

球磨工艺及SiC含量对TC11钛合金粉末的影响研究

隋享霖, 陆栩奔*

宁波工程学院国际交流学院, 浙江 宁波

收稿日期: 2025年11月6日; 录用日期: 2025年12月9日; 发布日期: 2025年12月18日

摘要

本文采用机械球磨法, 通过调整不同球磨时间、转速、 SiC_p 含量来实现复合粉末的优化制备, 利用扫描电镜(SEM)、能谱仪(EDS)、X射线衍射(XRD)等研究了球磨速度、球磨时间及 SiC 含量对复合粉末的影响。结果表明: 球磨转速、球磨时间及 SiC 含量对复合粉末的形貌、尺寸和分布情况均存在影响。球磨参数选取球料比4:1、转速200 r/min、球磨时间6 h能够实现复合粉末的优化制备。

关键词

球磨参数, TC11复合材料, 碳化硅(SiC_p)

Study on the Influence of Ball Milling Process and SiC Content on TC11 Titanium Alloy Powder

Xianglin Sui, Xuben Lu*

International Exchange College, Ningbo University of Technology, Ningbo Zhejiang

Received: November 6, 2025; accepted: December 9, 2025; published: December 18, 2025

Abstract

In this paper, the mechanical ball milling method was adopted to achieve the optimized preparation of composite powders by adjusting different ball milling times, rotational speeds, and SiC_p contents. The effects of ball milling speed, ball milling time, and SiC content on the composite powders were investigated using scanning electron microscopy (SEM), energy dispersive spectroscopy (EDS), X-ray

*通讯作者。

diffraction (XRD), and other techniques. The results show that ball milling rotational speed, ball milling time, and SiC content all have significant effects on the morphology, size, and distribution of the composite powders. The optimized preparation of composite powders can be achieved when the ball-to-powder ratio is 4:1, the rotational speed is 200 r/min, and the ball milling time is 6 h.

Keywords

Ball Milling Parameters, TC11 Composite Materials, Silicon Carbide (SiC_p)

Copyright © 2025 by author(s) and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY 4.0).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

1. 引言

在航空航天领域, 钛合金因其本身具有的高比模量、高比强度以及耐腐蚀、耐低温等特点被广泛应用[1]-[3]。但是由于航空航天事业的飞速发展, 对钛合金的性能方面提出了更加严苛的要求, 钛基复合材料逐渐成为了近些年研究的重点。钛基复合材料可以将基体钛合金的高强塑性与增强体高模量、高耐磨性等优势相结合, 从而弥补钛合金的缺点, 提升性能, 拓宽其在航空航天领域的应用[4] [5]。

SiC 颗粒具有高强度、高硬度、低热膨胀系数等优异性能, 已在铝基、镁基等复合材料中得到广泛应用[6]。因其成本低廉以及在钛基复合材料中各向同性等特点, 也成为了钛基复合材料常见的增强体。研究发现, 与微米增强体相比, 纳米增强体具有更大的比表面积, 在较低体积分数下即可获得与微米复合材料同等的强度等性能, 但同时, 大的比表面积造成了材料相互之间的范德华力作用比较剧烈, 且金属基体在绝大多数增强体表面不润湿, 导致纳米增强体难以分散, 产生了团聚现象, 粗化晶粒尺寸, 不利于材料机械性能的提升, 很大程度限制了该类材料的应用。

复合粉末的制备是复合材料的关键一步[7], 因为复合粉末混合的均匀程度、颗粒大小分布状态、附着程度、团聚状态和含量对下一步的成形处理都有着极大的影响, 并最终影响材料的力学性能[8]。对于复合粉末的制备, 若采用溶液法湿磨制备, 容易产生有害的界面反应, 气体蒸发等方法工艺较为复杂, 成本也比较高, 相对来说, 机械球磨法可以有效避免界面反应, 降低成本, 对于增强体与基体的体积比也更加容易调节[9]-[12]。近年来, 众多学者们通过研究不同的制备工艺以及不同的增强项, 对复合材料的性能实现提升。王磊等人[13]研究了球磨工艺对 ZrMgMo₃O₁₂/2024Al 复合材料的影响, 研究指出当球磨时间为 4 h、转速为 200 r/min 时制备的复合材料硬度高于基体合金。张颖等人[14]通过球磨工艺制备 (TiC_p + GNPs)/Cu 复合材料, 指出当球磨时间为 15 h、速度为 50 r/min、球料比为 3:1 时, (TiC_p + GNPs)/Cu 复合材料组织致密均匀, 综合性能良好, 电导率达到 67.3% IACS, 致密度达到 99.6%, 硬度达到 71 HBW。基于此, 本文选取 SiC 作为增强体, 探究球磨参数以及 SiC 含量对 TC11 钛合金粉末的影响, 并寻找合理的球磨参数, 使得其能够在保证 SiC 颗粒均匀分散的前提下, 让 TC11 颗粒保持近球形且粒度分布集中的状态。

