

# TC11 粉末钛合金的微观组织及其形成机理

徐桂华<sup>1</sup> 张绪虎<sup>1</sup> 赵翠梅<sup>2</sup> 王亮<sup>1</sup> 阴中炜<sup>1</sup>

(1 航天材料及工艺研究所,北京 100076)

(2 空间物理重点实验室,北京 100076)

**文 摘** 通过旋转电极制粉及后续的热等静压工艺制备了全致密的 TC11 粉末钛合金,分析了材料的微观组织,通过理论分析和有限元模拟的方式探讨了材料独特的微观组织的形成机理。分析结果表明:粉末冶金 TC11 的微观组织主要由条片  $\alpha$ +相间  $\beta$  相组成,同时还有部分细小的等轴  $\alpha$  分布在粉末颗粒界面处。这种独特的微观组织是由两种工艺共同作用产生的。

**关键词** TC11 钛合金,粉末冶金,微观组织,热等静压

## Microstructure of PM TC11 Alloy and Its Effect on Mechanical Behavior

Xu Guihua<sup>1</sup> Zhang Xuhu<sup>1</sup> Zhao Cuimei<sup>2</sup> Wang Liang<sup>1</sup> Yin Zhongwei<sup>1</sup>

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

(2 Science and Technology on Space Physics Laboratory, Beijing 100076)

**Abstract** Fully densified PM TC11 alloy was fabricated by plasma rotation electrode process (PREP) and subsequent hot isostatic pressing (HIP), its microstructure was observed and the evolution mechanism is discussed by theoretical analysis and FEM calculation. The results reveal that, the microstructure of PM TC11 is mainly composed of platelet  $\alpha$  and fine transformed  $\beta$  phase. Meanwhile, some equiaxed  $\alpha$  are observed at the initial boundaries of powders. These unique microstructures are caused by the PREP and HIP.

**Key words** TC11 alloy, Powder metallurgy, Microstructure, Hot isostatic pressing

### 0 引言

钛合金具有比强度高、工作温度范围较宽和优异的抗腐蚀能力等优点,目前在新型战机机体结构上的用量已经超过了铝合金,并呈不断上升的趋势<sup>[1-2]</sup>。

随航空航天技术的发展,要求航空航天结构件具有更低的质量、更高的使用温度和更好的力学性能。TC11 (Ti-6.5Al-3.5Mo-1.5Zr-0.3Si) 是一种典型的  $\alpha$ - $\beta$  型钛合金,具有良好的室温和高温综合性能,能够在 500℃ 条件下长期使用,是一种优良的航空航天结构材料,已经在航空发动机的压气机盘、叶片、鼓筒等构件上得到大量应用。

热等静压粉末冶金工艺是制备粉末钛合金的一种成熟方法,通过这一工艺能够制备出高性能、低成本的钛合金构件<sup>[3]</sup>。该工艺的基本流程如下所示:

棒材或型材  $\xrightarrow{\text{粉末制备}}$  材料粉末  $\xrightarrow{\text{真空除气}}$  除气后包套  $\xrightarrow{\text{热等静压}}$  粉末钛合金。

然而目前的研究较多关注于粉末冶金工艺的探索,鲜见关于粉末冶金钛合金微观组织的报道。本文以 TC11 钛合金为例,通过旋转电极制粉工艺与后续的热等静压烧结技术制备了高性能粉末钛合金块体材料。分析了材料的微观组织,并对其形成机理进行了探讨。

### 1 试验

TC11 钛合金的制粉试验在等离子旋转电极试验机上进行,试验所用原材料为商品化的 TC11 棒料。热等静压试验在 QNH32 热等静压机上进行,热等静压温度为 930℃,保温时间 2 h。对粉末的成分、粒径进行分析。通过 Zeiss EVO 60 扫描电镜分析了 TC11 粉末的形貌和热等静压后材料的微观组织,并通过 DEFORM 3D 模拟分析了该组织的形成机理。

