1956年创刊　ESCI，EI 收录期刊　CSCD，中文核心期刊　ISSN 1001-4381　CODEN CAGOEW

材料工程

1
2025
JOURNAL OF MATERIALS ENGINEERING
第53卷 | Vol.53

ISSN 1001-4381
9 771001 438253 01>

2020 中国精品科技期刊 OUTSTANDING S&T JOURNALS OF CHINA

中国航发北京航空材料研究院 主办
AECC BEIJING INSTITUTE OF AERONAUTICAL MATERIALS

专刊主编

伏宇，中国航发四川燃气涡轮研究院研究员，博士研究生导师。长期致力于航空发动机总体技术研究与产品研发，带领团队探索并发展了航空发动机自主正向研发创新模式，助推我国航空发动机跨越式发展。

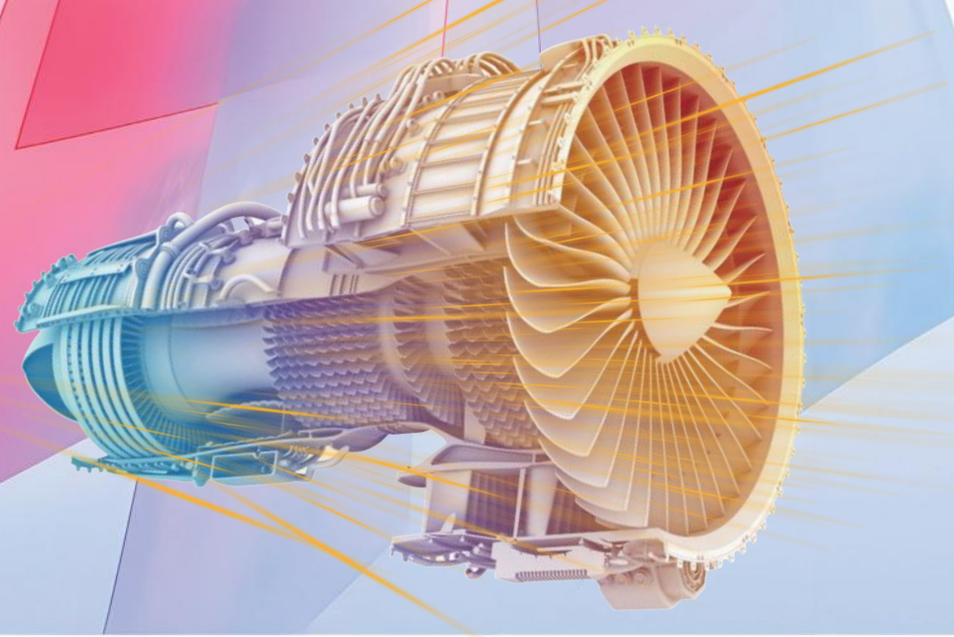
刘巧沐，博士，中国航发四川燃气涡轮研究院研究员。2011年毕业于西北工业大学获材料学博士学位。长期主持参与国家重大科研项目，主要从事先进航空发动机材料与工艺应用研究。

“先进航空发动机材料与工艺”专刊序言

航空发动机是一个知识体系高度集成的高壁垒精密工业产品，汇集了空气动力学、结构、强度、材料、工艺等专业的最高成就，其研发存在技术难度大、风险高、周期长、投入高等特点。“一代材料、工艺，一代发动机”，航空发动机工作环境复杂多变且十分苛刻，对材料、工艺有着特殊严格的要求；在某种程度上，材料、工艺技术可直接决定航空发动机的性能及使用特性。

本期《材料工程》的“先进航空发动机材料与工艺”专刊包括特邀综述论文4篇、研究论文17篇，涵盖了单晶合金、陶瓷基复合材料、红外隐身材料、变形高温合金、增材制造、涂层、耐热铝合金等航空发动机用材料与工艺技术。希望本期专刊能使广大读者更好地了解航空发动机材料与工艺领域相关基础研究、应用研究的研究现状与发展趋势，进一步增强航空发动机材料工艺基础研究、应用研究的交叉融合，引发同行学者的关注和思考，加速相关技术的应用和推广。

最后，对积极倡导、组织、支持本专刊的各位专家、学者以及策划编辑老师表示衷心的感谢，祝愿《材料工程》期刊越办越好！祝愿我国航空发动机材料与工艺技术发展越来越好！



中国航发四川燃气涡轮研究院

伏宇 刘巧沐

材 料 工 程（月刊） CAILIAO GONGCHENG

2025 年第 53 卷第 1 期（总第 500 期）

目 次

先进航空发动机材料与工艺专刊

综 述

超高温热阻涂层研究进展 …… 刘冬瑞，唐 兴，肖 杰，郭 谦，何雯婷，郭洪波（1）
连续纤维增强碳化硅陶瓷基复合材料低成本制备工艺研究进展
…… 商剑钊，吴小飞，曹晔洁，吕云蕾，李精鑫，王 晶，董 宁，刘永胜（15）
Ti_2AlNb合金研究进展及在航空发动机上应用可行性分析
…… 裴会平，刘 冬，姚利盼，邵天敏，刘巧沐，刘亮亮，陈乾明（28）
高温红外隐身材料研究进展 …… 郭锦程，任素娥，陈彦飞（45）

