

[文章编号] 1004- 0609(2001)S1- 0044- 04

机械球磨 $\text{Ti}_{50}\text{Al}_{50}$ 复合粉的压制特性^①

李小强, 胡连喜, 王尔德

(哈尔滨工业大学 材料科学与工程学院, 哈尔滨 150001)

[摘要] 研究了机械球磨 $\text{Ti}_{50}\text{Al}_{50}$ 复合粉的组织与压制特性。结果表明, 球磨导致粉末硬度增加, 压制特性变差, 这是由于球磨使层片结构细化, Ti 和 Al 组元晶体缺陷增加和晶粒细化造成的; 但球磨 3h 形成纳米晶复合粉后, 尤其是在球磨 7.5h 开始发生非晶转变后, 进一步球磨, 粉末压制特性变化并不明显。

[关键词] 机械球磨; $\text{Ti}_{50}\text{Al}_{50}$ 复合粉; 压制特性

[中图分类号] TF 124.53

[文献标识码] A

TiAl 基金属间化合物具有密度小、耐高温、抗氧化等突出优点, 作为新型高温结构材料, 其应用潜力极大^[1~2]。然而, TiAl 基金属间化合物属于极难塑性加工材料^[3~4], 因此近年来元素粉末冶金法制备 TiAl 基合金已引起人们的极大关注^[5~6]。此法采用常规塑性加工方法对粉末先进行固结成形, 再经反应烧结获得所需形状的 TiAl 制件。为了细化 TiAl 组织, 避免反应烧结过程中因 Kirkendall 效应而造成扩散孔洞, Wang 等^[7~8]采用大挤压比($\lambda = 350$)对单质混合粉进行冷挤, 获得了层片间距约 5 μm 的致密坯, 结果表明 Ti 和 Al 组元尺寸越细, 烧结体致密度越高, 所获得的 TiAl 组织越细小均匀。但由于挤压比过高, 难以在工程生产中应用和推广。机械球磨作为一种细化粉体材料组织极其有效的方法, 已证实可用来制备具有极细层片结构的 TiAl 机械复合粉^[9]。本文进一步研究机械球磨 $\text{Ti}_{50}\text{Al}_{50}$ 复合粉的压制特性。

1 实验

纯度为 99.5%, 粒度为 80 μm 的 Al 粉和纯度为 99.8%, 粒度为 40 μm 的 Ti 粉, 按摩尔比 1:1 在低能混粉机中混合 72 h, 再在自制 MJ-1 型高能搅拌式球磨机中以 400 r/min 的转速进行机械球磨, 磨球为 GCr15, 其直径为 8 mm, 球料质量比为 20:1, 球磨时采用氩气保护和循环水冷却。

机械球磨粉末的 X 射线衍射分析在 Rigaku D/max-3B 衍射仪上进行, Ti 和 Al 组元的晶粒尺寸和

微观应变由衍射峰的半高宽求得^[10]; 粉末颗粒形貌特征用日立 S-570 型扫描电镜进行观察; 粉末硬度测试则在国产 HX-1000 型显微硬度计上进行, 试样为球磨粉末在 1 GPa 下固结的坯料, 每个试样的硬度值取其上 7 个测量点的平均值。

粉末压制在 10t 材料试验机上进行, 压力为 0 ~ 1.3 GPa, 将 30 g 粉末置于冷压模中保压 5 min 压制成直径 d 30 mm 的坯料, 坯料密度根据粉末质量与体积之比计算。

2 结果与讨论

2.1 $\text{Ti}_{50}\text{Al}_{50}$ 机械球磨粉末

图 1 是机械球磨 $\text{Ti}_{50}\text{Al}_{50}$ 粉末的 X 射线衍射图。可见, 随着球磨时间的增加, Ti 和 Al 的衍射峰变宽, 强度减弱, 表明晶粒尺寸细化, 晶格畸变增加。经 3h 球磨, 形成了纳米晶复合粉; 7.5h 球磨, Al 组元已开始向非晶转变; 8h 球磨后, Al 的衍射峰已完全消失。Ti 的衍射峰变化规律与 Al 相似, 但在 Al 非晶化后, 仍可观察到 Ti 个别晶面的衍射峰, 这主要是因为 Al 比 Ti 更易发生塑性变形, 导致 Al 晶粒在球磨过程中由于承受较大的塑性变形而细化。Ti 和 Al 晶粒尺寸和微观应变随球磨时间的变化如图 2 所示。进一步球磨, Ti 峰也逐渐消失, 即 $\text{Ti}_{50}\text{Al}_{50}$ 粉末完全转变成非晶。此外, 在球磨期间没有观察到 TiAl 金属间化合物衍射峰的出现。

