

SPS 烧结时间对 Ti_2AlNb 合金组织与力学性能的影响

陈金坤¹, 姜凤阳¹, 思芳¹, 杜予暄², 王俊勃¹, 刘江南¹

(1. 西安工程大学 材料工程学院, 陕西 西安 710048)

(2. 西部超导材料科技股份有限公司, 陕西 西安 710018)

摘要: 采用高能球磨法和放电等离子烧结技术 (SPS) 制备了 Ti_2AlNb 合金, 研究了不同烧结时间对 Ti_2AlNb 合金微观组织及力学性能的影响。利用扫描电子显微镜 (SEM) 和 X 射线衍射仪 (XRD) 对合金显微组织及物相结构进行表征, 利用万能拉伸试验机对合金拉伸性能进行测试。结果表明, 烧结时间不会改变合金的物相组成, 不同烧结时间下所制备的 Ti_2AlNb 合金均由 B2 相、胞状 α_2 相和针状 O 相组成; 在烧结温度 1000 °C、烧结时间 70 min、压强 50 MPa 条件下, Ti_2AlNb 合金中针状 O 相数量较多且分布均匀, 其室温拉伸强度可达 454.6 MPa。

关键词: Ti_2AlNb 合金; 放电等离子烧结; 烧结时间; 力学性能

中图分类号: TG146.23

文献标识码: A

文章编号: 1009-9964(2024)03-009-05

Effect of Sintering Time on Microstructure and Mechanical Properties of Ti_2AlNb Alloy Prepared by SPS

Chen Jinkun¹, Jiang Fengyang¹, Si Fang¹, Du Yuxuan², Wang Junbo¹, Liu Jiangnan¹

(1. School of Materials Engineering, Xi'an Polytechnic University, Xi'an 710048, China)

(2. Western Superconducting Technologies Co., Ltd., Xi'an 710018, China)

Abstract: Ti_2AlNb alloy was prepared by high-energy ball milling and spark plasma sintering (SPS), and the effects of different sintering time on microstructure and mechanical properties of Ti_2AlNb alloy were investigated. Scanning electron microscope (SEM) and X-ray diffractometer (XRD) were used to characterize the microstructure and phase composition of the alloy, and the tensile properties of the alloy were tested using a universal tensile testing machine. The results show that the sintering time can't change the phase composition of the alloy, and the Ti_2AlNb alloys prepared under different sintering time are composed of B2 phase, cytosolic α_2 phase, and acicular O phase. Under the conditions of sintering temperature of 1000 °C, sintering time of 70 min and pressure of 50 MPa, the acicular O phase distributes uniformly, and the number is larger, the tensile strength of the alloy reaches 454.6 MPa at room temperature.

Keywords: Ti_2AlNb alloy; spark plasma sintering; sintering time; mechanical properties

Ti_2AlNb 合金是一种以有序正交结构 O 相为主要组成相的金属间化合物^[1], 因其兼具热强性、高强度、低密度及较好的抗氧化性^[2-5], 被广泛应用于航空航天、生物医疗和汽车领域。 Ti_2AlNb 合金的制备方法有真空自耗电弧熔炼^[6]、增材制造^[7]、粉末冶金^[8]、放电等离子

烧结 (SPS) 等。其中, SPS 是制备 Ti_2AlNb 合金的一种新型粉末冶金技术, 相对于其他烧结方法具有更高的加热温度和更快的冷却速度, 可以有效阻碍烧结过程中晶粒的生长, 制造出性能良好的合金材料。烧结温度和烧结时间是放电等离子烧结技术中影响合金组织与力学性能的 2 个重要因素, 不同烧结温度和不同烧结时间所制备的 Ti_2AlNb 合金性能不同, 主要是由 B2 相、 α_2 相和 O 相形貌和体积分数不同导致的。窦博等人^[9]以 Ti、Al、Nb 单质粉末为原料, 采用放电等离子烧结技术在烧

