

热等静压粉末 Ti_2AlNb 合金的制备及电子束焊

吴 杰, 徐 磊, 卢正冠, 卢 斌, 崔玉友, 杨 锐

(中国科学院金属研究所, 辽宁 沈阳 110016)

摘 要: 采用无坩埚感应熔炼超声气体雾化法制备了成分为 $Ti-22Al-24Nb-0.5Mo$ (原子分数, %) 的预合金粉末, 通过包套热等静压工艺制备了粉末 Ti_2AlNb 合金。结果显示, 粉末粒度显著影响粉末 Ti_2AlNb 合金的孔隙分布。对制备的 Ti_2AlNb 合金粉末环坯进行 X 射线探伤。结果显示, 环坯无明显焊接气孔及夹杂缺陷。采用金相显微镜(OM)和扫描电镜(SEM)研究了粉末 Ti_2AlNb 合金电子束焊接头显微组织, 从熔合区到母材的组织为单相组织向双态组织过渡, 熔合区和热影响区显微硬度略高于母材。

关键词: 热等静压; 粉末 Ti_2AlNb 合金; 孔隙; 电子束焊接; 焊接接头

中图分类号: TG249.9

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2017)S1-241-05

传统 Ti 基合金是仅次于 Ni 基高温合金之后使用最为广泛的发动机材料, 相比于 Ni 基或 Fe 基高温合金, Ti 基合金在质量上减轻了 50% 左右。然而经过 50 年的发展, 传统近 α -Ti 合金使用温度能够达到 550~600 °C, 几乎是该类材料耐热性的上限值^[1,2]。 Ti_2AlNb 合金是以具有正交结构 O 相为主要构成相的 Ti-Al 系金属间化合物合金, 由于其在 650~750 °C 具有较好的强度、塑韧性及抗蠕变性能, 有望替代 Ni 基高温合金成为最具潜力的航空发动机材料^[2,3]。

Ti_2AlNb 合金化程度高, 在熔炼过程中易出现宏观成分偏析; 目前制备 Ti_2AlNb 合金构件的主要方法^[4-6]为铸锭热变形+机加工的方法, Ti_2AlNb 合金在凝固过程中易出现缩孔、疏松等铸造缺陷, 室温塑性低且离散度大; 锻造 Ti_2AlNb 合金遗传组织分布不均匀易造成材料性能的离散。近些年来, 随着粉末冶金技术的发展, 通过预合金粉末热等静压工艺制备 Ti-Al 系合金受到越来越多研究机构的关注^[7-10]。采用粉末冶金近净成形工艺能够解决铸造和变形 Ti-Al 系合金宏观成分偏析和微观组织不均匀^[8]等问题, 突破了铸锭尺寸和热变形设备的局限对变形 Ti-Al 系合金形状及尺寸的限制, 可成形大尺寸复杂构件且材料成分、微观组织均匀, 性能一致性好。

在实际应用过程中, 用 Ti_2AlNb 合金制作的航空航天用回转体部件之间存在连接问题。相对于激光焊、氩弧焊、 CO_2 气体保护焊等方法, 电子束焊接方法^[11]因为热输入小、焊接部件变形小、工作效率高、可在真空中焊接等优点, 在一些钛合金的焊接中已得到应用。

本研究采用气体雾化法制备了 Ti_2AlNb 预合金粉末, 并对预合金粉末进行了表征, 探讨了热等静压成形粉末 Ti_2AlNb 合金的粉末粒度选取原则, 通过包套热等静压工艺制备出粉末 Ti_2AlNb 合金环坯, 在电子束焊前进行了 X 射线探伤。测试了粉末 Ti_2AlNb 合金环坯电子束焊接头的硬度分布, 观察了焊接接头的显微组织, 获得的实验结果为粉末 Ti_2AlNb 合金的应用提供了必需的实验数据和参考。

