

文章编号: 1673-5196(2021)01-0001-04

热等静压保温温度对 TC4 合金组织 及拉伸性能的影响

陈剑虹^{1,2}, 肖 乐^{1,2}, 陈永庆^{1,2}, 闫英杰^{1,2}, 曹 睿^{1,2}

(1. 兰州理工大学 有色金属先进加工与再利用省部级共建国家重点实验室, 甘肃 兰州 730050; 2. 兰州理工大学 材料科学与工程学院, 甘肃 兰州 730050)

摘要: 通过热等静压近净成形技术制备的 TC4 合金具有独特的优势, 近年来受到大量关注. 研究了热等静压保温温度对 TC4 合金显微组织及拉伸性能的影响. 结果表明: 120 MPa、2 h 保压条件下, 保温温度达到 800 °C 时, 合金完全致密化; 随着保温温度从 800 °C 升高到 920 °C, 合金的抗拉强度从 942 MPa 降为 920 MPa, 拉伸应变从 13.7% 增加到 18.1%; 合金显微组织中 β 相的体积分数随保温温度升高而增加, 且分布趋于均匀化, β 相的增加是合金强度降低、塑性增加的主要原因.

关键词: TC4 合金; 热等静压保温温度; 组织演变; 拉伸性能

中图分类号: TG146 **文献标志码:** A

The effect of hot isostatic pressing temperature on the microstructure and tensile properties of TC4 alloy

CHENG Jian-hong^{1,2}, XIAO Le^{1,2}, CHEN Yong-qing^{1,2}, YAN Ying-jie^{1,2}, CAO Rui^{1,2}

(1. State Key Laboratory of Advanced Processing and Recycling of Nonferrous Metals, Lanzhou Univ. of Tech., Lanzhou 730050, China; 2. College of Materials Science and Engineering, Lanzhou Univ. of Tech., Lanzhou 730050, China)

Abstract: The preparation of TC4 alloy by powder NNS-HIP has received widespread attentions in recent years due to its unique advantages. In this research, effects of hot isostatic pressing temperature on the microstructure and tensile properties of TC4 alloy were systematically investigated. The experimental results show that the alloy is completely densified when the holding temperature reaches 800 °C under the holding pressure condition of 120 MPa for 2 hours; As the holding temperature increases from 800 °C to 920 °C, the tensile strength of the alloy decreases from 942 MPa to 920 MPa, and the tensile strain increased from 13.7% to 18.1%; The volume fraction of β phase in the alloy microstructure increases with the rise of the holding temperature, and the distribution of β phase tends to be uniform as a result. The addition in β phase is a key factor for the decline in strength and ascent in plasticity of the alloy.

Key words: TC4 alloy; hot isostatic pressing holding temperature; microstructure evolution; tensile properties

由于具有低密度、高比强度和优良的耐腐蚀性能, TC4 合金被广泛用于航空航天、航海和医疗等领域^[1-3]. 同时, TC4 合金自问世以来, 难加工问题也受到广泛关注. 由于 TC4 合金铸造强度低、锻造延展性差、导热性较差及弹性模量较低等因素, 使得传统加工方式加工效率低、表面完整性较差, 同时降

低材料的使用率, 提高了生产成本, 从而制约了其在一些重要领域的应用^[4-6]. 与传统制备工艺相比较, 热等静压近净成形工艺制备 TC4 合金能耗低、成型率高, 生产工艺过程简单, 能提高材料使用率, 有效降低生产成本, 为航空航天、船舶等工业中重要部件的生产提供可靠的支持, 近些年来受到广泛关注^[7-9].

大量研究集中于探究单一热等静压保温保压条件下 TC4 合金的微观组织与力学性能的关联性方面^[10-11], 对不同热等静压保温温度对合金组织与性

收稿日期: 2020-04-15

基金项目: 国家自然科学基金(51961024, 51761027)

作者简介: 陈剑虹(1937-), 男, 浙江杭州人, 教授, 博导.

能的影响关注较少. 而热等静压保温温度对粉末致密化过程中显微组织的演变及力学性能的提升有至关重要的影响^[12], 不仅影响着 TC4 合金 α 相和 β 相组成比例, 而且影响着 α - β 之间的转变关系。因此探究热等静压保温温度对 TC4 合金显微组织及力学性能的影响是必要的. 本文系统研究了在热等静压压力和时间保持不变的条件下, 热等静压保温温度对 TC4 合金致密化程度、微观组织以及力学性能的影响。

1 试验材料与方法

采用等离子旋转法 (plasma rotation electrode process, PREP) 制备出 TC4 合金粉末, 主要成分见表 1. 通过热等静压工艺将粉末固结成型, 在保压压力 120 MPa, 保温 2 h 的条件下, 采用不同的保温温度进行试验, 编号见表 2.

