

粉末耐热钛合金组织性能及成形技术

王亮 吕宏军 郎泽保 许小静 史金靓

(航天材料及工艺研究所,北京 100076)

文 摘 采用热等静压技术及旋转电极粉,采用预合金粉末冶金工艺开展了粉末耐热钛合金 TC11 (Ti-6.5Al-3.5Mo-1.5Zr-0.3Si) 制备技术研究,研制出了全致密粉末 TC11 合金,通过热处理工艺研究优化粉末 TC11 材料的组织和性能。利用光学显微镜,对其组织进行了分析,用 SEM 观察了旋转电极粉末形貌,对室温及高温(550℃)拉伸性能及弹性模量等进行了测试分析。粉末 TC11 合金的组织与性能与同批次 TC11 锻棒材料进行了对比研究。利用特殊模具成形,开展了粉末 TC11 构件近净成形技术的研究,实现了整体大尺寸、带网格加强筋的薄壁粉末 TC11 合金航天飞行器舱体件近净成形,且未检测出内部缺陷。研究表明,粉末 TC11 合金具有与锻造材料相当的拉伸性能,而弹性模量更优,其金相组织均匀细致,形成了网篮组织,并有围绕其分布的等轴 α 。粉末 TC11 合金及合适的近净成形技术可在高性价比、高可靠性的轻质耐热航天飞行器构件制备中得到应用。

关键词 耐热钛合金,粉末冶金,热等静压,组织,性能

Microstructures and Properties and Forming Process of Powder Metallurgy Heat Resistant Titanium Alloy

Wang Liang Lü Hongjun Lang Zebao Xu Xiaojing Shi Jinliang

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

Abstract The prealloyed powder metallurgy (PM) process and HIP technology and PREP powders are used to prepare full density PM TC11 (Ti-6.5Al-3.5Mo-1.5Zr-0.3Si) alloy, a kind of heat resistant titanium alloy. Heat treatment is studied to optimize the microstructures and properties of the PM TC11 alloy. The microstructures are examined by optical microscope, and the morphologies of PREP powders are observed by SEM. Room temperature and high temperature (550℃) tensile properties and elastic modulus of PM TC11 alloy are tested and discussed. The microstructures and properties of the PM TC11 alloy are compared with those of the same batch forged rod. Near-net-shape processes are studied to fabricate PM TC11 parts. By using of special dies, a big dimension thin wall integrated PM TC11 alloy spacecraft cabin with inner gridding stiffening ribs is near-net-shaped and no inner defect is detected. The results show that the PM TC11 alloy has the same good tensile properties as forged material and plus perfect elastic modulus. The microstructures of the PM TC11 alloy are fine and uniform and the typical ones are basketweave structures surrounded by equiaxed α . The PM TC11 alloy and suitable near-net-shape process can be used in the field of fabricating high performance-to-cost, high reliability, lightweight and heat resistant parts for spacecrafts.

Key words Heat resistant titanium alloy, Powder metallurgy, Hot isostatic pressing, Microstructure, Property

0 引言

粉末钛合金技术可制造出高性能、低成本的钛合金构件。钛合金粉末冶金技术与传统铸、锻等技术相比有很多优点:材料性能高,可全面达到不低于锻件的水平;具有较强的成形能力,易于制备形状复杂的产品,成本较低;可制备全致密材料,粉末钛合金构件

无内部缺陷;组织均匀细致,无织构、偏析,材料内应力小,尺寸稳定性好^[1-2];通过粉末冶金技术易于实现多功能钛基复合材料构件的制备^[3-4]。高性能的粉末冶金技术已实现了商业化应用^[5-12]。航天材料及工艺研究所开展了高性能钛合金粉末冶金技术的应用研究^[4,13-15]

收稿日期:2010-12-15

作者简介:王亮,1971年出生,高级工程师,主要从事热等静压、钛合金粉末冶金及扩散连接技术等方面研究工作

TC11(Ti-6.5Al-3.5Mo-1.5Zr-0.3Si)是一种 α - β 型耐热钛合金,在航空发动机的压气机盘、叶片、鼓筒等构件上得到了大量应用,在500℃可长期使用,具有良好的室温、高温综合性能。目前新型的航天飞行器对轻质耐热结构件有很多需求,且使用条件苛刻,使用温度更高,耐热钛合金的应用是其中一个重要方面。本文对粉末TC11合金的微观组织、室温/高温拉伸性能及弹性模量以及性能随温度变化情况等方面进行了研究,并对航天飞行器用大尺寸粉末耐热钛合金构件近净成形技术进行了研究。