研究论文

第三代单晶高温合金DD9显微组织薄壁效应
…… 杨万鹏，李嘉荣，刘世忠，赵金乾，王效光，杨 亮，王 锐，陈 巧（55）
渗铝涂层对DD6单晶高温合金疲劳性能的影响 …… 董建民，李嘉荣，甄 真，许振华（65）
镍基高温合金GH4065A高温疲劳断裂机制研究 …… 李林翰，张 继，张文云，田 强，秦鹤勇，张北江（72）
连续吸波SiC纤维增强SiOC陶瓷基复合材料的高温吸波性能 …… 施巧英，李静丹，甘念渝，李思维（81）
K439B镍基高温合金不同壁厚平板件铸态组织特征
…… 周德鹏，隋大山，麻晋源，桂大兴，董安平，孙宝德（91）
GH4065A高温合金塑性连接过程中界面组织演变行为
…… 苏力东，孟庆琪，宁永权，黄 烁，张文云，张北江（99）
两种镍基单晶高温合金组织演变和再结晶行为
…… 徐福泽，蔺永诚，马德新，何道广，赵运兴，李 侣，程博文，邓阳丕（110）
固溶温度和时效时间对Inconel 617高温合金微观组织与力学性能的影响
…… 王庆鹏，刘 生，孙明月，贾 震，徐 斌，吴升清，陈轶杰（121）
熔模精铸K4169合金复杂薄壁件缺陷预测与实验研究
…… 王 祥，张 莹，隋大山，陈忠奉，董安平，郭 钊，齐 飞，易出山，桂大兴（131）
航空发动机压气机钛火包容性评价及机理研究 …… 弭光宝，孙若晨，邱越海，董富礼（143）
铜添加对激光熔化沉积TC4钛合金组织及织构的影响 …… 谢 韶，刘 艳，李俊杰，张振林，陈 辉（154）
冷却介质温度对Ti65合金冷却曲线及显微组织的影响
…… 董晓琳，李文渊，谭海兵，刘建荣，刘巧沐，陈玉龙，王 磊，王清江（165）
Ti_2AlNb粉末合金制备及力学性能影响 …… 吴 杰，吴小飞，田 凯，尹一峰，崔潇潇，卢正冠，徐 磊（175）
高强耐热铸造铝合金及其航空发动机复杂壳体铸件的性能研究
…… 茄菊红，谢 峰，冯 超，王平海，余腾飞，杨朝阳，郗洪雷，肖文龙，马朝利（186）
国产Al_2O_{3f}/Al_2O_3复合材料的室温和1000 ℃拉伸性能
…… 张 珂，许 平，张 超，李陈晨，应雯清，邢 宁，李 玫，张程煜（195）
大气等离子喷涂NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo高温耐磨涂层组织和性能
…… 张 昂，郭孟秋，王长亮，张 梅，岳 震，王天颖，聂梓杏，高 燊（202）
二维三轴编织碳纤维复合材料的冲击响应及冲击后压缩行为
…… 孙 洋，黄 建，赵振强，周海丽，李 超，张立泉，张 超（211）

封面图片： 渗铝涂层对DD6单晶高温合金疲劳性能的影响(见董建民等论文，第69页图5)

责任编辑 **寇凤梅**

期刊参数：CN 11—1800/TB＊1956＊m＊A4＊218＊zh＊P＊￥80.00＊6500＊21＊2025-01

JOURNAL OF MATERIALS ENGINEERING (Monthly)

Vol. 53 No. 1 (Sum 500) January 2025

CONTENTS

SPECIAL ISSUE FOR ADVANCED AERO-ENGINE MATERIALS AND MANUFACTURING PROCESSES

REVIEW

Research progress in ultra-high temperature thermal resistance coatings
……LIU Dongrui, TANG Xing, XIAO Jie, GUO Qian, HE Wenting, GUO Hongbo (1)
Research progress in low-cost preparation process of continuous fiber-reinforced silicon carbide ceramic matrix composites…… SHANG Jianzhao, WU Xiaofei, CAO Yejie, LYU Yunlei, LI Jingxin, WANG Jing, DONG Ning, LIU Yongsheng (15)
Research progress of Ti_2AlNb alloy and feasibility analysis of its application in aero engines
……PEI Huiping, LIU Dong, YAO Lipan, SHAO Tianmin, LIU Qiaomu, LIU Liangliang, CHEN Qianming (28)
Research progress in high-temperature infrared stealth materials ……GUO Jincheng, REN Sue, CHEN Yanfei (45)

