

# 粉末冶金 Ti-5Al-2.5Sn ELI 合金显微组织研究

邬 军<sup>1,2</sup>, 徐 磊<sup>1</sup>, 雷家峰<sup>1</sup>, 刘羽寅<sup>1</sup>

(1. 中国科学院金属研究所, 辽宁 沈阳 110016)

(2. 中国工程物理研究院, 四川 绵阳 621900)

**摘 要:** 采用包套热等静压工艺制备了粉末冶金 Ti-5Al-2.5Sn ELI (extra low interstitial) 合金, 研究了热等静压温度、粉末粒度、后续热处理温度对合金显微组织的影响。当热等静压温度在 800 °C 时, 粉末体压坯显微组织保持颗粒形态, 致密度为 99.2%; 当温度在 900~940 °C 时, 显微组织演变为完全致密、细小的等轴晶。在  $\alpha$  相区热等静压温度下, 包套中的 Fe 在基体中的扩散不明显; 在  $\alpha+\beta$ 、 $\beta$  相区温度下, Fe 在  $\beta$  相中向基体快速扩散, 影响合金表面质量。粉末粒度越大, 合金的平均晶粒尺寸越大, 残留孔隙较多。在  $\alpha$  相区热处理, 显微组织仍为细小等轴晶; 当温度升至 1000 °C 时, 出现热致孔隙。

**关键词:** 粉末冶金; 热等静压; Ti-5Al-2.5Sn ELI; 显微组织

中图分类号: TG146.2\*3

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2015)09-2255-05

Ti-5Al-2.5Sn ELI 合金是较早开发的一种单  $\alpha$  型低间隙型合金, 在低温下具有塑性好、缺口敏感性小、疲劳裂纹扩展速率低、热导率低、断裂韧性高等特点。因此, Ti-5Al-2.5Sn ELI 合金常用于制备低温高压工况使用的容器、管道等结构部件, 在航空航天、低温超导领域得到广泛应用<sup>[1,2]</sup>。国内对 Ti-5Al-2.5Sn ELI 制备工艺的研究主要集中在铸造和锻造这 2 种传统方式上<sup>[3-5]</sup>。但铸造合金组织粗大, 易出现偏析、缩孔、疏松等缺陷, 而锻造合金则成本高且较难实现复杂成形, 难以满足当前航天领域对高性能低温钛合金构件的需求。20 世纪 90 年代, 国外开发了先进的粉末冶金钛合金热等静压近净成形技术, 采用该技术制备出形状复杂、组织均匀细小、力学性能优良的钛合金部件<sup>[6]</sup>, 引起了国内对该技术的关注和研究。国内主要有西北有色金属研究院、航天材料及工艺研究所和中科院金属研究所 3 家单位开展了粉末冶金 Ti-5Al-2.5Sn ELI 合金及部件研制的工作。西北有色金属研究院吴引江等人<sup>[7-9]</sup>和航天材料及工艺所李圣刚等人<sup>[10,11]</sup>分别采用等离子旋转电极雾化法制粉, 并通过热等静压工艺成形, 获得了组织致密、综合力学性能较好的合金, 并开展了大尺寸、薄壁粉末冶金钛合金构件净成形技术探索, 但缺乏对粉末冶金 Ti-5Al-2.5Sn ELI 合金显微组织较系统的研究, 也没有关注包套材料与粉末冶金 Ti-5Al-2.5Sn ELI 合金的界

面反应情况。由于 Ti-5Al-2.5Sn ELI 合金的晶粒尺寸和孔隙等组织结构对低温性能有显著影响<sup>[12-14]</sup>, 系统掌握不同制备工艺条件下粉末冶金 Ti-5Al-2.5Sn ELI 合金显微组织的变化, 对于工件的质量控制具有十分重要的意义。

