DOI:10.16410/j.issn1000-8365.2020.07.002

# 定向凝固 Ti47Al 基合金及其双晶的压缩变形行为研究

申军朋,杨　森

(南京理工大学 材料科学与工程学院,江苏 南京 210094)

**摘　要**:利用定向凝固技术制备 Ti47Al 基合金,并从中切取双晶,研究它们的压缩变形行为。研究结果表明,在压缩变形过程中,裂纹会在取向差较大的晶界处萌生并沿着晶界进行扩展。裂纹会以沿着片层界面和穿越片层界面两种方式进行扩展,当片层取向与加载方向在 45°和 60°左右时,裂纹更容易在片层界面萌生并扩展,此时晶界对裂纹的扩展有一定阻碍作用。

**关键词**:定向凝固;Ti47Al 基合金;双晶;裂纹

**中图分类号**:TG139　　**文献标识码**:A　　**文章编号**:1000-8365(2020)07-0602-06

# Research on Compression Deformation Behavior of Directionally Solidified Ti47Al-based Alloy and Bicrystals

SHEN Junpeng, YANG Sen

(School of Material Science and Engineering, Nanjing University of Science and Technology, Nanjing 210094, China)

**Abstract**: Ti47Al-based alloys were prepared using directional solidification technology, and bicrystals were cut from them to study their compression deformation behavior. The results show that during compression deformation, cracks will initiate at the grain boundaries with large misorientation and propagate along the grain boundaries. The crack will propagate along the lamellar interface and through the lamellar interface. When the lamellar orientation and loading direction are around 45° and 60°, the cracks are more likely to generate and propagate at the interface of the lamellar, and the grain boundaries have a certain hindrance to the propagation of the crack.

**Key words**: directional solidification; Ti47Al-based alloy; bicrystal; crack

TiAl 基金属间化合物同时具有耐高温、抗氧化和低密度等诸多优势,是实现产品轻量化、高性能和长寿命的重要候选结构材料,在航空航天发动机等领域应用前景广阔,成为国内外的研究热点[1-5]。但由于 TiAl 基合金呈明显的室温脆性,室温下塑性变形加工能力极差,极大地妨碍了其在工业上的应用[6]。研究表明,多晶材料中裂纹的萌生、扩展与其组织的晶界特征分布直接相关,高能自由晶界常成为裂纹萌生和扩展的通道,因此,控制材料的晶界特征分布成为改善材料性能的有效手段。晶界同样对 TiAl 基合金的变形、裂纹的萌生和扩展有着重要影响。陆永浩等[7]通过对全片层 TiAl 基合金断裂研究,发现晶界对其断裂裂纹的形成及扩展有较大的影响,裂纹的扩展在晶界处受到阻力。此外,微裂纹源还会于晶界处萌生,裂纹以何种方式进行扩展由晶界两侧的片层取向决定。郑瑞廷等[8]研究了晶界对全片层和近片层 γ-TiAl 断裂韧性的影响,实验结果表明材料断裂时裂纹扩展的方向和韧带的尺寸都和晶界有很强的相关性。C.Zambaldi 等[9]通过创建 γ-TiAl 基合金的三维模型来研究其塑性的各向异性问题,发现 γ-TiAl 合金的塑性变形性能受晶粒取向影响较大,全层状合金中的屈服现象可能与层状团簇的各向异性有关。彭英博等[10]对高铌 PST 钛铝合金进行压缩断裂实验,发现当应力加载方向与片层取向的夹角呈 45°时,PST 钛铝合金表现出最佳塑性状态,当两者角度为 0°时其屈服强度最大。但是晶界取向、加载方向和片层取向对该合金塑性变形的内在规律仍需要进一步研究。本研究的目的就是利用定向凝固技术制备 TiAl 基合金并从中切取双晶,研究 TiAl 基合金晶界取向和片层取向对其压缩变形行为的影响规律,分析其断裂机制。