1 实验

采用无坩埚感应熔炼超声气体雾化法(electrode induction melting gas atomization, EIGA)制备了 $Ti-22Al-24Nb-0.5Mo$ 预合金粉末。采用 Mastersizer 2000 型激光粒度仪测试了粉末的粒度分布。采用 EPMA-1610 型电子探针微分析仪将不同粒径的 Ti_2AlNb 预合金粉末沿着粉末截面进行 EPMA 定量面扫分析 (Al 与 Nb)。粉末合金的制备方法为: 在大气环境中将 Ti_2AlNb 预合金粉末装入圆柱形低碳钢包套内, 经过振实、真空除气和封焊等过程得到热等静压坯料^[12], 热等静压致密化成形在 QIH-21 型热等静压炉中进行。利用 S-3400N 型扫描电镜和 OLS4000 型激光共聚焦显微镜观察致密化后的 Ti_2AlNb 粉末压坯的显微组织。利用 AMH43 型全自动显微硬度计测试了粉末 Ti_2AlNb 合金环坯电子束焊接头硬度分布。

2 结果与讨论

2.1 预合金粉末的表征

收稿日期: 2016-12-06

作者简介: 吴 杰, 男, 1988 年生, 博士, 助理研究员, 中国科学院金属研究所, 辽宁 沈阳 110016, 电话: 024-83978843, E-mail: jwu10s@imr.ac.cn

表 1 给出了 Ti-22Al-24Nb-0.5Mo 预合金粉末和粉末坯料的化学成分和气体含量。可以看出, 预合金粉末的化学成分与粉末坯料大致相符, 间隙元素含量均处于较低水平, 表明制粉过程及粉末合金制备过程洁净。

图 1 为 Ti-22Al-24Nb-0.5Mo 预合金粉末的表面形貌照片。从图 1 中可以看出, 预合金粉末主要呈球形, 表面存在发达的胞晶, 具有比变形 Ti₂AlNb 合金低几个数量级的晶粒尺寸, 一般为 1~5 μm。粉末的形貌呈现出典型的快速凝固粉末的组织特征^[7]。

Ti₂AlNb 合金化程度高, Al 和 Nb 含量均超过 20% (原子分数), 在粉末气体雾化过程中可能会出现成分偏析, 分析预合金粉末化学成分均匀性十分必要。图 2 给出了粒径分别为 250 和 50 μm 的 Ti₂AlNb 预合金粉末颗粒的 EPMA 面扫描图。由图 2 可以看出不同粒径的粉末均存在着 Al 与 Nb 的偏析(如图 2 中衬度差异); 相对于小颗粒粉末, 大颗粒粉末中的偏析更为严重, 这是由于颗粒尺寸越大凝固速率越小。相对于铸造及锻造工艺途径发生的宏观偏析^[8], 采用粉末热等静压致密化成形更加容易获得晶粒细小、组织与成分均匀的 Ti₂AlNb 合金。

2.2 热等静压成形粉末 Ti₂AlNb 合金的粉末粒度选取原则

图 3a 是 Ti₂AlNb 合金空心粉末的横截面的光学显微镜照片。空心粉末形成的原因主要是在雾化^[13]时, 熔滴在球化过程中包覆 Ar 气所致, 这些闭合的空心粉

表 1 Ti-22Al-24Nb-0.5Mo 预合金粉末及粉末坯料的化学成分和气体含量

Table 1 Chemical composition and gas contents of Ti₂AlNb pre-alloyed powder and compacts(ω/%)

| Material | Al | Nb | Mo | O | N | H |
|----------|------|------|------|-------|--------|--------|
| Powder | 10.4 | 41.4 | 0.90 | 0.078 | 0.0060 | 0.0025 |
| Compacts | 10.2 | 40.8 | 0.90 | 0.084 | 0.0170 | 0.0010 |