图 3 为经过不同时间球磨的粉末形貌。由于 Ti 和 Al 粉末在球磨初期具有良好的塑性, 易发生变形

① [基金项目] 国家自然科学基金资助项目(59875015)

[收稿日期] 2000- 08- 28; [修订日期] 2001- 01- 15

[作者简介] 李小强(1973-), 男, 博士研究生。

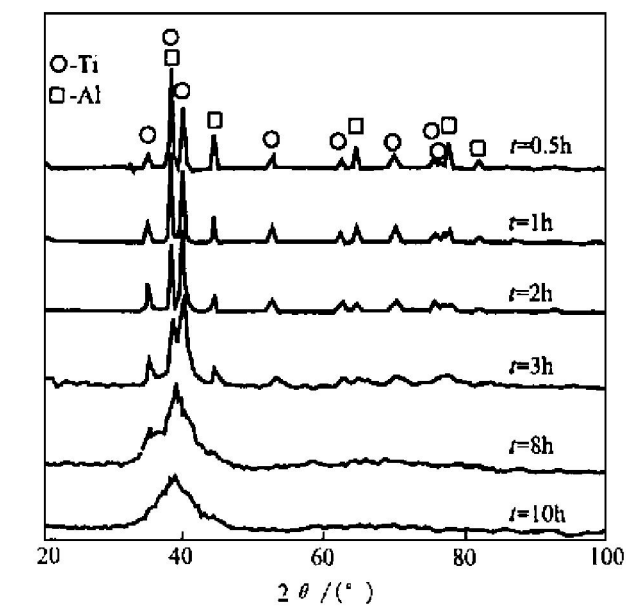


图 1 经不同时间球磨的 $\text{Ti}_{50}\text{Al}_{50}$ 复合粉末的 X 射线衍射图谱

Fig. 1 XRD patterns of $\text{Ti}_{50}\text{Al}_{50}$ composite powders for various milling time

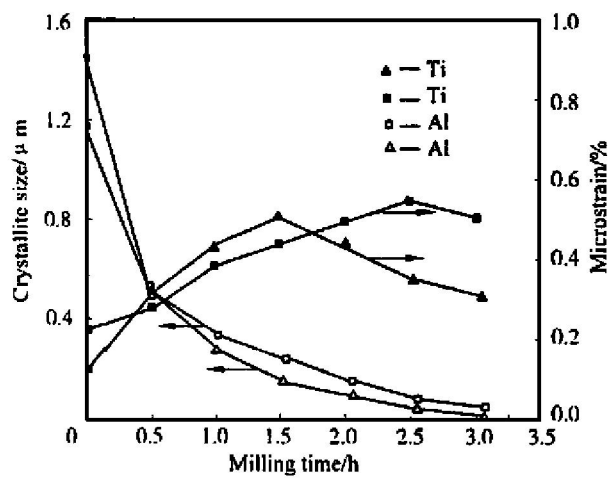


图 2 Ti, Al 晶粒尺寸和微观应变随球磨时间的变化曲线
Fig. 2 Variations of crystallite size and microstrain of Al and Ti with milling time

和冷焊合, 从而导致粉末颗粒尺寸增大, 颗粒呈扁平状且表面不平整; 进一步球磨, 由于大塑性变形在粉末中诱发了大量微观裂纹, 同时粉末发生加工硬化, 导致粉末在球磨过程中的断裂趋势增大, 当粉末的断裂趋势大于焊合趋势时, 粉末颗粒尺寸开始减小并发生球化。最终形成非晶时, 粉末颗粒平均尺寸已细化至约 $5\mu\text{m}$ 。

图 4 所示为机械球磨 $\text{Ti}_{50}\text{Al}_{50}$ 粉末硬度随球磨时间的变化曲线。在球磨初期, 粉末因塑性较好而相互焊合, 形成了具有粗层片结构、表面不平整的扁平大颗粒, 因而粉未经压实后, 颗粒间仍存在一

