

# 基于 $\text{TiH}_2$ 粉末制备 $\text{Ti}-13\text{Nb}-13\text{Zr}$ 合金的微观组织与结构

王静哲<sup>1,3</sup>, 张家敏<sup>1,2,3,4</sup>, 易健宏<sup>1,2,3,4</sup>, 甘国友<sup>1,2,3,4</sup>, 刘意春<sup>1,2,3,4</sup>

(1. 昆明理工大学, 云南 昆明 650093)

(2. 稀贵及有色金属先进材料教育部重点实验室, 云南 昆明 650093)

(3. 云南省新材料制备与加工重点实验室, 云南 昆明 650093)

(4. 昆明市稀贵及有色金属先进材料重点实验室, 云南 昆明 650093)

**摘要:** 利用  $\text{TiH}_2$ 、 $\text{ZrH}_2$  的脱氢特性, 结合粉末冶金方法, 将  $\text{TiH}_2$ 、 $\text{Nb}$  和  $\text{ZrH}_2$  粉末经混合球磨、压制而成形, 真空烧制得到  $\text{Ti}-13\text{Nb}-13\text{Zr}$  合金, 对样品进行金相显微镜、SEM、XRD 分析, 结果表明: 烧结坯体相对密度达到 92.2%, 合金主要组织为  $\alpha+\beta$  型片状魏氏组织, 且在合金形成过程中  $\beta$  稳定元素的  $\text{Nb}$  发挥作用, 使得钛的  $\beta$  相在降温完成后仍稳定存在;  $\alpha$ - $\text{Ti}$  及  $\alpha$ - $\text{Zr}$  为六方密排 (hcp) 结构,  $\beta$ - $\text{Ti}$ 、 $\text{Nb}$  及  $\beta$ - $\text{Zr}$  同为体心立方 (bcc) 结构。

**关键词:**  $\text{TiH}_2$ ;  $\text{ZrH}_2$ ;  $\text{Ti}-13\text{Nb}-13\text{Zr}$ ; 粉末冶金

中图法分类号: TG156

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2019)01-0152-07

钛合金的生产原料主要采用纯钛粉末与其他金属粉末混合加工制造<sup>[1]</sup>, 纯钛粉末的生产方法有将钛基化合物或混合粉末加研制介质置入高能球磨机中, 通过粉末颗粒与磨球间的长时间碰撞、冲击, 制取细粉末的机械合金法<sup>[2,3]</sup>; 将液态金属或合金流破碎成微小熔滴, 随即在环境中冷凝得到金属粉末的雾化法<sup>[4-6]</sup>, 目前雾化法主要有气体雾化法和离心雾化法; 以及利用金属氢化物或氧化物进行的金属热还原法<sup>[7,8]</sup>, 得到所需的金属粉末; 利用电解法对金属氧化物进行的熔盐电解法<sup>[9,10]</sup>。近年来, 最常用的则是利用钛与氢可逆性制备纯钛粉的氢化脱氢法<sup>[11-13]</sup>等, 这些方法在生产纯钛粉末的同时也无形中增加了钛合金的生产流程, 作为综合性能优良的近  $\beta$  型生物医用钛合金  $\text{Ti}-13\text{Nb}-13\text{Zr}$ <sup>[14-17]</sup>, 主要生产方法为熔铸法<sup>[18-21]</sup>, 但该方法存在熔炼成本高、成材率低的缺点, 相比之下, 粉末冶金方法是一种低成本的少切削或无切削的近净成形加工工艺, 在保证性能的基础上, 粉末冶金方法可以有效降低生产成本。

近年来, 随着研究人员对金属氢化物的关注, 针对金属氢化物脱氢、吸氢特性的研究越来越多, 使得利用  $\text{TiH}_2$  在 350~750 °C<sup>[22-24]</sup> 温度范围内以及  $\text{ZrH}_2$  在 500~1000 °C<sup>[25-27]</sup> 温度范围内的高温脱氢特性采用粉末冶金方法生产钛合金成为可能, 以  $\text{TiH}_2$  粉末为原

料, 加入不同合金粉末, 直接进行钛合金的生产, 在烧结升温中使  $\text{TiH}_2$  粉末的脱氢过程以及合金的形成过程同时进行, 不仅有效降低了钛合金的生产成本, 而且也可以保证生产产品具有优良性能。目前, 已有研究人员利用这种方法得到相对密度达到 99%以上的  $\text{Ti}-6\text{Al}-4\text{V}$  合金<sup>[28]</sup>。