收稿日期: 2024-04-09

基金项目: 西安市重大科技成果转化及产业化项目 (20GXSF0010);
咸阳市重大科技创新专项 (L2023-ZDKJ-JSGG-GY-011)

通信作者: 姜凤阳 (1986—), 男, 讲师。

结温度 1000 °C、保温时间 30 min 条件下制备出了晶粒分布均匀、力学性能优异的 Ti₂AlNb 合金, 但并未对烧结时间的影响做出进一步探究; Niu 等人^[10]通过放电等离子烧结技术在不同烧结温度下制备了 Ti₂AlNb 合金, 发现烧结温度为 1000 °C 时, 粉末颗粒的树枝状特征和原始边界消除, 形成了完全致密的 Ti₂AlNb 合金压块, 由此确定最佳烧结温度为 1000 °C, 但并未在此基础上对最佳烧结时间进行深入探究, 从而确定最佳烧结工艺; 李梦晨等人^[11]利用放电等离子烧结技术制备了 Ti₂AlNb 合金, 探究了不同烧结温度下, 合金在烧结过程中的相转变和微观组织演化, 重点阐述了烧结温度对合金组织及力学性能的影响, 但并未对烧结时间的影响进行深入研究。

因此, 本研究以 Ti、Al、Nb 单质粉末为原料, 利用高能球磨法和放电等离子烧结技术制备了 Ti₂AlNb 合金, 分析了不同烧结时间下合金组织形貌的变化, 并构建了该合金组织中各相的生成机理与变化模型, 探讨了不同烧结时间对合金力学性能的影响, 以期更好地优化烧结工艺, 提高 Ti₂AlNb 合金的力学性能。

1 实验

实验原材料为 Ti 粉、Al 粉、Nb 粉, 纯度均为分析纯。按照 Ti-22Al-27Nb 合金的化学成分比分别称取 3.3、0.8、3.4 g 的 Ti、Al、Nb 单质粉末, 放入高能球磨机不锈钢罐中, 采用湿法球磨工艺进行球磨, 球磨时间为 30 min, 球料比为 10:1。将球磨得到的预合金粉末放入石墨模具中, 采用放电等离子热压烧结炉烧结, 烧结温度设置为 1000 °C, 烧结压强为 50 MPa, 烧结保温时间分别为 50、60、70、90 min, 随炉冷却后取出 Ti₂AlNb 合金样品。

采用 DX-2700BH 型 X 射线衍射仪 (XRD) 分析 Ti₂AlNb 合金的物相组成及晶体结构。采用 Quanta 450 FEG 型扫描电子显微镜 (SEM) 观察 Ti₂AlNb 合金的微观形貌。采用 IE250 X Max50 型能谱仪 (EDS) 进行微区成分分析。采用 Instron 5500R 型电子万能拉伸试验机进行力学性能测试。

2 结果与分析

2.1 物相组成分析

图 1 为不同烧结时间下制备的 Ti₂AlNb 合金的 XRD 图谱。对比标准 PDF 卡片可以看出, 39.08°、57.14°、71.40° 处的衍射峰分别与 Ti₂AlNb 合金 B2 相的 (110)、(200)、(211) 晶面一致; 39.88°、53.82° 处的衍射峰分别与 Ti₂AlNb 合金 O 相的 (221)、(042) 晶面一致; 26.44°、40.60°、42.96° 处的衍射峰分别与 Ti₂AlNb 合金

α₂ 相的 (101)、(201)、(102) 晶面一致, 由此可以确定不同烧结时间所制备的 Ti₂AlNb 合金均由 B2 相、α₂ 相、O 相组成。此外, Ti₂AlNb 合金试样的 XRD 图谱中没有其他化合物的衍射峰出现, 表明所制备的试样为纯度较高的 Ti₂AlNb 合金。

