

• 试验研究 Experimental Research •

DOI: 10.16410/j.issn1000-8365.2026.5218

不同温度热暴露对 Ti-22Al-25Nb 合金氧化、 微观组织及性能的影响

赵晓彬¹, 贾润晨¹, 谭海兵², 曾卫东¹

(1. 西北工业大学 凝固技术全国重点实验室, 陕西 西安 710072; 2. 中国航发四川燃气涡轮研究院, 四川 成都 610400)

摘要: Ti-22Al-25Nb 合金作为新一代高温轻质结构材料, 兼具高强度与优异蠕变性能, 在航空航天领域具有广阔应用前景。但当温度超过 750 °C 时抗氧化性能的下降, 制约了其应用发展。为揭示高温热暴露对合金结构稳定性与力学性能的耦合效应, 本文对 Ti-22Al-25Nb 环件进行了 700、750 与 800 °C 热暴露处理, 结合室温拉伸、显微硬度实验及多尺度显微表征, 分析了表层氧化层与富氧层演化、细片层 O 相形貌转变及其对室温强度与塑性的影响机制。结果表明, 随热暴露温度升高, 氧化层与富氧层逐步增厚并形成连续表面脆性层, 且致密性降低; 同时细片层 O 相厚度增加、长宽比降低, 致使其阻碍作用下降, 屈服强度下降。而表面脆性层的形成则导致裂纹在早期即达到临界尺寸, 致使室温强度与塑性同步劣化。

关键词: Ti₂AlNb 合金; 高温热暴露; 微观组织; 力学性能

中图分类号: TG146

文献标识码: A

文章编号: 1000-8365(2026)07-0748-11

Influence of Different Heat Exposure Temperatures on the Oxidation, Microstructure, and Room-temperature Tensile Properties of Ti-22Al-25Nb Alloy

ZHAO Xiaobin¹, JIA Runchen¹, TAN Haibing², ZENG Weidong¹

(1. State Key Laboratory of Solidification Processing, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China; 2. Sichuan Gas Turbine Research Institute of AECC, Chengdu 610400, China)

Abstract: Ti-22Al-25Nb alloys are recognized as pioneering high-temperature lightweight structural materials characterized by their exceptional combination of high specific strength and excellent creep resistance, thereby presenting broad application prospects in the aerospace field. However, the decline in oxidation resistance at temperatures exceeding 750 °C limits its development and application. To elucidate the coupling effects of high-temperature thermal exposure on the structural stability and mechanical properties of the alloy, Ti-22Al-25Nb annular components were subjected to thermal exposure at 700, 750 and 800 °C. By integrating room-temperature tensile tests and microhardness experiments with multiscale microscopic characterization (SEM, TEM), the evolution of the surface oxide layer and oxygen-rich layer, the morphological transformation of the fine plate-like O phase, and their impact mechanisms on the room-temperature strength and plasticity were analysed. The results indicate that with increasing thermal exposure temperature, the oxide layer and oxygen-rich layer progressively thicken, forming a continuous brittle surface layer with reduced compactness. Concurrently, the thickness of the fine plate-like O phase increases as the aspect ratio decreases, leading to a diminished hindrance effect and a reduction in yield strength. The formation of the brittle surface layer causes cracks to reach critical sizes at an early stage, resulting in simultaneous degradation of the room-temperature strength and plasticity.

Key words: Ti₂AlNb alloy; high-temperature exposure; microstructure; mechanical properties

收稿日期: 2025-10-08

基金项目: 国家自然科学基金(52275380); 陕西省创新能力支撑计划·国家先进稀有金属材料技术创新中心(2024ZG-GCZX-01(1)-05); 凝固技术全国重点实验室博士后基金(2025-BJ-03)

作者简介: 赵晓彬, 2002 年生, 硕士生. 研究方向为塑性变形. Email: zhaoxiaobin@mail.nwpu.edu.cn

通信作者: 贾润晨, 1994 年生, 博士. 研究方向为塑性变形. Email: jrchen@nwpu.edu.cn

曾卫东, 1969 年生, 博士, 教授. 研究方向为塑性变形. Email: zengwd@nwpu.edu.cn

引用格式: 赵晓彬, 贾润晨, 谭海兵, 曾卫东. 不同温度热暴露对 Ti-22Al-25Nb 合金氧化、微观组织及性能的影响[J]. 铸造技术, 2026, 47(7): 748-758.

ZHAO X B, JIA R C, TAN H B, ZENG W D. Influence of different heat exposure temperatures on the oxidation, microstructure, and room-temperature tensile properties of Ti-22Al-25Nb alloy[J]. Foundry Technology, 2026, 47(7): 748-758.

Ti₂AlNb 合金是一种具有复杂微观结构的新型轻质高温结构材料,其密度为 5.3 g/cm³,仅为镍基超合金的 60%^[1-2],同时还具有高强度、卓越的抗蠕变性、抗氧化性和微观结构稳定性。彭文雅等^[3]采用 B2 相区等温锻造和 O+B2 相区固溶时效工艺制备的 Ti₂AlNb 基合金环件,其室温拉伸抗拉强度达到 1 148 MPa,伸长率达到 8.0%。该合金使用温度范围在 600~750 °C,且在 800 °C 时可短时使用,有望取代在航空航天业广泛使用的镍基高温合金,进一步减轻航天器质量、提高推重比^[4-8]。且 Ti-22Al-25Nb 合金已逐渐得到国内外的广泛应用于制造导弹、探测器结构、低压涡轮叶片、涡轮增压器轮毂、压气机杆筒上的蒙皮^[9-11]。可见 Ti₂AlNb 合金在航空航天领域具有广泛的应用前景。

而 Ti₂AlNb 基合金与传统钛合金、钛铝合金类似,也存在高温下抗氧化能力有限的问题。已有研究表明 Ti₂AlNb 基合金在 700 °C 以下具有良好的抗氧化性能,合金表面在热暴露后形成了复杂的氧化层和亚表面结构,其中氧化物以 TiO₂ 为主,伴有 AlNbO₄、Al₂O₃ 和 Nb₂O₅ 的氧化层^[12-16]。Xiang 等^[17]结合热力学分析其中 AlNbO₄ 是由 Al₂O₃ 和 Nb₂O₅ 反应生成,并建立了表面氧化过程模型。Cheng 等^[18]通过原位 X 射线衍射,揭示了表面随热暴露时间及氧元素的扩散,表面及亚表面的相变及氧化物生成过程。而在热暴露后形成的氧化层、富氮层及富氧层这些脆性层,也会导致试样表面脆化、裂纹过早萌生,进而导致其伸长率的下降^[12,14,19-20]。近些年的研究同样发现,650~800 °C 氧化 100 h 后,表面脆性层的存在对 Ti₂AlNb 基合金轧板的室温拉伸强度影响不大,但显著降低伸长率^[21-22]。可见上述文献对氧化过程、机制及表面脆性层(氧化层、富氧层)对性能的讨论较多,而对于热暴露对组织形貌特征研究较少,特别对于经过固溶、时效处理后再进行热暴露的情况。

虽然已有大量研究聚焦于 Ti₂AlNb 合金的显微组织、力学性能与断裂行为,但其在高温环境下氧化、组织演化与力学退化之间的耦合机制仍缺乏深入认识。研究表明,具有厚片层 O 相和纳米细片层 O 相的多尺度片层结构的 Ti₂AlNb 基合金具有优异的强度、塑性和韧性匹配^[23-29]。Xue 等^[30]研究表明,通过调整固溶、时效温度进而改变组织参数,实现强度和伸长率在一定范围内的调整。Wang 等^[31]的研究进一步指出,组织中的二次针状 O 相的尺寸和体积分数对性能影响较大。对于双尺寸板条组织的 Ti₂AlNb 基合金,其断裂是以 B2 相的解理为主导的准解理断裂,微裂纹在 O/O 界面和 O/B2 基面形核,

在 B2 相基体钝化^[24]。且组织中厚片层 O 相、亚晶和晶界 O 相对裂纹扩展的阻碍作用依次增大,同时取向差较大的晶粒能使裂纹出现显著偏折^[32]。组织决定性能,上述研究主要聚焦于热处理对于 Ti₂AlNb 合金的组织性能调控与断裂机制的探讨,说明热暴露后的组织变化对性能的影响不可忽视。

