

锻造粉末冶金 Ti6Al4V 合金的性能和组织研究

王海英¹, 杨芳¹, 郭志猛¹, 冯钊红¹, 张策¹, 兰博², 王淑云², 芦博昕¹

(1. 北京科技大学, 北京 100083)

(2. 中国航发北京航空材料研究院, 北京 100095)

摘要: 对粉末冶金 Ti6Al4V 合金进行不同方式的锻造, 并对锻造前后的性能和组织进行分析。研究表明, 锻造是提高粉末冶金钛合金致密度、提高力学性能的有效手段。一方面, 对粉末冶金 Ti6Al4V 合金在不同温度下进行一次锻造变形, 发现 960 °C 锻造后合金塑性最高, 延伸率达到 15.44%; 随着锻造温度升高, 组织中轴 α 不断减少, 逐渐向网篮组织转变, 塑性有所降低, 但是由于粉末的原始颗粒边界对晶粒长大的阻碍作用, 在 1150 °C 锻造后粉末冶金 Ti6Al4V 合金的晶粒没有明显长大, 小于 20 μm 的晶粒约占 79%。晶粒尺寸小, 有利于材料的塑性, 其延伸率仍达到 14.30%。因此, 粉末冶金 Ti6Al4V 合金比传统熔铸钛合金具有更宽的锻造温度窗口。另一方面, 对粉末冶金 Ti6Al4V 合金在不同温度下进行二次锻造变形, 首先在高温锻造, 利用小变形量的高温锻造来提高粉末钛合金的致密度, 然后在低温进行二次锻造, 获取需要的组织。经过 2 次锻造变形的 Ti6Al4V 合金的延伸率均大于 17%, 抗拉强度大于 994 MPa, 屈服强度大于 960 MPa。

关键词: 粉末冶金; Ti6Al4V 合金; 锻造; 力学性能; 显微组织

中图分类号: TG146.23; TF124

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2020)08-2855-06

钛合金具有密度小、强度高、比强度大、耐腐蚀、无磁、生物相容性好等优异的性能, 广泛应用于航空航天、石油化工、生物医疗等领域^[1]。但是, 由于钛合金不仅冶炼成本高, 成材率低, 后期加工成本也高, 这使得钛合金的应用一直受到使用成本的限制, 因此降低钛合金的生产加工成本, 一直是备受关注的课题^[2]。

粉末冶金 (PM) 是一种近净成形的生产技术, 具有材料利用率高、生产流程短、成分无偏析、组织细小均匀等特点^[3]。产品组织细小均匀, 不需要进行传统熔锻工艺中的开坯锻造。同时, 用粉末冶金技术可以近净成形复杂形状的锻造坯料, 这样可以有效减少传统锻造中多模多锻的过程, 显著提高材料利用率, 缩短生产周期, 提高生产效率^[4]。因此, 粉末冶金成为制备低成本高性能钛合金的有效途径, 成为近年钛合金发展的重要方向。但是, 由于粉末冶金制品烧结后通常会存在一定的孔隙残留, 导致致密度不够高, 严重影响了疲劳等关键力学性能, 因此限制了其在航空工业领域的推广应用^[5-8]。

为此, 国内外提出以金属粉末为原料, 通过压制烧结成形出近成型样坯, 通过进一步模锻成形出最终产品, 获得与普通模锻件性能相当、形状复杂的精密

锻件^[9-11]。利用粉末冶金烧结坯料, 再利用锻造工艺成形, 可提高致密度, 能充分发挥粉末冶金工艺和锻造工艺二者的优势。日本、德国和美国在 20 世纪 80 年代初开始投入生产粉末锻造汽车连杆, 美国福特公司自 1987 年第 1 次在发动机中采用粉末冶金锻造连杆, 到 2003 年, 粉末冶金锻造连杆已经用于 23 种汽车发动机中。与传统锤锻连杆相比, 粉末冶金锻造连杆可减重 10%, 生产成本降低近 20%^[12-16]。

