



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 106319270 A
(43)申请公布日 2017.01.11

(21)申请号 201610802051.5

(22)申请日 2016.09.05

(71)申请人 重庆大学

地址 400044 重庆市沙坪坝区沙正街174号

(72)发明人 吕学伟 吴小龙 王伦伟 李春新
刘许旻 党杰

(74)专利代理机构 重庆博凯知识产权代理有限公司 50212

代理人 黄河

(51) Int. Cl.

G22C 1/05(2006.01)

G22C 14/00(2006.01)

G22C 32/00(2006.01)

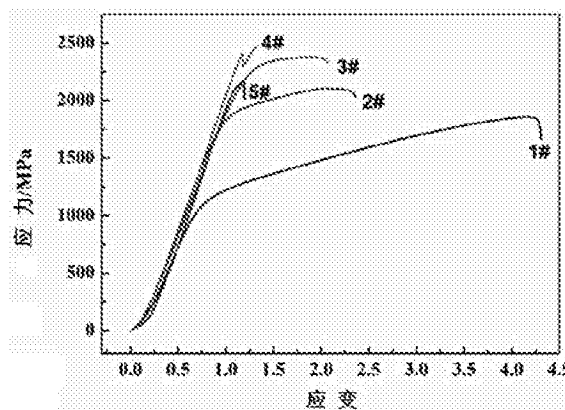
权利要求书1页 说明书7页 附图1页

(54)发明名称

一种纳米TiN增强的钛基复合材料制备方法

(57)摘要

本发明提供了一种纳米TiN增强的钛基复合材料制备方法,其通过在钛粉球磨时通入一定压强的高纯氮气,利用球磨后所得到的纳米级钛粉的高比表面积吸附气体形成增强体预备体,为原位合成纳米级增强体复合材料提供了一种新途径,且减少了高温条件下增强体生成的反应环节,有助于节省能源;而后通过热压烧结,利用粉末冶金原位合成法合成纳米TiN增强的钛基复合材料,增强体粒度小、分散均匀、界面结合强度高,提高了所制得纳米TiN增强的钛基复合材料的材料性能,降低了成本,避免了使用外加法带来的缺陷;本发明方法有效克服了现有TiN增强的钛基复合材料制备方法所存在的增强体粒度粗大、界面结合强度低、材料性能差的问题,具有很好的工业应用价值。



1. 一种纳米TiN增强的钛基复合材料制备方法,其特征在于,包括如下步骤:

1)称取钛粉装入预先清洗并干燥好的球磨罐中,球料比为5~20:1;

2)将装有钛粉的球磨罐盖好,用氮气充洗球磨罐的罐体2~3次,以排出球磨罐中的空气,然后向球磨罐中充入氮气,充入氮气的压强为 $1 \times 10^5 \sim 20 \times 10^5 \text{Pa}$;

3)向球磨罐中充入氮气后,对球磨罐中的钛粉进行多次的机械球磨,每次球磨时间为10~60分钟,每相邻两次球磨的间隔时间为10~50分钟,球磨总时间为1~6小时,得到增强体预备体;然后将球磨罐置于真空手套箱中,将增强体预备体从球磨罐中取出;

4)将得到的增强体预备体放入热压烧结炉模具中,然后放入真空热压烧结炉内在氩气保护环境下进行保温保压烧结,烧结升温速率为 $10 \sim 50 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$,烧结最高温度为 $1000 \sim 1500 \text{ }^\circ\text{C}$,保温保压烧过程中压头施加在热压烧结炉模具上的压强为 $10 \sim 50 \text{MPa}$,保温保压烧结时间为 $1 \sim 3 \text{h}$,然后随炉缓冷,得到纳米TiN增强的钛基复合材料。

2. 根据权利要求1所述纳米TiN增强的钛基复合材料制备方法,其特征在于,所述步骤1)中所采用的钛粉的纯度大于98%,钛粉的颗粒粒径小于 $100 \mu\text{m}$ 。

3. 根据权利要求1所述纳米TiN增强的钛基复合材料制备方法,其特征在于,所述步骤2)中所用氮气的纯度为99.9%以上。

4. 根据权利要求1所述纳米TiN增强的钛基复合材料制备方法,其特征在于,所述步骤3)中,进行球磨的球磨机转速为 $200 \sim 400 \text{r}/\text{min}$ 。

