

高氧含量低温钛合金的组织性能和低温变形机理

郑壮壮, 陆子川*, 何宗政, 邱旭扬帆, 常玉玲, 杨建辉, 常若寒,

张亚莲, 姚草根, 李启军, 康黎

(航天材料及工艺研究所, 北京, 100076)

摘 要: 本文研究了不同氧含量低温钛合金棒材的组织性能及低温变形行为, 阐明了高氧含量合金的低温 (20K) 强韧化机制。经 750℃退火后, 低温钛合金棒材呈等轴态组织, β 相弥散分布于等轴 α_p 相颗粒间。950℃退火后, 超低氧含量 (0.07wt%) 棒材为魏氏组织, 中、高氧含量棒材为双态组织。随氧含量升高, 棒材的抗拉强度升高, 高氧含量 (0.16wt.%) 棒材 20K 下最大抗拉强度为 1686.42MPa, 延伸率为 10.96%, 室温抗拉强度为 838MPa, 延伸率为 19.0%, 高于 TA34 合金 (GJB9583) 的性能指标。等轴组织中中等轴 α_p 相和弥散分布的 β 相无取向关系、 α_p/β 相晶界对位错的阻碍成为提高低温强度的关键。高氧含量合金 20K 下通过柱面 $\langle a \rangle$ 和锥面 $\langle a \rangle$ 多系滑移的开动及层错、孪晶变形的共同作用保证低温塑性, 突破了传统高氧含量对孪晶的抑制作用, 硬取向晶粒形成的 T 型结构、位错在界面的堆积及交互作用保证了高的抗拉强度。

关键词: 低温钛合金, 高氧含量, 显微组织, 拉伸性能, 低温变形机理

中图法分类号: TG146.23

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2017)0?-0???-0?

钛合金具有低密度、高比强度、优异的高/低温力学性能等优势, 目前已被广泛应用于航空航天领域^[1-3]。大推力运载火箭代表国家更大更远自主进入空间的能力, 不仅是利用和控制空间的前提和基础, 亦是国家综合国力和航天强国的重要标志。随着火箭推力的大幅度提升, 对氢泵叶轮等低温构件的服役能力提出了更高的要求, 随之对低温钛合金材料的要求也进一步提高。

目前国内使用的低温钛合金有 TA7ELI、TC4ELI、CT20 等合金, 氧含量都为低间隙要求。低温钛合金在 20K 的变形机制主要与位错运动和孪晶变形行为相关, 其中位错滑移与合金成分有密切的关系, 这是因为合金化元素通常可以阻碍位错运动, 从而形成固溶强化的效果^[4, 5]。如 Al、O 等合金元素, 虽然可以提高强度, 但是增加位错运动的临界分切应力, 会恶化塑性和断裂韧性等^[4, 6]。主要是通过提升位错运动所需的临界分切应力, 进而抑制近 α 或者双相钛合金中 α 相的位错运动, 同时也能抑制形变孪生^[7]。TC4ELI 应用于低温工程及船舶等对低温和高韧性要求高的场景时, 氧含量要求 $\leq 0.13\text{wt}\%$, TA7ELI 氧含量要求 $\leq 0.12\text{wt}\%$ (GB 3620.1-2007)。TA34 低温钛合金管材规范 (GJB9583-2018) 要求其氧含量 $\leq 0.10\text{wt}\%$, 标准中规定的 -253℃ (20K) 抗拉强度 $\geq 1150\text{MPa}$, 断后伸长率 $\geq 10\%$ 。可以看出, 现有低温钛合金的力学性能已无法满足严苛服役环境的要求, 开发新型低温钛合金材料迫在眉睫。另外, 由于钛合金熔炼所需的海绵钛及中间合金中都含

有间隙元素, 超低氧含量需要特定的低间隙超软海绵钛及高质量中间合金, 并且熔炼过程也需要严格控制气氛, 最终导致制造成本的提升。所以, 在合金成分优化方面, 如何突破传统低氧钛合金的限制, 实现新型低温钛合金的性能突破及低成本制造成为亟待解决的实际问题。

因此, 本文将通过制备不同氧含量的新型 Ti-Al-V-Zr-Mo-Nb 低温钛合金棒材, 对显微组织和力学性能及低温变形行为进行研究, 揭示高氧含量低温钛合金的强韧化机制。

1 实验方案

本研究采用自主设计的新型低温钛合金体系 Ti-Al-V-Zr-Mo-Nb-xO, 通过 TiO_2 粉末调节氧含量为 0.08wt%、0.12wt%、0.16wt% 附近, 以最终实际氧含量为准, 氧含量测试依据 GB/T 4698.7-2011 标准执行。海绵钛选用 0 级小颗粒海绵钛, 合金元素分别以 Al-Mo、Al-V、Al-Nb 中间合金以及海绵锆、铝豆、铝箔的方式引入。经过均匀混料后, 将海绵钛及中间合金压制成电极块, 经真空等离子焊接将料块焊接成电极棒, 采用真空自耗电弧炉熔炼, 熔炼三次, 严格控制电流、电压及真空度等, 一次熔炼锭型为 $\Phi 90\text{mm}$, 二次熔炼锭型为 $\Phi 160\text{mm}$, 三次熔炼后锭型为 $\Phi 220\text{mm}$ 的成品铸锭。

铸锭切断冒口并车光表面后经相变点之上两火锻造+相变点之下两火锻造, 制成 $\Phi 100\text{mm}$ 圆坯。将制成的圆坯在 $T_{\beta-}$ (30~40)℃, 即 ($\alpha+\beta$) 相区中部进行高温

收到初稿日期:

第一作者简介: 郑壮壮, 男, 1995 年生, 博士, 航天材料及工艺研究所, 北京 100076, E-mail: zhuangzhhit@163.com

热轧制, 制备出 $\Phi 20\text{mm}$ 左右的棒材, 棒材经 $950^\circ\text{C}/1\text{h}/\text{AC}$ 或 $750^\circ\text{C}/1\text{h}/\text{AC}$ 热处理 (Heat treated, HT) 后用于测试, 棒材的制备流程如图 1(a)所示。在退火后棒材上取拉伸试样, 进行室温 (300K) 和低温 (20K) 拉伸性能测试, 室温和低温力学性能测试使用 Instron 5882 电子万能试验机进行, 应变速率 $1 \times 10^{-3}/\text{s}$ 。其中, 室温拉伸依据 GB/T 228.1 标准执行, 低温拉伸依据 GB/T 13239 标准执行。

对原材料及完成拉伸变形的断裂区域显微组织进行表征, 图 1(b)为拉伸试样及断裂前后组织试样取样位置示意图。显微组织观察使用 Leica DM 4000M 光学显微镜 (Optical Micrographs, OM)、JSM-7900F 扫描电子显微镜 (Scanning Electron Microscope, SEM) 和 Talos F200X 透射电子显微镜 (Transmission Electron Microscopy, TEM)。晶体学取向观察采用 JSM-7900F 扫描电子显微镜和附带的电子背散射仪 (Electron Backscatter Diffraction, EBSD), 并利用电解抛光方法制备 EBSD 样品, 抛光液成分为: 60%的甲醇、30%的正丁醇和 10%的高氯酸(vol.%)。透射组织样品采用离子减薄的方式进行制样。

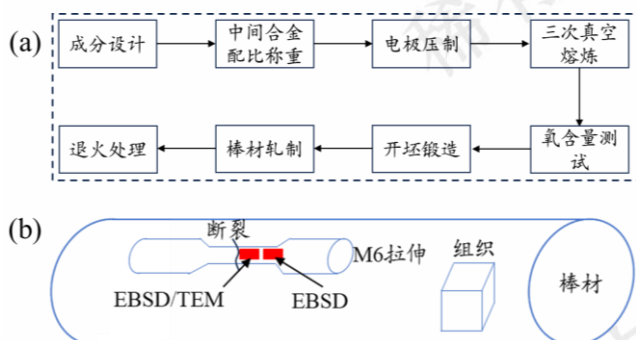


图1 棒材的制备流程及取样示意图

(a) 棒材的制备流程、(b) 拉伸试样及组织试样

2 结果与讨论

2.1 显微组织

图2和图3是不同氧含量低温钛合金轧制棒材经不同温度退火热处理后的 OM 和 SEM 显微组织。经真空熔炼后, 测得铸锭氧含量分别为 $0.07\text{wt}\%$ 、 $0.11\text{wt}\%$ 和 $0.16\text{wt}\%$ 。O 作为 α 相稳定化元素, 可促进相变点提高, 因此, 在相同条件下的变形与热处理后, 会造成其显微组织的差异。通常, 在 $(\alpha+\beta)$ 相区轧制后获得等轴 α 相, 并经 750°C 退火处理后, 等轴 α 相的等轴化趋势更加明显, 内部应力消除, 获得均匀细小的等轴 α 相和少量 β 相组成的等轴组织特征, 如图 2(a、c、e)和图 3(a、c、e)所示。在 950°C 退火将发生 $\alpha \rightarrow \beta$ 相变, 相变点差异会导致 β 相转变的程度, 随后冷却过程中将继续发生 $\beta \rightarrow \alpha$ 相变。由于氧含量对相变点的影响, 会使显微组织

随着氧含量的升高出现从魏氏组织向双态组织的转变。即, 对于超低氧含量 ($0.07\text{wt}\%$), 950°C 退火处于 β 单相区, 如图 2(b)和图 3(b)所示。对于中、高氧含量合金 ($0.11\text{wt}\%$ 、 $0.16\text{wt}\%$), 950°C 处理退火处于 $(\alpha+\beta)$ 相区, 由于高温退火大部分 α 相回溶, α 相颗粒尺寸减小, 空冷时将进一步析出 α/β 集束, 最终形成由等轴 α 相和集束 α/β 相组成的等轴组织, 如图 2(d、f)和图 3(d、f)所示。

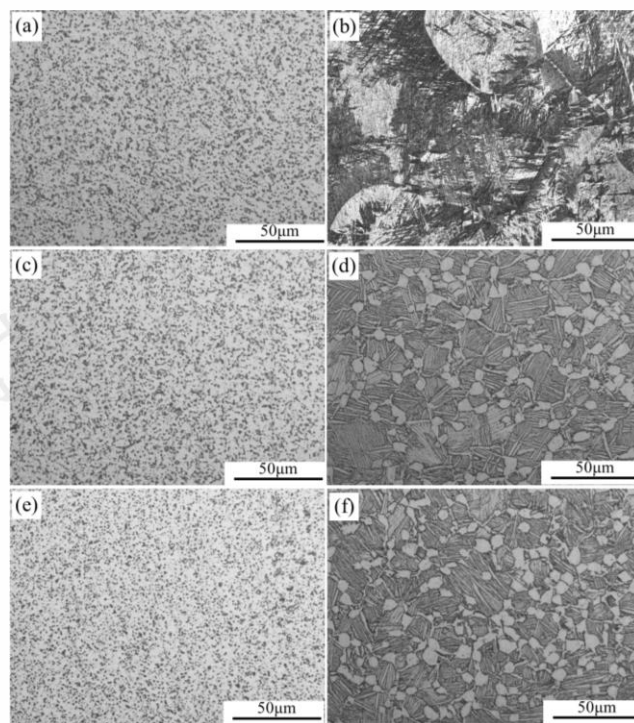


图2 不同氧含量低温钛合金棒材的 OM 组织

(a) $0.07\text{wt}\% \text{ O} + 750^\circ\text{C} \text{ HT}$ 、(b) $0.07\text{wt}\% \text{ O} + 950^\circ\text{C} \text{ HT}$ 、(c) $0.11\text{wt}\% \text{ O} + 750^\circ\text{C} \text{ HT}$ 、(d) $0.11\text{wt}\% \text{ O} + 950^\circ\text{C} \text{ HT}$ 、(e) $0.16\text{wt}\% \text{ O} + 750^\circ\text{C} \text{ HT}$ 、(f) $0.16\text{wt}\% \text{ O} + 950^\circ\text{C} \text{ HT}$