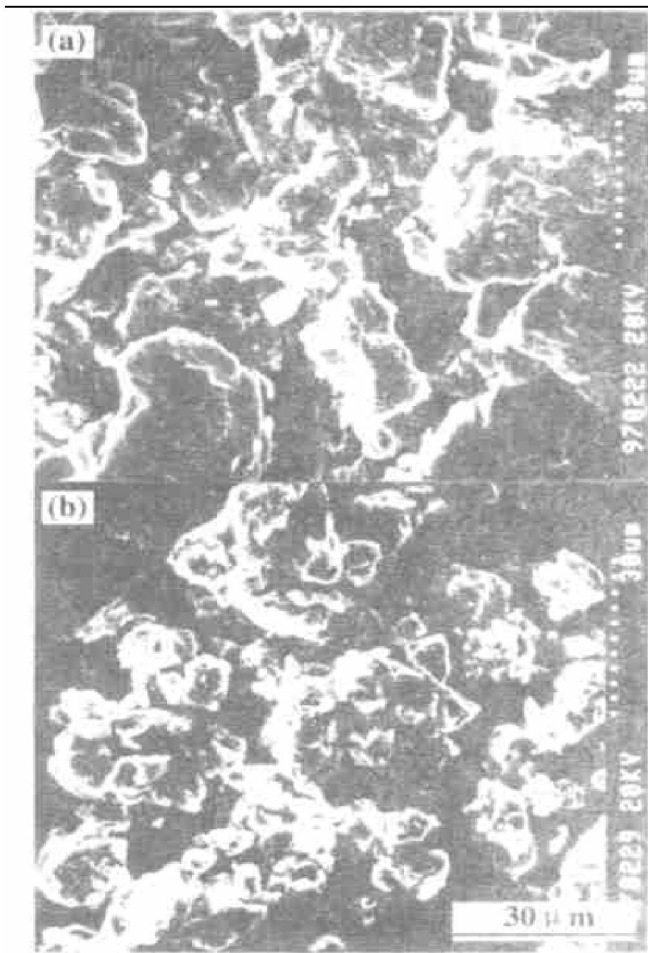


图 3 不同球磨时间 $\text{Ti}_{50}\text{Al}_{50}$ 粉末的形貌

Fig. 3 Morphologies of $\text{Ti}_{50}\text{Al}_{50}$ powders for various milling time
(a) $t = 0.5\text{ h}$; (b) $t = 3\text{ h}$

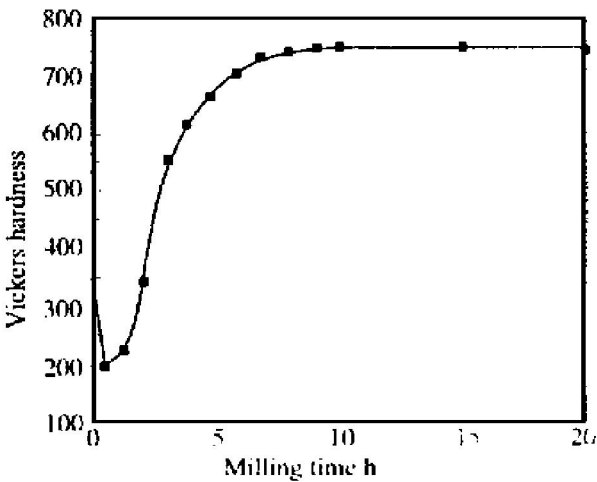


图 4 球磨时间对 $\text{Ti}_{50}\text{Al}_{50}$ 粉末硬度的影响

Fig. 4 Effect of milling time on Vickers hardness of $\text{Ti}_{50}\text{Al}_{50}$ powders

定的间隙, 而且因此时球磨时间较短, 层片中积蓄的能量较少, 故层片界面结合程度较低, 所以粉末硬度有下降趋势; 进一步球磨, 由于 Ti 和 Al 组元加工硬化、晶粒细化、层片组织细化以及层片界面

结合状况改善等原因, 硬度显著增加; 球磨 3 h, 形成了纳米晶复合粉, 继续球磨虽然可进一步细化组元晶粒尺寸, 但由于纳米晶晶粒细小, 晶粒中位错等缺陷易滑向晶界, 故随着球磨时间延长粉末硬度增加逐渐变缓; 球磨 7.5 h 后, 因组元开始向非晶转化, 硬度变化进一步趋于平缓; 10 h 后, 硬度因组元已基本非晶化而保持一定值。

