时合金的真应力 - 真应变曲线表现出长阶段缓慢的应变硬化效应。

3 讨论

以上结果表明, 经热机械处理的 TiAl 合金在 1073—1173 K 和 $2 \times 10^{-5} \sim 2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 实验条件下显示出良好的超塑性, 其最高拉伸延伸率达到 533%。这一研究结果与 TiAl 合金在 1323 K 和 $8 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ 条件下 570% 的延伸率^[1]相近, 同时超过 Nieh 等人在相同条件下获得的 310% 的延伸率^[5]。相应经热机械处理的 TiAl 合金也表现出较高的应变速率敏感指数 m 值。经计算 TiAl 合金在上述条件下超塑性变形的表观激活能为 220 kJ/mol。本文作者曾报道该合金在 1223—1348 K 较高温度范围内超塑性变形的表观激活能为 302 kJ/mol^[1], 这与 TiAl 合金 291 kJ/mol 的自扩散激活能^[6]基本一致。说明 TiAl 合金在 1223—1348 K 较高温度条件下的超塑性变形是受点阵扩散所控制的晶界滑动机制^[1]。在本工作 1073—1173 K 较低温度范围内 TiAl 合金的超塑性变形表观激活能明显较其自扩散激活能低, 因此合金超塑性变形机制应该有所不同。Nieh 等人^[5]研究了粉末冶金方法制备的 TiAl 合金的超塑性行为, 并得出超塑性变形激活能为 210 kJ/mol。这与本文结果一致。但粉末冶金方法制备的 TiAl 合金含有 B2 亚稳相, 此变形激活能被认为与 B2 相的自扩散激活能相关连。目前尚无 B2 相自扩散激活能的报道。这一推论有待进一步证实。

有人曾计算 TiAl 合金的空位形成能和空位迁移能分别为 136 和 154 kJ/mol^[7]。若扩散是以空位机制进行的, 合金的自扩散激活能应该是其空位形成能和空位迁移能之和。但如果合金本身已具有较高的空位浓度或扩散是沿着晶界进行的 (因晶界本身具有高浓度的空位), 此时 TiAl 合金的扩散激活能应该介于其自扩散激活能与空位迁移能之间。因此由本文实验结果可以推断, TiAl 合金在 1073—1173 K 较低温度范围内超塑性变形主要是受晶界扩散所控制的晶界滑动机制。显然合金组织的细化, 同时热机械处理所引入的高密度位错以及位错交互作用所产生的空位都有利于 TiAl 合金的超塑性变形。在不同实验条件下, 这种机制对 TiAl 合金超塑性变形的贡献是有差异的。合金开始变形时并非所有晶界处于有利于滑动的取向。当 1073 K—1123 K 和 $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 时, 只有处于最有利取向的晶界能够发生滑动并参与合金的变形, 其余晶粒特别是粗大晶粒仍发生晶内滑移, 表现在前阶段真应力 - 真应变曲线为明显的应变硬化效应。当变形达到一定程度 (如 $\epsilon=0.5$), 同时位错积累到足够高的密度时, 这部分晶粒可能发生动态再结晶, 使后阶段真应力 - 真应变曲线出现应变软化直至试样发生断裂。变形后试样的组