## 1　试验材料和方法

试验用原材料为海绵 Ti (>99.8%) 和电解铝

**收稿日期**:2020-05-09

**作者简介**:申军朋(1992-),河北邯郸人,硕士研究生.研究方向:定向凝固.电话:18751966126,
E-mail:xian979736@163.com

(99.99%)。首先采用水冷铜坩埚悬浮感应熔炼技术在氩气保护下反复熔炼得到名义成分为 Ti47Al (at%)的铸锭，之后吸铸为 $\phi$10 mm 的铸棒备用，定向凝固在高真空电阻式定向凝固炉 DHN400 中进行，控制温度为 1 550 ℃，温度梯度约为 100 K/cm，抽拉速度为 8、12、18、24 μm/s。用电火花线切割技术从制得的定向凝固试样柱状区切取尺寸为 4 mm×4 mm×8 mm 的样品作为压缩试样，尺寸为 1.5 mm×1.5 mm×3.0 mm 的双晶试样亦从定向凝固试样中切取。双晶压缩试样分为两组，一组加载方向垂直于晶界，另一组加载方向平行于晶界。压缩试验在 UTM4000 型电子万能试验机上进行，压缩速率为 0.001 $s^{-1}$。

经打磨抛光的样品用 5vol.% HNO3+5vol.% HF+90vol.%$H_2O$ 的腐蚀液在常温下进行腐蚀后，用 OLYMPUS-GX41 型光学显微镜观察其金相显微组织。在 FEI Quanta 250F 场发射环境扫描电镜上对压缩试样表面进行观察，观察前用腐蚀剂进行轻微腐蚀。利用扫描电子显微镜配备的 HKL CHANNEL5 型背散射电子衍射分析仪(EBSD)测定双晶显微组织和晶粒取向，EBSD 测试之前首先将试样进行预磨和机械抛光，然后在 10vol.%高氯酸 +90vol.%冰乙酸电解液中常温下进行电解抛光，抛光电压为 38 V，抛光时间为 5 s。

## 2　试验结果及讨论

### 2.1.　微观组织特征

#### 2.1.1　定向凝固组织特征

图 1 是定向凝固得到的 Ti47Al 合金 XRD 图。由图可见，定向凝固 Ti47Al 合金主要由 $\gamma$ 相和 $\alpha$ 相组成。

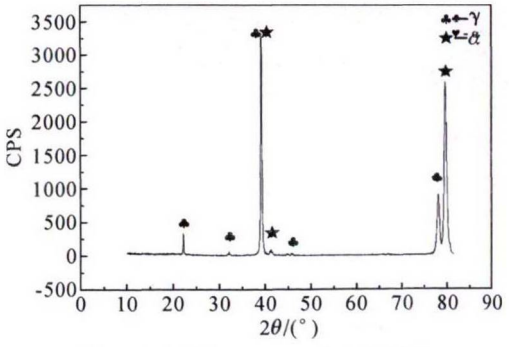



图 1　定向凝固 Ti47Al 合金相组成

Fig.1　Phase composition of directional solidification Ti47Al alloy

图 2 是定向凝固得到的 Ti47Al 合金横截面显微组织图。可以看出，定向凝固组织为全片层组织，且同一晶粒内片层取向一致，片层取向不是杂乱无序，而是和生长方向呈一定角度。横截面晶粒形状近似为多边形。

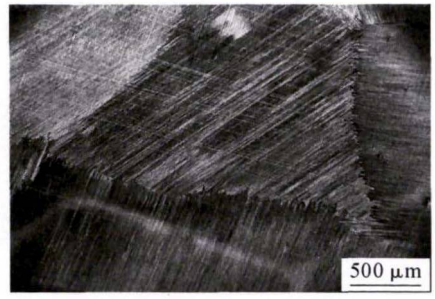



图 2　Ti47Al 定向凝固横截面显微组织

Fig.2　Ti47Al directional solidified cross section microstructure

图 3 是不同抽拉速度下定向凝固 Ti47Al 合金横截面片层组织。随着抽拉速度的增加，片层间距逐渐减小。当抽拉速度为 8 μm/s 时，片层间距相对较大，最大片层间距有 3.5 μm，平均片层间距为 2.6 μm。抽拉速度在 12 μm/s 时，平均片层间距为 2.1 μm。当抽拉速度增大至 18 μm/s 时，平均间距为 1.5 μm。当以 24 μm/s 速度进行抽拉时，片层间距进一步减小，平均片层间距为 1.1 μm。

