工艺制度对粉末TA15钛合金组织性能的影响

徐 正 张绪虎 徐桂华

(航天材料及工艺研究所,北京 100076)

文 摘 研究不同保温时间和制粉方法对热等静压 TA15 钛合金的微观组织、拉伸性能和拉伸断口形貌的影响。结果表明:粉末 TA15 钛合金组织由等轴 α -Ti、层状 α -Ti和少量 β -Ti组成。热等静压保温时间为 20 min 时粉末 TA15 钛合金已达到致密,随着保温时间延长到 120 min 组织逐渐均匀长大。采用等离子旋转电极法的粉末 TA15 钛合金的拉伸性能优于惰性气体雾化粉末 TA15 钛合金。拉伸断裂模式为韧性断裂,断口微观形貌为韧窝。

关键词 热等静压,TA15,微观组织,拉伸性能,拉伸断口形貌

中图分类号:TG14

DOI: 10.12044/j.issn.1007-2330.2021.01.012

Effect of the Processes on Microstructure and Properties of TA15 Alloy

XU Zheng ZHANG Xuhu XU Guihua

(Aerospace Research Institute of Materials & Processing Technology, Beijing 100076)

Abstract The effects of holding time and pre-alloyed powder manufacturing methods on microstructure, tensile properties and tensile fracture morphology was investigated for powder metallurgy (PM) TA15 alloys. In this work, hot isostatic pressing (HIPing) technique was used to densify the TA15 pre-alloyed powder. The results show that the microstructure of PM TA15 alloys is composed of equiaxed α grains, lamellas α grains and a little β grains. When the holding time is 20 min during HIPping, the PM TA15 alloys have gotten full densification. As the holding time extends to 2 h, the microstructure became coarser. The tensile properties of PM TA15 alloys with plasma rotating electrode process powder are better than those of PM TA15 alloys with gas atomization powder. The tensile fracture mode is ductile fracture, and fracture morphology appearance is the dimple.

Key words Hot isostatic pressing, TA15, Microstructure, Tensile properties, Tensile facture morphology

0 引言

钛合金拥有比强度高、热强度高、热膨胀系数低、与复合材料兼容性好、易焊接、抗蚀性好等优点,广泛应用于航空航天、化学、医药、海洋等领域^[1-3]。TA15 钛合金是航天领域广泛应用的一种中强钛合金,其名义成分为Ti-6. 5Al-2Zr-1Mo-1V,主要强化机制是通过α稳定元素 Al的固溶强化,有着良好的热稳定性和焊接性能,与常规的TC4钛合金相比,具有更高的室温、高温强度和焊接性能。TA15 钛合金的常见成形方法包括铸造和锻造^[4]。锻造钛合金的力学性能较好,但是加工过程中材料的利用率较低,对于一些结构复杂的构件材料利用率甚至低于10%,导致锻造钛合金的加工成本过高。对于铸造钛合金,一些铸造缺陷如孔洞和成分偏析很难消除,这些缺陷的存在会导致钛合金的性能变差^[5]。虽然粉

末冶金钛合金构件的成本较锻造钛合金和铸造钛合金高,但是粉末冶金钛合金构件在热等静压完成后只需要很少的机加工获得构件,材料利用率远高于锻件,同时也可以避免铸造过程中产生的孔洞和成分偏析等缺陷,获得的钛合金热等静压态组织拥有更加优良的综合性能,更加适用于航空航天领域。其优点包括组织均匀、无冶金缺陷、内应力小、性能可全面达到或超过锻件水平。基于上述原因,热等静压工艺受到广泛关注,其工艺过程的影响因素也成为研究的重点内容。

粉末冶金热等静压的工艺参数如温度、压力、保温时间等对材料的微观结构和机械性能有着很大的影响。ZHANG等人^[6]发现热等静压温度在1203 K(930℃)时粉末钛合金的性能最好,达到锻造钛合金的性能。采用不同的制粉方法所得到的粉末状态不

收稿日期:2020-11-30

第一作者简介:徐正,1995年出生,硕士研究生,主要从事粉末冶金研究工作。E-mail:747857703@qq.com

同,也会对材料的组织和性能产生影响。国内外学者之前的研究关注于热等静压温度和压力参数对粉末钛合金性能的影响,本文主要研究热等静压保温时间和制粉方法对热等静压微观组织和性能的影响。

1 实验

TA15 预合金粉是采用同一种棒材作为原料分别 由气雾化法(Gas Atomization, GA)和等离子旋转电极 法(Plasma Rotating Electrode Process, PREP)两种方 法制得,粉末形貌使用SEM观察。