基于上述背景,结合 Ti₂AlNb 合金实际的使用环境,本文旨在进一步探究热暴露后表面脆性层(氧化层及富氧层)的出现对其室温拉伸性能及断裂机制的影响。通过对不同热暴露后表面脆性层厚度、相含量及相尺寸等组织特征及力学性能的分析,揭示热暴露与组织性能及断裂机制的关系,为 Ti₂AlNb 基合金的工程应用提供理论依据和试验支持。

1 实验材料与方法

研究采用的实验材料是由钢铁研究总院自主研发的 Ti-22Al-25Nb(原子分数,%)合金轧制环件。环坯在 $T_{\beta}-20$ °C(T_{β} 为 β 相转变温度)轧制后进行固溶处理(960 °C,1~3 h),之后在 780 °C 进行 12~24 h 的时效处理,获得双尺寸片层组织。最后通过机加工制备了标准圆棒状拉伸试样(标距段直径 5 mm,长度为 25 mm,长度沿环件弦向)和金相试样。

为模拟航空发动机的高温环境,经过加工的拉伸试样和金相试样放置于专门支架上,在箱式热处理炉中分别进行 700、750 和 800 °C/50 h 的热暴露试样。并在试样附近固定热电偶,保证温度的准确性。热暴露处理后,拉伸试样分别在室温、700、750 和 800 °C 下进行拉伸测试。对于热暴露后形成的表面氧化层,使用 D8 ADVANCE 型 X 射线衍射仪,Cu K α 辐射,在 20°~90° 范围内以 6 °/min 对不同温度热暴露后氧化层成分进行测定。借助聚焦离子/电子双束等多功能联用扫描电镜(Tescan AMBER GMH)在 700 和 800 °C 热暴露后氧化层表面,切取 10 μ m 长和 6 μ m 宽的 TEM 提取箔,采用 5KV 钙离子束减薄至 80 nm。之后将热暴露后金相试样在标乐振动抛光机进行 7 h 的振动抛光,在 Tescan Clara GMH 场发射扫描电镜上对热暴露后组织、氧化层截面形貌、元素分布、拉伸后断口形貌和电子背散射衍射分析。通过 Image-Pro Plus 图像分析软件对不同条件热暴露后的组织图片进行分析,定量测定不同相的体积分数和尺寸。在拉伸试样断口附近加工 0.5 mm 厚的薄片,打磨至 50 μ m 左右,再制备成直径 3 mm 的薄片后,利用 Gatan 695 PIPS COOL 进行离子减薄。在 FEI Themis Z 透射电子显微镜上观察氧化层形貌及拉伸后的位错进行表征。利用 Wilson VH3100 显

微硬度计(载荷为 50 g, 保持 10 s), 对试样截面硬度进行测试。

2 实验结果及讨论

2.1 表面氧化层、富氧层

图 1 为未暴露与不同温度热暴露氧化 50 h 后样品表面氧化物的 XRD 谱。对于未暴露试样, 主要由 O 相、B2 相和 α_2 相组成, 其中 O 相特征峰强度最高。700 °C 热暴露后, 检测到了 Al_2O_3 、 TiO_2 和 Ti_2O_3 的衍射峰, 同时仍可见基体相, α_2 相和 O 相的衍射峰存在, 且 O 相的衍射峰依然是最强峰。说明此时氧化层较薄, X 射线能穿过氧化层获得基体相的衍射信号。而 750 和 800 °C 热暴露氧化后, 检测到了 TiO_2 、 Ti_2O_3 、 Nb_2O_5 和 AlNbO_4 的衍射峰, 其中 TiO_2 的衍射峰随热暴露温度升高, 其中基体相的衍射峰明显减弱, 到 800 °C 后基体相的衍射峰完全消失。

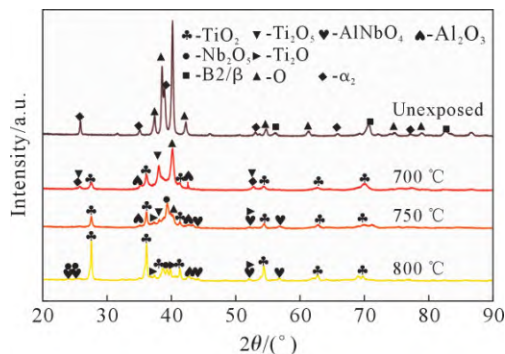


图 1 未暴露与不同温度热暴露氧化后表面 XRD 谱
Fig.1 XRD patterns of the unexposed surface and oxidized surface after heat exposure at different temperatures

不同温度热暴露试样表面氧化层微观形貌如图 2a₁~c₁ 所示。700 °C 热暴露 50 h 后, 可见球状氧化物颗粒在氧化层表面密集排布, 整体形貌较为完整, 试样加工后的车削痕迹较为明显。对局部位置进一步放大可见, 氧化层并不完全致密, 可以观察到一些微小的孔洞存在。此时表面氧化层致密性较好, 能起到一定的保护基体、阻止氧元素扩散的作用的作用。当热暴露温度升高到 750 °C 后, 表面氧化层的部分区域开始出现明显的开裂, 氧化层致密程度下降, 同时表面的车削痕迹仍较为明显。热暴露温度进一步升高至 800 °C, 样品表面出现更密集的裂纹, 甚至部分区域氧化层发生剥落。样品表面几乎看不到明显的车削痕迹。由此可见, 随热暴露温度升高, 当热暴露温度超过 700 °C 后, 氧化层开始变得疏松, 开裂和剥落会使得其对基体的保护作用丧失。

对氧化后的试样自表面进行剖切, 对氧化层的截面进行观察, 如图 2a₂~c₂ 所示。随热暴露温度升

高, 其氧化层逐渐增厚, 厚度为 0.8、1.2 和 4.5 μm 左右。对于 750 和 800 °C 热暴露 50 h 后的试样, 由于开裂和剥落导致氧化层致密性下降, 以及温度的升高, 氧元素向基体内扩散加剧, 形成了较深的富氧层, 同时在富氧层析出黑色颗粒状的 α_2 相。自表面向内的 EDS 线扫如图 2a₃~c₃ 所示, 根据氧元素含量的变化进一步确定氧化层和富氧层厚度。同时, 在 750、800 °C 氧化层和基体的界面处发现富氮层的存在, 而在 700 °C 时这种情况并不明显。与 O 元素一样, 大气中的 N 元素同样被认为是导致钛合金和钛铝合金脆化的主要原因^[12]。Dadé 等^[16]认为溶质拖曳效应使得 N 元素在氧化层/基体界面位置富集最终形成富氮层。这层极薄的富氮层可能是由 Ti、Al、Nb 的氮化物组成^[12]。但受限于富氮层尺寸较小, 本研究并未确定其中氮化物组成。此外, 当扫过 Nb 含量较低的粗片层 O 相时, Nb 的线扫曲线明显下降。

图 3 为不同温度热暴露后试样, 自试样表面向基体内的维氏硬度测试结果。由于表面富氧层的存在, 使得靠近表面位置的维氏硬度值最大, 且随着热暴露温度升高逐渐增大, 800 °C 热暴露后达到基体平均硬度值的 1.7 倍左右, 750、700 °C 热暴露后分别为基体平均值的 1.4、1.3 倍。这与图 2 所示, 800 °C 热暴露后氧化层更疏松、富氧层更厚的结果相符。

为了进一步探究热暴露温度对氧化层形貌的影响, 分别对 700 和 800 °C 热暴露后的氧化层形貌进行透射观察, 如图 4 所示。可见 700、800 °C 热暴露后的氧化层形貌明显不同。700 °C 热暴露后各种氧化物颗粒的尺寸明显较小, 氧化物杂乱的混在一起。而 800 °C 热暴露后氧化物明显长大, 对颜色不同的区域进行高分辨观察并进行快速傅里叶变换, 1~3 区域的氧化物分别未进行 α - Al_2O_3 、 TiO_2 、 AlNbO_4 和 Nb_2O_5 的混合。可见温度越高, 氧化物的生长速率也越快。