本研究以  $\text{TiH}_2$  粉末、 $\text{Nb}$  粉末和  $\text{ZrH}_2$  粉末为原料, 经球磨将混合粉末压制成圆柱形坯体后, 在 1450 °C 对坯体进行真空烧结, 烧结升温过程中, 为保证氢的有效脱除设置多个保温平台, 经烧结得到  $\text{Ti}-13\text{Nb}-13\text{Zr}$  合金烧结坯体。计算得到各烧结温度下产品的收缩率及相对密度, 并通过金相显微镜以及扫描电子显微镜 (SEM) 观察得到的烧结坯体的组织形貌, 同时结合  $\text{Ti}$ 、 $\text{Zr}$  元素的同素异构转变及 XRD 测试结果分析, 对合金结构做出合理猜想, 进一步, 通过能谱分析仪扫描结果对  $\text{Nb}$ 、 $\text{Zr}$  元素在合金中的分布及作用进行讨论。

## 1 实验

实验采用粒度≤38 μm 外购  $\text{TiH}_2$  粉末、 $\text{ZrH}_2$  粉末及  $\text{Nb}$  粉末, 各粉末化学成分如表 1 所示, 将 3 种粉末按  $\text{Ti}-13\text{Nb}-13\text{Zr}$  合金的成分按标准比例称取混合, 置于 QM-3SP4 行星式球磨机, 设置以 250 r/min 的转

收稿日期: 2018-01-09

基金项目: 国家自然科学基金 (51464027)

作者简介: 王静哲, 女, 1992 年生, 硕士生, 昆明理工大学材料科学与工程学院云南省新材料制备与加工重点实验室, 云南 昆明 650093, E-mail: 751771446@qq.com

表 1 粉末化学成分

Table 1 Chemical composition of powder (ω/%)

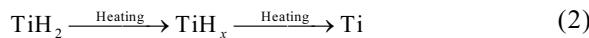
Chemical composition of TiH <sub>2</sub> powder						
TiH <sub>2</sub>	Fe	Si	Cl	C	N	O
≥99.7	≤0.06	≤0.01	≤0.06	≤0.02	≤0.03	≤0.10
Chemical composition of Nb powder						
Nb	Fe	Si	H	C	N	O
≥99.9	≤0.01	≤0.005	≤0.005	≤0.05	≤0.4	≤0.2
Chemical composition of ZrH <sub>2</sub> powder						
ZrH <sub>2</sub>	Fe	Ca	Cl	Mg		
≥99.0	≤0.20	≤0.02	≤0.02	≤0.1		

速单向转动 120 min, 得到混合粉末, 利用 769YP-24B 粉末压片机对混合粉末进行压制, 压制条件为: 压制压力 6 MPa、保压时间 10 min, 得到密度均匀的圆柱形压坯, 利用阿基米德排水法对压坯密度进行测量, 根据 TiH<sub>2</sub>-Nb-ZrH<sub>2</sub> 混合粉末体系的脱氢规律设计烧结工艺, 对压坯进行真空烧结后得到烧结坯体, 利用阿基米德排水法对烧结坯体密度进行测量计算, 得到坯体的烧结收缩率, 并利用金相显微镜、XRD、扫描电子显微镜 (SEM) 及能谱分析仪对样品进行测试, 得到样品的成分、形貌及元素分布等信息。

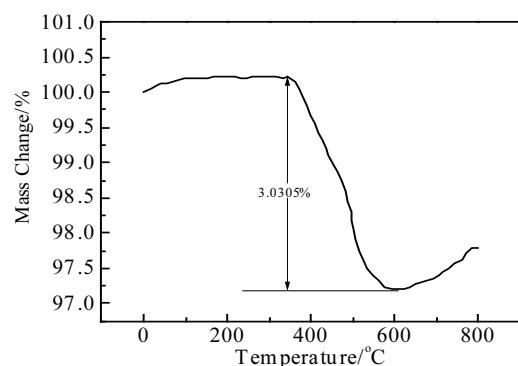
## 2 结果与讨论

### 2.1 TiH<sub>2</sub> 及 ZrH<sub>2</sub> 的脱氢规律

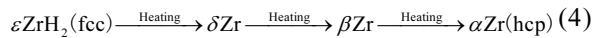
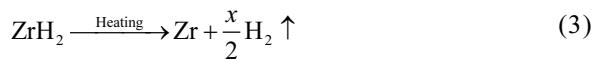
氢化钛粉末加热脱氢的过程一般由 350 °C 持续到 750 °C<sup>[23-25]</sup>, 图 1 为 TiH<sub>2</sub> 粉末升温至 800 °C 的 TGA 曲线。测试表明在 300 到 600 °C TiH<sub>2</sub> 脱氢反应最为剧烈, 其质量损失到达 3.0305%, 脱氢原理如式 (1) 所示, 该过程中 TiH<sub>2</sub> 的变化过程如式 (2) :