热等静压参数的设置为温度为 960 ℃,压力 100 MPa,保温时间分别为 20、40、60、120 min。

按照 GB/T228.1-2010《金属材料拉伸试验方法》 在室温下进行的拉伸性能测试,初始应变速率为 10⁻³/s,每个热等静压状态下测试3个试样确保测试 数据的可重复性。

热等静压完成后,对取得的试样进行打磨、抛光和腐蚀处理,其中腐蚀时采用的腐蚀液为 Kroll 试剂 (2%HF+4%HNO₃),最后在金相显微镜下观察组织。拉伸试样断口在扫描电镜下观察断口形貌。热等静压制品的密度测量采用阿基米德法。

2 结果与讨论

2.1 粉末状态

采用 SEM 观察两种制粉方法得到的粉末形貌(图1)。可知,采用 GA 法制得的粉末大小不均匀,离散度较大,不同的粉末离散度会影响到最终热等静压制品的致密度。

GA粉末的形状包括球形、椭球形等,部分大颗粒粉末周围吸附着一些小颗粒粉末,如图1(a)所示。

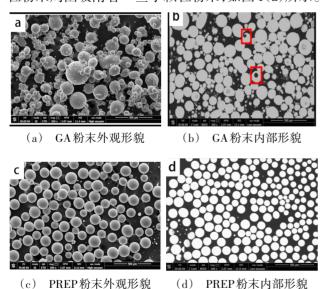


图 1 粉末 SEM 照片 Fig. 1 Powder SEM photos

GA粉末中部分粉末颗粒内部存在空洞,空洞由红框标出,如图1(b)所示,空心粉的存在会降低热等静压制品的拉伸性能。采用PREP法制得的粉末大小均匀,粉末形状均为球形,如图1(c)所示。粉末颗粒内部无明显空洞,粉末均为实心,如图1(d)所示。

2.2 微观组织

不同保温时间和制粉方法得到的粉末钛合金金相组织如图2、图3所示。

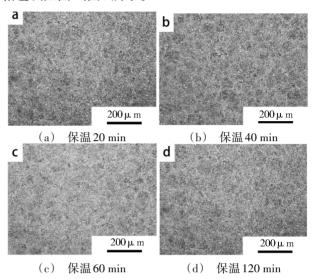


图 2 GA 粉制备构件的金相组织

Fig. 2 Metallographic structure of GA powder

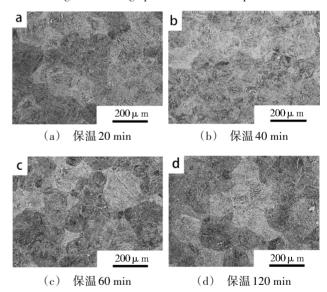


图 3 PREP 粉制备构件的金相组织

Fig. 3 Metallographic structure of PREP powder

从不同制度下金相照片中可以观察到粉末颗粒变形产生的独特微观组织。粉末收缩变形后,原始边界处发生大变形,生成等轴 α -Ti组织,内部保持层状 α -Ti组织。这是因为粉末颗粒边界相互挤压,发生充足的变形导致再结晶,形成了等轴的 α -Ti组织。粉末颗粒内部变形较少组织大部分都为层状 α -Ti组

织。粉末钛合金组织为等轴 α -Ti组织、层状 α -Ti组织和少量的 β -Ti组织构成。 β -Ti组织所占的比例极少,对性能的影响较低。

在不同的热等静压保温时间对构件的微观组织产生影响。当热等静压保温时间达到 20 min 时,粉末钛合金达到致密,无明显孔隙。不同保温时间下的密度相同,如表1所示。

表 1 不同制度下热等静压制品的密度
Tab. 1 Density of hot isostatic pressing products up

Tab. 1 Density of hot isostatic pressing products under different systems

保温时间/min	制粉方法	密度/g·cm ⁻³	
20	GA	4.44	
20	PREP	4.45	
40	GA	4.44	
40	PREP	4.45	
60	GA	4.44	
60	PREP	4.45	
120	GA	4.44	
	PREP	4.45	

随着保温时间延长到120 min,粉末钛合金组织变得更加均匀,组织不断粗化。用PREP法制得的粉末钛合金构件组织较用GA法制得粉末钛合金组织粗大。

2.3 拉伸性能

测试不同制度下构件的拉伸性能,发现随着保温时间的延长拉伸性能无明显变化。这是因为保温时间为20 min 时,粉末钛合金已达到致密,延长保温时间性能无明显变化。在同一制度下,PREP法制得粉末钛合金的屈服强度和抗拉强度均高于GA法,延伸率、断口收缩率和弹性模量相差不大,如表2所示。