近年来, 本课题组采用无坩埚感应熔炼气体雾化法制粉, 围绕具有薄壁叶片和狭长、半封闭型腔的粉末冶金 Ti-5Al-2.5Sn ELI 旋转工件的制备工艺开展了一系列的研究, 并确立了化学蚀刻去除包套或模芯的工艺路径。在热等静压成形过程中, 包套或模芯材料会向粉末体内部扩散形成界面反应层, 对净成形工件型面的表面质量造成不利影响<sup>[15]</sup>。

本工作较系统地研究了热等静压温度、粉末粒度和后续热处理温度对粉末冶金 Ti-5Al-2.5Sn ELI 合金显微组织的影响及包套材料与基体的界面反应情况, 为热等静压成形制备复杂形状粉末冶金 Ti-5Al-2.5Sn ELI 部件的工艺优化提供科学依据, 具有一定的工程应用价值。

## 1 实 验

采用无坩埚感应熔炼气体雾化法 (EIGA) 制备的洁净 Ti-5Al-2.5Sn ELI 预合金粉末, 筛分选取 3 种不同粒度分布的粉末, 粒度分别为 -60 目 (<246  $\mu\text{m}$ )、-60~+120 目 (120~246  $\mu\text{m}$ ) 和 -200 目 (<74  $\mu\text{m}$ )。-60 目粉末典

收稿日期: 2014-09-13

作者简介: 邬 军, 男, 1986 年生, 硕士, 中国工程物理研究院, 四川 绵阳 621900, 电话: 0816-3626385, E-mail: wujun@alum.imr.ac.cn

型形貌和截面显微组织分别如图 1a 和图 1b 所示,粉末呈球形,部分粉末内部具有空心球特征(箭头所示)。

包套材料采用易化学蚀刻去除的低碳钢,包套型腔尺寸为 $\phi$  30 mm $\times$ 60 mm,壁厚为 3 mm。在偏心振动台上填充和振实粉末,粉末的相对振实密度约为 68%。包套在 400 °C 下抽真空 6~8 h,真空度抽至  $8 \times 10^{-3}$  Pa,再氩弧焊密封。

热等静压采用美国 ABB 公司 QIH-15 型热等静压炉进行,以约 6 °C/min 和 1 MPa/min 的速率从室温和气瓶压力升温升压,温度达到不同的设定值,压力达到 150 MPa,保持 3 h,随炉冷却并快速卸载压力,获得粉末体压坯样品。压坯样品在不同温度下进行真空退火热处理 1.5 h。根据阿基米德原理,测试了粉末体压坯的相对密度。采用蔡司 Axiovert 200MAT 金相显微镜观察热等静压态和热处理态样品的显微组织。采用日本岛津 EPMA-1610 型电子探针微分析仪对粉末体压坯与包套界面反应层的元素进行定量分析。

## 2 结果与讨论

### 2.1 热等静压温度对压坯显微组织的影响

图 2 为-60 目(<246  $\mu$ m)粉末在不同热等静压温度下的压坯显微组织。

热等静压温度为 800 °C 时,粉末体压坯相对密度为 99.2%,存在较多孔隙。大颗粒保持较好球形形态,能清楚地辨别出原始界面和晶粒;而小颗粒则发生严重的变形,颗粒形态被破坏。当热等静压温度在 900 °C 时,粉末体压坯相对密度 $\geq$ 99.5%,显微组织未观察到明显的孔隙,全部由等轴晶构成。在 940、1000 °C 下热等静压成形后,组织与 900 °C 下的组织相似,晶粒没有明显的长大趋势,但晶粒大小变得较为均匀。热等静压温度在 1140 °C 时,超过  $\beta$  转变点约 100 °C,原始  $\beta$  晶粒尺寸为 200~500  $\mu$ m,超过了粉末原始颗粒的大小,形成了典型的魏氏体组织。