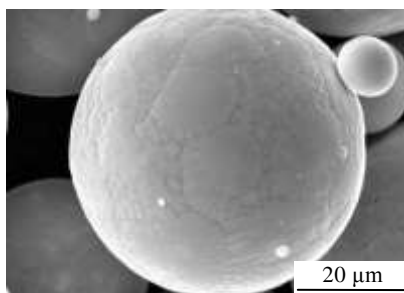


图 1 Ti₂AlNb 预合金粉末颗粒表面形貌

Fig.1 Typical morphology of Ti₂AlNb pre-alloyed powders

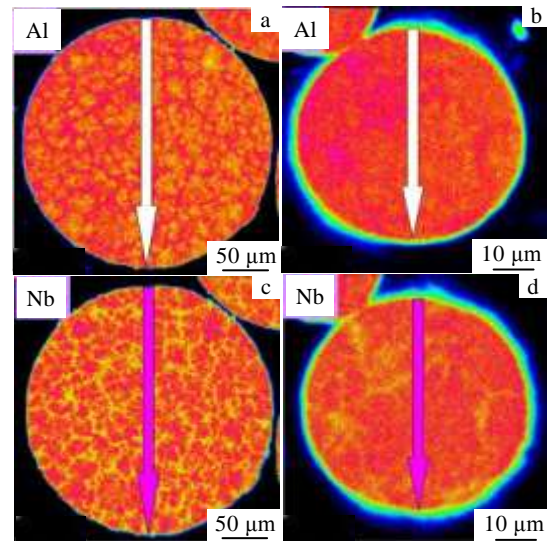


图 2 粒径分别为 250 和 50 μm 的 Ti₂AlNb 预合金粉末 Al 和 Nb 的 EPMA 面扫描图

Fig.2 Cross section EPMA scanning of Ti₂AlNb pre-alloyed powder: (a) Al EPMA scanning in diameter 250 μm, (b) Al EPMA scanning in diameter 50 μm, (c) Nb EPMA scanning in diameter 250 μm, and (d) Nb EPMA scanning in diameter 50 μm

末在热等静压致密化过程中不能完全消除。在后续的热处理过程中, 当温度超过原来热等静压温度的情况下, 所包覆的 Ar 气会体积膨胀, 从而在致密化的 Ti₂AlNb 合金中引入热致孔洞缺陷, 对材料的力学性能产生不利影响。对不同粒度区间的 Ti₂AlNb 预合金粉末的空心粉所占比例进行统计, 其结果如图 3b 所示。随着粉末粒度增大, 空心率也随之增加。在 180~250 μm 的预合金粉末粒度范围内粉末空心率超过 8%。氧在钛合金粉末表面会形成一层坚硬的 α₂ 层^[14,15] 从而恶化粉末钛合金的综合力学性能, 因此在粉末钛合金构件的制备过程中要严格控制氧含量。图 3c 给出了预合金粉末及粉末压坯中氧含量随粒度的变化图。从图 3c 可以看出, 粉末粒度越粗, 表面吸附的氧含量越少, 也越易在真空脱气预处理中进行去除。综合图 3 的分析结果, 从粉末空心粉占比与氧含量方面考察粉末粒度的选取原则: 选择全粒度的预合金粉末。

由于制备工艺(粉末表面吸附的气体 and 粉末/包套体内部残留的气体无法彻底通过真空除气工艺去除)和氩气雾化形成的空心粉末的影响, 以及包套对粉末压坯的屏蔽效应会影响粉末的充分致密化(shielding effect^[16,17]), 因而粉末合金中难以彻底消除孔隙缺陷, 分析孔隙对粉末合金冶金质量的影响意义重大。热等

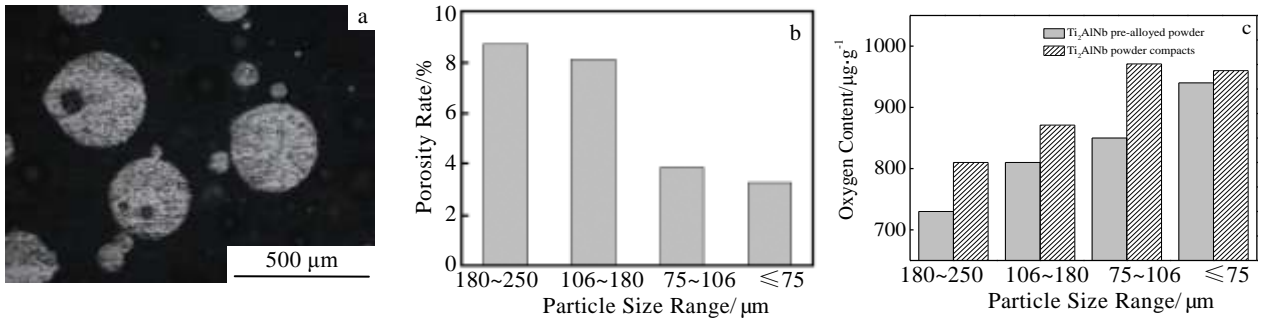


图3 Ti₂AlNb 预合金粉末空心粉的形貌及粉末粒度与空心粉率与氧含量的关系

Fig.3 Morphology of the hollow powder in the Ti₂AlNb pre-alloyed powder (optical micrograph)(a); the relationship of porosity (b), and oxygen content (c) with particle size range