Mizunuma 等人^[17]研究发现锻造可以完全消除元素混合法制备的 Ti6Al4V 中的残留孔隙, 同时能细化组织, 提高力学性能。日本采用粉末钛合金锻造技术制造钛引擎吸气管, 使引擎自重降低 40%。美国 DYNAMET 公司^[18]用粉末 Ti6Al4V 合金制成锻造预成型毛坯, 再锻造成燃气轮机叶片, 该公司已成为波音公司 Ti6Al4V 合金粉末冶金产品的合格供应商。国内赵瑶^[19]等研究得到粉末锻造及热处理后的 Ti6Al4V 合金抗拉强度 1441 MPa, 延伸率 2.9%。虽然国内有很多专家一直对粉末钛合金锻造进行相关研究, 但目前粉末钛合金锻造工艺在国内还没有应用到实际的产品生产中。

因此, 本研究对采用氢化脱氢钛粉元素混合法制备的粉末冶金 Ti6Al4V 合金进行锻造实验, 分析锻造

收稿日期: 2019-11-10

基金项目: 新金属材料国家重点实验室开放研究基金 (2019-ZD08)

作者简介: 王海英, 女, 1976 年生, 博士, 北京科技大学, 北京 100083, 电话: 010-62334376, E-mail: 30673427@qq.com

后的组织和性能，希望能为粉末钛合金锻造的生产应用提供一定的数据参考。

1 实验

本实验首先是进行粉末冶金 Ti6Al4V 合金的制备，具体工艺路线如图 1 所示。用氢化脱氢钛粉与合金元素混合后，冷等静压成形，再真空烧结。烧结后粉末冶金 Ti6Al4V 合金的化学成分见表 1，烧结后的密度是 4.33 g/cm³，相对密度 97.7%，抗拉强度 844 MPa，延伸率仅有 4.4%，微观组织见图 2。用金相法测定相变点是 970~980 °C。

取 8 个尺寸为 $\Phi 85 \text{ mm} \times 140 \text{ mm}$ 的粉末冶金 Ti6Al4V 合金做锻造实验，分别记为 1~8 号样品，将 8 个试验料放在电炉升温，升到预定温度后保温 80 min，按照表 2 预设的温度条件进行锻造，二次锻造的样品需要再次回炉加热，锻造变形后进行空冷。样品冷却后进行热处理，热处理制度是 800 °C，保温 1.5 h，取出空冷。

从锻造后样品的横向截取加工拉伸试样，使用 AGI-250KN 拉伸试验机测试力学性能。将变形试样沿压缩方向从中间切开，制备金相试样，观察组织，观察部位为法向与压缩方向垂直的截面的中部部分。金相试样用砂纸打磨后，在抛光机上进行抛光，侵蚀液采用 Kroll 试剂，氢氟酸:硝酸:水的体积比为 1:3:16。用光学显微镜 Olympus-BX51M 型，观察样品的低倍组织。切 4 mm \times 4 mm \times 2 mm 薄片试样，用 FEI Quanta 650F 扫描电镜做 EBSD 获得试样的晶粒尺寸数据，试样的磨制与普通金相试样相同，电解抛光，样品做阳极，电解液成分为：高氯酸:冰乙酸=1:10，抛光条件：直流电压 15 V，时间 20 s，电解液温度控制在 0~5 °C。

2 结果与分析

2.1 锻造工艺对粉末冶金 Ti6Al4V 合金力学性能的影响

本实验 8 个锻造方案中总的变形量都是按照 60%

的预设，只有 1 号由于锻造过程开裂，变形量没有达到 60%，其余样品基本达到 60%变形量，本次实验分析中暂不考虑变形量的影响。图 3 是锻造后样品的照片，1~5 号样品是一次加热一次变形，1 号样品在 960 °C 锻造后心部明显开裂，2~5 号样品表面无明显裂纹。6 号样品先在 1000 °C 进行 21%变形量的一次锻造

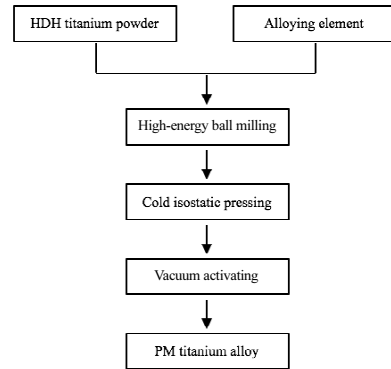


图 1 粉末冶金 Ti6Al4V 合金工艺流程图

Fig.1 Process flow chart of PM Ti6Al4V alloy

表 1 粉末冶金 Ti6Al4V 合金的主要化学成分

Table 1 Main chemical composition of PM Ti6Al4V (wt%)					
V	Al	Fe	O	N	Ti
4.13	6.14	0.05	0.16	0.05	Bal.