### 2 结果与讨论

#### 2.1 预合金粉末的形貌及成分分析

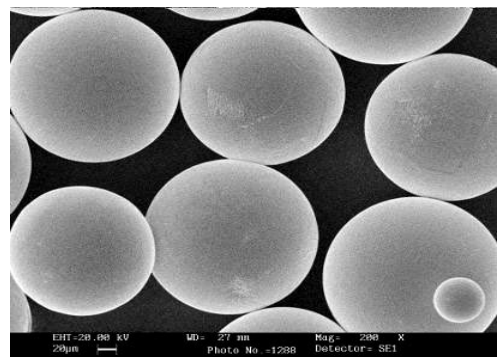
对热等静压工艺而言,光滑的球形粉末颗粒是最

收稿日期: 2012-08-28

作者简介: 徐桂华,1982 年出生,博士,主要从事粉末冶金方面的研究工作

理想的原料。这主要有三方面的原因:(1)球形粉末的比表面积较小,表面夹杂和吸附气体也就较少,有利于提高产品性能<sup>[4]</sup>; (2)球形粉末具有较好的流动性,能够很好的充满型腔; (3)相对于异形粉末颗粒而言,球形粉的松装比较大,等静压后产品的收缩较小,有利于产品的密实。

通过扫描电镜对 TC11 预合金粉的形貌进行研究,结果如图 1 所示。可以看出,粉末颗粒表面光滑,尺寸在 150  $\mu\text{m}$  左右,几乎没有行星颗粒。颗粒的形状都以球形为主,且粉末的球形度较好,表明具有较好的流动性。因而,本试验所用的钛合金粉末能够满足热等静压生产的需要,并为获得高性能的钛合金制品奠定基础。

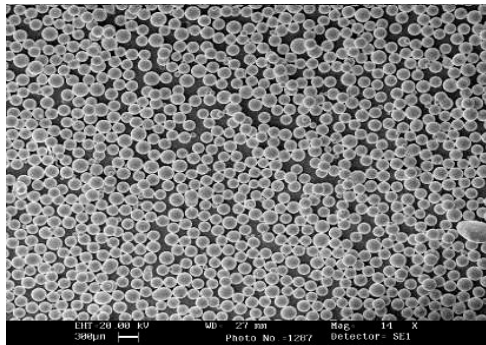


(b) 较高放大倍数

图 1 旋转电极 TC11 预合金粉 SEM 照片

Fig. 1 SEM photographs of TC11 powders prepared by PREP

TC11 预合金粉的化学成分和粒径分布如表 1 和表 2 所示。从表 1 的化学分析结果可知,预合金粉的成分符合 GB/T3620.1—1994。其中,除 Al、Mo、Zr、Si 四个主要合金元素保持稳定外,杂质元素的含量尤其是容易引入污染的气体杂质(N、H、O)含量也得到了良好控制,这说明制粉工艺中实现了良好的制粉环境控制。表 2 的粒径分布结果表明,粉末粒径分布在 45 ~ 250  $\mu\text{m}$ ,主要的分布区间为 150 ~ 180  $\mu\text{m}$ ,占总质量的 71%。



(a) 较低放大倍数

表 1 TC11 预合金粉化学成分

Tab. 1 Chemical composition of TC11 pre-alloyed powders

数据来源	Al	Mo	Zr	Si	Fe	C	N	H	O
TC11 预合金粉	6.45	3.38	1.80	0.26	0.032	0.0045	0.011	0.0010	0.12
GB/T 3620.1—1994	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

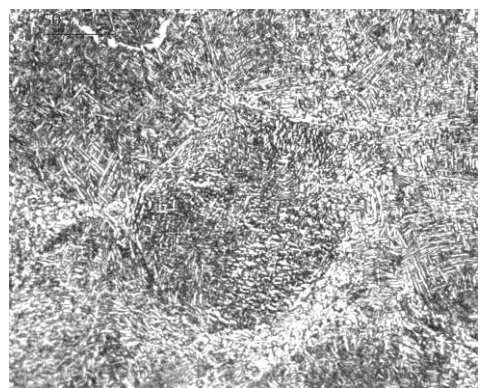
Tab. 2 Particle size distribution of TC11 pre-alloyed powders

