

NiAl-Fe 金属间化合物超塑性的研究 *

周文龙^{1,2)} 郭建亭¹⁾ 陈荣石¹⁾ 周继扬²⁾

1) 中国科学院金属研究所, 沈阳 110015

2) 大连理工大学材料工程系, 大连 116024

摘要 本文研究了金属间化合物 NiAl-Fe 的超塑性行为及其机理。结果表明: 该合金的显微组织由 β -NiAl 相基体和 γ -Ni 无序固溶体相组成。在 1123 — 1253 K, 1.04×10^{-4} — $1.04 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 拉伸变形时, 表现超塑性行为。最大伸长率 233%。超塑性变形试样的断口呈韧性特征。在断裂区没有空洞产生。通过 SEM 分析发现, γ 相在变形过程中发生碎化, β 相存在动态再结晶。

关键词 NiAl-Fe, 超塑性, 金属间化合物

中图分类号 TG146.1, TG113.25

文献标识码 A

文章编号 0412-1961(1999)09-0995-04

INVESTIGATION ON SUPERPLASTICITY OF A NiAl-Fe INTERMETALLIC ALLOY

ZHOU Wenlong^{1,2)}, GUO Jianting¹⁾, CHEN Rongshi¹⁾, ZHOU Jiyang²⁾

1) Institute of Metal Research, The Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110015

2) Department of Materials Engineering, Dalian University of Technology, Dalian 116024

Correspondent: GUO Jianting, professor, Tel: (024)23843531-55493, E-mail: jtguo@imr.ac.cn

Manuscript received 1999-05-06, in revised form 1999-06-15

ABSTRACT The superplasticity and its mechanisms of a NiAl-Fe duplex alloy have been investigated. Its microstructure consists of β -NiAl phase and γ -Ni solid solution. This alloy exhibits superplasticity with the elongation as high as 233% at 1123 — 1223 K and strain rates of 1.04×10^{-4} — $1.04 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$. After superplastic deformation, it is found that the fracture tips do not contain any cavity, and the fracture surfaces appear to be ductile type. SEM observations suggest that dynamic recrystallization (DRX) occurs in β -phase, while grain breaking occurs in γ -phase.

KEY WORDS NiAl-Fe, superplasticity, intermetallics

NiAl 金属间化合物具有许多优异的性能, 能够承受高温恶劣环境的影响, 被认为是潜在的高温结构材料。但是其严重的室温脆性, 阻碍了实用化的进程^[1]。采用合金化方法, 如添加 Fe 元素引入塑性的 γ 相, 变成复相合金, 这种复相合金在变形过程中, 脆性 β -NiAl 相内的位错被激活, 可动位错密度增加, 变形更加协调, 结果合金的室温塑性和韧性得到改善^[2-4]。

NiAl 及其合金 (包括 NiAl-Fe) 的加工成型性太差, 给实用化带来困难。超塑性成形被认为是解决金属间化合物及其合金难于加工成形问题的最好方法之一。一般地说, 超塑性的金属间化合物均为细小晶粒的复相或多相材料, 如 Ni₃Al,

TiAl, Ti₃Al 和 Ni₃Si 等^[5-8]。复相或多相化的组织可以阻碍超塑性变形过程中的晶粒长大, 并促进晶界的滑动。大晶粒的 FeAl 及其合金在高温变形过程中因动态回复及再结晶也表现出超塑性行为^[9,10]。多年来关于 NiAl 及其合金的超塑性可能性及相关行为的研究未受到应有的重视。本文作者报道了细晶多相 NiAl-Cr 合金可以实现超塑性 (伸长率 $\geq 480\%$)^[11,12]。本文选取 NiAl-Fe 复相合金为研究对象, 继续考察 NiAl 基合金超塑性行为。

1 实验方法

试验用合金采用真空感应炉熔炼, 真空浇注成直径 42 mm 的圆棒。用碳钢包套, 经 1173 K, 14 h; 1353 K, 4 h 炉冷均匀化热处理。在 1373 K 以 5.6:1 的挤压比挤压成圆棒, 再经 1223 K, 1 h 炉冷退火。化学分析合金的成分 (原子分数, %) 为: Al 28.5, Fe 20.4, Y 0.003, Ce 0.003, Ni 余量。用线切割加工成标距段为 2 mm \times 2.5 mm \times 15 mm 的平板拉伸试样, 试样长度方向平行于挤压方向。金相蚀显

* 国家自然科学基金 59801010, 国家重大基金资助项目 59895152 和 863 计划资助项目 715-005-0030

收到初稿日期: 1999-05-06, 收到修改稿日期: 1999-06-15

作者简介: 周文龙, 男, 1965 年生, 博士生

剂为 $4\text{g CuSO}_4+20\text{ml HCl}+80\text{ml H}_2\text{O}$. 拉伸测试在 SHI-MADZU AG-250KNE 试验机上进行. 应力-应变曲线由试验机自动采集数据获得. 测试温度为 $1123-1323\text{ K}$, 初始应变速率范围为 $1.04\times 10^{-4}-1.04\times 10^{-1}\text{ s}^{-1}$. 微观组织和拉伸试样断口在 JSM-6301F 冷场发射扫描电镜上观察.

