

两种模具材料对热等静压 TC4 显微组织的影响

叶呈武 王琪 李圣刚 郎泽保 贾文军

(航天材料及工艺研究所,北京 100076)

文 摘 研究了 A3 钢和 GH1131 高温合金两种材料作为模具对 TC4 钛合金 HIP 组织的影响。结果表明在 HIP 过程中,A3 钢模具对有效应力传递的阻碍作用较大,设计 HIP 用 A3 钢模具时应避免深型腔结构,GH1131 模具对有效应力传递的影响较小。受元素互扩散的影响,两种模具材料在 HIP 过程中均污染了 TC4 材料表面,A3 钢模具对合金的影响层较薄,但使材料形成了波浪形的粗糙表面;GH1131 对成形材料的影响层厚度 $>100\ \mu\text{m}$ 。为了获得高精度的无污染表面,TC4 合金 HIP 净成形时两种模具均需要进行表面处理,形成与 TC4 兼容的保护层。

关键词 热等静压,钛合金,模具,显微组织

Effect of Two Die Material on Microstructure of Hiped TC4 Alloy

Ye Chengwu Wang Qi Li Shenggang Lang Zhebao Jia Wenjun

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

Abstract The effect of mild-carbon steel and high-temperature alloy GH1131 on the microstructure of HIPed TC4 alloy was studied. The results show that mild-carbon steel die prevents the transfer of the stress for densification of TC4 during the process of HIP, different from the GH1131 die. When the die is designed, the deep cavity structure should be avoided for the mild-carbon steel. Due to the interdiffusion of elements, the alloy surface is contaminated by both of the die materials. Although the thickness of the boundary between TC4 and mild-carbon steel is slim, the alloy surface is coarse with the wave-like morphology. And the thickness of the boundary between TC4 and GH1131 is raised to more than $100\ \mu\text{m}$. In order to gain the clean and smooth material surface, the die cavity surface must be treated to form a protect layer compatible with TC4.

Key words HIP, Titanium Alloy, Die, Microstructure

0 引言

高性能构件的热等静压(HIP)净尺寸成形是目前发展的热点。早期钛合金 HIP 净尺寸成形是为了提高材料利用率,降低制造成本,陶瓷等高温强度较高的材料作为成形时的模具,在 HIP 工艺过程中基本不发生变形,保证成型构件的精度要求。近年来,在粉末 HIP 致密化机理研究的工作基础上^[1-3],法国、美国等开展了以金属作为 HIP 模具,精确计算模具与粉末的协调变形过程,已获得高质量净尺寸成形构件^[4-6]。

本文选择了两种材料作为 TC4 合金 HIP 的模具,分析和讨论了模具材料对 TC4 钛合金 HIP 组织的影响。

1 试验

PREP 法制备球形 TC4 预合金粉,热等静压包套为 2 mm 厚低碳钢,包套内组装模具,模具材料分别为 A3 钢和 GH1131 高温合金,外形尺寸为 $50\ \text{mm}\times 30\ \text{mm}\times 20\ \text{mm}$,中心预留 $\Phi 20\ \text{mm}$ 型腔,模具的组装形式如图 1 所示,粉末振实后,真空除气,封焊,热等静压。最高热等静压温度 920°C ,最高压力 120 MPa,保压时间 2 h,随炉冷却。热等静压后对剖试样,测量模具型腔尺寸变化,从型腔中间(C1, C2)、边缘(B1, B2)和模具外区域(O1)5 处取样,进行光学显微镜、扫描电镜观察和能谱分析,扫描电镜加速电压 20 kV。

