

引文格式: 黄钟森, 秦锦涛, 薛帅兵, 等. NiAl 合金锥筒内压胀形-原位反应一体化成形工艺研究[J]. 航空制造技术, 2023, 66(9): 63-67, 74.

HUANG Zhongsen, QIN Jintao, XUE Shuaibing, et al. Study on integrated forming process of internal pressure bulging and in-situ reaction for NiAl alloy conical cylinder[J]. Aeronautical Manufacturing Technology, 2023, 66(9): 63-67, 74.

NiAl合金锥筒内压胀形-原位反应一体化成形 工艺研究*

黄钟森, 秦锦涛, 薛帅兵, 林 鹏

(太原理工大学, 太原 030024)

[摘要] 针对 NiAl 合金板坯制备及复杂薄壁构件二次成形困难的技术难题, 提出一种成形与原位反应一体化成形新工艺制造 NiAl 合金薄壳件, 即先将 Ni 箔与 Al 箔交替堆叠置于模具中, 再在固体颗粒介质作用下塑性成形, 然后使成形后的 Ni/Al 叠层薄壳件继续停留在模具中, 在固体颗粒介质压力作用下加热使 Ni/Al 叠层发生原位反应合成 NiAl 合金, 从而制得 NiAl 合金薄壳件。采用扫描电子显微镜(SEM)与能谱仪(EDS)对构件微观组织进行表征, 并对其高温力学性能进行测试。结果表明, 采用该方法制得的 NiAl 合金锥筒由单一 NiAl 相构成, 厚度方向上粗晶层与细晶层交替排布, 为典型的双峰组织, 无孔洞等缺陷。构件硬度为 317HV 且分布均匀, 1000 °C 抗拉强度为 71 MPa, 延伸率可达 74%。

关键词: NiAl 合金; 原位反应合成; 薄壳件; 固体颗粒介质成形; 双峰组织

DOI: 10.16080/j.issn1671-833x.2023.09.063



黄钟森

博士研究生, 研究方向为特种材料塑性成形。

随着航空航天工业的飞速发展, 新一代飞行器不断向着轻量化、超长航时、高承载方向发展, 对轻质耐热薄壁构件的需求不断增大^[1]。高超声速飞行器在飞行过程中, 某些关键部件如进气道、尾喷管等服役温度可达 900 °C 以上, 常用镍基高温合金来制造^[2]。但镍基高温合金由于密度大, 易导致结构超重, 难以满足当今飞行器轻量化与高推重比的要求。因此, 迫切需要新型轻质耐热材料取代镍基高温合金来制造这类复杂薄壁构件。

NiAl 合金具有熔点高、密度低、使用温度高、弹性模量高、抗氧化性能优异及热导率高等性能优点, 在航空航天等领域具有非常广阔的应用前景^[2]。高温结构材料复杂薄壁构件的一般传统制造方法为: 先通过“熔铸-锻造-轧制”方法制备出板

材, 再将板材在较高温度下二次成形出最终构件^[3-4]。但由于 NiAl 合金本征脆性, 传统方法制备板材十分困难, 粉末挤压与热等静压法^[5]制备的 NiAl 构件在 1000 °C 下强度仅为 52 MPa, 目前多以箔片层合反应合成法为主^[6-7]。如 Fan 等^[8]采用该方法制备了 NiAl 合金板, 并对其双峰结构和织物的形成机理进行了研究。虽然该方法可实现 NiAl 合金板的制备, 但 NiAl 本征脆性决定其复杂薄壁构件一般需采用 NiAl 合金板在 1000 °C 左右进行超塑成形, 成形难度大且组织性能恶化严重。

基于此, 本文提出一种成形与原位反应一体化成形制造 NiAl 薄壳件的新方法, 即采用“先成形, 后成材”的反向思路, 将具有良好延展性的 Ni 箔与 Al 箔交替堆叠置于模具内,

* 基金项目: 国家自然科学基金(51505323)。

采用固体颗粒介质加压成形出目标构件,再升温使 Ni/Al 叠层箔发生原位反应合成 NiAl 金属间化合物,从而制得 NiAl 薄壳件。该方法使 Ni/Al 叠层箔成形在先, NiAl 金属间化合物生成在后, NiAl 生成后不再二次成形,便可巧妙避免脆性 NiAl 板直接高温二次成形,同时也避免因高温成形而导致的构件组织性能恶化。

