



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 114196845 A

(43) 申请公布日 2022.03.18

(21) 申请号 202111535231.9

B22F 3/14 (2006.01)

(22) 申请日 2021.12.15

B22F 9/04 (2006.01)

(71) 申请人 哈尔滨工业大学

地址 150001 黑龙江省哈尔滨市南岗区西  
大直街92号

(72) 发明人 黄陆军 刘文齐 任泽祺 卫国梁  
陈晓东 张芮 陈润 安琦 耿林

(74) 专利代理机构 北京格允知识产权代理有限  
公司 11609

代理人 谭辉

(51) Int. Cl.

G22C 1/05 (2006.01)

G22C 14/00 (2006.01)

G22F 1/18 (2006.01)

G22C 1/10 (2006.01)

权利要求书1页 说明书7页 附图2页

(54) 发明名称

一种TC4余粉再利用制备钛基复合材料的方法

(57) 摘要

本发明提供了一种TC4余粉再利用制备钛基复合材料的方法,该方法包括:(1)将TC4余粉和二硼化钛粉进行球磨处理,得到混合粉体;(2)将所述混合粉体进行真空热压烧结处理,得到所述钛基复合材料。本发明提供的方法能够再利用3D打印技术和粉末冶金技术无法利用的钛合金余粉,制备得到综合性能优异的钛基复合材料,同时实现了低成本制备钛基复合材料。



1. 一种TC4余粉再利用制备钛基复合材料的方法,其特征在于,所述方法包括如下步骤:

- (1) 将TC4余粉和二硼化钛粉进行球磨处理,得到混合粉体;
- (2) 将所述混合粉体进行真空热压烧结处理,得到所述钛基复合材料。

2. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,在步骤(1)中:

所述TC4余粉的粒径为150~250 $\mu\text{m}$ ;

所述TC4余粉中还包括卫星球;其中,所述卫星球的粒径为20~70 $\mu\text{m}$ 。

3. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,在步骤(1)中:

所述TC4余粉和所述二硼化钛粉的质量之比为100:(0.2~1)。

4. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,在步骤(1)中:

所述球磨处理采用的球料比为(2~4):1;

所述球磨处理的转速为200~300rpm,球磨时间为210~330min。

5. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,在步骤(1)中:

在所述球磨处理之后,在所述得到混合粉体之前,还包括:筛分处理;

所述筛分处理为将TC4余粉和二硼化钛粉进行球磨处理后得到的粉体进行筛分,以得到所述混合粉体。

6. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于:

所述混合粉体的粒径为150~250 $\mu\text{m}$ 。

7. 根据权利要求1至6中任一所述的方法,其特征在于,在步骤(2)中:

所述真空热压烧结处理中真空度为 $1 \times 10^{-5} \sim 1 \times 10^{-3} \text{Pa}$ ,烧结温度为1200~1300 $^{\circ}\text{C}$ ,保温时间为40~80min,保温压力为20~35MPa。

8. 根据权利要求1至7中任一所述的方法,其特征在于,还包括:对所述钛基复合材料进行热处理。

9. 根据权利要求8所述的方法,其特征在于:

所述热处理包括固溶处理和时效处理;

优选地,所述固溶处理的固溶温度为930 $^{\circ}\text{C}$ ,保温时间为60min;

所述时效处理的时效温度为550 $^{\circ}\text{C}$ ,保温时间为4h。

10. 一种钛基复合材料,其特征在于,采用权利要求1至9中任一所述的TC4余粉再利用制备钛基复合材料的方法得到。

## 一种TC4余粉再利用制备钛基复合材料的方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及金属基复合材料技术领域,特别涉及一种TC4余粉再利用制备钛基复合材料的方法。

### 背景技术

[0002] TC4钛合金(名义成分Ti-6Al-4V)是所有钛合金牌号中品种规格最齐全、工业用量最大、应用最成熟的通用型钛合金,但随着科技进步和应用场景的扩展,对钛合金的制备方法及其性能水平要求也逐步提高,3D打印技术和粉末冶金技术已成为当前钛合金的主要制备方法。

[0003] 然而,3D打印技术和粉末冶金技术对钛合金粉末尺寸与流动性的要求较高,因而导致剩余大量的尺寸大且包含卫星球的钛合金余粉无法利用,这些钛合金余粉成为废料积压于仓库中,每年达到数百吨,造成极大的资源浪费;而且随着3D打印技术和粉末冶金技术制备钛合金构件应用量不断扩大,钛合金余粉数量迅速增加。虽然可以采用传统粉末冶金技术热压烧结或热等静压对钛合金余粉进行再利用,但由于尺寸大且包含卫星球的钛合金余粉均会造成合金组织迅速长大且不均匀,进而会使得制备的钛合金性能较差,无法满足使用要求。因此,急需一种能够再利用3D打印技术和粉末冶金技术钛合金余粉的方法。