1 实验

采用预合金粉工艺,用球形预合金粉,用热等静压粉末冶金技术制备高性能的粉末TC11合金。其制备流程见图1。

采用旋转电极法制备的TC11球形预合金粉进行粉末钛合金材料及构件制备技术研究,对粉末成分、粒径进行了测试,用SEM观察粉末形貌,对原始状态及热处理后的粉末颗粒内部组织进行了研究。开展了热处理研究,对两种状态的粉末TC11合金的组织性能进行了研究,一种为热等静压(HIP)状态,一种经过了双重退火热处理。

与粉末TC11进行性能对比研究用的锻棒与制粉用TC11棒材为同一冶炼、锻造批次材料,直径为 $\Phi 40$ mm,热处理状态为双重退火,双重退火制度与前述粉末TC11的双重退火制度相同。

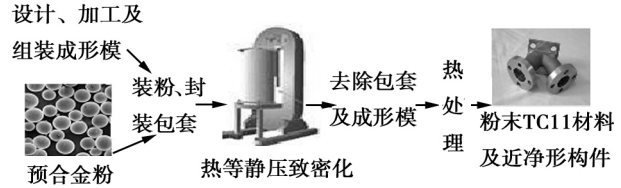


图1 粉末TC11合金及构件制备工艺流程

Fig. 1 Illustration of process for preparing PM TC11 material and parts

2 结果与讨论

2.1 TC11 预合金粉

用旋转电极法制备的TC11预合金粉作为粉末TC11合金制备的原料。粉末成分、粒径见表1-表2。从表中可以看到,TC11预合金粉杂质元素控制良好。粉末粒径分布在45-250 μ m之间,主要的分布区间为150-180 μ m,在这一粒度区间的粉末占总质量的71%,粉末粒径较为适中。

表1 TC11预合金粉化学成分

Tab. 1 Chemical composition of TC11 prealloyed powder

数据来源	Al	Mo	Zr	Si	Fe	C	N	H	O	wt%
实测值	6.45	3.38	1.80	0.26	0.032	0.0045	0.011	0.001	0.12	
GB/T 3620.1-2007	5.8-7.0	2.8-3.8	0.8-2.0	0.20-0.35	≤ 0.25	≤ 0.10	≤ 0.05	≤ 0.012	≤ 0.15	

表2 TC11预合金粉粒径分布

Tab. 2 Granularity of TC11 prealloyed powder

粒径/ μ m	质量分数/%
≥ 250	0
<250-180	10.0
<180-150	71.0
<150-45	19.0
<45	0

粉末的形貌对粉末冶金材料的性能和工艺均有影响。图2所示为旋转电极TC11预合金粉的SEM照片。可以看到,粉末颗粒基本为球形,异种形状的很少且尺寸较均匀,表面较光滑,很少发现有行星颗粒的存在。这种形貌的粉流动性好,具有稳定、较高的松装密度,而这两个特征对粉末钛合金材料及复杂形状构件的生产非常重要。

图3所示为原始状态及热处理后TC11粉末颗粒内部金相组织。由旋转电极法制备的原始状态TC11粉末颗粒内部组织为快速凝固形成的细小的胞状显微组织,如图3(a)所示,单胞尺寸有儿微米、十

