

# 烧结温度对 SPS 制备 TA15 钛合金组织与拉伸性能的影响

徐嘉<sup>1,2</sup>, 苏旭文<sup>1,2</sup>, 王海丽<sup>1</sup>, 孙国栋<sup>2</sup>

(1. 西安石油大学 材料科学与工程学院, 陕西 西安 710065)

(2. 西安稀有金属材料研究院有限公司, 陕西 西安 710016)

**摘要:** 利用放电等离子烧结法 (SPS) 制备 TA15 钛合金试样, 并采用扫描电子显微镜、自动转塔显微硬度计和电子万能试验机研究烧结温度对合金显微组织、硬度与力学性能的影响。结果表明, 烧结温度对 TA15 钛合金微观组织具有显著影响, 当烧结温度在 900 °C 以上时, TA15 钛合金由等轴组织转变为魏氏组织, 且原始  $\beta$  相尺寸增大, 魏氏组织中片层间距更加细密。在烧结温度 850 °C、烧结时间 5 min、烧结压力 40 MPa 条件下, TA15 钛合金具有最佳的力学性能, 室温抗拉强度和屈服强度分别为 1032.15、943.39 MPa, 延伸率为 17.72%。

**关键词:** TA15 钛合金; 放电等离子烧结; 显微组织; 室温拉伸性能

中图分类号: TF124; TG146.23

文献标识码: A

文章编号: 1009-9964(2022)02-007-05

## Effect of Sintering Temperature on Microstructure and Tensile Properties of TA15 Titanium Alloy Prepared by SPS

Xu Jia<sup>1,2</sup>, Su Xuwen<sup>1,2</sup>, Wang Haili<sup>1</sup>, Sun Guodong<sup>2</sup>

(1. School of Materials Science and Engineering, Xi'an Shiyou University, Xi'an 710065, China)

(2. Xi'an Rare Metal Materials Research Institute Co., Ltd., Xi'an 710016, China)

**Abstract:** TA15 titanium alloy specimen was prepared by spark plasma sintering (SPS), and the effects of sintering temperature on microstructure, hardness and mechanical properties of TA15 titanium alloy were studied by scanning electron microscope, automatic turret microhardness meter and electron universal testing machine. The results show that the microstructure of TA15 titanium alloy specimen is mainly determined by sintering temperature. When the sintering temperature is above 900 °C, the microstructure changes from equiaxed structure to Widmanstätten structure, and the size of original  $\beta$  phase obviously increases, while the lamellar spacing in Widmanstätten structure decreases. When the sintering temperature is 850 °C, sintering time is 5 min, and sintering pressure is 40 MPa, TA15 titanium alloy has the best mechanical properties, with the tensile strength and yield strength of 1032.15, 943.39 MPa, respectively, and the elongation is 17.72%.

**Key words:** TA15 titanium alloy; spark plasma sintering; microstructure; room temperature tensile properties

钛及钛合金因其质轻、比强度高、耐腐蚀性好和生物相容性优良而被广泛应用于航空航天、石油化工、生物医疗等领域<sup>[1-4]</sup>。钛合金的传统制备方法有熔炼、铸造和粉末冶金法<sup>[5-8]</sup>。经熔炼和铸造获得的钛合金易出现不均匀的微观组织, 进而导致材料性能不均匀<sup>[9,10]</sup>。相比之下, 粉末冶金法可以

最大限度地减少合金成分偏聚, 消除粗大、不均匀的组织。因此, 粉末冶金法被认为是一种很有希望用于制造高性能钛合金的方法。放电等离子烧结法 (SPS) 是近年发展起来的一种新型粉末冶金技术, 具有升温速度快、烧结时间短、烧结气氛可控、节能环保等特点。近年来, 研究者在利用 SPS 技术制备钛合金方面进行了大量研究<sup>[11]</sup>。Zhang 等<sup>[12]</sup>采用 SPS 技术制备了具有三维网络结构的石墨烯 (GR) 增强 Ti6Al4V 纳米复合材料, 当 GR 质量分数为 0.5%

收稿日期: 2021-12-08

基金项目: 陕西省自然科学基金资助项目 (2020JC-50)