RESEARCH ARTICLE

Thin-walled effect of microstructure of third-generation single crystal superalloy DD9
……YANG Wanpeng, LI Jiarong, LIU Shizhong, ZHAO Jinqian, WANG Xiaoguang, YANG Liang, WANG Rui, CHEN Qiao (55)
Effect of aluminizing coating on fatigue properties of DD6 single crystal superalloy
……DONG Jianmin, LI Jiarong, ZHEN Zhen, XU Zhenhua (65)
Fatigue fracture mechanism of Ni-base superalloy GH4065A at elevated temperatures
……LI Linhan, ZHANG Ji, ZHANG Wenyun, TIAN Qiang, QIN Heyong, ZHANG Beijiang (72)
High temperature absorption properties of SiOC ceramic matrix composite reinforced by continuous microwave-absorbing SiC fibers ……SHI Qiaoying, LI Jingdan, GAN Nianyu, LI Siwei (81)
As-cast microstructure characteristics of K439B nickel-based superalloy thin-walled castings of different thickness ……ZHOU Depeng, SUI Dashan, MA Jinyuan, GUI Daxing, DONG Anping, SUN Baode (91)
Interfacial microstructure evolution behavior during plastic deformation bonding of GH4065A superalloy
……SU Lidong, MENG Qingqi, NING Yongquan, HUANG Shuo, ZHANG Wenyun, ZHANG Beijiang (99)
Microstructure evolution and recrystallization behavior of two nickel-based single crystal superalloys
……XU Fuze, LIN Yongcheng, MA Dexin, HE Daoguang, ZHAO Yunxing, LI Lyu, CHENG Bowen, DENG Yangpi (110)
Effect of solid solution temperature and aging time on microstructure and mechanical properties of Inconel 617 superalloy
……WANG Qingpeng, LIU Sheng, SUN Mingyue, JIA Zhen, XU Bin, WU Shengqing, CHEN Yijie (121)
Defect prediction and experimental study on investment casting of K4169 superalloy complex thin-walled parts
……WANG Xiang, ZHANG Ying, SUI Dashan, CHEN Zhongfeng, DONG Anping, GUO Zhao, QI Fei, YI Chushan, GUI Daxing (131)
Evaluation and mechanism investigations of titanium-fire inclusiveness in aeroengine compressor
……MI Guangbao, SUN Ruochen, QIU Yuehai, DONG Fuli (143)
Effect of copper addition on microstructure and texture of TC4 titanium alloy manufactured by laser melting deposition ……XIE Shao, LIU Yan, LI Junjie, ZHANG Zhenlin, CHEN Hui (154)
Effect of cooling medium temperature on cooling curve and microstructure of Ti65 alloy
……DONG Xiaolin, LI Wenyuan, TAN Haibing, LIU Jianrong, LIU Qiaomu, CHEN Yulong, WANG Lei, WANG Qingjiang (165)
Preparation and mechanical properties influencing of Ti_2AlNb powder alloy
……WU Jie, WU Xiaofei, TIAN Kai, YIN Yifeng, CUI Xiaoxiao, LU Zhengguan, XU Lei (175)
Performance of high-strength and heat-resistant cast aluminum alloy and its complex shell castings for aircraft engines…… QIE Juhong, XIE Feng, FENG Chao, WANG Pinghai, YU Tengfei, YANG Chaoyang, XI Honglei, XIAO Wenlong, MA Chaoli (186)
Tensile properties of domestic Al_2O_{3f}/Al_2O_3 composite at room temperature and 1000 ℃
……ZHANG Ke, XU Ping, ZHANG Chao, LI Chenchen, YING Wenqing, XING Ning, LI Mei, ZHANG Chengyu (195)
Microstructure and properties of NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo high-temperature wear-resistant coating prepared by APS…… ZHANG Ang, GUO Mengqiu, WANG Changliang, ZHANG Mei, YUE Zhen, WANG Tianying, NIE Zixing, GAO Shen (202)
Impact response and post-impact compression behavior of two-dimensional triaxially braided carbon fiber composites……SUN Yang, HUANG Jian, ZHAO Zhenqiang, ZHOU Haili, LI Chao, ZHANG Liquan, ZHANG Chao (211)

引用格式：刘冬瑞，唐兴，肖杰，等. 超高温热阻涂层研究进展[J]. 材料工程，2025，53(1)：1-14.
LIU Dongrui, TANG Xing, XIAO Jie, et al. Research progress in ultra-high temperature thermal resistance coatings[J]. Journal of Materials Engineering, 2025, 53(1): 1-14.

超高温热阻涂层研究进展

Research progress in ultra-high temperature thermal resistance coatings

刘冬瑞[1]，唐　兴[1]，肖　杰[1]，郭　谦[1]，何雯婷[1,2*]，郭洪波[1,2*]
（1 北京航空航天大学 材料科学与工程学院，北京 100191；2 北京航空航天大学 高温结构材料与涂层技术工信部重点实验室，北京 100191）
LIU Dongrui[1], TANG Xing[1], XIAO Jie[1], GUO Qian[1], HE Wenting[1,2*], GUO Hongbo[1,2*]
(1 School of Materials Science and Engineering, Beihang University, Beijing 100191, China; 2 Key Laboratory of High-temperature Structural Materials & Coatings Technology (Ministry of Industry and Information Technology), Beihang University, Beijing 100191, China)

摘要：随着航空发动机涡轮前进口燃气温度的不断提升，传统的热障涂层难以有效阻隔高温燃气产生的近红外光波段热辐射，热辐射传热可透过涂层直接加热下层金属基体，损害热端部件服役寿命。本文结合作者的实验结果，综述了新型兼顾辐射抑制能力的热障涂层材料设计和结构设计，对比了传统热障涂层的近红外光学特性，深入探讨了目前用来提高涂层抑制辐射传热能力的方法。重点针对传统热障涂层 YSZ 在短波红外波段不能有效阻隔红外辐射热传播的问题，对提高涂层的红外反射率或红外吸收率这两类降低热障涂层红外透过率的基本途径进行了分析，并对提高涂层红外反射率和吸收率的调控手段、影响因素、内在机理及优缺点进行了系统总结。最后指出新型辐射抑制涂层在材料和结构设计以及高性能计算辅助等方面的未来发展趋势和突破方向。

关键词：热障涂层；热阻涂层；辐射抑制；红外吸收；红外反射
doi：10.11868/j.issn.1001-4381.2024.000122
中图分类号：V254.2；TB34　**文献标识码**：A　**文章编号**：1001-4381(2025)01-0001-14

Abstract: As the turbine inlet temperature in aero-engines continues to rise, conventional thermal barrier coatings (TBCs) are becoming increasingly ineffective at blocking thermal radiation in the near-infrared wavelength range generated by high-temperature gases. The heat transfer of heat radiation can penetrate through the coating and directly heat the underlying metal substrate, thereby compromising the service life of hot-end components. In this paper, the authors' experimental results are used to review recent developments in the design of novel TBCs materials and structures that combine thermal insulation with enhanced radiation suppression capabilities. A comparative analysis of the near-infrared optical properties of conventional TBCs is presented. The current methods aimed at improving the ability of coatings to mitigate radiative heat transfer are discussed. Particular attention is given to the issue of conventional YSZ-based inability of TBCs to effectively block infrared radiation in the shortwave infrared region. An analysis is conducted on the two fundamental approaches for reducing the infrared transmittance of TBCs, namely, improving the infrared reflectance or infrared absorptance of coatings. Additionally, a systematic summary of the strategies for tuning the infrared reflectance and absorptance of coatings, including influencing

factors, underlying mechanisms, advantages, and limitations, is provided. Finally, future trends and breakthrough directions in the development of novel radiation-suppressing coatings, particularly in terms of material and structural design as well as the use of high-performance computational tools, are highlighted.

