

# 氧含量对 Ti-36Nb-2Ta-3Zr-xO 合金阻尼性能的影响

汤 武, 汪 涛, 缪润杰

(南京航空航天大学, 江苏 南京 211106)

**摘 要:** 采用真空非自耗熔炼法制备 Ti-36Nb-2Ta-3Zr-xO ( $x=0, 0.1, 0.3, 0.5$ , 质量分数, %) 合金, 通过 X 射线衍射 (XRD) 仪、万能试验机、动态热机械分析 (DMA) 仪等测试方法研究了氧含量对固溶态 Ti-36Nb-2Ta-3Zr-xO 合金组织、力学性能和阻尼行为的影响。结果表明: 氧元素对  $\alpha''$  相具有抑制作用。合金呈现 Snoek 弛豫型阻尼特征并具有良好的高温阻尼性能, 其阻尼值随着氧含量的增加而提高, 而峰温无明显变化。测试频率为 1.0 Hz 时, 合金的阻尼值从 0.0283 ( $x=0$ ) 提高到 0.0355 ( $x=0.5$ ), 峰温在 230 °C 左右。

**关键词:** Ti-Nb-Ta-Zr-O 合金; 高阻尼合金; Snoek 弛豫

中图分类号: TG146.2<sup>+</sup>3

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2017)11-3446-05

为了减少汽车、航空等领域的振动和噪音, 高性能阻尼合金的研究已经得到人们的重视, 研制高强高阻尼的功能结构一体化材料成为阻尼合金发展的一个重要方向<sup>[1,2]</sup>。体心立方金属受到外应力作用时, 位于八面体间隙中的间隙原子的迁移可能产生 Snoek 弛豫效应。一般点缺陷的运动并不会造成合金结构的破坏, 因而相比于其它类型的阻尼合金, 如 Mg 基合金、Cu-Mn 系高阻尼合金, Snoek 型高阻尼合金具有更好的服役稳定性<sup>[3,4]</sup>。Yin 等在研究 Ti-25Nb-xO (原子分数, %) 系  $\beta$  型钛合金时, 发现在氧含量为 1.5% 时, 合金具有良好的高温阻尼性能, 在测量频率为 1.0 Hz 时, 其峰值为 0.033, 峰温为 200 °C 左右, 并呈现出 Snoek 弛豫的典型特征, 表明发展 Snoek 弛豫型高阻尼合金具有很大的可行性和应用前景<sup>[3-7]</sup>。日本的 Saito 等研制的 Ti-36Nb-2Ta-3Zr-0.3O (质量分数, %)/Ti-23Nb-0.7Ta-2Zr-1.2O (原子分数, %) 合金是一种新型多功能  $\beta$  型钛合金, 该合金具有十分优越的综合力学性能, 如高强度、超弹性、低加工硬化率等<sup>[8]</sup>。国内外学者对 Ti-36Nb-2Ta-3Zr-0.3O 展开了深入的研究, 但主要集中在合金的塑性变形行为及其机理<sup>[9-11]</sup>, 目前对该合金阻尼性能的研究鲜有报道。为此, 本研究采用低成本的真空非自耗熔炼法制备成分均匀的 Ti-36Nb-2Ta-3Zr-xO 合金铸锭, 研究氧含量对 Ti-36Nb-2Ta-3Zr-xO 合金组织、力学性能和阻尼性能的影响。

## 1 实 验

采用的是海绵钛 (99.90%), 铌粉 (99.95%), 钽粉 (99.90%), 海绵锆 (99.80%) 为原材料, 并通过加入二氧化钛 (99.98%) 控制合金的氧含量。根据 Ti-36Nb-2Ta-3Zr-xO ( $x=0, 0.1, 0.3, 0.5$  质量分数, %) 合金的成分配比, 依次称取: 铌粉 10.8 g、钽粉 0.6 g、海绵锆 0.9 g、二氧化钛分别为 0、0.075、0.225、0.375 g, 海绵钛分别为 17.7、17.625、17.475、17.325 g。采用 DHL-400 真空非自耗熔炼电弧炉, 伴随磁力搅拌, 反复熔炼 9 次, 得到合金铸锭质量约为 30 g。分别采用 ICP-AES 法分析了合金中铌、锆和钽元素的含量, 用氧元素分析仪分析了合金中的氧含量。表 1 是合金的成分分析结果, 所测元素含量与合金的名义成分基本一致。将得到的合金铸锭在 OTF-1200X 真空管式炉中进行 1000 °C 保温 10 h 的均匀化退火处理, 然后在 950 °C 进行热轧, 得到厚度约为 1 mm 的板材。热轧后在 850 °C 固溶, 保温 30 min 后水冷, 得到最后的试样。

