

高 Nb-TiAl 合金的高温循环变形机制

张敏¹⁾, 李宏良¹⁾, 宋西平^{1)✉}, 余龙¹⁾, 焦泽辉²⁾, 于慧臣²⁾

1) 北京科技大学新金属材料国家重点实验室, 北京 100083 2) 北京航空材料研究院先进高温结构材料重点实验室, 北京 100095

✉ 通信作者, E-mail: xpsong@skl.ustb.edu.cn

摘要 在 750 °C 下对近片层 Ti-45Al-8Nb-0.2W-0.2B-0.1Y 合金进行了静拉伸和循环变形, 观察和分析变形后试样的微观组织. 合金在 750 °C 时的循环应力-应变曲线位于静拉伸应力-应变曲线之上, 显示出明显的循环硬化特征; 在循环变形过程中呈现先硬化后稳定. 透射电镜观察显示, 在 750 °C 下循环变形和拉伸的合金试样中均发现有大量的位错钉扎、塞积及缠结存在, 而形变孪晶仅在循环变形后的合金试样中存在. 合金在 750 °C 下的循环变形中孪生起重要作用.

关键词 钛铝合金; 铌; 高温; 循环变形; 材料疲劳; 应力-应变曲线; 位错

分类号 TG 146.2

Cyclic deformation mechanism of a high-Nb TiAl alloy at high temperature

ZHANG Min¹⁾, LI Hong-liang¹⁾, SONG Xi-ping^{1)✉}, YU Long¹⁾, JIAO Ze-hui²⁾, YU Hui-chen²⁾

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

2) Science and Technology on Advanced High Temperature Structural Materials Laboratory, Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China

✉ Corresponding author, E-mail: xpsong@skl.ustb.edu.cn

ABSTRACT Tension and cyclic deformation tests of a nearly lamellar Ti-45Al-8Nb-0.2W-0.2B-0.1Y alloy were carried out at 750 °C, and the corresponding microstructures were examined by scanning electron microscopy (SEM) and transmission electron microscopy (TEM). It is found that the cyclic stress-strain curve of the alloy at 750 °C is above the static tensile curve, indicating an obvious cyclic hardening characteristic of the alloy at 750 °C; the cyclic stress-strain behavior of the alloy is characterized by first hardening and then stabilization. TEM observations show that there are lots of dislocation pile-ups, pinnings and tanglings in cyclic deformation and tensile specimens, but large amounts of mechanical twinings only occur in the former, implying that twinings play a considerable role in the cyclic deformation process of the alloy at 750 °C.

KEY WORDS titanium aluminum alloys; niobium; high temperature; cyclic deformation; fatigue of materials; stress-strain behavior; dislocations

γ 基 TiAl 合金因具有相对较低的密度、高的熔点、良好的高温强度和较高的抗氧化、抗蠕变性能^[1-6], 而被视为在航空航天及汽车发动机等领域具有极大应用前景的高温结构材料. 随着合金的发展和改善, 新一代高 Nb-TiAl 合金较普通 TiAl 合金使用温度提高 60 ~ 100 °C, 可在 900 °C 左右使用, 极具发展潜力^[7-11]. 大多数发动机构件在服役过程必然会承受高温波动载荷的作用, 如构件外加载荷的

改变、引擎频繁的启动停止、温度波动造成的热应力等波动载荷, 此时高温疲劳损伤成为发动机高温构件的主要失效方式, 因此研究 TiAl 基合金的高温循环变形对于该合金的实际应用具有重要意义. 目前关于 γ 基 TiAl 合金的室温循环变形的报道较多^[12-15]. Gloanec 等^[12] 发现室温循环时 γ 基 TiAl 合金在较大应变幅下表现出强的循环硬化而在低应变幅下具有适度硬化特征; Song 和 Chen 等^[13-14] 研

收稿日期: 2014-03-21

基金项目: 国家重点基础研究发展计划项目子课题(2011CB605506)

DOI: 10.13374/j.issn1001-053x.2014.07.010; http://journals.ustb.edu.cn

究 γ 基 TiAl 合金的室温循环变形时发现合金在高应力幅下会产生形变孪晶,从而产生循环硬化; Petrenee 等^[15] 研究发现 γ 基 TiAl 合金在室温下表现出持续的循环硬化现象. 但是,对于高 Nb-TiAl 合金在高温下循环变形机制未见有详细报道. 本文主要对近片层组织的高 Nb-TiAl 合金进行了高温循环和拉伸的详细研究,并借助扫描电镜及透射电镜观察其变形后的显微组织,从而揭示循环及拉伸性能与显微组织变化之间的对应关系,进一步提出该合金的高温循环及拉伸变形机制.