和富氧层厚度也随之增厚。特别当热暴露温度超过 700 °C 时, 氧化层和富氧层厚度出现明显较大幅度的提高^[14-15]。随着温度升高, 热运动加剧, 使得反应物更容易克服活化能势垒, 氧化速率加快。而氧扩散的速率的加快, 不仅与温度影响, 还与表面氧化层的致密性密切相关。如图 2 中所示, 随热暴露温度升高其表面氧化层的致密性下降, 氧化层上逐渐加剧的开裂为氧元素向内扩散提供了便捷的通道。而氧化层的开裂受到温度、氧化层厚度、氧化物组成及氧化物尺寸等因素的影响。由图 2 和 4 可知, 随着热暴露温度增加, 其氧化层中开始出现 AlNbO_4 , 氧化物组成变得较为复杂, 同时氧化层中氧化物颗粒的尺

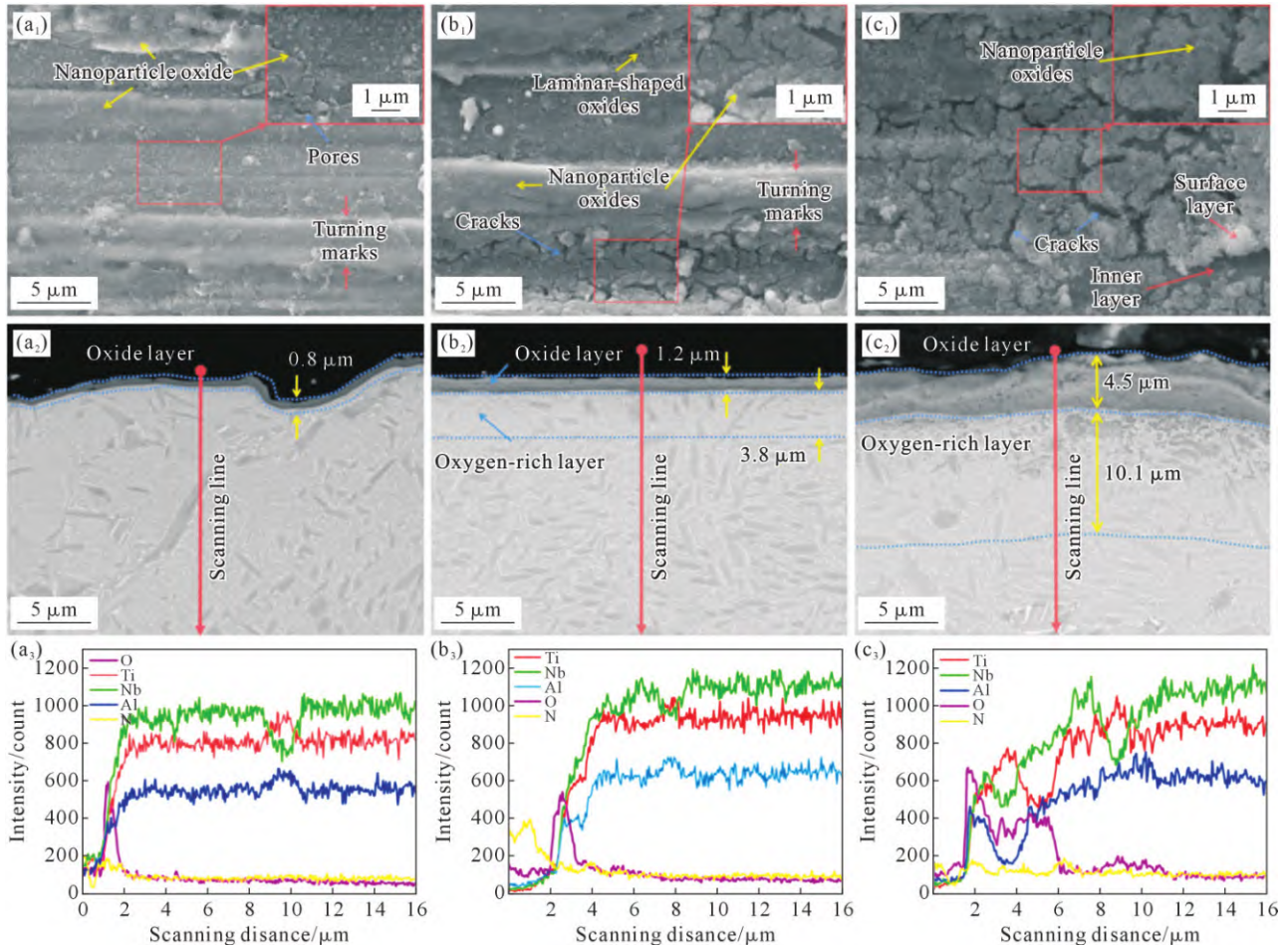


图2 不同温度热暴露后氧化层:(a₁~a₃) 700 °C/50 h 表面,剖面形貌及对应 EDS 线扫;(b₁~b₃) 750 °C/50 h 表面,剖面形貌及对应 EDS 线扫;(c₁~c₃) 800 °C/50 h 表面,剖面形貌及对应 EDS 线扫

Fig.2 Oxide layers after thermal exposure at different temperatures: (a₁~a₃) surface, cross-sectional morphology, and corresponding EDS line scan at 700 °C/50 h; (b₁~b₃) surface, cross-sectional morphology, and corresponding EDS line scan at 750 °C/50 h; (c₁~c₃) surface, cross-sectional morphology, and corresponding EDS line scan at 800 °C/50 h

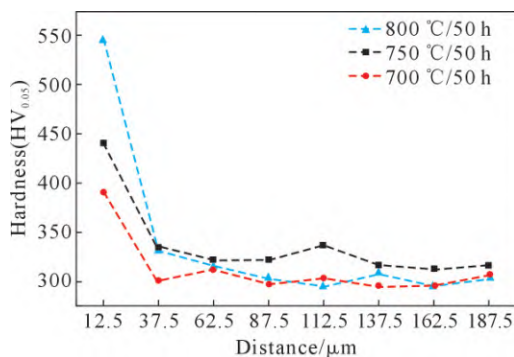


图3 不同温度热暴露试样维氏硬度测试结果

Fig.3 Vickers hardness test results of samples exposed to different temperatures

寸也随之增大,这些不同氧化物生长过程中会产生应力,不同氧化物之间、氧化层与富氮层、金属基体之间热膨胀不匹配同样会产生应力,在这些应力叠加的作用下,氧化层开始出现开裂甚至剥落^[12,33]。对于富氧层区域内出现的微小等轴 α_2 相,则是由于氧元素扩散至基体内氧化生成与 α_2 相具有相对取向

(1-100) α_2 /(1-100) Ti_3O_5 的 Ti_2O_3 颗粒,为 α_2 相提供成核质点,降低 α_2 相的析出能垒,促进 α_2 相析出结果^[34]。富氧层中较高的氧元素含量带来较强的固溶强化效果导致高硬脆性,同时氧元素扩散促进硬脆的 α_2 相析出,二者共同作用形成硬且脆的富氧层^[16]。

2.2 微观组织形貌

Ti-22Al-25Nb 合金原始显微组织及热暴露后的显微组织如图 5 所示。在背散射信号的元素衬度下,根据 Nb 元素含量变化,组织中 B2 相、O 相和 α_2 相分别为白色、灰色和黑色。如图 5a₁ 和 a₂ 所示,未暴露原始组织为典型的双尺寸层状组织。其中 O 相分为微米级的晶界 O 相、粗片层 O 相和纳米级的细片层 O 相,其中还可见部分晶界 O 相、粗片层 O 相内部可见残留有 α_2 相。未暴露原始组织中晶界在大变形后被破碎成项链状,部分晶界位置还可见不连续沉淀形成的胞状区域。已有研究表明,氧元素在 B2 相的扩散速率大于其它两相^[17],缺陷较多的晶界位置也有利于氧元素的扩散。未暴露试样中的原始组