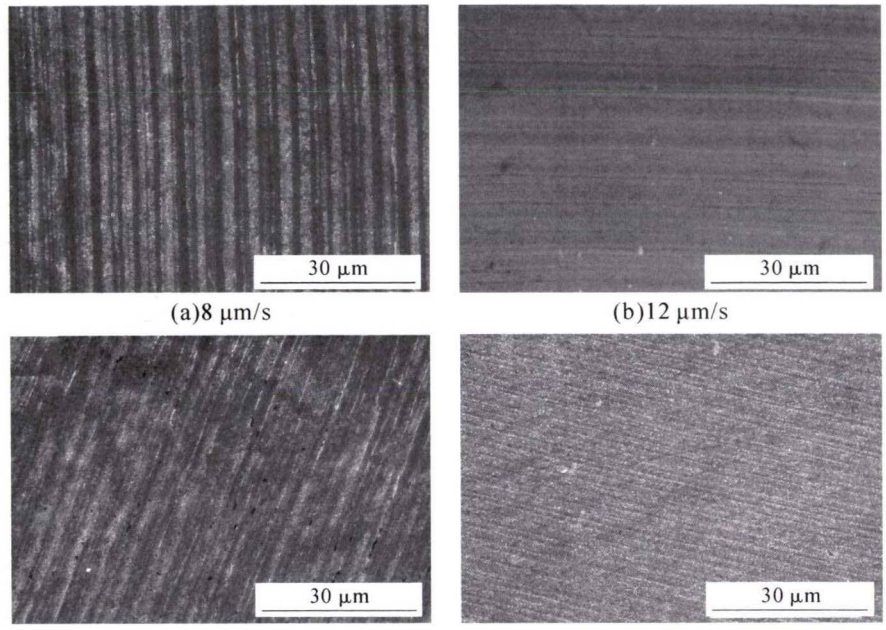
片层间距的大小主要受到冷却速度的影响，冷却速度越大获得片层组织越细。对于 Al 含量为 47%的 TiAl 基合金，其凝固过程路径为 L→L+β→L+β+α→α→α+γ→$(\alpha_2+\gamma)_{层片共析体}$ +γ。γ 相先从 α 相中析出，随后残余的 α 相通过共析反应转变分解为 $\alpha_2+\gamma$，该过程转变路径为：α→α+γ→$\alpha_2$+γ。由于 α→α+γ 属于扩散型脱溶转变，其形核长大与温度相关。随着抽拉速度的增大，凝固冷却速率增加，固相没有充分的时间进行扩散，因此 γ 相的形核率增大但其进一步的生长受到抑制，从而细化了片层间距。

#### 2.1.2　双晶的组织特征

图 4 是从定向凝固试样切取的双晶的显微组织图。可以看出，双晶组织也是全片层组织，两个晶粒片层取向不同，其只包含一个晶界，并且晶界呈锯齿状。

图 5 是通过 EBSD 测试得到的 Ti47Al 合金不同双晶的 EBSD 取向成像显微图。从图中看出，各个双晶组织主要由 γ 相构成，并且部分 γ 相被标定为孪晶。

由于从晶体取向出发通过某种转动可以将每个晶粒的坐标系 C(xyz)转到整体坐标系 S(xyz)中，因此每个晶粒的取向都可以用转动角度来表示。通常采用 Bunge 定义方式，从晶体坐标系出发，按照角度 $\phi_1(0\leqslant\phi_1\leqslant2\pi)$，$\phi(0\leqslant\phi\leqslant\pi)$和 $\phi2(0\leqslant\phi_2\leqslant2\pi)$的顺序旋转，将局部晶体学坐标系的坐标轴转动到与整体坐标系的坐标轴重合，称 $\phi_1$，$\phi$ 和 $\phi_2$ 为欧拉角[11]。




(a)8 μm/s　(b)12 μm/s

(c)18 μm/s　(d)24 μm/s

图 3 不同抽拉速度下 Ti47Al 合金横截面片层组织

Fig.3 Ti47Al alloy lamellar structure of cross section at different drawing speeds