1 试验材料及方法

试验所用材料为高铌钛铝合金,其名义成分为 Ti-45Al-8Nb-0.2W-0.2B-0.1Y (原子数分数,%) ,采用真空自耗-凝壳-自耗工艺制备,合金锭的成分均匀(Al 的成分偏差为 0.16% ,Nb 的成分偏差为 0.07% (原子数分数)) ,具有典型的近片层微观组织,如图 1 所示,由 γ/α_2 层片团和少量分布于层片团间的等轴 γ 相组成,片层团尺寸约为 70 μm . 试样经线切割加工为哑铃状薄片,形状及尺寸见图 2. 循环及拉伸试验是在岛津 SEM-SERVO 高温原位疲劳试验机上进行,整个过程处于真空状态下,仪器通过电阻丝加热,温度控制精度分别为 $\pm 2^\circ\text{C}$. 高温拉伸采用载荷控制,加载速率 0.01 $\text{kN}\cdot\text{min}^{-1}$,高温循环变形采用正弦波拉-拉载荷控制的单试样逐级加载法和多试样法进行加载,循环频率为 10 Hz,应力比 $R=0.1$. 单试样及多试样法加载试验数据分别列于表 1 和表 2.



图 1 试样的显微组织
Fig. 1 Microstructure of specimens

单试样加载法是指对一个试样进行逐级的循环加载,循环应力幅 $\Delta\sigma$ 逐级从 200 MPa 加载到 310 MPa、420 MPa 和 530 MPa,每一次加载都提前设定好循环的周次,达到预设的循环周次后迅速改变其循环加载应力进行下一阶段的循环变形直至断

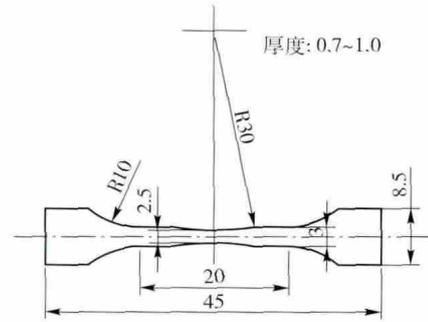


图 2 试样的形状尺寸(单位: mm)
Fig. 2 Dimension and shape of specimens (unit: mm)

裂;而多试样加载法则为分别对不同的试样以不同的循环载荷进行高温循环试验,直至试样断裂. 在单试样加载法中循环周次数确定的问题上,笔者是以保证在试验所选定的不同应力幅下试样循环指定周次后应变幅值均达到稳定状态为标准. 在每一恒定应力幅下循环可以获得一特定的应变幅,以这些应力幅值和相对应的应变幅值为数据点便可以获得相应的循环应力-应变曲线. 拉伸及循环试验后透射电镜观察样品均从试样中间断裂处由线切割获取,再经机械及双喷电解减薄后,在 FEI-Tecnai G2 F30 透射电镜下观察. 双喷电解液组成为 5% 高氯酸 + 35% 正丁醇 + 60% 甲醇.