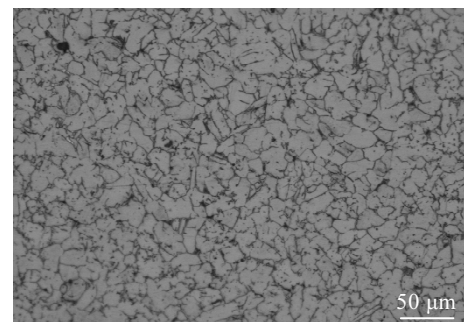


图 2 粉末冶金 Ti6Al4V 合金的显微组织

Fig.2 Microstructure of PM Ti6Al4V alloy

表 2 粉末冶金 Ti6Al4V 合金锻造实验方案

Table 2 Experimental scheme of forged PM Ti6Al4V alloy

Sample	Temperature/°C	Degree of deformation/%	Temperature/°C	Degree of deformation/%	Total deformation degree/%
1	960	47	-	-	47
2	1000	59	-	-	59
3	1050	58	-	-	58
4	1100	58	-	-	58
5	1150	58	-	-	58
6	1000	21	940	51	61
7	1000	21	960	52	62
8	1050	21	960	52	62

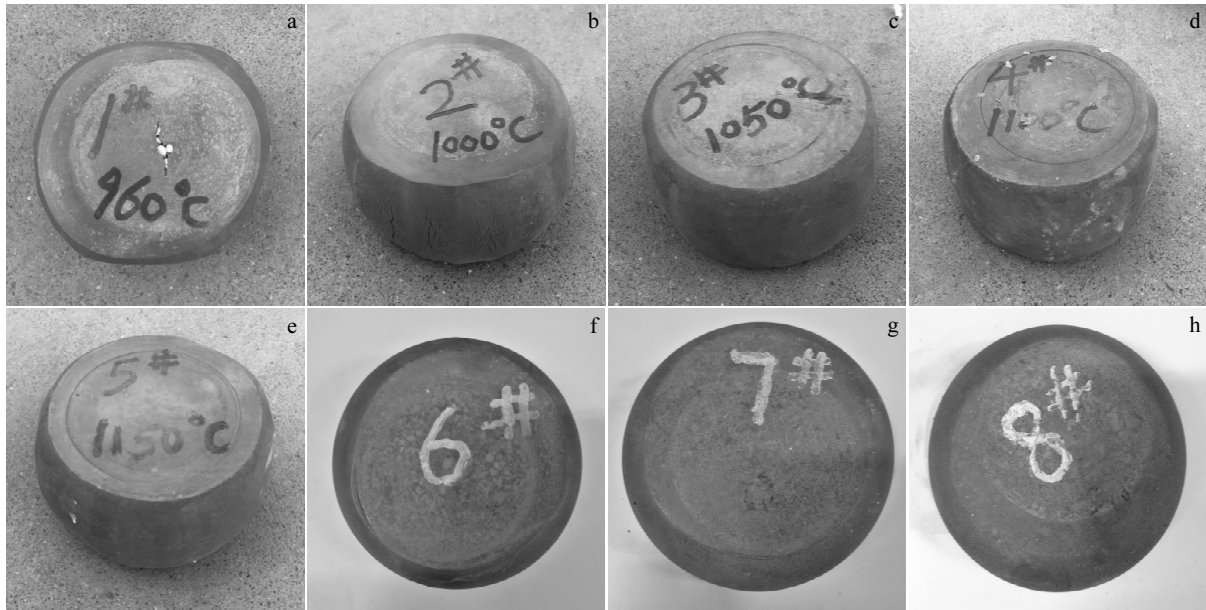


图 3 锻造粉末冶金 Ti6Al4V 样品

Fig.3 Forged PM Ti6Al4V samples: (a) sample 1, (b) sample 2, (c) sample 3, (d) sample 4, (e) sample 5, (f) sample 6, (g) sample 7, and (h) sample 8