5. 根据权利要求1所述纳米TiN增强的钛基复合材料制备方法,其特征在于,所述步骤4)中,将装有增强体预备体的热压烧结炉模具放入真空热压烧结炉内之后,先对真空热压烧结炉内进行抽真空处理,使得真空热压烧结炉内的真空度为 10Pa 以下,再充入氩气保护进行保温保压烧结。

6. 根据权利要求5所述纳米TiN增强的钛基复合材料制备方法,其特征在于,所述步骤4)中,对真空热压烧结炉内进行抽真空处理的步骤如下:

41)对真空热压烧结炉内抽真空,直至真空热压烧结炉内的真空度为 10Pa 以下;

42)向真空热压烧结炉内通入氩气,对真空热压烧结炉内进行排空,直至炉内压强稳定后,返回执行步骤41);

43)将步骤41)~42)重复执行3~5次,然后向真空热压烧结炉内充入氩气保护。

一种纳米TiN增强的钛基复合材料制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及复合材料制备技术领域,具体涉及一种纳米TiN增强的钛基复合材料制备方法。

背景技术

[0002] 钛基复合材料即以钛或钛合金为基体,并在其中引入一种具有更高比强度、比刚度的陶瓷材料作为增强体使之结合在一起,从而形成的一种具有综合性能的复合材料。由于具有较高的比强度、比刚度、良好的耐高温、耐腐蚀、抗氧化等一系列优良性能,钛基复合材料已成为重要的工业应用材料,特别是航空发动机和超音速飞行器的重要组成材料。

[0003] 钛基复合材料可以分为以纤维为增强体的钛基复合材料和以颗粒为增强体的钛基复合材料,早期的研究主要是以SiC纤维为增强体的钛基复合材料。但是,纤维增强的钛基复合材料会存在各向异性、界面化学反应性等问题,因此,后续的研究逐步转向了颗粒增强的钛基复合材料,较有效的解决了上述问题。钛基复合材料的颗粒增强体来源可分为外加法和原位合成法。外加法即将增强体颗粒直接加入到基体钛及钛合金中,外加法由于增强体价格高,制备的复合材料存在增强体颗粒尺寸粗大、增强体与基体润湿性差、热力学不稳定、增强体与基体润湿性差及界面化学反应严重、界面结合强度低等缺点,难以应用于大规模的工业化生产。原位合成法即通过加入反应元素粉末使增强体在制备过程中通过化学反应原位合成,有效的解决了上述问题,其主要特点为:反应形成的增强体可在基体中稳定存在,且在高温下不易分解,即热力学性能稳定;增强体与基体之间的界面无污染,无不良反应物存在,界面结合强度高;原位形成的颗粒增强体尺寸细小、且在基体中分布均匀,材料机械性能良好。

[0004] 氮化钛(TiN)是相当稳定的化合物,在高温下不与铁、铬、钙和镁等金属反应,TiN在CO与N₂气氛下也不与酸性渣和碱性渣起作用,因此TiN也是研究刚液与一些元素相互作用的优良容器制备材料;TiN有着诱人的金黄色、熔点高、硬度大、化学稳定性好,并具有较高的导电性和超导性,可以作为优秀的复合材料增强体。但是,由于TiN与金属的润湿较小,通常以TiN作为复合材料的增强体一般采用外加法,这就不可避免的存在上述的增强体粒度粗大、界面存在污染以及增强体和基体界面之间结合强度差的问题。

[0005] 因此,如何克服现有TiN增强的钛基复合材料制备方法所存在的增强体粒度粗大、界面结合强度低、材料性能差的问题,成为了钛基复合材料研究的一个重要课题。

[0006]

发明内容

[0007] 针对现有技术中存在的上述不足,本发明的目的在于提供一种成本低并且合成的增强体粒度小、分散均匀、界面结合强度高、材料性能优异的纳米TiN增强的钛基复合材料制备方法,以克服现有TiN增强的钛基复合材料制备方法所存在的增强体粒度粗大、界面结合强度低、材料性能差的问题。