2 实验结果与讨论

2.1 真应力-应变曲线

不同条件下试样的拉伸真应力-应变曲线可分为两种类型(见图1). 低温、高应变速率时, 应变初期应力增长很快, 达到峰值后, 随应变的增加应力不断下降表现为应变软化. 温度越低、应变速率越大, 应变软化越明显. 高温、低应变速率时, 应变达到峰值后出现稳态流变. 硼合金化细晶 Ni_3Al 在高应变速率时的塑变行为是产生屈服后, 出现快速的应变软化, 在低应变速率时出现相对的稳态流变, 表现出超塑性行为^[5]. 双相细晶 Ti_3Al 合金的超塑性变形表现为低温态的屈服后应变软化, 高温态不出现明显的屈服点, 而呈现稳态流变^[7]. 单相 $\text{Ni}_3(\text{Si}, \text{Ti})$ 合金的流变应力行为也呈现为低温态的屈服后应变软化, 高温态没有明显的屈服, 而进入稳态流变阶段的特点. 但是当晶粒较细时, 稳态流变应力区略呈应变硬化趋势^[8]. NiAl-Fe 合金的塑变表现类似于上述几种金属间化合物合金的超塑性变形行为. 但是, 细晶 NiAl-Cr 合金的超塑性变形则表现为低温高应变速率态的屈服后应变软化, 而高温和低应变速率时, 屈服后有一段应力软化后进入稳态流变区^[11,12]. 大晶粒 FeAl 的情况是在超塑变形区均呈稳态流变, 温度和应变速率对真应力应变曲线的形状影响不大^[9,10]. 上述情况说明, 金属间化合物合金的超塑性变形流变行为表现出多种形态, 这可能是由于超塑性变形机理复杂, 目前对此尚缺乏真正的本质认识.

2.2 断裂伸长率和应变速率敏感指数

图2给出了不同温度和应变速率下试样的断裂伸长率. 在 $1123-1253\text{ K}$ 的温度范围, 试样的断裂伸长率在 $153\%-233\%$ 之间. 在试验的应变速率范围, 1123 K 的伸长率存在明显的峰值. 但在 1223 K 温度下, 伸长率却随应变速率的降低呈单调增加的趋势. 表明 NiAl-Fe 合金的最优超塑性条件可能超出试验的应变速率范围内. 在 1123 K , $5.20\times 10^{-4}\text{ s}^{-1}$ 变形时, 试样的断裂伸长率为 233% .

图3给出应变速率敏感指数 m 随应变速率的变化. 其中 m 值是利用 $\partial(\ln\sigma_1 - \ln\sigma_2)/\partial(\ln\dot{\epsilon}_1 - \ln\dot{\epsilon}_2)$ 计算得到, 其中 σ_1, σ_2 分别为同一温度下对应 $\dot{\epsilon}_1, \dot{\epsilon}_2$ 的真应力应变曲线的峰值应力. 对应于 1223 K 的曲线, m 值出现明显的峰值 ($5.2\times 10^{-4}\text{ s}^{-1}$ 时, $m=0.45$). 而在 1123 K 时, m 值的变化平缓 ($m\approx 0.3$), 但所有的试样仍表现超塑性现象. 最大的 m 值并不与最大的伸长率相对应. m 值与伸长率不存在一致的变化趋势. 因此 NiAl-Fe 超塑性的伸长率并