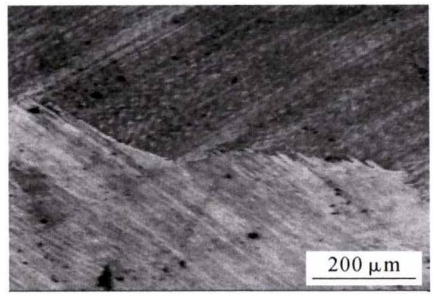


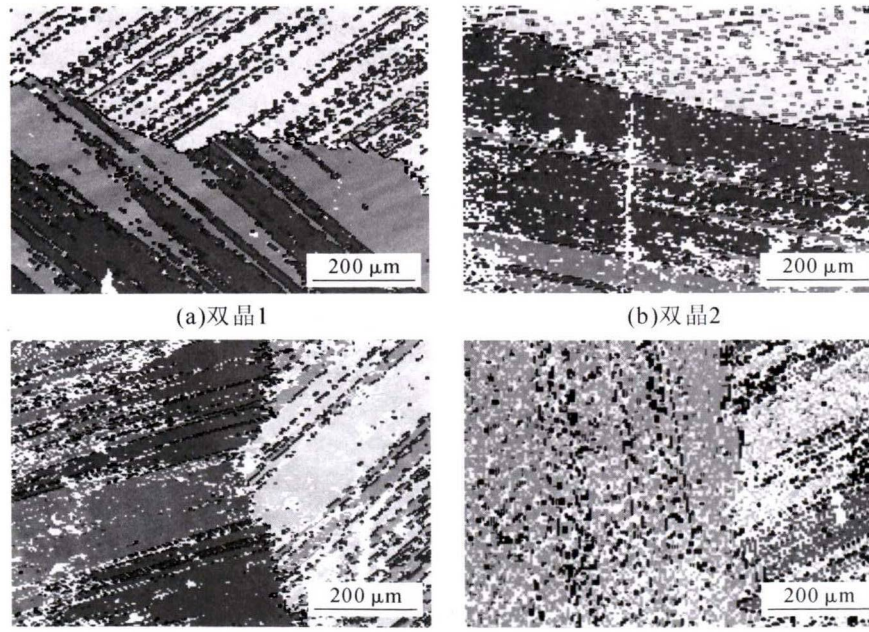

图 4 Ti47Al 双晶显微组织

Fig.4 Ti47Al bicrystal microstructure

对所得到的 EBSD 测试数据中各个双晶的欧拉角进行矩阵变换。采用欧拉角来表示，那么每个晶粒的局部坐标系与整体坐标系的转换矩阵的转换矩阵可以描述为[12]：

$$g=\begin{pmatrix}\cos\phi_1\cos\phi_2-\cos\phi\sin\phi_2\sin\phi_1 & \cos\phi_1\sin\phi_2\cos\phi+\cos\phi_1\sin\phi_2 & \sin\phi_2\sin\phi\\ -\sin\phi_1\cos\phi\cos\phi_2-\sin\phi_2\cos\phi_1 & \cos\phi_1\cos\phi_2\cos\phi-\sin\phi_1\sin\phi_2 & \cos\phi_2\sin\phi\\ -\sin\phi_1\cos\phi & -\cos\phi_1\sin\phi & \cos\phi\end{pmatrix}$$

两个晶粒得到 $g_1$ 和 $g_2$，之后计算旋转矩阵，即 $g_2$ 乘以 $g_1$ 的逆矩阵，之后对矩阵进行线性变换，使得其对角元素为其所在行和列的最大值，记矩阵元素为 $r_{ij}$，得到各个双晶的晶粒取向差，结果如表 1。取向差越大意味着其晶界能量更高，更不稳定。