表 1 TC4 合金粉末的化学成分(质量分数)

Tab. 1 Chemical composition of TC4 alloy powder(mass fraction) %

材料	Ti	Al	V	O	Fe	N
TC4 合金粉末	其余	6.2	4.1	0.14	0.048	0.03

表 2 热等静压保温温度

Tab. 2 Holding temperatures in HIP

工艺编号	HIP-1	HIP-2	HIP-3	HIP-4	HIP-5
保温温度/°C	660	720	800	880	920

对热等静压制备的合金样品进行打磨抛光, 并使用 Kroll 试剂(2% HF+4% HNO₃+94% H₂O) 浸蚀 20 s, 使用无水乙醇清洗并吹干. 通过 Quanta 450FEG 型扫描电子显微镜观察并记录合金显微组

织. 通过 D/Max-2400 型 X 射线衍射仪对合金进行物相分析. 通过 AGS-X300 KN 型万能力学试验机对制备合金样品的力学性能进行测试, 随后通过扫描电镜记录并分析断口形貌。

2 实验结果及分析

2.1 致密度及显微组织

图 1 为不同热等静压保温温度下制备的 TC4 合金显微组织照片. 由图可见, 保温温度为 660 °C 时, HIP-1 合金粉末颗粒边界处存在尺寸约为 100 μ m 的孔洞, 如图 1a 中箭头所示. 随保温温度升高至 720 °C, HIP-2 合金粉末颗粒边界处孔洞和空隙数量明显减少, 尺寸也减小到 30 μ m 左右, 存在于粉末颗粒边界结合处, 如图 1b 箭头所示. 当保温温度升高至 800 °C 以上时, HIP-3、HIP-4 及 HIP-5 合金中未发现明显孔洞, 如图 1c、1d、1e 所示.

随热等静压保温温度的升高, 合金显微组织也发生变化. 保温温度为 660 °C 时, HIP-1 合金中 β 相(白色)呈粒状分布, 如图 1f 所示. 当保温温度升高至 720 °C 时, HIP-2 合金中 β 相除粒状外, 有短棒状出现, 且体积分数较少, 如图 1g 所示. 当保温温度升高至 800 °C 时, HIP-3 合金中 β 相主要呈现为细长棒状, 尺寸为 2~5 μ m, 如图 1h 所示. 保温温度升高到 880 °C 以上时, β 相呈层片状如白色箭头所示, 且随温度的升高, 尺寸长大, 分布也更加均匀, 如图 1i 和图 1j 所示.