2. 实验与方法

2.1. 实验原材料与实验设备

本文制备的 SiC_p/TC11 纳米复合材料, 采用粒径在 15~53 μm 的球状 TC11 钛合金粉末以及平均粒径在 500 nm 的多角形颗粒碳化硅粉末, 粉末纯度在 99.9 wt%, TC11 粉末和 SiC_p 粉末的原始微观组织图像

以及 EDS 成分图像见图 1。图 1(a)为 TC11 粉末的形貌, 形状为大小较为均匀的球形, 图 1(b)为 SiC_p 粉末的形貌, 形状呈不规则多边形, 表面粗糙, 有利于附着。图 1(c)为 TC11 的 EDS 分析, 其成分对比 GB/T 3620.1-2007《钛及钛合金牌号和化学成分》, 粉末复合标准。图 1(d)为 SiC_p 的 EDS 分析, 主要成分为碳和硅, 有略微氧化现象。

实验设备: 全方位行星式球磨机; X 射线衍射仪; 扫描电子显微镜。

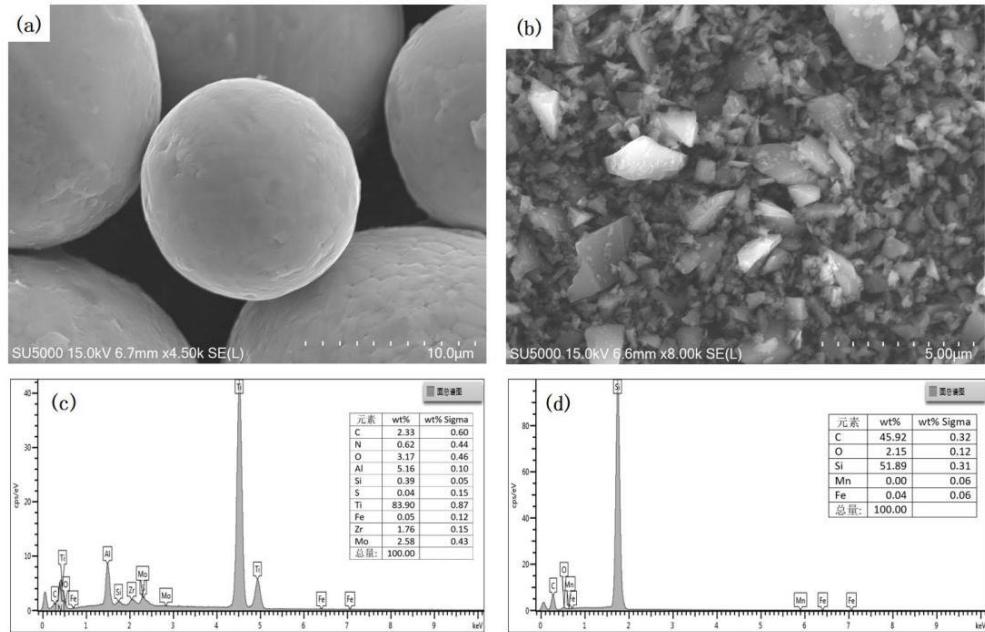


Figure 1. SEM morphology of (a) TC11 and (b) SiC powder; EDS composition analysis of (c) TC11 and (d) SiC powder
图 1. (a) TC11、(b) SiC 粉末 SEM 微观形貌; (c) TC11、(d) SiC 粉末 EDS 成分分析

2.2. 实验方法

- 1) 混粉。在电子天平上称取适量 TC11 和 SiC 粉末, 置于陶瓷罐中, 得到混合粉末。
- 2) 球磨。在陶瓷罐中加入玛瑙球, 在全方位行星式球磨机上采用不同球磨工艺参数得到球磨后的混合粉末。由于高能球磨过程中玛瑙球剧烈碰撞, 产生大量的热, 且罐体为封闭状态, 容易产生能量累积导致温度较高使复合粉末发生反应, 故球磨过程采用间歇式工作方式, 选择每球磨 15 分钟停机 5 分钟用于热量散发, 避免粉末反应。