粉末在热等静压致密化过程中,首先发生颗粒位移重排,趋于密堆积;然后发生颗粒塑性变形,促进

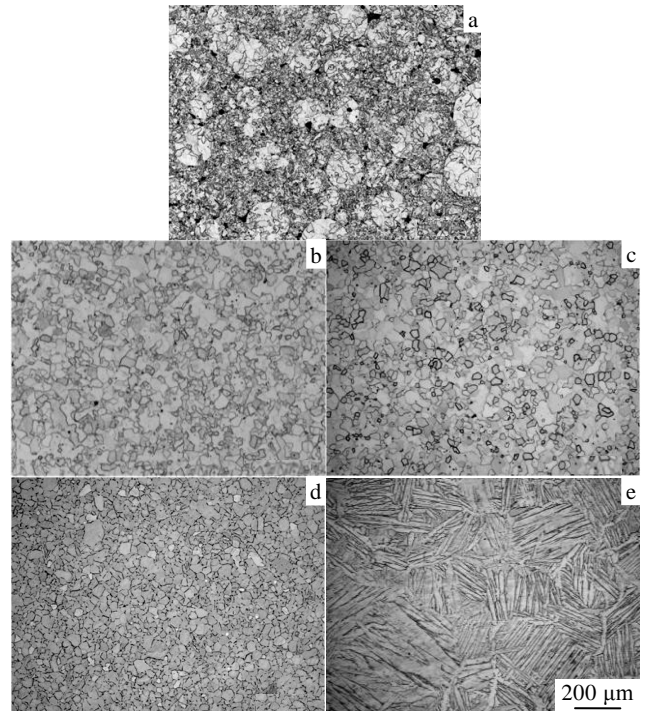


图 2 不同热等静压温度的粉末冶金 Ti-5Al-2.5Sn ELI 的显微组织

Fig.2 Microstructures of Ti-5Al-2.5Sn ELI powder HIPed at the holding temperatures of 800 °C (a), 900 °C (b), 940 °C (c), 1000 °C (d), and 1140 °C (e)

孔隙体积减少;在致密化最后阶段,主要通过空位扩散机制缓慢去除闭孔。在 800 °C 热等静压温度下,小颗粒与大颗粒形态变形差异显著,主要由颗粒变形的“几何效应”<sup>[16,17]</sup>造成的,即相邻两个大小不同的颗粒所承受的应力不同,小颗粒内部应力较大而发生优先变形。而 800 °C 的热等静压温度较低,导致颗粒间界面的扩散粘结进行得不充分,孔隙去除不彻底。通过升高温度,才能进一步有效促进粉末体致密化,使显微组织得到改善。

### 2.2 热等静压温度对包套/粉末体界面组织的影响

图 3 是不同热等静压温度下压坯粉末体与包套界面的成分衬度像。左侧是 Ti-5Al-2.5Sn ELI 粉末体压坯,右侧是低碳钢包套。在热等静压高温高压作用下,存在低碳钢包套材料与粉末体间的扩散反应。900 °C 成形的包套/粉末体压坯仅在界面处形成了 2~5  $\mu$ m 厚的 Al、Sn 富集区,如图 3a 中箭头所示,Al、Sn 含量(质量分数,下同)分别为 10.6% 和 3.8%。合金基体中的 Al、Sn 元素在浓度梯度的驱动下有向界面处快速扩散趋势,未发现 Fe 向钛合金基体明显的扩散。随着温度的升高,1000 °C 成形的包套/粉末体压坯界面处出现了沿钛合金基体等轴晶界分布的连续、网状 Fe

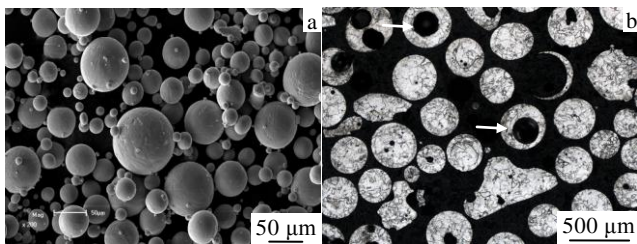


图 1 实验采用的 Ti-5Al-2.5Sn ELI 预合金粉末

Fig.1 SEM image (a) and OM image (b) of Ti-5Al-2.5Sn ELI pre-alloyed powders in this work