几微米不等。经热处理后其内部组织发生了变化,主要形成了较均匀的网篮组织,如图3(b)所示。

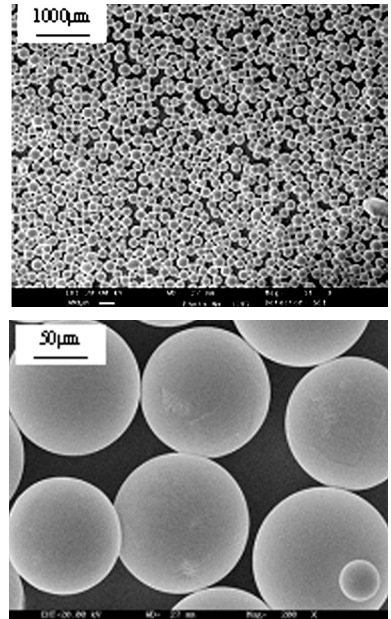
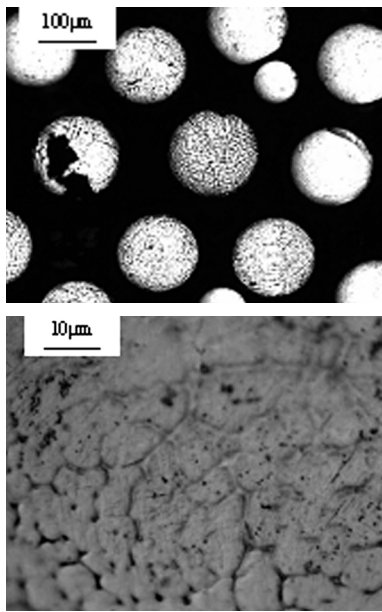
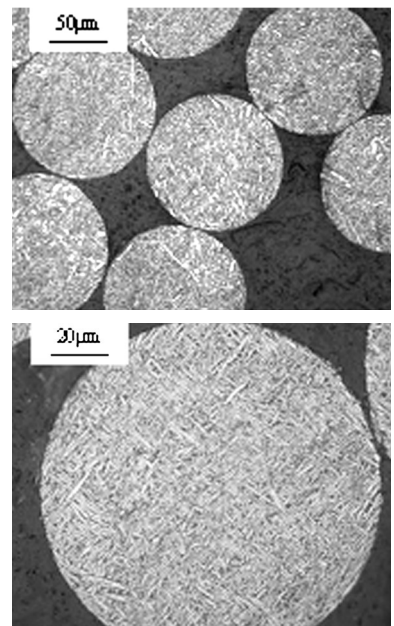


图2 旋转电极TC11预合金粉SEM照片

Fig. 2 SEM view of morphologies of PREP TC11 prealloyed powders



(a) 原始状态



(b) 热处理状态

图3 原始状态及热处理后粉末颗粒内部金相组织

Fig. 3 Optical micrographs of original state and heat treatment state powder particles

2.2 粉末 TC11 材料性能

热等静压态、双重退火态粉末 TC11 及相同冶炼

批次双重退火态 TC11 锻棒室温、550℃ 下的拉伸性能及弹性模量列于表 3。

表 3 不同状态粉末 TC11 及相同冶炼批次 TC11 锻棒性能

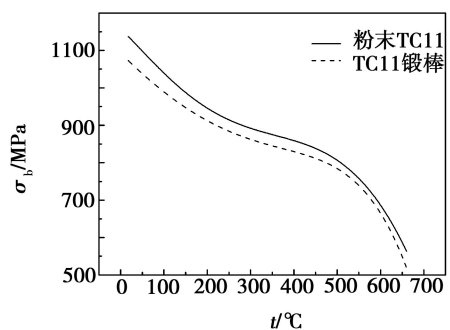
Tab. 3 Properties of PM TC11 alloys different states and same batch forged rod

温度	材料及状态	σ_b /MPa	$\sigma_{0.2}$ /MPa	δ_5 /%	ψ /%	E /GPa
室温	粉末 TC11, HIP	1067	1020	16.7	35.5	-
	粉末 TC11, 双重退火	1147	1037	14.5	38.8	115
	TC11 锻棒, 双重退火	1070	981	16.7	47.7	114
550℃	粉末 TC11, HIP	687	601	19.7	41.5	-
	粉末 TC11, 双重退火	763	590	23.7	64	90.7
	TC11 锻棒, 双重退火	696	555	26.7	72.4	85.2