由图3的 SEM 显微组织可以发现, 经 750°C 退火后, 等轴组织中的 β 相颗粒形成均匀的弥散分布状态, 此时 β 相和 α 相已无位向关系, β 相成为弥散的增强相颗粒, 如图 3(a、c、e)中呈白色的相所示。经 950°C 退火后, $0.07\text{wt}\%$ 氧含量合金中出现明显的晶界 α 相, 晶内层片组织沿着晶界 α 相向两侧生长 (图 3(b)所示)。在 $\beta \rightarrow \alpha$ 组织转变过程中, 依次是晶界形核生长, 魏氏组织 α 集束形核和长大, 所以说原始 β 晶粒晶界处析出晶界 α 相将直接决定后续魏氏组织 α 相集束的析出路径和织构状态, 对最终的力学性能起重要的作用^[8,9]。研究表明, 此析出路径使晶界两侧的 α/β 相集束形成相近或者相同的晶体学取向, 通常是 (0001) α 晶面, 这也造成魏氏组织中产生较高的织构密度。原始组织 $(110)\beta$ 织构越强, 相邻 β 晶粒具有相同 (110) 晶面的概率越大, 随后 $\beta \rightarrow \alpha$ 相转变过程中越容易形成具有相同取向的 α/β 集束^[8],

如图 5(d)中所示的远离拉伸断口区域的魏氏组织 EBSD 晶体取向, 其晶界 α 相和两侧的 α/β 集束具有相近的晶体取向。图 3(d、f)是 0.16wt%氧含量经 950℃退火的双态组织特征, 其形成主要受到热变形和热处理退火的影响, 变形过程提供了大量的高能缺陷, 退火热激活过程为原子扩散提供驱动力, 最终通过再结晶实现晶粒细化。等轴 α_p 相的形成主要受退火温度的影响, 为未完成高温转变的残留相, 而 β 转变组织中的 α_s 相取向会受到 α_p 相的影响。研究表明^[10], 当 α_p 相和原始 β 晶粒满足 BORs 取向关系时, α_s 相取向将和 α_p 相具有相近的取向, 冷却速度小时, 只有少量粗大的 α_s 相。图 6(d)是 0.16wt%氧含量合金远离拉伸断口区域的 EBSD 图, 可以发现其部分区域 α_p 相和 α_s 相具有相同的晶体取向。

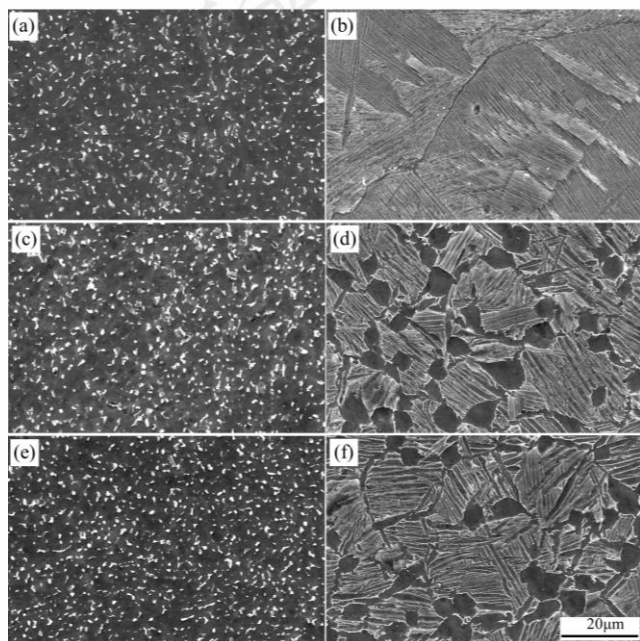


图 3 不同氧含量低温钛合金棒材的 SEM 组织

(a) 0.07wt% O+750℃ HT、(b) 0.07wt% O+950℃ HT、(c) 0.11wt% O+750℃ HT、(d) 0.11wt% O+950℃ HT、(e) 0.16wt% O+750℃ HT、(f) 0.16wt% O+950℃ HT

2.2 力学性能

图 4 是不同氧含量低温钛合金棒材的低温 (20K) 拉伸载荷-位移曲线, 表 1 是不同氧含量低温钛合金棒材的室温 (300K) 和低温 (20K) 拉伸性能数据。对于室温性能, 高温退火 (950℃) 后的抗拉强度普遍低于低温退火 (750℃), 延伸率出现略微下降, 但都大于 17%。0.16wt%氧含量棒材在 300K 时具有最大的抗拉强度 838MPa、772MPa, 高于 0.07wt%氧含量棒材的 758MPa、720MPa。对于低温 (20K) 拉伸性能, 可以发现 0.07wt%氧含量棒材经 950℃退火后, 具有较好的延伸率, 接近 15%, 强度为 1481MPa; 0.16wt%氧含量棒材 950℃退火后抗拉强度为 1686MPa, 延伸率为 11.1%, 室温抗拉强