(a)双晶1　(b)双晶2

(c)双晶3　(d)双晶4

图 5 不同双晶 EBSD 取向成像显微图

Fig.5 SEM images of microstructure of different bicrystals EBSD orientations

表1 不同双晶欧拉角及晶粒取向

Tab.1 Different bicrystals Euler angles and grain misorientation

| 双晶编号 | $\phi_1$ | $\Phi$ | $\phi_2$ | 晶粒取向差 |
|---|---|---|---|---|
| 1 | 353.99 | 45.86 | 68.68 | 34.7° [6 3 -2] |
| | 16.28 | 32.96 | 80.50 | |
| 2 | 196.2 | 42.76 | 84.67 | 56.2° [1 4 -3] |
| | 86.28 | 24.72 | 84.06 | |
| 3 | 36.26 | 38.41 | 56.00 | 40.9° [5 -2 -3] |
| | 276.66 | 35.62 | 80.70 | |
| 4 | 132.78 | 43.06 | 61.61 | 27.9° [-1 1 -7] |
| | 311.50 | 44.07 | 86.37 | |

## 2.2 压缩变形行为

### 2.2.1 定向凝固试样的压缩变形行为

图 6 是抽拉速度为 8 μm/s 时定向凝固 Ti47Al 合金压缩试样表面形貌，其中白色箭头为加载方向。图 6(a)为压缩侧面形貌，由图 6 看出整个表面有大量垂直于加载方向的板条状突起，突起交界处有大量裂纹产生，且这些裂纹都沿着片层的方向。断裂部分方向与加载方向呈 45°。图 6(b)和(c)分别为箭头 1、2 的局部放大图。从图 6 中看出裂纹沿着片层界面进行扩展，并且有部分裂纹穿过片层，晶界处同样出现沿片层界面的裂纹。与加载方向大致呈 45° 的片层与垂直于加载方向的片层相比产生了较多的裂纹，说明裂纹更容易在与加载方向有一定角度的片层中产生。图 6(d)为片层交界处的裂纹放大图，从图 6 中看出，晶界处产生了较大的裂纹，该裂纹在晶界处萌生之后沿着晶界进行了扩展，并且该裂纹内部是明显的穿越片层的断裂方式。这种沿片层和穿片层断裂方式在定向凝固试样中普遍存在。

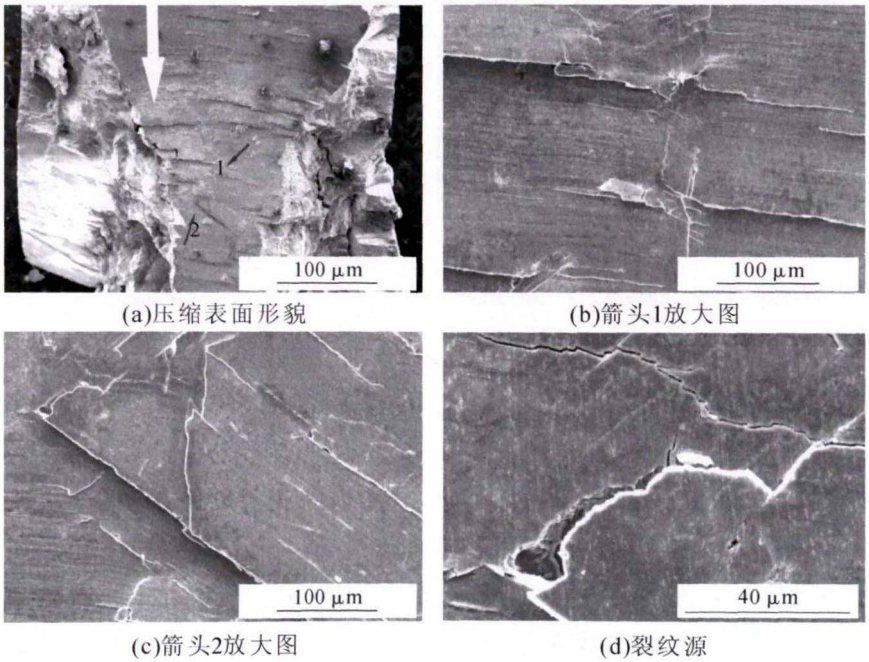
晶界处由于其能量高，容易产生应力集中，最终导致裂纹源的产生。在施加力的作用下，裂纹沿一定路径扩展。片层界面相对能量也较高，裂纹容易在界面进行扩展。当加载力超过一定限度，也会导致裂纹穿越片层界面。

### 2.2.2 双晶试样的压缩变形行为

对双晶试样施加 5%变形量，然后通过 SEM观察双晶的表面变化，分析其变形方式与晶界取向以及片层取向的关系。我们定义晶界与加载方向平行的为纵向晶界，晶界与加载方向垂直的为横向晶界。