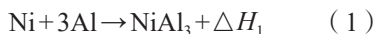
1 试验材料与方法

1.1 试验材料

试验以厚度 50 μm 的纯 Ni 箔与厚度 80 μm 的纯 Al 箔为原材料,其化学成分如表 1 和 2 所示。首先将 12 层 Ni 箔与 11 层 Al 箔裁剪为可绕成锥筒形状的扇形,尺寸如图 1 所示。然后用乙醇将箔材表面擦洗干净,去除表面油污。

1.2 试验原理

固体颗粒介质内压胀形-原位反应一体化成形工艺原理如图 2 所示。先将裁剪好的 Ni、Al 扇形箔片绕锥形凹模交替堆叠,每层箔片的接缝位置在厚向沿锥面均匀排布,使接缝在构件表面均匀分布,避免某一区域出现应力集中。在填料筒中装入粒径 0.21~0.25 mm 的 Al₂O₃ 固体颗粒,使压机带动冲头对固体颗粒介质加压, Ni、Al 叠层箔片在固体颗粒介质作用下贴紧凹模内腔。然后对模具整体加热,先升温至 640 °C 保温 4 h,使 Ni/Al 叠层发生一级反应合成 Ni/Ni₂Al₃,再升温至 1100 °C 保温 2 h 使 Ni/Ni₂Al₃ 发生二级反应合成 NiAl,从而制得 NiAl 薄壳件。最后卸载、冷却、开模取件。一级反应式如式(1)和(2)所示,二级反应式如式(3)所示,反应过程示意图如图 3 所示。



1.3 试验设备与工艺参数

固体颗粒介质内压胀形-原位反应一体化成形装置如图 4 所示。

该装置由三梁四柱液压机、电阻加热炉和成形模具等部分组成。成形模具主要由冲头、填料筒、凹模 3 部分组成, Al₂O₃ 固体颗粒性质稳定,高温下不宜烧结且方便脱模,因此成形介质选择 Al₂O₃ 固体颗粒。

固体颗粒介质内压胀形-原位反应一体化成形工艺参数如图 5 所示。首先,使压机带动冲头对固体颗粒介质施加 10 MPa 压力,使 Ni/Al 叠层箔片在固体颗粒介质作用下贴紧凹模内腔;然后,以 10 °C/min 的升温

表 1 纯 Ni 箔化学成分组成(质量分数)

Table 1 Chemical composition of pure Ni foil (mass fraction)

Co	Si	Cu	Mn	Fe	C	Ni
0.009	0.025	0.01	0.023	0.01	0.017	> 99.5

表 2 纯 Al 箔化学成分组成(质量分数)

Table 2 Chemical composition of pure Al foil (mass fraction)