粒径/ $\mu\text{m}$	含量/wt%
≥250	-
250~180	10.0
180~150	71.0
150~45	19.0
45	-

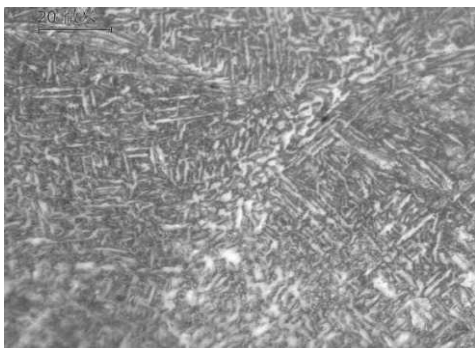
## 2.2 TC11 粉末钛合金的组织与形成机理

图 2 为热等静压后 TC11 粉末钛合金的显微组织照片。从图 2(a)可以看出,热等静压之后,获得了全致密的 HIP-TC11 粉末钛合金,粉末颗粒的界面已经消失。从图 2(b)可以看出,材料的组织主要由由细小的条片状  $\alpha$  相和相间的  $\beta$  相所构成的网篮状组织。这些细小且均匀分布的网篮状组织有利于材料

获得良好的力学性能。在锻造钛合金组织中,通常会存在部分等轴  $\alpha$  相,这些等轴  $\alpha$  相均匀的分布在基体组织中。在 TC11 粉末钛合金中,也能观察到部分非常细小的等轴  $\alpha$  相,这些等轴  $\alpha$  相并没有在基体中呈均匀分布,而是主要分布在粉末颗粒界面消失后形成的“中间区域”,这与传统的铸造、锻造工艺所获得材料的微观组织有明显区别。



(a) 较低放大倍数



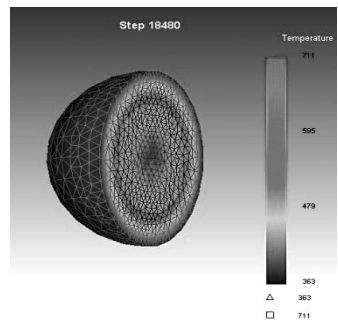
(b) 较高放大倍数

图2 HIP TC11 显微组织照片

Fig.2 Microstructures of HIP TC11 alloy

粉末 TC11 钛合金的这种独特微观组织的出现与其制备工艺密切相关。粉末冶金工艺包括粉末制备和粉末烧结两个最主要的环节,也正是这两个环节导致材料独特微观组织的产生。

首先,在粉末制备过程中,熔融的 TC11 液滴在离心力的作用下脱离母材,在氩气气氛下迅速冷却,从而制得 TC11 粉末颗粒。值得注意的是,粉末颗粒的冷却并不同步进行。颗粒外层的冷却速率较快,能够迅速冷却;颗粒内部的冷却速率较慢,需要较长的时间才能完全冷却。从图 3 冷却过程中粉末颗粒的温度场热模拟结果可以看出,在颗粒刚刚形成,也就是 TC11 液滴刚脱离母材时,粉末颗粒各处的温度是一致的,温度场各处均衡;经过一段时间之后,粉末外层迅速冷却,而芯部依然保持初始状态的温度,两者存在一个温度差。随冷却时间的延长,表层和芯部的温度差越来越大[图 3(b)、(c)]。粉末外层较快的冷却速率,能够抑制外层晶粒的生长和组织的粗大,使粉末外层具有异于粉末芯部的较细的组织。



