

连续胞状结构强化 Ta-W-Hf 合金的压缩变形

张小明, 胡忠武, 田 锋, 殷 涛

(西北有色金属研究院, 陕西 西安 710016)

摘 要: 采用粉末冶金法制备了具有连续胞状强化结构的致密 Ta-W-Hf 合金材料, 通过压缩试验研究了这种高强度材料的塑性变形特征, 以了解其进一步变形加工的可能性。结果表明, 连续胞状结构强化 Ta-W-Hf 材料与传统熔炼加工材的压缩变形特征没有大的区别, 各试样均可承受 50% 以上的冷压缩变形, 而无宏观裂纹产生。试样的硬度随着压缩变形量的增加而增大, 但高温退火试样的硬度增量远大于热等静压试样, 故其具有更大的形变强化容量。

关键词: 胞状结构; 强化; Ta-W-Hf 合金; 压缩变形

中图分类号: TG146.4⁺16; TG115.5⁺3

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2009)08-1418-04

作为 bcc 晶体结构的金属, Ta 及 Ta 合金的形变特征受到杂质元素含量、合金元素种类、晶体结构的本征特性、变形温度、应变速率等诸多因素的影响, 其强度和塑性亦因此而改变^[1]。一般情况下, 合金成分、杂质元素含量、变形和热处理条件一旦确定, 则该合金材料的性能便被限定。材料的塑性性能、破裂机制及其变形行为在很大程度上确定了材料适用的加工方式^[2]。笔者在前期的研究工作中制备了一种连续胞状结构强化的粉末冶金 Ta-W-Hf 合金, 可将材料强度提高 1 倍以上, 同时仍保持足够的塑性^[3-6]。但粉末冶金制备的材料在使用中还有一定的局限性, 有时需要经过各种压力加工方法使其成为合适的形状或调整其使用性能。为了充分认识这种材料的塑性性能, 了解其进一步变形加工的可能性, 本实验对其压缩变形特征进行初步的研究。

1 实 验

实验原料为把电子束熔炼铸锭经氢化脱氢法制备的 Ta-9.2W-0.5Hf 合金粉末。粒度小于 100 μm。粉末成形前经过表面增氧处理。先将 Ta-W-Hf 合金粉末冷等静压 (CIP) 成形, 再将成形的坯料真空封装在纯 Ta 包套中热等静压 (HIP) 致密化, 热等静压温度为 1300 和 1500 °C。由此获得了致密的连续胞状结构强化的 Ta-9.2W-0.5Hf 合金材料。热等静压坯料再于 2200 °C 下高温退火, 共得到 4 种不同工艺处理的试样: 1300 °C HIP (记为 HIP1300, 下同); 1500 °C HIP (HIP1500);

1300 °C HIP+2200 °C 退火 (HIP1300/2200); 1500 °C HIP+2200 °C 退火 (HIP1500/2200)。

将试样切割加工成 φ8 mm 的短圆柱压缩试样 (H/D=1.5), 在 MTS810 材料试验机上进行压缩试验。压缩分为 2 阶段, 第 1 阶段压缩率约为 20%, 第 2 阶段最大压缩变形率约为 57%。每次压缩前在试样和砧块表面涂敷耐高压润滑脂, 以减少端面摩擦对试验的影响。对原始试样和每阶段压缩后的试样在其压缩平面上测量硬度值, 并观察表面裂纹情况。然后再将最终压缩试样沿中轴线切开, 测量其在压缩断面上的硬度分布状态。用 Olympus PMG3 光学金相显微镜和 JSM-6460 扫描电子显微镜观察材料的宏观和微观组织。

2 结果与讨论

2.1 材料的压缩变形组织

图 1 为 4 种不同工艺处理试样的中心部位在相同压缩变形 (57%) 后的显微组织。由图可见, 热等静压试样与热等静压后高温退火处理试样的组织明显不同。只经过热等静压处理的试样 HIP1300 和 HIP1500, 其组织可清楚地分辨出各个晶粒的形状, 均呈长条形, 基本保持了未变形晶粒的多边形形态。这表明热等静压试样的硬质晶界在压缩过程中未产生明显的剪切变形, 晶界未受到大的破坏, 胞状结构仍然存在, 各个晶粒的变形有较强的独立性。而热等静压后又经过高温退火处理的试样 HIP1300/2200 和 HIP1500/2200, 则

收到初稿日期: 2008-07-31; 收到修改稿日期: 2009-06-05

基金项目: 国家自然科学基金 (50871091)

作者简介: 张小明, 男, 1957 年生, 教授级高级工程师, 西北有色金属研究院新材料研究所, 陕西 西安 710016, 电话: 029-86231082, E-mail: x.m.zhang@163.com