[0008] 为实现上述目的,本发明采用了如下的技术方案:

一种纳米TiN增强的钛基复合材料制备方法,包括如下步骤:

1)称取钛粉装入预先清洗并干燥好的球磨罐中,球料比为5~20:1;

2)将装有钛粉的球磨罐盖好,用氮气充洗球磨罐的罐体2~3次,以排出球磨罐中的空气,然后向球磨罐中充入氮气,充入氮气的压强为 $1 \times 10^5 \sim 20 \times 10^5 \text{Pa}$;

3)向球磨罐中充入氮气后,对球磨罐中的钛粉进行多次的机械球磨,每次球磨时间为10~60分钟,每相邻两次球磨的间隔时间为10~50分钟,球磨总时间为1~6小时,得到增强体预备体;然后将球磨罐置于真空手套箱中,将增强体预备体从球磨罐中取出;

4)将得到的增强体预备体放入热压烧结炉模具中,然后放入真空热压烧结炉内在氩气保护环境下进行保温保压烧结,烧结升温速率为 $10 \sim 50 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$,烧结最高温度为 $1000 \sim 1500 \text{ }^\circ\text{C}$,保温保压烧过程中压头施加在热压烧结炉模具上的压强为 $10 \sim 50 \text{MPa}$,保温保压烧结时间为 $1 \sim 3 \text{h}$,然后随炉缓冷,得到纳米TiN增强的钛基复合材料。

[0009] 上述纳米TiN增强的钛基复合材料制备方法中,作为优选方案,所述步骤1)中所采用的钛粉的纯度大于98%,钛粉的颗粒粒径小于 $100 \mu\text{m}$ 。

[0010] 上述纳米TiN增强的钛基复合材料制备方法中,作为优选方案,所述步骤2)中所用氮气的纯度为99.9%以上。

[0011] 上述纳米TiN增强的钛基复合材料制备方法中,作为优选方案,所述步骤3)中,进行球磨的球磨机转速为 $200 \sim 400 \text{r}/\text{min}$ 。

[0012] 上述纳米TiN增强的钛基复合材料制备方法中,作为优选方案,所述步骤4)中,将装有增强体预备体的热压烧结炉模具放入真空热压烧结炉内之后,先对真空热压烧结炉内进行抽真空处理,使得真空热压烧结炉内的真空度为 10Pa 以下,再充入氩气保护进行保温保压烧结。

[0013] 上述纳米TiN增强的钛基复合材料制备方法中,作为优选方案,所述步骤4)中,对真空热压烧结炉内进行抽真空处理的步骤如下:

41)对真空热压烧结炉内抽真空,直至真空热压烧结炉内的真空度为 10Pa 以下;

42)向真空热压烧结炉内通入氩气,对真空热压烧结炉内进行排空,直至炉内压强稳定后,返回执行步骤41);

43)将步骤41)~42)重复执行3~5次,然后向真空热压烧结炉内充入氩气保护。

[0014] 相比于现有技术,本发明具有如下有益效果:

1、本发明纳米TiN增强的钛基复合材料制备方法中,通过在钛粉球磨时通入一定压强的高纯氮气,利用球磨后所得到的纳米级钛粉的高比表面积吸附氮气形成纳米级的增强体预备体,为原位合成纳米级增强体复合材料提供了一种新途径。

[0015] 2、本发明纳米TiN增强的钛基复合材料制备方法在得到增强体预备体后,通过热压烧结,利用粉末冶金原位合成法合成纳米TiN增强的钛基复合材料,增强体粒度小、分散均匀、界面结合强度高,提高了所制得纳米TiN增强的钛基复合材料的材料性能,降低了成本,避免了使用外加法带来的缺陷。

[0016] 3、本发明纳米TiN增强的钛基复合材料制备方法中,利用机械球磨预先制得增强体预备体,减少了高温条件下增强体生成的反应环节,强化了生成动力学条件,并减少了热压烧结过程的能耗,有助于节省能源。