表 1 单试样逐级加载数据

Table 1 Cyclic loading data by step using a single specimen

试验参数	第一阶段	第二阶段	第三阶段	第四阶段
最大应力 σ_{max} /MPa	222	344	467	590
$\Delta\sigma$ /MPa	200	310	420	530
循环周次	20000	20000	20000	20000

表 2 多试样循环变形数据

Table 2 Cyclic deformation data by specimens

试验参数	第一阶段	第二阶段	第三阶段	第四阶段
σ_{max} /MPa	222	344	467	590
$\Delta\sigma$ /MPa	200	310	420	530

2 试验结果及分析

2.1 静拉伸及循环变形应力-应变曲线

图 3 及图 4 分别给出了高 Nb-TiAl 合金在 750 $^\circ\text{C}$ 下用单试样逐级加载法和多试样法测得的循环应力-应变曲线. 为了便于比较,同时给出了 750 $^\circ\text{C}$ 时静拉伸变形的应力-应变曲线. 从图 3 及图 4 可以看出循环应力-应变曲线高于静拉伸应力-应变曲线,表明不论是单试样逐级加载法还是多试样法循环变形均使材料发生了一定的循环硬化,且

随着应力的增加,循环应变同静拉伸之间的差值不断增大.

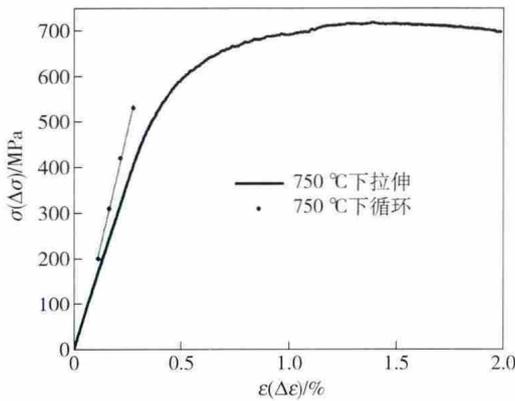


图 3 在 750 °C 下单试样循环应力-应变和拉伸曲线

Fig. 3 Cyclic stress-strain curve and tensile curve by using a single specimen at 750 °C

图 5 及图 6 分别为单试样和多试样在先后在经历了循环 $\Delta\sigma = 200, 310, 420, 530$ MPa 时其应变幅与循环周次关系曲线. 从图 5 可以看出,随着循环周次的增加,在 $\Delta\sigma = 200$ MPa 时应变幅基本保持不变,而 $\Delta\sigma$ 达到 310 MPa 和 420 MPa 时应变幅均在硬

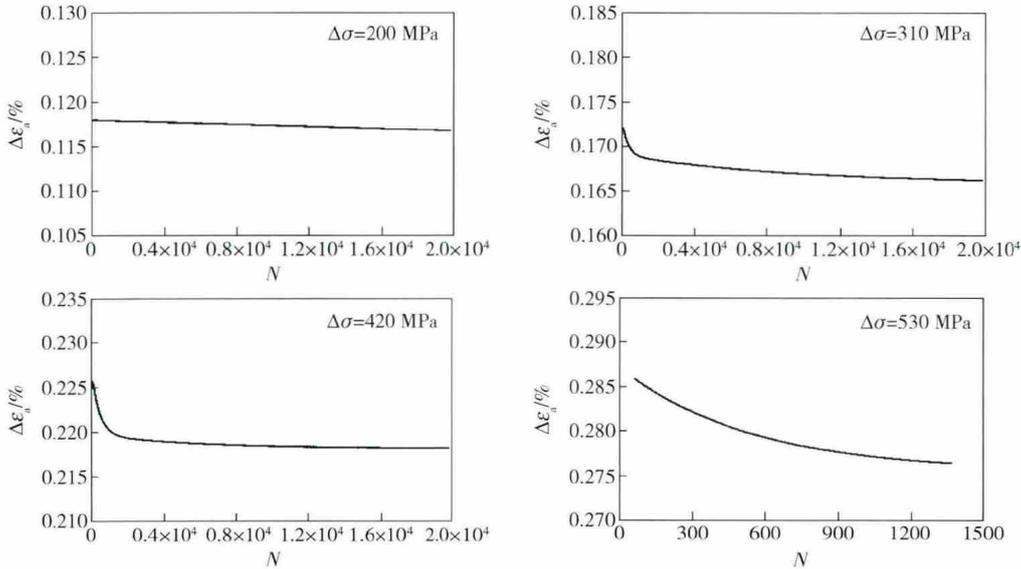


图 5 750 °C 下单试样循环应变幅值 $\Delta\epsilon_a$ 与循环周次 N 的关系

Fig. 5 Relation between cyclic number (N) and cyclic strain amplitude ($\Delta\epsilon_a$) by using a single specimen at 750 °C