Key words: thermal barrier coating; thermal resistance coating; radiation suppression; infrared absorption; infrared reflectance

近年来,随着我国航空航天技术的飞速发展,航空发动机推重比不断上升,以推重比10为例,其进气口温度超过1700 ℃,这使得红外辐射传热成为影响涡轮发动机叶片使用寿命的主要新问题。根据Stefan-Boltzmann定律,黑体单位面积的辐射功率与其热力学温度的四次方成正比。这表明随着进口温度的升高,总热辐射通量增大,热辐射在热传导中所占的比例也随之增加。热辐射主要集中在1~5 μm的红外短波段,因此,涂层在这一波段的红外辐射特性,包括红外反射率、发射率、透过率以及材料的红外吸收系数和散射系数,成为评估涂层或材料辐射抑制能量的关键指标。然而,传统的热障涂层(thermal barrier coatings,TBCs)在1~5 μm波段对辐射呈现半透明的特性,因此,亟须研发兼顾低热导和抑制辐射传热性能的新型热阻涂层。而当前服役的红外辐射抑制涂层主要应用于中低温下的服役条件,并且主要针对红外隐身探测窗口3~5 μm和8~14 μm波段,对于超高温下辐射能量集中的0.5~4.5 μm波段的辐射抑制涂层的研究主要停留于理论和实验,国内外对于超高温辐射抑制涂层的服役情况鲜有报道。本文综述了超高温红外辐射抑制透过涂层的研究进展,重点阐述提高涂层反射率和涂层吸收/发射率这两种方法,并从材料设计和结构设计角度分别介绍两种方法的机理、设计方式与研究现状,为未来高推重比航空发动机中高效隔热陶瓷涂层的设计提供思路和指导。

1 热障涂层辐射性能进展

1.1 YSZ涂层的红外辐射特性

随着发动机涡轮前进口燃气温度的不断升高(>1300 ℃),超过40%的热量通过波长为1~4 μm的近红外光以辐射的形式传导[1-2]。随着温度的升高,这一能量比例会进一步增加,因此,阻止辐射传热的能力对热障涂层在更高温度的应用尤其重要。然而,传统的热障涂层氧化钇稳定氧化锆(yttria-stabilized zirconia,YSZ)材料在红外短波段呈现半透明的性质,其截止波长在8 μm附近。NASA格林研究中心Spuckler等[3]测试了大气等离子喷涂(air plasma spraying,APS)的不同厚度YSZ涂层在室温下的红外反射率、透过率曲线,如图1(a),(b)所示。研究发现:APS YSZ涂层在1~4 μm短波段具有高反射、高透过、低吸收的特性,且其红外辐射特性表现出明显的厚度依赖性,尤其以透过率最为明显,即使涂层厚度增加到200 μm以上,涂层在1~4 μm区域的短波红外辐射的平均透过率仍高于20%,这说明传统YSZ材料在短波红外区间具有半透明性质,不能有效阻隔辐射热的传递。另外,YSZ涂层在大于8 μm波段区域透过率快速下降,吸收/发射率快速上升,大于8 μm波段区域其发射率接近于1。由于长波红外光(>7 μm)光子的能量接近于材料中晶格振动(声子振动)的特征频率范围。YSZ中的强极性键(如Zr—O键等)使晶格振动能够与长波红外光发生强烈的耦合,增强对辐射的吸收,导致这类极性氧化物的长波发射率通常接近于1[4]。

1.2 涂层结构对YSZ涂层红外特性的影响

电子束物理气相沉积(electron beam-physical vapor deposition,EB-PVD)技术作为另一种常见的热障涂层制备方法,其制备的柱状涂层和APS技术制备的层状涂层结构不同,EB-PVD涂层的红外辐射特性及其与APS涂层的对比如图1(c),(d)所示[5],EB-PVD柱状结构涂层在红外短波段同样具有高透过、低吸收的特点;但相比于同样厚度的层状APS涂层,EB-PVD柱状涂层在波长小于8 μm的短波区域吸收率更低、透过率更高,因此,高温燃气辐射的能量更易透过EB-PVD柱状结构涂层,导致其隔热性能下降。进一步的研究显示,EB-PVD制备的YSZ涂层经过高温烧结处理后,羽毛状结构遭到破坏,条形孔隙转变为独立的圆形孔洞,涂层对辐射的散射能力下降,从而导致涂层对辐射的阻隔能力进一步减弱,透过率升高。

1.3 温度对YSZ涂层红外特性的影响

NASA格林中心Spuckler等研究了温度对YSZ涂层红外辐射特性的影响[6],发现在相同厚度下,随测试温度从215 ℃升高到1360 ℃,YSZ涂层反射率和透过率的降低幅度均较小。可见,YSZ涂层的红外辐射特性受温度影响较小。为进一步分析这种现象的原因,研究者们利用改进的Kubelka-Munk四热流模型[7-9]计算了涂层在不同温度下的散射系数和吸收系

数，结果发现，拟合得到的散射系数与温度几乎没有相关性，而涂层对红外辐射的吸收系数随温度升高而增大。这是由于在APS涂层中，涂层的反射率主要由涂层内部对红外辐射的散射系数决定，而散射主要发生在孔隙中具有低折射率的空气和YSZ材料之间。由于测试时间很短，因此决定散射系数的孔隙率和孔隙分布几乎没有受到影响，由此可知，测试温度对反射率的影响不大。决定涂层吸收系数的主要因素之一是声子参与的吸收，而声子的振动强度会随温度提高而增强。由于声子能量较低，集中于低频率的长波段区域，因此，在1～6 μm短波段吸收系数非常低，在＞6 μm的长波段吸收系数才逐渐增大。声子吸收的特点解释了YSZ涂层吸收系数随温度变化的趋势。综合考虑涂层的散射、吸收特性随温度的变化，当温度升高时，涂层对红外辐射的反射几乎不变，吸收略有增强，导致涂层的透过率随温度升高呈现略微降低的现象。