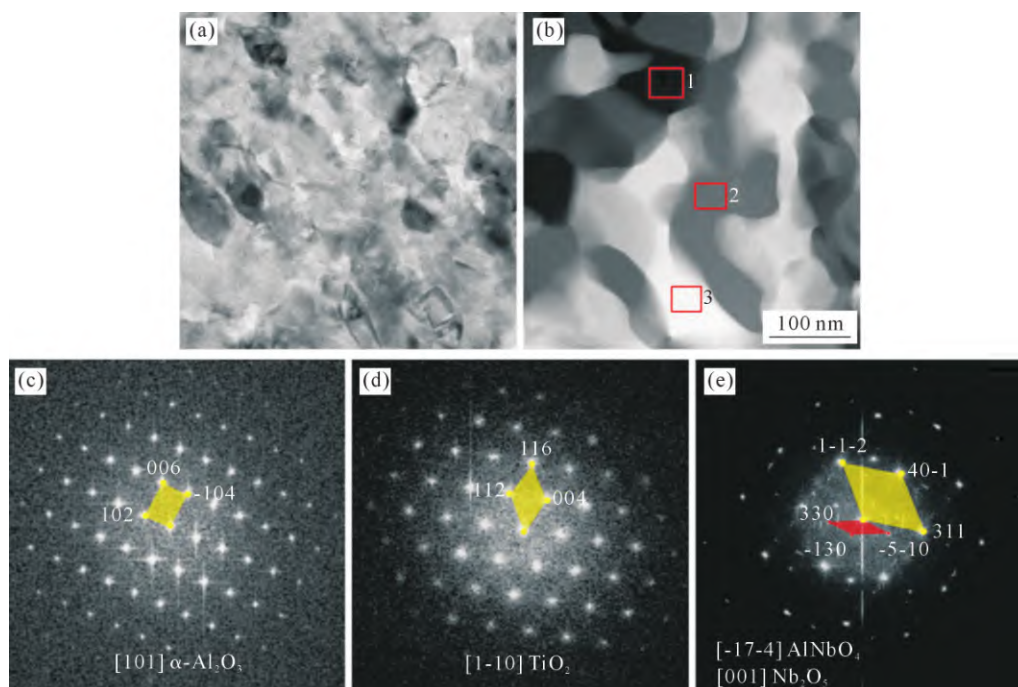


图4 氧化层微观形貌的高角度环形暗场像:(a) 700 °C/50 h;(b) 800 °C/50 h;(c~e) (b) 中1、2、3 位置的快速傅里叶变换
Fig.4 High-angle annular dark field images of the oxide layer microstructure: (a) 700 °C/50 h; (b) 800 °C/50 h; (c~e) fast Fourier transforms of positions 1, 2 and 3 in (b)

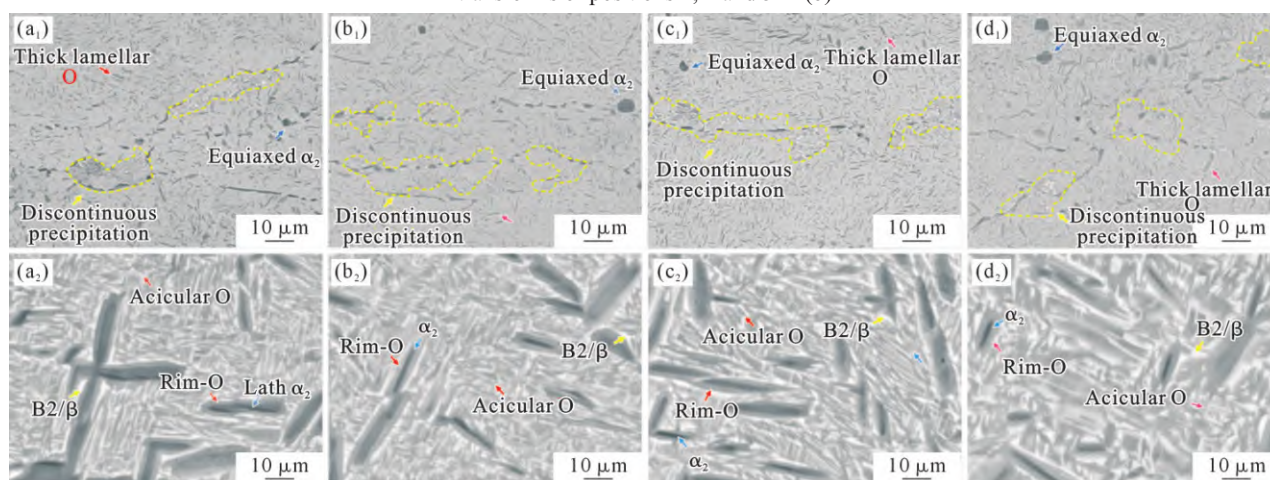


图5 微观组织形貌:(a₁, a₂) 未暴露;(b₁, b₂) 700 °C/50 h;(c₁, c₂) 750 °C/50 h;(d₁, d₂) 800 °C/50 h

Fig.5 Microstructural morphology: (a₁, a₂) unexposed; (b₁, b₂) 700 °C/50 h; (c₁, c₂) 750 °C/50 h; (d₁, d₂) 800 °C/50 h

织,以O相为主,B2相含量较少,且由于片层O相的分割呈不连续状态。因此原始组织对于热暴露氧化的影响较小(图2),氧化层、富氧层边界基本与试样表面平行。700、750 °C热暴露50 h后,整体组织形貌并未发生明显变化如图5b₁,b₂,c₁,c₂。而在800 °C热暴露后,其中细针状O相发生明显的粗化,B2相含量明显增加且更为连续(图5d₁和d₂)。为进一步描述不同温度热暴露对组织形貌的影响和讨论热暴露对其组织性能的影响提供依据。对超过600个对象的粗片层相(包括粗片层O相、由Rim-O相和 α_2 组成的粗片层O相)和细针状O相的尺寸特征进行测量统计。同时采用未暴露及不同温度热暴露后试样上随机位置的十张图片,对其B2相、粗片层及西片层相的含量进行统计分析。

表1为粗片层相、细针状O相及B2相的含量变化情况,括号内数值为平均误差的绝对值。粗板条相含量在热暴露前后变化并不明显,B2相和细针状O相在热暴露后前后呈现出较为明显但不同变化趋势。当热暴露温度低于时效温度(780 °C)其中

表1 未暴露及不同温度热暴露后B2相、粗片层相及细片层O相含量

Tab.1 Contents of the B2 phase, coarse plate phase and fine plate O phase for unexposed samples and samples subjected to different heat exposure temperatures

Exposure conditions	$V_{B2}(\varepsilon)/\%$	$V_C(\varepsilon)/\%$	$V_F(\varepsilon)/\%$
Unexposed	20.78(1.744)	13.21(1.222)	66.01(1.776)
700 °C/50 h	18.52(0.570)	13.44(0.583)	68.03(0.975)
750 °C/50 h	19.54(0.638)	13.59(1.044)	66.87(1.324)
800 °C/50 h	27.62(0.660)	13.31(0.723)	59.07(1.084)

B2/ β 相小幅度下降,细针状 O 相略有升高。当热暴露温度为 800 °C(高于时效温度)时,B2 相含量明显增加,而细片层 O 相含量出现较大幅度下降。

粗片层相和细片层 O 相的尺寸特征统计结果如表 2 所示,括号内为平均误差的绝对值。对于粗片层相,其长度和宽度在 700、750 °C 热暴露后较未暴露略微增加,长宽比则略微下降,宽度增加约 8.06%,长宽比分别下降约 3.97%、3.40%。而在 800 °C 热暴露后,宽度和长宽比的变化幅度更大,宽度增加约 37.10%,长宽比下降约 9.12%。对于细片层 O 相,其尺寸特征同样在 800 °C 热暴露后变化幅度较大,宽度增加约 91.67%,长宽比减小约 25%。综上,在进行不同温度热暴露后组织中粗片层相和细片层 O 相均有粗化的趋势,这种趋势在 800 °C 热暴露后更为明显,同时细针状 O 相的变化程度更大。

表 2 未暴露及不同热暴露温度后粗片层相与细片层 O 相的厚度与长宽比

Tab.2 Thickness and aspect ratio of the coarse plate phase and fine plate O phase for unexposed and heat-exposed samples at different temperatures

Exposure conditions	$W_c(\epsilon)/\mu\text{m}$	$L_c/W_c(\epsilon)$	$W_f(\epsilon)/\mu\text{m}$	$L_f/W_f(\epsilon)$
Unexposed	0.62(0.13)	3.53(0.76)	0.12(0.03)	4.00(0.92)
700 °C/50 h	0.67(0.12)	3.39(0.66)	0.14(0.03)	3.36(0.78)
750 °C/50 h	0.67(0.13)	3.41(0.78)	0.19(0.04)	3.11(0.74)
800 °C/50 h	0.85(0.26)	3.18(0.78)	0.23(0.06)	3.00(0.72)