使用 D8 ADVANCE 型 X 射线衍射仪观察合金相组成, 实验在室温下进行, 工作参数为 Cu K $\alpha$ , 35 kV, 200 mA, 扫描角度范围为 20°~90°。采用 XJP-300 光

表 1 Ti-36Nb-2Ta-3Zr-xO 合金铸锭成分分析结果  
Table 1 Chemical composition of Ti-36Nb-2Ta-3Zr-xO alloy ingot ( $\omega/\%$ )

Alloy	Ti	Nb	Ta	Zr	O
x=0	Bal.	35.87	2.13	3.17	0.05
x=0.1	Bal.	36.13	2.16	3.04	0.14
x=0.3	Bal.	36.26	2.07	2.98	0.36
x=0.5	Bal.	35.91	1.99	3.21	0.54

收稿日期: 2016-11-15

基金项目: 江苏省科技支撑计划 (社会发展) 项目 (BE2010730); 江苏高校优势学科建设工程资助项目

作者简介: 汤 武, 男, 1991 年生, 硕士, 南京航空航天大学材料科学与技术学院, 江苏 南京 211106, E-mail: tangwu@163.com

学显微镜进行显微组织观察。拉伸测试在 SANS-CMT5105 万能试验机上进行, 拉伸速度为 1 mm/min。阻尼性能测试采用 TA Q800 型动态热机械分析仪 (Dynamic Mechanical Analyzer, DMA), 试样尺寸为 45 mm×10 mm×0.9 mm, 阻尼性能测试的具体条件如表 2 所示。

## 2 结果与讨论

### 2.1 显微组织

图 1 为固溶处理后 Ti-36Nb-2Ta-3Zr-xO 合金的光学显微组织。由图可见, 固溶处理后, 合金组织主要为等轴的  $\beta$  相, 呈不规则的等轴晶形态。当  $x=0$  时, 合金的平均晶粒尺寸在 150  $\mu\text{m}$  左右, 随着氧含量的增加, 合金的晶粒尺寸显著减小; 在  $x=0.5$  时, 合金的平均晶粒尺寸减小到 70  $\mu\text{m}$  左右。在本次实验中, 由于所有合金的加工条件, 如固溶温度、保温时间、冷却方式等均相同, 因而对  $\beta$  晶粒长大动力学起决定作用的是合金的相变温度。通常, 钛合金的  $\beta$  相转变温度随着氧含量的增加而升高<sup>[12]</sup>。氧含量越低, 合金加热的温度超过合金相变点越多, 晶粒长大的速度越剧烈, 相反, 氧含量越高, 加热的温度越接近合金的相转变温度, 晶粒长大的速度就越慢。因此, Ti-36Nb-2Ta-3Zr-xO 合金的晶粒尺寸随着氧含量的增加而细化。

图 2 为固溶处理后 Ti-36Nb-2Ta-3Zr-xO 合金的 XRD 图谱。从图中可以看出, 在  $x=0$  的合金中除了检测出  $\beta$  相衍射峰外, 还出现了  $\alpha''$  相衍射峰, 而在其它 3 种成分的合金中并未检测出  $\alpha''$  相衍射峰。说明氧元

表 2 DMA 测试条件

Table 2 Test conditions for DMA	
Parameter	Value
Clamping mode	Three point bending
Temperature range/ $^{\circ}\text{C}$	30~400
Heating rate/ $^{\circ}\text{C min}^{-1}$	5
Frequency/Hz	0.1, 1.0, 10.0
Strain amplitude/ $\mu\text{m}$	100

素可能对  $\alpha''$  马氏体相的形成有一定的抑制作用。氧元素在钛合金中以间隙原子的形式存在, 随着氧含量的增加, 合金的晶格畸变加剧, 在水冷过程中形成的  $\alpha''$  相为无扩散相变, 氧在一定程度上阻碍了合金晶格切变的发生<sup>[13]</sup>, 在一定程度上抑制了  $\alpha''$  马氏体相的形成。