2.2 XRD 分析

图 2 为不同热等静压保温温度下制备的 TC4 合金 XRD 图谱. β 相(110) 晶面衍射峰相对强度随

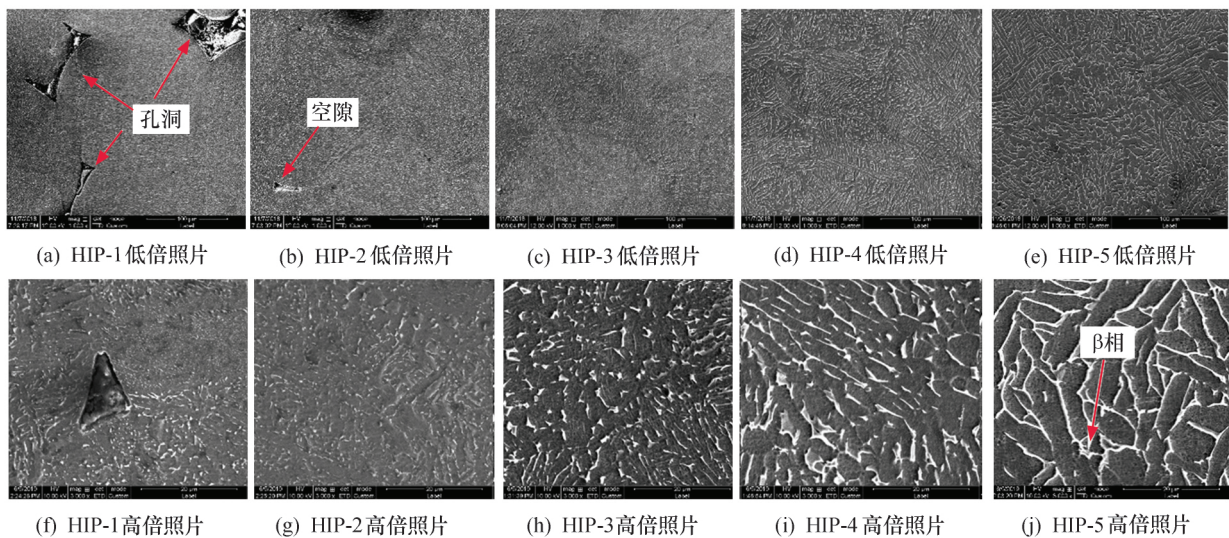


图 1 不同热等静压保温温度下制备的 TC4 合金组织图
Fig. 1 The TC4 alloy SEM images under different holding temperatures

保温温度的升高而增强, α 相(101)晶面衍射峰相对强度在 800 °C 以上呈降低的趋势. 当保温温度高于 800 °C 时, 随着温度的升高, 合金中部分 α 相向 β 相转变^[10], β 相体积分随温度的升高而增加.

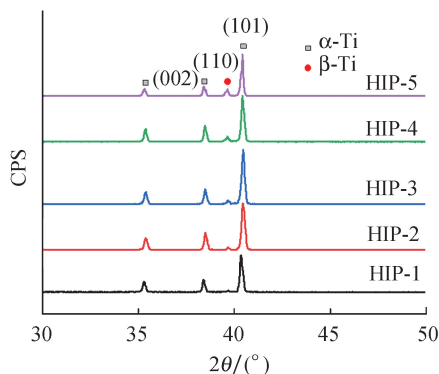


图 2 不同热等静压保温温度下制备的 TC4 合金 XRD 图谱
Fig. 2 XRD pattern of TC4 alloys prepared under different holding temperatures

2.3 力学性能分析

图 3 为不同热等静压保温温度下 TC4 合金的室温拉伸应力-应变曲线. 当保温温度低于 800 °C 时, 合金的抗拉强度随保温温度的升高而快速提高, 从 660 °C 的 752 MPa 提高到 800 °C 的 942 MPa. 当保温温度超过 800 °C 时, 抗拉强度随保温温度的升高呈缓慢下降趋势, 当保温温度升高到 920 °C 时, 抗拉强度下降到 920 MPa. 与抗拉强度的变化有所不同, 随保温温度的升高, 拉伸应变持续增加, 从 660 °C 时的 4.9% 增加到 920 °C 时的 18.1%.

2.4 断口分析

图 4 为不同热等静压保温温度下制备的 TC4

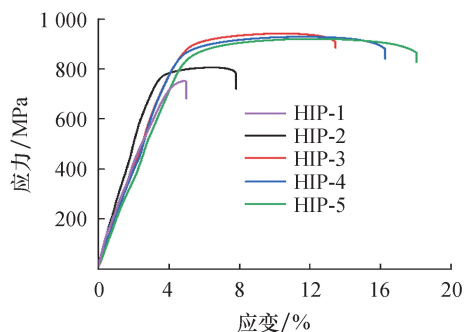


图 3 不同热等静压保温温度下的 TC4 合金室温拉伸应力-应变曲线

Fig. 3 Room temperature tensile stress-strain curves of TC4 alloy prepared at different holding temperatures in HIP

合金室温拉伸断口形貌. 保温温度为 660 °C 时, HIP-1 合金拉伸断口宏观形貌呈颗粒状, 试样主要沿原始粉末颗粒边界断裂, 如图 4a 所示. 大量粉末边界处孔洞呈现于断口上, 部分区域为韧窝状韧性断裂, 如图 4f 所示. 保温温度升高到 720 °C, 颗粒状形貌只在 HIP-2 合金拉伸断口中心部位较为明显, 如图 4b 所示. 且断口中心部位也以韧窝型断裂为主, 局部区域存在原始粉末颗粒边界孔洞, 如图 4g 所示. 保温温度升高至 800 °C, HIP-3 合金拉伸断口外围存在明显的剪切唇, 且断口整体上无明显颗粒状形貌, 如图 4c 所示. 断口中心局部区域存在准解理特征, 如图 4h 中白色箭头所示. 保温温度高于 880 °C 时, HIP-4 及 HIP-5 合金拉伸断口形貌为完全的韧窝型韧性断裂, 相比于 HIP-4 合金, HIP-5 合金的韧窝尺寸大而深, 如图 4d、4e、4i、4j 所示.