升温加热的过程中, 密排六方 (hcp) 结构的  $\alpha$ -Ti 随温度的升高逐渐转变为体心立方 (bcc) 结构的  $\beta$ -Ti。

图 1 TiH<sub>2</sub> 粉末 TGA 曲线Fig.1 TGA curve of TiH<sub>2</sub> powder

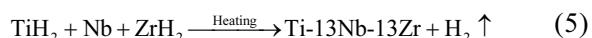
体系中 ZrH<sub>2</sub> 的脱氢温度为 500 °C 到 1000 °C<sup>[26-28]</sup>, 图 2 为 ZrH<sub>2</sub> 粉末升温至 1200 °C 的 DTA 曲线。从曲线中可以看出在 400 至 800 °C 为 ZrH<sub>2</sub> 粉末大量脱氢的阶段, 其脱氢原理如式 (3), 随着温度的升高, 体系中氢含量的减少, ZrH<sub>2</sub> 发生的变化如式 (4) 所示:



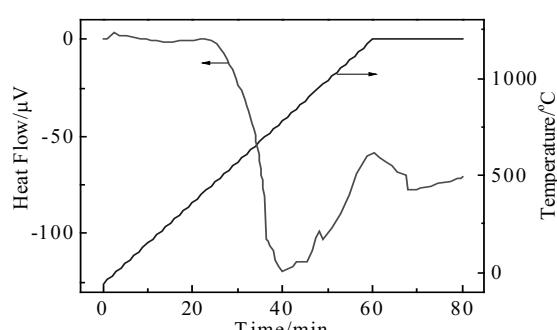
整个体系中, 无论是 TiH<sub>2</sub> 还是 ZrH<sub>2</sub> 的加热脱氢过程均伴随着一定的体积收缩。

### 2.2 烧结工艺的制定及压坯体积收缩率

本实验利用 TiH<sub>2</sub> 及 ZrH<sub>2</sub> 的加热脱氢性能, 直接使用 TiH<sub>2</sub> 粉末、Nb 粉末及 ZrH<sub>2</sub> 粉末采用粉末冶金方法真空烧结制备得到近  $\beta$  型钛合金 Ti-13Nb-13Zr 合金, 其反应原理为:



综合 TiH<sub>2</sub> 粉末和 ZrH<sub>2</sub> 粉末脱氢规律的分析结果, 设计如图 3 所示的真空烧结工艺曲线 ( $T-t$  曲线)。曲线共设置 7 个不同温度 (400, 500, 600, 800, 900, 1000 °C)、分别保温 20 min 的保温平台, 这些平台的设置是为了确保粉末体系在升温过程中可以完全脱氢, 避免脱氢不完全造成的氢脆影响合金性能。

图 2 ZrH<sub>2</sub> 粉末 DTA 曲线Fig.2 DTA curve of ZrH<sub>2</sub> powder

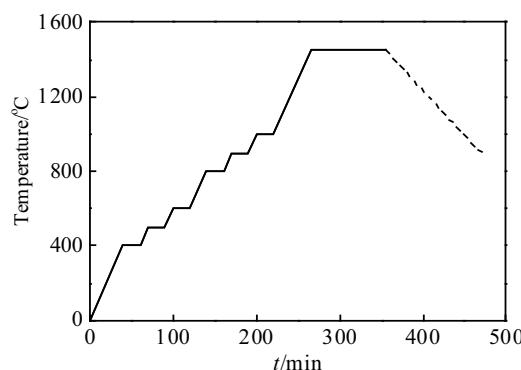


图 3 真空烧结曲线

Fig.3 Sintering curve in vacuum

根据图 3 中  $T-t$  曲线烧结得到的 4 个样品的密度及体积变化如表 2 所示, 压坯通过真空烧结后致密度有大幅提高, 坯体相对密度可以达到 92.2%, 随温度的升高压坯表面能下降使其体积收缩, 且烧结前后体积收缩率平均达到 37.15%, 在烧结过程中随温度升高压坯发生脱氢反应导致微观结构发生变化。

