

$A_{1/2}O_{3w}$ /TiAl复合材料的制备与力学性能

李云明 王芬 朱建锋

(陕西科技大学材料科学与工程学院, 西安 710021)

文 摘 以钛粉、铝粉及 $A_{1/2}O_{3w}$ 晶须为原料,采用粉末冶金法制备了 $A_{1/2}O_{3w}$ /TiAl复合材料。借助于 XRD、SEM分析方法及力学性能测试,分析了显微结构,讨论了工艺条件与性能的关系。结果表明,各工艺参数对复合材料的力学性能有较大影响,对粉料高能球磨以细化颗粒,通过先湿混后干混,以均匀晶须在基体中的分布,可有效改善复合材料的力学性能。

关键词 TiAl金属间化合物,复合材料, $A_{1/2}O_{3w}$ 晶须,粉末冶金法

Preparation and Properties of $A_{1/2}O_{3w}$ /TiAl Matrix Composites

Li Yunming Wang Fen Zhu Jianfeng

(School of Materials Science & Engineering, Shaanxi University of Science & Technology, Xi'an 710021)

Abstract The composites were prepared by powder metallurgy process by using Al powder, Ti powder and $A_{1/2}O_{3w}$ whiskers added in Mechanical properties of the samples were tested after hot pressing sintering, cutting and surface treatment Microstructure was investigated by XRD and SEM. The relationships between the process and properties were investigated The results show the parameters of processing have important effects on mechanical properties of the composites The powder is milled in order to refine particles and the whiskers are dispersed into matrix homogeneously by dry blending after wet blending By this way, the mechanical properties of composites is improved effectively.

Key words TiAl intermetallics, Composites, $A_{1/2}O_{3w}$ whiskers, Powder metallurgy method

1 引言

TiAl基合金具有低密度、高弹性模量以及良好的高温强度、抗蠕变和抗氧化能力,使用温度为 750 ~ 900 ,已被公认为飞行器用理想的轻质材料,也是最有希望作为高温发动机叶片材料^[1~4]。但因强键结合及基于有序结构变形行为的低对称所引起的室温脆性和较低的高温强度限制了 TiAl基合金作为高温结构材料的应用^[5~6]。单一的金属间化合物基合金无法满足一些特殊的航空部件对高温强度、蠕变能力和持久性能的综合要求,而制备成金属间化合物基复合材料,可能获得良好的力学性能,并同时保持基体密度低的特性。将金属间化合物与纤维、陶瓷颗粒复合在一起,以便改善基体的比模量、比强度以及抗蠕变性能等^[7]。已有的研究表明, $A_{1/2}O_{3w}$ 与 TiAl金属间化合物有较好的化学相容性^[8],在高温下亦能理想共存,极少发生反应^[9]。除此,与 SiC、TiC、TB₂等陶瓷相相比, $A_{1/2}O_{3w}$ 的线胀系数与 TiAl最接近^[10],因

而也具备了较好的机械相容性。由此,采用 $A_{1/2}O_{3w}$ 作为增强相具备了较好的可行性。本实验以 $A_{1/2}O_{3w}$ 为增强相,采用 PAXD (pressure - assisted exothermic dispersion)工艺制备了 $A_{1/2}O_{3w}$ /TiAl复合材料。

2 实验

原材料为 Ti粉 (粒度 < 56 μm ,纯度 99.3%,西北有色金属研究院),Al粉 (粒度 < 74 μm ,纯度 99.5%,上海山浦精细化工厂), $A_{1/2}O_{3w}$ 短纤维 (浙江欧诗漫集团)。按照表 1 配方组成及工艺条件进行试验。以硬脂酸钠为介质快速研磨机进行混合,球石与料的质量比为 8:1,磨机转速为 800 r/min,球磨时间分别为 2 h、30 h。球磨后的粉料经干燥、造粒,与 $A_{1/2}O_{3w}$ 球磨湿混后干混,装入石墨模型内,后在 5.3×10^{-2} Pa 的真空条件下以压力协助升温至 1200 ,并在此最高温度调节压力至 20 MPa,保压、保温 30 min后随炉冷却。

采用 HRD - 150洛氏硬度仪测量材料的洛氏硬度,所用载荷为 300 N,加载时间为 15 s。采用 PT -

收稿日期:2007 - 09 - 18;修回日期:2007 - 11 - 12

基金项目:国家自然科学基金资助 (50672056)

