



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 118668098 B

(45) 授权公告日 2024. 11. 12

(21) 申请号 202411154205.5

C22F 1/02 (2006.01)

(22) 申请日 2024.08.22

C22F 1/18 (2006.01)

(65) 同一申请的已公布的文献号

B21C 37/02 (2006.01)

申请公布号 CN 118668098 A

C22C 1/10 (2023.01)

(43) 申请公布日 2024.09.20

(56) 对比文件

(73) 专利权人 中国科学院力学研究所

CN 104109778 A, 2014.10.22

地址 100190 北京市海淀区北四环西路15号

CN 116590551 A, 2023.08.15

审查员 高天赐

(72) 发明人 任磊 魏延鹏 郭雅棕 涂欢  
董承 路玲玲

(74) 专利代理机构 北京和信华成知识产权代理  
事务所(普通合伙) 11390

专利代理师 胡剑辉

(51) Int. Cl.

C22C 14/00 (2006.01)

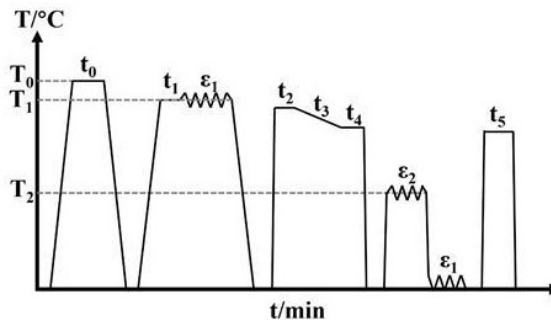
权利要求书2页 说明书8页 附图2页

(54) 发明名称

一种Snoek弛豫型高阻尼高塑性钛合金的制备方法

(57) 摘要

本发明提供了一种Snoek弛豫型高阻尼高塑性钛合金的制备方法,其包括:(1)将海绵钛、纯钛箔、纯铌颗粒、纯锆片和TiO<sub>2</sub>粉末通过真空熔炼炉反复熔炼并冷却,得到高阻尼钛合金铸锭材料;(2)将高阻尼钛合金铸锭材料通过高温锻造处理得到高阻尼钛合金型材坯料;(3)将制得的高阻尼钛合金型材坯料依次进行高温退火处理、多道次不同压下量的轧制加工、机械磨削加工和去污处理后得到高阻尼钛合金材料;(4)将制得的高阻尼钛合金材料进行有序化退火和冷却处理,得到最终的高阻尼钛合金材料。本发明利用铸锭熔炼、变形加工和热处理工艺相结合制得的高阻尼高塑性钛合金,能解决现有高氧含量Snoek弛豫型高阻尼钛合金在弹性阶段发生脆性断裂的技术瓶颈问题。



1. 一种Snoek弛豫型高阻尼高塑性钛合金的制备方法,其特征在于,主要包括以下步骤:

(1) 采用海绵钛、纯钛箔、纯铌颗粒、纯锆片和 $TiO_2$ 粉末作为熔炼合金的原料并按预定质量百分数进行配比,然后将配比后的原料通过真空熔炼炉反复熔炼并随真空熔炼炉中的水冷铜坩埚自然冷却,以得到高阻尼钛合金铸锭材料;

(2) 将上述步骤(1)中制得的高阻尼钛合金铸锭材料在预定均匀化处理的温度、时间范围内以及防氧化保护措施下进行均匀化处理,然后通过高温锻造处理,得到高阻尼钛合金型材坯料;

(3) 将上述步骤(2)中制得的高阻尼钛合金型材坯料在预定的温度、时间范围内以及防氧化保护措施下进行梯度高温退火处理,再通过多道次不同压下量的轧制加工获得初级型材坯料,然后对轧制后的初级型材坯料表面进行机械磨削加工和去污处理后得到高阻尼钛合金材料;

(4) 将上述步骤(3)中制得的高阻尼钛合金材料在预定的温度、时间范围内进行有序化退火处理和冷却处理,最终得到具有异构组织的高阻尼钛合金材料;

所述步骤(1)中的高阻尼钛合金铸锭材料的元素质量百分比为:Nb为36~40%,Zr为0.5~1%,O为0.8~1.0%,余量为Ti;

所述步骤(3)中梯度高温退火处理的过程采用流动氩气和高温玻璃防护涂料中的任意一种进行防氧化保护;

所述步骤(3)中采用的梯度高温退火处理的温度为 $970\sim 1020^{\circ}C$ ,保温时间为 $20\sim 40min$ ,按 $1\sim 5^{\circ}C/min$ 预定速率随炉冷却至 $820\sim 900^{\circ}C$ ,保温时间为 $20\sim 120min$ ,随后采用水冷或流动冷空气吹流的空冷方式进行冷却;

所述步骤(3)中的多道次不同压下量的轧制加工分为两个阶段:第一阶段,在初始总压下量小于 $40\sim 50\%$ 时,采用恒定温度为 $550\sim 620^{\circ}C$ ,每道次后保温时间为 $3\sim 10min$ ,每道次压下量为 $0.2\sim 1mm$ ,进行多道次中温轧制处理;第二阶段,在总压下量大于等于 $40\sim 50\%$ 时,采用室温轧制处理,每道次压下量为 $0.2\sim 0.6mm$ ,直至总压下量达到 $85\sim 90\%$ ;或者,所述步骤(3)中的多道次不同压下量的轧制加工采用恒定温度为 $550\sim 620^{\circ}C$ ,每道次后保温时间为 $5\sim 10min$ ,每道次压下量为 $0.2\sim 1mm$ ,往复进行多道次中温轧制处理,每道次压下量为 $0.2\sim 0.6mm$ ,直至总压下量达到 $85\sim 90\%$ ;