### 发明内容

[0004] 本发明实施例提供了一种TC4余粉再利用制备钛基复合材料的方法,该方法解决了3D打印技术和粉末冶金技术钛余粉无法再利用的难题,实现了低成本制备钛基复合材料。

[0005] 第一方面,本发明提供了一种TC4余粉再利用制备钛基复合材料的方法,所述方法包括如下步骤:

[0006] (1) 将TC4余粉和二硼化钛粉进行球磨处理,得到混合粉体;

[0007] (2) 将所述混合粉体进行真空热压烧结处理,得到所述钛基复合材料。

[0008] 优选地,在步骤(1)中,所述TC4余粉的粒径为150~250 $\mu\text{m}$ ;

[0009] 所述TC4余粉中还包括卫星球;其中,所述卫星球的粒径为20~70 $\mu\text{m}$ 。

[0010] 优选地,在步骤(1)中,所述TC4余粉和所述二硼化钛粉的质量之比为100:(0.2~1)。

[0011] 优选地,在步骤(1)中,所述球磨处理采用的球料比为(2~4):1;

[0012] 所述球磨处理的转速为200~300rpm,球磨时间为210~330min。

[0013] 优选地,在所述球磨处理之后,在所述得到混合粉体之前,还包括:筛分处理;

[0014] 所述筛分处理为将TC4余粉和二硼化钛粉进行球磨处理后得到的粉体进行筛分,以得到所述混合粉体。

[0015] 优选地,所述混合粉体的粒径为150~250 $\mu\text{m}$ 。

[0016] 优选地,在步骤(2)中,所述真空热压烧结处理中真空度为 $1 \times 10^{-5} \sim 1 \times 10^{-3} \text{Pa}$ ,烧

结温度为1200~1300℃,保温时间为40~80min,保温压力为20~35MPa。

[0017] 优选地,所述方法还包括:对所述钛基复合材料进行热处理。

[0018] 优选地,所述热处理包括固溶处理和时效处理;

[0019] 更优选地,所述固溶处理的固溶温度为930℃,保温时间为60min;

[0020] 所述时效处理的时效温度为550℃,保温时间为4h。

[0021] 第二方面,本发明提供了上述第一方面所述的TC4余粉再利用制备钛基复合材料的方法得到的钛基复合材料。

[0022] 本发明与现有技术相比至少具有如下有益效果:

[0023] (1) 本发明采用真空热压烧结技术,通过将3D打印技术和粉末冶金技术无法使用的尺寸大且含有卫星球的钛合金余粉(TC4余粉)与陶瓷增强相原料(二硼化钛)混合,成功制备得到具有低成本高性能钛基复合材料,该钛基复合材料的室温抗拉强度为902~1204MPa。

[0024] (2) 与纯TC4钛合金相比,本发明采用了成本较低且无法用于3D打印技术和粉末冶金技术的TC4余粉,解决了资源浪费的问题,更具有应用前景;而且所制备的钛基复合材料的延伸率和抗拉强度均得到了显著提升,具有优异的力学性,且该钛基复合材料的组织均匀;同时该钛基复合材料大幅扩宽了热处理窗口,更有利于均匀组织、改善其力学性能。

## 附图说明

[0025] 为了更清楚地说明本发明实施例或现有技术中的技术方案,下面将对实施例或现有技术描述中所需要使用的附图作简单地介绍,显而易见地,下面描述中的附图是本发明的一些实施例,对于本领域普通技术人员来讲,在不付出创造性劳动的前提下,还可以根据这些附图获得其他的附图。

[0026] 图1是本发明实施例提供的一种TC4余粉再利用制备钛基复合材料的方法流程图;

[0027] 图2是本发明实施例2中TC4余粉的电镜图;

[0028] 图3是本发明实施例2中混合粉体的电镜图;

[0029] 图4是本发明实施例2所制备的钛基复合材料的电镜图;

[0030] 图5是本发明提供的实施例2、3制备的钛基复合材料及对比例1制备的纯TC4钛合金的拉伸应力-应变曲线。

## 具体实施方式

[0031] 为使本发明实施例的目的、技术方案和优点更加清楚,下面将结合本发明实施例中的附图,对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施例是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例,基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动的前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

[0032] 钛基复合材料与现有纯钛合金相比,具有更高的强度、刚度、耐磨性以及更高的使用温度,特别是钛基复合材料中的陶瓷增强相可以抑制基体组织长大。为此,基于钛基复合材料调控思想,本发明在大尺寸TC4余粉中加入陶瓷增强相,以进一步通过热压烧结与原位反应自生技术制备出性能优异的钛基复合材料,从而解决3D打印技术与粉末冶金技术中钛合金余粉无法再利用的难题。