2.3. 微观组织观察与测试

在 SU-5000 型扫描电镜下观察混合粉末的微观组织; 利用其附带的能谱仪(EDS)分析混合粉末的元素组成; 在 X 射线衍射仪上分析混合粉末和复合材料的物相组成。

3. 结果与讨论

3.1. 球磨转速对混合粉体微观形貌的影响

研究指出, 高的球磨转速对混合粉末的复合以及细化有着一定的促进作用, 同时, 也能够缩短球磨时间, 提高效率[15], 但是当转速上升过高时, 罐体内的球磨温度会不断提高, 引起粉末间的反应, 导致出现杂质等一系列问题。为探究球磨转速对粉末的影响, 选取 0.5% 含量的 SiC_p 进行混合粉末制备, 按照

质量比 1:4 将粉末和玛瑙球称好放入球磨罐中, 进行球磨。不同球磨转速下制备混合粉末的实验方案见表 1。待球磨结束后, 收集球磨后的混合粉末, 然后利用扫描电镜及 XRD 观察和分析粉末情况。

Table 1. Experimental plan for preparing mixed powders at different ball milling speeds

表 1. 不同球磨转速制备混合粉末的实验方案

编号	转速(r/min)	球磨时间(h)	球料比
1	100	8	4:1
2	200	8	4:1
3	300	8	4:1

不同转速下 $\text{SiC}_p/\text{TC11}$ 粉末的微观形貌图见图 2, 由图可知, 球磨 8h 后, 在钛粉中没有找到 SiC_p 的团聚体, 说明了增强体在钛粉内分散良好, 在 TC11 的表面也能够看到三角状的 SiC_p 存在, 说明增强体也成功附着在基体当中。但是对比 TC11 原始的微观形貌图, 不同球磨转速对粉末形貌产生了较大的影响, 从图 3 中可知, 在转速为 100 r/min 时, 复合粉末总体与 TC11 形貌相近, 多为球状, 并没有发生较大的塑性变形; 而随着转速升高到 200 r/min 时, 粉末开始逐渐变形, 出现了饼状以及表面破裂的钛粉颗粒; 随着转速继续提高到 300 r/min, 粉末普遍发生了严重的塑性变形, 很多颗粒变成了饼状, 有些甚至变成了片状, 能够观察到一些细小、碎落、不规则的颗粒出现。分析可得, 随着转速的提高, 球磨机从低能状态进入到高能状态, 单位时间下, 粉与粉、粉与球、球与球之间的撞击、接触频率明显得到提高, 进而导致了粒径较大的钛粉颗粒由于挤压、摩擦、碰撞等外力发生塑性变形, 同时掉落一些细小、碎片化、不规则的部分。XRD 的结果显示, 不同转速下的衍射图谱与未经球磨的图谱对比, 总体一致, 没有新的衍射波峰出现, 这也说明了球磨过程中粉末间未发生反应, 无其他物质生成。