由于两种制粉方法采用的是同一种棒材,拉伸性能差异是因为采用不同的制粉方法导致粉末状态

表 2 不同制度下热等静压构件的拉伸性能
Tab. 2 Tensile properties of hot isostatic pressing components under different systems

保温时 间/min	制粉 方法	屈服强 度/MPa	抗拉强 度/MPa	延伸 率/%	断口收 缩率/%	弹性模 量/GPa
20	GA	909	961	16.7	54	120
	PREP	948	1 020	17.3	40	117
40	GA	920	957	17.3	47	118
	PREP	957	1 015	17.5	41	117
60	GA	922	949	19.5	53	117
	PREP	965	1 024	17.8	36	118
120	GA	914	964	18.3	44	118
	PREP	951	1 023	16.5	33	117

不同而产生的。

2.4 拉伸断口形貌

用 SEM 观察拉伸断口形貌,可以发现不同制度下 TA15 钛合金断裂方式为韧性断裂,断口呈暗灰色,可以区分出断口中的纤维区和剪切唇。微观形貌为韧窝,纤维区为垂直韧窝,剪切唇区为剪切韧窝,SEM拉伸断口形貌如图 4~图 7所示。

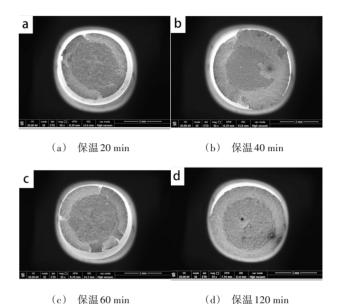


图 4 低倍下 GA 粉制备构件拉伸断口形貌
Fig. 4 Tensile fracture morphology of GA powder prepared at
low magnification

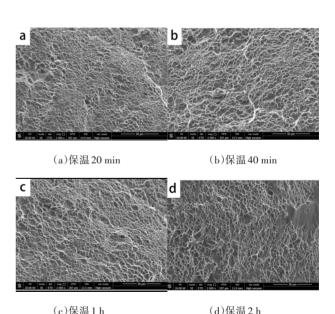


图 5 高倍下 GA 粉制备构件拉伸断口形貌
Fig. 5 Tensile fracture morphology of GA powder prepared at
high magnification

采用GA粉制备构件的拉伸断口中的韧窝更加 均匀、细小,纤维区和剪切唇的分界更明显,采用 宇航材料工艺 http://www.yhclgy.com 2021年 第1期 PREP粉末制备构件的拉伸断口中的韧窝大小形状不均匀,断口表面粗糙,且纤维区和剪切唇边不容易区分。

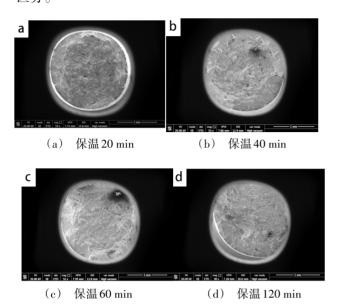


图 6 低倍下 PREP 粉制备构件拉伸断口形貌
Fig. 6 Tensile fracture morphology of PREP powder prepared at low magnification

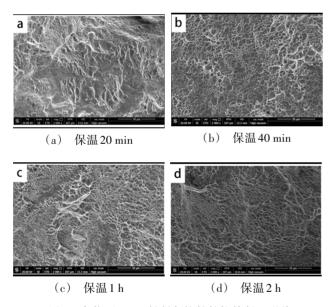


图 7 高倍下 PREP 粉制备构件件拉伸断口形貌
Fig. 7 Tensile fracture morphology of PREP powder prepared at
high magnification

在 GA 粉末制备粉末钛合金的断口 SEM 图中观察到了一些空洞,如图 8 所示,这些空洞的产生与 GA 粉末中的存在一定量的空心粉有关(图 1)。由于有气体存在于粉末内部的空心中,在热等静压的过程中这些空心是无法消除的,在热等静压完成后在制品中形成孔洞。由于 GA 粉制备粉末钛合金中孔洞的存在,导致其拉伸性能低于 PREP 粉末钛合金拉伸