### 2.2 力学性能

氧含量对固溶态 Ti-36Nb-2Ta-3Zr-xO 合金室温拉伸力学性能的影响如表 3 所示。由表 3 可知, 随着氧含量的升高, 合金的力学性能发生了明显的改变。当  $x=0$  时, 合金的抗拉强度约为 465 MPa, 随着氧含量的增加, 合金的室温抗拉强度呈现上升趋势; 当  $x=0.5$  时, 合金的抗拉强度达到了 810 MPa。氧作为间隙元素存在于 Ti-36Nb-2Ta-3Zr-xO 合金中使基体晶格发生畸变, 产生固溶强化作用。由图 1 可知, 氧元素能细化合金晶粒, 根据 Hall-Petch 公式, 合金的强度随着晶粒直径减小而增加。因而随着氧含量的增加, 合金的抗拉强度显著提高。但同时合金的塑性随着氧含量的增加而显著降低, 合金的断后伸长率从 17.3% 降低到 5.1%。合金的塑性降低可能与部分氧原子在位错处

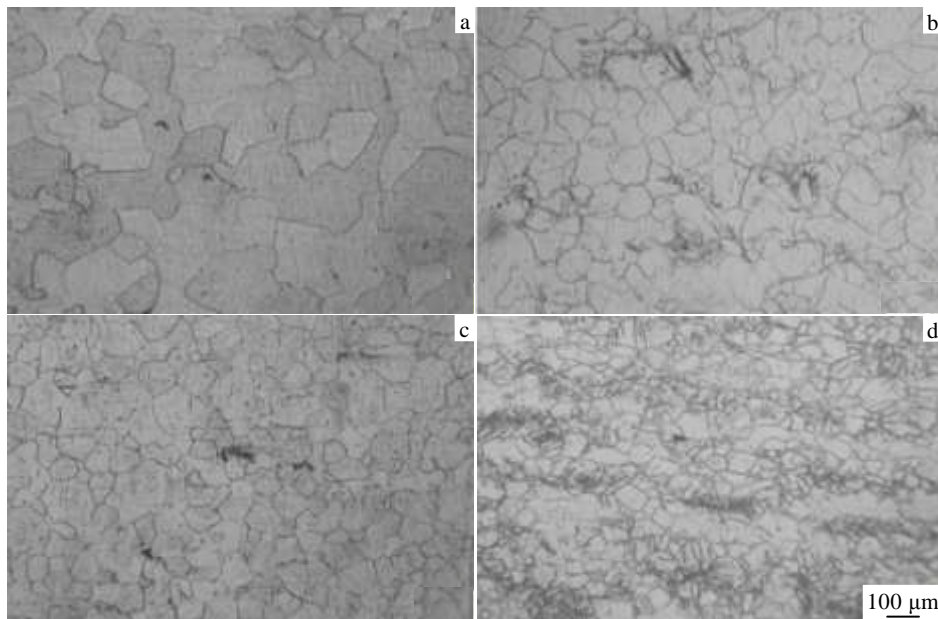


图 1 Ti-36Nb-2Ta-3Zr-xO 合金的金相组织

Fig.1 Microstructures of Ti-36Nb-2Ta-3Zr-xO alloys: (a)  $x=0$ , (b)  $x=0.1$ , (c)  $x=0.3$ , and (d)  $x=0.5$