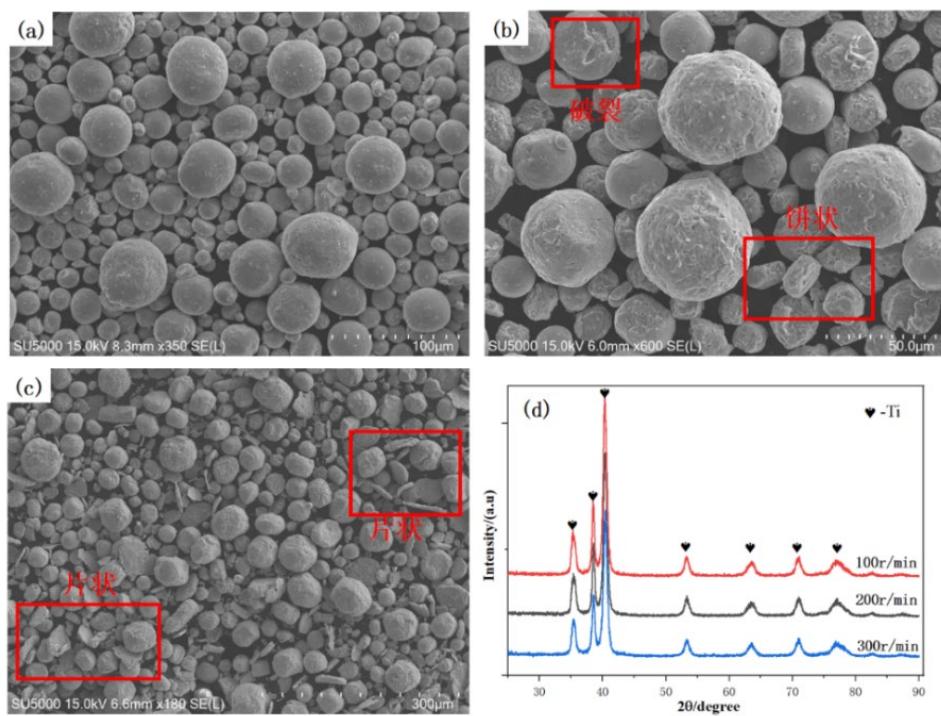


Figure 2. SEM images ((a)~(c)) and XRD patterns (d) of mixed powders at different ball milling speeds
图 2. 不同球磨转速下混合粉末的 SEM 图像((a)~(c))及 XRD 图谱(d)

3.2. 球磨时间对混合粉体微观形貌的影响

球磨的过程是粉末反复发生冷焊、断裂的过程, 一般而言, 增强项分布的弥散情况和粉末粒径的细小情况与球磨时间成正比, 但是若球磨时间过长, 粉末的粒径在减少到一定程度后不再减小, 反而会引入其他杂质来污染粉末。因此, 为探究球磨时间对混合粉末的影响, 设计了实验方案见表 2, 选定转速为 200 r/min, 球料比为 4:1, 在球磨 4 h、6 h、8 h 后收集混合粉末, 利用扫描电镜进行观测和分析。

Table 2. Experimental plan for preparing mixed powders with different ball milling times
表 2. 不同球磨时间制备混合粉末的实验方案

编号	转速(r/min)	球磨时间(h)	球料比
1	200	4	4:1
2	200	6	4:1
3	200	8	4:1

不同球磨时间下得到的粉末形貌见图 3, 从图中可以观察到, 当球磨时间为 4 h 时, 钛粉颗粒总体保持球状, 变形不是特别明显, 粉末表面光滑, 有些许 SiC_p 附着; 当球磨时间为 6 h 时, 颗粒大多数保持球状, 部分颗粒呈现饼状, 发生了塑性变形, 粉末表面变得粗糙, 有 SiC_p 附着; 当球磨时间为 8 h 时, 粉末发生了较大的塑性变形, 呈现出饼状以及片状, 表面粗糙, 有破裂和剥落现象, 有 SiC_p 附着。增强项分布均匀, 无团聚现象, 说明随着球磨时间的增加, 增强项的分散效果变好。同时, 由于球磨时间的增加, 颗粒间碰撞的次数增加, 颗粒在与玛瑙球碰撞时发生了塑性变形, 导致形态由球状变为饼状再到片状; SiC 颗粒的硬度较大, 且为不规则的三角形, 在球磨时不断碰撞钛粉表面, 使得光滑的表面变得粗糙, 出现刮痕以及凹坑, 在条件允许的情况下插入钛粉表面, 成功附着。

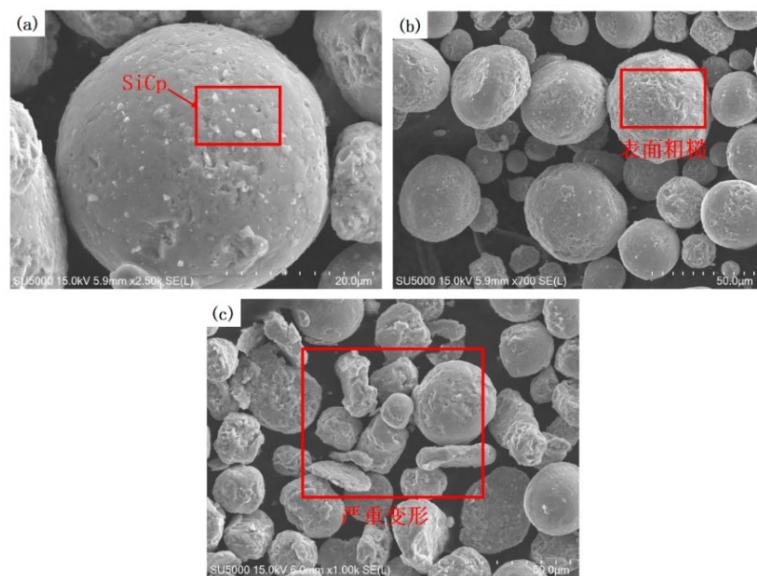


Figure 3. SEM images of mixed powders at different ball milling times
图 3. 不同球磨时间下混合粉末的 SEM 图像