度为 838MPa, 延伸率为 19%; 750℃退火后 20K 抗拉强度为 1605MPa, 延伸率约 11%。综上可以发现, 此合金的室温及 20K 低温抗拉强度受氧含量的增加而明显升高, 室温延伸率基本变化不大。20K 下的抗拉强度依旧表现出随氧含量增加而明显升高的现象, 延伸率变化较大, 低氧时与退火温度有较大关系 (8.72%→14.6%); 高氧含量时, 其延伸率均在 11%。另外, 在低温拉伸后的载荷-位移曲线上可以发现, 20K 低温拉伸载荷-位移曲线均在屈服后出现了明显的“锯齿状”变形特征, 直至材料完全断裂。这在钛合金、镁合金的低温变形过程中都有发现^[13, 14], 通常认为是由于变形引起的局部应力集中与应力释放相关。应力集中将引起载荷-位移曲线出现上升^[11, 12]。并且, 钛合金和镁合金都具有密排六方结构, 属于难变形金属, 特别是当晶体学 c 轴取向与拉伸方向一致时或具有较高应力集中时, 会诱发孪晶变形, 但是孪晶形核不是热激活过程, 激活所需的临界切应力对环境温度不敏感。当满足孪晶变形启动的条件时, 便可以使局部应力集中得到释放, 同时会以变形热的形式释放能量^[4]。但是钛合金属于低比热容材料, 释放得能量将成为缓解局部位错塞积得有效动力, 促进位错滑移, 应变硬化作用减弱, 此时载荷-位移曲线便会下降^[13]。在外应力的持续加载下, 由位错塞积引起的应变硬化和由孪晶变形引起的应变软化交替进行, 宏观条件下形成了“锯齿状”变形特征。室温及 20K 条件下较好的强度-塑性匹配效果, 这是与显微组织有重要关系的, 后文将进行表征分析。通过氧含量对力学性能的影响规律研究, 可以发现, 在本研究所涉及的氧含量范围内, 并未发生由于较高氧含量带来的力学性能降低 (强度/塑性), 但符合传统认识中氧含量升高, 合金强度提升以牺牲一定塑性而获得。而在较高氧含量 (0.16wt%) 条件下, 其室温强度和室温塑性达到较高水平, 低温强度和塑性匹配性也较好。因此, 在需要侧重某一具体指标时, 可做到在一定范围内调整。并且性能明显高于目前 TA34 (超低氧含量 0.10wt%) 低温钛合金的标准要求, 20K 抗拉强度远高于指标要求, 延伸率能满足标准中规定的 ≥ 10% 的要求。

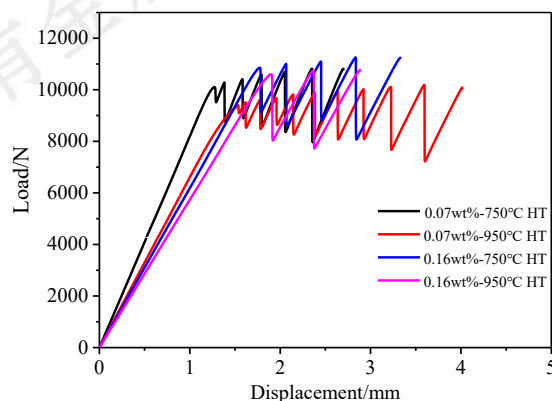


图 4 不同氧含量低温钛合金棒材的低温 (20K) 拉伸性能

表 1 不同氧含量低温钛合金棒材低温 (20K) 和室温 (300K) 的拉伸性能

Table 1 Tensile properties of cryogenic titanium alloy bars at cryogenic temperature and room temperature

O content /wt%, Grade	20K		300K		Note
	Tensile strength /MPa	Elongation/%	Tensile strength /MPa	Elongation/%	
0.07	1537.8	8.72	758	21.5	750℃ /1h/AC
	1481.5	14.60	720	17.5	950℃ /1h/AC
0.16	1686.4	10.96	838	19.0	750℃ /1h/AC
	1605.5	11.10	772	18.5	950℃ /1h/AC
TA34	≥1150	≥10	≥600	≥18	/

2.3 变形机理

如图 5 为 0.07wt%氧含量、950℃退火后的低温钛合金棒材在低温 (20K) 拉伸变形后不同区域的 EBSD 组织。图 5(a)的反极图中发现,靠近断口位置的初生 α_p 相和 α/β 集束已经历了较大幅度的变形。相比于图 5(e) 远离断口区域的晶界角,图 5(b)中靠近断口区域的低角晶界比例急剧增加,达到 51.8%,也反映出此时材料经历了较大变形,在低温拉伸过程中由于位错塞积造成部分亚结构出现,大量交互作用的高密度位错是促进强度提高的重要原因。而未变形区域的高角晶界比例达到了 68.6%。同样的,对比图 5(c)和图 5(f)的 KAM 结果发现,经历较大塑性变形后,在 α/β 集束界面区域出现显著的红色特征,但是在集束内部其颜色呈现蓝色特征,表明位错堆积主要发生在集束界面处。位错可在 α/β 集束内部可实现自由滑移,集束界面或者原始 β 晶界成为位错滑移的阻碍。通常 α/β 集束内部的 α 与 β 相之间保持 Burges 取向关系,可满足位错的滑移传递行为,促进材料塑性的提高^[13]。而后,当位错滑移至初生 α_p 相和 α/β 集束界面时将导致位错的塞积,从而促进材料强度的提高,并且晶粒细化会促进相界面增加,进一步促进强度的提高。此时氧含量较低,低温 20K 下位错在层片组织内部的滑移启动,促进其在低温下具有较高的塑性,而此时位错滑移自由程较长导致强度相对较低,这和表 1 中所示的拉伸性能数据变化趋势一致。

