

# 等温锻造对 Ti-17 粉末合金显微组织的影响

赵张龙<sup>1</sup>, 郭鸿镇<sup>1</sup>, 汤慧萍<sup>2</sup>, 刘海彦<sup>2</sup>, 田云<sup>1</sup>, 姚泽坤<sup>1</sup>

(1. 西北工业大学 材料科学与工程学院, 西安 710072; 2 西北有色金属研究院, 西安 710076)

**摘要:** 采用烧结 + 等温锻造的方法制备 Ti-17 粉末合金, 对粉末合金制备过程中各工序的密度、显微组织变化规律等进行了试验研究。试验结果表明: 经相同条件烧结后, -140 目粉末烧结棒材和 -80/+140 目粉末烧结棒材分别达到理论密度的 98.06% 和 93.55%, 在 -80/+140 目粉末烧结棒材显微组织中观察到有大量的残留空隙存在。采用高低温等温锻造工艺能够有效去除粉末合金烧结后残留的空隙, 提高合金的密度, 使合金的显微组织得到显著细化和均匀化。烧结 + 等温锻造是制备优质粉末钛合金的有效方法。

**关键词:** Ti-17 粉末合金, 烧结, 等温锻造, 热处理, 显微组织

中图分类号: TF124 TG316

文献标识码: A

文章编号: 1005-5053(2007)05-0022-04

钛合金由于具有密度低、比强度高、耐蚀性好、耐热性高、无磁、焊接性能好等优良性能, 而备受人们关注, 但是钛合金的屈强比高, 弹性模量低, 在加工后易产生各向异性及回弹, 这给钛合金的制造带来了一定的困难。目前制造钛合金零部件主要有三种方法: (1) 锻造; (2) 铸造; (3) 粉末冶金。用传统锻造方法加工, 其材料性能优良, 但浪费大, 加工量大, 成本高, 且难获得形状复杂的产品; 铸造可获得形状复杂的近净形产品, 但存在成分偏析、疏松、缩孔等缺陷<sup>[1]</sup>。钛合金的粉末冶金技术是 20 世纪 70 年代发展起来的先进钛合金材料制备成形技术, 研究证明: 与熔锻钛合金材相比, 粉末冶金钛合金材可以降低成本 20% ~ 50%, 而且拉伸性能达到甚至超过熔锻材的水平<sup>[2]</sup>。

本研究采用氢化脱氢粉末烧结加等温锻造的方法制备 Ti-17 粉末合金。观察与分析了制备过程中的显微组织变化规律, 探讨钛合金粉末烧结加等温锻造致密化工艺的可行性。

## 1 试验

首先采用氢化脱氢工艺制取 Ti-17 的预合金粉末, 然后将粉末筛分成 -140 目及 -80/+140 目两个档次。对 -140 目和 -80/+140 目的粉末采用油

冷等静压机进行粉末压实, 加压至 200 MPa 保压 3 ~ 5 min 制成  $\phi 50$  mm 的冷等静压棒。把经冷等静压处理的粉末棒在真空度为  $10^{-4} \sim 10^{-3}$  Pa 的 TY-CM-1 型坩埚式高温炉中进行烧结, 烧结温度为 1300 °C, 时间 3 h 炉冷。把烧结棒材加热至 1000 °C, 保温, 在 315 吨压机上进行等温锻造开坯, 即反复墩拔; 回炉加热至 875 °C, 保温, 等温锻反复墩拔成  $\phi 40$  mm 的棒材后炉冷, 然后在 SX-10-13 型箱式电阻炉中对等温锻棒材进行热处理。

采用排水法测定粉末合金的密度, 在 OLYMPUS PM-G3 型光学金相显微镜上观察粉末烧结、烧结 + 等温锻及热处理后合金的显微组织, 并对等温锻前后的粉末合金进行化学成分分析。