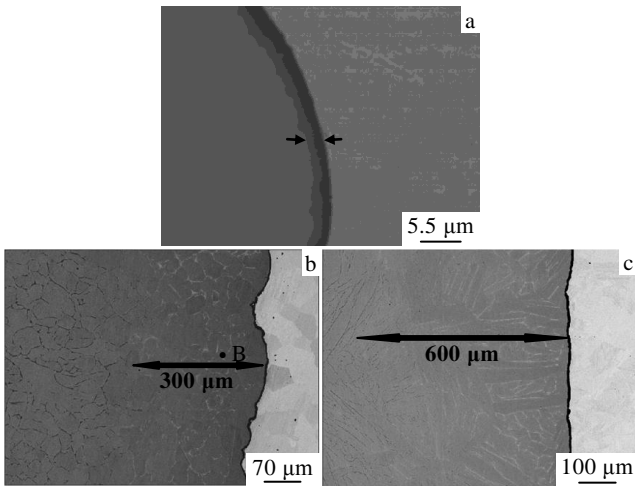


图 3 不同热等静压温度下粉末体压坯与包套的界面扩散反应层

Fig.3 Diffusion layers between the powder compact and container at the HIP temperatures of 900 °C (a), 1000 °C (b), and 1140 °C (c)

的扩散富集区, 即图 3b 中白亮衬度的相(B 点 Fe 含量为 8.3%), Fe 的扩散深度约为 300 μm。1140 °C 时, Fe 元素在钛合金基体中扩散距离达到 600 μm, 主要分布在 α 片层间。

原子在基体中的扩散速率除了与温度、时间有关外, 还与基体的晶体结构密切相关。在体心立方结构 β 相中, 原子的扩散系数比在密排六方结构 α 相中要高出几个数量级。温度较低时, Fe 原子在 α 晶相中的扩散是困难的。当温度升高至 1000 °C 时, α 相在晶界优先生成少量 β 相, 于是 α 等轴晶界成为 Fe 元素快速扩散的通道。在 β 单相区(1140 °C), 由于原子的扩散系数增大, Fe 在原始 β 晶粒中快速扩散, 扩散距离大大增加。在冷却至室温的过程中, 原始 β 晶粒转变成 α 片层组织, 而过饱和的 Fe 则扩散至片层间, 将少量的 β 相稳定下来。钛合金产生富含铁的 β 相, 易成为超低温高周疲劳下的裂纹源<sup>[18]</sup>, 在深冷温度下也可以促使冷脆性产生, 给工件的表面质量和整体性能带来严重危害。在制定工艺参数时, 在保证粉末完全压实的前提下, 热等静压温度的选择, 应充分考虑避免包套/粉末体界面反应层的产生, 并获得细小的等轴晶组织。

2.3 粉末粒度对显微组织的影响

图 4 及图 2c 给出了 3 种不同粒度的粉末在 940 °C 下成形后的压坯显微组织。晶粒尺寸的统计结果如图 5 所示。-200 目(<74 μm)、-60 目(<246 μm)和-60~+120 目(120~246 μm)粉末体压坯平均晶粒尺寸分别为 42、45 和 64 μm, 平均晶粒尺寸随粉末粒度增大而增

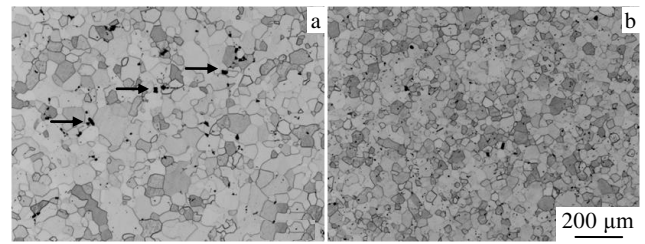


图 4 不同粒度的粉末体压坯的显微组织

Fig.4 Microstructures of powder compacts with particle size of 120~246 μm (a) and <74 μm (b)