通信作者: 孙国栋 (1990—), 男, 工程师。

时, GR/Ti6Al4V 复合材料表现出很高的抗压强度。Huang 等<sup>[13]</sup>以 Ti6Al4V 合金粉末和 TiB 纳米线为原料, 采用 SPS 技术制备出具有三维网状结构的复合材料。研究表明, TiB/Ti6Al4V 复合材料具有优异的拉伸性能。

TA15 钛合金名义成分为 Ti-6.5Al-2Zr-1Mo-1V, 是一种高铝含量的近  $\alpha$  型钛合金, 不仅具有良好的可焊性, 而且具有比强度高、高温力学性能优良以及耐腐蚀性好等优点, 在航空航天领域应用前景广阔<sup>[14]</sup>。钛合金的微观组织对其力学性能的影响较大<sup>[15]</sup>, 而微观组织受烧结温度的影响较大。因此, 本研究采用 SPS 工艺制备 TA15 钛合金, 探索通过控制烧结温度实现微观组织的调控, 进而达到优化其力学性能的目的。

## 1 实验

实验原材料为西安欧中材料科技有限公司生产的球形 TA15 钛合金粉末, 粒径为 15 ~ 53  $\mu\text{m}$ , 化学成分(质量分数, %)为: Al 6.40, V 2.12, Mo 1.31, Zr 2.00, Si 0.01, Fe 0.033, 余量为 Ti。图 1 为 TA15 钛合金粉末的扫描电子显微镜(SEM)照片。可以看出, 该 TA15 钛合金粉末均呈球形, 具有良好的流动性。

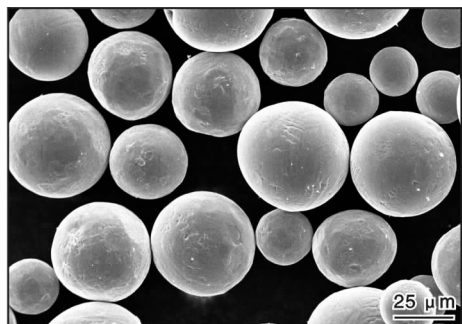


图 1 TA15 钛合金粉末的 SEM 照片

Fig. 1 SEM photograph of TA15 titanium alloy powder

采用 SPS-80T-20 型放电等离子烧结炉进行热压烧结。取 TA15 钛合金粉末 120 g, 放入直径为 50 mm 的石墨模具中, 在真空环境下进行热压烧结。根据现有研究成果<sup>[16]</sup>, 选择烧结温度分别为 800、850、900、1000  $^{\circ}\text{C}$ , 烧结压力为 40 MPa, 真空度小于 10 Pa, 升温速率为 100  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , 保温时间为 5 min。烧结后得到  $\phi 50 \text{ mm} \times 13 \text{ mm}$  的圆坯。

采用线切割从烧结块体上切取试样, 取样位置

远离块体表面。拉伸试样标距为 16 mm, 宽度为 4 mm, 厚度为 2 mm, 具体尺寸如图 2 所示。采用 UTM5105X 型电子万能试验机进行拉伸性能测试, 试验结束后利用 SEM 观察试样断口形貌。切取 10 mm  $\times$  10 mm  $\times$  5 mm 的块样, 采用阿基米德排水法测量密度。切取 5 mm  $\times$  5 mm  $\times$  2 mm 的金相试样, 依次经过 80#、160#、600#、800#、1000#、1500#、2000# 砂纸打磨, 然后用氢氟酸、硝酸和水组成的混合酸(体积比为 5:10:85)进行腐蚀。采用 SEM 观察微观组织。采用 HVS-1000 型数显自动转塔显微硬度计测量硬度, 载荷为 0.98 N, 保压时间为 20 s。每个样品随机选取 5 个点进行测量, 取平均值作为实验结果。

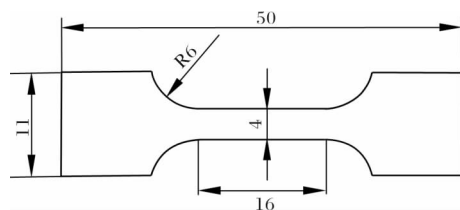


图 2 TA15 钛合金拉伸试样尺寸示意图

Fig. 2 Dimension diagram of TA15 titanium alloy tensile specimen

## 2 结果与讨论

### 2.1 烧结温度对密度的影响

对不同烧结温度下制备的 TA15 钛合金进行密度测量, 结果如图 3 所示。由图 3 可以看出, TA15 钛合金的密度随烧结温度的升高先急剧增大然后趋于稳定。烧结温度的升高加快了原子扩散, 而原子扩散越充分, 合金粉末之间的空隙和气孔在很大程度上会得到消除, 所以当烧结温度从 800  $^{\circ}\text{C}$  升高至