所述步骤(4)中退火处理的退火温度为 $750\sim 920^{\circ}C$ ,保温时间为 $5\sim 30min$ ,保温的同时利用流动氩气进行防氧化保护;所述步骤(4)中的冷却处理是将样品从炉中快速取出并直接投入水中进行冷却。

2. 如权利要求1所述的Snoek弛豫型高阻尼高塑性钛合金的制备方法,其特征在于:所述步骤(1)中熔炼合金的主要原料在进行配比后,须将 $TiO_2$ 粉末按每份指定克重进行分组,对分组后的 $TiO_2$ 粉末用纯钛箔进行包裹定型为颗粒状,然后将海绵钛和纯铌颗粒进行均匀混合后得到的混合物料与纯钛箔包裹定型后的 $TiO_2$ 颗粒均匀置放在真空熔炼炉的坩埚中,通过真空熔炼炉反复熔炼。

3. 如权利要求2所述的Snoek弛豫型高阻尼高塑性钛合金的制备方法,其特征在于,所述混合物料与纯钛箔包裹定型后的 $TiO_2$ 颗粒均匀置放的策略为:在熔炼原料总重量 $\leq 1$ 公斤时,使用镊子将纯钛箔包裹定型后的 $TiO_2$ 颗粒均匀置放在所述混合物料中间;在 $1$ 公斤 $<$

熔炼原料总重量 $\leq 50$ 公斤时,先铺设一层10~15 mm厚的所述混合物料并在其上面均匀放置4~5个纯钛箔包裹定型后的 $\text{TiO}_2$ 颗粒,然后再铺设一层10~15 mm厚的所述混合物料并再在其上面均匀放置4~5个纯钛箔包裹定型后的 $\text{TiO}_2$ 颗粒,依此分层重复前述均匀置放的策略;在熔炼原料总重量 $> 50$ 公斤时,将所述混合物料与纯钛箔包裹定型后的 $\text{TiO}_2$ 颗粒直接进行搅拌均匀混合在一起。

4.如权利要求1所述的Snoek弛豫型高阻尼高塑性钛合金的制备方法,其特征在于:所述步骤(1)中的真空熔炼炉使用真空磁悬浮熔炼炉,在熔炼原料时需要反复熔炼3~5次,每炉次之间将各炉次熔炼后形成的铸锭头尾倒置,以此保障合金化学成分的均匀性。

5.如权利要求1所述的Snoek弛豫型高阻尼高塑性钛合金的制备方法,其特征在于:所述步骤(1)中的真空熔炼炉使用真空非自耗电弧熔炼炉,在熔炼原料时需要反复熔炼6-10次,每炉次之间将各炉次熔炼后形成的铸锭上下面倒置,以此保障合金化学成分的均匀性。

6.如权利要求1所述的Snoek弛豫型高阻尼高塑性钛合金的制备方法,其特征在于:所述步骤(1)中的真空熔炼炉采用真空自耗电极熔炼炉。

7.如权利要求1所述的Snoek弛豫型高阻尼高塑性钛合金的制备方法,其特征在于:所述步骤(2)中预定温度均匀化热处理中的温度为 $1100\sim 1200^\circ\text{C}$ ,时间为8~20 h;

所述步骤(2)中高温锻造处理的温度为 $950\sim 1000^\circ\text{C}$ ,保温时间为5~20 min,并采用流动氩气或高温玻璃防护涂料进行防氧化保护。

8.如权利要求1所述的Snoek弛豫型高阻尼高塑性钛合金的制备方法,其特征在于:所述步骤(2)中高温锻造处理是进行一道次墩拔处理,然后定型为预定尺寸的板状的高阻尼钛合金型材坯料;

所述步骤(2)中防氧化保护措施采用真空热处理炉防护、高温玻璃防护涂料防护和炉腔内通流动氩气防护中的任意一种。

## 一种Snoek弛豫型高阻尼高塑性钛合金的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于先进结构功能一体化材料技术领域,具体涉及一种Snoek弛豫型高阻尼高塑性钛合金的制备方法。

### 背景技术

[0002] 随着现代工业技术的发展,大功率机械设备在极端环境下的服役场景越来越多,为了降低机械振动和噪音对结构安全和生活环境的有害影响,对先进结构功能一体化材料的综合力学性能和阻尼性提出了更高的要求。目前,钛合金由于密度低、比强度高、耐腐蚀、无磁性等诸多特点,以及具备优异的功能性,备受基础科学研究和工程应用的广泛关注。近期报道了一种基于Snoek弛豫理论的高阻尼钛合金Ti-25Nb-30 (at.%,即Ti-39Nb-0.8450 wt.%),通过添加高氧含量利用间隙原子迁移弛豫而产生显著的高阻尼特性。但是,该高阻尼合金在弹性变形阶段发生脆性断裂,成为限制其获得实际工程应用的技术瓶颈。因此,当前亟待解决的难题是如何在保持现有高阻尼特性的基础上,进一步提高合金的塑性变形能力,特别是在维持高阻尼与高强度的同时仍然可以获得高塑性。