Fe	Zn	Cu	Ti	Si	Mn	Al
0.04	0.001	0.0004	0.016	0.043	0.0005	> 99.5

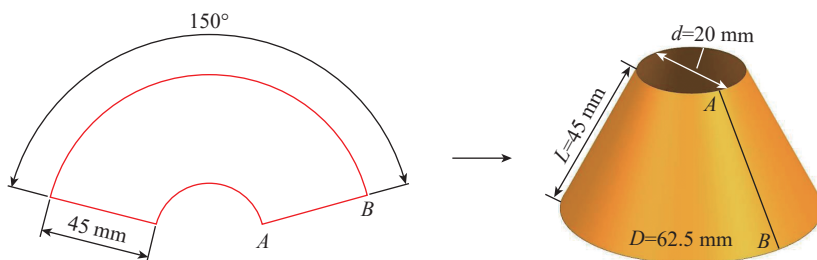


图 1 原始箔材与薄壁构件尺寸

Fig.1 Dimensions of original foils and thin-walled component

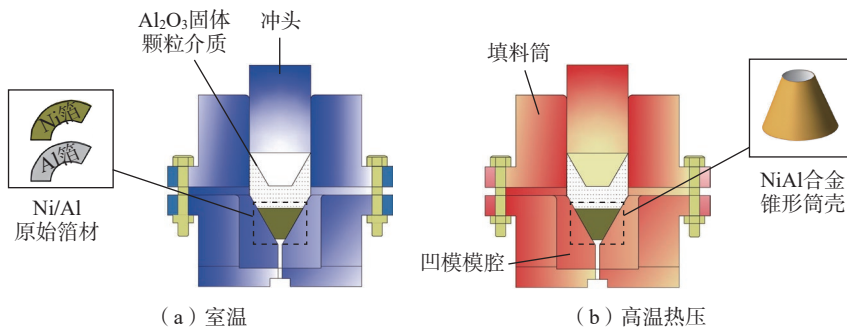


图 2 NiAl 合金锥筒固体颗粒介质内压胀形-原位反应一体化成形工艺原理图

Fig.2 Schematic diagram of integrated forming process of solid granules medium internal pressure bulging-in-situ reaction for a NiAl alloy conical cylinder

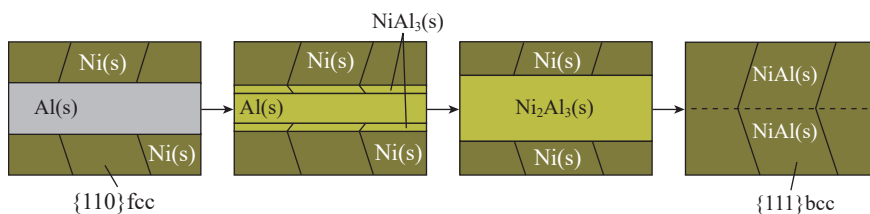


图 3 NiAl 合金反应制备原理示意图

Fig.3 Schematic diagram of reaction preparation principle of NiAl alloy

速度对模具整体进行加热至 $640\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，保温 4 h ，使 Ni/Al 叠层箔片发生一级反应；一级反应完成后，增加冲头对固体颗粒介质的压力至 15 MPa ，仍以 $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速度对模具整体加热至 $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，保温 2 h ，使叠层材料发生二级反应；二级反应完成后，卸除压力并随炉冷却至室温开模取件。

2 结果与讨论

2.1 NiAl 锥筒宏观形貌与壁厚分布

采用固体颗粒介质内压胀形-原位反应一体化成形工艺制造的 NiAl 合金锥形筒壳如图 6 所示。可见，构件成形效果良好，无裂纹、屈曲、褶皱等宏观缺陷。锥筒从小端至大端轴向壁厚分布如图 7 所示。可见，构件壁厚分布均匀，其值为

$(1.24 \pm 0.01)\text{ mm}$ 。同传统超塑性成形工艺相比，无明显壁厚减薄现象，故成形精度较高。

2.2 NiAl 锥筒微观组织

NiAl 合金锥形筒壳制造过程微观组织演变如图 8 和 9 所示。图 8 (f) 和图 9 (c) 不同区域的成分分布如表 3 所示。图 8 (a) 和 (b)、(d) 和 (e) 分别为 Ni/Al 叠层箔在 $640\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 10 MPa 下反应合成 0 h 、 0.5 h 、 2 h 和 4 h 的电子背散射图像。可以看出，一级反应后，构件微观组织由两种不同衬度的相层构成，各相层相互平行，界面平直。根据表 3 和图 8 (e) 中 A、B 点化学成分并结合文献 [9] 可知，A 点所在的衬度较亮层为 Ni 层；B 点所在的衬度较暗层为 Ni_2Al_3 层。随着反应合成时间的增加，Ni 层和