(c) 冷却 0.4 s 后

图3 TC11 粉末颗粒冷却凝固过程热模拟

Fig.3 Thermal simulation of the TC11 powders during cooling

图 4 为 TC11 粉末颗粒的剖面微观组织。可以看出,颗粒内部为典型的快速冷却后的“胞状组织”。在粉末芯部,“胞状组织”较为粗大;而在粉末外层,“胞状组织”变得较为细小,且越远离芯部的位置,组织越细小、片层越薄。这与前面的分析相一致。在钛合金中,等轴  $\alpha$  相的出现主要是由变形所带来的板条状  $\alpha$  相碎裂和随后的动态再结晶导致的。粉末颗粒边缘处较小的“胞状组织”有利于再结晶的进行,一方面,这些较细小、较薄的组织在变形中更容易碎裂;另一方面,细小的组织中具有较高的能量,也有利于热等静压过程中动态再结晶的进行。

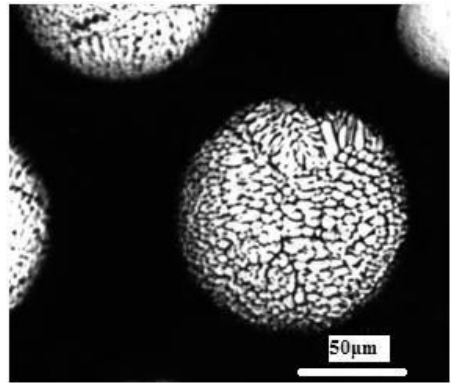
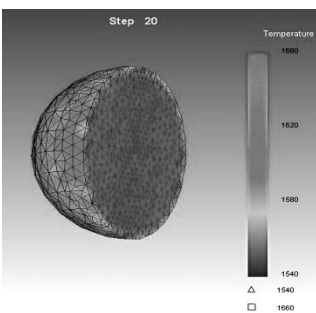


图4 TC11 粉末颗粒的剖面观察

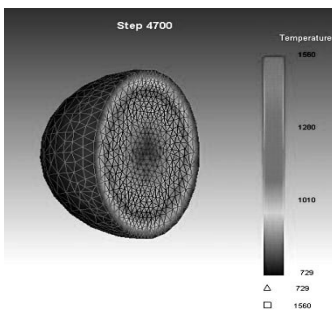
Fig.4 Cross-section observation of TC11 powder

其次,热等静压过程也是这一独特组织产生的重要原因。在热等静压过程中,粉末坯在温度和压力双重作用下实现固化。对粉末坯整体而言,它受到各向同性的净水压力;但对于单独粉末颗粒的不同部位,它所受到的压力并不完全一致,这就导致粉末各部分具有不同的应力和应变。

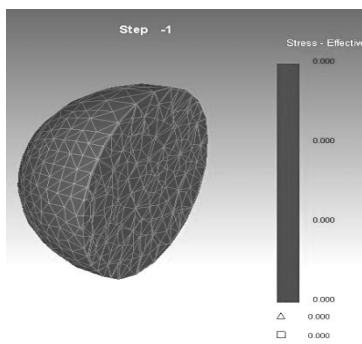
图 5 是 TC11 粉末颗粒热等静压过程的应变状态的有限元模拟结果。在热等静压之前,粉末颗粒间紧密堆积,相互间处于点接触状态,颗粒中不存在应力和应变[图 5(a)];热等静压过程中,温度、压力逐渐上升,粉末颗粒间的接触点在温度、压力的作用下相互挤压变形,颗粒间接触面积逐渐变大,接触区域附近的形变越来越大[图 5(b) ~ (f)]。