变形,然后在 940 °C 进行二次锻造,7 号样品先在 1000 °C 进行 21% 变形量的一次变形,然后在 960 °C 进行二次锻造,8 号样品先在 1050 °C 进行 21% 变形量的一次变形,然后在 960 °C 进行二次锻造,6、7、8 号样品锻后表面无明显裂纹。本次锻造坯料选用的粉末冶金钛合金含未闭合孔隙多,相对密度低(97.7%),直接在 960 °C 进行锻造时,内部未闭合孔隙的大量存在是造成锻造时开裂的原因,6、7、8 号样品先在高温区进行 20% 的变形量锻造,高温小变形量锻造既能起到一定的致密化作用,又不会导致变形开裂,然后在 940 和 960 °C 进行低温锻造时也不再发生锻造开裂现象。

从表 3 数据可见,8 个样品变形后的相对密度在 99.10%~99.77% 之间,相差不大。从力学性能上看,经过二次锻造的 6、7、8 号样品综合性能最好,如图

4 所示。6 号和 7 号样品相比较,初锻温度 1000 °C 时,终锻温度 960 °C 比 940 °C 的断面收缩率明显提高,强度变化不大。终锻温度 960 °C 时,初锻温度 1050 和 1000 °C 对最后的性能影响不大。在 960、1000、1050、1100、1150 °C 这 5 个温度一次锻造变形的情况下,抗拉强度均大于 980 MPa,延伸率均大于 13.7%,1000 °C 锻造后的强度最高,抗拉强度 1024 MPa,屈服强度 996 MPa。温度高于 1000 °C 以上后随温度的升高,强度有所降低。960 °C 锻造后的塑性最好,随锻造温度提高,延伸率有所下降,但是下降幅度不大,最低延伸率也能达到 13.70%,但是断面收缩率下降比较明显,最低断面收缩率 31.80%。可见,粉末冶金 Ti6Al4V 合金即使在 1150 °C 的高温锻造后,仍然具有良好的塑性,延伸率达到 14.30%。而熔铸法制备的钛合金,

表 3 锻造粉末冶金 Ti6Al4V 合金的性能

Table 3 Properties of forged PM Ti6Al4V alloy

Sample	Density/g·cm ⁻³	Relative density/%	UTS/MPa	YS/MPa	EI/%	RA/%
1	4.39±0.01	99.10±0.22	988±12	921±10	15.44±1.2	41.60±2.3
2	4.40±0.01	99.32±0.22	1024±17	996±14	15.20±1.0	38.80±2.1
3	4.41±0.01	99.55±0.22	981±13	948±11	13.70±1.2	36.60±1.9
4	4.42±0.01	99.77±0.22	984±13	954±11	14.00±1.4	31.80±2.2
5	4.40±0.01	99.32±0.22	981±11	946±13	14.30±1.3	34.40±2.4
6	4.42±0.01	99.77±0.22	994±14	971±12	17.44±1.5	40.40±2.6
7	4.41±0.01	99.55±0.22	994±15	960±12	17.20±1.4	45.83±2.5
8	4.41±0.01	99.55±0.22	997±14	971±11	17.24±1.6	44.64±2.6
GB/T 25137-2010	-	-	895	828	10	25

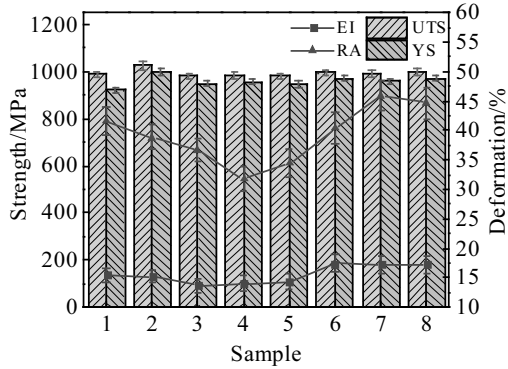


图 4 锻造粉末冶金 Ti6Al4V 合金的室温拉伸性能
Fig.4 Tensile properties of forged PM Ti6Al4V alloy

在高温锻造时，会由于再结晶导致晶粒快速长大，对性能产生恶劣的影响。

2.2 不同锻造工艺对锻造粉末 Ti6Al4V 合金的组织影响

从图 2 显微照片可见，粉末 Ti6Al4V 合金晶粒间有部分孔隙未完全闭合，孔隙在烧结过程中对晶粒的长大起到阻碍作用， α 晶粒基本上是细小的近等轴状，在 α 晶粒边界有细小的 β 晶粒均匀分布，组织均匀。