## 2 试验结果与分析

### 2.1 烧结后的显微组织分析

-80/+140 目和 -140 目粉末经冷等静压和烧结后, 合金棒材的密度分别为 4.35 g/cm<sup>3</sup> 和 4.56 g/cm<sup>3</sup>, 为理论密度 4.65 g/cm<sup>3</sup> 的 93.55% 和 98.06%。

图 1 为 Ti-17 粉末烧结后的显微组织, 可以看到: -80/+140 目粉末经过烧结后 (图 1a), 组织为魏氏组织, 晶界清晰, 烧结后残留的孔隙较多, 多数沿晶界断续或连续分布; -140 目粉末冷等静压烧结后 (图 1b), 可以观察到  $\alpha$  相所占比例较大, 多数  $\alpha$  相呈粗大片状排列, 另外, 也有很多细小的  $\alpha$  相与  $\beta$  相相互交错的排列在一起。图 1b 和图 1a 相比, 虽然晶粒和相尺寸较粗大, 但是残留的孔隙很少, 说明在相同的条件下, 相对于 -80/+140 目粗粉颗粒

来说, -140 目细粉颗粒容易被压实, 并在烧结过程中形成烧结颈及烧结颈长大的能力较强。同时由于

晶粒长大, 晶界越过孔隙移动, 导致孔隙大量消失<sup>[3]</sup>。图 1 a b

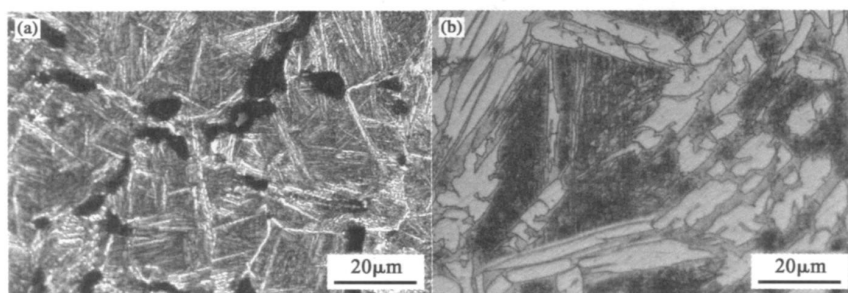


图 1 -80/+140 目 (a) 和 -140 目 (b) 粉末经冷等静压和烧结后的显微组织

Fig 1 The microstructure of -80/+140 mesh (a) and -140 mesh (b) powder after cold isostatic pressing and sintering

显微组织的状态与上述粉末烧结后的实测密度是相符合的, 表明烧结条件对烧结质量有很大影响。为了得到良好的密度和组织, 需要针对具体的粉末确定合适的冷等静压及烧结工艺参数。

## 2.2 等温锻造对合金显微组织的影响

两次等温锻造后两种粉末合金的密度都达到了  $4.62 \text{ g/cm}^3$ , 为理论密度的 99.35%, 等温锻造工艺能够有效地致密化粉末合金。

两相钛合金在相变点以上锻造, 火次变形量 > 50%, 后续锻造加工可以逐渐降低加热温度, 由  $\beta$  相区过渡到两相区, 足够的变形量足以破碎心部  $\beta$  晶粒, 获得等轴  $\alpha + \beta$  转变组织, 并可防止网状  $\alpha$  和

拉长  $\alpha$  组织的形成<sup>[4]</sup>。

Ti-17 合金属于近  $\beta$  型钛合金, 材料的相变点为  $895^\circ\text{C}$  左右, 在相变点以上 ( $1000^\circ\text{C}$ ) 锻造可以将烧结后的粗大魏氏组织进行破碎细化, 在相变点以下 ( $875^\circ\text{C}$ ) 锻造可以进一步使合金组织细化、均匀化。