### 2.3 烧结坯体形貌分析及合金中的元素分布

图 4 为试样 Ti-13Nb-13Zr 合金的金相组织形貌。在烧结升温过程中, 随着温度的不断升高, 体系中的  $\alpha$  相不断转变为  $\beta$  相, 该过程体系中的氢不断逸出, 合金中的 Nb 元素和 Zr 元素逐渐与钛元素固溶, 该过程合金主要形成等轴  $\alpha+\beta$  组织 (如图 4a), 当温度接近钛的相变温度点, 该温度点实际为  $\alpha+\beta$  相转变为  $\beta$  相的温度点, 结合对实际烧结过程的观察, 到达相变温度点前, 合金体系已经完成了释氢过程, 随后体系温度继续升高, 直到烧结温度 1450 °C, 期间合金初生  $\alpha$  相不断减少, 更多的  $\beta$  相在此时形核长大, 随后体系进入烧结保温过程, 合金元素 Nb、Zr 的固溶度不段增加, 合金化充分进行, 保温完成后, 体系开始随炉降温过程, 即降温前期速率较快, 后期降温速率逐渐变缓, 由于过快的冷却速度是合金形成片状魏氏组织的主要原因, 因此在体系降温前期, 合金中形成了有连续的晶界  $\alpha$  相镶边, 在  $\beta$  相晶粒内有细长平直、

表 2 样品体积收缩率

Table 2 Volume shrinkage of sample

Sample	$\rho_a/\%$	$\rho_b/\%$	$V_a/\text{cm}^3$	$V_b/\text{cm}^3$	$V/\%$
1#	63.62	91.7	1.2875	0.8119	36.9
2#	63.93	92.2	1.3017	0.8204	37.0
3#	63.26	91	1.2936	0.8092	37.4
4#	63.24	92	1.2952	0.8124	37.3

Note:  $\rho_a$ —green density,  $\rho_b$ —sample density,  $V_a$ —compact size,  $V_b$ —sample volume,  $V$ —volume shrinkage of sample

互相平行的片状  $\alpha$  相的片状魏氏组织 (如图 4b); 在后期的降温过程中, 降温速度缓慢, 易于原子扩散, 相变充分, 合金中的  $\beta$  相再次转变成为  $\alpha$  相, 此过程形成了等轴的初生  $\alpha$  相和  $\beta$  相转变组织中的次生  $\alpha$  相组成的双态组织 (如图 4c)。

根据合金的金相形貌图可以得出合金中存在等轴组织、片状魏氏组织以及双态组织, 3 种组织的存在均可说明合金中存在稳定的  $\alpha$  相 (浅色部分) 和  $\beta$  相 (深色部分), 从图 4d 中可以看出合金中主要存在的组织为片状魏氏组织, 同时也可以看出合金整体的组织中魏氏组织并未显示出明显的晶粒粗大的趋势, 这表明现行的烧结工艺的冷却过程并不存在由于过冷而造成魏氏组织粗大, 从而影响合金的力学性能。

对烧结坯体进行 SEM 及能谱分析, 得到该样品的成分分布如图 5 所示, 可以看出钛元素及锆元素在合金中分布均匀, 但铌元素有明显的分布趋向性, 做为钛的同晶型  $\beta$  稳定元素, 铌只在  $\beta$ -Ti 中无限固溶, 在  $\alpha$ -Ti 则为有限固溶, 在合金体系中发挥了降低  $\beta$  转变温度, 扩大  $\beta$  相区的作用, 即它的加入增大了  $\beta$  相的稳定性, 同时在合金中有最常见的钛的中性元素 Zr 的参与, 锆和钛的性质相似, 原子尺寸也十分接近 (Ti 原子半径: 0.176 nm、Ar 原子半径: 0.216 nm), 在  $\alpha$  相和  $\beta$  相中均能形成无限固溶, 且锆的室温强化作用弱, 但高温强化作用强, 由于锆在钛的  $\alpha$  相和  $\beta$  相中均能稳定存在, 对于两种不同的相区影响结果相似,