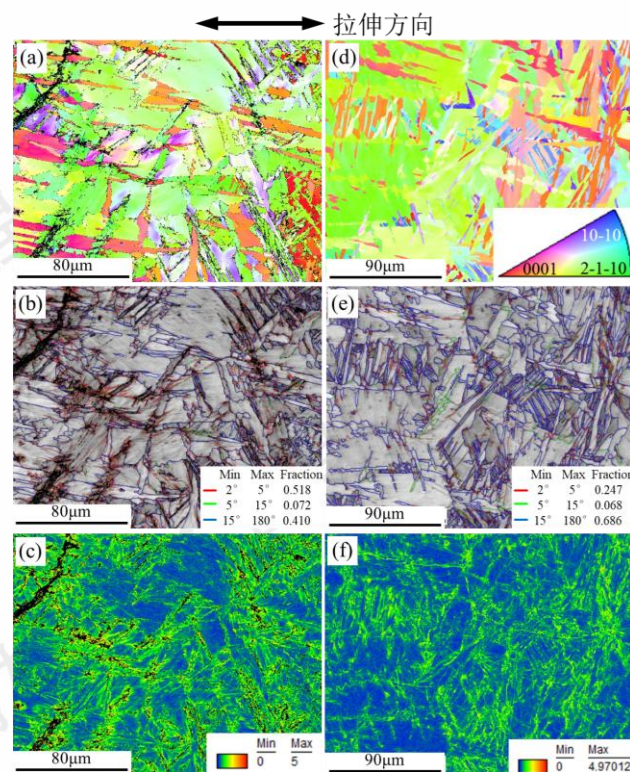


图 5 0.07wt%氧含量、950℃退火低温钛合金棒材 20K 拉伸变形后不同区域的 EBSD 图

(a、d) IPF 图, (b、e) IQ+GB 图, (c、f) KAM 图

(a-c)靠近断口位置, (d-f) 远离断口位置

图 6 是 0.16wt%氧含量、950℃退火后的低温钛合金棒材在低温 (20K) 拉伸变形后不同区域的 EBSD 组织。经历低温变形后靠近断口区域和远离断口区域的组织与低氧含量合金的变形状态类似。经历大变形位置的显微组织中表现出较高位错密度,不仅可以从 5(b)的 KAM 图中看出,还可以从图 6(c)中 2~5°低角晶界的比例达到 79%中反应出来。同样的,远离断口位置的 EBSD 组织中高角晶界比例达到 82%,表现出基本无变形的状态。另外,根据远离断口区域的 IPF 分布图也可以说明低温钛合金材料经历高温锻造-高温轧制-高温 (950℃) 退火后,并未发现明显的择优取向的现象,不同的颜色反映出杂乱的晶体取向。对于双态组织来讲,由于在高温退火时, $\alpha \rightarrow \beta$ 相变并未彻底进行,层片组织形核将以残留的等轴 α_p 相为核心,因此在晶体取向上层片组织集束通常与其最近的某个等轴 α 相具有相同或相近取向。

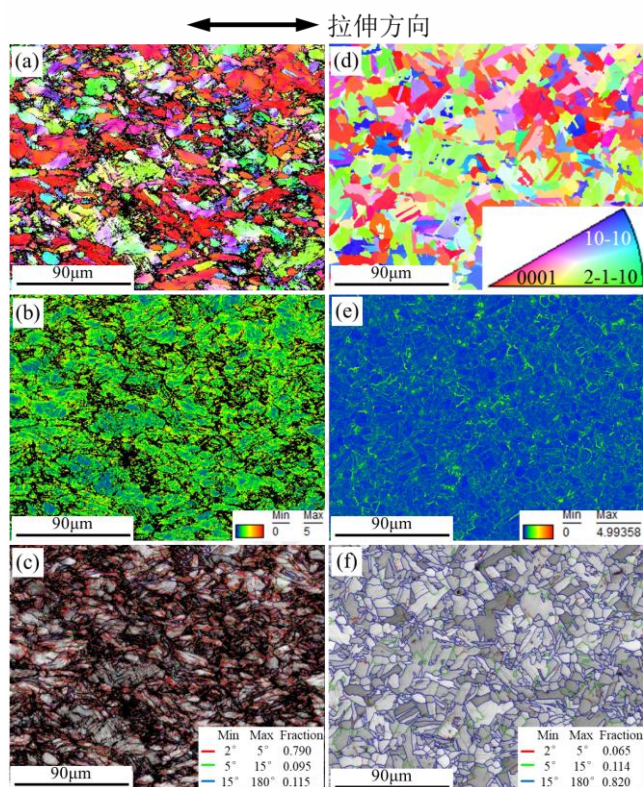


图 6 0.16wt%氧含量、950℃退火低温钛合金棒材 20K 拉伸变形后不同区域的 EBSD 图

(a、d) IPF 图, (b、e) KAM 图, (c、f) IQ+GB 图
(a-c)靠近断口位置, (d-f) 远离断口位置

图 7 是 0.16wt%氧含量棒材 (750℃退火) 在低温 (20K) 拉伸后不同区域的 EBSD 组织。和图 2 和 2 所示组织类型一致, 经 750℃退火后, 显微组织是由典型的等轴组织组成, 经历低温拉伸变形后, 显微组织依旧呈现沿着拉伸方向被拉长的趋势。图 7(d)是远离拉伸断口区域的 IPF 图, 表现出典型的择优取向特征。对于 750℃退火来讲, 并未发生 $\alpha \rightarrow \beta$ 相变过程, 仅为去应力退火, 因此其晶体取向依旧表现出沿着金属轧制拉长方向的特征。受轧制力的作用, α 的 $\langle 0001 \rangle$ 取向将转向轧制棒材的轴线方向, 同时其 $(10\bar{1}0)$ 晶面方向将转向轧制棒材的直径方向, 表现出典型的 T 形织构特征, 表现出未变形的特征, 即原始组织状态。图 7(f)是远离断口位置的 PF 图, 其织构极密度高达 11.023。靠近断口位置由于经历较大变形, 晶格畸变程度较高, 在 EBSD 扫描时会出现不易识别的区域。低温拉伸方向沿着轧制棒材轴线的方向进行, 理论上其织构特征和织构极密度应大于 11.023, 但是由于大变形晶格畸变严重, 采集的有效数据量受到限制, 拉伸后依旧表现出 T 形织构特征, 但是其极密度却低于远离断口端的。另外, 对 T 形织构, 沿着变形方向进一步拉伸变形, 其室温和低温下的抗拉强度受到位错密度、织构类型的影响。特别是对于 T 型