2.2 断口形貌观察

图 7 和图 8 分别为高温循环变形和拉伸后的试样断口形貌. 可以看出: 近片层组织高 Nb-TiAl 合金循环变形断口存在着大量的解理台阶,同时可观察到少量的撕裂棱,如图 7(a) 所示; 裂纹优先在存在组织缺陷处及处于近表面的 γ 晶粒处萌生(图 7 (b)) 此后裂纹以沿片层和穿片层两种方式共同扩展,沿片层是主要扩展方式,裂纹沿片层扩展的阻力

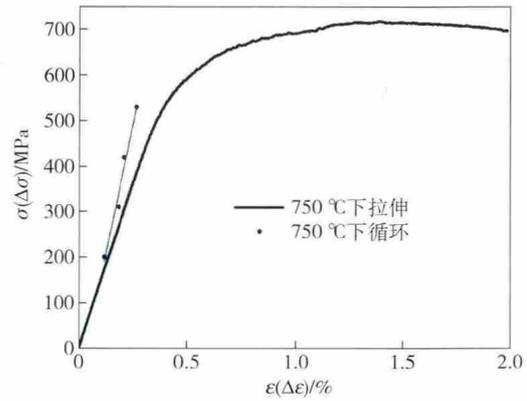


图 4 750 °C 下多试样循环应力-应变和拉伸曲线

Fig. 4 Cyclic stress-strain curve and tensile curve by specimens at 750 °C

化后迅速达到饱和状态此后没有表现出特别明显的软化或硬化现象,而单试样逐级加载循环至 $\Delta\sigma = 530$ MPa 的第四阶段时试样在循环至 1369 次突然断裂,仅表现出硬化过程,未能达到后续的稳定状态,这与 Gloanec 等^[12]的研究一致. 此外,图 6 中所描述的多试样加载法下测得的材料循环变形特征与单试样逐级加载法下测得的结果是相一致的.

最小,以垂直于片层面的穿片层方式阻力最大,断裂时有少量片层张开发生,裂纹在扩展后在扩展路径上留下许多条纹(图 7(c)),表明裂纹的扩展是一个塑性累积过程,表现出一定的疲劳特征. 拉伸断口也存在一定的解理台阶(如图 8(a)),并伴有一定的片层团转动,在断口表面附近看到与加载轴成 45° 的滑移线(如图 8(b)),在片层团界以及片层界处有大量二次裂纹出现,说明片层团界及片