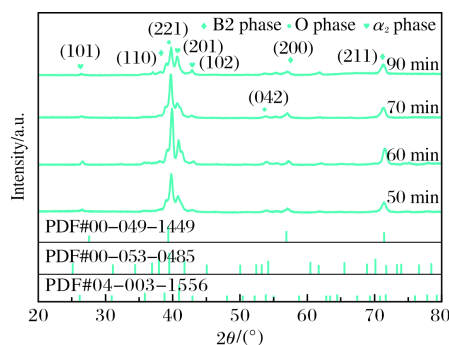


图 1 Ti₂AlNb 合金的 XRD 图谱

Fig.1 XRD patterns of Ti₂AlNb alloy

通过 XRD 各相峰值占比可计算出各相的体积分数, 如图 2 所示。烧结时间在 50~60 min 内, O 相和 B2 相减少, α₂ 相增多, 表明在该时间段内发生了 B2+O→α₂ 的相变; 烧结时间在 60~70 min 内, O 相和 B2 相增多, α₂ 相减少, 表明在该时间段内发生了 α₂→O+B2 的相变; 烧结时间在 70~90 min 内, B2 相的含量基本保持不变, O 相减少, α₂ 相增多, 表明在该时间段内发生了 O→B2→α₂ 的相变。

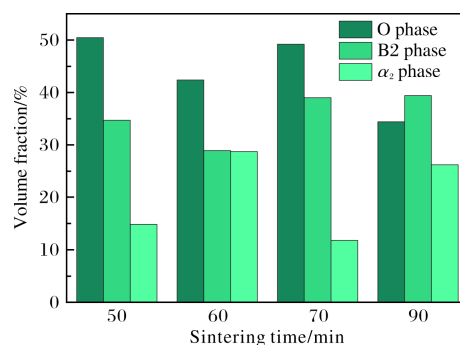


图 2 Ti₂AlNb 合金中各相体积分数

Fig.2 Volume fraction of each phase in Ti₂AlNb alloy

2.2 微观形貌及能谱分析

图 3 为不同烧结时间下制备的 Ti₂AlNb 合金 SEM 照片。从图 3 可以看出, Ti₂AlNb 合金纯度较高, 没有其他杂质生成。利用 EDS 对图 3a 中典型区域 A、B、C 点进行微区成分分析, 结果如表 1 所示。从表 1 可以看出, Ti₂AlNb 合金 SEM 照片中 A 点主要成分为 Ti 元素和 Al 元素, 并含有微量 Nb 元素, 其中 Ti 元素和 Al 元素的原子比接近 3:1, 对应 Ti₂AlNb 中的 α₂ 相

(Ti₃Al), 可以确定图 3a 中连续块状黑色物质为 α₂ 相^[12-14]; B 点 Ti 的原子分数低于 A 点和 C 点, 且 Nb 的原子分数远高于 A 点和 C 点, 可以确定浅黑色物质为

B2 基体相^[15-16]; C 点 Ti 的原子分数远高于 A 点和 B 点, 且 Al 和 Nb 的原子分数相接近, 可以确定 C 点亮灰色物质为针状 O 相^[17]。