对于已经过固溶、时效处理后的 Ti-22Al-25Nb 环件试样,对其进行 700、750 及 800 °C 的热暴露,相当于进行时再效处理。从 Miracle 等^[35] 给出的 Ti-22Al-xNb 的垂直截面相图可知,对于 Ti-22Al-25Nb 合金,700~800 °C 温度范围位于其 O+B2 两相区内。根据相平衡原理,随温度降低,发生热力学自发过程: B2 $\rightarrow$ B2+O, 因此其中 O 相体积分数增加,B2 相体积分分数减少,这与本试验中的结果是相吻合的。而且时效温度对细片层 O 相的含量和形态具有明显的影响,时效温度越析出越少,形态越粗大,反之析出数量越多,形态越细^[36-37]。同时随着时效时间的延长,细片层 O 相由杂乱分布演变为网篮状分布,甚至 O 相之间相互连接取代 B2/ β 成为基体相^[38-39]。对其中尺寸较大的粗片层相也是如此,同样出现尺寸增加的情况^[19,40]。进一步的,微观结构的粗化是一个溶质扩散的过程,LSW 理论就是基于扩散的分析方法,但其使用的前提是第二相粒子的体积分分数无限小。但经过修正后 LSW 理论可打破限制,其粗化动力学表达式为:

$$d=Bt^m \quad (1)$$

式中, d 为平均厚度; B 为粗化常数; t 为热处理时

间; m 为粗化系数^[41]。溶质原子的扩散由温度决定,较高的热暴露温度使得溶质原子具有较快的扩散速率,其中 B 的值也随之增大^[42]。因此在相同时间下,热暴露温度越高,其厚度越大。

2.3 拉伸性能

未暴露与不同温度热暴露后试样的室温拉伸试验结果如图 6 所示。未暴露试样的抗拉强度为 1 153 MPa,屈服强度 1 030 MPa,断后伸长率 7.8%,断面收缩率 8%,未暴露试样具有良好的强度和延展性。而 700、750 和 800 °C 热暴露后抗拉强度分别为 1 024、972 和 854 MPa,相较于未暴露试样下降约 11.19%、15.70%和 25.93%,800 °C 热暴露后抗拉强度下降幅度最大。而对于屈服强度 700 和 750 °C 热暴露后分别为 1 015 和 970 MPa,相对于未暴露试样分别下降约 1.45%、5.83%,下降幅度明显较抗拉强度的小。在 800 °C 热暴露发生完全脆性断裂,测不出屈服强度。同时,其断后伸长率和断面收缩率在 700 °C 热暴露后大幅下降,在 800 °C 热暴露后完全消失。可见热暴露后对塑性指标的影响最大,700 °C 热暴露出现较薄氧化层后塑性指标即大幅下降。

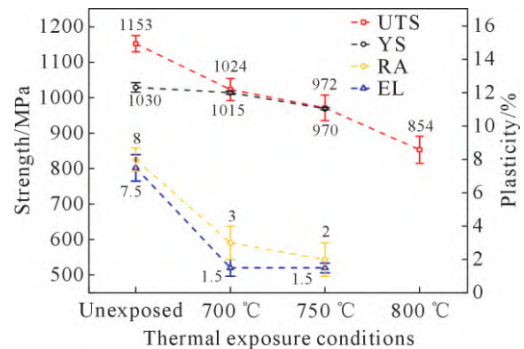


图 6 未暴露与不同温度热暴露试样的室温拉伸性能
Fig.6 Room-temperature tensile properties of unexposed samples and samples exposed to heat at different temperatures

对于热暴露后表面氧化层、富氧层及组织形貌变化与室温拉伸强度的关系如图 7 所示。在 700 °C 热暴露形成表面脆性层后,抗拉强度出现大幅下降,同时随着热暴露温度升高及表面脆性层厚度逐渐增加,抗拉强度也随之下降,在热暴露后抗拉强度与表面脆性层厚度呈线性关系。对于屈服强度并未与抗拉强度一样在热暴露后发生剧烈下降,而是在热暴露后出现幅度较小的下降,显然在表面脆性层较薄的时候,屈服强度受表面氧化层的影响较小。进一步的,屈服强度与细片层 O 相厚度关系如图 7b 所示,屈服强度与 $W_a^{-1/2}$ 呈明显的线性关系,这与 Hall-Petch 关系较为吻合^[30]。但是当表面脆性层增加到一定程度后,会发生完全的脆性断裂,导致屈服完全消失。

进一步探究微观结构对拉伸变形行为的影响,

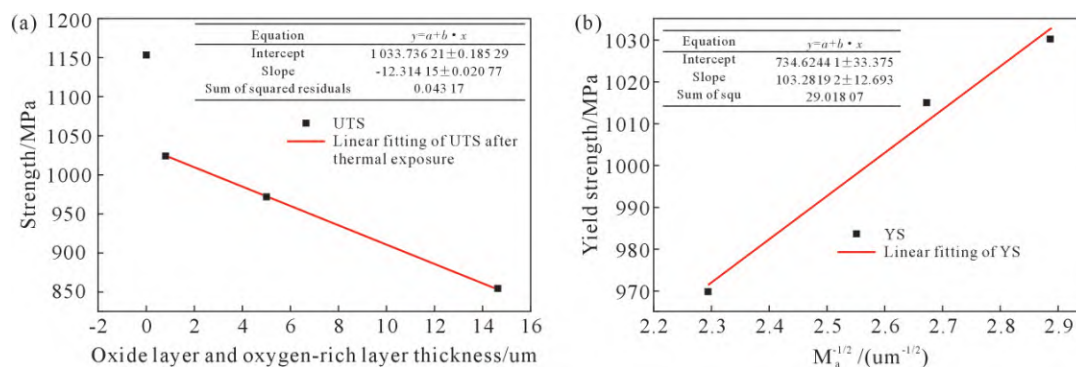


图7 未暴露与热暴露试样室温拉伸强度:(a)强度随表面脆性层变化;(b)屈服强度随细片层O相厚度变化

Fig.7 Room-temperature tensile strength of unexposed and heat-exposed samples: (a) strength variation with the surface brittleness layer; (b) yield strength variation with the thickness of the fine plate O phase

图8给出了未暴露试样与800℃热暴露后试样的高角度环形暗场像,其中B2相中Nb含量较高颜色较亮,O相Nb含量较小颜色较暗。无论是未暴露试样还是800℃热暴露试样,均是B2相中的位错密度较高,且可见明显的弯曲和扭折,而在O相内的位错较少,更细小的片层O相中观察不到位错的出现(图8a)。同时位错在O/B2相界面受到阻碍,甚至在O/B2界面处形成位错网络,如图8b中所示。室温拉伸变形主要发生在B2相内,且起到协调变形的作用,是改善塑性变形的重要因素,而大量析出的层状O相有效减少位错的滑移距离,增加相界面处的应力集中,从而获得更高强度^[43]。热暴露后的表面脆性层对室温拉伸的抗拉强度和断后伸长率、收缩率起到了决定性的作用。而热暴露后的细针状O相粗化,在表面脆性层未达到导致完全脆性断裂的临界厚度前,与屈服强度满足Hall-Petch关系。

2.4 室温拉伸断裂行为

不同温度热暴露后的断口形貌如图9所示。如图9a₁~d₁所示,可见宏观断口较平整,整体垂直于外力加载方向,由断裂起始区、扩展区和剪切唇区组成。断口上可见明显的解理面及河流花样,同时在裂纹扩展区可见较丰富的二次裂纹分别如图中蓝色和黄色箭头。未暴露试样的裂纹起始区位于试样亚表面(图9a₁),呈现为形状较狭长的解理面特征。而热