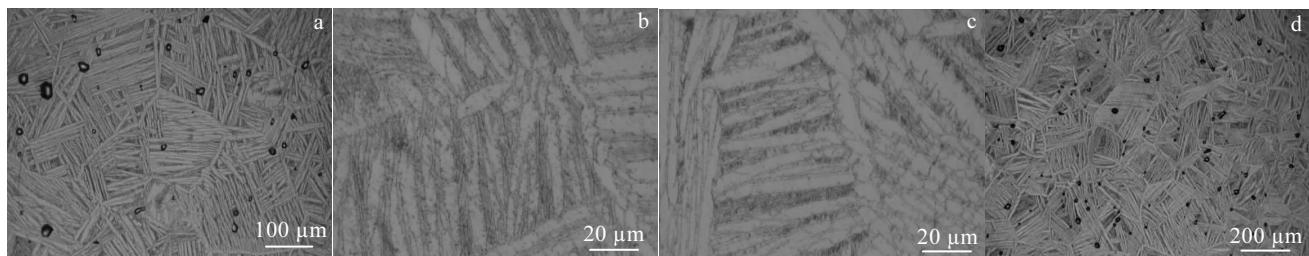
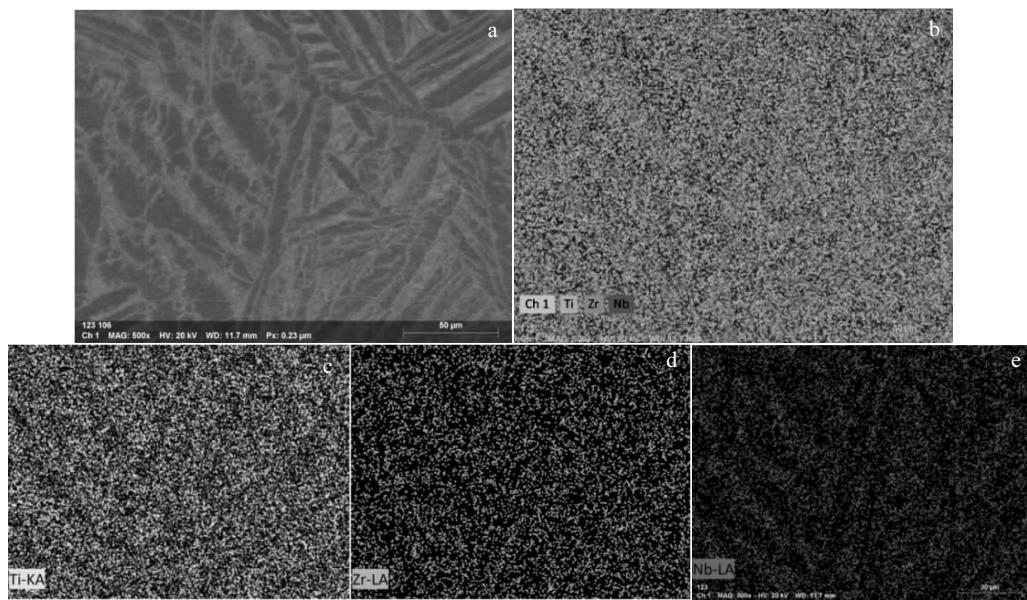


图 4 Ti-13Nb-13Zr 烧结坯体金相组织照片

Fig.4 OM images of sintering blank microstructures by different magnification

图 5  $\text{Ti}-13\text{Nb}-13\text{Zr}$  合金 SEM 照片及元素分布图Fig.5 SEM image (a) and EDS elemental map elements distribution of  $\text{Ti}-13\text{M}-13\text{Zr}$  (b); (c) Ti, (d) Zr, (e) Nb

但在  $\beta$  合金中锆元素显示出  $\beta$  稳定元素作用, 并且其稳定效果随着合金中其他的  $\beta$  稳定元素 (Nb) 的含量增加而增加, 因此在合金形成及最终降温过程中铌趋向存在于钛的  $\beta$  相区, 在其对钛的  $\beta$  相区进行扩大作用的同时使得钛的  $\alpha$  相区形成条状的相对富集区, 但总体上, 钛在  $\text{Ti}-13\text{Nb}-13\text{Zr}$  合金中依然以  $\alpha$ -Ti 和  $\beta$ -Ti 两种不同相稳定存在。对比图 5a、5d、5e 3 图, 可以看出形貌图中相对亮色的部分 Nb 元素均匀分布, 这表示在降温过程中由于铌对钛的  $\beta$  相区的作用使得合金中的  $\beta$ -Ti 在降温完成后依然稳定存在, 即添加的 Zr 元素在晶界发生富集, 而添加的 Nb 元素易于富集在晶面内, 且

Nb 富集的程度比 Zr 的富集程度大。

#### 2.4 合金 XRD 结果分析

$\text{Ti}-13\text{Nb}-13\text{Zr}$  合金中, Ti、Nb、Zr 3 种元素具有不同的特性和晶体结构, 其中铌一般为稳定的体心立方 (bcc) 结构, 而钛和锆随温度的不断升高均会发生同素异构反应。钛随温度的升高在 882 °C 时发生同素异构反应, 密排六方 (hcp) 结构的  $\alpha$ -Ti 转变为体心立方 (bcc) 结构的  $\beta$ -Ti (图 6), 锆则随温度的升高在 862 °C 时由密排六方 (hcp) 结构的  $\alpha$ -Zr 转变为体心立方 (bcc) 结构的  $\beta$ -Zr (图 7), 其中钛 (表 3) 及锆 (表 4) 的晶格常数如表 3、4 所示。

表 3 Ti 晶格常数

Table 3 Lattice constant of Ti

Name	Structure	Space group	Lattice constant/nm			Atom site		
			<i>a</i>	<i>b</i>	<i>c</i>	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>
$\alpha$ -Ti	hcp	P63/mmc(194)	2.950	2.950	4.686	0.3333	0.6667	0.25
$\beta$ -Ti	bcc	Im-3m(229)	3.306	3.306	3.306	0	0	0