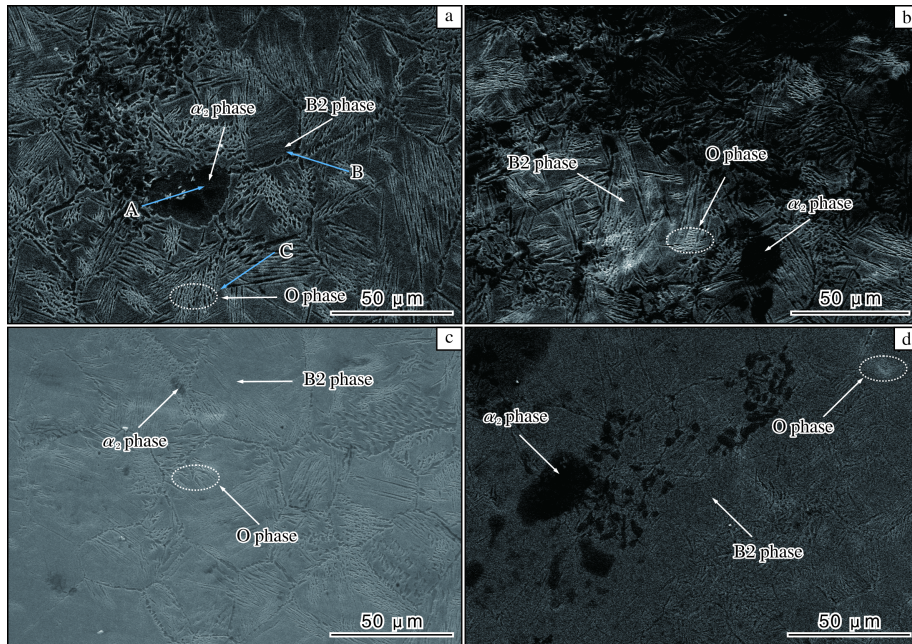


图 3 不同烧结时间下制备的 Ti₂AlNb 合金 SEM 照片

Fig.3 SEM images of Ti₂AlNb alloy under different sintering time: (a) 50 min; (b) 60 min; (c) 70 min; (d) 90 min

表 1 Ti₂AlNb 合金能谱分析结果

Table 1 EDS analysis results of Ti₂AlNb alloy

| Point | x(Ti)/% | x(Al)/% | x(Nb)/% | Phase |
|-------|---------|---------|---------|----------------|
| A | 74.95 | 23.14 | 1.91 | α ₂ |
| B | 46.13 | 21.45 | 32.42 | B2 |
| C | 57.65 | 20.53 | 21.82 | O |

结合图 3 和表 1 构建了 Ti₂AlNb 合金组织中各相的生成机理示意图, 如图 4 所示。在烧结初期, 烧结温度较低, Ti、Al、Nb 元素通过吸收热量, 形成较为均匀且致密性较好的 B2 相, 如图 4I 所示; 随着烧结温度的升高, 晶界

上原子获得的能量更高, 活跃度更大, Ti、Al 通过固相间的原子扩散发生反应, 在 B2 相晶界处形核生成 α₂ 相 (Ti₃Al), 并且随着 Ti、Al 原子扩散得更加充分, α₂ 相开始长大生成胞状 α₂ 相 (大角度晶界处原子扩散较快, 会优先形成胞状 α₂ 相), 如图 4II 所示; 随着烧结温度的进一步升高, 晶界处的 Nb 原子开始扩散, 当扩散至 B2 相内部时, 在 B2 相内析出 O 相, 如图 4III 所示。

结合图 2 和图 3 构建了 Ti₂AlNb 合金组织中各相随烧结时间转变的模型, 如图 5 所示。烧结时间为 50 min 时, B2 相为合金基体相, 针状 O 相分布于 B2 相晶粒内部和晶界边缘, 胞状 α₂ 相集中在 B2 相晶粒内部, 部分

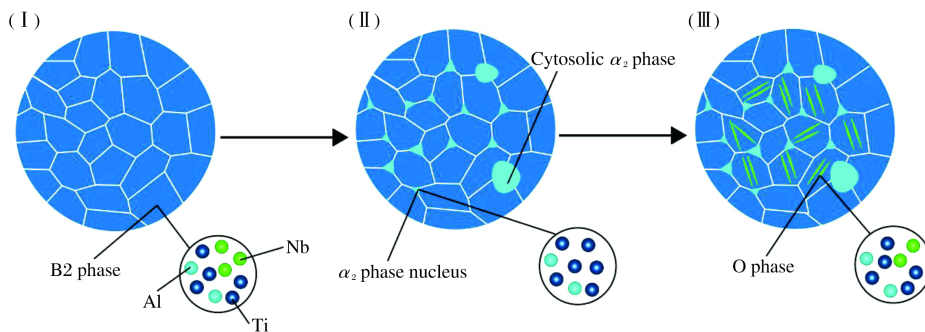


图 4 Ti₂AlNb 合金组织中各相生成机理示意图

Fig.4 Diagram of formation mechanism of each phase in the microstructure of Ti₂AlNb alloy