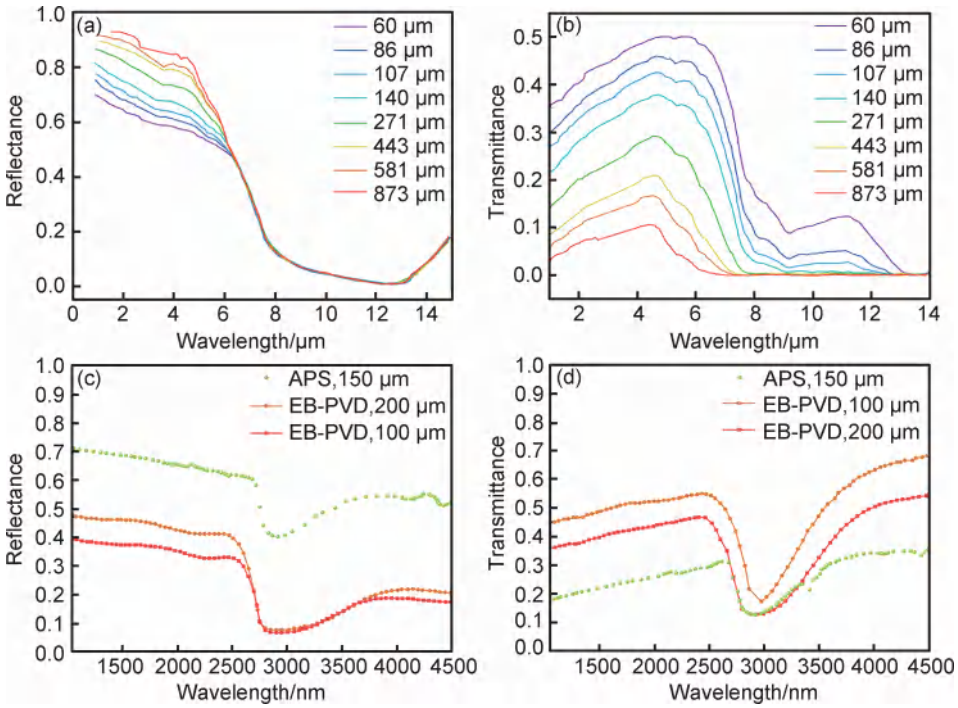


图1　商用YSZ热障涂层的红外特性

(a)APS制备不同厚度YSZ涂层的常温反射率[3]；(b)APS制备不同厚度YSZ涂层的常温透过率[3]；(c)EB-PVD与APS制备YSZ涂层常温反射率对比[5]；(d)EB-PVD与APS制备YSZ涂层常温透过率对比[5]

Fig. 1　Infrared properties of commercial YSZ TBCs

(a)reflectance of YSZ coatings with different thicknesses prepared by APS at room temperature[3]; (b)transmittance of YSZ coatings with different thicknesses prepared by APS at room temperature[3]; (c)comparison of reflectance of YSZ coatings prepared by EB-PVD and APS at room temperature[5]; (d)comparison of transmittance of YSZ coatings prepared by EB-PVD and APS at room temperature[5]

1.4　厚度对YSZ涂层红外特性的影响

除红外透过率、反射率外，红外发射/吸收率也是评估涂层抑制辐射透过能力的重要特性。为探究基体对YSZ涂层红外特性随涂层厚度变化规律。本研究团队在高发射率基底表面利用APS制备了一组厚度分别为10，30，50，100，150，200，300，500 μm的YSZ涂层，并利用黑体加热源对高发射率基体进行加热，分别测定了300 ℃中温和1000 ℃高温下涂层表面的发射率，具体的测量设备和测试原理在文献[10]中详细描述，测试结果如图2所示。图中红色和蓝色分别标注了3～5 μm和8～14 μm两个大气红外窗口，插图显示为代表曲线在3～5 μm和8～14 μm整体性质的积分发射率。当YSZ厚度很薄(10 μm)时，基体的红外辐射信号能轻易穿过涂层而被接收器捕捉，导致所测试涂层发射率与基体自身发射率相当。而随着厚度的增加，能够穿过涂层的基底红外辐射信号减弱，涂层发射率测试结果逐渐趋近于YSZ块体的发射率。这一现象在3～6 μm短波段更加明显，这是由两个因素造成的：一是涂层本身的发射率在大于6 μm波段较高，与高发射率基底一致导致变化不明显；二是YSZ涂层在1～6 μm的散射系数较高，来自基底的短波辐射更容易被散射，穿透涂层能力差，受厚度影响更大。

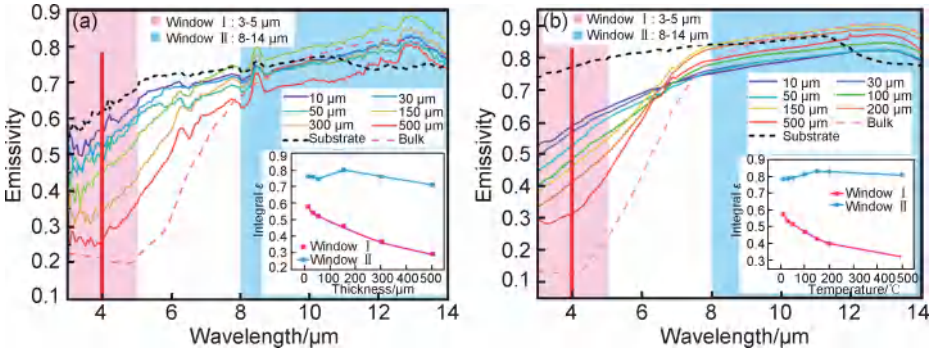


图 2 APS 所制备不同厚度 YSZ 涂层在不同温度下的 3～14 μm 红外发射率

(a)300 ℃;(b)1000 ℃

Fig. 2 Infrared emissivity in 3-14 μm of YSZ coatings with different thicknesses prepared by APS at different temperatures