表 4 Zr 晶格常数

Table 4 Lattice constant of Zr

Name	Structure	Space group	Lattice constant/nm			Atom site		
			<i>a</i>	<i>b</i>	<i>c</i>	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>
$\alpha$ -Zr	hcp	P63/mmc(194)	3.232	3.232	5.148	0.3333	0.6667	0.25
$\beta$ -Zr	bcc	Im-3m(229)	3.616	3.616	3.616	0	0	0

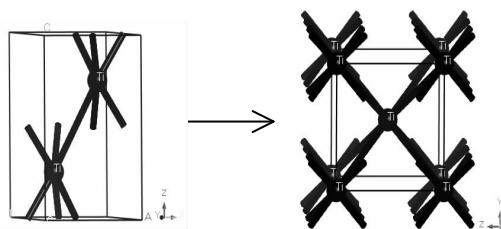


图 6 钛的同素异构转变

Fig.6 Allotropic transformation of Ti

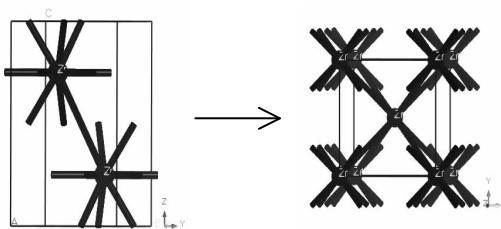


图 7 锆的同素异构转变

Fig.7 Allotropic transformation of Zr

对烧结坯体进行 XRD 分析, 利用 PDF 标准卡片进行标定对比, 结果如图 8 所示。PDF 标准卡片数值如表 5 所示。从图 8 中可以看到衍射角在  $30^\circ\sim65^\circ$  之间, 有 4 个明显的衍射峰, 其特征晶面分别为  $(002)$ 、 $(101)$ 、 $(102)$ 、 $(110)$ , 对比 PDF 标准卡片说明体系中存在密排六方结构(hcp)的  $\alpha$ -Ti, 同时可以在  $35^\circ\sim85^\circ$  之间找到特征晶面  $(110)$ 、 $(200)$ 、 $(211)$ 、 $(220)$  4 个晶面所对应的衍射峰, 说明体系中存在体心立方结构(bcc)的  $\beta$ -Ti, 即体系中的 Ti 为  $\alpha$  相与  $\beta$  相两相共存; 发现当衍射角在  $35^\circ\sim85^\circ$  之间, 存在特征晶面  $(110)$ 、 $(200)$ 、 $(211)$ 、 $(220)$  所对应的衍射峰, 说明存在体心立方结构(bcc)的 Nb 元素, 且其衍射峰均靠近  $\beta$ -Ti 的各同晶面衍射峰; 同时在衍射角为  $35^\circ\sim70^\circ$  之间存在密排六方结构(hcp)的  $\alpha$ -Zr 的 4 个特征晶面, 分别为:  $(101)$ 、 $(110)$ 、 $(103)$ 、 $(201)$ , 在衍射角为  $35^\circ\sim75^\circ$  之间, 存在体心立方结构(bcc)的  $\beta$ -Zr 的特征晶面, 与  $\beta$ -Ti、Nb 相同, 分别为  $(110)$ 、 $(200)$ 、 $(211)$ 、 $(220)$ , 即合金中的 Zr 与 Ti 相同, 为  $\alpha$  相与  $\beta$  相两相共存。

通过 XRD 分析结果可以得出,  $\alpha$ -Ti 及  $\alpha$ -Zr 同样以空间群 P63/mmc(194)存在于烧结坯体中, 且同为六方密排结构(hcp)、有相同的特征晶面, 而对于  $\beta$ -Ti、Nb 及  $\beta$ -Zr 3 相, 不仅空间点群同为 Im-3m(229)、结构为体心立方(bcc)且 3 种不同相的特征晶面相同, 说明 Ti、Zr 2 种元素的同素异构转变与烧结工艺制定