附图说明

[0017] 图1为实施例1~5中采用本发明方法制备所得纳米TiN增强的钛基复合材料的压缩应力-应变曲线图。

具体实施方式

[0018] 针对现有技术中TiN增强的钛基复合材料制备方法所存在的增强体粒度粗大、界面结合强度低、材料性能差的问题,需要研究一种新的纳米TiN增强的钛基复合材料制备工艺。而经过研究发现,热压烧结技术作为粉末冶金方法的一种近净成形工艺,材料利用率高,可消除组织和成分偏析,而且颗粒增强相的粒度和体积分数可以在较大范围内进行调整;因此,或许能够对热压烧结工艺作进一步的优化,得到一种能够制备出高性能、低成本的钛基复合材料的制备工艺。

[0019] 基于上述思路,经过研究探索,本发明提出了一种新的纳米TiN增强的钛基复合材料制备方法,其方法流程包括如下步骤:

1)称取钛粉装入预先清洗并干燥好的球磨罐中,球料比为5~20:1。

[0020] 这里,钛粉是作为钛基体材料,因此优选采用纯度大于98%的钛粉,避免钛基杂质过多而影响所得钛基复合材料的性能,而钛粉的颗粒粒径最好小于100um,以有利于后续步骤中钛粉颗粒对氮的吸附,从而更好的参与反应形成增强体。

[0021] 2)将装有钛粉的球磨罐盖好,用氮气充洗球磨罐的罐体2~3次,以排出球磨罐中的空气,然后向球磨罐中充入氮气,充入氮气的压强为 $1 \times 10^5 \sim 20 \times 10^5 \text{Pa}$ 。

[0022] 这里,氮气是反应生成TiN增强体的重要反应物,因此所用氮气的纯度最好为99.9%以上。用氮气冲洗球磨罐的目的是排除罐内的空气,避免空气引起氧化;而此后向球磨罐中充入氮气并确保压强为 $1 \times 10^5 \sim 20 \times 10^5 \text{Pa}$,是为了营造球磨产生增强体预备体的气压环境条件。

[0023] 3)向球磨罐中充入氮气后,对球磨罐中的钛粉进行多次的机械球磨,每次球磨时间为10~60分钟,每相邻两次球磨的间隔时间为10~50分钟,球磨总时间为1~6小时,得到增强体预备体;然后将球磨罐置于真空手套箱中,将增强体预备体从球磨罐中取出。

[0024] 该步骤中,通过高能球磨技术,控制机械球磨过程的氮气气压压强、球磨方式和球磨时间,使得球磨后所得到的纳米级钛粉的高比表面积吸附氮气,所吸附的氮气与钛颗粒活性表面直接反应形成纳米级增强体。为了达到更好的球磨及吸附反应效果,进行球磨的球磨机转速最好为200~400r/min。

[0025] 4)将得到的增强体预备体放入热压烧结炉模具中,然后放入真空热压烧结炉内在氩气保护环境下进行保温保压烧结,烧结升温速率为 $10 \sim 50 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$,烧结最高温度为1000~1500 $^\circ\text{C}$,保温保压烧过程中压头施加在热压烧结炉模具上的压强为10~50MPa,保温保压烧结时间为1~3h,然后随炉缓冷,得到纳米TiN增强的钛基复合材料。

[0026] 该步骤中,通过热压烧结,利用粉末冶金原位合成法合成纳米TiN增强的钛基复合材料,且通过控制加在热压烧结炉模具上的压强,确保烧结所得纳米TiN增强的钛基复合材料达到良好的致密度。而在步骤4)中,为了避免热压烧结过程中真空热压烧结炉内存在空气而造成氧化,在将装有增强体预备体的热压烧结炉模具放入真空热压烧结炉内之后进行

保温保压烧结之前,需要先对真空热压烧结炉内进行抽真空处理,使得真空热压烧结炉内的真空度为10Pa以下,再充入氩气保护进行保温保压烧结,其中对真空热压烧结炉内进行抽真空处理的步骤如下:

41)对真空热压烧结炉内抽真空,直至真空热压烧结炉内的真空度为10Pa以下;

42)向真空热压烧结炉内通入氩气,对真空热压烧结炉内进行排空,直至炉内压强稳定后,返回执行步骤41);