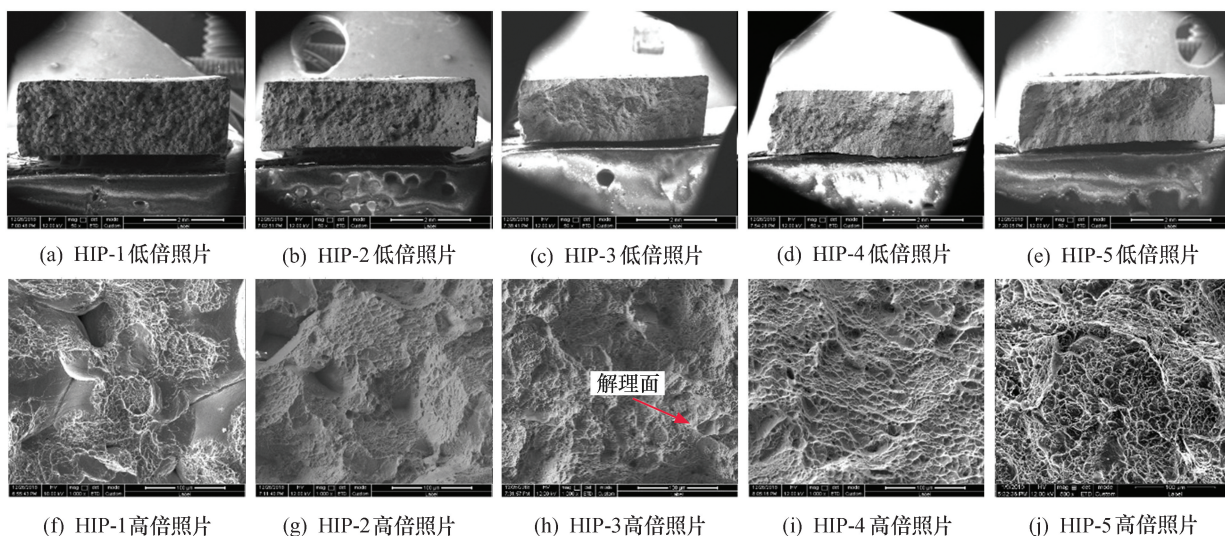


图 4 不同保温温度制备的 TC4 合金拉伸断口形貌

Fig. 4 Tensile fracture morphology of TC4 alloy prepared at different holding temperatures

3 讨论

3.1 热等静压保温温度对合金致密化程度及组织演变的影响

当热等静压保温温度低于 800 °C 时, HIP-1 及 HIP-2 合金中沿原始粉末颗粒边界存在大量孔洞, 且室温拉伸断口上也呈现大量原始粉末颗粒边界孔洞, 合金的致密化程度较低. 随保温温度升高至 800 °C 及以上时, HIP-3、HIP-4 及 HIP-5 合金中不存在沿原始粉末颗粒边界分布的孔洞, 达到完全致密化.

随保温温度升高, β 相的尺寸、形貌及分布也发生明显的变化. 保温温度低于 800 °C 时, β 相以粒状和短棒状为主. 为保温温度升高至 800 °C 以上, β 相逐渐由短棒状演变为层片状, 尺寸也随保温温度升高而长大, 且分布随保温温度的升高趋于均匀化.

3.2 α/β 相体积分数对力学性能的影响

PREP 工艺制备的 TC4 合金原始粉末主要由 α' -马氏体相和初生 β 相组成, 后续热等静压过程中, 随保温温度的升高, α' -马氏体相分解成为 α 相和 β 相^[13]. α 相(HCP 结构) 保证合金的强度, 而 β 相(BCC 结构) 为合金提供一定的塑性^[14]. 热等静压保温温度达到 800 °C 以上时, 合金完全致密化. 随保温温度的升高, β 相体积分数逐渐增加, 合金的强度虽稍有下降, 但塑性明显提升. 热等静压保温温度升高到 920 °C 时, HIP-5 合金的强度与 ASTM 标准的锻态 TC4 合金强度接近, 塑性则优于 ASTM 标准的铸态 TC4 合金^[15].