[0033] 下面描述以上构思的具体实现方式。

[0034] 如图1所示,本发明实施例提供了一种TC4余粉再利用制备钛基复合材料的方法,该方法包括如下步骤:

[0035] (1) 将TC4余粉和二硼化钛粉进行球磨处理,得到混合粉体;

[0036] (2) 将所述混合粉体进行真空热压烧结处理,得到所述钛基复合材料。

[0037] 在本发明中,将大尺寸且包含卫星球的TC4余粉与陶瓷增强相(二硼化钛 $TiB_2$ )进行球磨,以通过球磨同时实现陶瓷增强相包覆TC4余粉和分散卫星球,然后进一步通过真空热压烧结,使得二硼化钛与钛(TC4余粉)发生原位自生反应生成硼化钛晶须( $TiB_w$ )增强相,如此不仅能起到强化效果,提高钛基复合材料的强度,还能通过包覆分布有效抑制钛基复合材料组织的进一步粗化,从而确保得到综合性能优异的低成本钛基复合材料,从而解决3D打印技术与粉末冶金技术中钛合金余粉无法再利用的难题。

[0038] 本发明在目前粉末冶金制备钛基复合材料基础上,通过使用TC4余粉与陶瓷增强相混合替代价格较高的尺寸细小球形度高的TC4粉末,不仅使目前无法被有效利用的TC4余粉得到了利用,避免了资源浪费,还从源头上降低了成本,因此该TC4余粉再利用制备钛基复合材料的方法具有经济和社会效益。

[0039] 需要说明的是,本发明提供的TC4余粉再利用制备钛基复合材料的方法包括但不限于TC4余粉,对于其他钛合金余粉同样可以采用本发明提供的方法制备钛基复合材料,本发明优选为针对广泛使用、用量较大的TC4的余粉。

[0040] 根据一些优选的实施方式,在步骤(1)中,所述TC4余粉的粒径为 $150\sim 250\mu m$ (例如,可以为 $150\mu m$ 、 $160\mu m$ 、 $170\mu m$ 、 $180\mu m$ 、 $190\mu m$ 、 $200\mu m$ 、 $210\mu m$ 、 $220\mu m$ 、 $230\mu m$ 、 $240\mu m$ 或 $250\mu m$ );

[0041] 所述TC4余粉中还包括卫星球;其中,所述卫星球的粒径为 $20\sim 70\mu m$ (例如,可以为 $20\mu m$ 、 $25\mu m$ 、 $30\mu m$ 、 $35\mu m$ 、 $40\mu m$ 、 $45\mu m$ 、 $50\mu m$ 、 $55\mu m$ 、 $60\mu m$ 、 $65\mu m$ 或 $70\mu m$ )。

[0042] 需要说明的是,二硼化钛粉采用市面可购买得到的二硼化钛粉即可。

[0043] 在本发明中,需要说明的是,由于3D打印与粉末冶金技术对钛合金粉末尺寸与流动性的要求较高,因此粒径范围为 $150\sim 250\mu m$ 且包含卫星球的大尺寸TC4余粉无法满足该要求,无法用于3D打印与粉末冶金技术,造成TC4余粉的极大浪费。

[0044] 根据一些优选的实施方式,在步骤(1)中,所述TC4余粉和所述二硼化钛粉的质量之比为 $100:(0.2\sim 1)$ (例如,可以为 $100:0.2$ 、 $100:0.3$ 、 $100:0.4$ 、 $100:0.5$ 、 $100:0.6$ 、 $100:0.7$ 、 $100:0.8$ 、 $100:0.9$ 或 $100:1$ )。

[0045] 在本发明中,发明人发现,当TC4余粉和二硼化钛粉的质量之比高于 $100:0.2$ 时,由于二硼化钛粉占比过少,难以起到强化和抑制基体组织长大的效果,故导致制备的钛基复合材料性能较差,无法满足使用要求;而当TC4余粉和二硼化钛粉的质量之比低于 $100:1$ 时,会使所制备的钛基复合材料脆性较大,甚至失去使用价值。

[0046] 根据一些优选的实施方式,在步骤(1)中,所述球磨处理采用的球料比为 $(2\sim 4):1$ (例如,可以为 $2:1$ 、 $2.5:1$ 、 $3:1$ 、 $3.5:1$ 或 $4:1$ );