2.2 $\text{Ti}_{50}\text{Al}_{50}$ 球磨粉末的压制特性

图 5 所示为粉末坯料相对密度与压制压力的关系。可以看出, 在同一压制压力下 $\text{Ti}_{50}\text{Al}_{50}$ 粉末随球磨时间的延长, 密度逐渐下降, 且变化幅度变大, 但球磨时间超过 3 h 后, 粉末的压制特性变化并不显著; 而同一球磨时间的粉末随压制压力的增加其密度相应增大, 但当压力超过 1 GPa 后, 密度增加不明显。球磨粉末的松装密度随球磨时间的延长, 初期下降, 其后升高, 当形成非晶时趋于恒定。与球磨粉末的硬度相对应, 经 0.5 h 球磨后粉末的松装密度最低, 这主要是由于此时粉末为表面不平整的扁平状大颗粒, 在松装时粉末间容易留下较大的空隙; 而进一步球磨由于粉末断裂和球化, 表面逐渐趋于平滑且颗粒尺寸也逐渐减小, 故松装密度逐渐增加。

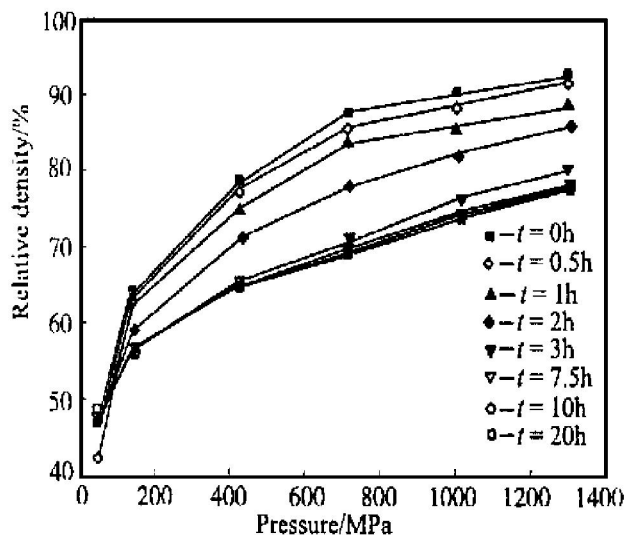


图 5 $\text{Ti}_{50}\text{Al}_{50}$ 粉末坯相对密度与压制压力的关系

Fig. 5 Dependence of relative density of powder billet on compacting pressure

粉末材料的压制特性可采用黄培云双对数粉末压制公式^[11]描述:

$$m \lg \ln \frac{(d_m - d_0)d}{(d_m - d)d_0} = \lg p - \lg M \quad (1)$$

式中 d_0 为压制粉末的松装密度, g/cm^3 ; p 为压制压力, kg/cm^2 ; m 为粉末压制过程的非线性硬化指数; M 为压制模量, MPa, 表征粉末体压制的难易程度。

易程度。

$\text{Ti}_{50}\text{Al}_{50}$ 球磨粉末双对数压制特性直线如图 6 所示。图中, 直线的斜率表示粉末压制过程硬化趋势的大小, 直线在 $\lg p$ 轴上的截距代表粉末体压制的难易。不难看出, 随着球磨时间的延长, $\lg M$ 逐渐增大, 即粉末体越难压制; 球磨 3 h 后, 粉末因大塑性变形, 已形成纳米晶, 尽管再经长时间球磨发生了非晶化, $\lg M$ 值变化却很小, 且直线斜率基本不变, 尤其是发生非晶化后, 变化更小, 这表明此时粉末体的压制特性也基本不变。不过在球磨初期与粉末硬度相对应 $\lg M$ 也有一减小趋势, 正如前面所述, 这主要是因为此时粉末的颗粒尺寸较大、颗粒表面不平整且呈扁平状等原因造成松装时粉末相互搭桥而在颗粒间留下较大的空隙, 而且此时粉末的塑性仍比较好, 故相对容易提高密度, 较易压制, 这也造成了图 6 中球磨初期压制特性直线斜率较高, 实际上这并不表明此时粉末在压制时存在明显的硬化趋势, 一般如此低的压制压力对粉末的硬化作用不会太大, 况且此前粉末因球磨已有一定程度硬化。