(a)300 ℃;(b)1000 ℃

为了系统定量地研究 YSZ 涂层厚度对红外特性的影响。根据式(1)～(3)对图 2 发射率结果中 YSZ 涂层本身发射率和基底透过率的数值进行分离:

$$I_{\text{Total}} = I_{\text{YSZ}} + TI_{\text{Matrix}} \tag{1}$$

$$E_{\text{Measured}} = \frac{I_{\text{Total}}}{I_{\text{B}}} \tag{2}$$

$$E_{\text{YSZ}} = \frac{I_{\text{Total}}}{I_{\text{B}}} \qquad E_{\text{Matrix}} = \frac{I_{\text{Matrix}}}{I_{\text{B}}} \tag{3}$$

式中:I_{Total} 为测试系统接收的总辐射信号;I_{YSZ} 和 I_{Matrix} 分别为 YSZ 块体和基体分别发出的辐射信号实际值;T 为 YSZ 涂层的红外透射率;E_{Measured} 为基体和 YSZ 涂层样品的发射率测试值;E_{YSZ} 和 E_{Matrix} 分别为 YSZ 块体和基体的发射率本征值;I_{B} 为对应温度下黑体辐射的信号值。通过将式(1)～(3)联立求解,可得

$$T = \frac{E_{\text{Measured}} - E_{\text{YSZ}}}{E_{\text{Matrix}}} \tag{4}$$

利用式(4)对图 2 中 300 ℃和 1000 ℃的基体与 YSZ 涂层样品 4 μm 波长处对应的发射率测试值进行计算,可以得到不同厚度 YSZ 涂层对 4 μm 红外辐射的透过率,如图 3(a),(b)中粉色数据点所示。选择 4 μm 波长进行量化分析主要有两个原因:一是 4 μm 处没有空气中水和二氧化碳引起的吸收峰;二是由于基体是高发射率材料,表面涂层是低发射率材料,涂层越厚,高发射率基体发射的红外信号越不容易透过涂层被探测到,因此,通过测试发射率的变化可以间接评价透过率。在 4 μm 的短波处,由于发射率变化明显,通过计算获得的不同厚度涂层的透过率更容易被区分,可以减小计算误差。

图 3 中同时给出了上海交通大学和 NASA 测试的不同温度下 APS 所制备 YSZ 涂层各厚度下的红外透过率[3,6,11]。为了进一步定量地研究 APS 所制备 YSZ 涂层红外透过率随涂层厚度的变化关系,利用式(5)对图 3 中的数据点进行拟合:

$$1 - T = \ln_d^{\delta} + \varepsilon \tag{5}$$

式中:T 为 YSZ 涂层的红外透射率;d 为涂层厚度;δ 被定义为对数厚度对红外辐射的阻透倍率系数,其物理意义表示涂层增加单位厚度对红外透过率降低的速度,数学上该系数控制着图 3 中深蓝色拟合曲线的斜率;ε 为修正系数。图 3 中还给出了所有拟合曲线的匹配程度 R^2,其值均大于 0.96,表明数据拟合效果较好。由拟合结果可知,APS 所制备 YSZ 涂层的红外透过率随厚度增加呈现出非线性减小的趋势。当涂层厚度较小时,增加涂层厚度可以快速有效地抑制红外辐射的透过;然而,当涂层厚度较大时,增加涂层厚度对红外辐射的抑制作用不再显著。为了方便定量分析和对比,定义涂层红外透过率为 20% 时对应的厚度为有效阻透厚度 D_{c},计算结果显示,虽然不同的测试条件导致 D_{c} 有所不同,但是所有的 D_{c} 都大于 300 μm。此厚度以下的 YSZ 涂层在近红外波段是半透明的,难以有效阻隔红外辐射的透过。

1.5 新型热障涂层材料的红外辐射特性

随着航空发动机进口燃气温度的提升,第一代热障涂层材料 YSZ 已难以满足日益增长的服役需求,近年来,一些具有较低热导率的新型材料,如稀土烧绿石和钙钛矿材料,受到了广泛关注。美国路易斯安那州立大学和 NASA 合作[12]利用 APS 制备了 $Gd_2Zr_2O_7$(GZ)涂层、YSZ 涂层和 YSZ+GZ(50∶50,质量比)混合粉末喷涂的涂层,涂层厚度均为 300 μm 左右,同时测试了涂层对应的红外反射率、透过率和发射率。GZ 与 YSZ 相比,其红外辐射特性曲线形状和 YSZ 非常相似,这可能是由于 GZ 的烧绿石结构与 YSZ 的萤石结构具有高度相似性,但同时又有微小区别:GZ 的反射率