大。主要原因是, 粉末粒度越大, 雾化制粉时的冷却速率越小, 原始枝晶组织越粗大; 而且, 随着粉末粒度的增加, 比表面积和表面自由能减小, 减少了热等静压成形过程中再结晶形核质点数量和再结晶驱动力。

图 2c 中-60 目和图 4b 中-200 目的粉末压坯显微组织中几乎没有观察到明显的残留孔隙。而在相同热等静压制度下, 图 4a 中-60~+120 目的粗粉压坯中则出现了较多的孔隙, 如图 4a 中箭头所示。粒度范围较宽的粉末, 有利于粉末体的密堆积, 相邻的大小颗粒分布又可促进塑性协调变形, 所以显微组织的致密性较好。随着粉末粒度增大, 密堆积能力和塑性变形能力变差, 导致热等静压后颗粒界面间隙没有完全闭合。同时, 粗粉中的空心球比例高, 这些空心球内部含有雾化制粉引入的氩气, 在空心球粉末的孔洞收缩时, 内部压力骤升, 也不利于等静压致密化。

2.4 热处理对显微组织的影响

作为单 α 型钛合金, Ti-5Al-2.5Sn ELI 合金不能通过热处理强化。粉末通过热等静压致密化后, 需要对压坯进行退火热处理, 以去除残余应力和氢, 提高材料的性能。

图 6 是 940 °C 成形的粉末体压坯在不同温度下真

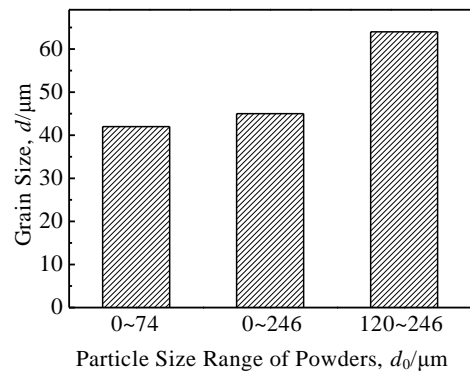


图 5 不同粒度粉末压坯的平均晶粒尺寸

Fig.5 Mean grain size of powder compacts with different particle sizes

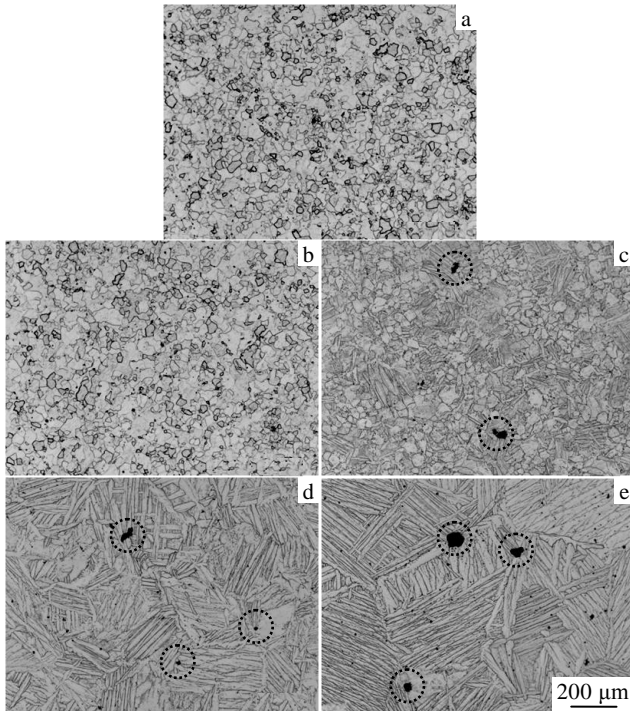


图 6 不同温度热处理后压坯的显微组织

Fig.6 Microstructure of compacts after HT at the temperatures of 800 °C (a), 900 °C (b), 1010 °C (c), 1060 °C (d), and 1280 °C (e)