[0003] 近年来,基于异构应变硬化思想,通过微观组织的调控在高强钢、中高熵合金、铝合金、高强钛合金等金属结构材料中均实现了材料强度与塑性的同步提高。借助异质变形诱导的额外应变硬化,有望在高阻尼钛合金中实现材料的拉伸塑性提高。然而,在高阻尼钛合金异构组织调控过程中,高氧含量的添加而导致材料塑性加工变形能力不足仍是一个难题。研究表明,在钛的同素异构体密排六方 $\alpha$ -Ti和体心立方 $\beta$ -Ti中,氧是一种 $\alpha$ -Ti稳定元素且在 $\alpha$ -Ti中具有更高的固溶度。通过高温调控密排六方不同织构组织的取向,可以进一步调节高氧含量钛合金的塑性变形能力;另外,合理添加微量合金化元素,同样可以改善钛合金的变形能力。由此可见,通过组织调控和元素配分的策略,结合异构应变硬化思想和织构取向调控,有望显著改善Snoek弛豫型高阻尼钛合金的塑性变形能力,进而设计出同时兼具高阻尼和高塑性的钛合金材料。

### 发明内容

[0004] 针对上述背景技术中存在的技术问题,本发明提出了一种Snoek弛豫型高阻尼高塑性钛合金的制备方法,其构思合理,利用铸锭熔炼、变形加工和热处理工艺相结合,制备了阻尼系数大于0.08且室温准静态条件下拉伸均匀延伸率超过20%的高阻尼高塑性钛合金,能有效解决现有技术中高氧含量Snoek弛豫型高阻尼钛合金在弹性阶段发生脆性断裂的技术瓶颈问题。

[0005] 为解决上述技术问题,本发明提供的一种Snoek弛豫型高阻尼高塑性钛合金的制备方法,其主要包括以下步骤:

[0006] (1) 采用海绵钛、纯钛箔、纯铌颗粒、纯锆片和TiO<sub>2</sub>粉末作为熔炼合金的原料并按预定质量百分数进行配比,然后将配比后的原料通过真空熔炼炉反复熔炼并随真空熔炼炉中的水冷铜坩埚自然冷却,以得到高阻尼钛合金铸锭材料;

[0007] (2)将上述步骤(1)中制得的高阻尼钛合金铸锭材料在预定均匀化处理的温度、时间范围内以及防氧化保护措施下进行均匀化处理,然后通过高温锻造处理,得到高阻尼钛合金型材坯料;

[0008] (3)将上述步骤(2)中制得的高阻尼钛合金型材坯料在预定的温度、时间范围内以及防氧化保护措施下进行梯度高温退火处理,再通过多道次不同压下量的轧制加工获得初级型材坯料,然后对轧制后的初级型材坯料表面进行机械磨削加工和去污处理后得到高阻尼钛合金材料;

[0009] (4)将上述步骤(3)中制得的高阻尼钛合金材料在预定的温度、时间范围内进行有序化退火处理和冷却处理,最终得到具有异构组织的高阻尼钛合金材料。

[0010] 所述Snoek弛豫型高阻尼高塑性钛合金的制备方法,其中,所述步骤(1)中的高阻尼钛合金铸锭材料的元素质量百分比为:Nb为36~40%,Zr为0.5~1%,O为0.8~1.0%,余量为Ti。

[0011] 所述Snoek弛豫型高阻尼高塑性钛合金的制备方法,其中:所述步骤(1)中熔炼合金的主要原料在进行配比后,须将TiO<sub>2</sub>粉末按每份指定克重进行分组,对分组后的TiO<sub>2</sub>粉末用纯钛箔进行包裹定型为颗粒状,然后将海绵钛和纯铌颗粒进行均匀混合后得到的混合物料与纯钛箔包裹定型后的TiO<sub>2</sub>颗粒均匀置放在真空熔炼炉的坩埚中,通过真空熔炼炉反复熔炼。

[0012] 所述Snoek弛豫型高阻尼高塑性钛合金的制备方法,其中,所述混合物料与纯钛箔包裹定型后的TiO<sub>2</sub>颗粒均匀置放的策略为:在熔炼原料总重量≤1公斤时,使用镊子将纯钛箔包裹定型后的TiO<sub>2</sub>颗粒均匀置放在所述混合物料中间;在1公斤<熔炼原料总重量≤50公斤时,先铺设一层10~15 mm厚的所述混合物料并在其上面均匀放置4~5个纯钛箔包裹定型后的TiO<sub>2</sub>颗粒,然后再铺设一层10~15 mm厚的所述混合物料并再在其上面均匀放置4~5个纯钛箔包裹定型后的TiO<sub>2</sub>颗粒,依此分层重复前述均匀置放的策略;在熔炼原料总重量>50公斤时,将所述混合物料与纯钛箔包裹定型后的TiO<sub>2</sub>颗粒直接进行搅拌均匀混合在一起。

[0013] 所述Snoek弛豫型高阻尼高塑性钛合金的制备方法,其中:所述步骤(1)中的真空熔炼炉可使用真空磁悬浮熔炼炉,在熔炼原料时需要反复熔炼3~5次,每炉次之间将各炉次熔炼后形成的铸锭头尾倒置,以此保障合金化学成分的均匀性。

[0014] 所述Snoek弛豫型高阻尼高塑性钛合金的制备方法,其中:所述步骤(1)中的真空熔炼炉还可使用真空非自耗电弧熔炼炉,在熔炼原料时需要反复熔炼6-10次,每炉次之间将各炉次熔炼后形成的铸锭上下面倒置,以此保障合金化学成分的均匀性。

[0015] 所述Snoek弛豫型高阻尼高塑性钛合金的制备方法,其中:所述步骤(1)中的真空熔炼炉还可采用真空自耗电极熔炼炉。

[0016] 所述Snoek弛豫型高阻尼高塑性钛合金的制备方法,其中:所述步骤(2)中预定温度均匀化热处理中的温度为1100~1200°C,时间为8~20 h;所述步骤(2)中高温锻造处理的温度为950~1000°C,保温时间为5~20 min,并采用流动氩气或高温玻璃防护涂料进行防氧化保护。