织构, c 轴平行于拉伸方向, 表现为硬取向特征。从而使其具有较高的强度, 这和目前得到的最大室温抗拉强度 838MPa, 低温 20K 最大抗拉强度 1686MPa 是相对应的, 均高于目前已报道的性能, 同时也获得了比较优异的低温延伸率。

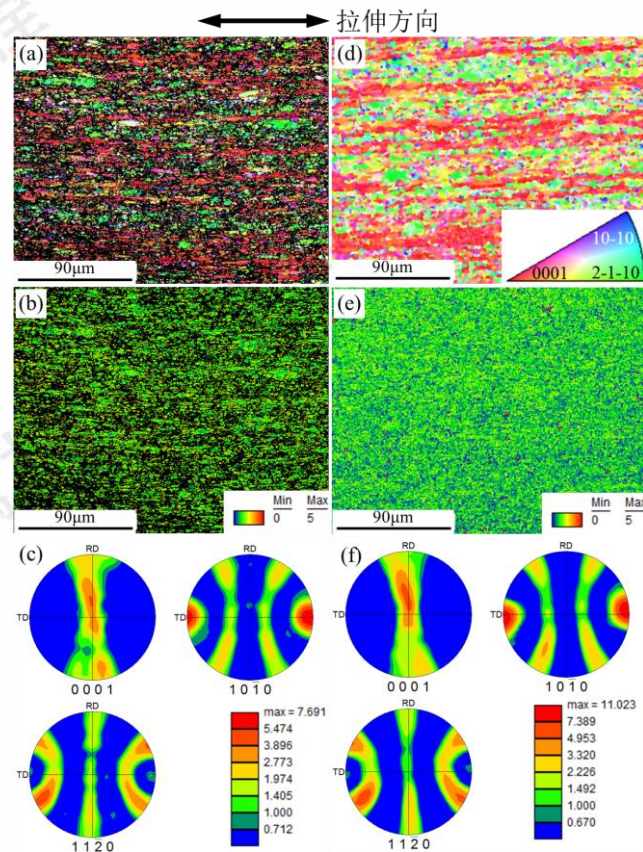


图 7 0.16wt%氧含量、750℃退火低温钛合金棒材 20K 拉伸变形后不同区域的 EBSD 图

(a、d) IPF 图, (b、e) KAM 图, (c、f) PF 图
(a-c)靠近断口位置, (d-f)远离断口位置

对于低温下的延伸率, 主要受到低温下开动的滑移系种类和数量及孪晶变形机制的综合影响。对于 α 型钛合金, 影响变形孪晶的因素主要有合金元素、显微组织、晶体取向、变形温度和应变速率等。据报道, 随着 α -Ti 中 Al 和 O 元素含量的增加, 变形孪晶的数量明显减少。Al 的短程有序化和间隙元素 O 引起的晶格畸变, 都会抑制孪晶的产生^[14]。T40(Ti+1000ppm O)和 T60(Ti+2000ppm O)单轴拉伸过程中的变形行为, 当应变量达到~5%时, T40 试样中有大量形变孪晶形成, 而 T60 试样中几乎没有形变孪晶形成, 表明增加氧含量对形变孪生产生了强烈的抑制作用^[15]。不同氧含量对纯钛的室温和低温拉伸性能的影响研究发现, 随着纯钛中氧含量的增加, 纯钛在室温和低温下的形变孪生被明显抑制^[16]。温度对孪晶、滑移机制的协调和转变有很大影响。随着温度由室温降低到超低温, 滑移的 CRSS 急剧升高, 而孪晶的

CRSS 变化不大; 并且位错运动是一种热激活过程, 而孪晶是通过应力作用切变产生, 因此在低温下孪晶容易大规模启动。

因此, 对不同氧含量、不同退火温度处理后的低温钛合金棒材的 20K 拉伸变形区域组织进行 TEM 表征, 如图 8 和 8 所示。图 8 是 0.07wt% 氧含量 950℃ 退火后的 TEM 组织, 图 8(a) 中发现大量位错滑移的特征, 位错排布形成位错墙, 说明层片组织内部启动了大量可动位错。图 8(b) 组织中出現大量的层错变形特征, 研究表明, 层错的形成也是可促进材料塑性的提升, 层错也可以和位错进行交互作用。堆垛层错通常被认为是孪晶形核的前提条件, 研究表明位错在 α/β 相界面的堆积促进孪晶形核, 孪晶倾向于在低层错能金属材料中被激活, 孪晶形核与层错能的关系可以表达为:

$$\sigma = (1/m) * (2\gamma/b_p)$$

其中, σ 是孪晶激活的临界分切应力, γ 是层错能, m 是施密特因子, b_p 是部分位错的 Burgers 矢量。降低层错能是金属材料产生堆垛层错的潜在动力, 降低温度会降低层错能并促进层错的产生, 因此, 会降低孪晶形核的临界切应力^[17]。以上位错滑移和微结构特征是与低温钛合金低温拉伸强度相对应的。图 8(c) 中给出了层片组织 α/β 相界面位向关系, α 和 β 相满足 BORs 取向关系, 这也证实了图 5 的 KAM 图中层片组织界面无位错塞积的特征, 位错在层片组织 α/β 集束内部穿过界面主要由柱面 $\langle a \rangle$ 滑移造成, 而集束内部层片的位错塞积主要是由锥面 $\langle a \rangle$ 造成。