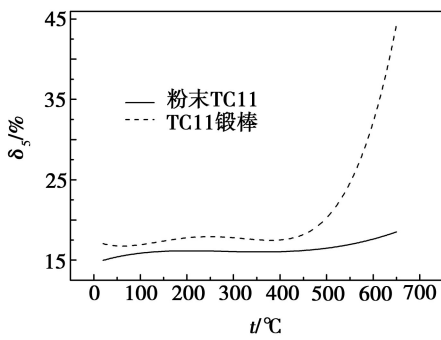
从表 3 中可知,所有 3 种材料的塑性指标(伸长率和断面收缩率)均较高,但室温及 550℃ 下的高温强度表现出了差异。HIP 态粉末 TC11 材料与双重退火态 TC11 锻棒的室温和高温强度相当,但双重退火态粉末 TC11 材料的室温和高温强度均明显优于锻棒。在室温下双重退火粉末 TC11 的弹性模量与 TC11 锻棒相近,而在 550℃ 下明显高于 TC11 锻棒。由于是同一冶炼批次的材料,化学成分相同,因此这些性能数据表明,经过合适处理后,粉末 TC11 材料性能可优于锻件水平,具有良好的综合性能。从这些数据还可看出,经双重退火后的粉末 TC11 材料性能优于未经热处理的热等静压态粉末 TC11 材料,双重退火可优化粉末 TC11 材料的性能。

双重退火态的粉末 TC11、TC11 锻棒的拉伸强度、伸长率及弹性模量随温度变化如图 4 所示。无论室温还是高温强度,粉末 TC11 均优于 TC11 锻棒。从室温到高温,粉末 TC11 的伸长率缓慢上升,而 TC11 锻棒则在 500℃ 后出现显著变化,随温度的升

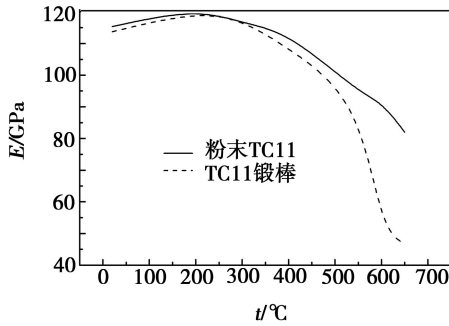
高急剧上升。这两种材料的弹性模量在室温及较低温度下差别较小,进入高温区后材料的弹性模量均有降低,但粉末 TC11 的变化较为平缓,而 TC11 锻棒的弹性模量在 500℃ 后开始突降,随温度升高急剧降低。500℃ 后粉末 TC11 的弹性模量明显优于锻棒,这表明相同结构的粉末 TC11 构件高温刚度更好。这些曲线可说明,在对构件有较高的高温强度、刚度要求的情况下,TC11 粉末材料优于锻件。



(a) 拉伸强度



(b) 伸长率



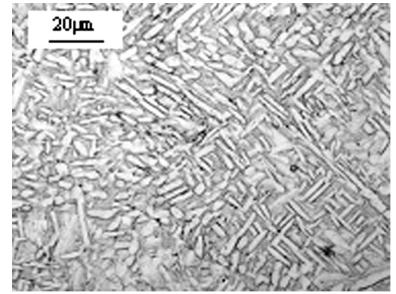
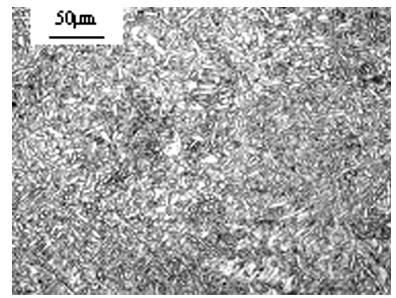
(c) 弹性模量

图 4 粉末 TC11 及 TC11 锻棒性能/温度关系曲线

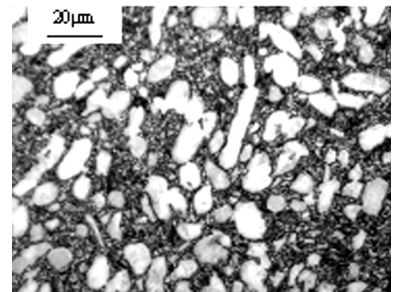
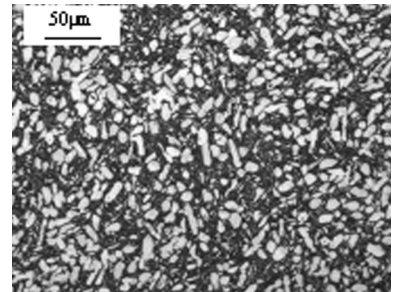
Fig. 4 Relation of temperature with properties of PM TC11 and TC11 forged rod