图 5 为经过不同工艺锻造后粉末 Ti6Al4V 合金的金相组织。960 °C 锻造后，组织由细小的等轴 α 和片层的 $\alpha+\beta$ 组成，在 1000 °C 锻造后，仍然存在少量的等轴或近等轴状 α (图 5b)，温度升到 1050 °C 及以上温度锻造时(图 5c~5e)组织变成网篮状，等轴 α 消失，并且随着锻造温度升高， α 集束变长、变厚，同时集束的方向性增强，不同方向的 α 集束交错分布，并且开始形成连续的 α 晶界包围着的 β 晶粒，这些都会导致塑性降低。经过 2 次锻造变形的 6、7、8 号样品，终锻温度比较接近，并且都低于相转变温度，显微组织基本相同，都是等轴或短棒状 α 和 α 间少量的细小 β 组成，这种组织具有更好的塑性，与表 3 的性能结果一致。

图 6 是对利用 EBSD 获得的晶粒尺寸数据统计分析后获得的晶粒尺寸统计图。由图 6a 可以看出，粉末

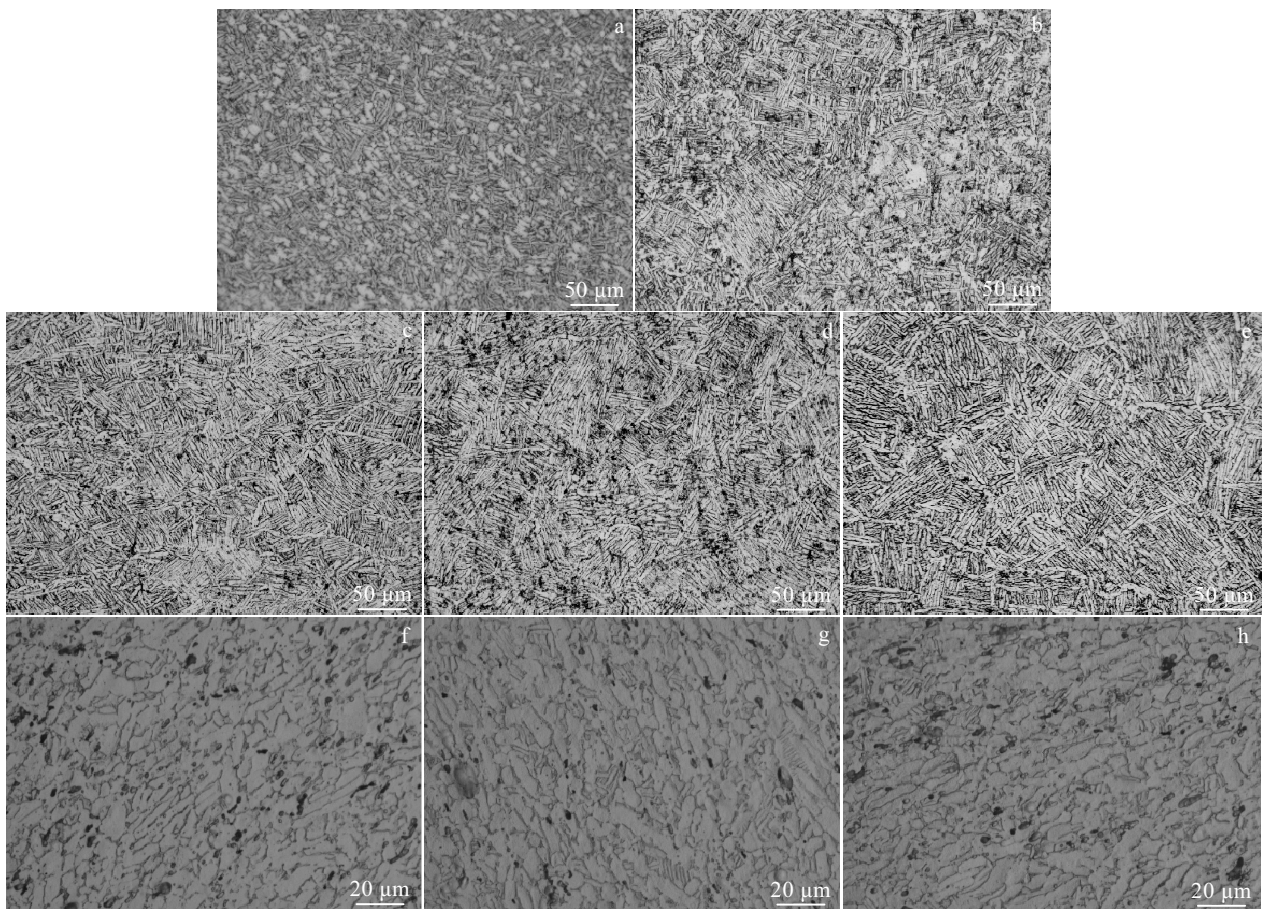