空热处理的显微组织。在 800、900 °C 热处理后的显微组织与热等静压态组织相似，保持等轴晶形态。1010 °C 热处理进入了  $\alpha+\beta$  两相区，形成双态组织；1060 和 1280 °C 热处理后，为全片层组织，后者的原始  $\beta$  晶粒和片层更加粗大。在 1010 和 1060 °C 热处理后，组织中零星出现形状不规则的孔隙(如圆圈所示)，孔隙尺寸小于 50  $\mu\text{m}$ ；而在 1280 °C 热处理试样中孔隙分布广泛，孔隙尺寸也明显增大，最大约为 80  $\mu\text{m}$ ，形状圆滑。由热处理形成的这种孔隙称为热致孔隙。如前所述，原始 Ti-5Al-2.5Sn ELI 粉末中含有一定量卷入氩气的空心颗粒，氩气在热等静压过程中高度压缩，直至粉末体致密化后几近闭合。在热处理过程中，随着温度的升高，Ti-5Al-2.5Sn ELI 基体的强度降低，而残留的氩气孔隙内压强增大，直至气孔内压强高于基体强度时，气孔开始膨胀；同时，可能伴随发生微孔沿着晶界的聚集、长大。膨胀的气孔在降温过程中原样保留下来，就形成了热致孔隙。

材料中的孔隙结构容易造成应力集中，低温下更加显著。粉末冶金 Ti-6Al-4V 中产生的热致孔洞一旦超过临界尺寸，将会给疲劳寿命造成致命的危害<sup>[19]</sup>。热致孔隙对粉末冶金 Ti-5Al-2.5Sn ELI 低温性能的影响还不清楚，有待深入的研究。但可以明确，应尽量

防止热致孔隙的出现，Ti-5Al-2.5Sn ELI 粉末体压坯的热处理温度以不超过 800 °C 为宜。

### 3 结 论

1) 热等静压温度在 800 °C 时，Ti-5Al-2.5Sn ELI 粉末体压坯的相对密度为 99.2%，原始颗粒形态仍存在；热等静压温度在 900~940 °C 时，获得了完全致密、细小的等轴组织；热等静压温度在  $\beta$  相区 1140 °C 时，获得了致密、较粗大的魏氏体组织。

2) 热等静压温度在  $\alpha$  相区时，包套 Fe 在基体的扩散反应不明显。温度在 1000 °C 时，Fe 沿  $\alpha$  等轴晶界转变的  $\beta$  相发生快速扩散，扩散距离达 300  $\mu\text{m}$ 。温度在  $\beta$  相区 1140 °C 时，Fe 的扩散距离比 1000 °C 时增加了 1 倍。