43)将步骤41)~42)重复执行3~5次,然后向真空热压烧结炉内充入氩气保护。

[0027] 由此可以尽可能的去除真空热压烧结炉内的空气等气体杂质,之后再在氩气保护环境下进行保温保压烧结,确保保温保压烧结制备纳米TiN增强的钛基复合材料的品质。

[0028] 本发明纳米TiN增强的钛基复合材料制备方法,通过高能球磨技术联合粉体热压烧结技术制备Ti/TiN复合材料,其重要的技术原理是,向加入钛粉的球磨罐中充入一定压强的高纯氮气,在高能球磨下钛粉受高速转动的球体挤压,粉体产生塑性变形,粉体晶格发生变化,晶体结构变得不规整;随着球磨的进行粉体比表面积增大,活性增强,吸附大量氮气形成纳米级的增强体预备体,而在热压烧结过程中,增强体预备体吸附的氮气与钛颗粒活性表面直接反应形成纳米级增强体,增强体粒度小,界面结合强度高,且均匀分散在基体中,反应过程免去了热压烧结环节气-固反应的扩散、吸附环节,提高了反应速率。由此可见,本发明纳米TiN增强的钛基复合材料制备方法,将一般的原位制备方法中的气-固反应的第一步反应环节在球磨条件下进行,优化了原位合成法中增强体生成的动力学过程,有利于反应生成纳米级TiN增强体,在钛基体中起到弥散强化的作用,增强体粒度小、分散均匀、界面结合强度高,提高了所制得纳米TiN增强的钛基复合材料的力学性能。

[0029] 下面用实施方式来说明本发明方法。应该理解的是这些实施方式仅仅是用于进一步说明本发明的实施方案,而不是用于限制本发明。

[0030] 实施例1:

采用本发明方法制备纳米TiN增强的钛基复合材料,步骤如下:

1)原料准备:称取200g市售纯度99.8%、粒径为44um的钛粉,装入预先清洗并干燥好的球磨罐中,球料比为5:1。

[0031] 2)气体充入:将装有钛粉的球磨罐盖好,用氮气充洗球磨罐的罐体2~3次,尽可能的排除球磨罐中的空气,防止球磨时钛粉的氧化;然后向球磨罐中充入纯度为99.99%的氮气,充入氮气的压强为 1×10^5 Pa。

[0032] 3)球磨混合:向球磨罐中充入氮气后,对球磨罐中的钛粉进行多次的机械球磨,球磨机转速为250r/min,每次球磨时间为10~60min,每相邻两次球磨的间隔时间为10~50min,球磨总时间为1~1.5h,然后停止球磨,得到增强体预备体,将球磨罐置于真空手套箱中,将增强体预备体从球磨罐中取出。

[0033] 4)热压烧结:将球磨后得到的增强体预备体取20g放入热压烧结炉模具中,然后放入真空热压烧结炉内在氩气保护环境下进行保温保压烧结;为防止球磨料氧化,在将装有增强体预备体的热压烧结炉模具放入真空热压烧结炉内之后进行保温保压烧结之前,先对真空热压烧结炉内进行抽真空处理,使得真空热压烧结炉内的真空度被抽至1.50Pa,再充入氩气保护;进行抽真空处理的步骤如下:

41)对真空热压烧结炉内抽真空,直至真空热压烧结炉内的真空度为1.50Pa;

42)向真空热压烧结炉内通入氩气,对真空热压烧结炉内进行排空,直至炉内压强稳定后,返回执行步骤41);

43)将步骤41)~42)重复执行3~5次,然后向真空热压烧结炉内充入氩气保护。

[0034] 随后在氩气保护环境下,升温加热,升温速率为 $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$,烧结最高温度为 1000°C ,对增强体预备体进行保温保压烧结,保温保压烧结过程中压头施加在热压烧结炉模具上的压强为 10MPa ,保温保压烧结时间为 1h ,然后随炉缓冷,得到纳米TiN增强的钛基复合材料。

[0035] 测量本实施例所得纳米TiN增强的钛基复合材料的最大压缩屈服强度及延伸率,从测试结果得知,本实施例所制备的纳米TiN增强的钛基复合材料的压缩强度为 1795MPa ,延伸率为 4.1% 。

[0036] 实施例2:

采用本发明方法制备纳米TiN增强的钛基复合材料,步骤如下:

1)原料准备:称取 100g 市售纯度 99.8% 、粒径为 $44\mu\text{m}$ 的钛粉,装入预先清洗并干燥好的球磨罐中,球料比为 $10:1$ 。

[0037] 2)气体充入:将装有钛粉的球磨罐盖好,用氮气充洗球磨罐的罐体 $2\sim 3$ 次,尽可能的排除球磨罐中的空气,防止球磨时钛粉的氧化;然后向球磨罐中充入纯度为 99.99% 的氮气,充入氮气的压强为 $10 \times 10^5\text{Pa}$ 。

[0038] 3)球磨混合:向球磨罐中充入氮气后,对球磨罐中的钛粉进行多次的机械球磨,球磨机转速为 $200\text{r}/\text{min}$,每次球磨时间为 $10\sim 60\text{min}$,每相邻两次球磨的间隔时间为 $10\sim 50\text{min}$,球磨总时间为 $1.0\sim 3.0\text{h}$,然后停止球磨,得到增强体预备体,将球磨罐置于真空手套箱中,将增强体预备体从球磨罐中取出。

[0039] 4)热压烧结:将球磨后得到的增强体预备体取 20g 放入热压烧结炉模具中,然后放入真空热压烧结炉内在氩气保护环境下进行保温保压烧结;为防止球磨料氧化,在将装有增强体预备体的热压烧结炉模具放入真空热压烧结炉内之后进行保温保压烧结之前,先对真空热压烧结炉内进行抽真空处理,使得真空热压烧结炉内的真空度被抽至 1.50Pa ,再充入氩气保护,在氩气保护环境下升温加热,升温速率为 $20^{\circ}\text{C}/\text{min}$,烧结最高温度为 1100°C ,对增强体预备体进行保温保压烧结,保温保压烧结过程中压头施加在热压烧结炉模具上的压强为 20MPa ,保温保压烧结时间为 1.5h ,然后随炉缓冷,得到纳米TiN增强的钛基复合材料。

[0040] 测量本实施例所得纳米TiN增强的钛基复合材料的最大压缩屈服强度及延伸率,从测试结果得知,本实施例所制备的纳米TiN增强的钛基复合材料的压缩强度为 2105MPa ,延伸率为 2.3% 。

[0041] 实施例3:

采用本发明方法制备纳米TiN增强的钛基复合材料,步骤如下:

1)原料准备:称取 50g 市售纯度 99.8% 、粒径为 $44\mu\text{m}$ 的钛粉,装入预先清洗并干燥好的球磨罐中,球料比为 $20:1$ 。

[0042] 2)气体充入:将装有钛粉的球磨罐盖好,用氮气充洗球磨罐的罐体 $2\sim 3$ 次,尽可能的排除球磨罐中的空气,防止球磨时钛粉的氧化;然后向球磨罐中充入纯度为 99.99% 的氮气,充入氮气的压强为 $6 \times 10^5\text{Pa}$ 。

[0043] 3)球磨混合:向球磨罐中充入氮气后,对球磨罐中的钛粉进行多次的机械球磨,球

磨机转速为250r/min,每次球磨时间为10~60min,每相邻两次球磨的间隔时间为10~50min,球磨总时间为2.0~3.5h,然后停止球磨,得到增强体预备体,将球磨罐置于真空手套箱中,将增强体预备体从球磨罐中取出。

[0044] 4)热压烧结:将球磨后得到的增强体预备体取20g放入热压烧结炉模具中,然后放入真空热压烧结炉内在氩气保护环境下进行保温保压烧结;为防止球磨料氧化,在将装有增强体预备体的热压烧结炉模具放入真空热压烧结炉内之后进行保温保压烧结之前,先对真空热压烧结炉内进行抽真空处理,使得空热压烧结炉内的真空度被抽至1.50Pa,再充入氩气保护,在氩气保护环境下升温加热,升温速率为30℃/min,烧结最高温度为1200℃,对增强体预备体进行保温保压烧结,保温保压烧结过程中压头施加在热压烧结炉模具上的压强为30MPa,保温保压烧结时间为2h,然后随炉缓冷,得到纳米TiN增强的钛基复合材料。