图 5 锻造粉末冶金 Ti6Al4V 合金的组织

Fig.5 Microstructures of forged PM Ti6Al4V alloys: (a) sample 1, (b) sample 2, (c) sample 3, (d) sample 4, (e) sample 5, (f) sample 6, (g) sample 7, and (h) sample 8

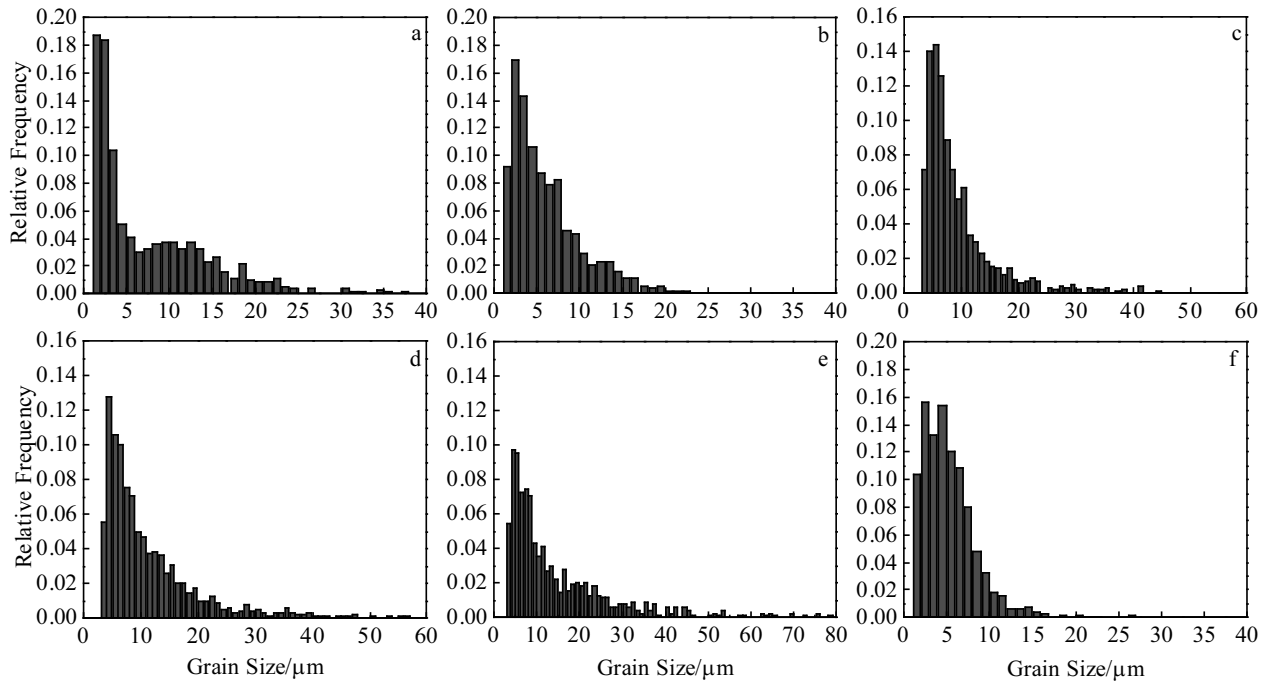


图 6 粉末冶金 Ti6Al4V 合金锻造前后的晶粒尺寸

Fig.6 Grain size of PM Ti6Al4V (a) and forged PM Ti6Al4V alloys (b~f): (b) sample 1, (c) sample 2, (d) sample 3, (e) sample 4, and (f) sample 7