2.3 粉末 TC11 材料金相组织

HIP 态、双重退火态的粉末 TC11 材料及同一冶炼批次的 TC11 锻棒双重退火态材料的金相组织见图 5。可以看到,两种粉末 TC11 材料的金相组织上类似,主要以条状、片层状 α 相+相间 β 相组成,形成了网篮组织,并有细小的等轴 α 分布其间。HIP 态组织细小,初步形成了网篮组织,经过双重退火后,组织形态并未发生明显的变化,但组织变大,条状、片层状 α 及等轴 α 均变粗,形成了均匀的网篮组织,而且晶粒界面处的等轴 α 分布更均匀。



(b) 双重退火态粉末 TC11

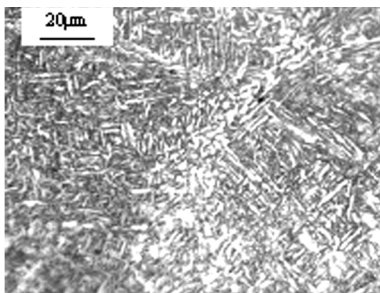
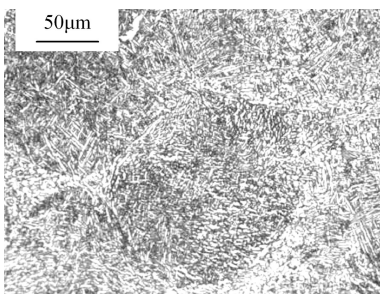


(c) 双重退火态锻棒

图 5 3 种不同状态 TC11 材料金相照片

Fig. 5 Optical micrographs of three different states TC11 alloy

粉末 TC11 金相组织的主要特征是:等轴 α 分布的位置主要在由原始粉末颗粒形成的晶粒界面处,包裹着网篮组织。这种组织形貌类似锻件中的双态组织,但其等轴 α 的分布方式不同。形成这一组织形貌的原因在于特殊的粉末冶金的制备工艺。在预合金粉工艺过程中,球形粉末装入包套后,颗粒间密集堆积,在热等静压过程中,在高温高压作用下,在粉末颗粒相互接触的界面上产生了很大的应变,在热等静压保温保压过程中,在粉末致密化的同时,在原粉末边界的位置上,经再结晶形成了等轴 α 。而双重退火处理进一步推动了再结晶过程,并使其组织更均匀、稳定,也变得更大。从图 3(b)中可以看到,在高温条件下,粉末颗粒内部会形成编织状的网篮组织,因此,



(a) HIP 态粉末 TC11

由粉末颗粒制备的粉末 TC11 材料,在相近温度条件下进行热等静压致密化、双重退火等处理后,在材料中就必然会出现均匀分布的网篮组织。粉末 TC11 最终形成以细小的等轴 α 包裹网篮组织为主要特征的金相组织。

图 5(C)所示为 TC11 锻棒金相组织,在 α 相+相间的转变 β 相基体上,较均匀的分布着等轴 α 相。这表明锻棒处理状态良好。

由于制备工艺上有本质区别,TC11 粉末与锻棒金相组织有明显的差异,但粉末 TC11 金相组织中并未出现对性能有不利影响的因素,而且其晶粒界面上分布的细小等轴 α 有利于提高材料的强度,这也是双重退火态粉末 TC11 合金室温、高温强度优于 TC11 锻棒的原因。

2.4 粉末 TC11 构件近净成形

采用特定成形模,开展了粉末 TC11 构件近净成形技术的研究。针对航天飞行器的需要,实现了整体大尺寸、带内部网格加强筋薄壁舱体件近净成形,如图 6 所示。该构件经过超声及 X 射线无损检测,未发现内部缺陷。在高性能、复杂结构耐热钛合金重要构件的制备中,粉末钛合金技术显示出了成本和工艺上的优势。