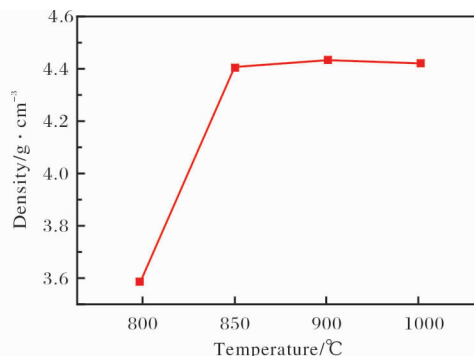


图 3 不同烧结温度下 TA15 钛合金的实测密度

Fig. 3 Measured density of TA15 titanium alloy at different sintering temperatures

850 °C时, 烧结试样的密度发生跨越式增大, 达到 4.405 g/cm<sup>3</sup>; 当烧结温度为 900 °C时, 烧结试样的密度达到最大(4.439 g/cm<sup>3</sup>); 随着烧结温度进一步的升高, 烧结试样的密度基本保持不变。

## 2.2 烧结温度对微观组织的影响

不同烧结温度下制备的TA15钛合金的微观组织如图4所示。当烧结温度为800 °C时, TA15钛合金的微观组织表现出明显的球状形貌特征, 并且存在许多孔洞, 这说明TA15钛合金并未完全致密化, 粉末未能形成冶金结合(图4a)。烧结温度升高至850 °C时, 烧结试样已经基本致密化, 看不到明显的孔洞, 显微组织以等轴 $\alpha$ 相为主, 另有少量板条状 $\alpha$ 相(图4b)。烧结温度为900 °C时, TA15钛合金为魏氏组织, 且组织中残留有少量的等轴 $\alpha$ 相。其 $\alpha$ 相多数呈细小的片层状,  $\beta$ 相含量增多, 相界清晰(图4c)。相关研究表明, TA15钛合金的相变点为985 °C<sup>[17]</sup>, 且在相变点以下短时间加热, 显微组织变化不大<sup>[18]</sup>。然而, 本实验中TA15钛合金在900 °C烧结时由等轴组织转变为魏氏组织。分析认为, 一方面是由于SPS烧结过程是在石墨模具中进行的, 而红外控温是在模具外部, 模具过厚导致显示温度滞后于实际温度, 使得实际温度过高; 另一方面, 外部电压和真空度的波动也会影响烧结试样的实际温度, 会在波动的瞬间出现温度过高或过低情况。当烧结温度升高到1000 °C时, 其微观组织为典型的魏氏组织(图4d)。烧结过程中, 由于烧结温

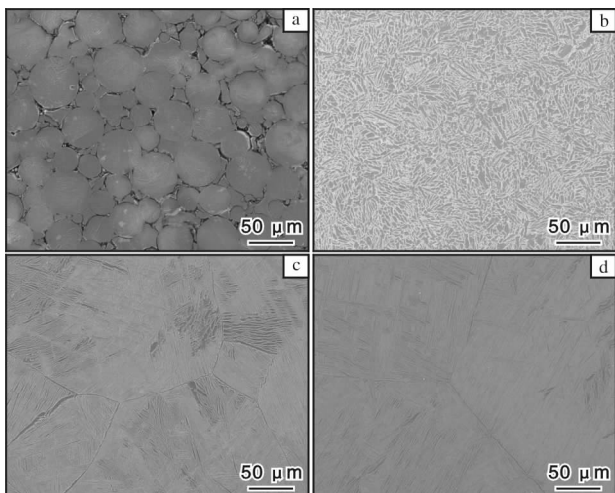


图4 不同烧结温度下TA15钛合金试样的SEM照片  
Fig. 4 SEM microstructures of TA15 titanium alloy samples at different sintering temperatures: (a) 800 °C; (b) 850 °C; (c) 900 °C; (d) 1000 °C