静压工艺参数选择不当会放大屏蔽效应，容易形成孔隙，进而恶化合金的性能。程文祥等人^[16]通过大量的实验研究发现，热等静压工艺参数(温度 *T*、压力 *P*、时间 *t*)中，温度 *T* 对粉末钛合金材料的组织与性能影响最为显著，因此分析了热等静压温度对粉末 Ti₂AlNb 合金致密化程度的影响。结合 Ti₂AlNb 合金相图和典型热机械变形温度在 α₂+B2 两相区选取的热等静压温度是 980 °C，在 α₂+B2+O 三相区选取的热等静压温度分别 1010 和 1030 °C。采用 X-ray Micro Computed Tomography (Micro-CT) 测试粉末合金内部的孔隙分布^[18,19]，图 4 给出了不同热等静压温度下的粉末 Ti₂AlNb 合金内部孔洞大小及分布。从图 4 可以看出：经过 1030 °C/140 MPa/3 h 热等静压后粉末压孔隙缺陷的尺寸及数量显著减少，而且经过 1030 °C/140 MPa/3 h 热等静压的粉末压坯，其原始颗粒边界基本消除，粉末颗粒之间完全熔合，本实验条件下优选 1030 °C 作为热等静压温度。

2.3 粉末 Ti₂AlNb 合金环坯的冶金质量

在大气环境中将 Ti₂AlNb 预合金粉末装入圆柱形低碳钢包套内，经过振实、真空除气和封焊等过程得

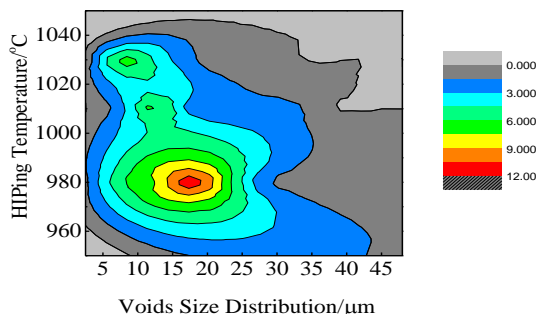


图4 热等静压温度对粉末 Ti₂AlNb 合金孔隙的影响

Fig.4 Porosity distribution of PM Ti₂AlNb alloy under different HIP circles

到热等静压坯料，热等静压致密化成型在 QIH-21 型热等静压炉中进行，热等静压制度为 1030 °C/140 MPa/3 h。将热等静压后的粉末压坯进行机械加工或者酸洗的方法去除包套，得到的粉末 Ti₂AlNb 合金环坯如图 5a 所示，环坯在电子束焊接前进行了 980 °C/2 h/air cooling+900 °C/24 h/air cooling 的热处理。采用 X 射线对粉末 Ti₂AlNb 合金环坯进行 X 射线探伤分析其结果如图 5b 所示。从图 5b 可见，采用粉末热等静压成形+固溶时效热处理的粉末 Ti₂AlNb 合金环坯无明显夹杂、气孔等焊接缺陷。

2.4 粉末 Ti₂AlNb 合金环坯电子束焊接头力学性能

采用线切割切取热等静压+固溶时效态 Ti₂AlNb 合金环坯电子束焊缝横截面进行组织观察和显微硬度测试，图 6a 给出了粉末 Ti₂AlNb 合金环坯电子束焊接头宏观组织照片，包括哑铃形熔合区(FZ)，热影响区

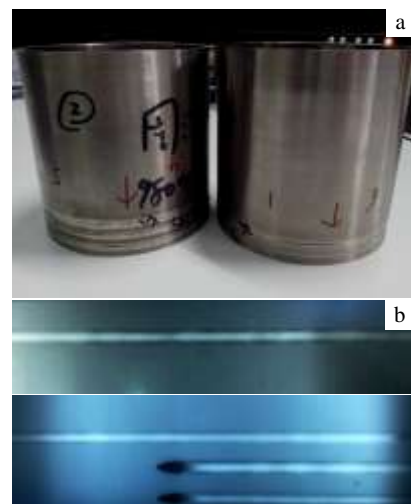


图5 粉末 Ti₂AlNb 合金环坯及其 X 射线探伤

Fig.5 PM Ti₂AlNb rings (a) and X-ray detection of welded PM Ti₂AlNb rings (b)