图 2a 是 -80/+140 目粉末合金在  $1000^\circ\text{C}$  等温锻造后的显微组织, 原始  $\beta$  晶粒在变形过程中发生了破碎扭曲, 片状初生  $\alpha$  相趋向于沿变形方向分布,  $\beta$  晶界已经很不明显。图 2b 是经过  $875^\circ\text{C}$  二次改锻后的显微组织, 因变形再结晶的作用, 从中可以观察到此时的转变  $\beta$  基体上分布着大量细小的球状初生  $\alpha$  相和少量的片状初生  $\alpha$  相。

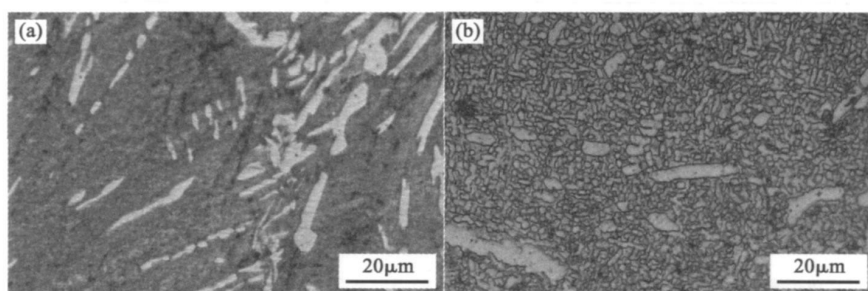


图 2 -80/+140 目粉末烧结棒材经  $1000^\circ\text{C}$  (a) 及  $1000^\circ\text{C} + 875^\circ\text{C}$  等温锻 (b) 后的显微组织

Fig 2 The microstructure of -80/+140 mesh sintering bar after isothermal forging at  $1000^\circ\text{C}$  (a) and  $1000^\circ\text{C} + 875^\circ\text{C}$  (b)

图 3a b 是 -140 目粉末烧结 + 等温锻造后的显微组织, 其变化规律与图 2a b 基本一致, 只是由于在烧结过程中形成的  $\beta$  晶粒较粗大, 所以导致了等温锻以后的显微组织有所不同。相对于图 2a 来说, 图 3a 中的条状  $\alpha$  相明显细长。相对于图 2b 来说, 图 3b 经过二次改锻以后, 短片状  $\alpha$  相明显较多, 球状初生  $\alpha$  相尺寸增大, 但是整体上分布还是比较均

匀的, 需要进一步通过锻造变形予以改善。

从烧结 + 等温锻造后的密度和显微组织与烧结后的密度和显微组织对比中可以看出, 经过等温锻造以后, 原始烧结显微组织中残留的空隙基本消失, 说明等温锻造可以去除粉末合金烧结后的空隙,  $\beta$  晶粒和大片状  $\alpha$  相被压扁, 沿着金属流动方向被拉长、破碎, 大部分片状  $\alpha$  相由于大变形再结晶作用

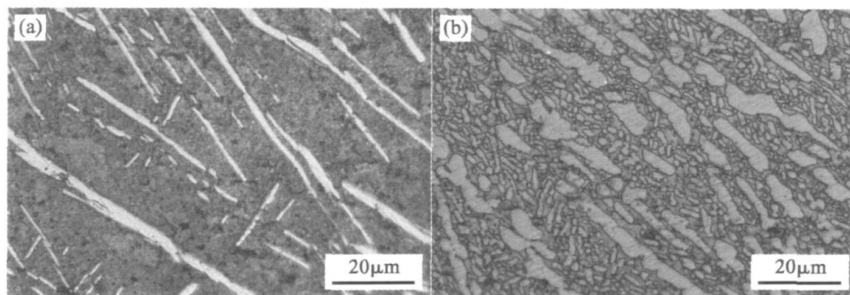


图 3 -140 目粉末烧结棒材经 1000°C (a) 及 1000°C + 875°C 等温锻后的显微组织  
Fig. 3 The microstructure of -140 mesh powder sintering bar after isothermal forging at 1000°C (a) and 1000°C + 875°C (b)