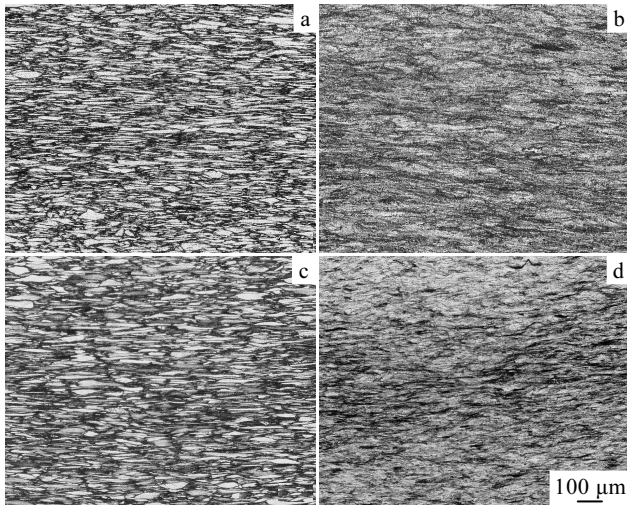


图 1 不同工艺处理试样压缩变形 57%后中心处的显微组织
Fig.1 Microstructures of centers of samples treated by different processes after compression of 57%: (a) HIP1300, (b) HIP1300/2200, (c) HIP1500, and (d) HIP1500/2200

呈现出明显的加工流线，晶界比较模糊，较难分辨出不同的晶粒，晶界和晶内看不出明显的差别，变形组织形态接近于常规的钽合金。由此可推断，高温退火处理使材料产生了均匀化过程，由于元素的热扩散，热等静压形成的胞状强化结构被大大削弱，导致晶界和晶内的组织差异变小，组织趋向于均匀固溶体合金。

2.2 压缩变形与材料硬化

根据对钽基合金电子束熔炼铸锭及再结晶材料的硬度测量数据和固溶硬化模型，文献[7]给出了计算钽基合金维氏硬度的经验表达式：

$$HV=10 \times (76.0+14.5C_W+14.3C_{Hf}) \quad (MPa) \quad (1)$$

式中， C_W 为合金元素 W 的含量， C_{Hf} 为合金元素 Hf 的含量。将本研究的合金成分代入上式，计算出合金的硬度应为 2170 MPa，而实测熔炼加工态试样的硬度值为 2380 MPa，计算值与实测值差别不大 (<10%)。但是此计算值却比本研究中粉末冶金材料的实测值小得多（见表 1）。各试样在未变形状态下的硬度实测值分别为计算值的 1.9、1.3、1.6 和 1.2 倍。热处理后，实测值与计算值的差别减小，但仍比熔炼加工态试样

的差别大得多。因此，上式虽可用于估算熔炼法制备的均匀固溶体 Ta 合金的硬度值，但是完全不适用于连续胞状结构强化的 Ta-W-Hf 材料的硬度估算。

材料制备过程的热履历对材料硬度的变化影响很大：不同热等静压状态差别较大，高温退火后差别减小；较低温度热等静压在高温退火前后差别大，高温热等静压的退火前后差别小；热等静压温度低的硬度高，热等静压温度高的硬度则低。另外，材料变形前的硬度越高，其压缩变形后的硬度增量就越小。如 HIP1300 就比 HIP1500 硬度增量小，即使在 2200 °C 退火后仍保持了这种趋势。考虑到间隙元素氧对钽合金的影响，材料硬度的提高有部分是氧含量增加所致[8,9]，而更多的是由于材料的强化方式改变所造成的。本研究中 4 种试样的氧含量基本相同，均为 0.14%~0.15%^[4]，但因制备工艺参数的不同，造成氧元素不均匀分布的程度不一样，胞状强化结构也有所不同，从而使几种试样的硬度值呈现出较大的差异。从表 1 中可看出，后 3 种试样在压缩变形开始阶段的硬度增加值均高于变形后期，这与变形量的增大使连续的胞状强化结构被破坏有关。而 HIP1300 试样 20%压缩后硬度不升反降，也与此相关，这些都应当进一步深入研究。再者，压缩变形后各试样硬度增量的变化与拉伸伸长率的变化有相同的趋势，因此通过测量压缩变形前后硬度值的变化不仅可以了解材料的强度变化，还可以得知材料的塑性变化情况。当材料的硬度增量变小时，其塑性也接近变形极限。

在文献[9]的研究中，替代式固溶体强化钽合金的冷变形能力的 HV 极限值为 2650 MPa，超过这一值时，冷变形的断裂都是脆性的。且当材料硬度值为 2650 MPa 时，其拉伸延伸率仅有 10%左右。但由表 1 中的 HV 硬度和拉伸伸长率的结果看，胞状结构强化材料的硬度值显然超过了这一极限值，且延伸率也大大超过 10%。1500 °C 热等静压试样的延伸率可以达到 18%，高温退火后甚至达到了 28%。由此来看，文献[9]的研究结论不能用来评价本研究制备的粉末冶金胞状结构强化材料。其根本原因在于，两个研究中试验材料的显微结构和强化方式不同。文献[9]研究的是