[0017] 所述Snoek弛豫型高阻尼高塑性钛合金的制备方法,其中:所述步骤(2)中高温锻造处理是进行一道次墩拔处理,然后定型为预定尺寸的板状的高阻尼钛合金型材坯料;所

述步骤(2)中抗氧化保护措施可采用真空热处理炉防护、高温玻璃防护涂料防护和炉腔内通流动氩气防护中的任意一种;所述步骤(3)中梯度高温退火处理的过程可采用流动氩气和高温玻璃防护涂料中的任意一种进行抗氧化保护。

[0018] 所述Snoek弛豫型高阻尼高塑性钛合金的制备方法,其中:所述步骤(3)中采用的梯度高温退火处理的温度为970~1020°C,保温时间为20~40min,按1~5°C/min预定速率随炉冷却至820~900°C,保温时间为20~120min,随后采用水冷或流动冷空气吹流的空冷方式进行冷却。

[0019] 所述Snoek弛豫型高阻尼高塑性钛合金的制备方法,其中:所述步骤(3)中的多道次不同压下量的轧制加工可分为两个阶段:第一阶段,在初始总压下量小于40~50%时,采用恒定温度为550~620°C,每道次后保温时间为3~10min,每道次压下量为0.2~1mm,进行多道次中温轧制处理;第二阶段,在总压下量大于等于40~50%时,采用室温轧制处理,每道次压下量为0.2~0.6mm,直至总压下量达到85~90%。

[0020] 所述Snoek弛豫型高阻尼高塑性钛合金的制备方法,其中:所述步骤(3)中的多道次不同压下量的轧制加工可采用恒定温度为550~620°C,每道次后保温时间为5~10min,每道次压下量为0.2~1mm,往复进行多道次中温轧制处理,每道次压下量为0.2~0.6mm,直至总压下量达到85~90%。

[0021] 所述Snoek弛豫型高阻尼高塑性钛合金的制备方法,其中:所述步骤(4)中退火处理的退火温度为750~920°C,保温时间为5~30min,保温的同时利用流动氩气进行抗氧化保护;所述步骤(4)中的冷却处理是将样品从炉中快速取出并直接掷入水中进行冷却。

[0022] 采用上述技术方案,本发明具有如下有益效果:

[0023] 本发明Snoek弛豫型高阻尼高塑性钛合金的制备方法构思合理,流程简单,利用铸锭熔炼、变形加工和热处理工艺相结合,制备了阻尼系数大于0.08且室温准静态条件下拉伸均匀延伸率超过20%的高阻尼高塑性钛合金,用以解决现有技术中高氧含量Snoek弛豫型高阻尼钛合金在弹性阶段发生脆性断裂的技术瓶颈问题。本发明通过梯度高温处理和轧制变形可以显著缩短加工流程,降低制备加工成本,与传统利用多火次锻拔处理制备均匀组织相比,大大提高了生产效率。

[0024] 本发明的主要特点或优点体现在以下几方面:

[0025] ①微量Zr元素的添加,主要起到的作用有:(a)抑制 $\beta$ 相中硬脆 $\omega$ 相的析出,改善合金的加工硬化能力;(b)作为常用的晶粒细化剂,显著细化合金铸锭组织,提高合金的加工性和变形能力;(c)有益于 $\alpha$ 相的稳定,增强合金组织中剩余 $\beta$ 相变形方式的调控性;(d)高温条件下可在合金表面形成致密氧化膜,提高合金表面的抗氧化性。

[0026] ②通过梯度高温退火处理,可以调控高阻尼钛合金微观组织中 $\alpha$ 相与 $\beta$ 相的含量与空间分布,能起到以下几点关键作用:(a)改变 $\alpha$ 相的含量,可以调节 $\beta$ 相的稳定性,从而获得 $\beta$ 相不同的塑性变形方式,如形变孪晶、应力诱导相变、位错滑移等,形变孪晶或应力诱导相变将显著提高合金的塑性变形能力;(b)改变 $\alpha$ 相析出的空间分布,结合后续的轧制变形处理,可以调控异构组织构成,从而获得力学性能和变形能力的调控空间;(c)改变 $\alpha$ 相析出的形貌,结合后续轧制变形处理,同样可以调控异构组织的构成;

[0027] ③采用中温和室温轧制处理工艺的结合,可以充分调控密排六方 $\alpha$ 相基面、柱面等取向分布,进而改善氧元素对滑移启动难易度的影响;

[0028] ④步骤(4)中的退火处理工艺可以调节再结晶片层与纳米晶基体组织的含量,从而获得具有显著梯度尺寸的 $\beta$ 基体晶粒,显著改善合金的塑性变形能力;

[0029] ⑤通过本发明的制备方法获得的合金在保持良好阻尼性能的同时,获得了优异的冷/热加工性能和塑性变形能力;

[0030] ⑥通过梯度高温退火处理,轧制变形,以及退火处理等三者工艺参数设计,调控 $\alpha$ 相析出与 $\beta$ 相稳定性,获得了异构组织和形变孪晶,两者均有提高合金变形能力的作用,进而显著改善了高阻尼钛合金的塑性变形能力,获得超过20%的拉伸均匀变形塑性。

### 附图说明

[0031] 为了更清楚地说明本发明具体实施方式或现有技术中的技术方案下面将对具体实施方式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方式,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。