而呈现为球状。

对 -140 目粉末合金烧结及烧结 + 等温锻后的试样进行化学成分分析, 从表 1 分析结果可以看出, T+17 粉末合金在两种状态下所测化学成分相差不大, 除氧、氮含量超标外, 其余各元素含量均符合技术标准要求。由于氢化后采用了普通的球磨、破

碎方法, 所以导致粉末冷等静压、真空烧结后, 氧、氮含量很高<sup>[5]</sup>。等温锻后氧含量增加甚微, 但是氮含量却有所减少, 这可能与测量有很大的关系。有待通过控制制粉过程来降低粉末合金的氧、氮含量, 使其达到要求。

表 1 -140 目粉末烧结及烧结 + 等温锻后的化学成分 /w%

Table 1 The chemical composition of -140 mesh powder sintering and sintering + isothermal forging /w%

Alloy	Al	Sn	Zr	Mo	Cr	N	H	O	Ti
Sintering	5.15	2.04	1.8	4.11	3.98	0.16	0.007	0.49	Bal
Sintering + Isothermal Forging	5.24	2.06	1.81	4.20	4.09	0.082	0.004	0.53	Bal
Technical Requirement	4.5-5.5	1.5-2.5	1.5-2.5	3.5-4.5	3.5-4.5	≤0.04	≤0.0125	0.08-0.13	Bal

### 2.3 热处理对显微组织的影响

对 -80/+140 目和 -140 目粉末烧结 + 等温锻后的试样做热处理分析, 热处理方案为: 800°C, 4h 固溶 (AC) + 635°C, 8h 时效 (AC)。

从图 4a 经 800°C, 4h 固溶空冷后的显微组织中

可以看出,  $\alpha$  相比较均匀的分布在基体上, 仍存在着长条状的  $\alpha$  相, 可能是在两相区变形量偏小,  $\beta$  晶粒虽被压扁、拉长, 但是  $\alpha$  条却未能破断, 再结晶程度低。图 4b 是经过 635°C、8h 时效处理空冷后的金相组织, 晶界变得清晰, 少量初生  $\alpha$  相呈条状分布。

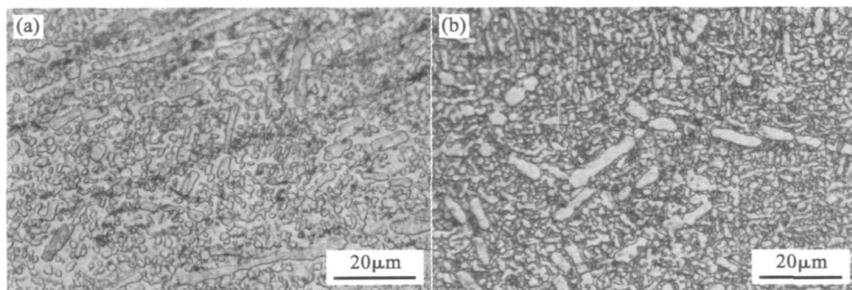


图 4 -80/+140 目粉末合金经烧结 + 等温锻造、800°C, 4h 固溶 (AC) (a) + 635°C, 8h 时效 (AC) (b) 后的显微组织

Fig. 4 The microstructure of -80/+140 mesh powder alloy after sintering + isothermal forging 800°C, 4h solution (AC) (a) + 635°C, 8h ageing (AC) (b)