宇航材料工艺 http://www.yhclgy.com 2021年 第1期

性能。

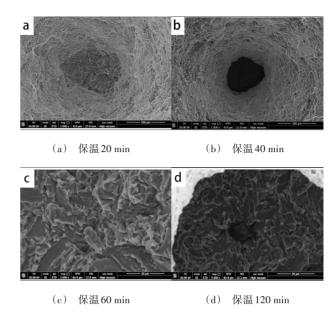


图 8 GA 粉制备构件拉伸断口孔洞形貌 Fig. 8 The pore morphology of tensile fracture of GA powder

3 结论

- (1)粉末 TA15 钛合金构件组织由等轴 α -Ti、层 状 α -Ti 和少量 β -Ti 组成。在原始粉末颗粒边界为等轴组织,颗粒内部为层状组织。
- (2)热等静压时温度为960 ℃、压力为100 MPa, 保温时间为20 min时可达到致密。随着保温时间延 长到2 h,组织长大同时变得更加均匀。
- (3)采用PREP粉末制备的钛合金构件的屈服强度和拉伸强度高于GA粉制备构件,延伸率、断口收缩率和弹性模量无明显差别。
- (4)粉末TA15 钛合金拉伸断裂为韧性断裂,断口可以区分出纤维区和剪切唇,微观形貌为韧窝。 采用GA粉末制备粉末钛合金断口中存在孔洞。

参考文献

[1] 董亭义,万小勇,章程,等. 磁控溅射钛靶材的发展概述[J]. 金属功能材料,2017,24(5):57-59.

DONG TY, WANXY, ZHANGC, et al. Overview of the development of magnetron sputtering titanium targets [J]. Metallic Functional Materials, 2017, 24(5): 57-59.

- [2] 李红梅,雷霆,方树铭,等. 生物医用钛合金的研究进展[J]. 金属功能材料,2011,18(2):69-70.
- LI H M, LEI T, FANG S M, et al. Research progress of biomedical titanium alloys[J]. Metallic Functional Materials, 2011, 18(2):69-70.
- [3] 刘超,孔祥吉,吴胜文,等. 生物医用纯钛的粉末微注射成形工艺研究[J]. 粉末冶金工业,2017,27(1):22-24.
- LIU C, KONG X J, WU S W, et al. Research on the powder micro-injection molding process of biomedical pure titanium [J]. Powder Metallurgy Industry, 2017, 27(1):22-24.

[4] 张志雄,沈军. 初始组织对Ti-6Al-4V合金高温变形机制影响研究[J]. 金属功能材料,2017,24(5):49-50.

ZHANG Z X, SHEN J. Research on the influence of initial structure on high temperature deformation mechanism of Ti-6Al-4V alloy[J]. Metallic Functional Materials, 2017, 24(5):49-50.

[5] 徐磊,郭瑞鹏,刘羽寅. 钛合金粉末热等静压近净成形成本分析[J], 钛工业进展,2014,31(6):1-3.

XU L, GUO R P, LIU Y Y. Analysis of the near net

forming cost of titanium alloy powder hot isostatic pressing [J]. Titanium Industry Progress, 2014, 31(6): 1–3.

[6] ZHANG K, MEI J, WAIN N, et al. Effect of hotisostatic-pressing parameters on the microstructure and properties of powder Ti-6Al-4V Hot-Isostatically-pressed samples[J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2010, 41 (4):11-12.

《宇航材料工艺》征订启事

- ·中国科学引文数库核心期刊 ·中国中文核心期刊 ·中国科技论文统计源期刊 ·国际宇航文摘(IAA)、美国化学文摘(CA)、金属文摘(METADEX)收录核心期刊
- •《宇航材料工艺》创刊于1971年,是国内外公开发行的国家级科技期刊
- •人《中国学术期刊(光盘版)》、中国期刊网及万方数据资源系统数字化期刊群等
- •在第二届国家期刊奖评比活动中获百种重点期刊奖
- •在航空航天领域高质量科技期刊分级目录中排在T3区
- •由航天材料及工艺研究所主办
- •主要报道我国材料及工艺的科技进展、科研成果和工程实践
- •主要栏目有:专论、综述、计算材料学、新材料新工艺、测试分析、工程实践、知识窗、科技信息、成果简介以及会议信息等
- •适合于航空航天、冶金、石油化工、机械电子、轻工、汽车、造船等部门,从事材料工艺研究生产的科研技术人员、管理人员及高校师生阅读
- •中国标准连续出版物号 CN 11—1824/V,国际标准出版物号 ISSN 1007—2330,双月刊 102页,国际大大 16开本,激光照排,逢双月出版,每期 20.00元,全年 120.00元。欢迎各界读者订阅

本刊参加了天津半导体杂志社的联合征订,可汇款至天津半导体杂志社,邮编300220,注明"订阅《宇航材料工艺》,代号9769"。也可直接在编辑部或者淘宝店、微店订阅

信 汇:北京市工商银行东高地支行

账户名称: 航天材料及工艺研究所

账 号:0200006509008800374(务必将订单与银行回执复印件寄回)

邮汇地址:100076 北京市9200信箱73分箱18号《宇航材料工艺》编辑部

联系人:任 涛 电话:010-68383269;传真:010-68383237 E-mail:703@china.com