Al 层的厚度明显减小，反应制备 4 h 后原始 Al 层已消耗殆尽。在 Ni_2Al_3 层中间存在一条反应迹线，为原始 Al 层的中心线，由大小不一的微孔组成。由图 8 (f) 的 EDS 线扫结果可知，Ni 层与 Ni_2Al_3 层内无明显的成分起伏，说明成分分布均匀，界面处仅呈现微小的成分梯度。Ni/Al 叠层板经一级反应与二级反应后制得的 NiAl 合金锥筒件微观结构背散射电子像与金相组织如图 9 所示。可以看出，保温 1 h 后已经有 NiAl 相生成，但仍有部分 Ni 层未反应。将保温时间提升到 2 h 后 Ni 层完全耗尽转变为 NiAl 相，一级反应后的 Ni/ Ni_2Al_3 层状结构经二级反应后，成分衬度几近消失，由表 3 和图 9 (c) 中 C、D 点化学成分并结合文献 [9] 可知，此时，构件微观结构已完全转变为 NiAl 均质结构。由图 9 (b) 可看出，构件晶粒度分布不均，明显由粗晶层与细晶层交替排布构成，

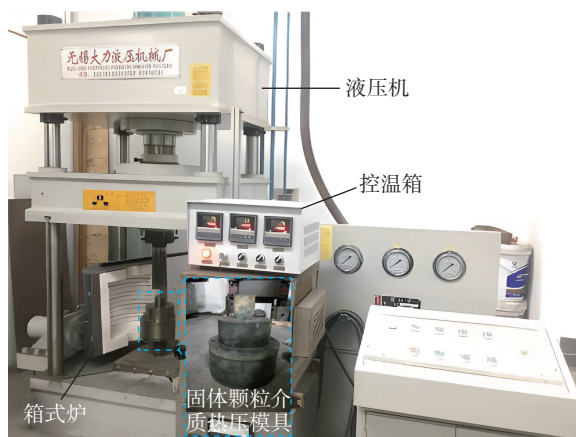


图 4 成形装置

Fig.4 Forming device

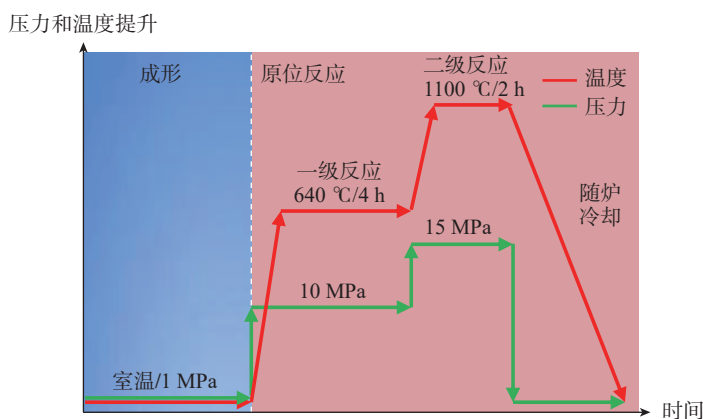


图 5 固体颗粒介质内压胀形-原位反应一体化成形工艺参数示意图

Fig.5 Schematic diagram of parameters for integrated forming process of solid granules medium internal pressure bulging-in-situ reaction