[0032] 图1为本发明Snoek弛豫型高阻尼高塑性钛合金的制备方法的时间-温度示意图(图1中: $T_0$ 和 $t_0$ 分别代表了均匀化处理的温度和时间; $T_1$ , $t_1$ 和 $\epsilon_1$ 分别代表了开坯锻造的温度、进行锻造前样品保温时间和开坯锻造的变形量; $t_2$ , $t_3$ , $t_4$ 分别代表了梯度高温处理的时间; $T_3$ 代表了中温轧制的温度; $\epsilon_2$ 和 $\epsilon_3$ 代表了变形量; $T_4$ 为最后一步的退火温度);

[0033] 图2为本发明Snoek弛豫型高阻尼高塑性钛合金的制备方法制得的合金的拉伸应变-应力关系曲线图;

[0034] 图3为本发明Snoek弛豫型高阻尼高塑性钛合金的制备方法制得的合金的温度-阻尼系数关系曲线图。

### 具体实施方式

[0035] 下面将结合附图对本发明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。

[0036] 下面结合具体的实施方式对本发明做进一步的解释说明。

[0037] 如图1所示,本实施例提供一种Snoek弛豫型高阻尼高塑性钛合金的制备方法,具体包括以下步骤:

[0038] S001、采用海绵钛、纯钛箔、纯铌颗粒、纯锆片和 $TiO_2$ 粉末作为熔炼合金的主要原料并按预定质量百分数进行配比,其中 $TiO_2$ 粉末按每份指定克重进行分组,对分组后的 $TiO_2$ 粉末用纯钛箔进行包裹定型为颗粒状,而海绵钛和纯铌颗粒进行均匀混合,随后将混合物料和纯钛箔包裹定型后的 $TiO_2$ 颗粒均匀置放在坩埚中,通过真空熔炼炉反复熔炼并随炉中水冷铜坩埚自然冷却,得到高阻尼钛合金的铸锭材料;

[0039] S002、将上述步骤S001中制得的高阻尼钛合金铸锭材料在预定均匀化处理温度-时间范围内和防氧化保护措施下实施,然后通过高温锻造处理将其加工至板/棒型材坯料;

[0040] S003、将上述步骤S002中制得的高阻尼钛合金型材坯料在预定梯度温度-时间范围内和防氧化保护措施下进行高温退火处理,通过多道次不同压下量的轧制加工获得初级板/棒料,然后对轧制后的初级板/棒料表面进行机械磨削加工和去污处理后得到高阻尼钛

合金材料；

[0041] S004、将上述步骤S003中制得的高阻尼钛合金材料在预定温度-时间范围内进行有序化退火和冷却处理,最终得到具有异构组织的高阻尼钛合金材料。

[0042] 其中,上述步骤S001中的高阻尼钛合金铸锭材料的元素质量百分比为:Nb为36~40%,Zr为0.5~1%,O为0.8~1.0%,余量为Ti。

[0043] 上述步骤S001中真空熔炼炉可以使用真空磁悬浮熔炼炉,或者是真空非自耗电弧熔炼炉,或者是真空自耗电极熔炼炉。

[0044] 上述步骤S001中混合物料与胶囊均匀置放的策略是:在熔炼原料总重量小于等于1公斤时,使用镊子将纯钛箔包裹定型后的 $TiO_2$ 颗粒均匀置放在混合物料中间;在熔炼原料总重量大于1公斤而 $\leq 50$ 公斤时,先铺设一层10~15 mm厚的混合物料,在其上面均匀放置4~5个纯钛箔包裹定型后的 $TiO_2$ 颗粒,然后再铺设一层10~15 mm厚的混合物料,再均匀放置4~5个纯钛箔包裹定型后的 $TiO_2$ 颗粒,分层重复该置放策略;在熔炼原料总重量大于50公斤时,将混合物料与纯钛箔包裹定型后的 $TiO_2$ 颗粒直接进行搅拌均匀混合在一起。

[0045] 上述步骤S001中使用真空磁悬浮熔炼炉时需要反复熔炼3~5次,每炉次之间将铸锭头尾倒置,以此保障合金化学成分的均匀性。

[0046] 所述步骤S001中使用真空非自耗电弧熔炼炉时需要反复熔炼6~10次,每炉次之间将铸锭上下面倒置,以此保障合金化学成分的均匀性。

[0047] 上述步骤S002中预定温度均匀化热处理温度为1100~1200°C,时间为8~20 h。

[0048] 上述步骤S002中抗氧化保护措施为采用真空热处理炉,或者是采用高温玻璃防护涂料,或者是采用炉腔内通流动氩气防护。

[0049] 上述步骤S002中高温锻造处理的温度为950~1000°C,保温时间为5~20 min,并采用流动氩气或高温玻璃防护涂料进行抗氧化保护。

[0050] 上述步骤S002中高温锻造工艺是进行一道次墩拔处理,然后定型为预定尺寸板/棒型材坯料。

[0051] 所述步骤S003中采用的梯度高温退火处理工艺为970~1020°C,保温时间为20~40min,按1~5°C/min预定速率随炉冷却至820~900°C,保温时间为20~120min,随后采用水冷或流动冷空气吹流的空冷方式进行冷却。

[0052] 所述步骤S003中采用的高温退火处理过程中采用流动氩气或高温玻璃防护涂料进行抗氧化保护。

[0053] 所述步骤S003中采用的多道次轧制工艺可分为两个阶段:第一阶段,在初始总压下量小于40~50%时,采用恒定温度为550~620°C,每道次后保温时间为3~10min,每道次压下量为0.2~1mm,进行多道次中温轧制处理;第二阶段,在总压下量大于等于40~50%时,采用室温轧制处理,每道次压下量为0.2~0.6mm,直至总压下量达到85~90%。