收稿日期:2011-11-26

作者简介:叶呈武,1979 年出生,主要从事粉末冶金材料与工艺技术研究。E-mail:chengwu.yea@163.com

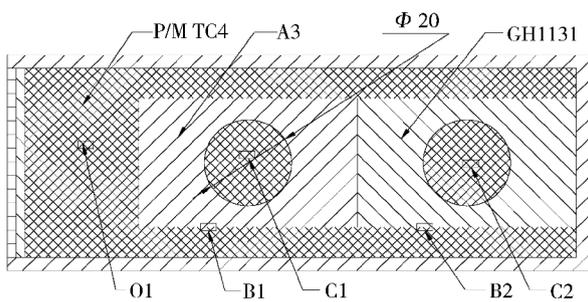


图1 模具组装和取样位置剖面示意图

Fig. 1 Cross-section of die structure and sampling position

2 结果与分析

2.1 模具材料对致密化过程的影响

HIP 后包套发生了不均匀收缩变形, A3 钢模具的边缘向内凹陷成弧形(图 2); GH1131 模具观察不到明显的形状变化, 经测量 A3 钢和 GH1131 模具的型腔尺寸由 $\Phi 20.0$ mm 分别缩小至 $\Phi 17.3$ mm 和 $\Phi 19.8$ mm, 变形量分别为 13.5% 和 1%。表明低碳钢在外加压力的作用下, 伴随粉体致密化过程模具材料也发生了变形; 而高温合金则仍保持了相当高的强度和刚度, 在外加压力作用下, 模具的变形较小, 保证了粉末致密化所需的有效应力得到传递。也就是说, 在不同材料模具的型腔内粉体所受的应力大小不同^[7]。

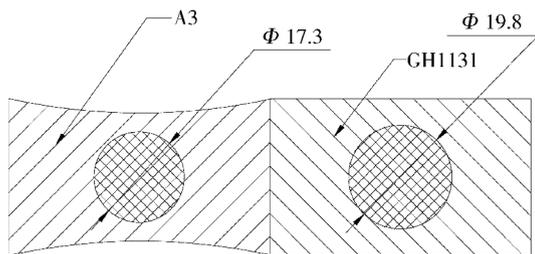


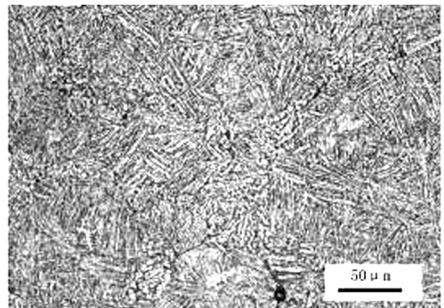
图2 HIP 后模具的变形

Fig. 2 Deformation die through HIP

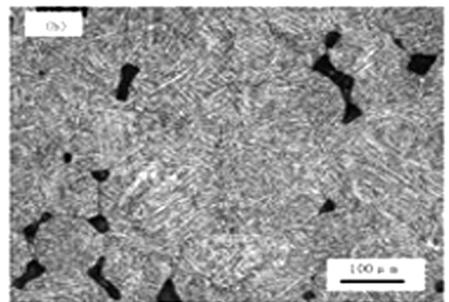
在 O1 处(图 1), TC4 合金达到了完全致密化, 其显微组织为细小 $\alpha + \beta$, 原始粉末的边界消失[图 3 (a)]。在 C1 和 C2 处显微组织差别较大, C1 处 TC4 钛合金存在较大尺寸的孔洞, 可以清晰的分辨出孔洞是未闭合球形粉末堆积孔, 其边界清晰可见[图 3 (b)]; C2 处 TC4 合金显微组织与 O1 处类似, 材料已基本致密, 原始粉末的边界形成了再结晶组织[图 3 (c)], 这种组织差别的形成原因是粉体前期致密化的机理和致密化程度不同^[8]。

尽管在粉末装填过程中经过了充分的振实, 但由于球形堆积特征, 粉末中仍存在大量堆积间隙, 另外, 由于粉末间的架桥效果, 部分粉末不能与相邻粉末接触, 粉体在 HIP 过程中需要发生 30% ~ 40% 的收缩。粉体致密化三个阶段的微观机制^[1-3], 无论是初期的粉末靠近重排, 消除架桥效应增加配位数, 或