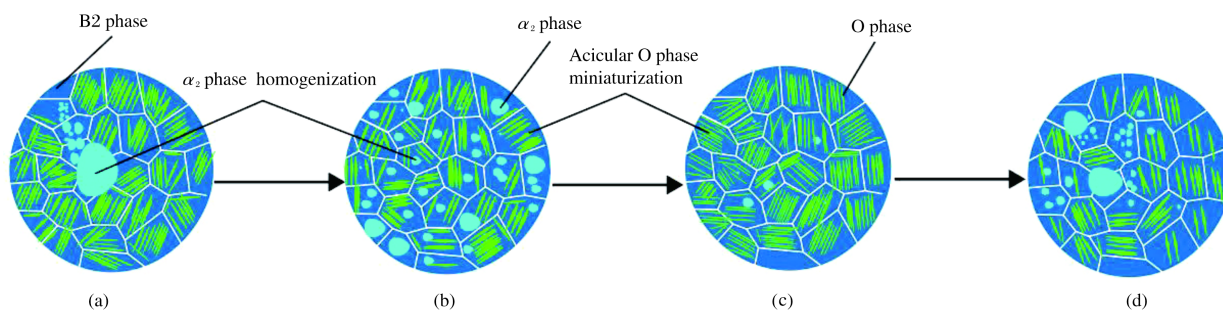


图 5 Ti₂AlNb 合金组织中各相随烧结时间变化模型

Fig.5 Model of each phase change with sintering time in microstructure of Ti₂AlNb alloy: (a) 50 min; (b) 60 min; (c) 70 min; (d) 90 min

分散于 B2 相晶界上；烧结时间为 60 min 时，针状 O 相较为稀疏地分布于 B2 相晶粒内部，胞状 α₂ 相数量较多，均匀分布于 B2 相中；烧结时间为 70 min 时，针状 O 相较为细小，数量明显增多且均匀分布在 B2 相晶粒内部，胞状 α₂ 相数量较少且稀疏地分布于 B2 相晶粒内部；烧结时间为 90 min 时，针状 O 相数量减少，分布于 B2 相晶粒内部和晶界边缘，胞状 α₂ 相数量增多且集中在 B2 相晶界边缘。

2.3 室温力学性能分析

图 6 为不同烧结时间下制备的 Ti₂AlNb 合金的室温拉伸曲线，表 2 为合金的室温拉伸性能。从表 2 可以看出，随着烧结时间的延长，合金的抗拉强度和伸长率均先减小后增大再减小。烧结时间为 50 min 时，Ti₂AlNb 合金的伸长率最大（1.86%），结合图 2 发现，此时 B2 相的体积分数较高，在合金塑性变形中，B2 相增加了变形过程中的可滑移系，且 B2 相可提高晶粒间滑移变形的均匀性和协调性^[18]，有利于提高合金的塑性；烧结时间为 70 min 时，Ti₂AlNb 合金的抗拉强度达到最大（454.6 MPa），伸长率为 1.68%，结合图 3 可知，此时针状 O 相的晶粒尺寸较小且数量较多，当 O 相晶粒尺寸减小后，晶内位错运动距离缩短，晶界上塞积的位错增多，引起应力集中，从而导致抗拉强度升高；同时