[0054] 上述步骤S003中采用的多道次轧制工艺可以是采用恒定温度为550~620°C,每道次后保温时间为5~10min,每道次压下量为0.2~1mm,往复进行多道次中温轧制处理,每道次压下量为0.2~0.6mm,直至总压下量达到85~90%。

[0055] 上述步骤S004中所采用的退火工艺为退火温度为750~920°C,保温时间为5~30min,保温的同时利用流动氩气进行抗氧化保护,冷却方式为将样品从炉中快速取出并直接掷入水中。



[0056] 实施例1

[0057] 本发明实施例1的Snoek弛豫型高阻尼高塑性钛合金的制备方法,本实施例1中预定熔炼合金重量为200g,具体可以包括如下步骤:

[0058] S101、采用海绵钛、纯钛箔、纯铌颗粒、纯锆片和 $TiO_2$ 粉末作为熔炼合金的主要原料并按预定质量百分数进行配比,即海绵钛和纯钛箔的质量百分比为59.3%,纯铌颗粒的质量百分比为38%,纯锆片的质量百分比为0.7%, $TiO_2$ 粉末的质量百分比为2%,其中 $TiO_2$ 粉末按每份1克分为4组,对分组后的 $TiO_2$ 粉末用纯钛箔进行包裹定型为颗粒状;将海绵钛和纯铌颗粒进行均匀混合,然后将混合物料放入真空非自耗电弧熔炼炉的坩埚中,并使用镊子将纯钛箔包裹定型后的 $TiO_2$ 颗粒均匀置放在混合物料中间;随后使用真空非自耗电弧熔炼炉反复熔炼10次,每炉次之间将铸锭上下面倒置,最后随炉中水冷铜坩埚自然冷却得到成分均匀的高阻尼钛合金铸锭。

[0059] S102、对上述步骤S101中制得的钛合金铸锭在真空热处理炉中进行均匀化热处理,具体温度为1150°C和保温12 h,随真空热处理炉自然冷却。

[0060] S103、对上述步骤S102中均匀化后的铸锭进行一道次高温锻造,将样品放置在具备流动氩气保护的热处理炉中,加热温度为1000°C及保温时间为8min,然后将铸锭进行一道次墩粗和拔长,总变形了超过200%,随后定型为10mm厚的合金板材坯料。

[0061] S104、对上述步骤S103中板材坯料在流动氩气保护的热处理炉中进行梯度高温退火处理,具体实施工艺是将样品在温度为980°C的炉中保温20 min,随后按2°C/min速率随炉冷却至880°C并保温40min,然后将样品从炉中快速取出并掷入水中进行冷却处理。

[0062] S105、对上述步骤S104中梯度高温处理后的样品进行多道次轧制处理,具体实施分为两个阶段,第一阶段采用恒定温度为600°C和流动氩气进行保护,每道次后保温时间为4min,每道次压下量为0.3mm,进行多道次往复中温轧制处理,在初始总压下量为45%即样品厚度轧制至5.5mm时,改为第二阶段的室温轧制处理,每道次压下量为0.2mm,进行多道次往复室温轧制至样品厚度为1.2mm即总压下量达到88%,然后对冷轧加工后的板材进行表面机械磨削加工和去污处理。

[0063] S106、对上述步骤S105中冷轧板材在流动氩气氛围保护下进行退火处理,退火温度为900°C,保温时间为10min,冷却方式为将样品从炉中快速取出并直接掷入水中,最终得到高阻尼高塑性钛合金材料。

[0064] 图2中实线为实施例1所制备Snoek弛豫型高阻尼高塑性钛合金拉伸性能曲线。拉伸样品标距段的长度为18mm,宽度为5mm,厚度为1mm。拉伸测试采用标准试验机(Instron 8801)在室温条件下的实施,采用 $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 准静态拉伸速率进行了单轴拉伸实验。测试结果表明,实施例1制备条件下合金的屈服强度( $\sigma_{0.2}$ )为0.96GPa,抗拉强度( $\sigma_b$ )为1.04GPa和均匀延伸率( $\epsilon_u$ )为21%,表现出优异的强度与塑性匹配,具备广泛的应用场景。

[0065] 图3中实线为实施例1所制备Snoek弛豫型高阻尼高塑性钛合金阻尼系数曲线。阻尼样品为长条片状,长、宽、厚方向的尺寸分别为56mm、1mm和6mm。阻尼测试采用动态热机械分析仪(DMA, TA Q800),其中选取三点弯曲模式测试,实施条件中升温速度为4°C/min,频率为1Hz,振幅为30 $\mu\text{m}$ ,温度范围为室温 $\pm 400^\circ\text{C}$ 。测试结果表明,在实施例1制备条件下合金阻尼系数 $\tan\delta$ 在249°C时达到峰值0.082,这与已有报道峰值相当。

[0066] 由此可以看出,基于实施例1所采用的Snoek弛豫型高阻尼高塑性钛合金的制备方

法,该高阻尼钛合金可以在保持原有高阻尼性能的情况下,显著提高了合金的抗拉强度和拉伸均匀延伸率,得到拓展了该合金的应用范围。

[0067] 实施例2

[0068] 本发明实施例2的Snoek弛豫型高阻尼高塑性钛合金的制备方法,本实施例2预定熔炼合金重量为10kg,具体包括如下步骤:

[0069] S201、采用海绵钛、纯钛箔、纯铌颗粒、纯锆片和 $TiO_2$ 粉末作为熔炼合金的主要原料并按预定质量百分数进行配比,即海绵钛和纯钛箔的质量百分比为58.2%,纯铌颗粒的质量百分比为39%,纯锆片的质量百分比为0.8%, $TiO_2$ 粉末的质量百分比为2%,其中 $TiO_2$ 粉末按每份1克分为40组,对分组后的 $TiO_2$ 粉末用纯钛箔进行包裹定型为颗粒状;将海绵钛和纯铌颗粒进行均匀混合,然后将混合物料逐层分9组放入真空磁悬浮熔炼炉的水冷铜坩锅中,每层中间均匀放置5颗纯钛箔包裹定型后的 $TiO_2$ 颗粒;随后使用真空磁悬浮熔炼炉反复熔炼3次,每炉次之间将铸锭尾部进行倒置,以增强合金成分的均匀化程度,最后随熔炼炉中水冷铜坩锅自然冷却得到成分均匀的高阻尼钛合金铸锭。

[0070] S202、对上述步骤S201中制得的钛合金铸锭在真空热处理炉中进行均匀化热处理,具体温度为 $1200^{\circ}C$ 和保温12 h,随真空热处理炉自然冷却。

[0071] S203、对上述步骤S202中均匀化后的铸锭进行一道次高温锻造,在样品表面均匀涂敷高温玻璃防氧化涂料,随后将样品放置在普通热处理炉中,加热温度为 $1000^{\circ}C$ 及保温时间为20min,然后将铸锭进行一道次墩粗和拔长处理,总变形了超过200%,随后定型为20mm厚的合金板材坯料。

[0072] S204、对上述步骤S203中板材坯料在流动氩气保护的热处理炉中进行梯度高温退火处理,具体实施工艺是将样品在温度为 $980^{\circ}C$ 的炉中保温30 min,随后按 $2^{\circ}C/min$ 速率随炉冷却至 $880^{\circ}C$ 并保温30 min,将样品从炉中快速取出并进行水冷处理,然后对梯度高温退火后板材进行表面机械磨削加工和去污处理。

[0073] S205、对上述步骤S204中梯度高温处理后的样品进行多道次轧制处理,具体实施为,采用恒定温度为 $580^{\circ}C$ 和流动氩气进行保护,每道次后保温时间为5min,每道次压下量为0.2~0.4mm,进行多道次往复中温轧制至样品厚度为2.2mm即总压下量达到89%,然后对多道次轧制加工后的板材进行表面机械磨削加工和去污处理。

[0074] S206、对上述步骤S205中轧制板材在流动氩气氛围保护下进行退火处理,退火温度为 $900^{\circ}C$ ,保温时间为10min,冷却方式为将样品从炉中快速取出并直接掷入水中,最终得到高阻尼高塑性钛合金材料。

[0075] 图2中虚线为实施例2所制备Snoek弛豫型高阻尼高塑性钛合金拉伸性能曲线。拉伸样品尺寸与实验测试条件同实施例1。测试结果表明,实施例2制备条件下合金的屈服强度( $\sigma_{0.2}$ )为0.71GPa,抗拉强度( $\sigma_b$ )为1.0GPa和均匀延伸率( $\epsilon_u$ )为30%,同样表现出优异的强度与塑性匹配。

[0076] 图3中虚线为实施例2所制备Snoek弛豫型高阻尼高塑性钛合金阻尼系数曲线。阻尼样品尺寸与实验测试条件同实施例1。测试结果表明,在实施例2制备条件下合金阻尼系数 $\tan\delta$ 在 $252^{\circ}C$ 时达到峰值0.091,该结果高于已有报道阻尼系数的峰值。

[0077] 由此可以看出,基于实施例2所采用的Snoek弛豫型高阻尼高塑性钛合金的制备方法,该高阻尼钛合金可以在保持原有高阻尼性能的情况下,显著提高了合金的抗拉强度和

拉伸均匀延伸率,得到拓展了该合金的应用范围。

[0078] 本发明利用真空熔炼、均匀化处理、高温锻造、梯度高温析出调控和退化处理工艺相结合,制备了阻尼系数大于0.08、抗拉强度约为1 GPa和拉伸均匀延伸率超过20%的高阻尼高塑性钛合金材料,用于解决现有技术中Snoek弛豫型高阻尼钛合金塑性低和加工性差的技术瓶颈问题。

[0079] 最后应说明的是:以上各实施例仅用以说明本发明的技术方案,而非对其限制;尽管参照前述各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,或者对其中部分或者全部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范围。