图 7 为纵向晶界双晶压缩变形后表面 SEM 图。图 7(a)和(b)为双晶 1 的表面形貌，白色箭头为加载方向，红色直线为片层取向。可以看到左侧晶粒片层取向几乎与加载方向呈 90°，右侧晶粒片层取向与加载方向成 45°，晶界处与片层内均没有任何裂纹产生。图 7(c)和(d)为双晶 2 施加 5%变形时表面形貌，左侧晶粒层取向与加载方向呈 60°，右侧晶粒片层与加载方向呈 30°，由图 7 看出，双晶 2 出现了明显挤压变形和开裂，裂纹主要沿着晶界扩展，部分裂纹沿着两侧晶粒片层扩展，并且有的穿越片层。

图 8 为横向晶界双晶 5%压缩变形后表面 SEM 图。图 8(a)和(b)为双晶 3 表面形貌，晶粒片层取向与加载方向均呈 45°。从图 8 中看出，晶界处没有产生裂纹，但是在晶粒边缘处产生了少量沿片层界面的

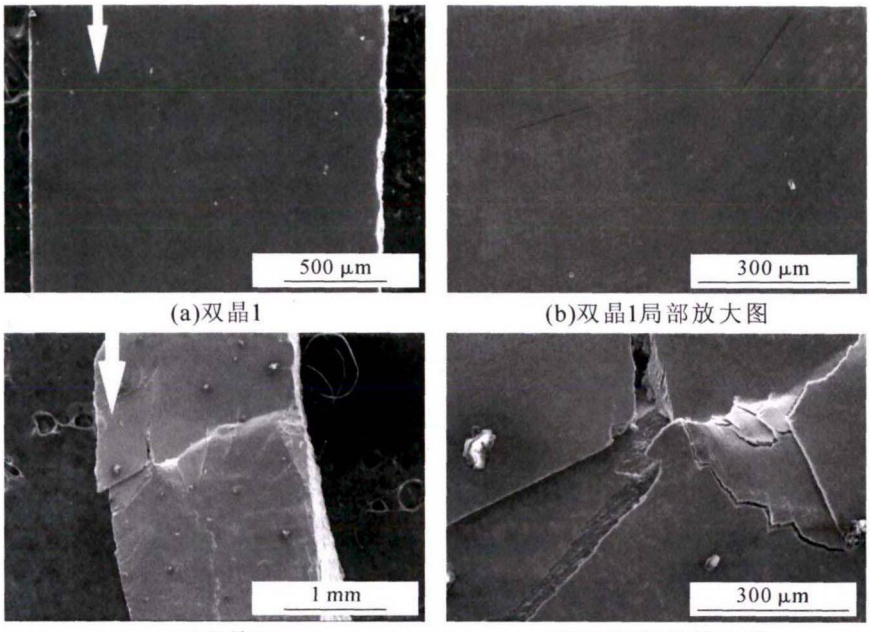



(a)压缩表面形貌　(b)箭头1放大图

(c)箭头2放大图　(d)裂纹源

图 6 定向凝固 Ti47Al 合金压缩试样表面形貌

Fig.6 Surface morphology of directional solidified Ti47Al alloy compressed specimen