[0047] 所述球磨处理的转速为 $200\sim 300rpm$ (例如,可以为 $200rpm$ 、 $220rpm$ 、 $240rpm$ 、 $250rpm$ 、 $260rpm$ 、 $280rpm$ 或 $300rpm$ ),球磨时间为 $210\sim 330min$ (例如,可以为 $210min$ 、 $220min$ 、 $240min$ 、 $250min$ 、 $270min$ 、 $300min$ 、 $320min$ 或 $330min$ )。

[0048] 需要说明的是,球磨处理中使用GCr15轴承钢球。

[0049] 在本发明中,球磨处理的目的是将细小陶瓷粉末(即二硼化钛粉)均匀包覆于TC4余粉表面,以阻止真空热压烧结过程中TC4基体组织长大,同时还能利用球磨过程将卫星球分散掉。

[0050] 根据一些优选的实施方式,在所述球磨处理之后,在所述得到混合粉体之前,还包括:筛分处理;

[0051] 所述筛分处理为将TC4余粉和二硼化钛粉进行球磨处理后得到的粉体进行筛分,以得到所述混合粉体。

[0052] 根据一些优选的实施方式,所述混合粉体的粒径为150~250 $\mu\text{m}$ (例如,可以为150 $\mu\text{m}$ 、160 $\mu\text{m}$ 、170 $\mu\text{m}$ 、180 $\mu\text{m}$ 、190 $\mu\text{m}$ 、200 $\mu\text{m}$ 、210 $\mu\text{m}$ 、220 $\mu\text{m}$ 、230 $\mu\text{m}$ 、240 $\mu\text{m}$ 或250 $\mu\text{m}$ )。

[0053] 在本发明中,通过筛分能够进一步将大尺寸的混合粉体与卫星球分离开来,使混合粉体中的卫星球含量大幅减小,该混合粉体中基本无卫星球,以避免卫星球影响所制备的钛基复合材料的综合性能。

[0054] 根据一些优选的实施方式,在步骤(2)中,所述真空热压烧结处理中真空度为 $1 \times 10^{-5} \sim 1 \times 10^{-3} \text{Pa}$ (例如,可以为 $1 \times 10^{-5} \text{Pa}$ 、 $2 \times 10^{-5} \text{Pa}$ 、 $5 \times 10^{-5} \text{Pa}$ 、 $8 \times 10^{-5} \text{Pa}$ 、 $1 \times 10^{-4} \text{Pa}$ 、 $2 \times 10^{-4} \text{Pa}$ 、 $5 \times 10^{-4} \text{Pa}$ 或 $1 \times 10^{-3} \text{Pa}$ 等),烧结温度为 $1200^{\circ}\text{C} \sim 1300^{\circ}\text{C}$ (例如,可以为 $1200^{\circ}\text{C}$ 、 $1220^{\circ}\text{C}$ 、 $1240^{\circ}\text{C}$ 、 $1250^{\circ}\text{C}$ 、 $1260^{\circ}\text{C}$ 、 $1280^{\circ}\text{C}$ 或 $1300^{\circ}\text{C}$ ),保温时间为 $40 \sim 80 \text{min}$ (例如,可以为 $40 \text{min}$ 、 $45 \text{min}$ 、 $50 \text{min}$ 、 $55 \text{min}$ 、 $60 \text{min}$ 、 $65 \text{min}$ 、 $70 \text{min}$ 、 $75 \text{min}$ 或 $80 \text{min}$ ),保温压力 $20 \sim 35 \text{MPa}$ (例如,可以为 $20 \text{MPa}$ 、 $22 \text{MPa}$ 、 $25 \text{MPa}$ 、 $28 \text{MPa}$ 、 $30 \text{MPa}$ 、 $32 \text{MPa}$ 、 $34 \text{MPa}$ 或 $35 \text{MPa}$ )。

[0055] 在本发明中,在真空热压烧结过程中,二硼化钛与钛(TC4余粉)会发生原位反应生成硼化钛晶须(TiB<sub>w</sub>)增强相,同时还能基于保温压力实现对钛基复合材料的压实,得到致密的钛基复合材料。

[0056] 根据一些优选的实施方式,该方法还包括:对所述钛基复合材料进行热处理。

[0057] 根据一些优选的实施方式,所述热处理包括固溶处理和时效处理。

[0058] 根据一些更优选的实施方式,所述固溶处理的固溶温度为 $930^{\circ}\text{C}$ ,保温时间为 $60 \text{min}$ ;

[0059] 所述时效处理的时效温度为 $550^{\circ}\text{C}$ ,保温时间为 $4 \text{h}$ 。

[0060] 更具体地,需要参考钛合金热处理制度手册确定固溶处理和时效处理的温度及处理时间。其中,对钛基复合材料进行热处理包括:对钛基复合材料依次进行固溶处理和时效处理热处理,首先将钛基复合材料置于 $930^{\circ}\text{C}$ 下保温 $60 \text{min}$ ,然后放入水中淬火至室温,完成固溶处理,然后在 $550^{\circ}\text{C}$ 下保温 $4 \text{h}$ 完成时效处理,以调控钛基复合材料的基体组织,优化其力学性能。