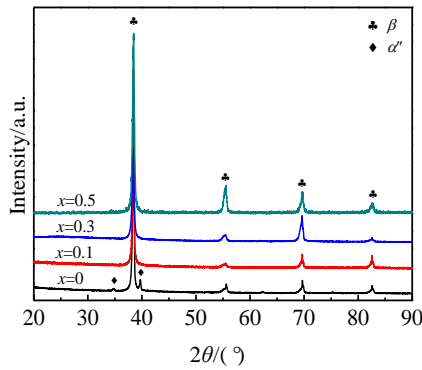


图 2 Ti-36Nb-2Ta-3Zr-xO 合金 XRD 图谱

Fig.2 XRD patterns of Ti-36Nb-2Ta-3Zr-xO alloys

表 3 Ti-36Nb-2Ta-3Zr-xO 合金的力学性能

Table 3 Mechanical properties of Ti-36Nb-2Ta-3Zr-xO alloy

$x$	$\sigma_b$ /MPa	$\delta$ /%
0	465	17.3
0.1	600	12.6
0.3	740	9.8
0.5	810	5.1

聚集有关，氧在位错处聚集会对位错的滑移起阻碍作用，随着氧含量的增加，位错运动受到严重阻碍，导致合金塑性显著降低<sup>[14]</sup>。

### 2.3 阻尼性能

图 3 是固溶态 Ti-36Nb-2Ta-3Zr-xO 合金在不同频率下的阻尼-温度谱。由图可知，在相同的氧含量下，合金阻尼峰的峰温  $T_p$  随着测量频率的增加移向高温，这是 Snoek 弛豫的典型特征<sup>[15]</sup>。合金的阻尼值  $\tan\delta$  随着氧含量的增加而有所增加，在 0.1, 1.0, 10.0 Hz 3 种不同振动频率下，合金的阻尼值分别从 0.0297、0.0283 和 0.0280 增加到 0.0372、0.0355 和 0.0348。合金的阻尼值远大于 0.01，属于高阻尼合金。在相同的频率下，氧含量的变化并没有明显改变峰温，合金在 0.1, 1.0, 10.0 3 种不同振动频率下的峰温分别为 210, 230, 260 °C 左右。可以看出该体系合金具有较高的峰温，为其在较高温度环境下使用提供可能。综上所述可知，Ti-36Nb-2Ta-3Zr-xO 合金具有良好的高温阻尼性能。

Ti-36Nb-2Ta-3Zr-xO 合金具有较高的阻尼值可能是由于 Ta、Zr 原子与 Ti 原子半径相差较大，会引起严重的晶格畸变，即晶格常数变大，这在一定程度上有利于 O 原子弛豫过程的发生，导致合金具有较高的阻尼值。Snoek 弛豫的本质是体心立方合金中位于八面体间隙中的小半径原子在外加应力作用下发生扩散，并在相邻八面体间隙位置发生重新分布，在这个过程中所造成的能量损耗。在固溶度范围内，合金的阻尼值应与间隙处的 O 原子浓度  $C_0$  满足  $C_0 = KQ_m^{-1}$ ，其中  $K$  是系数， $Q_m^{-1}$  是内耗峰的净峰高，等于合金的

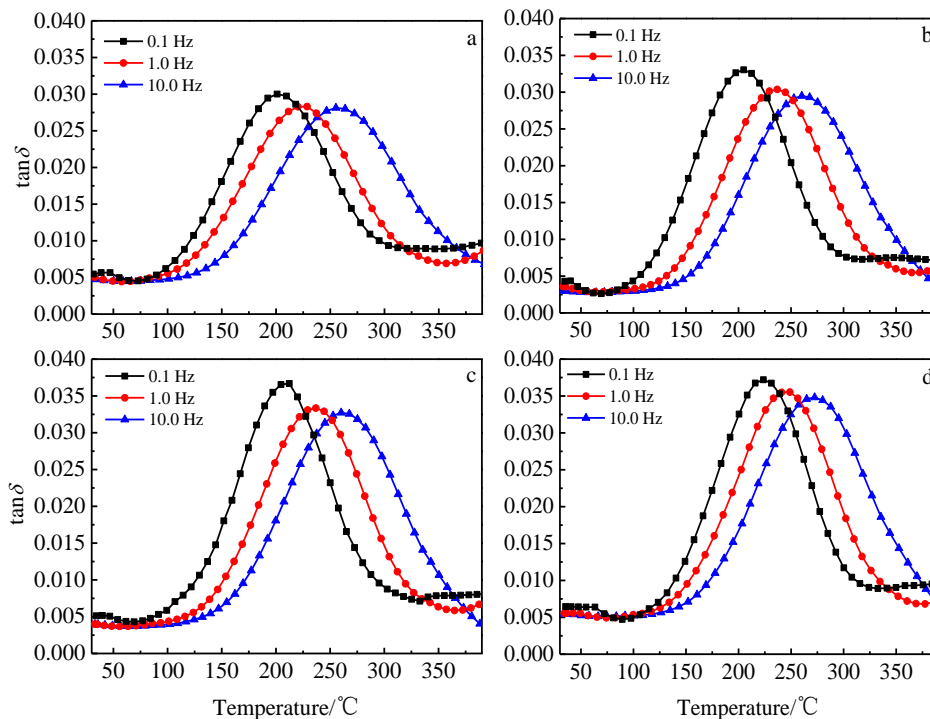


图 3 不同频率下 Ti-36Nb-2Ta-3Zr-xO 合金的阻尼-温度谱

Fig.3 Damping capacity as a function of temperature for Ti-36Nb-2Ta-3Zr-xO alloys under varied frequency:

(a)  $x=0$ , (b)  $x=0.1$ , (c)  $x=0.3$ , and (d)  $x=0.5$

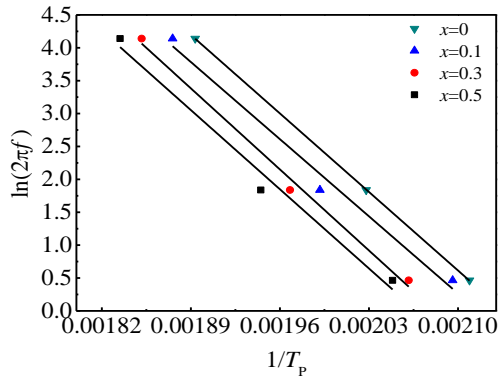


图 4 Ti-36Nb-2Ta-3Zr-xO 合金激活能拟合曲线

Fig.4 Activation energy fitting curve of Ti-36Nb-2Ta-3Zr-xO alloys

阻尼值<sup>[16]</sup>。根据图 3 中合金阻尼性能的测试结果发现,随着氧含量的增加,合金的阻尼值略微有所增加,但并不满足上述比例关系。这是由于合金中的氧原子并未完全固溶到八面体间隙中,有部分氧原子在位错、晶界处聚集<sup>[14,17]</sup>,而未参与 Snoek 弛豫过程所导致的。Snoek 弛豫属于热激活弛豫过程,它的峰温与弛豫激活能有关,弛豫过程的激活能可以用阿伦尼乌斯公式(Arrhenius)描述:

$$\ln(2\pi f) + \ln \tau_0 + (H/K)T_p^{-1} = 0 \quad (1)$$

式中,  $\tau_0$  是指前因子,  $K$  是玻尔兹曼常数,  $f$  是振动频率,  $H$  是 Snoek 弛豫过程的热激活能,  $T_p$  是 Snoek 弛豫峰温。

图 4 是 Ti-36Nb-2Ta-3Zr-xO 合金中的激活能拟合结果。由图可知,合金的激活能分别为 1.47, 1.45, 1.51, 1.48 eV。可以看出随着氧含量变化,合金的激活能变化不明显。这是因为对于同一体系的合金而言,其原子种类不变,激活能则为该原子越过势垒进行跃迁的能量,所以应该比较固定。因而在固溶度范围内,增加间隙原子浓度会使更多的间隙原子参与到 Snoek 弛豫效应中去,但该过程更多的是改变阻尼值,并不会改变合金的峰温。Ti-36Nb-2Ta-3Zr-xO 合金的峰温明显高于 Ti-O 引起 Snoek 峰的峰温 (1.0 Hz,  $T_p=190$  °C,  $H=1.25$  eV<sup>[3]</sup>)。这是因为合金中的置换原子会与间隙原子 O 发生作用,尤其是合金中的 Zr 与 O 具有较强的亲和力<sup>[8]</sup>,其作用的结果是 O 原子组成的偶极子在应力诱导下的重新取向变得困难,从而使合金具有较大的激活能,激活能上升使 O 原子在八面体间隙中跃迁时需要克服更高的能量势垒,导致 Ti-36Nb-2Ta-3Zr-xO 合金具有较高的峰温。

### 3 结 论

1) Ti-36Nb-2Ta-3Zr-xO 合金经固溶处理后,晶粒

尺寸随着氧含量的增加而细化;氧元素对  $\alpha''$  相形成具有抑制作用。

2) 随着氧含量的增加, Ti-36Nb-2Ta-3Zr-xO 合金的抗拉强度显著提高,塑性下降。

3) Ti-36Nb-2Ta-3Zr-xO 合金呈现 Snoek 弛豫型阻尼特征,并具有良好的高温阻尼性能。

4) 由于部分氧在位错处聚集,导致合金的阻尼值  $\tan \delta$  与氧含量不符合比例关系;氧含量的变化不会改变激活能,导致合金峰温  $T_p$  无明显变化。