作者简介:李云明,1982出生,硕士研究生,主要从事金属基复合材料的研究。E-mail: lnlittleming@163.com

1036PC万能材料试验机根据 GB/T3810.4 进行材料的弯曲强度测试,试样尺寸为 25 mm ×4 mm ×3 mm,测试跨距为 20 mm,加载速度为 5 mm/min。以日本理学 D/max 2000PC型 X射线衍射仪测定产物的物相组成。采用 JSM-6700F扫描电镜观察断口形貌。

表 1 配方 Ti-48Al组成及工艺条件

Tab 1 Composition of Ti-48Al and condition of technology

样品	晶须加入量 /% (质量分数)	球磨时间 /h	烧成温度 /
1 [#]	20	2	1200
2 [#]	10	2	1200
3 [#]	0	2	1200
4 [#]	20	30	1200
5 [#]	10	30	1200
6 [#]	0	30	1200

3 结果及讨论

3.1 工艺参数对力学性能的影响

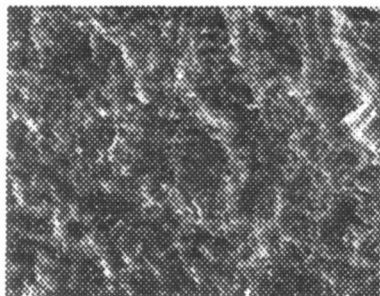
表 2 为表 1 所对应的烧成产物的力学性能。

表 2 复合材料的力学性能

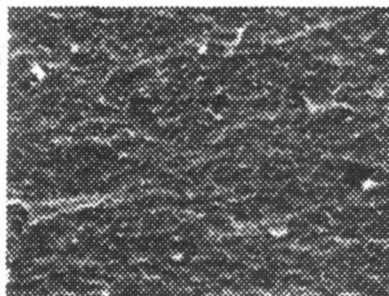
Tab 2 Mechanical properties of composites

样品	弯曲强度 /MPa	洛氏硬度 (HRC)	断裂韧性 /MPa·m ^{1/2}
1 [#]	336	84.7	2.63
2 [#]	146	85.2	1.42
3 [#]	164	83.3	1.84
4 [#]	507	84.7	1.47
5 [#]	473	85.1	4.45
6 [#]	470	81.5	4.73

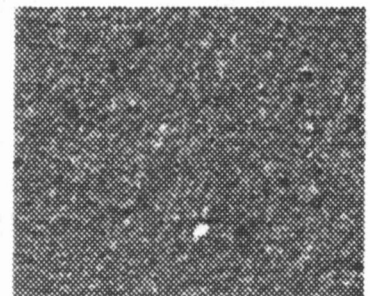
对 Ti-Al 系复合材料,粉料球磨 2 h 后于 1200 合成的复合材料尤以 1[#]材料的弯曲强度最高为 336



(a) 2[#]



(b) 5[#]



(c) 4[#]

图 1 Ti-Al 系外加不同含量 Al₂O₃晶须 1200 合成的复合材料的 SEM 图 1000 ×

Fig 1 SEM photographs of fracture surface of Al₂O_{3w}/TiAl composites

3.3 实验工艺的分析

3.3.1 球磨时间的分析

对 Ti-Al 粉料文献 [13] 报道随着高能球磨时间的增加, Ti-Al 二元混粉末的颗粒尺寸逐渐减小,晶粒尺寸下降,形成纳米晶非晶,如图 2(a)所示。在同样的球磨时间下,球磨 15 h 后,2 在 40 范围内,尖锐衍射峰逐渐宽化,并且峰强减弱。采用机械球磨,导致了粉末颗粒和晶粒尺寸的细化以及晶格畸变增加,提高了烧结驱动力和烧结动力学因子;同时球

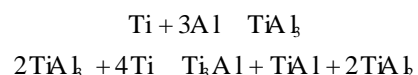
MPa,比未加入晶须的 TiAl 金属间化合物提高了 104.7%。2[#]材料硬度最大,但是它们之间相差很小。断裂韧性以 3[#]材料最高,为 2.63 MPa·m^{1/2}。而当粉料球磨 30 h 后,其它制备条件不变,4[#]材料的弯曲强度最高,为 507 MPa,比未加入晶须的 TiAl 金属间化合物提高了 7.8%,复合材料的弯曲强度及断裂韧性要优于球磨 2 h 的。5[#]材料的综合力学性能最好。