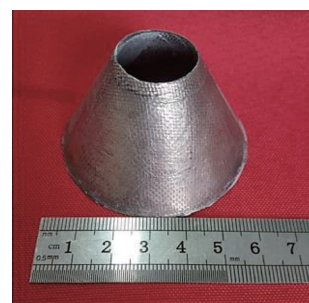


图 6 NiAl 合金锥形筒壳照片

Fig.6 Photographs of the NiAl alloy conical cylinder shell

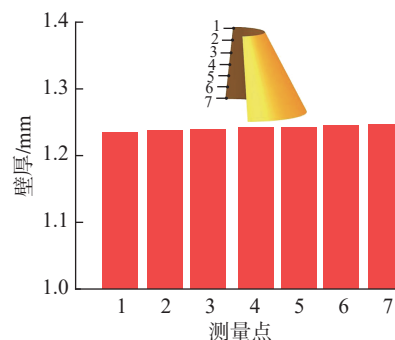


图 7 锥筒轴向壁厚分布

Fig.7 Axial wall thickness distribution of the conical cylinder

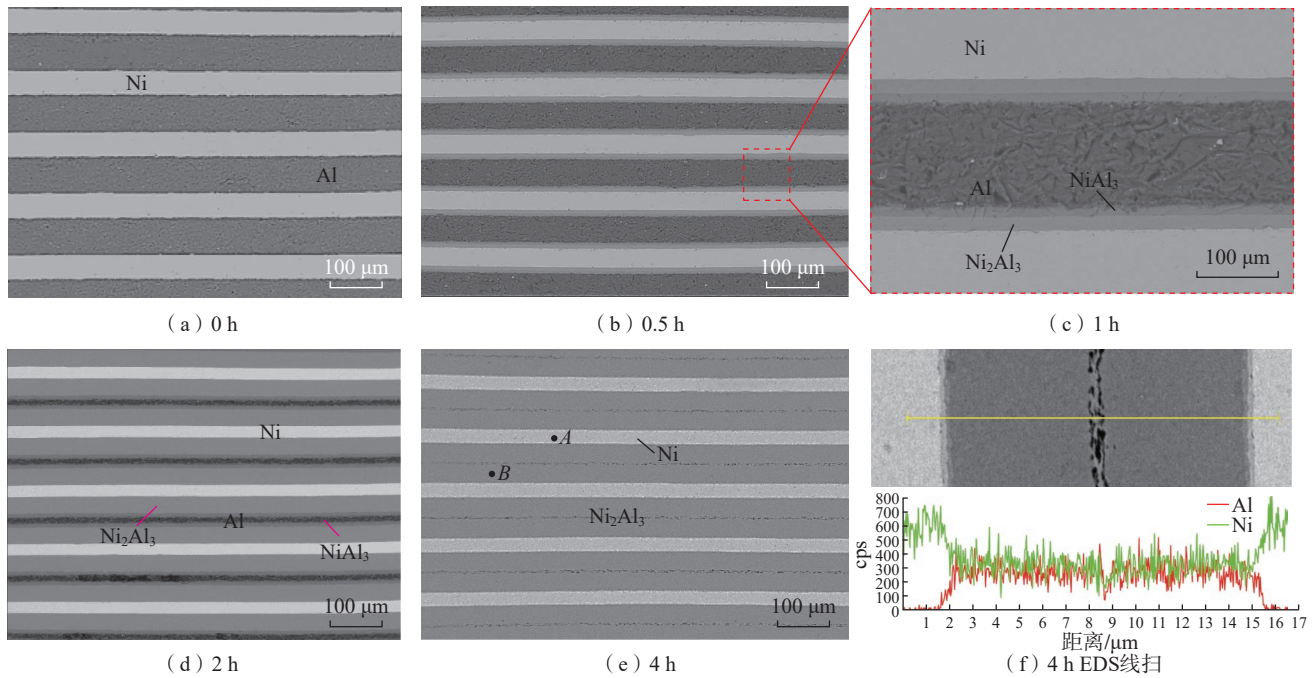


图 8 Ni/Al 叠层箔 640 °C/10 MPa 下不同阶段 SEM 组织
Fig.8 SEM microstructure at different stages of Ni/Al laminated foils at 640 °C/10 MPa

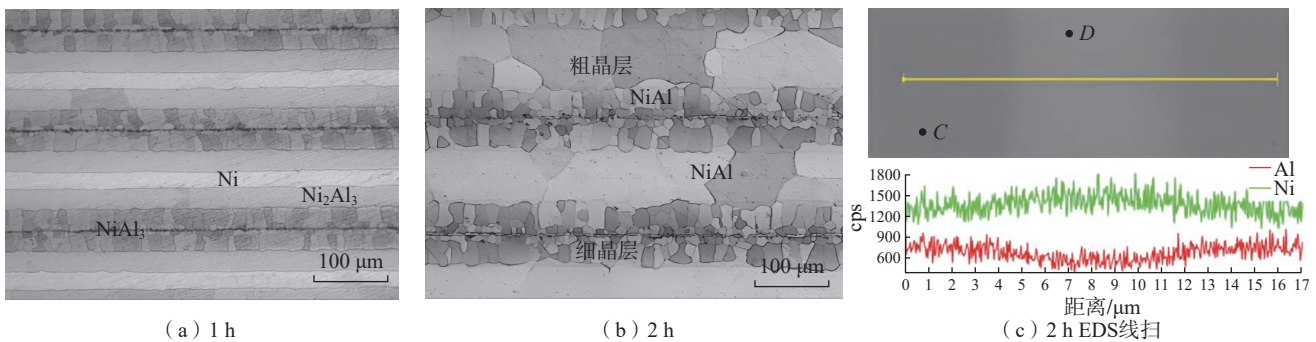


图 9 Ni/Ni₂Al₃/Ni 叠层板在 1100 °C/15 MPa 下不同阶段的微观组织
Fig.9 Microstructure of Ni/Ni₂Al₃/Ni composite plate under different stages at 1100 °C/15 MPa