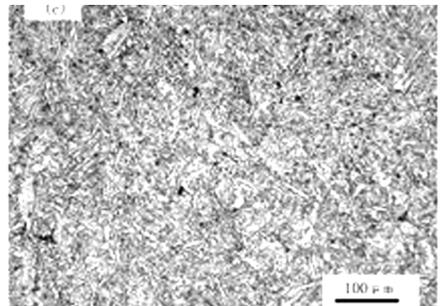
者中期的高温高压下塑性变形, 以及后期扩散蠕变, 其理论方程均表明粉体的最终密度是外加有效应力 σ 与粉体临界切应力 τ (或者说是粉末的黏度 η) 的函数, 在致密化初期同一包套内粉体的性质是相同的, 而模具的存在却导致了不同位置粉体受到的有效应力大小不同。A3 钢模具对 TC4 组织的影响主要是模具高温强度低, HIP 先于粉体发生塑性变形, 导致粉体不能完成第一阶段的致密化^[7,9], 因此, 粉体 HIP 后仍保留了球形粉末密排堆积间隙[图 3 (b)]; 在致密化的第二阶段, 部分尺寸较大的粉末受到有效应力超过临界切应力^[1], 粉体的致密化过程得到延续, 因此对粉末的粒度组成进行适当的配比, 将有利于提高致密化的程度。使用 GH1131 模具后, TC4 材料虽仍能观察到粉末的原始边界, 但界面已发生了多边形化, 表明粉体在致密化过程中受到的有效应力更大, 致密化过程更加彻底, 如图 3 (a) 和图 3 (c)。也就是说, 对于深腔形结构, A3 钢模具严重影响了粉体 HIP 过程中的致密化, 而高温强度高的 GH1131 模具则影响很小。



(a) 不受模具影响的 O1 处



(b) 低碳钢模具型腔中心 C1 处



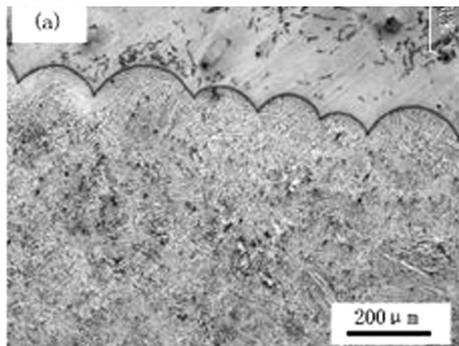
(c) 高温合金模具型腔中心 C2

图3 试样各处的显微组织

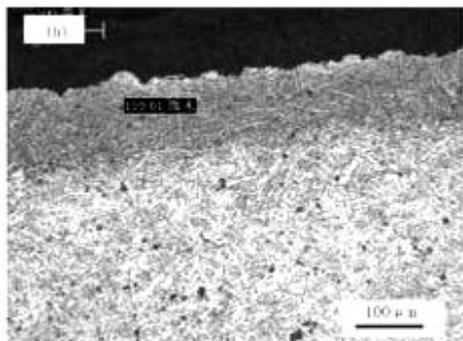
Fig. 3 Microstructure of samples

2.2 模具材料对 TC4 界面组织的影响

A3 钢和 GH1131 高温合金模具在 HIP 过程中均与 TC4 合金形成了清晰的界面,界面的形貌差异明显。在 A3 钢模具的表面观察到 TC4 粉末向模具嵌入的波浪形界面[图 4(a)],波浪的高度约 100 μm ,说明高温条件下 A3 钢强度低,在 HIP 过程中先于粉末发生屈服;由此推断 A3 钢模具对粉体致密化的第二阶段也形成了一定的影响。因此,为了保证粉末受到足够的应力,使材料能获得致密的组织,但 A3 钢模具的需要进行合理设计^[10],为了获得精度较高的表面,需要在模具表面进行工艺处理,形成与 TC4 合金兼容性较好、且强度较高的涂层或镀层。