度高于相变点,  $\alpha$ 相全部转变为 $\beta$ 相并不断长大, 随后在随炉冷却过程中 $\alpha$ 相在 $\beta$ 晶界上成核, 并以片层状长大嵌入 $\beta$ 晶粒内形成魏氏组织。此外, 从图4b~4d可以看出, 850、900、1000 °C烧结样品组织分布均匀, 没有孔洞存在。

## 2.3 烧结温度对硬度的影响

图5为不同烧结温度下制备的TA15钛合金试样的显微硬度。由图5可以看出, 随着烧结温度的升高, TA15钛合金试样的硬度逐渐增大。此外, 烧结温度为800 °C时, 试样硬度偏差较大, 而其他烧结温度下试样的硬度偏差均较小。这是由于800 °C烧结的试样不致密, 存在较多孔洞所致。

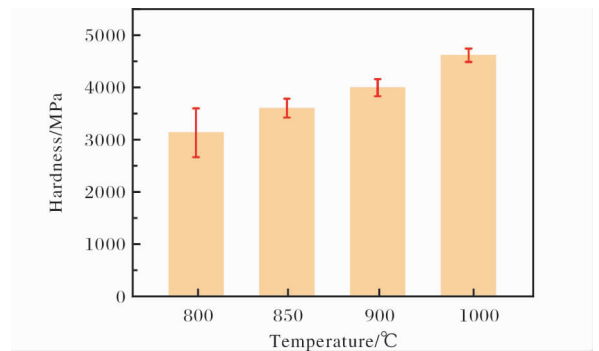


图5 不同烧结温度下TA15钛合金的显微硬度

Fig. 5 Micro-hardness of TA15 titanium alloy at different sintering temperatures

## 2.4 烧结温度对室温拉伸性能的影响

图6为不同烧结温度下制备的TA15钛合金的室温拉伸工程应力-应变曲线。由于在800 °C烧结的TA15钛合金试样有大量孔洞, 无法完成拉伸试验, 故本实验只得到了850、900、1000 °C烧结试样的拉伸数据。由图6可以看出, 随着烧结温度的升高, TA15钛合金试样的强度和塑性均呈降低趋势。当烧结温度为850 °C, 试样的室温拉伸性能最优, 抗拉强度、屈服强度分别为1032.15、943.39 MPa, 延伸率为17.72%。当烧结温度提高至900 °C和1000 °C后, 拉伸性能明显下降, 抗拉强度分别为980.59、819.36 MPa, 屈服强度分别为836.58、695.16 MPa, 延伸率分别为13.80%、6.98%。拉伸性能变化主要由显微组织变化引起。850 °C时TA15钛合金试样为等轴组织, 拉伸过程中协调变形能力好。当温度升高至900、1000 °C时, 试样组织转变为魏氏组织, 该组织在拉伸过程中的协调变形能力较差, 因而表现出较低的拉伸性能。



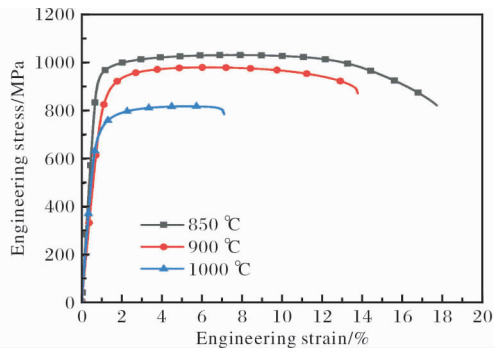


图6 不同烧结温度下TA15钛合金试样的拉伸工程应力-应变曲线

Fig. 6 Enginerring tensile stress-strain curves of TA15 titanium alloy specimens at different sintering temperatures