表 3 图 8 (e) 和图 9 (c) 中不同区域的化学成分

Table 3 Chemical composition of different regions in Fig.8(e) and Fig.9(c)

位置	Ni 原子分数 /%	Al 原子分数 /%	相
A	100	0	Ni
B	38.70	61.30	Ni ₂ Al ₃
C	50.09	49.91	NiAl
D	43.05	56.95	NiAl

为典型的双峰组织。粗晶区晶粒度为 28 μm, 细晶区晶粒度为 10 μm, 平均晶粒度为 19 μm。原始 Al 层位置为细晶层, 原始 Ni 层位置为粗晶层。一级反应后的孔洞缺陷经二级

反应后消失。由表 3 和图 9 (c) 中 C、D 位置成分可知, 细晶层与粗晶层的原子含量百分比分别为 50.09% Ni-49.91% Al 和 43.05% Ni-56.95% Al, 细晶层 Ni/Al 原子比接近 1 : 1,

而粗晶层 Al 原子偏多, 主要由于原子扩散不充分所致。继续延长二级反应时间将会进一步促进成分均匀化。

2.3 NiAl 锥形筒力学性能

NiAl 锥形筒壳固体颗粒介质内压胀形-原位反应一体化不同阶段各部位的硬度分布如图 10 所示。原始 Ni 层与一级反应产物 Ni₂Al₃ 层的平均硬度值分别为 188HV 与 633HV, 可见, 金属间化合物 Ni₂Al₃ 的硬度远高于金属纯 Ni。Ni 与 Ni₂Al₃ 经过二级反应后完全转变为 NiAl, 其平均硬度值为 317HV, 且分布均匀。

在所制备的 NiAl 锥筒不同区域轴向切取单向拉伸试样(图 11 (a))。对拉伸试样进行高温拉伸性能测试,试验温度为 1000 °C,应变速率为 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 条件下的应力-应变曲线如图 11 (b) 所示。区域 II 与区域 III 均为无接缝区域,其抗拉强度为 71 MPa,延伸率为 74%; 区域 I 存在接缝,两级反应及少量塑性变形不足以使接缝弥合消失,在拉应力作

用下极易产生应力集中,导致过早断裂,抗拉强度与延伸率略低,分别为 70 MPa 与 57%。因此,在箔材铺设时,应尽量使箔材接缝分散分布,并通过增加压力与延长保温时间促进材料流动与原子扩散,以使接缝充分弥合,从而降低其对力学性能的影响。