3.2 晶须加入量的影响

对于晶须(纤维)的加入,晶须均匀分布基体中,两者通过复合形成有机整体,当外加负荷时,基体会传递一部分负荷到晶须上,减少基体本身的负担,但晶须承受应力大于其本身强度时,晶须会发生断裂,断裂的晶须从基体中拔出,消耗裂纹能^[11]。当球磨时间 30 h 时,硬度在加入纤维 10% 出现极大值,弯曲强度随着晶须的增加有所提高,但断裂韧性则反之;球磨时间 2 h 时,断裂韧性、弯曲强度在加入晶须 10% 出现极小值,但硬度最高。即使是在同一球磨时间下,二者的力学性能表现各异。主要原因可能是:颗粒越细,烧结温度降低,但相对于球磨 30 h 的颗粒,1200 烧结,使基体与晶须之间发生过强的界面结合,如图 1(b)、(c)所示,断口形貌为典型的脆性断裂,平断口^[12],但对于球磨 2 h 的颗粒,烧结温度更为适宜,界面结合稍强,断口形貌为不规则断面,如图 1(a)所示。由于复合材料界面以及增强纤维表面处理的复杂性,使复合材料的性能难以精确控制,如何确定有效的方法来解决此类问题,还有待于进一步的研究。

磨细化了 TiAl 反应组元的层片间距,缩短了反应扩散距离^[14],从而可显著细化反应烧结后的显微组织,提高烧结体的致密度与力学性能。同时粉料的细化,使基体和纤维结合更为紧密,也可提高复合材料的力学性能。

Al-Ti 体系产物的 X 射线衍射图谱,见图 2(b)。其主要反应有:



在 $TiAl_3$ 消耗完毕后, $TiAl_2$ 相和 $TiAl$ 相不断减少, $TiAl$ 相不断增加。在反应后期, $TiAl$ 相的长大逐渐缓慢, 达到平衡, 最终反应产物中 Ti_3Al 和 $TiAl$ 相共存^[15]。

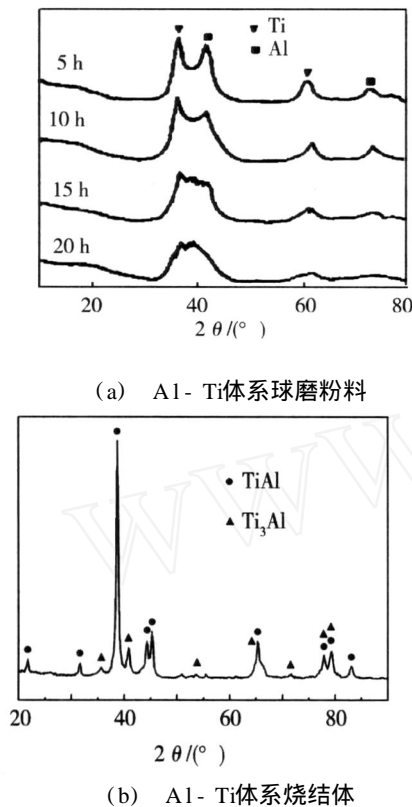


图 2 Al-Ti体系球磨粉料和烧结体的 X射线衍射图谱
Fig 2 XRD spectrum of milled and sintered Al-Ti powder

3.3.2 混料方式的影响

对于制备晶须增强的复合材料, 一般有普通干混、直接球磨、湿混等。不同的混料方式对材料的力学性能也有不同影响^[16]: 普通干混时试样的晶须分布很不均匀, 存在明显的团聚现象, 未能充分发挥晶须的强化作用; 直接球磨时, 基体颗粒因严重塑变而产生大量的位错和孪晶, 且使基体晶粒得到一定的细化, 同时晶须在高能量磨球较长时间的搅拌、撞击下发生破碎。虽然其分布更加均匀, 但此时晶须的长径比较小。直接球磨也难以较好地发挥增强体的强化作用。单纯湿混, 由于湿混后烘干时, 晶须与基体粉末因密度相差较大而出现分层现象, 会导致试样中晶须偏聚十分严重, 难以体现出晶须的强化作用。可行方案是将粉末和晶须先湿混, 再经过短时干混后, 可以较好地消除晶须与粉末的分层、偏聚缺陷, 使晶须比较均匀地分布于基体上。