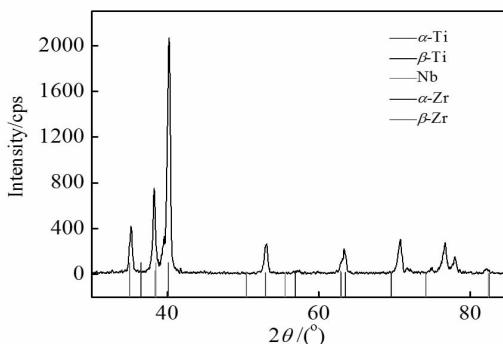


图 8 Ti-13Nb-13Zr 合金 XRD 图谱

Fig.8 XRD pattern of Ti-13Nb-13Zr alloy

表 5 PDF 标准卡片

Table 5 PDF standard card

Name	$2\theta/(^\circ)$	$I(f)$	$(hkl)$
$\alpha$ -Ti	38.387	25.9	(0 0 2)
	40.169	100.0	(1 0 1)
	52.985	11.9	(1 0 2)
	62.963	11.8	(1 1 0)
$\alpha$ -Zr	36.511	100.0	(1 0 1)
	56.939	14.5	(1 1 0)
	63.540	14.3	(1 0 3)
	69.557	10.2	(2 0 1)
$\beta$ -Ti	38.481	100.0	(1 1 0)
	55.541	12.0	(2 0 0)
	69.605	17.0	(2 1 1)
	82.444	4.0	(2 2 0)
Nb	38.468	100.0	(1 1 0)
	55.534	13.7	(2 0 0)
	69.581	23.3	(2 1 1)
	82.424	6.3	(2 2 0)
$\beta$ -Zr	35.064	100.0	(1 1 0)
	50.430	14.9	(2 0 0)
	62.901	26.3	(2 1 1)
	74.095	7.1	(2 2 0)

前的理论预测相同, 而 Nb 作为钛的  $\beta$  稳定元素, 大部分 Nb 确实固溶存在于钛的  $\beta$  相中。

### 3 结 论

1) 通过该工艺得到的产品, 烧结坯体相对密度可以达到 92.2%, 且烧结前后体积收缩率平均达到 37.15%, 但并未完全致密。

2) 金相形貌图得出合金中存在等轴组织、片状魏氏组织以及双态组织, 其中片状魏氏组织为主要组织,

且片状魏氏组织并未粗大。

3) 降温过程中由于铌对钛的  $\beta$  相区的作用使得合金中的  $\beta$ -Ti 在降温完成后依然稳定存在, 且由于  $\beta$  稳定元素的存在, 使得中性元素 Zr 在合金中起到促进 Nb 元素扩大  $\beta$  相区的作用。

4) 通过元素微观结构、同素异构转变及 XRD 分析结果得出:  $\alpha$ -Ti 及  $\alpha$ -Zr 同样以空间群 P63/mmc(194) 存在于烧结坯体中, 且同为六方密排结构(hcp), 而对于  $\beta$ -Ti、Nb 及  $\beta$ -Zr 3 相, 不仅空间点群同为 Im-3m(229)、结构为体心立方(bcc) 且 3 种不同相的特征晶面相同。