(HAZ)和母材区(BM)。熔合区平均宽度约为2 mm, 由粗大的柱状晶组成, 柱状晶平均厚度约为100 μm。由于电子束焊接热输入高(>506 kJ m⁻¹), 焊缝金属冷速极快, B2相来不及转变成O相与α₂相^[17-19], 因此熔合区主要由B2相组成; 热影响区平均宽度约为1 mm。由此可见, 粉末Ti₂AlNb合金环坯电子束焊接头热影响区窄。图6b给出了粉末Ti₂AlNb合金环坯电子束焊接头显微硬度分布。可以看出, 母材的硬度略高于熔合区和热影响区, 母材、热影响区和熔合区的平均硬度分别为3100、3250和3190 MPa。熔合区和热影响区的硬度略微高于母材区^[20], 因为焊态时, 焊接接头中存在较多位错和位错墙。熔合区为单一B2相组织且晶粒尺寸粗大, 热影响区为多相组织且晶粒尺寸小于熔合区, 这使得热影响区是焊接接头中硬度最高的区域。

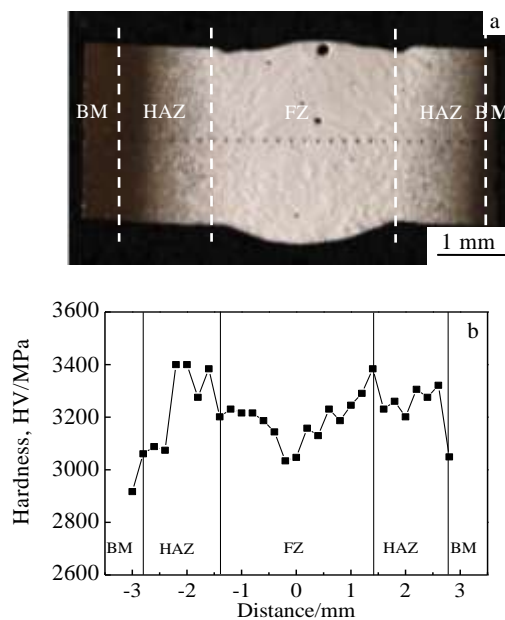


图 6 粉末 Ti₂AlNb 合金环坯电子束焊接头宏观组织及粉末 Ti₂AlNb 合金环坯电子束焊接头显微硬度

Fig.6 Macrostructure (a) and microhardness (b) of the PM Ti₂AlNb welded joint

3 结 论

- 1) 从粉末空心粉占比与氧含量方面考察粉末粒度的选取原则: 选择全粒度的预合金粉末。
- 2) 热等静压温度显著影响粉末 Ti₂AlNb 合金孔隙缺陷尺寸及数量分布: 选择 1030 °C 作为热等静压温度。
- 3) 粉末 Ti₂AlNb 合金可焊性好, 焊接接头未见气孔与夹杂等焊接缺陷, 热影响区和熔合区显微硬度比母材略高。