3.3. 增强体含量对混合粉体的影响

为探究 SiC_p 含量对混合粉末的影响, 设计实验方案见表 3。

Table 3. Experimental plan for preparing mixed powders with different SiC_p contents
表 3. 不同 SiC_p 含量制备混合粉末的实验方案

编号	增强项含量	转速(r/min)	球磨时间(h)	球料比
1	0%	200	8	4:1
2	0.25%	200	8	4:1
3	0.5%	200	8	4:1
4	1%	200	8	4:1

不同含量下混合粉末的形貌图见图 4, 从图中可以观察到, 随着 SiC_p 含量的不断上升, 粉末表面由平整变得粗糙, 出现了众多的凹坑以及划痕, 这是因为在球磨过程中, 随着含量的上升, 钛粉接触到 SiC 颗粒的情况变得更普遍, 而硬质的 SiC 颗粒在一次次的接触中不断碰撞, 摩擦钛粉表面, 使得表面变得粗糙, 而在增加到 1% 后, 在钛粉表面出现了 SiC_p 的团聚现象。

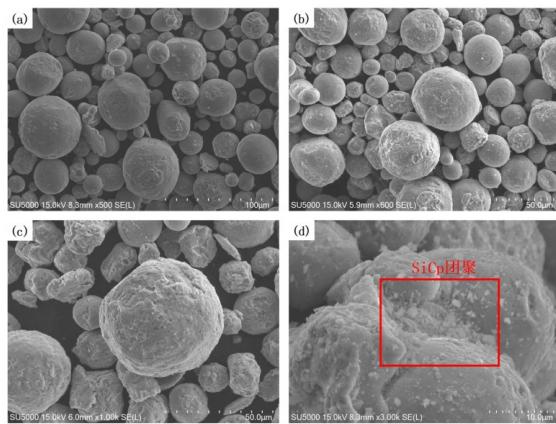


Figure 4. SEM images of mixed powders with different SiC_p contents
图 4. 不同 SiC_p 含量下混合粉末的 SEM 图像

4 组方案的 XRD 图谱见图 5, 由图可知, SiC 含量的不同, 对钛粉的细化也有着一定影响。随着 SiC 含量的增加, 钛的衍射峰逐渐宽化, 由谢乐公式可得, 宽化的衍射峰会使得晶粒尺寸减小, 即颗粒的细化。这是由于硬质的 SiC 不断碰撞摩擦钛粉表面, 使得表面变得粗糙, 在球磨过程中加大了钛粉与钛粉、钛粉与玛瑙球之间的摩擦, 利于粉末变形碎化, 同时, 纳米级的 SiC 具有较大的比表面积, 有较大的活性, 对周围媒介有着很大的极化与吸引力, 当钛粉由于外力产生裂口时, SiC 能够快速进入, 在裂口内进行摩擦, 加速裂口的进一步扩展, 通过不断的循环, 使钛粉碎化, 从而达到细化的目的。

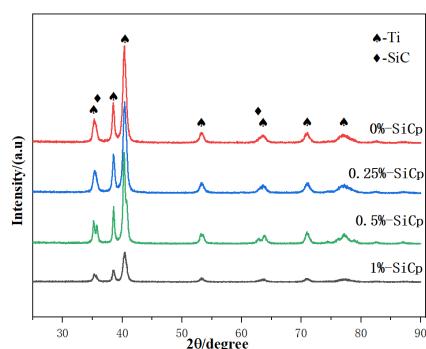


Figure 5. XRD patterns of mixed powders with different SiC_p contents
图 5. 不同 SiC_p 含量下混合粉末的 XRD 图谱