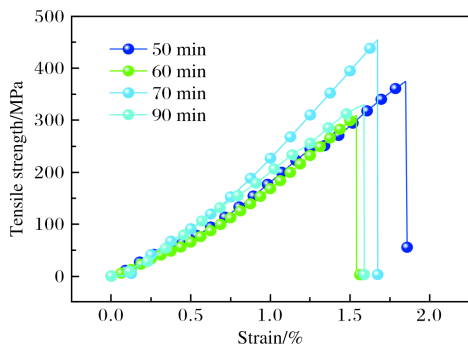


图 6 Ti₂AlNb 合金的室温拉伸曲线

Fig.6 Room temperature tensile curves of Ti₂AlNb alloy

表 2 Ti₂AlNb 合金的室温拉伸性能

Table 2 Room temperature tensile properties of Ti₂AlNb alloy

| Sintering time/min | R _m /MPa | A/% |
|--------------------|---------------------|------|
| 50 | 373.8 | 1.86 |
| 60 | 309.3 | 1.54 |
| 70 | 454.6 | 1.68 |
| 90 | 329.1 | 1.59 |

针状 O 相数量增多以后，会增强对 B2 相内位错运动的阻碍，也会导致合金的抗拉强度升高。利用扫描电镜观察烧结时间为 70 min 时 Ti₂AlNb 合金试样的室温拉伸断口形貌，结果见图 7。从图 7a 可以看出，试样断口平整，并且试样一侧存在裂纹。图 7b 为图 7a 中区域 I

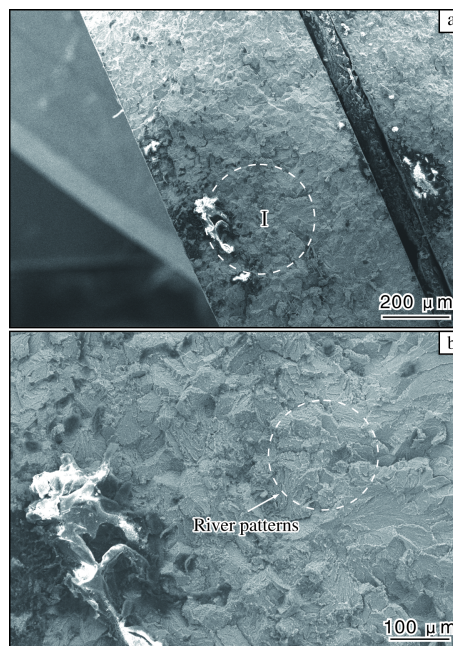


图 7 Ti₂AlNb 合金拉伸断口 SEM 照片

Fig.7 SEM images of tensile fracture of Ti₂AlNb alloy

的放大图。由图 7b 可以看出,粗糙断面表面由解理面以及解理台阶组成,并且可以清晰观察到解理台阶上面的河流形貌,因此该断裂类型为以解理断裂为主的脆性断裂。

3 结论

(1) 采用高能球磨法和放电等离子烧结技术制备了 Ti₂AlNb 合金,在烧结温度 1000 °C、烧结时间 70 min 的条件下,可以制得力学性能较好的 Ti₂AlNb 合金,其抗拉强度可达 454.6 MPa。

(2) 在烧结时间为 50~60 min 区间内,合金发生了 B2+O→ α_2 相变,在烧结时间为 60~70 min 区间内,发生了 α_2 →O+B2 相变,表明 B2+O→ α_2 相变是可逆的。