表 1 压缩变形试样的 HV 硬度值 (MPa) 与拉伸伸长率 (%)
Table 1 HV hardness (MPa) and tensile elongation (%) of compression deformation sample

Sample state	HIP1300	HIP1300/2200	HIP1500	HIP1500/2200
Undeformed	4100	2810	3480	2580
20% compression deformation	3940	3250	3860	3360
Hardness increment after 20% compression	-160	440	380	780
57% compression deformation	4250	3540	3980	3490
Total hardness increment	150	730	500	910
Tensile elongation/%	4.6	25	18	28

均匀固溶体合金，溶质元素和杂质元素的分布状态是均匀的，材料的硬度和塑性在晶内和晶界基本一致。而本研究的材料是具有显微胞状结构的微观非均匀材料，晶粒内部和晶界上的间隙杂质元素氧的含量不同，由此造成了晶粒内和晶界硬度、塑性的明显不同，硬度高的晶界构成了空间连续分布的隐性壳状强化结构，而晶内则为塑性较好的软基体^[4,5]。这就使本研究的材料不仅具有较高的宏观硬度，而且有良好的塑韧性。

2.3 压缩变形特点

一般而言，圆柱体的压缩变形分为 3 个不同的区域，即难变形区、强烈变形区和圆周自由变形区。难变

形区内晶粒组织变化不大，强烈变形区晶粒组织变化最大，而自由变形区内的晶粒略有拉长。图 2 为 HIP1500 试样在压缩变形 57%后不同部位的变形显微组织。在强烈变形区的中心部位和角部以及自由变形区内，变形后的晶粒都只是拉长而已，晶界仍然非常明显，晶粒形状分明。尽管这 3 个部位的变形方式不一样，但外表和内部剖切面均未发现裂纹的存在。经历高温退火后的试样压缩后，除了晶界变得模糊、呈现出明显的加工流线组织外，也无任何裂纹存在。这表明，胞状结构强化的 TaWHf 材料不仅可以承受较大的压缩变形，而且可以承受强烈的剪切变形。

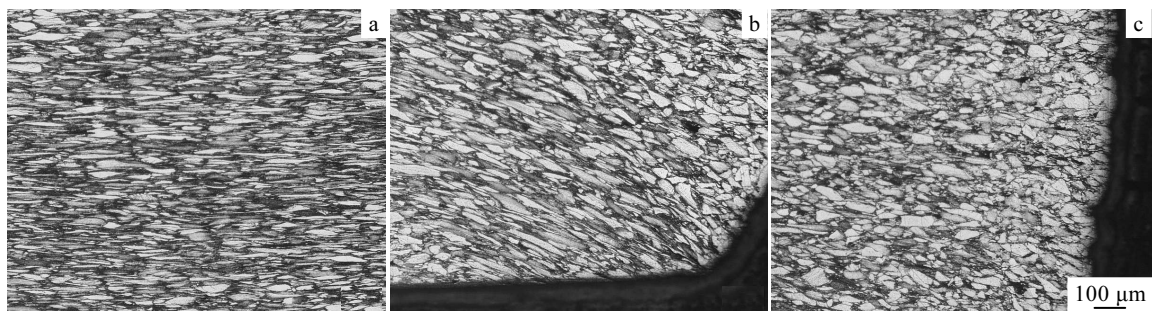


图 2 HIP1500 试样压缩变形 57%后不同部位的变形显微组织

Fig.2 Deformation microstructures at different areas of HIP1500 sample after compression of 57%: (a) center compress area, (b) intense shear area, and (c) free deformation area

即使是拉伸伸长率很低的 HIP1300 试样，在压缩到 47%时也未发现表面有任何裂纹存在，但在压缩率为 57%的试样侧表面出现了较大的与压缩轴线呈 45°方向的剪切裂纹（图 3）。这表明这种状态的材料也可以承受一定程度的以压应力为主的压缩、挤压和轧制变形加工，但加工量不宜过大。

图 4 是压缩率为 57%的各个试样沿中轴线切开后，不同变形区的硬度变化趋势。经过了压缩变形后，其内部不同变形区域的硬度有一定的差别，但无论哪种试样，其 3 个变形区的硬度差却基本保持一致。但不同试样与其初始硬度的差别却比较大，总的来说，