由于 -140 目粉末冷等静压 + 烧结后的原始显微组织比 -80/+140 目的粗大, 等温锻造变形再结晶未能充分的破碎、细化晶粒组织, 所以导致图 5a

b 的显微组织中长条状  $\alpha$  相较多, 等轴性明显不如图 4 中 -80/+140 目粉末合金烧结 + 等温锻造热处理后的显微组织。

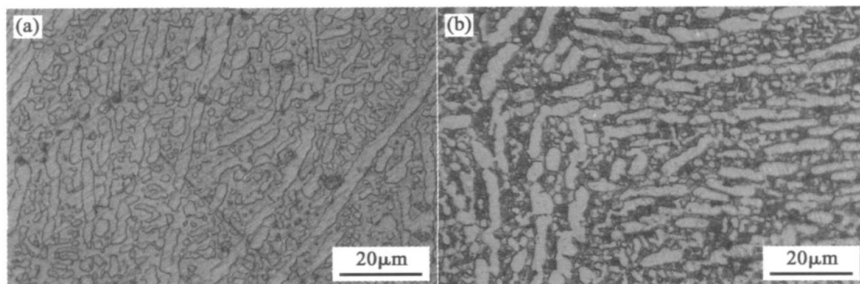


图 5 -140 目粉末合金经烧结 + 等温锻造、800°C, 4h 固溶 (AC)

(a) + 635°C, 8h 时效 (AC) (b) 后的显微组织

Fig 5 The microstructure of -140 mesh powder alloy after sintering + isothermal forging 800°C, 4h solution (AC) (a) + 635°C, 8h ageing (AC) (b)

### 3 结论

(1) 采用氢化脱氢制粉, 经冷等静压烧结后, -140 目和 -80/+140 目的 Ti-17 粉末合金的烧结态密度分别达到理论密度的 98.06% 和 93.55%, 烧结 + 等温锻造后两种粉末合金的密度都达到理论密度的 99.35%。

(2)  $\beta$  相区和 ( $\alpha + \beta$ ) 两相区等温锻造可以显著去除粉末合金烧结后的空隙, 显著改善粉末合金的显微组织, 其原因是等温形变再结晶作用可以明显细化  $\beta$  晶粒, 最终两相区锻造后能获得均匀细小的等轴  $\alpha$  或短条状  $\alpha$  相组织。

(3) 烧结加等温锻造工艺是制备优质粉末钛合金的有效方法。

### 参考文献:

- [1] 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, (3): 42-44
- [2] 汤慧萍, 黄白云, 刘咏, 等. 粉末冶金钛合金致密化研究的进展 [J]. 稀有金属材料与工程, 2003, 32(9): 677-680
- [3] 黄培云. 粉末冶金原理 [M]. 北京: 冶金工业出版社, 2004. 267-268
- [4] 姚泽坤, 郭鸿镇, 苏祖武. 热力参数对  $\alpha + \beta$  两相钛合金再结晶百分数和力学性能的影响 [J]. 稀有金属材料与工程, 2000, 29(5): 340-343
- [5] FU JITA Takahiro, OGAWA Atsushi, OUCHI Chikaji, Hidenori Tajima. Microstructure and properties of titanium alloy produced in the newly developed blended elemental powder metallurgy process [J]. Material Science and Engineering (A), 1996, 213: 148-153

## Effect of Isothermal Forging on Microstructure of Ti-17 Powder Alloy

ZHAO Zhang-long<sup>1</sup>, GUO Hong-zhen<sup>1</sup>, TANG Hu+ping<sup>2</sup>, LU Ha+yan<sup>2</sup>, TIAN Yun<sup>1</sup>, YAO Ze-kun<sup>1</sup>

(1. Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China; 2. Northwest Institute for Nonferrous Metal Research, Xi'an 710016, China)

**Abstract** Ti-17 powder alloy was prepared by the method of sintering + isothermal forging and the densities and transformation of microstructure in the process of preparing powder alloy were investigated. The results indicate that the relative densities of -140 mesh sintering bar and -80/+140 mesh sintering bar are 98.06% and 93.55% respectively at the same conditions of sintering and a number of voids remained in the microstructure of -80/+140 mesh powder sintering bar. The high and low isothermal forging can remove the remaining void effectively after powder alloy sintering, consequently increase the density and get refined and uniform microstructure. Thus the sintering + isothermal forging is an effective way of preparing high quality powder titanium alloys.

**Key words** Ti-17 powder alloy; sintering; isothermal forging; heat treatment; microstructure