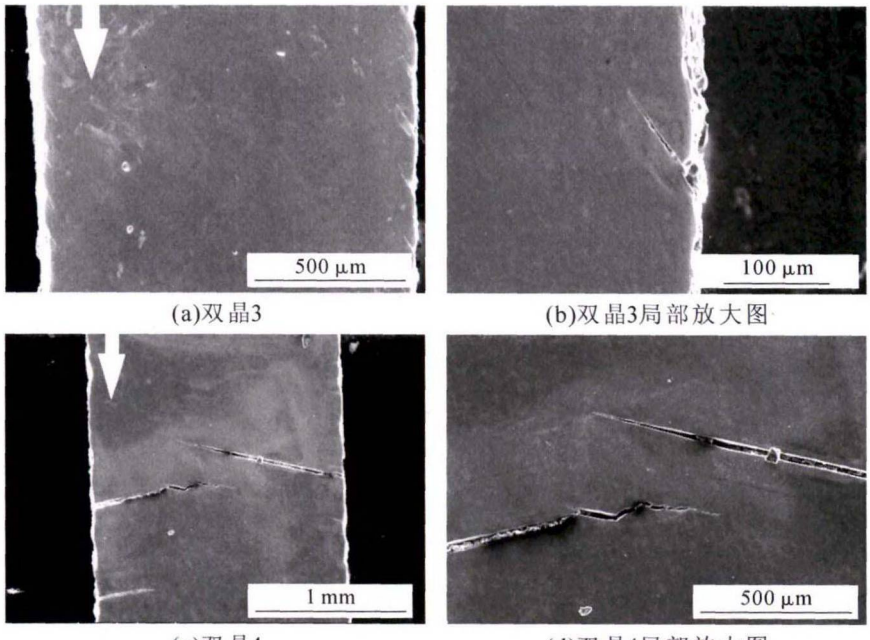



(a)双晶1　(b)双晶1局部放大图

(c)双晶2　(d)双晶2局部放大图

图 7 纵向晶界双晶 5%压缩变形后表面 SEM 图

Fig.7 SEM images of the surface of longitudinal grain boundary bicrystals after 5% compression deformation




(a)双晶3　(b)双晶3局部放大图

(c)双晶4　(d)双晶4局部放大图

图 8 横向晶界双晶 5%压缩变形后表面 SEM 图

Fig.8 SEM images of the surface of lateral grain boundary bicrystals after 5% compression deformation

裂纹，主要原因是晶粒片层取向与所受剪切力方向一致，有一定程度的变形协调能力。图 8(c)和(d)为双晶 4 表面形貌，两晶粒的片层取向与加载方向均呈 60°左右，从图 8 中看到，两晶粒均在片层内从边缘产生了沿片层方向的裂纹，但是两条裂纹当到达晶界交汇处时，裂纹明显被阻挡，晶界展现出了一定的抗力，对裂纹的扩展有阻碍作用。

取向差较大晶界能量较高，使得裂纹在晶界处较易萌生，裂纹在沿晶界扩展过程中也会伴随着沿片层和穿越片层的扩展。当片层取向与加载方向在 45°和 60°左右时，裂纹更容易在片层界面萌生并扩展，此时晶界对于裂纹扩展表现出一定的阻碍作用。

## 3 结论

(1)定向凝固 Ti47Al 合金主要由 $\gamma$ 相和 $\alpha$ 相组成。定向凝固组织为全片层组织，同一晶粒内片层取向一致，且片层间距随着抽拉速度的增大逐渐减小。

(2)定向凝固 Ti47Al 合金在压缩变形过程中，裂纹会在取向差较大的晶界处萌生并沿着晶界进行

(下转第 621 页)

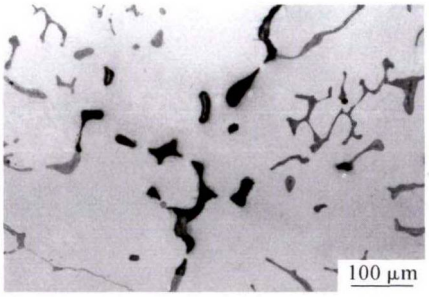



图 9 HH40 合金试样在壁厚中间位置处的典型缺陷组织（OM）

Fig.9 Defective structure in the middle of wall thickness in HH40 alloy casting

## 3 结论

（1）HK40 合金辐射管弯头的铸态组织为奥氏体基体和含骨架状碳化物的共晶组织，其碳化物主要类型是 $M_7C_3$ 型，其三维形貌为树枝晶状。HH40 合金辐射管弯头的铸态组织由奥氏体、少量铁素体以及由奥氏体和碳化物构成的混合片层组织组成，其碳化物类型主要是 $M_{23}C_6$ 型以及少量的 $M_7C_3$ 型。其中，$M_{23}C_6$ 型碳化物的三维形貌为团簇在一起的棒条状。