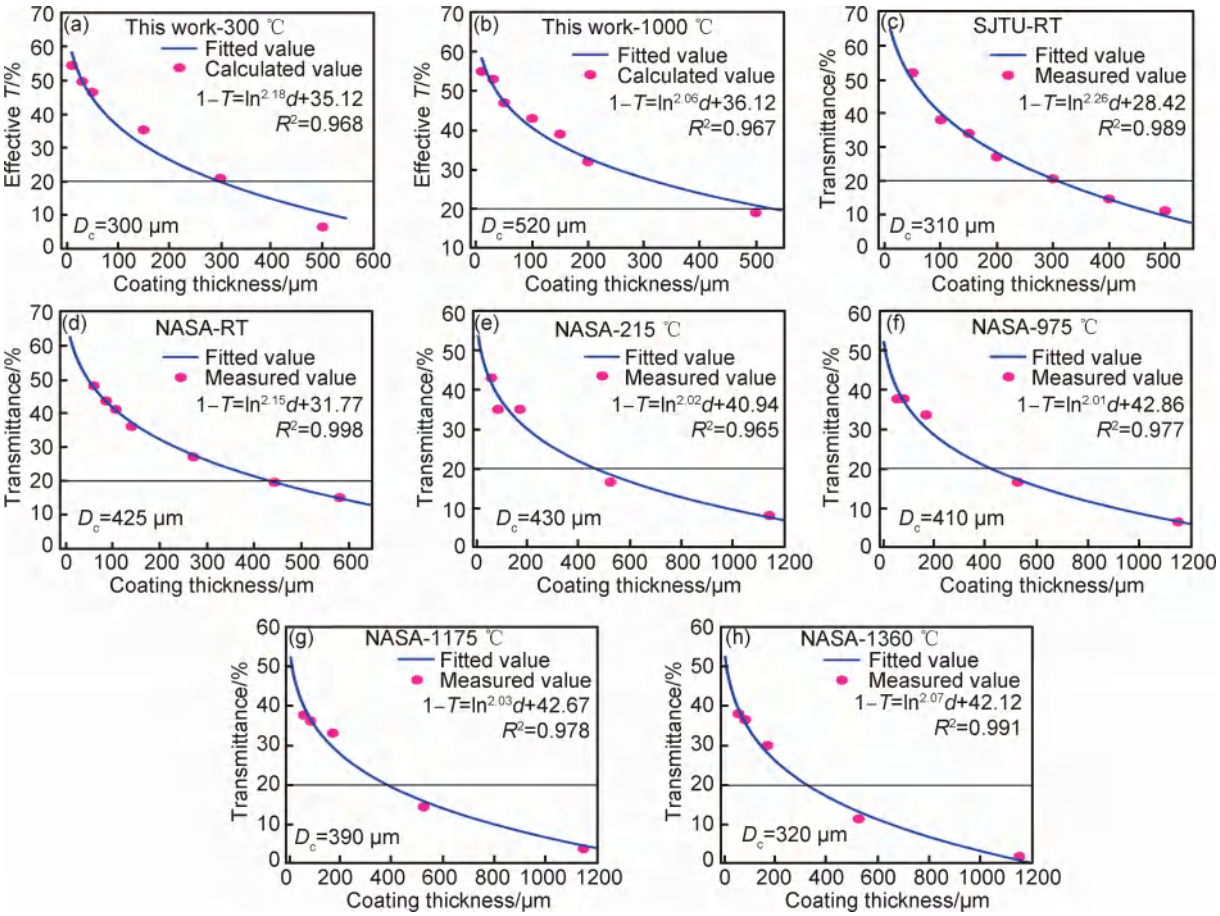


图 3　4 μm红外透过率随APS YSZ涂层厚度变化及其拟合曲线

(a),(b)本工作求解出的中高温红外透过率及其拟合结果;(c)上海交通大学测试的室温红外透过率及其拟合结果[11];(d)～(h)NASA测试的不同温度下红外透过率及其拟合结果[3,6]

Fig. 3　Infrared transmittance at 4 μm as a function of APS YSZ coating thickness and its corresponding fitting curves

(a),(b)calculated infrared transmittance at medium and high temperatures and corresponding fitting results from this work; (c)infrared transmittance at room temperature tested by Shanghai Jiao Tong University and corresponding fitting results[11]; (d)-(h)infrared transmittance at different temperatures tested by NASA and corresponding fitting results[3,6]

偏低、透过率偏高,这些特性更不利于阻隔红外辐射。

钙钛矿材料以其高熔点、低热导的特性被视为新一代热障涂层的潜在候选材料。另外,由于其独特的半导体能带结构,钙钛矿的带隙更容易被调控,这有利于增加红外辐射短波吸收,从而有效阻隔红外辐射。Wang等测试了APS所制备$SrZrO_3$涂层在不同厚度下的反射率、透过率和发射率[13]。相比于YSZ或GZ材料,$SrZrO_3$涂层展现出更宽频段的红外高反射,相同厚度下$SrZrO_3$涂层透过率也略有降低。然而,$SrZrO_3$涂层的固相传输热导率却远高于YSZ或GZ涂层。他们也探究了APS所制备$BaZrO_3$涂层的红外辐射特性[14],结果显示其红外透过率低于YSZ但高于$SrZrO_3$涂层。

1.6　改善涂层辐射抑制特性的常见策略

总而言之,目前一些常用的热障涂层材料已不能满足有效阻隔红外辐射传热的需求,因此,需要通过调控涂层的结构或成分来有效降低涂层的红外透过率。图4(a)所示为涡轮叶片表面热障涂层以及内层金属基底内部热流传输的示意图,为方便理解,图中简化了热生长氧化物(thermally grown oxide,TGO)层以及金属黏结层。热障涂层在服役环境中需要阻隔辐射传热和固体传热两种热流。其中光子主导的辐射热流来自外界的超高温燃气,温度通常高于1500 ℃,为了抑制辐射传热,需要通过降低涂层的红外透过率来实现。而声子主导的固体传热来自和TBCs接触的冷却气膜的对流换热,冷却气膜温度通常比外界高温燃气低200～300 ℃,为了抑制固体传热,需要通过降低材料的热导率来实现。因此,下一代热阻涂层应兼顾低红外透过率和低热导率。