4 结论

通过对不同热等静压保温温度下制备的 TC4 合金进行显微组织、力学性能及断口分析, 得到以下主要结论:

1) 热等静压保温温度低于 800 °C 时, 合金中存在大量沿原始粉末颗粒边界分布的孔洞, 合金致密化程度较低; 保温温度高于 800 °C 时, 合金实现完全致密化.

2) 在 660~920 °C 的保温, 随保温温度的升高, 合金中 β 相的体积分数呈增加趋势, β 相的尺寸也随保温温度的升高而长大, 形貌逐渐由 660 °C 时的粒状演变为 920 °C 时的层片状, 且分布随保温温度的升高趋于均匀化.

3) 在 660~920 °C 的保温温度区间, 合金的抗拉强度由 660 °C 时的 752 MPa 快速提高到 800 °C 的 942 MPa, 再缓慢降低到 920 °C 的 920 MPa; 而拉

伸应变量则由 660 °C 时的 4.9% 持续增加到 920 °C 时的 18.1%.

参考文献:

- [1] 杨启云, 吴文恒, 张亮, 等. EIGA 雾化法制备 3D 打印用 Ti6Al4V 合金粉末 [J]. 粉末冶金工业, 2018, 28(3): 8-12.
- [2] 金磊, 祝强, 赵军, 等. 热等静压在钛合金近净成形领域的发展及应用 [J]. 铸造, 2019, 68(8): 885-891.
- [3] BOYER R R. An overview on the use of titanium in the aerospace industry [J]. Materials Science & Engineering A, 2016, 213(22): 103-114.
- [4] 马雷. 钛合金 Ti6Al4V 热等静压部件的成形过程模拟 [D]. 兰州: 兰州理工大学, 2018.
- [5] BOLZONI L, NAVAS E M, GORDO E. Flexural properties, thermal conductivity and electrical resistivity of prealloyed and master alloy addition powder metallurgy Ti-6Al-4V [J]. Material & Design, 2013, 52(12): 888-895.
- [6] 李友生. 硬质合金刀具与 Ti-6Al-4V 钛合金的化学性能匹配研究 [D]. 济南: 山东大学, 2010.
- [7] 俞树荣, 蔡洁琼, 何燕妮, 等. 钛合金在粘着作用影响下微动磨损的微裂特征 [J]. 兰州理工大学学报, 2017, 43(4): 12-15.
- [8] 张义文. 热等静压技术新进展 [J]. 粉末冶金工业, 2009, 19(4): 32-40.
- [9] YU H, LI F, WANG Z, *et al.* Fatigue performances of selective laser melted Ti-6Al-4V alloy: influence of surface finishing, hot isostatic pressing and heat treatments [J]. International Journal of Fatigue, 2019, 120(686): 175-183.
- [10] XU L, GUO R, BAI C, *et al.* Effect of hot isostatic pressing conditions and cooling rate on microstructure and properties of Ti-6Al-4V alloy from atomized powder [J]. Journal of Materials Science & Technology, 2014, 30(64): 1289-1295.
- [11] LI G, QU S, XIE M X, *et al.* Effect of ultrasonic surface rolling at low temperatures on surface layer microstructure and properties of HIP Ti-6Al-4V alloy [J]. Surface and Coatings Technology, 2017, 316(48): 75-84.
- [12] YOUNGMOO, KIM, YOUNG-Beom, *et al.* Microstructure and intermediate-temperature mechanical properties of powder metallurgy Ti-6Al-4V alloy prepared by the prealloyed approach [J]. Journal of Alloys & Compounds, 2015, 68(41): 107-115.
- [13] KIM Y, KIM E P, SONG Y B, *et al.* Microstructure and mechanical properties of hot isostatically pressed Ti-6Al-4V alloy [J]. Journal of Alloys & Compounds, 2014, 603(5): 207-212.
- [14] ZHANG X Y, FANG G, LEE S, *et al.* Effect of subtransus heat treatment on the microstructure and mechanical properties of additively manufactured Ti-6Al-4V alloy [J]. Journal of Alloys & Compounds, 2017, 735(25): 1562-1575.
- [15] DUAN W, YIN Y J, ZHOU J X. Dynamic research on Ti6Al4V powder HIP densification process based on intermittent experiments [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2019, 771(19): 489-495.