暴露后试样,裂纹起始区明显位于试样表面,且热暴露后试样断口上解理面尺寸更大、解理面占断口上的比例也明显增加,同时热暴露后在断口边缘处的脆性断裂形成的平整断面宽度也随之增大,如图9b₁~d₁所示。对其断裂起始区放大如图9a₂~d₂所示,平整的解理面和解理台阶特征分别如图中红色及黄色箭头所示。进一步放大可见断口上的撕裂棱和微孔洞,分别如图中红色和黄色箭头所示,且随热暴露温度升高,断裂起始区解理面上的撕裂棱数量明显减少。表明随热暴露温度增加,室温拉伸的脆性断裂程度明显增加。

对未暴露与不同温度热暴露后试样断口进行剖切,观察试样边缘位置断裂起始区的断裂路径如图10所示。未暴露试样及700、750℃热暴露试样在边缘位置还存在剪切唇特征,表明其仍具有一定的塑性。同时,断裂路径在相邻晶粒间发生明显转折,在再结晶晶粒附近断裂路径明显更为曲折,见图10a。而在相邻晶粒间的裂纹扩展,会形成解理台阶和撕裂脊,这能有效阻碍裂纹的扩展^[32]。发生完全脆性断裂的800℃热暴露后试样,边缘位置的剪切唇特征消失。同时热暴露试样的侧边开始出现裂纹,且随着热暴露温度升高,裂纹的深度和密集程度呈增加的趋势。表明试样将更容易在表面产生裂纹并达到临界尺寸,进而导致试样过早断裂、强度和塑性大幅下降。

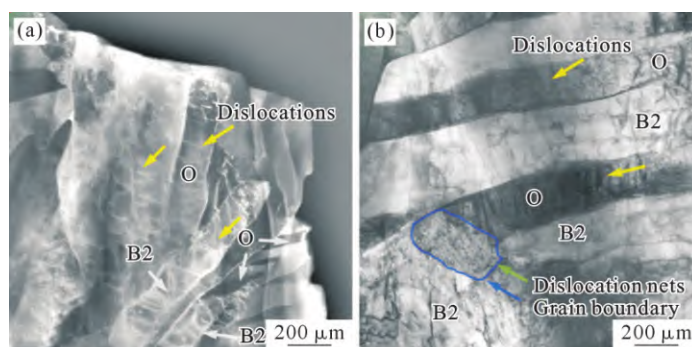


图8 拉伸变形后位错形貌:(a)未暴露;(b)800℃/50h

Fig.8 Dislocation morphology after tensile deformation: (a) unexposed; (b) 800 °C/50 h

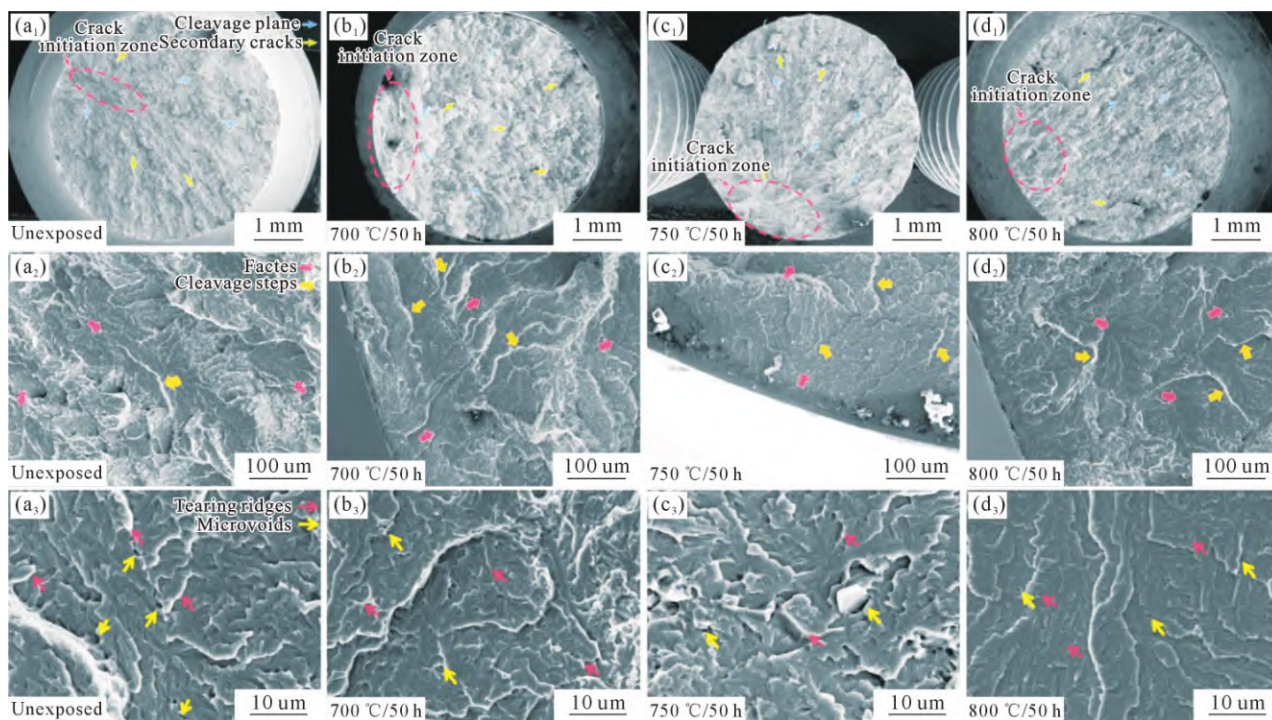


图9 未暴露与不同温度热暴露后宏观及微观断口形貌:(a₁~a₃) 未暴露;(b₁~b₃) 700 °C/50 h;(c₁~c₃) 750 °C/50 h;(d₁~d₃) 800 °C/50 h

Fig.9 Macroscopic and microscopic fracture morphology of unexposed and heat-exposed samples at different temperatures: (a₁~a₃) unexposed; (b₁~b₃) 700 °C/50 h; (c₁~c₃) 750 °C/50 h; (d₁~d₃) 800 °C/50 h

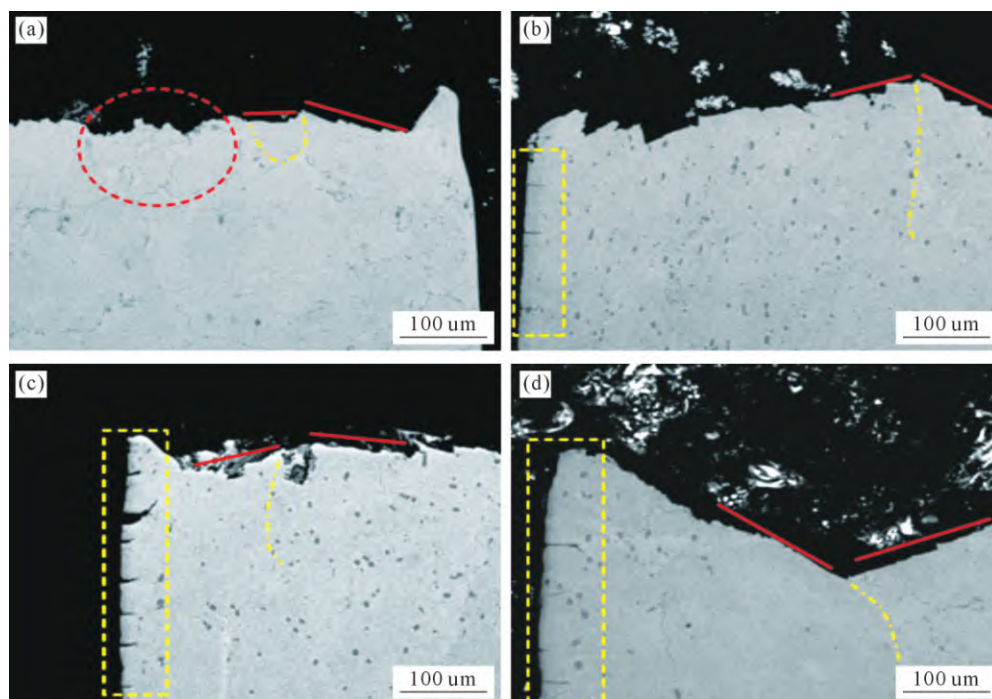


图10 未暴露与不同温度热暴露后纵剖断口形貌:(a) 未暴露;(b) 700 °C/50 h;(c) 750 °C/50 h;(d) 800 °C/50 h

Fig.10 Morphology of the longitudinal cross section after exposure to different temperatures: (a) unexposed; (b) 700 °C/50 h; (c) 750 °C/50 h; (d) 800 °C/50 h