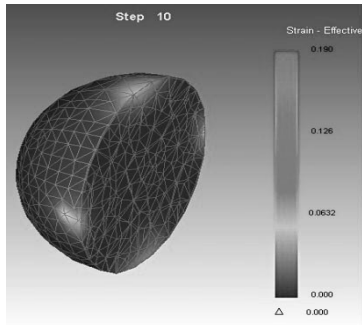
(a) 初始阶段



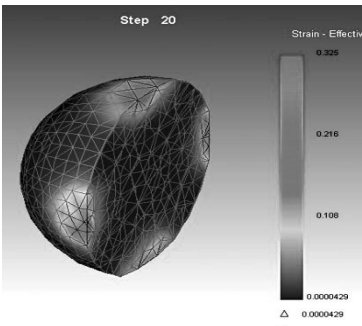
(b) 冷却 0.2 s 后



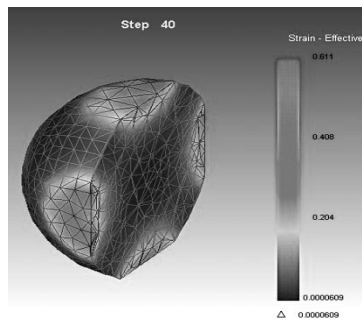
(a) 初始阶段



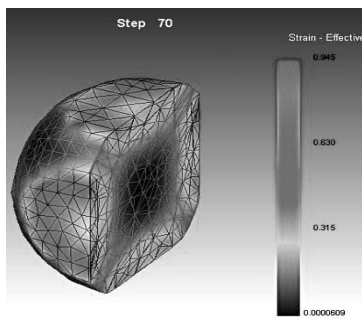
(b) 5 s 后



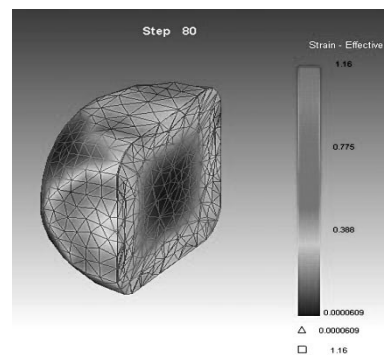
(c) 50 s 后



(d) 200 s 后



(e) 400 s 后



(f) 600 s 后

图5 TC11 粉末颗粒热等静压过程模拟

Fig.5 Thermal simulation of the TC11 powders during cooling

由于粉末颗粒承受的是静压,与材料锻造所承受的整体冲击力不同,粉末颗粒各处的变形情况并不相同,而是在形变较大颗粒边界的局部范围内产生晶格畸变,产生较为集中的、较大的应变能[图5(b)~(f)]。在热等静压后期,粉末变形越来越大,边界完全贴合,实现粉末坯的全致密,这使得相互接触的颗粒截面处产生巨大的应变,形成沿原始边界规律分布的大应变带,积累了大量的变形能[图5(f)]。值得注意的是,粉末颗粒的芯部在热等静压前后的变形较小,因而其应变非常小。在保温过程中,粉末边界外沿处细小组织所具有的自由能和大应变所带来的变形能驱使边界处发生动态再结晶,从而在粉末原始边界处产生大量的等轴 $\alpha$ 相。而颗粒内部一般应变较小,动态再结晶的情况少,主要还是以条片 $\alpha$ +相间 $\beta$ 相为主,部分 $\alpha$ 条片在保温、变形过程中交织分布形成网篮,最终演变为图3所示微观组织,形成了等轴 $\alpha$ 包裹条片 $\alpha$ 的组织特征。

### 3 结论

(1)通过旋转电极制粉工艺和热等静压工艺能够制备全致密的TC11粉末钛合金。

(2)微观组织分析结果表明,TC11粉末钛合金具有独特的微观组织。材料的组织主要细小的网篮状组织,同时在粉末界面处存在细小的等轴 $\alpha$ 相。

(3)分析表明,粉末冷却过程中各处冷却速率的差异以及热等静压过程中粉末各处应变情况的差异是TC11粉末钛合金独特微观组织的形成机理。

### 参考文献

- [1] 曹春晓,航空用钛合金的发展概况[J].航空科学技术,2005(4):3-7
- [2] 黄张洪,曲恒磊,邓超.航空用钛及钛合金的发展及应用[J].材料导报,2011,25(1):102-107
- [3] 周科朝,黄伯云,刘咏.粉末冶金陶瓷模-热等静压技术的研究[J].粉末冶金材料科学与工程,1998,3(1):14-17
- [4] Anoshkin, Demchenkov, Material science and technological aspects of rapidly solidified titanium alloy production[J]. Materials Science and Engineering A, 1998, 243: 263-268

(编辑 任涛)