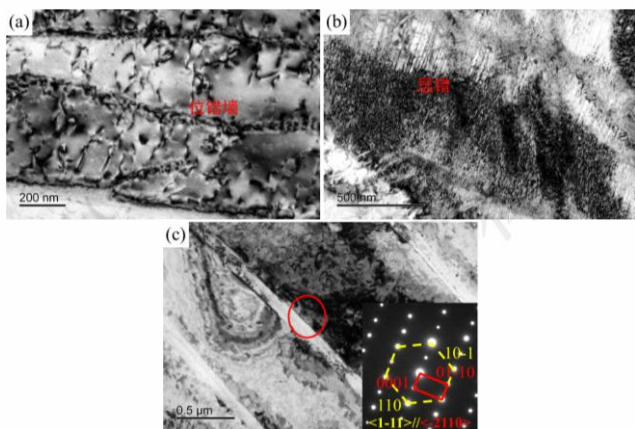


图 8 0.07wt% 氧含量 950℃ 退火棒材 20K 拉伸断口区域的 TEM 图

图 9(a-b) 是 0.16wt% 氧含量 750℃ 退火后的 TEM 组织, 图 9(a) 是图 9(b) 中等轴 α 相内位错的放大图。可以发现等轴 α 相内部启动了大量的位错, 位错滑移至等轴 α 相的界面产生塞积, 这是由前述的等轴组织 α 相之间无位向关系造成, 这也是等轴组织具有高强度的重要原因。图 9(c-f) 是 0.16wt% 氧含量 950℃ 退火后的 TEM 组织, 图 9(c) 中发现层片组织中出现较多的变形孪晶, 孪

晶变形的产生促进晶体取向处于难变形方向的晶粒发生偏转, 促进位错的进一步滑移。另外, 孪晶能够和滑移位错产生交互作用, 提高材料的抗拉强度。最重要的是与前文所述的关于增加氧合金对孪晶激活的抑制作用具有明显不同, 本研究中 0.16wt% 氧含量合金具有室温强-塑性匹配, 孪晶激活、位错滑移及界面塞积也是高强度和高塑性的重要原因。另外, 图 9(d-f) 中发现多系滑移的启动, 主要是锥面 $\langle a \rangle$ 和柱面 $\langle a \rangle$ 位错的滑移特征, 一方面可实现位错滑移传递, 另一方面可实现位错在层片界面的堆积^[18], 实现合金的强-塑性匹配。

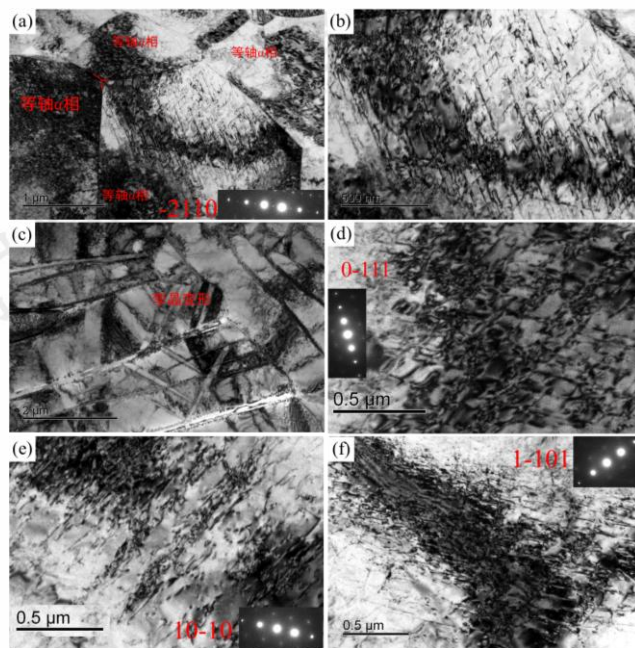


图 9 0.16wt% 氧含量不同温度退火棒材 20K 拉伸断口区域的 TEM 图

(a-b) 750℃ 退火、(c-f) 950℃ 退火

所以说, O 作为杂质元素, 在钛合金中是以间隙原子的固溶形式存在。它对基体的强化效果特别明显, 但对合金的塑性、韧性、组织稳定性和工艺塑性有显著的不利影响, 所以必须合理控制钛合金中的氧含量, 促进其强度和塑性的匹配。对于常见的低间隙钛合金合金来讲, 氧含量基本上小于等于 0.13wt%, 而本研究新型低温钛合金系在高的氧含量下依旧具有较好的强塑性匹配, 并可满足超低氧含量 TA34 合金 (GJB9583) 指标的要求, 20K 强度提升达到 46.6%, 300K 强度提升达到 39.6%。说明在满足现有超低氧含量的指标下, 可适当放间隙氧元素的含量, 为新型低温钛合金制备过程中杂质含量的控制提供了较宽的范围, 进而实现低成本制造。

3 结论

1、新型低温钛合金棒材经 750℃ 退火后, 显微组织呈等

轴组织, β 相弥散分布于等轴 α_p 相颗粒间。950°C退火后, 超低氧含量 (0.07wt%) 棒材为魏氏组织; 中 (0.11wt%)、高氧含量 (0.16wt%) 棒材为双态组织。