[0045] 测量本实施例所得纳米TiN增强的钛基复合材料的最大压缩屈服强度及延伸率,从测试结果得知,本实施例所制备的纳米TiN增强的钛基复合材料的压缩强度为2350MPa,延伸率为2.0%。

[0046] 实施例4:

采用本发明方法制备纳米TiN增强的钛基复合材料,步骤如下:

1)原料准备:称取50g市售纯度99.8%、粒径为44um的钛粉,装入预先清洗并干燥好的球磨罐中,球料比为20:1。

[0047] 2)气体充入:将装有钛粉的球磨罐盖好,用氮气充洗球磨罐的罐体2~3次,尽可能的排除球磨罐中的空气,防止球磨时钛粉的氧化;然后向球磨罐中充入纯度为99.99%的氮气,充入氮气的压强为 15×10^5 Pa。

[0048] 3)球磨混合:向球磨罐中充入氮气后,对球磨罐中的钛粉进行多次的机械球磨,球磨机转速为300r/min,每次球磨时间为10~60min,每相邻两次球磨的间隔时间为10~50min,球磨总时间为2.0~4.0h,然后停止球磨,得到增强体预备体,将球磨罐置于真空手套箱中,将增强体预备体从球磨罐中取出。

[0049] 4)热压烧结:将球磨后得到的增强体预备体取20g放入热压烧结炉模具中,然后放入真空热压烧结炉内在氩气保护环境下进行保温保压烧结;为防止球磨料氧化,在将装有增强体预备体的热压烧结炉模具放入真空热压烧结炉内之后进行保温保压烧结之前,先对真空热压烧结炉内进行抽真空处理,使得空热压烧结炉内的真空度被抽至1.50Pa,再充入氩气保护,在氩气保护环境下升温加热,升温速率为40℃/min,烧结最高温度为1300℃,对增强体预备体进行保温保压烧结,保温保压烧结过程中压头施加在热压烧结炉模具上的压强为40MPa,保温保压烧结时间为2.5h,然后随炉缓冷,得到纳米TiN增强的钛基复合材料。

[0050] 测量本实施例所得纳米TiN增强的钛基复合材料的最大压缩屈服强度及延伸率,从测试结果得知,本实施例所制备的纳米TiN增强的钛基复合材料的压缩强度为2440MPa,延伸率为1.4%。

[0051] 实施例5:

采用本发明方法制备纳米TiN增强的钛基复合材料,步骤如下:

1)原料准备:称取50g市售纯度99.8%、粒径为44um的钛粉,装入预先清洗并干燥好的球磨罐中,球料比为20:1。

[0052] 2)气体充入:将装有钛粉的球磨罐盖好,用氮气充洗球磨罐的罐体2~3次,尽可能

的排除球磨罐中的空气,防止球磨时钛粉的氧化;然后向球磨罐中充入纯度为99.99%的氮气,充入氮气的压强为 $20 \times 10^5 \text{Pa}$ 。

[0053] 3)球磨混合:向球磨罐中充入氮气后,对球磨罐中的钛粉进行多次的机械球磨,球磨机转速为400r/min,每次球磨时间为10~60min,每相邻两次球磨的间隔时间为10~50min,球磨总时间为4.0~6.0h,然后停止球磨,得到增强体预备体,将球磨罐置于真空手套箱中,将增强体预备体从球磨罐中取出。

[0054] 4)热压烧结:将球磨后得到的增强体预备体取20g放入热压烧结炉模具中,然后放入真空热压烧结炉内在氩气保护环境下进行保温保压烧结;为防止球磨料氧化,在将装有增强体预备体的热压烧结炉模具放入真空热压烧结炉内之后进行保温保压烧结之前,先对真空热压烧结炉内进行抽真空处理,使得真空热压烧结炉内的真空度被抽至1.50Pa,再充入氩气保护,在氩气保护环境下升温加热,升温速率为 $50^\circ\text{C}/\text{min}$,烧结最高温度为 1500°C ,对增强体预备体进行保温保压烧结,保温保压烧结过程中压头施加在热压烧结炉模具上的压强为50MPa,保温保压烧结时间为3h,然后随炉缓冷,得到纳米TiN增强的钛基复合材料。