[0061] 在本发明中,正是由于该钛基复合材料中引入了增强相,故大幅扩宽了热处理窗口,即与未引用增强相的纯钛合金相比,无需严格控制固溶处理和时效处理的温度范围便可实现相应的固溶处理和时效处理。如此,通过进行长时间的高温固溶处理,能够均匀基体组织,从而大幅改善其力学性能。

[0062] 本发明还提供了一种钛基复合材料,采用本发明所提供TC4余粉再利用制备钛基复合材料的方法得到。

[0063] 本发明制备得到的钛基复合材料具有优异的力学性能,其室温抗拉强度为 $902 \sim 1204 \text{MPa}$ 。

[0064] 为了更加清楚地说明本发明的技术方案及优点,下面通过几个实施例对一种TC4余粉再利用制备钛基复合材料的方法进行详细说明。

[0065] 实施例1

[0066] 制备含0.5vol.%TiBw增强体的TC4钛基复合材料:

[0067] (1) 将TC4余粉(粒径为150~250 $\mu\text{m}$ ,且包含卫星球,卫星球的粒径为20~70 $\mu\text{m}$ )和二硼化钛粉按照100:0.3的质量之比进行混合,并于220rpm的转速下球磨处理240min,球磨完成后再进行筛分处理,得到混合粉体(粒径为150~250 $\mu\text{m}$ );该球磨处理使用GCr15轴承钢球,球料比为4:1;

[0068] (2) 将步骤(1)得到的混合粉体装入石墨模具中,在 $1 \times 10^{-4}$ Pa的真空度和25MPa的压力下于1200 $^{\circ}\text{C}$ 条件下保温40min,制得含0.5vol.%TiBw增强体的TC4钛基复合材料。

[0069] 实施例2

[0070] 制备含1.0vol.%TiBw增强体的TC4钛基复合材料:

[0071] (1) 将TC4余粉(粒径为150~250 $\mu\text{m}$ ,且包含卫星球,卫星球的粒径为20~70 $\mu\text{m}$ )和二硼化钛粉按照100:0.59的质量之比进行混合,并于220rpm的转速下球磨处理240min,球磨完成后再进行筛分处理,得到混合粉体(粒径为150~250 $\mu\text{m}$ );该球磨处理使用GCr15轴承钢球,球料比为4:1;

[0072] (2) 将步骤(1)得到的混合粉体装入石墨模具中,在 $1 \times 10^{-4}$ Pa的真空度和25MPa的压力下于1200 $^{\circ}\text{C}$ 条件下保温40min,制得含1.0vol.%TiBw增强体的TC4钛基复合材料。

[0073] 实施例3

[0074] 制备含1.0vol.%TiBw增强体的TC4钛基复合材料:

[0075] (1) 将TC4余粉(粒径为150~250 $\mu\text{m}$ ,且包含卫星球,卫星球的粒径为20~70 $\mu\text{m}$ )和二硼化钛粉按照100:0.59的质量之比进行混合,并于220rpm的转速下球磨处理240min,球磨完成后再进行筛分处理,得到混合粉体(粒径为150~250 $\mu\text{m}$ );该球磨处理使用GCr15轴承钢球,球料比为4:1;

[0076] (2) 将步骤(1)得到的混合粉体装入石墨模具中,在 $1 \times 10^{-4}$ Pa的真空度和25MPa的压力下于1200 $^{\circ}\text{C}$ 条件下保温40min,制得含1.0vol.%TiBw增强体的TC4钛基复合材料;

[0077] (3) 对步骤(2)得到的含1.0vol.%TiBw增强体的TC4钛基复合材料进行热处理:首先于930 $^{\circ}\text{C}$ 的固溶温度下保温60min,然后放入水中淬火至室温(25 $^{\circ}\text{C}$ ),再于550 $^{\circ}\text{C}$ 下保温4h完成时效处理,得到热处理后的含1.0vol.%TiBw增强体的TC4钛基复合材料。

[0078] 实施例4

[0079] 制备含1.7vol.%TiBw增强体的TC4钛基复合材料:

[0080] (1) 将TC4余粉(粒径为150~250 $\mu\text{m}$ ,且包含卫星球,卫星球的粒径为20~70 $\mu\text{m}$ )和二硼化钛粉按照100:1.0的质量之比进行混合,并于220rpm的转速下球磨处理240min,球磨完成后再进行筛分处理,得到混合粉体(粒径为150~250 $\mu\text{m}$ );该球磨处理使用GCr15轴承钢球,球料比为4:1;