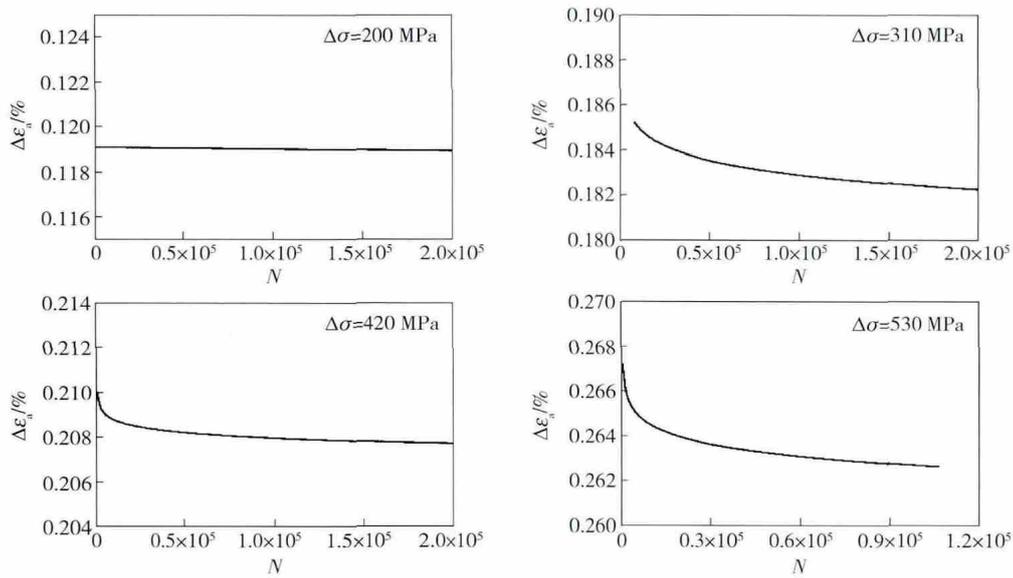


图 6 750 °C 下多试样循环应变幅 $\Delta\epsilon_a$ 和循环周次 N 的关系

Fig. 6 Relation between cyclic number (N) and cyclic strain amplitude ($\Delta\epsilon_a$) by specimens at 750 °C

层界是裂纹的主要萌生位置;此外,在断裂时同时有大量的片层张开发生(如图 8(c)),可以判断拉

伸过程中沿片层扩展和穿片层扩展是裂纹扩展的主要形式。

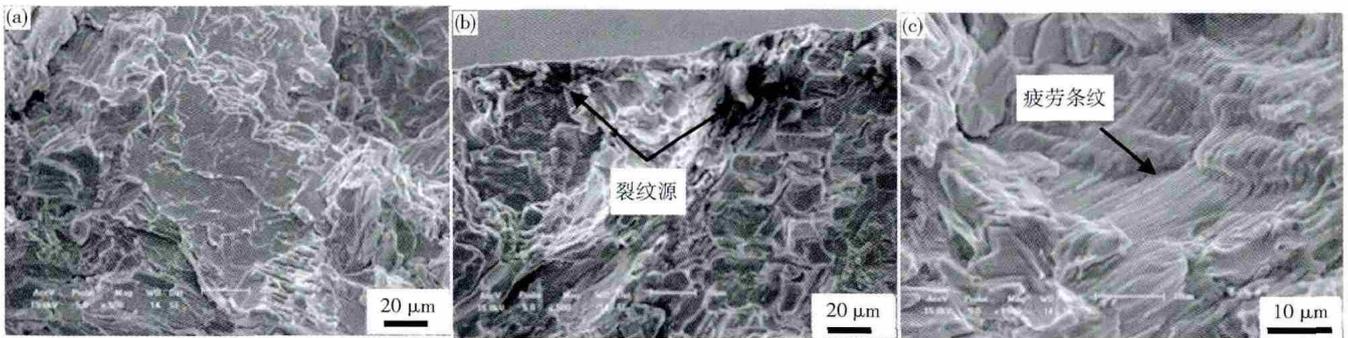


图 7 合金在 750 °C 循环后的断口形貌. (a) 解理台阶; (b) 裂纹源; (c) 疲劳条纹

Fig. 7 Fracture morphologies of the alloy after cyclic deformation at 750 °C: (a) cleavage steps; (b) crack sources; (c) fatigue striations



图 8 合金在 750 °C 拉伸后的断口形貌. (a) 解理台阶; (b) 片层团转动; (c) 片层张开

Fig. 8 Fracture morphologies of the alloy after tension at 750 °C: (a) cleavage steps; (b) lamellar colony rotation; (c) lamellar decohesion

2.3 透射电镜组织观察

图 9 和图 10 分别为高温循环和拉伸变形后试样的透射电镜形貌,均为明场相.图 9 表明循环变形后在片层组织内出现了大量的孪晶,既有宽厚的透镜状孪晶也有大量细而窄且边界平直的孪晶(如

图 9(a)),而且出现了孪晶相互交叉形成的栅栏结构(如图 9(b)),说明在循环变形的某一时期孪生现象活跃并作为循环塑性变形过程中重要的一部分.此外,在循环变形后的片层组织中发现大量位错,这些位错线并没有沿特定的方向,而且呈细长的

弯曲状,位错之间相互缠结和钉扎(如图 9(c,d)). 图 9(c,d) 中箭头所指为位错割阶,表明循环变形过程中部分位错发生了攀移. 从图 10 可以看出,高温拉伸后在片层组织内出现了大量的位错,许多位错呈弯曲状,这些位错相互塞积、缠结,并没有沿特定的晶体学方向分布(图 10(a,b)); 同时发现有位

错列的出现(图 10(c)),表明在变形过程中发生了位错的滑移,之后位错遇到第二相、片层(团)界面或晶界,其滑移受到阻碍;还可以发现拉伸变形后 α_2/γ 界面不再光滑(图 10(c)). 以上观察到的位错形态表明,在高温拉伸时位错滑移对变形起了很重要的作用.