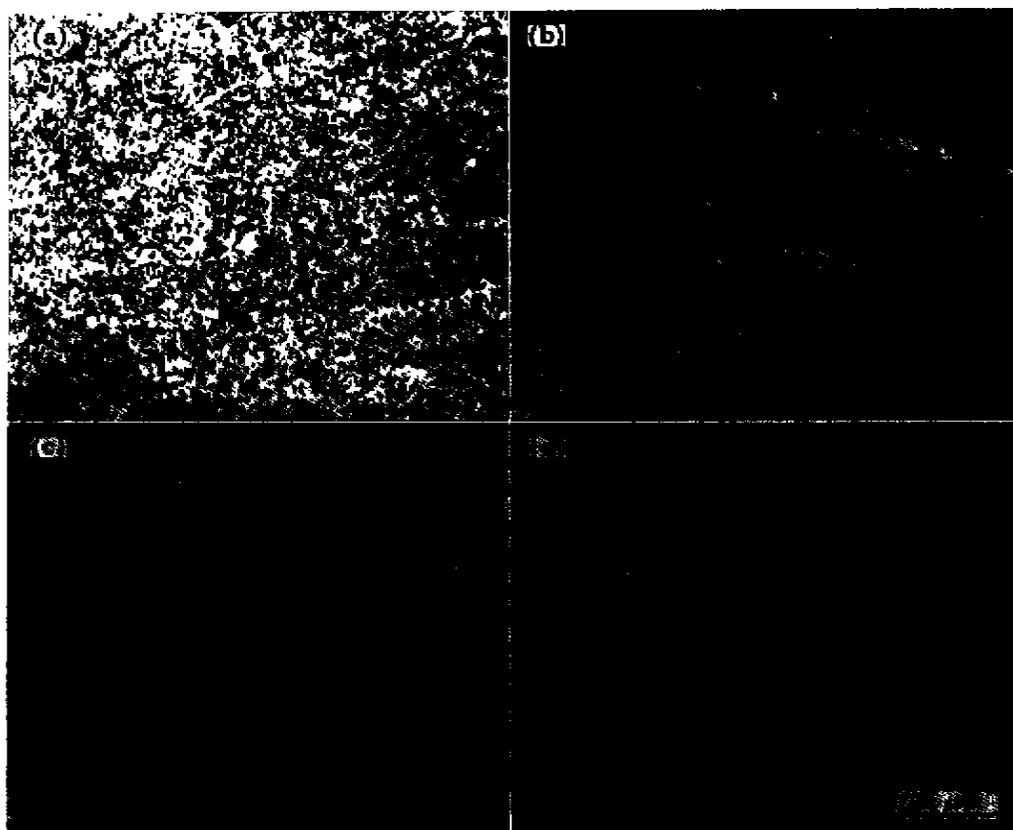


图5 超塑性变形后 TiAl 合金显微组织的变化

Fig.5 Microstructural evolution of the alloys after superplastic deformation

(a) 1073 K, $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ (b) 1073 K, $2 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$
 (c) 1123 K, $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ (d) 1173 K, $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$

织较原始晶粒更为均匀和细小(图 5a, c). 因此动态再结晶是 TiAl 合金在较低温度和较高应变速率条件下超塑性变形的一种协同机制. 显然这种机制的发生与合金的晶粒大小有着密切的关系. 可以推测合金的晶粒越细, 发生动态再结晶的临界变形量越大, 超塑性变形的延伸率更高. 随着合金变形温度的升高或应变速率的降低(如 1173 K, $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 或 1073 K, $2 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$), 晶界滑动机制起主导作用, 同时超塑性变形过程中伴随有动态晶粒长大现象发生. 真应力 - 真应变曲线表现为缓慢上升且相对长的应变硬化效应, 变形后合金的晶粒尺寸较前者明显增大(图 5b, d). 正是由于这种晶界滑动机制在超塑性变形过程中起到主导作用, TiAl 合金表现出优越的超塑性.

4 结论

(1) 在 1073—1173 K 和 2×10^{-5} — $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 条件下经热机械处理的 TiAl 合金表现出良好的超塑性, 其最高拉伸延伸率达到 533%; 同时合金具有较高的应变速率敏感指数.

(2) 经计算, TiAl 合金在上述条件下超塑性变形的

表观激活能为 220 kJ/mol, 介于合金的自扩散激活能与空位迁移能之间.

(3) 在 1073—1173 K 温度范围内 TiAl 合金超塑性变形主要是受晶界扩散所控制的晶界滑动机制; 同时动态再结晶也是合金超塑性变形的一种协同机制.

参考文献

- [1] Sun J, Wu J S, Zhang H Y, He Y H, Deng Z Y. *Rare Met Mater Eng*, 2000; 29(1): 13
(孙 坚, 吴建生, 张惠义, 贺跃辉, 邓忠勇. 稀有金属材料与工程, 2000; 29(1): 13)
- [2] Sun J, Fu Y F, Wu J S, He Y H. *Mater Eng*, 1999; (9): 13
(孙 坚, 傅拥峰, 吴建生, 贺跃辉. 材料工程, 1999; (9): 13)
- [3] Imavey R M, Kaibyshev O A, Salishchev G A. *Acta Metall Mater*, 1992; 40: 581
- [4] Lee W B, Yang H S, Kim K W. *Scr Metall Mater*, 1993; 29: 1403
- [5] Nieh T G, Hsiung L M, Wadsworth J. *Intermetallics*, 1999; 7: 163
- [6] Kroll S, Mehre Y H, Stolwijk N, Herig Chr, Rosenkranz R, Frommeyer G. *Z Metallkd*, 1992; 83: 591
- [7] Brossmann U, Würschum R, Badura K, Schaefer H-E. *Phys Rev*, 1994; 49B: 6457