冶金 Ti6Al4V 合金的晶粒细小, 超过 50% 的晶粒尺寸小于 $5 \mu\text{m}$, 小于 $10 \mu\text{m}$ 的晶粒占 70%, 尺寸小于 $20 \mu\text{m}$ 的晶粒约占 95%, 只有极个别的晶粒尺寸在 $20\sim 40 \mu\text{m}$ 之间, 这进一步证实了粉末冶金制品晶粒细小、均匀的特点。在经过一次变形的锻造样品中, $960 \text{ }^\circ\text{C}$ 锻造后晶粒最细小, 尺寸分布最均匀, 原始晶粒中极个别大于 $20 \mu\text{m}$ 的晶粒经过锻造被破碎、细化, 小于 $10 \mu\text{m}$ 的晶粒约占 85%, 约 99% 晶粒尺寸小于 $20 \mu\text{m}$ 。经过 1000 、 1050 、 $1150 \text{ }^\circ\text{C}$ 的一次锻造变形后, 小于 $20 \mu\text{m}$ 的晶粒分别占约 87%、76%、79% (图 6c~6e)。细小均匀的组织具有更好的塑性, $960 \text{ }^\circ\text{C}$ 锻造后延伸率 15.44%, 断面收缩率 41.60%, 对比不同温度下一次锻造变形后的性能, $960 \text{ }^\circ\text{C}$ 锻造后的塑性最好(图 6b)。众所周知, 小尺寸晶粒有利于提高材料的塑性, 对比图 4 合金塑性的变化规律, 尤其是断面收缩率的变化与小于 $20 \mu\text{m}$ 的晶粒的变化规律一致。随着小尺寸晶粒数量的减少, 塑性逐渐有所降低。但是, 研究发现在经过 $1150 \text{ }^\circ\text{C}$ 一次锻造后, 仍然有约 97% 的晶粒尺寸小于 $50 \mu\text{m}$, 延伸率达到 14.3%, 室温力学性能仍然超过锻件的国标要求。可见, 粉末冶金钛合金在高温锻造时, 仍然可以获得比较理想的力学性能, 这是因为高温锻造时, 粉末冶金钛合金中的原始粉末颗粒边界对晶粒长大起阻碍作用, 晶粒不会快速长大, 这使得粉末冶金钛合金与传统熔铸钛合金相比, 可以在更宽的温度范围内进行锻造。

图 6f 是 7 号样品锻造变形后的晶粒尺寸分布, 经过高温和低温二次变形, 终锻温度在 $960 \text{ }^\circ\text{C}$, 小于 $10 \mu\text{m}$ 的晶粒约占 94%, 延伸率达到 17.20%, 而在 $960 \text{ }^\circ\text{C}$ 一次变形后小于 $10 \mu\text{m}$ 的晶粒约占 85%, 延伸率是 15.44%, 抗拉强度达到 994 MPa , 屈服强度达到 960 MPa 。因此, 经过高温小变形量的致密化锻造变形, 再经过低温的锻造, 既可以避免粉末冶金钛合金直接低温锻造的开裂问题, 同时, 能得到更细小的组织, 锻造后合金的塑性更好。总之, 对粉末冶金钛合金进行高温和低温二次锻造变形更有利于获得需要的组织, 得到更好的力学性能。

3 结 论

1) 利用粉末冶金工艺制备的 Ti6Al4V 合金经过锻造变形后可以进一步提高强度和塑性。经过 960 、 1000 、 1050 、 1100 、 $1150 \text{ }^\circ\text{C}$ 不同温度的锻造变形后, 抗拉强度均大于 980 MPa , 延伸率均大于 13.7%。

2) 粉末冶金 Ti6Al4V 合金经 $1150 \text{ }^\circ\text{C}$ 锻造后晶粒没有剧烈长大, 小于 $50 \mu\text{m}$ 的晶粒仍然占约 97%, 延伸率达到 14.3%。可见, 粉末冶金 Ti6Al4V 合金比传统熔铸钛合金具有更宽的锻造温度窗口, 可以在适当高的温度进行锻造, 高温锻造的变形抗力低, 更加有利于复杂形状零件的锻造成形。

3) 粉末冶金 Ti6Al4V 合金先后经过 1000 和 960

℃二次锻造后,抗拉强度 994 MPa,屈服强度 960 MPa,锻后延伸率 17.2%。因此,对粉末冶金钛合金首先在高温区进行小变形量的锻造,来提高粉末冶金钛合金的致密度,然后再根据对性能和组织的要求进行相应的低温锻造变形,可以获得更理想的组织和性能。