3) 粉末体压坯的平均晶粒尺寸随着原始粉末粒度的增加而变大。

4) 在  $\alpha$  相区下真空热处理，显微组织仍为细小等轴晶；当热处理温度上升至 1000 °C 时，则出现热致孔隙。

### 参考文献 References

- [1] Welsch G, Boyer R R, Collings E W. *Materials Properties Handbook: Titanium Alloys*[M]. Ohio: ASM, 1994: 287
- [2] Boyer R R. *Materials Science and Engineering*[J], 1996, A213: 103
- [3] Wang Weiqi(王伟琪), Zhou Yali(周娅莉). *Rare Metal(稀有金属)*[J], 1997, 21(S): 188
- [4] Shi Kun(史 昆), Xie Huasheng(谢华生), Zhao Jun(赵 军) et al. *Foundry(铸造)*[J], 2009, 58(7): 659
- [5] Lou Guantao(娄贯涛). *Development and Application of Material(材料开发与应用)*[J], 2010, 25(1): 16
- [6] Zhang Yiwen(张义文). *Powder Metallurgy Industry(粉末冶金工业)*[J], 2009, 19(4): 32
- [7] Wu Yinjiang(吴引江), Lan Tao(兰 涛), Zhou Lian(周 廉) et al. *Acta Metallurgica Sinica(金属学报)*[J], 1999, 35(S): 400
- [8] Wu Yinjiang(吴引江), Lan Tao(兰 涛), Zhou Lian(周 廉) et al. *Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2000, 29(5): 336
- [9] Wu Yinjiang(吴引江), Lan Tao(兰 涛), Zhou Lian(周 廉) et al. *Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2005, 34(S3): 406
- [10] Li Shenggang(李圣刚), Lü Hongjun(吕宏军), Shi Jinliang(史金靛) et al. *Titanium Industry Progress(钛工业进展)*[J], 2011, 28(2): 19
- [11] Li Shenggang(李圣刚), Lü Hongjun(吕宏军), He Shihuan

- (何士桓) *et al. Aerospace Materials and Technology*(宇航材料工艺)[J], 2012(1): 82
- [12] Nagai K, Ishikawa K, Mizoguchi T *et al. Cryogenics*[J], 1986, 26: 19
- [13] Van S R H, Low J R, Shannon J L. *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 1978, 9: 539
- [14] Cheng Wenxiang(程文祥), Xu Lei(徐 磊), Lei Jiafeng(雷家峰) *et al. The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J], 2013, 23(2): 362
- [15] Wu Jun, Xu Lei, Lei Jiafeng *et al. Transactions of Nonferrous Metals Society of China*[J], 2010, 20(S1): 299
- [16] Delo D P, Dutton R E, Semiatin S L. *Scripta Materialia*[J], 1999, 40(10): 1103
- [17] Wu Jun, Xu Lei, Li Hua *et al. Proceedings of the 12th World Conference on Titanium*[C]. Beijing: Science Press, 2011: 754
- [18] Umezawa O, Nagai K, Ishikawa K. *Materials Science and Engineering A*[J], 1990, 129: 217
- [19] Eylon D, Froes F H, Heggler D G *et al. Metallurgical Transactions A*[J], 1983, 14: 2497

## Microstructure of Powder Metallurgical Ti-5Al-2.5Sn ELI Alloy

Wu Jun<sup>1,2</sup>, Xu Lei<sup>1</sup>, Lei Jiafeng<sup>1</sup>, Liu Yuyin<sup>1</sup>

(1. Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, China)

(2. Chinese Academy of Engineering Physics, Mianyang 621900, China)

**Abstract:** Powder metallurgical Ti-5Al-2.5Sn ELI (extra low interstitial) alloy was prepared in a container by hot isostatic pressing (HIP). The effects of HIP temperature, particle size of powders and heat treatment temperature on the microstructure have been investigated. Particle morphology would be observed in the powder compact sample, with its relative density of 99.2% at the holding temperature of 800 °C. Within the temperature ranging from 900 to 940 °C, the microstructure has developed into fully dense and fine equiaxed grains. When the sample is compacted in  $\alpha$  phase region, significant diffusion of Fe can be hardly observed at the boundary of the container and the compact; in  $\alpha+\beta$  or  $\beta$  phase region, fast diffusion of Fe in  $\beta$  phase may do harm to surface quality of the powder compact. The mean grain size and the residual porosity of PM alloy increase with the increase of powders' particle size. There is no obvious change in the microstructure of PM alloy after heat treatment in  $\alpha$  phase region. Temperature induced porosity doesn't appear until the heat treatment temperature rises up to 1000 °C.

**Key words:** powder metallurgy; hot isostatic pressing; Ti-5Al-2.5Sn ELI; microstructure

---

Corresponding author: Lei Jiafeng, Ph. D., Professor, Titanium Alloy Division, Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, P. R. China, Tel: 0086-24-23971958, E-mail: jflel@imr.ac.cn