图 6 $\Phi 418$ mm \times 618 mm 粉末 TC11 整体大尺寸带内部网格加强筋薄壁近净成形舱体

Fig.6 Integrated thin wall $\Phi 418$ mm \times 618 mm near-net-shape cabin made of PM TC11 alloy with inner gridding stiffening ribs

3 结论

(1)粉末 TC11 材料拉伸力学性能不低于 TC11 锻件,双重退火处理可优化粉末 TC11 材料的性能和组织,双重退火态粉末 TC11 材料高温强度、弹性模量优于 TC11 锻件。

(2)粉末 TC11 材料组织均匀细致,形成了网篮组织,并有围绕其分布的等轴 α 。

(3)粉末 TC11 构件可实现近净成形,在高性能、复杂结构重要构件的制备中有成本和技术上的优势,可用于制造高性价比、高可靠性的轻质耐热结构件。

参考文献

[1] Eylon D, Froes F H, Parsons L D. Titanium PM components for advanced aerospace applications [J]. Met. Powder

Rep., 1983, 38(10): 567-571

[2] Froes F H. Prealloyed titanium powder metallurgy-barriers to use [J]. Int. J. Powder Metall., 1987, 23(4): 267-269

[3] Froes F H, Hebeisen J. Emerging and future applications for HIPing of titanium based materials [C]// Li Chenggong, Chen Hongxia, Ma Fukang. Hot Isostatic Pressing Conference Proceedings, HIP'99. Beijing: International Academic Publishers, 1999: 1-24

[4] 王亮,史鸿培,郎泽保. 高性能粉末钛合金及钛基复合结构材料构件制备技术研究[C]//中国航天第十三专业信息网 2003 年度学术会议文集, 2003: 230-235

[5] Anoshkin N F. General results of HIP development and new arising problems [C]// Miyamoto Y, Buekenhout L, Fujikawa T. Proceedings of International Conference on Hot Isostatic Pressing, HIP'02 Moscow: JSC "All-Russia Institute of Light Alloy" (VILS), 2003: 7-14

[6] Rachuk V S, Goncharov N S, Martynenko Y A, et al. Design, development, and history of the oxygen/hydrogen engine RD-0120 [R]. AIAA 95-2540

[7] Froes F H, Eylon D. Developments in titanium powder metallurgy [J]. J. Met., 1980(4): 47-54

[8] Sheinker A A, Chananic G R, Bohlen J W. Evaluation and application of prealloyed titanium P/M parts for airframe structures [J]. Int. J. Powder Metall., 1987, 23(3): 171-179

[9] Demchenkov G G. Progress trend titanium granules metallurgy—a perspective technology for manufacture of super-sophisticated aerospace components [J]. Titan, 2003, 13(2): 35-41

[10] Guichard D, Raison G, Pieronner M. Cost effective production of Ti alloy net-shape parts by the isoprec powder metallurgy process [C]// Miyamoto Y, Buekenhout L, Fujikawa T. Proceedings of International Conference on Hot Isostatic Pressing, HIP'02 Moscow: JSC "All-Russia Institute of Light Alloy" (VILS), 2003: 103-107

[11] Valjukhov S G, Scopov J V, Azarov A F, et al. Development of complex-shaped impellers with small flow sections made from titanium alloy powders by HIP [C]// Miyamoto Y, Buekenhout L, Fujikawa T. Proceedings of International Conference on Hot Isostatic Pressing, HIP'02 Moscow: JSC "All-Russia Institute of Light Alloy" (VILS), 2003: 108-110

[12] 曾汉民. 高技术新材料要览[M]. 北京: 中国科学技术出版社, 1993: 119-123

[13] 王亮,史鸿培. 高性能钛合金粉末冶金技术研究[J]. 宇航材料工艺, 2003, 33(3): 42-44

[14] Wang Liang, Lang Ze bao, Shi Hongpei. Properties and forming process of prealloyed powder metallurgy Ti-6Al-4V [J]. Trans. Nonferrous Met. Soc. China, 2007, 17: s639-s643

[15] 王亮,郎泽保,史鸿培. TC4 粉末钛合金的应用技术研究[C]// 2007 全国粉末冶金学术及应用技术会议及海峡两岸粉末冶金技术研讨会论文集, 2007: 22-27

(编辑 任涛)