## 参考文献 References

- [1] Liu Yanfeng(刘彦峰), Liu Hongdou(柳红豆), Li Chun(李春). *Journal of Shangluo University*(商洛学院学报)[J], 2017, 31(2): 17
- [2] Chen Zhenhua(陈振华). *Modern Powder Metallurgy Technology*, 2 Ed(现代粉末冶金技术, 第二版)[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2013: 1
- [3] Mo Wei(莫畏). *Titanium*, 1 Ed(钛, 第一版)[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2008: 1
- [4] Hao Bin(郝斌). *Titanium Industry Progress*(钛工业进展)[J], 1995, 12(5): 20
- [5] Liu Xuehui(刘学晖), Xu Guang(徐广). *Powder Metallurgy Industry*(粉末冶金工业)[J], 2006, 10(3): 18
- [6] Lutjering G, Williams J C. *Titanium*[M]. New York: Springer-Verlag Berlin Heidelberg Press, 2003: 91
- [7] Wan Heli(万贺利), Xu Baoqiang(徐宝强), Dai Yongnian(戴永年) et al. *Journal of Functional Materials*(功能材料)[J], 2012, 43(6): 700
- [8] Wan Heli(万贺利), Xu Baoqiang(徐宝强), Yang Bin(杨斌) et al. *Chinese Journal of Vacuum Science and Technology*(真空科学与技术学报)[J], 2012, 32(6): 539
- [9] Wang Bixia(王碧侠), Lan Xinze(兰新哲), Zhao Xicheng(赵西成) et al. *Chinese Journal of Rare Metals*(稀有金属)[J], 2006, 30(5): 671
- [10] Li Jian(李健), Weng Qigang(翁启钢), Wu Haobo(吴浩波) et al. *Mining and Metallurgical Engineering*(矿冶工程)[J], 2012, 32(1): 107
- [11] Huang Guangming(黄光明), Lei Ting(雷霆), Fang Shuming(方树铭) et al. *Titanium Industry Progress*(钛工业进展)[J], 2010(6): 6
- [12] He Wei(何薇), Jiang Yao(江垚), Du Yong(杜勇) et al. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J], 2012, 22(1): 158
- [13] Xie Yuanjiang(谢远江). *Titanium Industry Progress*(钛工业进展)[J], 2000(4): 12
- [14] Lee W S, Kao C H. *Materials Science & Engineering A*[J], 2016, 677: 230
- [15] Bobbili R, Madhu V. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*[J], 2016, 59: 146
- [16] Dimić I, Cvijović-Alagić I, Völker B et al. *Materials & Design*[J], 2015, 91: 340
- [17] Simka W, Mosiałek M, Nawrat G et al. *Surface & Coatings Technology*[J], 2012, 213(12): 239
- [18] Chen J K, Hung H Y, Wang C F et al. *International Journal of Heat & Mass Transfer*[J], 2017, 105: 189
- [19] Okayasu M, Yoshifumi S, Mizuno M et al. *International Journal of Cast Metals Research*[J], 2009, 22(5): 374
- [20] Adamane A R, Arnberg L, Fiorese E et al. *International Journal of Metal Casting*[J], 2015, 9(1): 43
- [21] Lumley R N, O' Donnell R G, Gunasegaram D R et al. *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2007, 38(10): 2564
- [22] Gao Hongwu(高洪吾), Liu Shikui(刘士魁), Zhao Yanbo(赵彦波) et al. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J], 2005, 15(3): 363
- [23] Zuo Xiaoqing(左孝青), Pian Xiaoliang(潘晓亮), Liao Mingshun(廖明顺) et al. *Materials Science and Technology*(材料科学与工艺)[J], 2008, 16(2): 211
- [24] Zhang Jiamin(张家敏), Yi Jianhong(易健宏), Lei Ting(雷霆) et al. *Materials Review*(科技导报)[J], 2012, 30(1): 65
- [25] Li Xianjun(李献军). *Titanium Industry Progress*(钛工业进展)[J], 2009(3): 17
- [26] Li Dawu(李大武), Sun Ting(孙挺), Yao Guangchun(姚广春) et al. *Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J], 2010, 20(1): 143
- [27] Zhang Heng(张恒), Shen Huasen(沈华森), Che Xiaokui(车小奎) et al. *Chinese Journal of Rare Metals*(稀有金属)[J], 2011, 35(3): 417
- [28] Zhang Jiamin(张家敏), Yi Jianhong(易健宏), Gan Guoyou(甘国友) et al. *Journal of Materials Engineering*(材料工程)[J], 2013(10): 70
- [29] Eylon D, Boyer R R, Koss D A. *Annual Review of Public Health*[C]. Denver, Colorado: Titanium Committee of TMS, 1993: 61

## Microstructure of Ti-13Nb-13Zr Alloy Prepared by Powder Metallurgy Method Using TiH<sub>2</sub> as Raw Material

Wang Jingzhe<sup>1,3</sup>, Zhang Jiamin<sup>1,2,3,4</sup>, Yi Jianhong<sup>1,2,3,4</sup>, Gan Guoyou<sup>1,2,3,4</sup>, Liu Yichun<sup>1,2,3,4</sup>

(1. Kunming University of Science and Technology, Kunming 650093, China)

(2. Key Laboratory of Advanced Materials in Rare & Precious and Nonferrous Metals, Ministry of Education, Kunming 650093, China)

(3. Key Laboratory of Advanced Materials of Yunnan Province, Kunming 650093, China)

(4. Kunming Key Laboratory of Advanced Materials in Rare & Precious and Nonferrous Metals, Kunming 650093, China)

**Abstract:** Based on dehydrogenation properties of titanium hydride and zirconium hydride, titanium hydride powder, niobium and zirconium hydride powder were ball milled, die pressed and vacuum sintered combined with a powder metallurgy method, and then Ti-13Nb-13Zr alloy was prepared. The sample was investigated by metallographic microscope, SEM and XRD. The result shows that through this process, the relative density of sintered body is 92.2%. SEM result indicates that platelet  $\sigma$  and platelet  $\beta$  exist in the alloy. During the formation of the alloy, due to the  $\beta$  stable element niobium, the  $\beta$ -phase is still in the alloy after cooling. Analysis based on XRD data reveals that the  $\sigma$ -Ti and  $\sigma$ -Zr are hcp structure while the  $\beta$ -Ti, Nb and  $\beta$ -Zr are bcc structure.

**Key words:** TiH<sub>2</sub>; ZrH<sub>2</sub>; Ti-13Nb-13Zr; powder metal metallurgy

---

Corresponding author: Zhang Jiamin, Senior Engineer, Faculty of Materials Science and Engineering, Kunming University of Science and Technology, Kunming 650093, P. R. China, E-mail: 605188442@qq.com