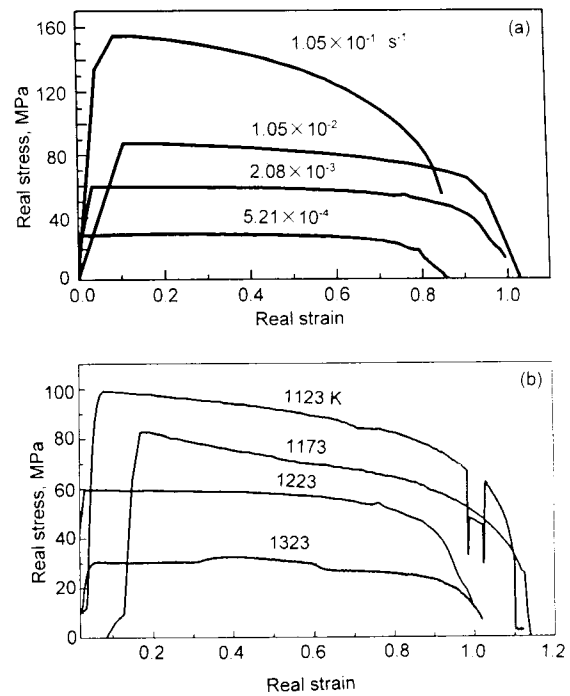


图1 真应力-应变曲线

Fig.1 Typical true stress-true strain curves tested at 1223 K (a) and a strain rate of $2.08\times 10^{-3}\text{ s}^{-1}$ (b)

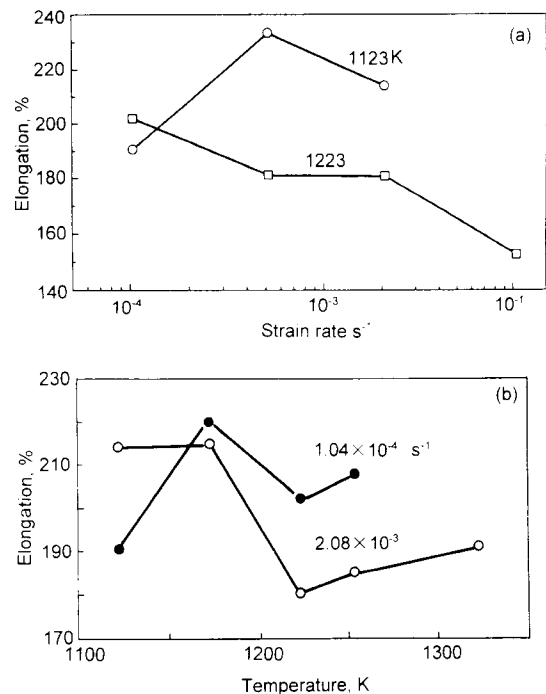


图2 实验合金的伸长率与应变速率和温度的关系

Fig.2 Elongation vs strain rate (a) and elongation vs deformation temperature (b)

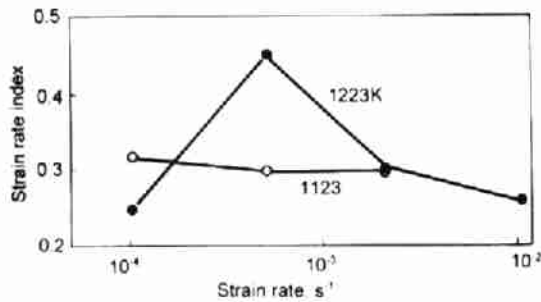


图3 m 值随应变速率的变化
Fig.3 m value vs strain rate

不唯一地取决于 m 值. 这种现象在超塑性研究中有过多次报道 [5-7,10,11].

2.3 超塑变形的表现激活能

由热激活机制控制的超塑性变形, 其流变应力 (σ) 和应变速率 ($\dot{\epsilon}$) 之间可以写成下面的方程:

$$\dot{\epsilon} = A\sigma^n \exp(-Q/RT)$$

其中, A 是常数, n 是硬化指数, R 是气体常数, T 是绝对温度. 表现激活能 Q 可以通过计算机多元线性回归求得.

$$Q = -Rd \ln \dot{\epsilon} / d \ln(1/T)$$

由实验数据计算得到 Q 为 216 kJ/mol. 通常金属材料的变形或蠕变的激活能与高温 (高于 $0.5T_m$, T_m 为材料熔点的绝对温度) 时的自扩散激活能相符合. NiAl 的晶格扩散激活能为 220 — 300 kJ/mol, 蠕变激活能为 250 — 300 kJ/mol^[13]. Raj 等对 Ni-30Al-20Fe-0.05Zr 的研究^[4], 得出在 1050 — 1300 K 之间, 其变形表现激活能为 280 — 350 kJ/mol. Whittenberger^[14] 得到 NiAl 的高温变形表现激活能为 315 kJ/mol. Takasugi 等^[15] 得到单晶 NiAl 高温大延伸率时的表现激活能为 118 — 157 kJ/mol. 比较表明: β 相的高温变形激活能接近 NiAl 的晶格扩散激活能. Raj 得到较高的表现激活能显然与合金中含有 Zr 有关. 本文研究得到的激活能也较接近 NiAl 的晶格扩散激活能, 但合金中含有一定量的 γ 相是不可忽视的因素.