（2）两种合金辐射管弯头铸件均在下部形成显微疏松缺陷，且壁厚中间位置处的疏松最为严重。HK40 合金辐射管弯头中最严重区域的疏松程度达到了 12 级，而 HH40 合金铸件中最严重区域的疏松程度仅为 3 级。其形成原因是由于铸件在凝固的过程中，壁厚中间位置处最后凝固，由于补缩不足或补缩通道受阻导致了中间位置处疏松的形成。

（3）HK40 合金的固相线温度为 1 349 ℃，液相线温度为 1 394 ℃，凝固窗口为 45 ℃。HH40 合金的固相线温度为 1 369 ℃，液相线温度为 1 394 ℃，凝固窗口为 25 ℃。HK40 合金较 HH40 合金具有较宽的凝固窗口，凝固过程中形成疏松的倾向更大。

**参考文献：**

[1] 祝志超. 在役连退炉辐射管材质的高温损伤分析[D]. 大连：大连理工大学，2012.

[2] 徐梅. 金属材料低应力多碰蠕变与微观机制研究[D]. 苏州：苏州大学，2010.

[3] 涂卫国，刘赟赟，冯俊小，等. 辐射管加热技术综述[J]. 工业炉，2007，29(3)：15-18.

[4] 张俊善，尹大伟. 铸造缺陷及其对策[M]. 北京：机械工业出版社，2008.

[5] 朱日彰，卢亚轩. 耐热钢和高温合金[M]. 北京：化学工业出版社，1996.

[6] 黄福祥，王新华，王万军. 奥氏体不锈钢凝固组织中残留铁素体特征研究[J]. 钢铁，2012，47(4)：69-73.

[7] 宋维锡. 金属学[M]. 北京：冶金工业出版社，2008.

[8] 陈宗民，于文强. 铸造金属凝固原理[M]. 北京：北京大学出版社，2014.

（上接第 606 页）

扩展。另外，裂纹还会以沿着片层界面和穿越片层界面两种方式进行扩展。当片层取向与加载方向在 45°和 60°左右时，裂纹更容易在片层界面萌生并扩展，此时晶界对裂纹的扩展有一定阻碍作用。

**参考文献：**

[1] Bewlay B P, Nag S, Suzuki A, et al. TiAl alloys in commercial aircraft engines[J]. Materials at High Temperatures, 2016, 33(4-5): 549-559.

[2] Jiao Z B, Luan J H, Liu C T. Strategies for improving ductility of ordered intermetallics [J]. Progress in Natural Science: Materials International, 2016, 26(1): 1-12.

[3] Clemens H, Mayer S. Intermetallic titanium aluminides in aerospace applications-processing, microstructure and properties [J]. Materials at High Temperatures, 2016, 33(4-5): 560-570.

[4] Janschek P. Wrought TiAl blades [J]. Materials Today: Proceedings, 2015, 2: S92-S97.

[5] Appel F, Clemens H, Fischer F D. Modeling concepts for intermetallic titanium aluminides [J]. Progress in Materials Science, 2016, 81: 55-124.

[6] 李宝辉，孔凡涛，陈玉勇，等. TiAl 金属间化合物的合金设计及研究现状[J]. 航空材料学报, 2006, 26(2): 72-78.

[7] 陈永浩，张永刚，乔利杰，等. 全层状 TiAl 合金断裂中晶界的双重作用[J]. 材料工程, 2001 (2): 8-11.

[8] 郑瑞廷，张永刚，陈昌麒，等. 晶界对全片层组织 γ-TiAl 合金断裂韧性的影响 [J]. 稀有金属材料与工程, 2003, 32 (12): 1003-1006.

[9] Zambaldi C, Roters F, Raabe D. Analysis of the plastic anisotropy and pre-yielding of $(\gamma/\alpha_2)$-phase titanium aluminide microstructures by crystal plasticity simulation [J]. Intermetallics, 2011, 19 (6): 820-827.

[10] 彭英博，陈锋，王敏智，等. Ti-45Al-8Nb 合金 PST 晶体片层取向与力学性能的关系[J]. 金属学报, 2013, 49(11): 1457-1461.

[11] 张丰果. 基于多晶体塑性模型的微锻粗过程数值模拟[D]. 上海：上海交通大学, 2011.

[12] 杨平. 电子背散射衍射技术及其应用 [M]. 冶金工业出版社, 2007.