对于以上问题, 本实验采用乙醇为湿混介质, 在粉料和晶须湿混之前, 对粉料进行充分球磨以细化颗粒, 一方面, 可以缩短粉料和晶须的球磨时间, 以保护晶须; 另一方面, 在湿混完成后, 乙醇易挥发, 缩短了时间, 也简化了工艺, 可获得较好效果。

4 结论

(1) 随球磨时间的延长, 颗粒进一步细化, 甚至非晶化, 增加了粉料表面能, 提高了烧结推动力; 另一方面, 细化晶粒, 致密度提高, 使材料各方面性能都有提高; (2) 复合材料的弯曲强度得到显著提高, 当加入 10% Al_2O_3 晶须时, 其硬度最高; 随着晶须的加入, 对于球磨 2 h 的复合材料, 其断裂韧性有所提高, 但对于球磨 30 h 的断裂韧性有下降的趋势, 但综合性能都优于球磨 2 h 的。

参考文献

- 1 Perdrix F, Trichet M F, Bonnetien J L et al Relationships between interstitial content, microstructure and mechanical properties in fully lamellar Ti-48Al alloys with special reference to carbon Intermetallics, 2002; (9): 807 ~ 815
- 2 师昌绪, 李衡德. 材料科学与工程手册. 北京: 化学工业出版社, 2004: 377 ~ 387
- 3 谭毅, 李敬锋. 新材料概论. 北京: 冶金工业出版社, 2004: 160
- 4 Su Yanqing, Guo Jingjie, Jia Jun et al Composition control of a TiAl melts during the induction skull melting (ISM) process Journal of Alloys and Compounds, 2002; 334: 261 ~ 266
- 5 Mutoh Y, Zhu S J, Hansson T et al Effect of microstructure on fatigue crack growth in TiAl intermetallics at elevated temperature Materials Science and Engineering, 2002; A323: 62 ~ 69
- 6 Mei Bingchu, Yoshinari Miyamoto Investigation of TiAl-Ti₂AlC composites prepared by spark plasma sintering Materials Chemistry and Physics, 2002; 75: 291 ~ 295
- 7 张永刚, 韩雅芳, 陈国良等. 金属间化合物结构材料. 北京: 国防工业出版社, 2001: 718, 1027
- 8 Powell P W, Reynolds G H. Gamma titanium aluminide composite development activities In: Proceedings of the 3rd international conference on powder metallurgy in aerospace, Defense and Demanding Applications San Diego, USA, 1993: 291 ~ 297
- 9 王芬, 范志康, 吕臣敬. 原位自生氧化铝纤维增强 TiAl 金属间化合物的制备. 稀有金属材料与工程, 2006; 35 (5): 791 ~ 794
- 10 刘毅等. 金属间化合物 FeAl 超塑性变形中的位错特征. 金属学报, 1996; 32 (3): 225
- 11 金培鹏, 周文胜, 丁雨田等. 晶须在复合材料中的应用及作用机理. 盐湖研究, 2005; 13 (2): 1 ~ 6
- 12 胡保全, 牛晋川. 先进复合材料. 北京: 国防工业出版社, 2006: 77 ~ 79
- 13 刘鹤, 周振华, 梁宝岩等. 机械合金化 Ti/Al 合金的制备. 粉末冶金工业, 2005; 15 (3): 6 ~ 9
- 14 王尔德, 胡连喜, 李小强. 高能球磨 Ti/Al 复合粉体的反应烧结致密行为. 粉末冶金技术, 2003; 21 (5): 259 ~ 263
- 15 李志强, 韩杰才, 赫晓东等. 燃烧合成 TiAl 金属间化合物的反应机制. 稀有金属材料与工程, 2002; 31 (1): 4 ~ 7
- 16 郝雨林, 柴东朗, 张文兴等. 粉末冶金法制备 SiC 晶须增强 MB15 镁基复合材料. 稀有金属与工程, 2005; 34 (7): 1131 ~ 1134

(编辑 李洪泉)