(3) 烧结时间为 70 min 时, Ti₂AlNb 合金中胞状 α_2 相含量相对较少,针状 O 相较多且较为细小,有利于提高合金的抗拉强度。

参考文献 References

- [1] 程剑文,饶群力,李金富,等. Ti₂AlNb 基金属中的组织转变及其动力学研究进展[J]. 航空材料学报, 2022, 42(6): 1-8.
- [2] Banjirjee D, Gogia A K, Nandi T K, et al. A new ordered orthorhombic phase in a Ti₃Al-Nb alloy[J]. Acta Metall, 1988, 36(4): 871-882.
- [3] 任蓓蕾,梁萍萍,缪强,等. Ti₂AlNb 合金表面渗镀 Al 层的抗热腐蚀性能[J]. 材料保护, 2016, 49(8): 1-4+6.
- [4] 李海庆,宫骏,孙超. NiCrAlY/Al-Al₂O₃/Ti₂AlNb 高温抗氧化和力学性能研究[J]. 金属学报, 2012, 48(5): 579-586.
- [5] 罗媛媛,张菁丽,赵圣泽,等. Ti-25Al-15Nb-1Mo 合金的高温变形行为研究[J]. 稀有金属与硬质合金, 2019, 47(6): 59-63+68.
- [6] Zhang Y L, Feng A H, Qu S J, et al. Microstructure and low cycle fatigue of a Ti₂AlNb-based lightweight alloy[J]. Journal of Materials Science & Technology, 2020, 44: 140-147.
- [7] Jia J B, Zhang K F, Jiang S S. Microstructure and mechanical properties of Ti-22Al-25Nb alloy fabricated by vacuum hot pressing sintering[J]. Materials Science and Engineering A, 2014, 616: 93-98.
- [8] Zhou Y H, Chen P H, Huang D N, et al. Micro-arc oxidation for improving high-temperature oxidation resistance of additively manufacturing Ti₂AlNb[J]. Surface and Coatings Technology, 2022, 445: 128719.
- [9] 窦博,刘松涛,姜凤阳,等. 放电等离子烧结制备 Ti₂AlNb 及其室温力学性能的研究[J]. 稀有金属与硬质合金, 2023, 51(5): 73-77.
- [10] Niu H Z, Chen Y F, Zhang D L, et al. Fabrication of a powder metallurgy Ti₂AlNb-based alloy by spark plasma sintering and associated microstructure optimization[J]. Materials & Design, 2016, 89: 823-829.
- [11] 李梦晨. 放电等离子体烧结 Ti₂AlNb 基金属的时效析出行为及力学性能[D]. 天津: 天津大学, 2018.
- [12] Gao Q, Zhang L Q, Teng A J. Diffusion bonding behaviour of Nb-Si and TiAl alloys by spark plasma sintering[J]. Journal of Materials Research and Technology, 2024, 28: 1803-1809.
- [13] Saha T, Gulshan F, Tofall S A M. Accelerated corrosion of zinc, erbium and cerium co-doped Mg-alloys prepared by spark plasma sintering for bioresorbable implant applications[J]. Materials Today Communications, 2023, 37: 107350.
- [14] Wang W, Zeng W D, Li D, et al. Microstructural evolution and tensile behavior of Ti₂AlNb alloys based α_2 -phase decomposition[J]. Materials Science and Engineering A, 2016, 662: 120-128.
- [15] 王斌,张凯锋,蒋少松,等. 固溶温度对 Ti₂AlNb 基金属组织演变的影响[J]. 航空材料学报, 2015, 35(3): 7-12.
- [16] Zhang H, Yan N, Liang H, et al. Phase transformation and microstructure control of Ti₂AlNb-based alloys: A review[J]. Journal of Materials Science & Technology, 2021, 80: 203-216.
- [17] Zhang H, Zhang Y, Liang H, et al. Effect of the primary O phase on thermal deformation behavior of a Ti₂AlNb-based alloy[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2020, 846: 156458.
- [18] 刘泽栋,杨劫人,陈瑞润,等. Ti₂AlNb 基金属间化合物: 研究进展、挑战及展望[J]. 中国有色金属学报, 2023, 33(12): 4039-4058.

专利信息

一种钛合金轴类锻件的成形方法

申请号: CN202410156725.3

申请日: 2024-02-04

公开(公告)日: 2024-04-26

公开(公告)号: CN117920933A

申请(专利权)人: 中国航发北京航空材料研究院

摘要: 本发明提供了一种钛合金轴类锻件的成形方法,包括以下步骤: ① 对钛合金轴类锻坯进行表面处理后加热; ② 将锻压模具装配于锻压机上并采用电热棒进行预热; ③ 将加热后的锻坯转移于预热后的锻压模型腔中进行热挤压。本发明采用设置有电热棒的锻造模具对锻坯进行热挤压,更易实现锻坯温度控制,并且变形方式采用垂直挤压方式,提高了组织和性能的均匀性,并减少了毛边余量。