3.4. 球磨参数确定

为保证混合粉末的球形度良好, 增强相的分散均匀且附着良好, 基于对球磨转速和球磨时间的研究, 为配制 0.5% SiC 含量的复合粉末, 综合选取球料比 4:1、转速 200 r/min、球磨时间 6 h 进行实验验证, 得到的复合粉末形态见图 6, 可以观察到, 该球磨参数下, SiC 粉末均匀地分布在 TC11 基体表面, 未出现团聚等现象, 并且 TC11 保持了良好的球形态, 这表明该参数下的粉末符合要求。



Figure 6. SEM images of mixed powders under optimized process parameters
图 6. 优化工艺参数下混合粉末的 SEM 图像

4. 结论

- 1) 球磨转速和球磨时间对混合粉末的微观形貌有很大影响。随着球磨转速的提高, 钛粉颗粒由“球状-饼状-片状”发生严重塑性变形。随着球磨时间的增加, 钛粉颗粒表面由平滑变为粗糙, 同时颗粒塑性变形更加严重。
- 2) 混合粉末在球磨过程中没有产生其余物质, SiC 颗粒的加入有利于钛粉球磨过程的细化。但是过多的 SiC 颗粒会在钛粉中出现团聚现象。
- 3) 优质复合粉末的球磨参数为: 球料比 4:1, 转速 200 r/min, 球磨时间 6 h。

基金项目

宁波工程学院 2025 年度省级大学生创新训练计划项目。

参考文献

- [1] 顾冬冬, 张红梅, 陈洪宇, 等. 航空航天高性能金属材料构件激光增材制造[J]. 中国激光, 2020, 47(5): 32-55.
- [2] 朱冬, 张亮, 吴文恒, 等. 钛基复合材料激光选区熔化增材制造成形技术研究进展[J]. 材料导报, 2021, 35(S1): 347-351.
- [3] 闻洪哲. 钛合金与碳纳米复合材料的制备及力学性能的研究[J/OL]. 复合材料科学与工程: 1-6. <https://link.cnki.net/urlid/10.1683.tu.20251118.1759.004>, 2025-11-26.
- [4] 陆子川, 张绪虎, 微石, 等. 航天用钛合金及其精密成形技术研究进展[J]. 宇航材料工艺, 2020, 50(4): 1-7.
- [5] 刘全明, 张朝晖, 刘世锋, 等. 钛合金在航空航天及武器装备领域的应用与发展[J]. 钢铁研究学报, 2015, 27(3): 1-4.
- [6] 冯斐, 曹兴冈. 航空航天增材制造技术的应用及发展[J]. 航空精密制造技术, 2021, 57(6): 45-49.
- [7] Lu, J. and Zhuo, L. (2023) Additive Manufacturing of Titanium Alloys via Selective Laser Melting: Fabrication, Microstructure, Post-Processing, Performance and Prospect. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 111,

Article ID: 106110. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2023.106110>

- [8] 魏德强, 史绍远, 李新凯. 高能球磨混粉技术制备 Cu/SiC 混合粉末的工艺[J]. 特种铸造及有色合金, 2015, 35(6): 565-568.
- [9] 李雪倩, 范红丽, 杨晓宁, 等. 球磨工艺对激光熔覆 HA/TC4 梯度涂层的影响[J]. 稀有金属, 2025, 49(6): 848-858.
- [10] 张馥显, 艾秀兰, 童小英, 等. 球磨工艺对 SiC 粉体研磨质量影响的研究[J]. 铸造设备与工艺, 2023(5): 18-21.
- [11] 赵珊珊, 赵林, 张忍, 等. 球磨混合工艺对双尺度晶粒 WC-6%Co-0.5%Cr₃C₂ 硬质合金性能的影响[J]. 硬质合金, 2025, 42(2): 145-153.
- [12] 梁宝岩, 王明智, 韩欣. 球磨工艺对机械合金化合成 Ti₃SiC₂ 的影响[J]. 稀有金属材料与工程, 2009, 38(9): 1671-1675.
- [13] 王磊, 杨俊瑞, 刘忠侠, 等. 球磨工艺对 ZrMgMo₃O₁₂/2024Al 微观组织和性能的影响[J]. 特种铸造及有色合金, 2018, 38(8): 894-898.
- [14] 张颖, 国秀花, 宋克兴, 等. 球磨工艺对新型(TiC_p + GNPs)/Cu 复合材料组织和性能的影响[J]. 材料热处理学报, 2022, 43(7): 9-18.
- [15] 陈庆良. 球磨工艺对机械合金化制备 AlN 涂层的影响[J]. 广州化工, 2024, 52(9): 62-64+107.