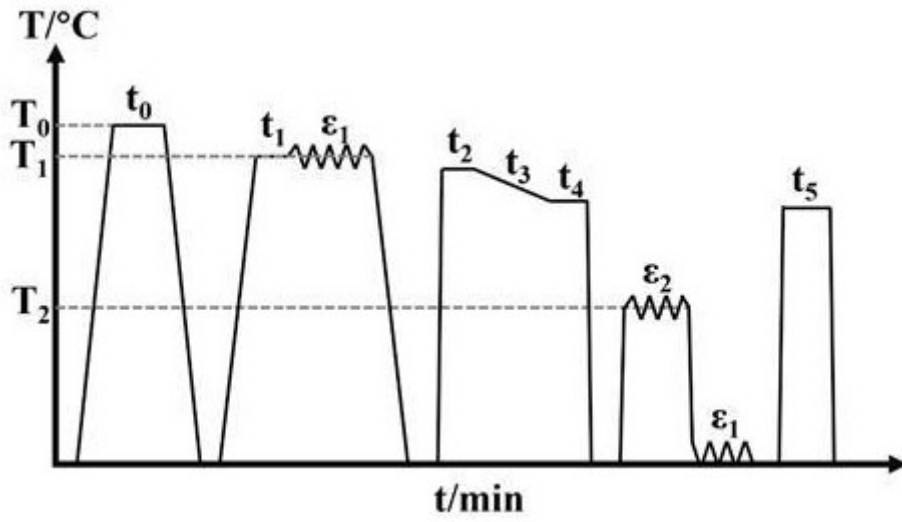


图 1

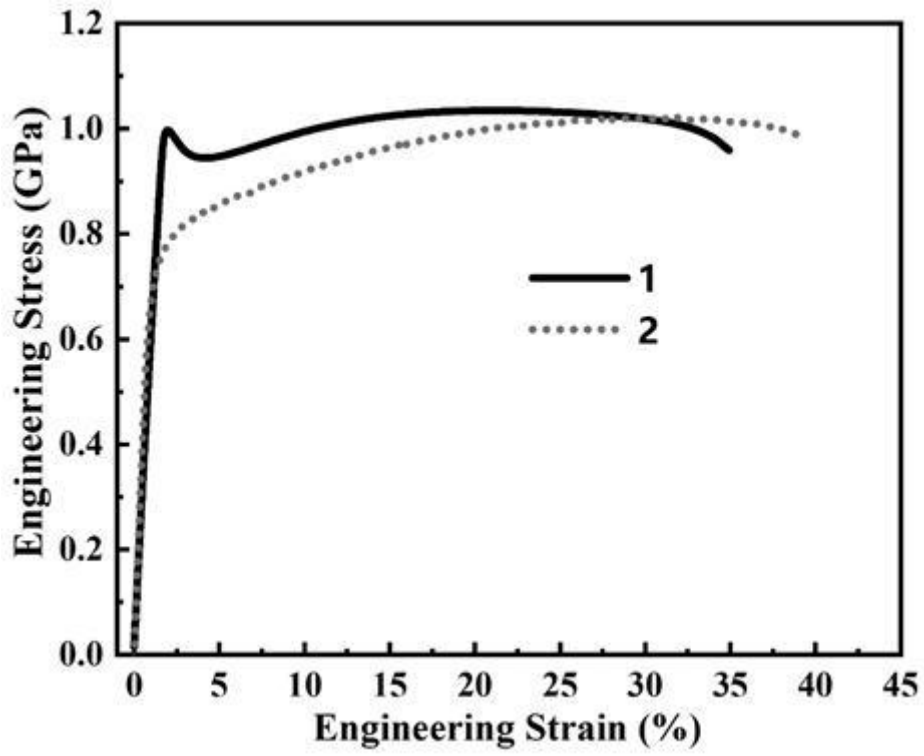


图 2

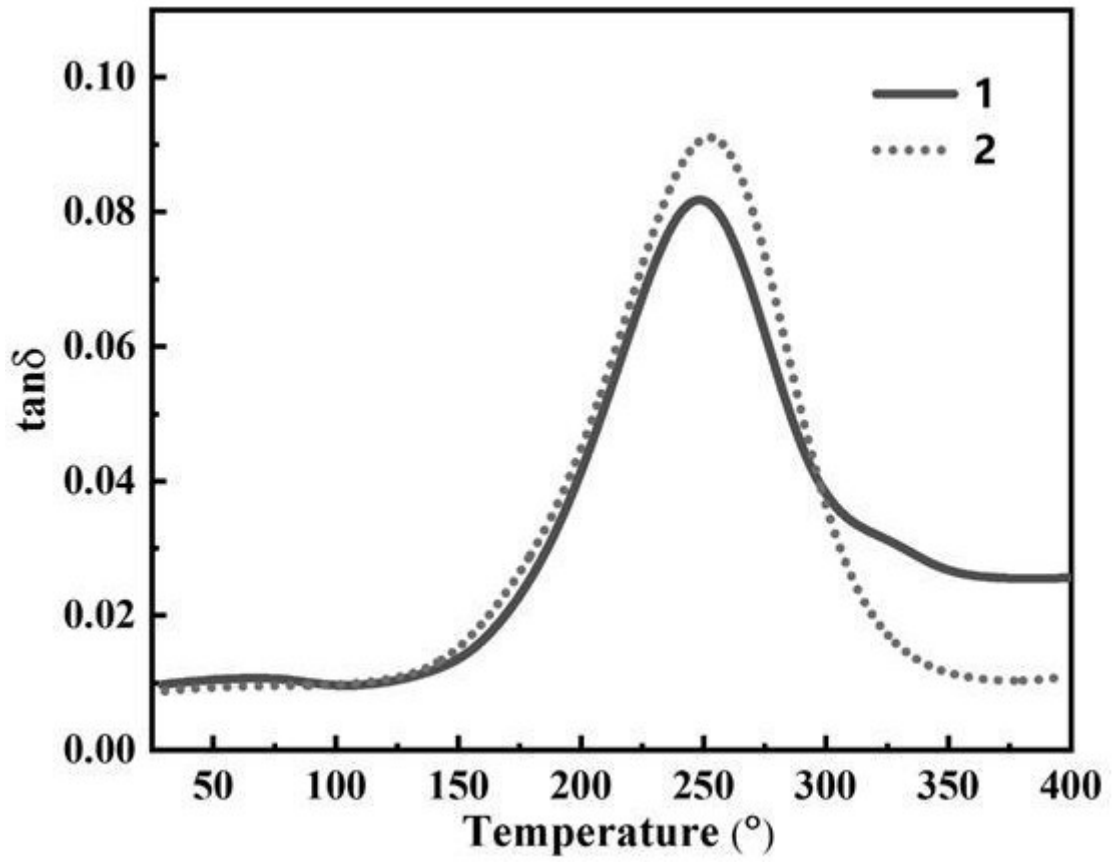


图 3