[0081] (2) 将步骤(1)得到的混合粉体装入石墨模具中,在 $1 \times 10^{-4}$ Pa的真空度和25MPa的压力下于1200 $^{\circ}\text{C}$ 条件下保温40min,制得含1.7vol.%TiBw增强体的TC4钛基复合材料。

[0082] 实施例5

[0083] 实施例5与实施例2基本相同,其区别之处在于:

[0084] 制备含0.35vol.%TiBw增强体的TC4钛基复合材料:

[0085] 在步骤(1)中TC4余粉与二硼化钛粉的质量之比为100:0.2。

[0086] 实施例6

[0087] 制备含1.0vol.%TiBw增强体的TC4钛基复合材料:

[0088] (1) 将TC4余粉(粒径为150~250 $\mu\text{m}$ ,且包含卫星球,卫星球的粒径为20~70 $\mu\text{m}$ )和二硼化钛粉按照100:0.59的质量之比进行混合,并于200rpm的转速下球磨处理210min,球磨完成后再进行筛分处理,得到混合粉体(粒径为150~250 $\mu\text{m}$ );该球磨处理使用GCr15轴承钢球,球料比为3:1;

[0089] (2) 将步骤(1)得到的混合粉体装入石墨模具中,在 $1 \times 10^{-5}$ Pa的真空度和20MPa的压力下于1250 $^{\circ}\text{C}$ 条件下保温60min,制得含1.0vol.%TiBw增强体的TC4钛基复合材料。

[0090] 实施例7

[0091] 制备含1.0vol.%TiBw增强体的TC4钛基复合材料:

[0092] (1) 将TC4余粉(粒径为150~250 $\mu\text{m}$ ,且包含卫星球,卫星球的粒径为20~70 $\mu\text{m}$ )和二硼化钛粉按照100:0.59的质量之比进行混合,并于300rpm的转速下球磨处理330min,球磨完成后再进行筛分处理,得到混合粉体(粒径为150~250 $\mu\text{m}$ );该球磨处理使用GCr15轴承钢球,球料比为2:1;

[0093] (2) 将步骤(1)得到的混合粉体装入石墨模具中,在 $1 \times 10^{-3}$ Pa的真空度和35MPa的压力下于1300 $^{\circ}\text{C}$ 条件下保温80min,制得含1.0vol.%TiBw增强体的TC4钛基复合材料。

[0094] 对比例1

[0095] 制备纯TC4钛合金:

[0096] 将TC4余粉(粒径为150~250 $\mu\text{m}$ ,且包含卫星球,卫星球的粒径为20~70 $\mu\text{m}$ )装入石墨模具中,并在 $1 \times 10^{-4}$ Pa的真空度和25MPa的压力下于1200 $^{\circ}\text{C}$ 条件下保温40min,制得纯TC4钛合金。

[0097] 对比例2

[0098] 制备纯TC4钛合金:

[0099] 将纯TC4粉(粒径 $\leq 150\mu\text{m}$ ,不含卫星球)装入石墨模具中,并在 $1 \times 10^{-4}$ Pa的真空度和25MPa的压力下于1200 $^{\circ}\text{C}$ 条件下保温40min,制得纯TC4钛合金。

[0100] 对比例3

[0101] 对比例3与实施例2基本相同,其区别之处在于:

[0102] 未采用TC4余粉(粒径为150~250 $\mu\text{m}$ ,且包含卫星球,卫星球的粒径为20~70 $\mu\text{m}$ ),而是采用了纯TC4粉(粒径 $\leq 150\mu\text{m}$ ,不含卫星球)。

[0103] 将实施例1至7所制备的钛基复合材料和对比例1至3制备的材料分别与室温(25 $^{\circ}\text{C}$ )下进行拉伸性能测试,测试结果如表1所示。

[0104] 具体地,图2至图4分别对应实施例2中TC4余粉、混合粉体、钛基复合材料的电镜图。由图2中可以看出球磨前的TC4余粉具有较多的卫星球,且其粒径较大;经球磨后图3中卫星球数量大幅减少,基本无卫星球存在;图4中均匀分布有细小的 $\alpha/\beta$ 片层以及 $\text{TiB}_2$ 和Ti经原位自生反应得到的TiBw晶须。而且实施例2制备得到的钛基复合材料在500 $^{\circ}\text{C}$ 时的抗拉强度达到了647MPa,表明本发明实施例制得的钛基复合材料在高温下仍具有良好的性能。