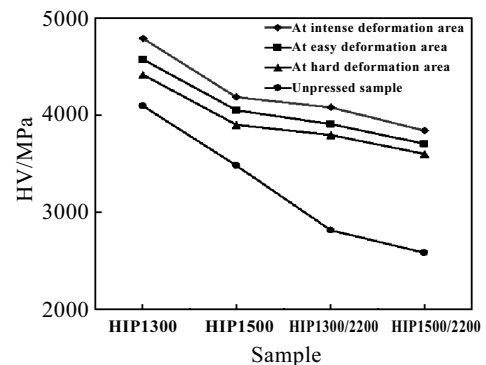


图 4 4 种状态试样不同变形区的 HV 硬度

Fig.4 HV hardness at different deformation areas of four samples

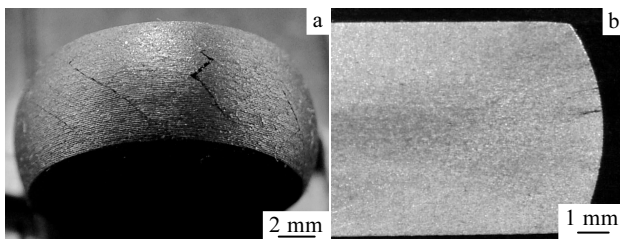


图 3 HIP1300 试样的压缩剪切裂纹

Fig.3 Compression shear crack of HIP1300 sample: (a) macrograph and (b) cross-section

热等静压后又经高温退火试样的硬度增量较大。

依据图 4，可以选择、设计材料的力学性能和加工制备工艺，以生产符合实际需求的材料。

3 结 论

1) 连续胞状结构强化 Ta-W-Hf 材料的压缩变形特征与传统熔炼加工材的基本一致。

2) 材料在热等静压状态和退火状态均可以进行较大变形量的压缩变形加工。

3) 各试样的硬度都随着压缩变形量的增加而增大, 变形越大, 硬度增量越大。高温退火试样的硬度增量远大于热等静压试样, 故其具有更大的形变强化容量。

参考文献 References

- [1] Zhang Tingjie(张廷杰), Zhang Deyao(张德尧), Ding Xu(丁旭). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 1997, 26(2): 12
- [2] American Society for Metals. *Metals Handbook*(金属手册)[M]. Beijing: Machine Industry Press, 1994: 473
- [3] Zhang Xiaoming, Zhang Tingjie, Hu Zhongwu *et al.* 16th *International Plansee Seminar Proceedings Vol1*[C]. Tyrol: Plansee Holding AG, 2005: 776
- [4] Zhang Xiaoming(张小明), Zhang Tingjie(张廷杰), Hu Zhongwu(胡忠武) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2006, 35(8): 1243
- [5] Zhang Xiaoming(张小明), Hu Zhongwu(胡忠武), Liu Jingyan(刘竞艳) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2007, 36(12): 2156
- [6] Zhang Xiaoming(张小明), Hu Zhongwu(胡忠武), Tian Feng(田锋) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2007, 36(S3): 374
- [7] Gypen L A *et al.* *Metall Trans A*[J], 1982, 13A: 1015
- [8] Lou Yanxiong(娄燕雄), Liu Guicai(刘贵材). *Proceedings of Tantalum and Niobium*(钽铌译文集)[M]. Changsha: Central South University of Technology Press, 1987: 134
- [9] Lou Yanxiong(娄燕雄), Liu Guicai(刘贵材). *Proceedings of Tantalum and Niobium*(钽铌译文集)[M]. Changsha: Central South University of Technology Press, 1987: 51

Compress Deformation of Ta-W-Hf Alloy Strengthened by Continuous Cellular Structure

Zhang Xiaoming, Hu Zhongwu, Tian Feng, Yin Tao

(Northwest Institute for Nonferrous Metal Research, Xi'an 710016, China)

Abstract: Ta-W-Hf dense alloy material with continuous cellular strengthening structure was produced by powder metallurgy (PM) method. The plastic deformation characteristic of the high-strength material was researched by compression test to find out the possibility of further deformation process. The results indicate that the compression deformation characteristics of Ta-W-Hf alloy with continuous cellular strengthening structure were similar to that of the traditional material. Both of them can be subjected to cold compressed deformation with larger than 50% deformation amount but without macroscopical crack. The hardness of the sample was increased with deformation amount increasing. But the hardness increment of the sample annealed at high temperature was much larger than that of the HIPed sample. So the sample annealed at high temperature has much larger capacity of deformation strengthening.

Key words: cellular structure; strengthening; Ta-W-Hf alloy; compression deformation

Biography: Zhang Xiaoming, Professor, New Metal Material Center, Northwest Institute for Nonferrous Metal Research, Xi'an 710016, P. R. China, Tel: 0086-29-86231082, E-mail: x.m.zhang@163.com