## 2.5 断口形貌分析

图7为不同烧结温度下制备的TA15钛合金试样的拉伸断口形貌。从断口宏观形貌(图7a、7c、7e、

7g)可以看出,800 °C烧结试样为脆性断裂,850 °C烧结试样为韧性断裂,900、1000 °C烧结试样又转变为脆性断裂。从TA15钛合金试样拉伸断口的局部放大形貌可以看出,当烧结温度为800 °C时,可以看到球形的原始粉末,球面上残留有烧结颈的断裂痕迹(图7b)。当烧结温度升高至850 °C时(图7d),断口由等轴韧窝组成,韧窝小而密集,且较深,因而表现出较好的拉伸性能。当烧结温度为900 °C时(图7f),断口由韧窝和沿晶断裂面组成,出现沿晶断裂现象,断裂面上韧窝分布不均匀,大韧窝周围分布有小韧窝,宏观上表现为强度、塑性下降。当烧结温度为1000 °C时(图7h),断口呈现韧窝和解理断裂的混合特征,大部分韧窝很浅,且分布不均匀,还有一些平面上没有韧窝,试样发生沿晶断裂,其塑性和强度较低。这与拉伸性能测试结果相一致。

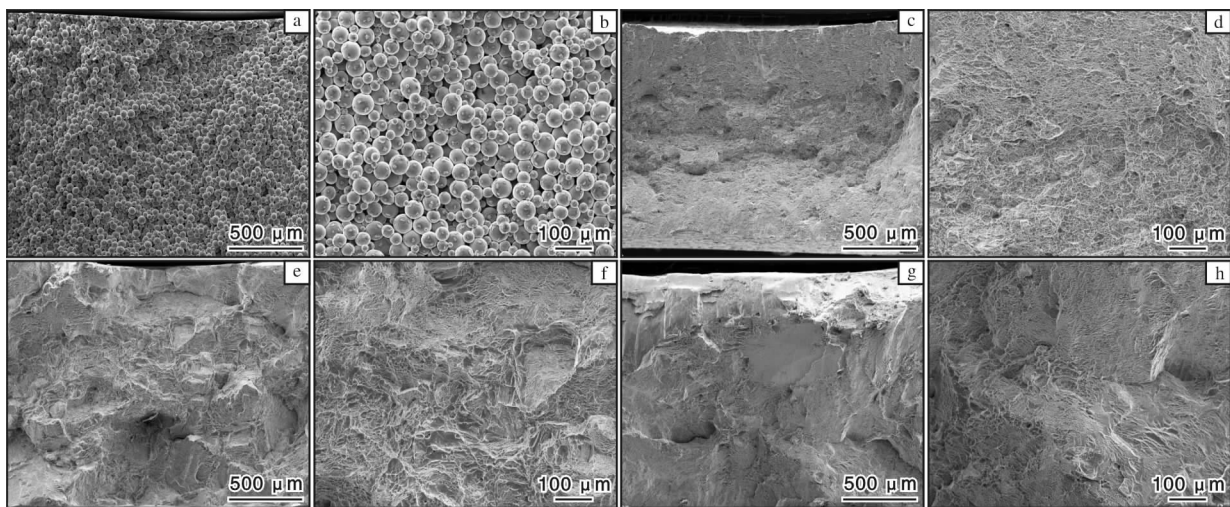


图7 不同烧结温度下TA15钛合金试样的拉伸断口形貌

Fig. 7 Tensile fracture morphologies of TA15 titanium alloy specimens at different sintering temperatures; (a, b) 800 °C; (c, d) 850 °C; (e, f) 900 °C; (g, h) 1000 °C

## 3 结论

(1) 采用SPS工艺烧结制备TA15钛合金,在烧结温度850 °C、烧结压力40 MPa及保温时间5 min条件下,可获得致密的TA15钛合金,烧结试样密度为4.405 g/cm<sup>3</sup>。

(2) 烧结温度由850 °C升高到900、1000 °C后,TA15钛合金试样的微观组织由等轴组织转变为魏氏组织。

(3) 烧结温度为850 °C时,TA15钛合金试样的

拉伸性能最佳,室温抗拉强度、屈服强度分别为1032.15、943.39 MPa,延伸率为17.72%。

## 参考文献 References

- [1] Li Y X, Gao P F, Yu J Y, et al. Mesoscale deformation mechanisms in relation with slip and grain boundary sliding in TA15 titanium alloy during tensile deformation[J]. Journal of Materials Science & Technology, 2022, 98: 72–86.
- [2] 李兴无,沙爱学,张旺峰,等. TA15合金及其在飞机结构中的应用前景[J]. 钛工业进展, 2003, 20(4/5): 90

-94.