[0105] 图5示出了实施例2、3制备的钛基复合材料及对比例1制备的纯TC4钛合金在不同

拉伸应力下的应变情况。其中,图5中对应1.0vol.%的曲线为实施例2制备的钛基复合材料的拉伸应力-应变曲线;对应1.0vol.%热处理的曲线为实施例3制备的钛基复合材料的拉伸应力-应变曲线;对应纯TC4合金的曲线为对比例1制备的钛基复合材料的拉伸应力-应变曲线。显而易见地,本申请所制备的钛基复合材料具有更优于纯TC4合金抗拉强度,且经热处理后的钛基复合材料的抗拉强度得到了进一步提升。

[0106] 表1

实施例	二硼化钛粉的质量分数/wt%	室温抗拉强度/MPa	延伸率/%
1	0.3	902	16
2	0.59	952	19
3	0.59	1204	2.3
4	1.0	993	15
5	0.2	899	15
6	0.59	950	18
7	0.59	955	19
对比例 1	0	766	8.2
对比例 2	0	889	14
对比例 3	0.59	1037	13

[0108] 由表1可知,对比例1仅采用TC4余粉制备的纯TC4钛合金的室温抗拉强度仅达到766MPa,延伸率也仅有8.2%,低于对比例2中采用高成本、尺寸小的纯TC4粉制备的纯TC4钛合金的室温拉伸强度889MPa和延伸率14%。但实施例1至7中通过在TC4余粉加入低成本的二硼化钛粉,不仅提高了所制备的钛基复合材料的室温抗拉强度和延伸率,且仍具有低成本的优势;即便与对比例3相比,实施例2在保证低成本的优势下,所制备的钛基复合材料仍具有更好的延伸率。

[0109] 综上所述,由大尺寸TC4余粉直接制得纯钛合金的性能效果不佳,但通过加入二硼化钛制备钛基复合材料后,该材料的强度和延伸率得以大幅提高,因此二硼化钛和TC4余粉的结合具有显著的进步,极大地降低了钛基复合材料的制备成本。

[0110] 最后应说明的是:以上实施例仅用以说明本发明的技术方案,而非对其限制;尽管参照前述实施例对本发明进行了详细的说明,本领域的普通技术人员应当理解:其依然可以对前述各实施例所记载的技术方案进行修改,或者对其中部分技术特征进行等同替换;而这些修改或者替换,并不使相应技术方案的本质脱离本发明各实施例技术方案的精神和范围。