(a) 低碳钢与 TC4 的波浪形界面



(b) GH1131 与 TC4 之间的界面

图 4 模具与 TC4 之间的界面

Fig. 4 Boundary between TC4 and die

进一步观察发现,A3 钢与 TC4 的界面很薄,在形貌上有明显特征的界面层厚度约 1 μm (图 5)。

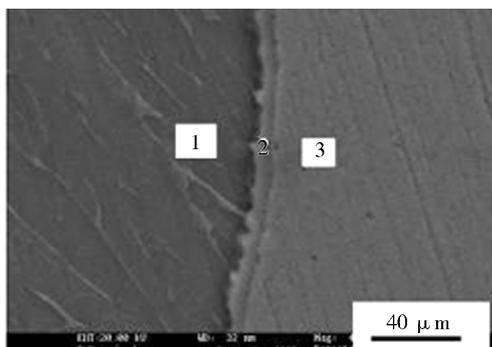


图 5 TC4 与低碳钢模具界面的 SEM 观察

Fig. 5 Observation of boundary between mild-carbon steel and TC4 alloy by SEM

能谱分析结果表明,界面层 Ti 和 Fe 的原子比约为 3:1,在离特征边界几十微米的 TC4 材料中观察到了 Fe 的扩散和 V、Al 的贫化;在 A3 钢表面几十个微米内同时观察到了 Ti、Al 和 V 元素(表 1),界面影响区则达到几十微米。由于 Fe 在 β -Ti 中有很高的固溶度,且界面层非常薄,因此 A3 钢模具对 TC4 合金性能的影响很有限。

表 1 A3/TC4 界面的形貌和化学元素分布

Tab.1 Morphogy and composition of A3/TC4 boundary

位置	Ti	Al	V	Fe	at%
1	93.9	3.61	1.9	1.19	
2	75.2	0.62	-	24.6	
3	2.31	0.23	0.16	97.3	

GH1131/TC4 的界面在制样过程发生破坏,从 TC4 合金的一侧观察,其界面不存在波浪形形貌。界面在加工应力很小的线切割中发生破坏,主要原因是 GH1131 线胀系数为 $1.759 \times 10^{-5}/\text{K}$ (20 ~ 900 $^{\circ}\text{C}$) 远高于 TC4 的 $1.04 \times 10^{-5}/\text{K}$ (20 ~ 700 $^{\circ}\text{C}$),界面存在较大的残余应力。从图 4(b) 来看,模具对界面材料的性能产生了明显的影响。由于边界断裂、脱落,其准确厚度难以测量,在 TC4 界面 100 μm 处仍存在痕量的 Fe、Ni、Cr 等元素(图 6 和表 2),因此 GH1131 模具对 TC4 合金的影响深度 >100 μm 。

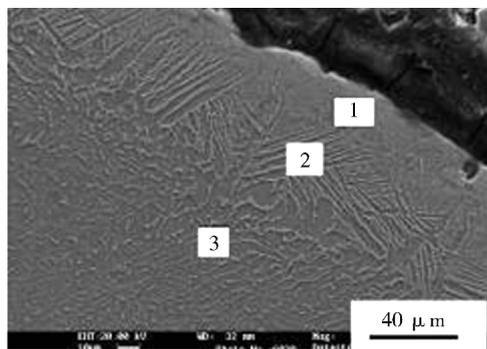


图 6 TC4 与 GH1131 模具界面的 SEM 观察

Fig. 6 Observation of boundary between the GH1131 and TC4 alloy by SEM

表 2 GH1131/TC4 界面的形貌和化学元素分布

Tab.2 Morphogy and composition of GH1131/TC4 boundary

位置	Ti	Al	V	Fe	Ni	Cr	at%
1	79.5	4.46	2.34	5.85	5.10	2.75	
2	81.5	4.49	3.58	4.65	4.78	0.99	
3	92.2	5.26	2.08	痕量	痕量	痕量	