[0055] 测量本实施例所得纳米TiN增强的钛基复合材料的最大压缩屈服强度及延伸率,从测试结果得知,本实施例所制备的纳米TiN增强的钛基复合材料的压缩强度为2120MPa,延伸率为1.2%。

[0056] 上述实施例1~5制备所得纳米TiN增强的钛基复合材料的压缩应力-应变曲线图如图1所示。从以上实施例中不难看出,较高的通气压强、合理的球磨参数、恰当的热压烧结温度、压强以及保温时间,在本发明纳米TiN增强的钛基复合材料制备方法工艺条件下,可以获得材料性能优异的纳米TiN增强的钛基复合材料。

[0057] 综上所述,本发明纳米TiN增强的钛基复合材料制备方法中,在钛粉球磨时通入一定压强的高纯氮气,利用球磨后所得到的纳米级钛粉的高比表面积吸附气体形成增强体预备体,为原位合成纳米级增强体复合材料提供了一种新途径;而后通过热压烧结,利用粉末冶金原位合成法合成纳米TiN增强的钛基复合材料,增强体粒度小、分散均匀、界面结合强度高,提高了所制得纳米TiN增强的钛基复合材料的材料性能,降低了成本,避免了使用外加法带来的缺陷;其过程中,利用机械球磨预先制得增强体预备体,减少了高温条件下增强体生成的反应环节,强化了生成动力学条件,并减少了热压烧结过程的能耗,有助于节省能源。由此可见,本发明方法有效克服了现有TiN增强的钛基复合材料制备方法所存在的增强体粒度粗大、界面结合强度低、材料性能差的问题,具有很好的工业应用价值。

[0058] 最后说明的是,以上实施例仅用以说明本发明的技术方案而非限制,尽管参照较佳实施例对本发明进行了详细说明,本领域的普通技术人员应当理解,可以对本发明的技术方案进行修改或者等同替换,而不脱离本发明技术方案的宗旨和范围,其均应涵盖在本发明的权利要求范围当中。

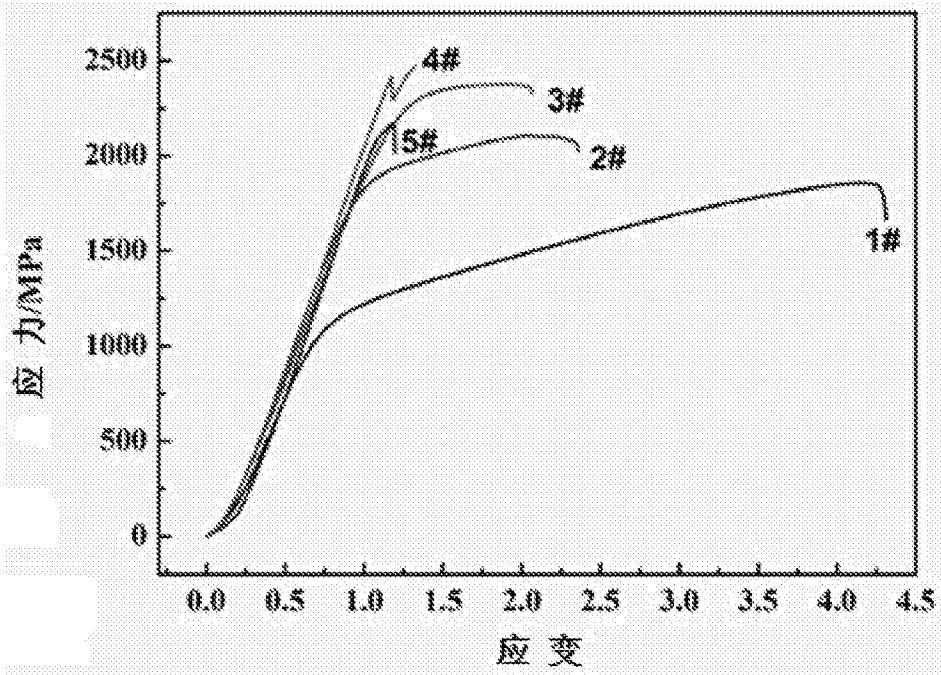


图1