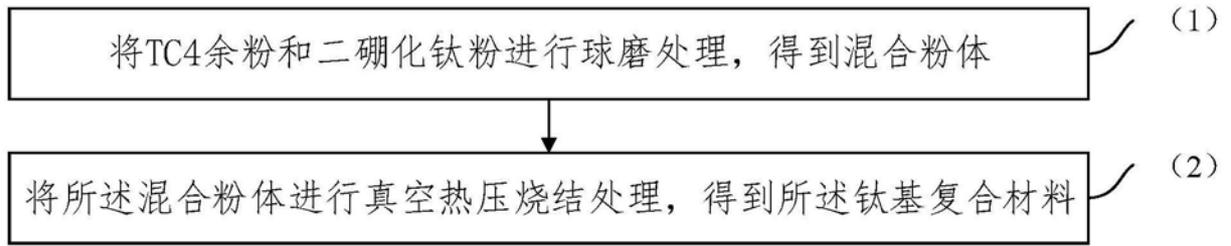


图1

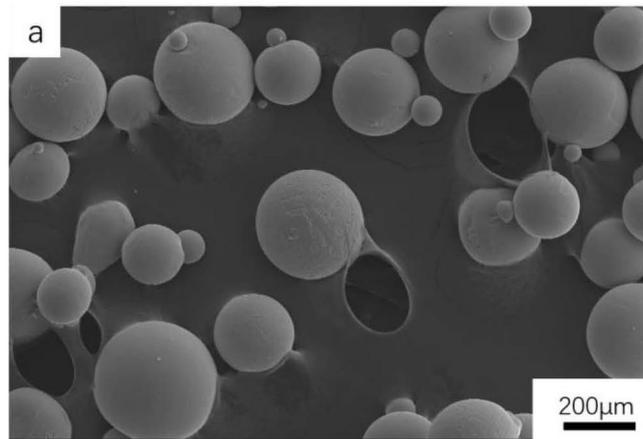


图2

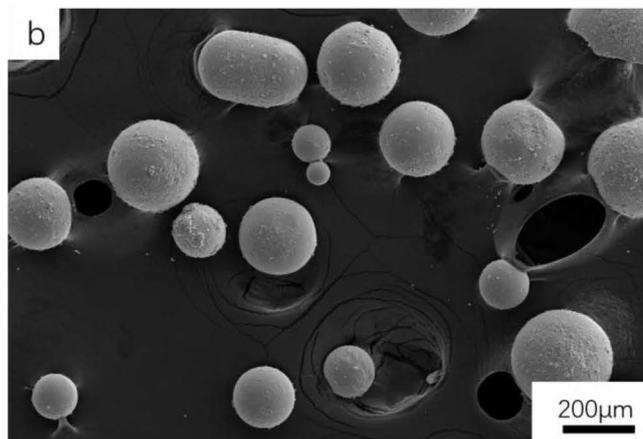


图3

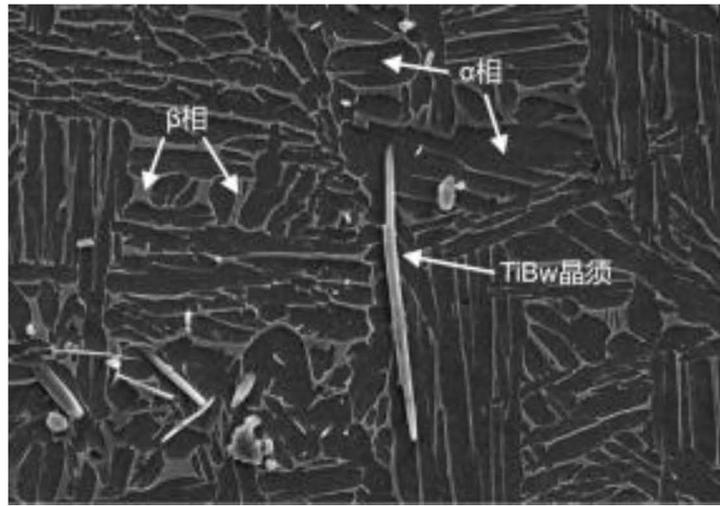


图4

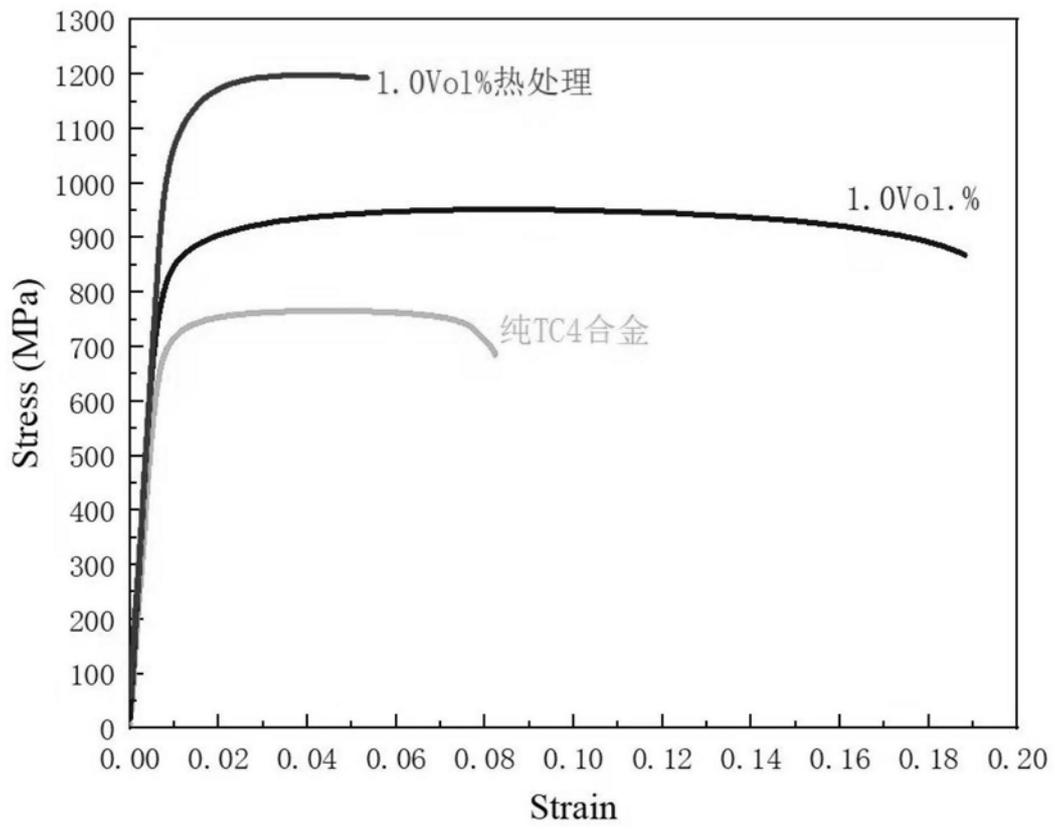


图5