2、随氧含量升高, 室温 (300K) 和低温 (20K) 抗拉强度增加。等轴组织抗拉强度明显高于层片组织和双态组织。等轴组织中, 等轴 α_p 相与 β 相界面对位错的阻碍成为提高低温钛合金强度的关键。

3、不同氧含量棒材性能表现出明显差异, 可实现组织性能的精确调控。0.16wt%氧含量 20K 下抗拉强度为 1686MPa, 延伸率为 10.96%, 室温抗拉强度为 838MPa, 延伸率为 19.0%。高于超低氧含量 TA34 管材规范 (GJB9583-2018) 中规定的性能指标。

4、高氧含量合金高强度来源于位错在界面的塞积及难变形硬取向晶粒形成的 T 型织构。20K 下柱面 $\langle a \rangle$ 和锥面 $\langle a \rangle$ 等滑移系的开动及层错、孪晶变形的共同作用保证低温塑性, 突破了传统高氧含量合金对孪晶的抑制作用。

4 参考文献

- [1] D. Banerjee, J.C. Williams. *Acta Materialia*[J], 2013, 61(3): 844-879.
- [2] W. Abd-Elaziem, M.A. Darwish, A. Hamada, et al. *Materials and Design*[J], 2024, 241.
- [3] J.C. Williams, E.A. Starke. *Acta Materialia*[J], 2003, 51(19): 5775-5799.
- [4] C. Kale, P. Garg, B.G. Bazezhour, et al. *Acta Materialia*[J], 2019, 176: 19-32.
- [5] J.C. Dai(戴进财), X.H. Min(闵小华), S.W. Xin(辛社伟), et al. *Acta Metallurgica Sinica*[J], 2025, 61(2): 243-252.
- [6] S. Huang, Q. Zhao, C. Lin, et al. *Materials Science and Engineering: A*[J], 2021, 818: 141394.
- [7] Q.C. Dai(戴全春), N. Wang(王楠), G.Q. Dai(戴国庆). *Titanium*[J], 2024, 41(6): 39-49.
- [8] Z.B. Zhao, Q.J. Wang, Q.M. Hu, et al. *Acta Materialia*[J], 2017, 126: 372-382.
- [9] J. Yang, Y. Chen, S. Xiao, et al. *Materials Science and Engineering: A*[J], 2019, 766: 138337.
- [10] R. Jia, W. Zeng, Z. Zhao, et al. *Materials and Design*[J], 2022, 223: 111191.
- [11] Z. Lu, J. Luo, B. Wang, et al. *Materials and Design*[J], 2020, 189: 108490.
- [12] H.R. Zhang, H.Z. Niu, M.C. Zang, et al. *Journal of Materials Science and Technology*[J], 2022, 129: 96-107.
- [13] M.C. Zang, H.Z. Niu, S. Liu, et al. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2022, 923: 166363.
- [14] Y. Yan, P. Liu, B. Li, et al. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2025, 1037: 182351.
- [15] S. Zaefferer. *Materials Science and Engineering: A*[J], 2003, 344(1-2): 20-30.
- [16] Y. Chong, M. Poschmann, R. Zhang, et al. *Science Advances*[J], 2020, 43(6): 4060.
- [17] R. Zhang, Q. Zhao, D. Guo, et al. *Materials and Design*[J], 2023, 235: 112416.
- [18] X. Liu, Q. Zhao, Y. Mao, et al. *Materials and Design*[J], 2025, 259: 114858.

Microstructure, properties and cryogenic temperature deformation mechanism of a cryogenic titanium alloy with high-oxygen

Zheng Zhuangzhuang, Lu Zichuan, He Zongzheng, Qiu Xuyangfan, Chang Yuling,

Yang Jianhui, Chang Ruohan, Zhang Yalian, Yao Caogen, Li Qijun, Kang Li

(Aerospace Research Institute of Materials and Processing Technology, Beijing, 100076, China)

Abstract: In this study, the microstructure, properties and cryogenic temperature deformation behavior of cryogenic titanium alloy bars with different oxygen contents was investigated, and the strengthening-toughening mechanism of cryogenic titanium alloy with high oxygen content has been revealed. After annealed at 750°C, the microstructure is equiaxed α_p phase with dispersed β phase. Due to the α/β phase transformation temperature affected by the oxygen content, the microstructure of extra-low oxygen content alloy with 0.07wt.% is typical Widmanstätten microstructure, and the media and high oxygen content is typical bimodal structure after annealed at 950°C. The ultimate tensile strength increase with increased oxygen content. The ultimate tensile strength of high oxygen content alloy at 20K is 1686.42MPa, and the corresponding elongation is 10.96%, while the ultimate tensile strength of at 300K is 838MPa, and the corresponding elongation is 19.0%, which is better than the corresponding properties of TA34 alloy reported at GJB 9583. The discussions strengthening of equiaxed α_p phase and β phase boundary caused by the non-crystallographic orientation relationship of α_p phase and β phase, which is the key factor of strength increase. As for the high oxygen content alloy with 0.16wt.%, the plasticity at 20K is obtained by the dislocations slip of prismatic $\langle a \rangle$ and pyramidal $\langle a \rangle$, and the activation of stack faults and twins, which breakthrough the inhibition of twins deformation by high oxygen content. The T type texture caused by the "hard" orientation grain, dislocation accumulated at boundary and interacted in α phase can improve ultimate tensile strength.

Key words: Cryogenic titanium alloy, Oxygen contents, Microstructure, Tensile properties, Cryogenic temperature deformation mechanism

Corresponding author: Lu Zichuan, Ph. D., Senior Engineer, Aerospace Research Institute of Materials and Processing Technology, Beijing 100076, P. R. China, Tel: 0086-10-68383316, E-mail: luzichuan1992@163.com.