3 结论

采用固体颗粒介质内压胀形-原位反应一体化工艺实现了 NiAl 合金锥筒件的成功制造,并对其组织性能进行了表征,结论如下。

(1) 采用固体颗粒介质内压胀形-原位反应一体化工艺制造的 NiAl 锥筒成形效果良好,壁厚分布均匀,尺寸精度高,无裂纹、屈曲、褶皱等宏观缺陷。

(2) NiAl 锥筒的相结构为均质 NiAl 相,厚向呈现出典型的双峰组织,由粗晶层与细晶层交替排布构成,无孔洞、裂纹等缺陷。

(3) NiAl 锥筒硬度为 317HV,且分布均匀,抗拉强度为 71 MPa,延伸率达 74%,箔片接缝的存在会使构件的力学性能降低。

参考文献

- [1] 苑世剑. 精密热加工新技术 [M]. 北京: 国防工业出版社, 2016.
- [2] YUAN Shijian. New hot processing technology[M]. Beijing: National Defense Industry Press, 2016.
- [3] 郭建亭. 有序金属间化合物镍铝合金 [M]. 北京: 科学出版社, 2003.
- [4] GUO Jianting. Ordered intermetallic compound NiAl alloy[M]. Beijing: Science Press, 2003.
- [5] GRONOSTAJSKI Z, PATER Z, MADEJ L, et al. Recent development trends in metal forming[J]. Archives of Civil and Mechanical Engineering, 2019, 19(3): 898-941.
- [6] MIKHAYLOVSKAYA A V, MOSLEH A O, MESTRE-RINN P, et al. High-strength titanium-based alloy for low-temperature superplastic forming[J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2021, 52(1): 293-302.
- [7] 郭建亭. 金属间化合物 NiAl 的研究进展 [J]. 中南大学学报(自然科学版), 2007(6): 1013-1027.
- [8] GUO Jianting. Research progress of intermetallic compound NiAl[J]. Journal of Central South University (Science and Technology), 2007(6): 1013-1027.
- [9] MORSE K. Review: Reaction synthesis processing of Ni-Al intermetallic materials[J]. Materials Science and Engineering: A, 2001, 299(1-2): 1-15.
- [10] TURLO V, POLITANO O, BARAS F. Modeling self-sustaining waves of exothermic dissolution in nanometric Ni-Al multilayers[J]. Acta Materialia, 2016, 120: 189-204.
- [11] FAN G H, WANG Q W, GENG L, et al. Fabrication, microstructure, and mechanical property of NiAl-based composite with microlaminated architecture by roll bonding and annealing treatment[J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2016, 47(3): 1280-1291.
- [12] SUN Y, LIN P, YUAN S J. A novel method for fabricating NiAl alloy sheet components using laminated Ni/Al foils[J]. Materials Science and Engineering: A, 2019, 754: 428-436.

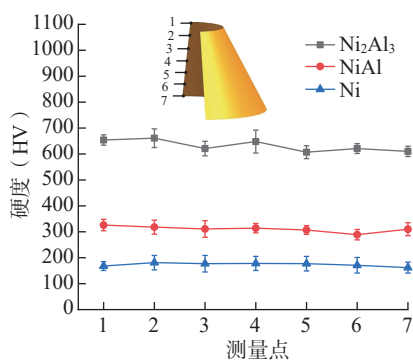
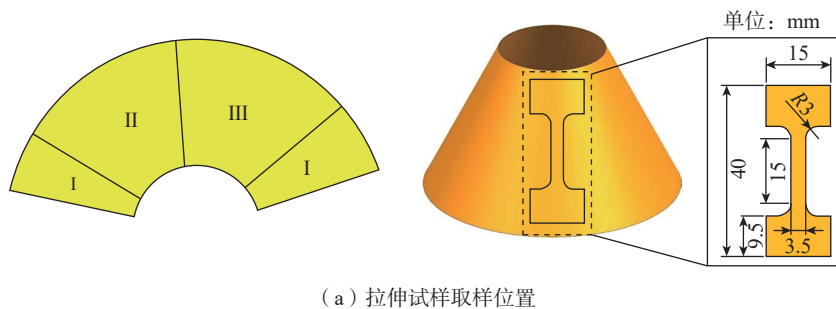
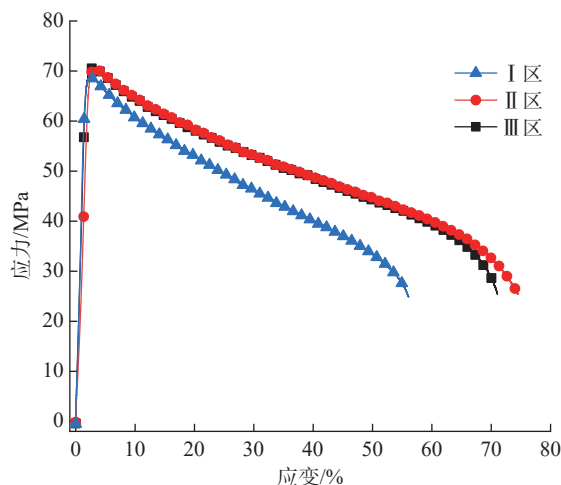