- [3] 张明杰, 齐立春, 黄利军, 等. TA15 钛合金挤压薄壁型材拉伸性能及差异性研究[J]. 钛工业进展, 2020, 37(5): 7-11.
- [4] Boyer R R. An overview on the use of titanium in the aerospace industry[J]. Materials Science and Engineering A, 1996, 213(1/2): 103-114.
- [5] Ramanathan A, Krishnan P K, Muraliraja R. A review on the production of metal matrix composites through stir casting-furnace design, properties, challenges, and research opportunities[J]. Journal of Manufacturing Processes, 2019, 42: 213-245.
- [6] Qi J Q, Sui Y W, Chang Y, et al. Superior ductility in as-cast TiC/near- $\alpha$  Ti composite obtained by three-step heat treatment[J]. Vacuum, 2016, 126: 1-4.
- [7] Adegbenjo A O, Olubambi P A, Potgieter J H, et al. Spark plasma sintering of graphitized multi-walled carbon nanotube reinforced Ti6Al4V[J]. Materials & Design, 2017, 128: 119-129.
- [8] Huang L J, Geng L, Wang B, et al. Effects of extrusion and heat treatment on the microstructure and tensile properties of in situ TiBw/Ti6Al4V composite with a network architecture[J]. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 2012, 43: 486-491.
- [9] Shirvanimoghaddam K, Hamim S U, Akbari M K, et al. Carbon fiber reinforced metal matrix composites: fabrication processes and properties[J]. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 2017, 92: 70-96.
- [10] Kondoh K, Threrujirapong T, Imai H, et al. Characteristics of powder metallurgy pure titanium matrix composite reinforced with multi-wall carbon nanotubes[J]. Composites Science and Technology, 2009, 69(7/8): 1077-1081.
- [11] Azarniya A, Azarniya A, Sovizi S, et al. Physicomechanical properties of spark plasma sintered carbon nanotube-reinforced metal matrix nanocomposites[J]. Progress in Materials Science, 2017, 90: 276-324.
- [12] Zhang F M, Wang J, Liu T F, et al. Enhanced mechanical properties of few-layer graphene reinforced titanium alloy matrix nanocomposites with a network architecture[J]. Materials & Design, 2020, 186: 108330.
- [13] Huang L Q, Wang L H, Qian M, et al. High tensile-strength and ductile titanium matrix composites strengthened by TiB nanowires[J]. Scripta Materialia, 2017, 141: 133-137.
- [14] Hou J B, Chi F H, Chi L D, et al. Effects of the interface and mechanical properties of GNPs/TA15 composites through adding B powders[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2021: 162538.
- [15] 程超, 陈志勇, 秦绪山, 等. TA32 钛合金厚板的微观组织, 织构与力学性能[J]. 金属学报, 2019, 56(2): 193-202.
- [16] 林彰乾, 郑伟, 李浩, 等. 放电等离子烧结 TA15 钛合金及石墨烯增强 TA15 复合材料微观组织与力学性能[J]. 金属学报, 2021, 57(1): 111-120.
- [17] 何伟, 杜小平, 马红征, 等. TA15 钛合金相变点的测定[J]. 机械工程与自动化, 2014(4): 104-105.
- [18] 张金赞. 放电等离子烧结 Ti-6Al-4V 的组织与性能研究[J]. 重型机械, 2017(1): 35-38.

## 行业动态

### 天成航材 17 t 真空自耗电弧炉正式投产

2022年4月, 陕西天成航空材料有限公司(以下简称“天成航材”)技改扩建二期项目之一的17 t真空自耗电弧炉(VAR炉)正式投产。该VAR炉引进自奥地利INTECO公司, 可生产最大直径1160 mm、最大长度3700 mm、最大质量17 t的钛及钛合金铸锭。现利用该VAR炉已成功生产出直径1080 mm、长度2850 mm、质量12 t的TA1纯钛铸锭。经检测, 该铸锭表面质量及化学成分均达到工艺设计要求。

该VAR炉的全面投产, 是天成航材熔炼能力的再次提质升级, 将进一步满足高端钛合金研发试制及产能提升的需求, 助力国产钛合金的快速转型升级。

此外, 天成航材技改扩建二期项目中的最后1台10 t VAR炉也已经进入调试阶段。正式投产后, 天成航材铸锭年产能将达到10 000 t。

(樊昱茹)