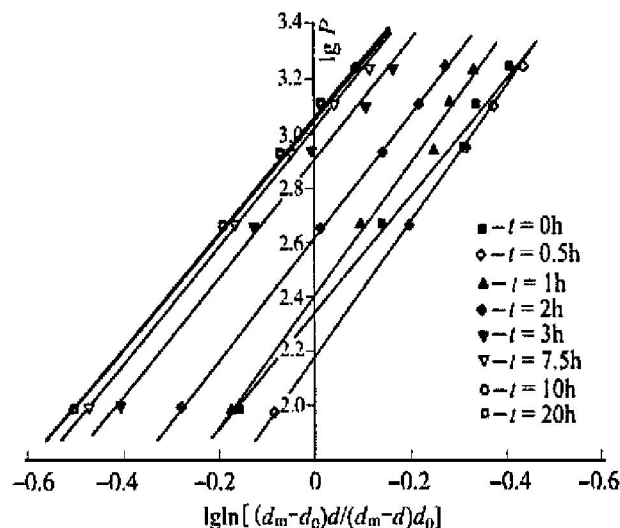


图 6 球磨不同时间 $\text{Ti}_{50}\text{Al}_{50}$ 粉末的压制特性

Fig. 6 Compacting characteristics of $\text{Ti}_{50}\text{Al}_{50}$ powders milled for various time

3 结论

1) 由于球磨导致层片细化、Ti 和 Al 组元微观应变增加以及晶粒尺寸减小, 球磨粉末的硬度随球磨时间的增加而增加, 当发生非晶化转变后, 硬度趋于恒定。

2) 在同一压力下, 球磨粉末的压制密度随球磨时间的延长显著下降, 越难压制, 但球磨 3 h 形

成纳米晶复合粉后, 尤其发生非晶化转变后, 压制特性不再发生显著变化。

[REFERENCES]

- [1] Dimiduk D M, Miracle D B, Ward C H. Development of intermetallic materials for aerospace systems [J]. Mater Sci and Tech, 1992, 8: 367– 375.
- [2] Froes F H. Synthesizing, processing, and modeling advanced materials [J]. JOM, 1992, 2: 9– 10.
- [3] Recina V. Tensile properties and microstructure of Ti-48Al-2W-0.5Si titanium aluminide at temperatures between room temperature and 800 °C [J]. Mater Sci and Tech, 1999, 15(1): 57– 66.
- [4] Kuang J P. Microstructures and mechanical properties of an investment cast gamma titanium aluminide [J]. Mater Sci and Tech, 1999, 15 (1): 840– 850.
- [5] LIU Y, HUANG B Y, HE Y H. Microstructures of TiAl based alloys prepared by hot pressing elemental powders [J]. Trans Nonferrous Met Soc of China, 1998, 8 (3): 397– 402.
- [6] Wang G X. An overview: TiAl based alloys prepared by elemental powder metallurgy [J]. Powder Metallurgy, 1992, 24(4): 219– 225.
- [7] Wang G X, Dahms M. Synthesizing gamma-TiAl alloys by reactive powder processing [J]. JOM, 1993, 5: 52– 56.
- [8] Shibue K, Furuyama T, Kim M S. Effect of extrusion ratio on tensile properties of TiAl(Mn) produced by reactive sintering [J]. Powder & Powder Metallurgy, 1994, 41(2): 146– 151.
- [9] LI Xiao-qiang(李小强), HU Lian-xi(胡连喜), WANG Er-de(王尔德). Ti-Al 二元粉末机械球磨过程中组织结构的变化 [J]. Rare Metal Materials & Engineering (稀有金属材料与工程). (to be published)
- [10] FAN Xiong(范 雄). 金属 X 射线衍射 [M]. Beijing: Mechanical Industry Press (机械工业出版社), 1988. 103– 122.
- [11] HUANG Pei-yun(黄培云). 粉末冶金原理 [M]. Beijing: Metallurgical Industry Press (冶金工业出版社). 1980.

Compactibility of $\text{Ti}_{50}\text{Al}_{50}$ composite powders prepared by mechanical milling

LI Xiao-qiang, HU Lian-xi, WANG Er-de

(School of Materials Science & Engineering, Harbin Institute of Technology, Harbin 150001, P. R. China)

[Abstract] The microstructure and compactibility of $\text{Ti}_{50}\text{Al}_{50}$ composite powders prepared by mechanical milling from mixed elemental titanium and aluminum powders were investigated. The results show that hardness of $\text{Ti}_{50}\text{Al}_{50}$ composite powders increases and their compactibility become worse with increasing milling time owing to the refinement of the lamellar structure, the increase of crystal defects, and the decrease of the grain size of both Ti and Al phases. For milling duration longer than 3 h, due to forming nanocrystalline composite powders, especially for milling duration longer than 7.5 h, owing to transforming into amorphous, the compactibility of powders has no substantial change.

[Key words] mechanical milling; $\text{Ti}_{50}\text{Al}_{50}$ composite powders; compactibility

(编辑 杨 兵)