图 10 NiAl 锥筒轴向硬度分布
Fig.10 Axial hardness distribution of the NiAl conical cylinder



(a) 拉伸试样取样位置



(b) 拉伸试样在 1000 °C、应变速率 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 条件下的应力-应变曲线

图 11 NiAl 锥筒取样及高温拉伸性能测试

Fig.11 NiAl conical sampling and high temperature tensile test

通讯作者: 林鹏, 副教授, 博士, 研究领域为材料-结构-性能一体化成形。

(下转第 74 页)

Superplastic Forming/Diffusion Bonding Technology for Hollow Double Layer Structure of TA15 Titanium Alloy With Local Weight Reduction

PENG Peng¹, LIU Taiying², JIANG Shaosong^{1,3}, HOU Chenrui⁴, ZHANG Jinyuan¹, LI Yang¹,
YANG Shang¹, HAN Cong¹, LU Zhen¹

- (1. State Key Laboratory of Metal Precision Hot Processing, Harbin Institute of Technology, Harbin 150001, China;
2. Beijing Xinghang Electro-Mechanical Equipment Co., Ltd., Beijing 100074, China;
3. Harbin Hangyu Jingchuang Technology Co., Ltd., Harbin 150010, China;
4. Aviation Key Laboratory of Science and Technology on Advanced Titanium Alloys, AECC Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China)

[ABSTRACT] High-temperature tensile tests were performed on TA15 titanium alloy at strain rates of 0.001 s^{-1} , 0.005 s^{-1} , 0.01 s^{-1} and temperatures of $880\text{ }^{\circ}\text{C}$, $900\text{ }^{\circ}\text{C}$, $920\text{ }^{\circ}\text{C}$, $940\text{ }^{\circ}\text{C}$. The material exhibits excellent superplasticity with elongation exceeding 500% above $920\text{ }^{\circ}\text{C}$ and below 0.005 s^{-1} . The constitutive equations of TA15 titanium alloy and the strain sensitivity index m and material constant K values at different temperatures with strain rate of 0.005 s^{-1} were calculated. Finite element simulations were used to analyze the thickness distribution of the double-layered structural component, and pressure–time curves were obtained. At the temperature of $920\text{ }^{\circ}\text{C}$, the hollow double layer structural parts with local weight reduction are made by using pre-hollow panels SPF/DB, the minimum wall thickness is 0.31 mm , the diffusion area of the component was analyzed by ultrasonic C-scan, and the results showed that the bonding ratio is higher than 95%.

Keywords: Superplastic forming/diffusion bonding (SPF/DB); TA15 titanium alloy; Double hollow structural; Local weight reduction; Superplasticity

(责编 七七)

(上接第 67 页)

Study on Integrated Forming Process of Internal Pressure Bulging and In-Situ Reaction for NiAl Alloy Conical Cylinder

HUANG Zhongsen, QIN Jintao, XUE Shuaibing, LIN Peng
(Taiyuan University of Technology, Taiyuan 030024, China)

[ABSTRACT] In view of the technical difficulties in the preparation of NiAl alloy sheets and the secondary forming of the complex thin-walled components, a new integrated process of forming and in-situ reaction is proposed to manufacture NiAl alloy thin shell parts. First, the Ni foils and Al foils are alternately stacked in the mold and plastic forming is performed under the action of solid granules medium, then the formed Ni/Al laminated thin shell parts continue to stay in the mold and are heated under the pressure of the solid granules medium, leading to the in-situ reaction of Ni/Al layers into the NiAl alloy. Finally, the NiAl thin shells are manufactured. The microstructure of the component was characterized by scanning electron microscopy (SEM) and energy dispersive spectroscopy (EDS), and the high temperature mechanical properties were tested. The results show that the NiAl alloy conical shell is composed of single NiAl phase, and the coarse crystal layer and fine crystal layer are alternately distributed in the thickness direction, which is a typical bimodal structure without holes and other defects. The component hardness is 317HV and the distribution is uniform, the tensile strength is 71 MPa at $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$, and the elongation can reach 74%.

Keywords: NiAl alloy; In-situ reaction synthesis; Thin-walled components; Solid granules medium forming; Bimodal structure
(责编 七七)