为了分析热暴露前后微观组织变化对裂纹扩展的影响,对未暴露及 800 °C 热暴露后断裂路径附近 B2 晶粒取向进行了观察分析,如图 11 所示。由于裂纹主要为穿晶断裂,因此观察到的断裂路径为解理面与试样表面的交线,而体心立方的解理面一般为 {100} 和 {110},利用基于 EBSD 结果的示踪法可以

确定如图 11 中所示的解理面^[24,29,32]。可见热暴露前后,裂纹仍沿 B2 相的解理面扩展,且裂纹穿过其中层片状 O 相时几乎不发生偏转,而在穿过晶界时偏转明显。其中片层 O 相对裂纹扩展的阻碍作用较不同取向的 B2 晶粒低,热暴露前后的组织变化并影响其裂纹扩展机制。综上可知,热暴露对其断裂的

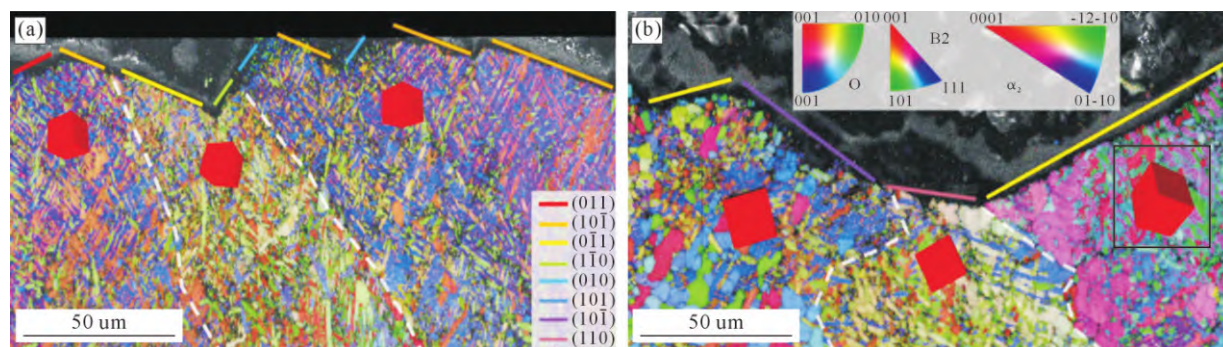


图 11 断裂路径上的晶体取向:(a) 未暴露;(b) 800 °C/50 h

Fig.11 Crystal orientations along the fracture path: (a) unexposed; (b) 800 °C/50 h

影响主要是表面脆性层的出现导致试样的脆性断裂程度增加。在 800 °C 热暴露后虽然组织中 B2 相含量明显增加,但仍发生完全脆性断裂。不同温度热暴露并不改变其断裂机制,裂纹依然沿 B2 相解理面扩展,组织中的片层 O 相对裂纹扩展的阻碍作用明显小于不同取向的 B2 晶粒。

3 结论

(1)氧化速率随热暴露温度升高而升高,氧化层厚度与其中氧化物颗粒尺寸也随之增大。在热应力与生长应力共同作用下氧化层的开裂和剥落现象加剧,致密性逐渐下降。富氧层厚度也随氧扩散速率升高和氧化层致密性的下降而增大,同时氧扩散形成的 Ti_2O_3 为 α_2 的析出提供质点,硬脆的 α_2 相和氧元素固溶共同作用引起近表面的高硬脆性。

(2)在低于时效温度热暴露时,对于相含量变化影响不大,而高于时效温度热暴露后 B2 相含量明显增加。同时在热暴露后其中片层相明显粗化、长宽比也随之下降,其中细片层 O 相的粗化更为明显。

(3)表面脆性层厚度的增加,使得其表面容易产生裂纹并达到临界尺寸,导致试样过早断裂,断后伸长率、断面收缩率随之大幅下降。热暴露前后室温拉伸的断裂机制均是以 B2 相解理为主导的准解理断裂,解理面包括 $\{100\}$ 和 $\{110\}$ 面,热暴露后表面脆性层及组织变化并不影响其断裂机理。

(4)室温拉伸抗拉强度在表面脆性层出现后明显下降,且随表面脆性层厚度增加而下降。在表面脆性层达到临界尺寸、试样发生完全脆性断裂前,屈服强度受表面脆性层影响较小,而与细片层 O 相的厚度符合符合 Hall-Petch 关系。

参考文献:

[1] SHAO B, TANG W, GUO S, ZONG Y Y, SHAN D B, GUO B. Investigation of the O phase in the Ti-22Al-25Nb alloy during deformation at elevated temperatures: Plastic deformation mechanism

and effect on B2 grain boundary embrittlement[J]. Acta Materialia, 2023, 242: 118467.

[2] ZHOU Y H, LI W P, ZHANG L, ZHOU S Y, JIA X, WANG D W, YAN M. Selective laser melting of Ti-22Al-25Nb intermetallic: Significant effects of hatch distance on microstructural features and mechanical properties[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2020, 276: 116398.

[3] 彭文雅,赵春玲,张熹雯,马雄. Ti-22Al-25Nb 合金双尺寸板条组织不同温度拉伸性能研究[J]. 热加工工艺, 2021, 50(14): 22-26.

PENG W Y, ZHAO C L, ZHANG X W, MA X. Study on tensile properties of Ti-22Al-25Nb alloy with bimodal size lamellar phase microstructure at different temperatures[J]. Hot Working Technology, 2021, 50(14): 22-26.

[4] GOGIA A K, NANDY T K, BANERJEE D, CARISEY T, STRUDEL B J L, FRANCHET J M. Microstructure and mechanical properties of orthorhombic alloys in the Ti-Al-Nb system[J]. Intermetallics, 1998, 6(7-8): 741-748.

[5] WU J, GUO R P, XU L, LU Z G, CUI Y Y, YANG R. Effect of hot isostatic pressing loading route on microstructure and mechanical properties of powder metallurgy Ti_2AlNb alloys[J]. Journal of Materials Science & Technology, 2017, 33(2): 172-178.

[6] YANG J L, WANG G F, JIAO X Y, LI Y, LIU Q. High-temperature deformation behavior of the extruded Ti-22Al-25Nb alloy fabricated by powder metallurgy[J]. Materials Characterization, 2018, 137: 170-179.

[7] ZHENG Y P, ZENG W D, LI D, LIANG X B, ZHANG J W, MA X. Effect of orthorhombic case on the creep rupture of Ti-22Al-25Nb (at%) orthorhombic alloy[J]. Materials Science and Engineering: A, 2017(696): 529-535.

[8] ZHENG Y P, ZENG W D, LI D, ZHAO Q Y, LIANG X B, ZHANG J W, MA X. Fracture toughness of the bimodal size lamellar O phase microstructures in Ti-22Al-25Nb(at%) orthorhombic alloy [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2017, 709: 511-518.

[9] ZHOU Y H, LI W P, WANG D W, ZHANG L, OHARA K, SHEN J, EBEL T, YAN M. Selective laser melting enabled additive manufacturing of Ti-22Al-25Nb intermetallic: Excellent combination of strength and ductility, and unique microstructural features associated[J]. Acta Materialia, 2019, 173: 117-129.