### 参考文献 References

- [1] Hou Zhimin(侯智敏), Zhao Yongqing(赵永庆), Wu Huan(吴欢) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2008, 37(3): 507
- [2] Luo Yuanyuan(罗媛媛), Zhao Yongqing(赵永庆), Hou Zhimin(侯智敏) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2011, 40(2): 285
- [3] Yin F X, Iwasaki S, Ping D H et al. *Advanced Materials*[J], 2006, 18(12): 1541
- [4] Yin F X, Yu L M, Ping D H. *Physica Scripta*[J], 2007, T129: 261
- [5] Zhou Z C, Xiong J Y, Gu S Y et al. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2011, 509: 7356
- [6] Lu H, Li C X, Yin F X et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2012, 541: 28
- [7] Yin F X, Yu L M, Ping D H. *Materials Science and Engineering A*[J], 2009, 10: 372
- [8] Takashi S, Tadahiko F, Jung-Hwan H et al. *Science*[J], 2003, 300(5618): 464
- [9] Wang Yuhui(王玉会), Zhang Hui(张 晖), Zhang Wangfeng(张旺峰) et al. *Journal of Aeronautical Materials*(航空材料学报)[J], 2014, 34(4): 147
- [10] Kuramoto S, Furuta T, Hwang J et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2006, 442: 454
- [11] Furuta T, Kuramoto S, Hwang J et al. *Materials Transactions* [J], 2007, 48(5): 1124
- [12] Wu Qingzhi(吴清枝), Li Zuochen(李佐臣), Wang Weimin(王卫民). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 1995, 24(1): 28
- [13] Shen Rui(沈 睿), Chen Feng(陈 锋), Yu Xinquan(余新泉) et al. *Journal of Southeast University*(东南大学学报)[J], 2015, 45(3): 478
- [14] Wei Q Q, Wang L Q, Fu Y F et al. *Materials and Design*[J], 2011, 32: 2934
- [15] Chaves J M, Florêncio O, Silva P S et al. *Journal of Alloys*

*and Compounds*[J], 2014, 616: 420

Press, 1999

[16] Feng Duan(冯 端). *Metal Physics: Mechanical Properties of Metals*(金属物理学: 金属力学性质)[M]. Beijing: Science

[17] Besse M, Castany P, Gloriant T. *Acta Materialia*[J], 2011, 59: 5982

## Effects of Oxygen Content on Damping Properties of Ti-36Nb-2Ta-3Zr-xO Alloys

Tang Wu, Wang Tao, Miao Runjie

(Nanjing University of Aeronautics & Astronautics, Nanjing 211106, China)

**Abstract:** Ti-36Nb-2Ta-3Zr-xO ( $x=0, 0.1, 0.3, 0.5$ , wt%) alloys were prepared by non-consumable arc-melting, and the effects of oxygen contents on microstructure, mechanical properties and damping behaviors of Ti-36Nb-2Ta-3Zr-xO were researched by X-ray diffraction (XRD), universal testing machine and Dynamic Mechanical Analyzer (DMA). The results show that the  $\alpha''$  phase transformation is suppressed by addition of oxygen. The damping behavior of the alloys is the typical Snoek-type relaxation and all Ti-36Nb-2Ta-3Zr-xO alloys exhibit good damping capacities at high temperature. With the increase of oxygen content, the peak capacity of damping increases while the temperature change of the damping peak is not obvious. When the oscillating frequency is 1.0 Hz, the peak capacity of damping increases from 0.0283 ( $x=0$ ) to 0.0355 ( $x=0.5$ ), and the damping peak temperature is roughly 230 °C.

**Key words:** Ti-Nb-Ta-Zr-O alloy; high damping alloy; Snoek-type relaxation

---

Corresponding author: Wang Tao, Professor, College of Materials Science and Technology, Nanjing University of Aeronautics and Astronautics, Nanjing 211106, P. R. China, E-mail: taowang@nuaa.edu.cn