2.4 显微组织及断裂方式

试样的挤压态组织为 β 相 (NiAl) 和 γ 相 (Ni 无序固溶体) 的复相组织 (X 射线衍射分析结果), 见图 4a. 其中, γ 相是 Fe 合金化引入的塑性相. 经热挤压后呈细长棒状分布. β 相为等轴粗晶粒, 晶粒尺寸约为 50 — 80 μm . 根据 Al-Fe-Ni 的 1023 K 等温截面相图^[16], 实验研究的合金与 Ni-30Al-20Fe 同处于 $\beta + \gamma$ 两相区. Raj 等的研究表明 Ni-30Al-20Fe-0.05Zr 合金为单相 β 组织. XRD 分析及 300 — 1200 K 变形后试样的 TEM 观察也未能发

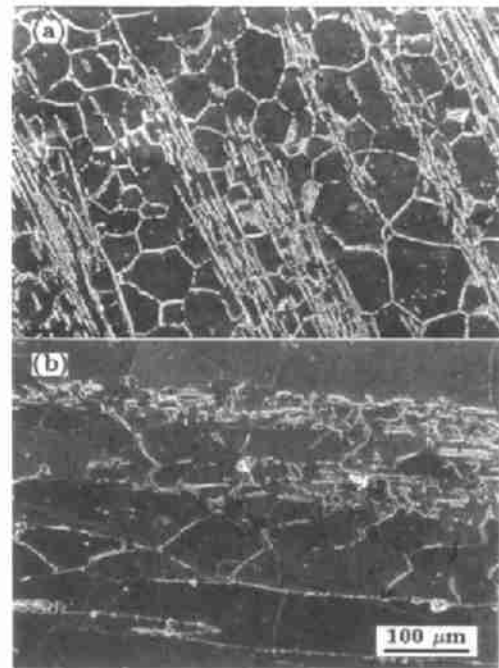


图4 NiAl-Fe 合金挤压态和超塑性变形后的显微组织
Fig.4 The longitudinal microstructure after extrusion (a) and superplasticity deformation (b)

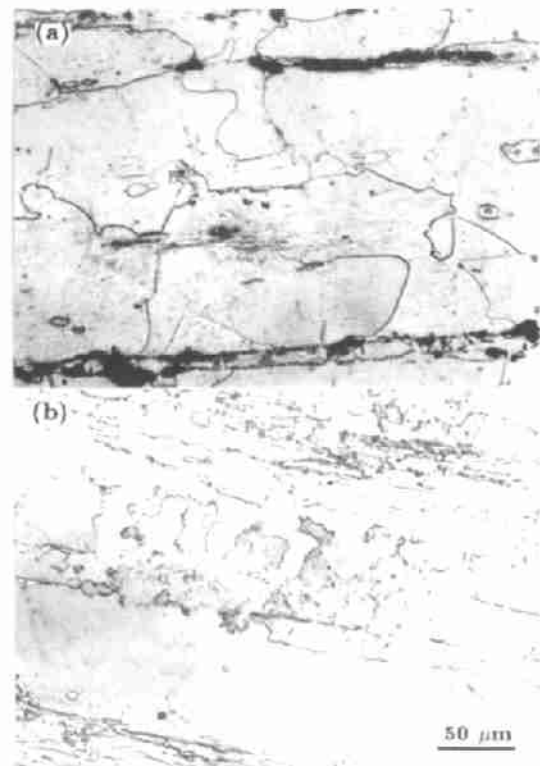


图5 NiAl-Fe 合金在不同应变时的显微组织
Fig.5 The longitudinal microstructure at $\epsilon = 0.2$ (a) and $\epsilon = 1.1$ (b), $T = 1253 \text{ K}$, $\dot{\epsilon} = 1.04 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$

现析出 γ 相^[4]，而本实验合金却存在为数不少的 γ 相。

经过超塑性变形后，试样的显微组织发生明显变化。 γ 相由原来的细棒状转变为小块粒状，且呈断续分离状态（参见图 4b）。标距段处的 β 相在变形初期，晶粒发生长大，晶界形态也发生变化（图 5a）。随着应变量的增大，晶粒和晶界形态产生显著变化，观察到许多新生的小晶粒，有些部位的晶界变成凸凹形状，表明塑变过程中发生了动态回复和再结晶（图 5b）。但是变形初期晶粒被拉长预示还有其他变形机制参与塑变。Taksugi 等^[15] 在 NiAl 单晶中获得反常高的断裂伸长率 170%，说明 β -NiAl 的晶内变形机制也可以提供很大应变。由此可见，合金中的 β 相和 γ 相在塑变过程中存在晶内协调变形机制。试样的肩部和夹头部位未观察到显微组织的明显变化，显然标距段内的显微组织变化是超塑性流变所致。这表明 NiAl-Fe 合金的超塑性变形机理不同于大晶粒单相合金超塑性的动态回复和再结晶形变机制^[9,10] 及多相细晶合金超塑性的晶界滑动变形机制^[5-8]。针对上述问题作者目前正在进行深入的观察分析。