参考文献 References

- [1] Li Shaoqiang(李少强). *The Preparation and Microstructure Research of Rapidly Solidified Powder Metallurgy Ti-60 Alloy* (快速凝固粉末冶金Ti-60钛合金的制备及显微组织研究)[D]. Shenyang: Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, 2010
- [2] Wang Yong(王永). *The Study on Alloying, Hot Deformation Behaviors and Mechanical Properties of Ti₂AlNb Based Alloys* (Ti₂AlNb 基合金的合金化、热加工及力学性能研究)[D]. Shenyang: Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, 2012
- [3] Banerjee D, Gogia A K, Nandi T K *et al. Acta Metallurgica* [J], 1988, 36(4): 871
- [4] Feng Aihan(冯艾寒), Li Bobo(李渤渤), Shen Jun(沈军). *Journal of Materials and Metallurgy*(材料与冶金学报)[J], 2011, 10(1): 30
- [5] Zhang Jianwei(张建伟), Li Shiqiong(李世琼), Liang Xiaobo(梁晓波) *et al. The Chinese Journal of Nonferrous Metals* (中国有色金属学报) [J], 2010, 20(S1): 336
- [6] Liu Yong(刘咏), Tang Huiping(汤惠萍). *Powder Metallurgical Titanium Base Structural Material*(粉末冶金钛基结构材料)[M]. Changsha: Central South University Press, 2010: 296
- [7] Wu Jie(吴杰), Xu Lei(徐磊) Lu Bin(卢斌) *et al. Chinese Journal of Materials Research*(材料研究学报)[J], 2014, 28(5): 387
- [8] Wu J, Xu L, Lu Z G *et al. Journal of Materials Science & Technology*[J], 2015, 31(12): 1251
- [9] Fritz Appel Jonathan, David Heaton Paul, Michael Oehring. *Gamma Titanium Aluminide Alloys Science and Technology* [C]. Germany: Wiley-VCH Verlag & Co. KGaA, 2011
- [10] Lu Zhengguan(卢正冠), Wu Jie(吴杰), Xu Lei(徐磊) *et al. Chinese Journal of Materials Research*(材料研究学报)[J], 2015, 29(6): 445
- [11] Chen Zhiyong(陈志勇), Wang Qingjiang(王青江), Liu Jianrong(刘建荣) *et al. Acta Metallurgica Sinica* (金属学报)[J], 2008, 44(3): 263
- [12] Cheng Wenxiang(程文祥). *Investigation on Densification Behavior and Finite Element Modeling of Ti-5Al-2.5Sn ELI Pre-Alloyed Powders During HIPing* (Ti-5Al-2.5Sn ELI 预合金粉末热等静压致密化行为与有限元模拟研究)[D]. Shenyang: Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, 2013
- [13] Wang Gang(王刚). *An Investigation of the Fabrication And High Temperature Deformation Behavior of P/M TiAl*

- Alloys*(粉末冶金 TiAl 合金制备及高温变形行为研究)[D]. Shenyang: Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, 2011
- [14] Xu Lei, Bai Chunguang, Liu Dong *et al.* *Structural Aluminides for Elevated Temperatures*[C]. Warrendale, PA: TMS, 2008
- [15] Xu L, Guo R P, Bai C G *et al.* *Journal of Materials Science Technology*[J], 2014, 30(12): 1289
- [16] 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
- [17] Lee Y T, Schurmann H, Grundhoff K J *et al.* *Powder Metallurgy International*[J], 1990, 22(1): 11
- [18] Wang Shaogang(王绍钢), Wang Sucheng(王苏程), Zhang Lei(张磊). *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2013, 49(8): 897
- [19] Jiang H, Zhang K, Garcia-Pastor F A *et al.* *Materials Science and Technology*[J], 2011, 27(8): 1241
- [20] Wu Chongchong(吴冲冲). *Study on Microstructure and Mechanical Properties of Electron Beam Welding Joint of Ti₂AlNb Alloy*(Ti₂AlNb基合金电子束焊接接头显微组织与力学性能研究)[D]. Shenyang: Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, 2014
- [17] Lee Y T, Schurmann H, Grundhoff K J *et al.* *Powder*

Preparation and Electron Beam Welding of HIP Powder Metallurgy Ti-22Al-24Nb-0.5Mo Alloys

Wu Jie, Xu Lei, Lu Zhengguan, Lu Bin, Cui Yuyou, Yang Rui

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

Abstract: A Ti-22Al-24Nb-0.5Mo (at%) pre-alloyed powder was produced by gas atomization, and then fully dense powder metallurgy (PM) Ti₂AlNb alloy was fabricated by a hot isostatic pressing (HIPing) route. powder size distribution obviously affects the porosity distribution of PM Ti₂AlNb alloys. The weld porosity and inclusion are not found in the as-HIPed+HT Ti₂AlNb rings to be electron beam welded according to the X-ray radiographic inspection. The microstructure of as-HIPed+HT Ti₂AlNb compacts was characterized by optical microscopy (OM), scanning electron microscopy (SEM), and X-ray diffraction (XRD). From the fusion zone to the parent material, the microstructures change from the single phase (B2) to duplex (α_2 +B2+O phase). The microhardness of fusion zone and heat affected zone is higher than that of parent material.

Key words: hot isostatic pressing; powder metallurgy Ti₂AlNb alloy; porosity; electron beam welding; welding joint

Corresponding author: Xu Lei, Ph. D., Professor, Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, P. R. China, Tel: 0086-24-83978843, E-mail: lxu@imr.ac.cn