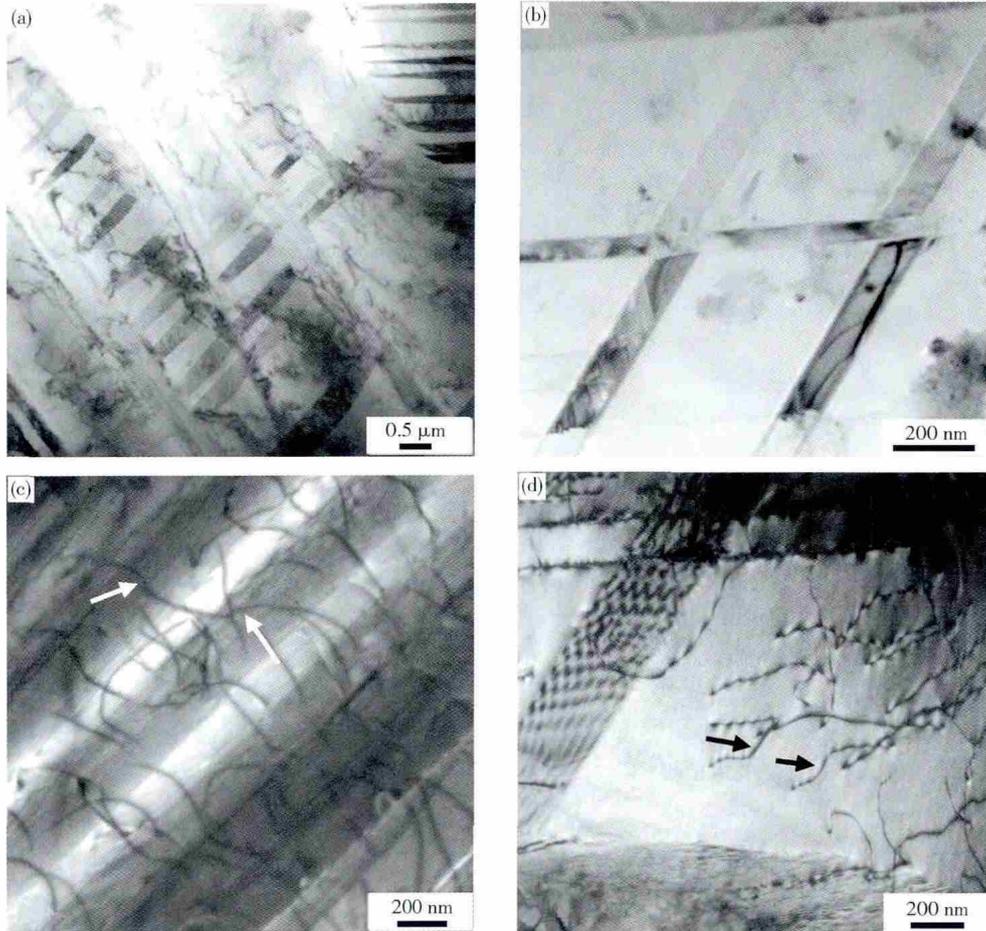


图 9 合金在 750 °C 循环后的透射电镜形貌. (a) 孪晶; (b) 栅栏结构; (c, d) 位错割阶

Fig. 9 TEM images of the alloy at 750 °C from fractured specimens after cyclic deformation: (a) twins; (b) fence structure; (c, d) dislocation jogs