参考文献 References

- [1] Wang Guisheng(王桂生), Tian Rongzhang(田荣璋). *Application Technology of Titanium*(钛的应用技术)[M]. Changsha: Central South University Press, 2007: 30
- [2] Capus J. *Metal Powder Report*[J], 2016, 71(6): 429
- [3] Guo Biao(郭彪), Ge Changchun(葛昌纯), Zhang Suicai(张随财) et al. *Powder Metallurgy Industry*(粉末冶金工业)[J], 2011, 21(3): 45
- [4] Han Fenglin(韩凤麟). *Modern Components*(现代零部件)[J], 2008, 6(7): 71
- [5] Hagiwara M, Kim S J, Emura S et al. *Scripta Materialia*[J], 1998, 39(9): 1185
- [6] Thian E S, Loh N H, Khor K A et al. *Advanced Powder Technology*[J], 2001, 12(3): 361
- [7] Liang C, Ma M X, Jia M T et al. *Materials Science & Engineering A*[J], 2014, 619: 290
- [8] Jia M T, Zhang D L, Gabbitas B et al. *Scripta Materialia*[J], 2015, 107: 10
- [9] Masikane M A, Chikwanda H K, Sigalas I. *Materials Science Forum*[J], 2015, 828-829: 421
- [10] Menapace C, Vicente N, Molinari A. *Powder Metallurgy*[J], 2013, 56(2): 102
- [11] Jia M T, Blanchard C, Bolzoni L. *Key Engineering Materials* [J], 2018, 770: 39
- [12] Weiss I, Eylon D, Toaz M W et al. *Metallurgical Transactions A*[J], 1986, 17: 549
- [13] Romero C, Yang F, Raynova S R et al. *Key Engineering Materials*[J], 2018, 770: 45
- [14] Qian M, Froes F H. *Titanium Powder Metallurgy: Science, Technology and Application*[M]. Boston: Elsevier, 2015: 25
- [15] Duz V, Matviychuk M, Klevtsov A et al. *Metal Powder Report*[J], 2017, 72(1): 30
- [16] Weston N S, Jackson M. *Journal of Materials Processing Technology*[J], 2017, 243: 335
- [17] Mizunuma S, Tomokiyo T, Mimaki T et al. *Journal of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy*[J], 1996, 43(7): 924
- [18] Guo Wei(郭微). *Titanium Industry Progress*(钛工业进展)[J], 2013, 30(5): 45
- [19] Zhao Yao(赵瑶), He Yuehui(贺跃辉), Jiang Yao(江垚) et al. *Powder Metallurgy Technology*(粉末冶金技术)[J], 2009, 27(2): 108

Properties and Microstructure of Forged Powder Metallurgy Ti6Al4V Alloy

Wang Haiying¹, Yang Fang¹, Guo Zhimeng¹, Feng Zhaohong¹, Zhang Ce¹, Lan Bo², Wang Shuyun², Lu Boxin¹

(1. University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, China)

(2. AECC Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China)

Abstract: The powder metallurgy (PM) Ti6Al4V alloy was forged in different ways. The properties and microstructure of the alloy before and after forging were analyzed. The results show that forging is an effective way to improve the density and mechanical properties of PM titanium alloys. Firstly, once forging deformation at different temperatures was performed for the PM Ti6Al4V alloy. The alloy forged at 960 °C has better ductility with an elongation of 15.44%. With the increasing of forging temperature, the equiaxial α phase decreases, and gradually changes to the basket weave structure, resulting in the plasticity decreasing. However, due to the inhibition of the original powder particle boundary against grain growth, there is no obvious grain growth in the alloy forged at 1150 °C. The grain smaller than 20 μm amounts to about 79%. As fine grain size is beneficial to the plasticity, the elongation still reaches to 14.30%. Therefore, the PM Ti6Al4V alloy has a wider forging temperature window compared to the traditional cast titanium alloy. Besides, twice forging deformation at different temperatures was performed for the PM Ti6Al4V alloy. In such case, the alloy was firstly forged at high temperature to improve the density with small deformation, and then was forged at lower temperature to obtain the required microstructure. The Ti6Al4V alloy with twice forging deformation has an elongation higher than 17%, tensile strength higher than 994 MPa, and yield strength higher than 960 MPa.

Key words: powder metallurgy; Ti6Al4V alloy; forging; mechanical properties; microstructure

Corresponding author: Guo Zhimeng, Ph. D., Professor, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, P. R. China, Tel: 0086-10-62334376, E-mail: zmguo@ustb.edu.cn