[10] LEIN S, REIMER T, STUBICAR K, DEUBLE F, AUWETER-KURTZ M, HERDRICH G, WINTER M. Development of the

- re-entry spectrometer RESPECT for the ESA capsule EXPERT[J]. Acta Astronautica, 2009, 64(4): 416-426.
- [11] DI CLEMENTE M, MARINI M, DI BENEDETTO S, SCHETTINO A, RANUZZI G. Numerical prediction of aerothermodynamic effects on a re-entry vehicle body flap configuration[J]. Acta Astronautica 2019, 65(1-2): 221-239.
- [12] LEYENS C. Environmental effects on orthorhombic alloy Ti-22Al-25Nb in air between 650 and 1 000 °C [J]. Oxidation of Metals, 1999, 52: 475-503.
- [13] RALISON A, DETTNWANGER F, SCHÜTZE M. Oxidation of orthorhombic Ti₂AlNb alloys at 800 °C in air[J]. Materials and Corrosion, 2000, 51(5): 317-328.
- [14] RALISON A, DETTNWANGER F, SCHÜTZE M. Oxidation of orthorhombic Ti₂AlNb alloys in the temperature range 550-1000 °C in air[J]. Materials at High Temperatures, 2003, 20(4): 607-629.
- [15] MAŁECKA J. Investigation of the oxidation behavior of orthorhombic Ti₂AlNb alloy [J]. Journal of Materials Engineering and Performance[J]. 2015, 24(5): 1834-1840.
- [16] DADÉ M, ESIN V A, NAZÉ L, SALLOT P. Short- and long-term oxidation behaviour of an advanced Ti₂AlNb alloy[J]. Corrosion Science, 2019, 148: 379-387.
- [17] XIANG J M, MI G B, QU S J, HUANG X, CHEN Z, FENG A H, SHEN J, CHEN D L. Thermodynamic and microstructural study of Ti₂AlNb oxides at 800 °C[J]. Scientific Reports, 2018, 8: 12761.
- [18] CHENG J W, LI J F, RAO Q L. Time-resolved in-situ XRD study on oxidation evolution of Ti₂AlNb-based alloys[J]. Materials Today Communications, 2023, 36: 106660.
- [19] DARY F C, POLLOCK T M. Effects of high temperature air and vacuum exposures on the room temperature tensile behavior of the (O+B2) titanium aluminide Ti-22Al-23Nb [J]. Materials Science and Engineering: A, 1996, 208(2), 188-202.
- [20] KUMPFERT J, LEYENS C. Microstructure evolution, phase transformations and oxidation of an orthorhombic titanium aluminide alloy [A]. Structural Intermetallics[C]. Warrendale: TMS, 1997. 895-904.
- [21] 项佳敏. TiAlNb 基金属高温氧化机理及力学行为研究[D]. 上海: 同济大学, 2019.
- XIANG J M. High temperature oxidation mechanism and mechanical behavior of Ti₂AlNb-based alloy[D]. Shanghai: Tongji University, 2019.
- [22] 赵晓彬. Ti₂AlNb 合金高温氧化机理及其对力学性能的影响[D]. 秦皇岛: 燕山大学, 2023.
- ZHAO X H. High temperature oxidation mechanism of Ti₂AlNb alloy and its effect on mechanical properties [D]. Qinhuangdao: Yanshan University, 2023.
- [23] LIU S S, CAO J X, ZHOU Y, HOU C R, DAI S L, HUANG X. Microstructure evolution and mechanical properties of a high-strength Ti₂AlNb alloy processed by large-strain two-pass hot extrusion[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2022, 925: 166715.
- [24] ZHENG Y P, ZENG W D, LI D, MA H Y, ZHANG P H, MA X. Quasi cleavage fracture of the bimodal size lamellar O phase microstructure of a Ti₂AlNb based alloy [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2019, 799: 267-278.
- [25] ZHANG P H, ZENG E D, ZHANG F, MA H Y, XU J W, LIANG X B, ZHAO Y Q. Fracture toughness of Ti₂AlNb alloy with different Al content: Intrinsic mechanism, extrinsic mechanism and prediction model[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2023, 952: 170068.
- [26] ZHOU Y H, WANG D W, SONG L J, MUKHTAR A, HUANG D N, YANG C, YAN D. Effect of heat treatments on the microstructure and mechanical properties of Ti₂AlNb intermetallic fabricated by selective laser melting[J]. Materials Science and Engineering: A, 2021, 817: 141352.
- [27] FU Y Q, LYU M Q, ZHAO Q, ZHANG H M, CUI Z S. Investigation on the size and distribution effects of O phase on fracture properties of Ti₂AlNb superalloy by using image-based crystal plasticity modeling [J]. Materials Science and Engineering: A, 2021, 805: 140787.
- [28] ZHANG P H, ZENG W D, ZHENG Y P, XU J W, LIANG X B, ZHAO Y Q. Fracture toughness of Ti-22Al-25Nb alloy at room and high temperatures [J]. Materials Science and Engineering: A, 2020, 796: 140009.
- [29] YANG Z Y, ZHANG H M, JU S L, CUI Z S, YU X B, LIU H W. Mechanisms of the preferential cleavage of Ti₂AlNb-based alloy: The influence of grain size and local plasticity[J]. Materials Science and Engineering: A, 2023, 867: 144741.
- [30] XUE C, ZENG W D, WANG W, LIANG X B, ZHANG J W. The enhanced tensile property by introducing bimodal size distribution of lamellar O for O+B2 Ti₂AlNb based alloy [J]. Materials Science and Engineering: A, 2013, 587: 54-60.
- [31] WANG W, ZENG W D, XUE C, LIANG X B, ZHANG J W. Designed bimodal size lamellar O microstructures in Ti₂AlNb based alloy: Microstructural evolution, tensile and creep properties [J]. Materials Science and Engineering: A, 2014, 618: 288-294.
- [32] ZHANG F, ZENG W D, ZHANG P H, MA H Y, XU J W. Simultaneous enhancements of strength and toughness by multiscale lamellar structure in Ti₂AlNb based intermetallic[J]. Journal of Materials Science & Technology, 2024. 174: 249-261.
- [33] GAUER L, ALPÉRINE S, STEINMETZ P, VASSEL A. Influence of niobium additions on high-temperature oxidation behavior of Ti₃Al alloys and coatings[J]. Oxidation of Metals, 1994, 42: 49-74.
- [34] SHAO B, WAN S X, XU W C, SHAN D B, GUO B, ZONG Y Y. Formation mechanism of an α₂ phase-rich layer on the surface of Ti-22Al-25Nb alloy[J]. Materials Characterization, 2018, 145: 205-209.
- [35] BLENKINSOP P A, EVANS W J, FLOWER H M. Titanium 95 Science and Technology [A]. Proceedings of the Eighth World Conference on Titanium held at the International Convention Centre [C]. Birmingham: The Institute of Materials, 1996. 372.
- [36] 何健. 热加工及热处理对 Ti-22Al-25Nb 合金组织及拉伸性能的影响[D]. 西安: 西北工业大学, 2019.
- HE J. Effect of hot deformation and heat treatment on the microstructures and tensile properties of Ti-22Al-25Nb alloy [D]. Xi'an: Northwestern Polytechnical University, 2019.
- [37] 王学鹏. Ti-22Al-25Nb 合金工艺组织及组织-性能关系模型研究[D]. 太原: 太原科技大学, 2023.
- WANG X P. Study on process - microstructure and microstructure-properties of Ti-22Al-25Nb alloy based on model [D]. Taiyuan: Taiyuan University of Science and Technology, 2023.

- [38] 王邵丽. 固溶时效处理对Ti-22Al-25Nb 合金的组织及性能影响[D]. 西安:西北工业大学, 2009.
WANG S L. Effect of solution and aging treatment on microstructure and properties of Ti-22Al-25Nb alloy[D]. Xi'an: Northwestern Polytechnical University, 2009.
- [39] HUANG Y, LIU Y C, ZHANG Y R, LIANG H Y. Thermal stability and mechanical properties of Ti-22Al-25Nb alloy with different initial microstructures[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2020, 842: 155794.
- [40] 梁晓波, 李世琼, 程云君, 张建伟. Ti-22Al-25Nb 合金的热稳定性[J]. 稀有金属材料与工程, 2005, 34(S3): 100-103.
LIANG X B, LI S Q, CHENG Y J, ZHANG J W. Study on thermal stability of Ti-22Al-25Nb alloy[J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2005, 34(S3): 100-103.
- [41] GREWAL G, IKEM S. Particle coarsening behavior of α - β titanium alloys[J]. Metallurgical Transaction A, 1990, 21: 1645-1654.
- [42] XU J W, ZENG W D, JIA Z Q, SUN X, ZHAO Y X. Coarsening kinetics and morphological evolution in a two-phase titanium alloy during heat treatment[J]. Journal of Materials Engineering and Performance, 2016, 25: 734-743.
- [43] ZHENG Y P, ZENG W D, ZHANG P H, MA H Y, LI D, XU J W, MA X. Anti-correlation between solution strengthening and precipitation strengthening in lamellar α microstructures of a Ti_2AlNb based alloy[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2020, 847: 156470.

(责任编辑: 宫文婧)