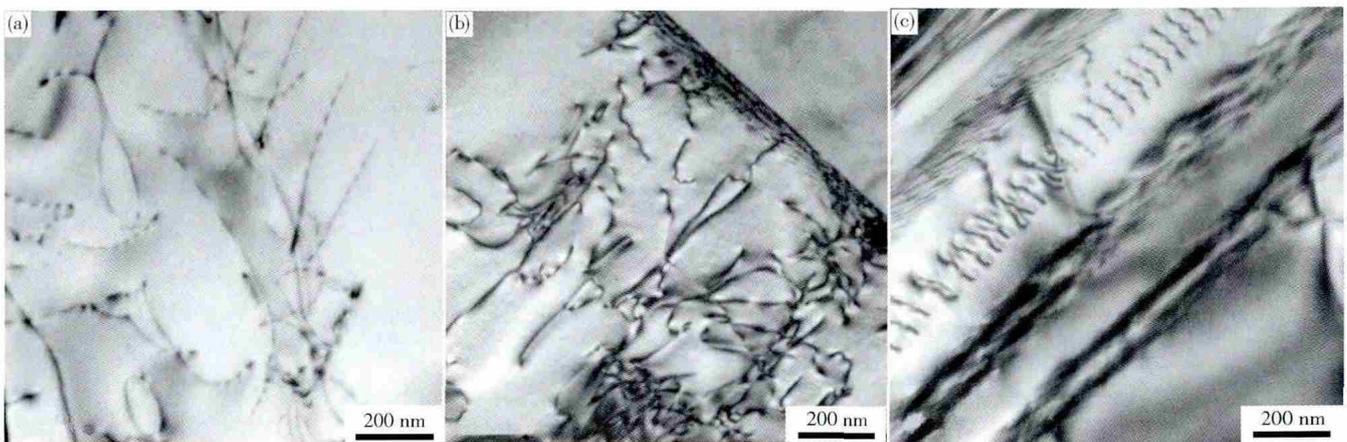


图 10 合金在 750 °C 拉伸后的透射电镜形貌. (a) 弯曲位错; (b) 位错塞积和缠结; (c) 位错列

Fig. 10 TEM images of the alloy at 750 °C from fractured tensile specimens: (a) curved dislocations; (b) dislocation pile-ups and tangles; (c) dislocation arrays

3 变形机制及讨论

陈国良和林均品^[16]认为钛铝合金在循环载荷作用的前几周,当界面台阶发射不全位错 $1/6[11\bar{2}]$ 或 $1/6[1\bar{1}\bar{2}]$ 在 $(1\bar{1}1)$ 面上滑移时会产生形变孪晶,因此笔者认为组织中出现的孪晶多为循环前期出现.除了较多的孪晶之外,在片层组织中还出现了大量的位错线,位错之间相互缠结、钉扎,表明位错的滑移受到很大的阻碍作用,同时部分位错割阶的发现表明在循环过程中发生了位错攀移^[17].结合上述分析可知:在循环前期出现孪晶后相当于对晶粒进行分割且部分孪晶之间形成栅栏结构均起到了细化晶粒的作用,此外产生孪晶与位错之间的交互作用会强烈阻碍位错的移动,孪晶的出现缩短了位错的平均自由程;形成孪晶时部分晶体发生切变需要克服较大的点阵阻力;形成孪晶需要额外的孪晶界面能,使得系统能量升高,总之产生循环形变孪晶后使材料发生循环硬化;而后随着循环周次的增加,位错滑移在晶体或孪晶内部开动,并进一步塞积、缠结等,当大量的位错缠结和塞积后,部分位错开始以攀移形式运动,使前期的部分硬化得以回复,从而进入了循环稳定状态.

在高温拉伸时位错滑移对变形起了很重要的作用.位错滑移除了受到自身屏障的阻碍(如互锁的界面),同时又会受到外界屏障(如晶格位错与界面)的交互作用.高温拉伸前期可动位错数量较多,且由于热激活作用,位错很容易越过杂质和缺陷或等继续滑移.随着拉伸应力的不断增加,位错塞积及缠结现象不断增加,造成应力集中,同时在较高应力集中区进一步向周围低应力区发射位错以释放集中的应力.但是,当位错塞积到一定程度时,位错越过障碍进行移动的临界应力很高,并且可动位错数量极少,在位错受到钉扎、塞积及缠结的区域便开始出现过高的应力集中,此时便在应力集中的区域萌生裂纹,裂纹萌生后集中的应力得以释放.