超塑性断裂断口的扫描电镜观察发现，在杯锥的侧部和顶尖部均有大量的韧窝，并未发现脆断的痕迹（见图 6），这一点与 NiAl-Cr 超塑性断裂呈现的脆性断口不同^[11,12]。虽然多相超塑性合金一般均由于孔洞的形成和聚积长大引起断裂，但是 NiAl-Fe 合金的超塑性断裂区不存在孔洞，类似于 FeAl 合金超塑性的断裂情况^[9,10]。

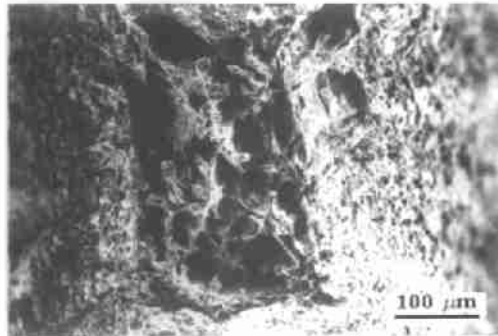


图 6 NiAl-Fe 合金的超塑性变形断口形貌

Fig. 6 The fracture morphology after superplasticity deformation

3 结论

(1) NiAl-Fe 合金在温度 1123 到 1253 K、应变速率 $1.04 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 到 $1.04 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 显示出超塑性，最大伸长率出现在 1123 K, $5.2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ，应变速率敏感指数 m 与断裂延伸率没有对应关系。

(2) NiAl-Fe 合金在超塑性变形过程中 γ 相产生碎化，由长条形变成分离的小块状； β 相晶粒发生动态回复和再结晶。超塑性变形机理由多种机制控制。

(3) NiAl-Fe 合金超塑性断口呈韧性断裂特征，在变形过程中没有空洞产生，断裂与空洞无关。

参考文献

- [1] Noebe R D, Walstan W S. In: Nathal M V, Darolia R, Liu C T, Martin P L, Miracle D B, Wagner R, Yamaguchi M eds., *Structural Intermetallics 1997*. New York: TMS, 1997: 573
- [2] Whang S H, Lai W H, Guo J T, Tan M H, Yin W M. *J Iron Steel Res*, 1997; 9(Suppl.): 1389
(王淑荷, 赖万慧, 郭建亭, 李辉, 谭明辉, 殷为民. 钢铁研究学报, 1997; 9(增刊): 1389)
- [3] Raj S V. *Metall Trans*, 1992; 23A: 1691
- [4] Raj S V, Locci I E, Noebe R D. *Metall Trans*, 1992; 23A: 1705
- [5] Kim M S, Hanada S, Watanabe S, Izumi O. *Mater Trans JIM*, 1989; 30: 77
- [6] Imayev R, Shagiev M, Salishev G, Lmayev V, Valitor V. *Scr Mater*, 1996; 34: P985
- [7] Fu H C, Huang J C, Wang T D, Bampton C C. *Acta Mater*, 1998; 46: 465
- [8] Takasugi T, Rikukawa S, Hanada S. *Acta Metall Mater*, 1992; 40: 1895
- [9] Lin D L, Li D Q, Liu Y. *Intermetallics*, 1998; 6: 243
- [10] Li D Q, Liu Y, Shan A D, Lin D L. *Acta Mater Sin*, 1996; 32: 417
(酆定强, 刘毅, 单爱党, 林栋梁. 金属学报, 1996; 32: 417)
- [11] Chen R S, Guo J T, Yin W M, Zhou J Y. *Acta Mater Sin*, 1998; 34: 1121
(陈荣石, 郭建亭, 殷为民, 周维扬. 金属学报, 1998; 34: 1121)
- [12] Chen R S, Guo J T, Yin W M, Zhou J Y. *Scr Mater*, 1999; 40: 209
- [13] Noebe R D, Cullers C L. *J Mater Res*, 1992; 7: 604
- [14] Whittenberger J D. *J Mater Sci*, 1987; 22: 394
- [15] Takasugi T, Kishino T, Hanada S. *Acta Metall Mater*, 1993; 4: 1009
- [16] Bradley A J. *J Iron Steel Inst*, 1951; 168: 233