4 结论

Ti-45Al-8Nb-0.2W-0.2B-0.1Y合金在750℃循环变形时,初期表现出明显的循环硬化特性,在组织中产生了大量孪晶,随着循环周次的增加,进入循环稳定状态,其变形机制为先生形变孪晶,此后开始以位错的攀移形式进行变形.合金在750℃拉伸时的主要变形机制为位错滑移.

参 考 文 献

- [1] Kim Y W, Dimiduk D M. Progress in the understanding of gamma titanium aluminides. *JOM*, 1991, 43(8): 40
- [2] Kim Y W. Microstructural evolution and mechanical properties of a forged gamma titanium aluminide alloy. *Acta Metall Mater*, 1992, 40(6): 1121
- [3] Kim Y W. Intermetallic alloys based on gamma titanium aluminide. *JOM*, 1989, 41(7): 24
- [4] Kim Y W. Ordered intermetallic alloys: Part III. Gamma titanium aluminides. *JOM*, 1994, 46(7): 30
- [5] Liu Z C, Lin J P, Li S J, et al. Effects of Nb and Al on the microstructures and mechanical properties of high Nb containing TiAl base alloys. *Intermetallics*, 2002, 10(7): 653
- [6] Yamaguchi M, Inui H, Ito K. High-temperature structural intermetallics. *Acta Mater*, 2000, 48(1): 307
- [7] Chen G L, Wang X T, Ni K Q et al. Investigation on the 1000, 1150 and 1400℃ isothermal section of the Ti-Al-Nb system. *Intermetallics*, 1996, 4(1): 13
- [8] Zhang W J, Deevi S C, Chen G L. On the origin of superior high strength of Ti-45Al-40Nb alloys. *Intermetallics*, 2002, 10(5): 403
- [9] Tetsui T. Effects of high niobium addition on the mechanical properties and high-temperature deformability of gamma TiAl alloy. *Intermetallics*, 2002, 10(3): 239
- [10] Chen G L, Sun Z Q, Zhou X. Oxidation and mechanical behavior of intermetallic alloys in the Ti-Nb-Al ternary system. *Mater Sci Eng A*, 1992, 153(1-2): 597
- [11] Chen G L, Sun Z Q, Zhou X. Oxidation of intermetallic alloys in Ti-Al-Nb ternary system. *Corrosion*, 1992, 48(11): 939
- [12] Gloanec A L, Jouiad M, Bertheau D, et al. Low-cycle fatigue and deformation substructures in an engineering TiAl alloy. *Intermetallics*, 2007, 15(4): 520
- [13] Song X P, Cai H P, Chen W Z, et al. In-situ observation of fatigue crack growth in centrifugal spray deposition (CSD) Ti-48Al-2Mn-2Nb alloy. *Trans Nonferrous Met Soc China*, 1998, 8(4): 613
- [14] Chen W Z, Song X P, Qian K W, et al. The lamellar microstructure and fracture behavior of γ -based TiAl alloy produced by centrifugal spray deposition. *Mater Sci Eng A*, 1998, 247(1-2): 126
- [15] Petrenc M, Polák J, Buček P. Cyclic plasticity and strain localization in cast γ -TiAl based alloy // *Procedia Engineering*. Milan, 2011: 1390
- [16] Chen G L, Lin J P. *Fundamentals of Physical Metal Science about Ordered Intermetallics Structural Materials*. Beijing: Metallurgical Industry Press, 1999
(陈国良,林均品.有序金属间化合物结构材料物理金属学基础.北京:冶金工业出版社,1999)
- [17] Ding Z, Zhang J, Wang C H, et al. Dislocation configuration in DZ125 Ni-based superalloy after high temperature stress rupture. *Acta Metall Sin*, 2011, 47(1): 47
(丁智,张军,王常帅,等. DZ125镍基高温合金高温持久断裂后的位错组态.金属学报,2011,47(1): 47)