根据基尔霍夫定律,在外部燃气辐射近似为黑体辐射源且热平衡状态下,涂层的发射率等于吸收率。由于涂层的红外透过率T+红外反射率R+红外发射

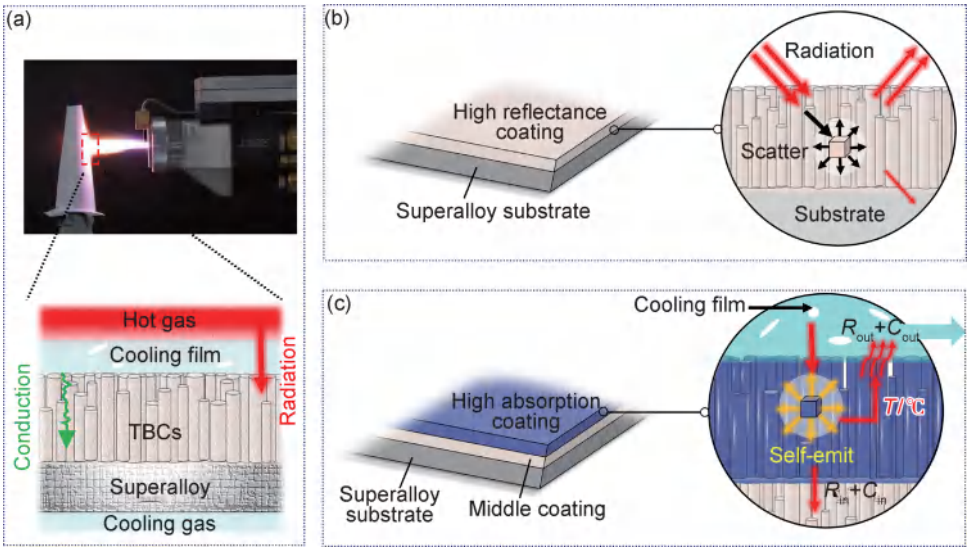


图 4 涡轮叶片表面在服役环境下的热流传输示意图(a)及高红外反射涂层(b)和高红外吸收涂层(c)入射辐射热流示意图

Fig. 4 Schematic diagrams of heat flow transfer on surface of turbine blades in service environment(a) and incident radiation heat flow of high infrared reflectance coatings(b) and high infrared absorption coatings(c)

(吸收)率 $E=1$,按照辐射从涂层表面向内部传输的顺序,目前降低涂层红外辐射透过率 T 的策略可分为提高涂层反射率 R 和提高涂层吸收/发射率 E 两大类,以下将围绕这两种策略的机理和研究进展依次进行详细介绍。

2 高红外反射涂层结构设计

如图 4(b)所示,当高温燃气中的热量以红外辐射形式向涂层传播时,首先会在涂层-空气表面发生反射,一部分能量被反射回高温燃气而无法进入涂层。进入涂层的红外辐射会遇到各种缺陷如层界面、孔洞、裂纹、第二相界面等,由于在这些缺陷位置处存在涂层材料-空气或基体材料-第二相间折射率的差别,散射将发生在这些界面处,并经由表面将辐射能量返回高温燃气。因此,涂层的反射包含两部分,即表面反射和容积反射。增加表面反射可以通过降低涂层表面粗糙度[15]和选择与空气折射率相差较大的材料来实现。增加容积反射可以通过增加涂层厚度和涂层内部散射系数来实现。然而,由于服役条件通常难以保证涂层表面一直保持光滑平整,且筛选高折射率材料作为涂层表层材料受到诸多因素限制,如硬度、热膨胀系数、热导率等,通过增加表面反射来增加涂层反射率在工程实现上面临很多困难,因此,大量研究集中于通过调控涂层内部界面来增加容积散射。

2.1 多层/晶面/相界面

根据光学薄膜理论、光的干涉理论和菲涅耳方程,通过设计多层由高折射率和低折射率交替的周期性薄层材料交替形成的薄膜结构,其厚度设定为特定波长的 1/4,且最上层和最下层为高折射率层时,由于入射波和反射波之间会发生干涉,导致入射方向光强度被抵消而减弱,反射方向光强度增强,从而实现大幅度增加整体膜层体系的反射率。1/4 波长厚度的多层增反膜原理如图 5(a)所示,其中分析了增反膜的入射光和反射光发生干涉后的结果,并给出了光束 1,2,3 的相位示意图。如左图所示,当一束相位相同的入射光 1,3 从空气射向高折射率薄层(黑色)时,根据 1/4 波长理论,经过高折射率层和低折射率层(黄色)界面处反射的光束 2 的相位与入射光 1,3 相差 1/2,因此,反射光束 2 和入射光束 1,3 叠加时干涉相消,大幅度减弱了入射光强度。而右图展示了当一束入射光 1 从空气射向高折射率薄层时,一部分进入薄层并在高折射率层和低折射率层(黄色)的界面处反射,根据 1/4 波长理论,反射光束 3 到达空气-高折射率界面时相位与初始相位 1 相差 1/2 波长。而入射光束 1 的另一部分在空气-高折射率层界面处反射得到反射光束 2,由于光线从光疏介质向光密介质入射并在界面发生反射时存在半波损失,因此,反射光束 2 的相位与初始相位也相差 1/2,和反射光 3 相位一致,因此,光束 2,3 经过干涉后增强。综合分析图 5(a)中展示的入射方向和反射方向的干涉光,宏观表现为多层薄膜体系增强了反射率,物理本质为通过光的相位干涉,将入射方向光的能量转移叠加到反射方向的光束上。

为了系统地研究增反膜厚度设计、材料折射率对整个体系反射率的影响,并为增反膜的实验制备提供定量的理论指导,本工作采用有限元方法设计了具有

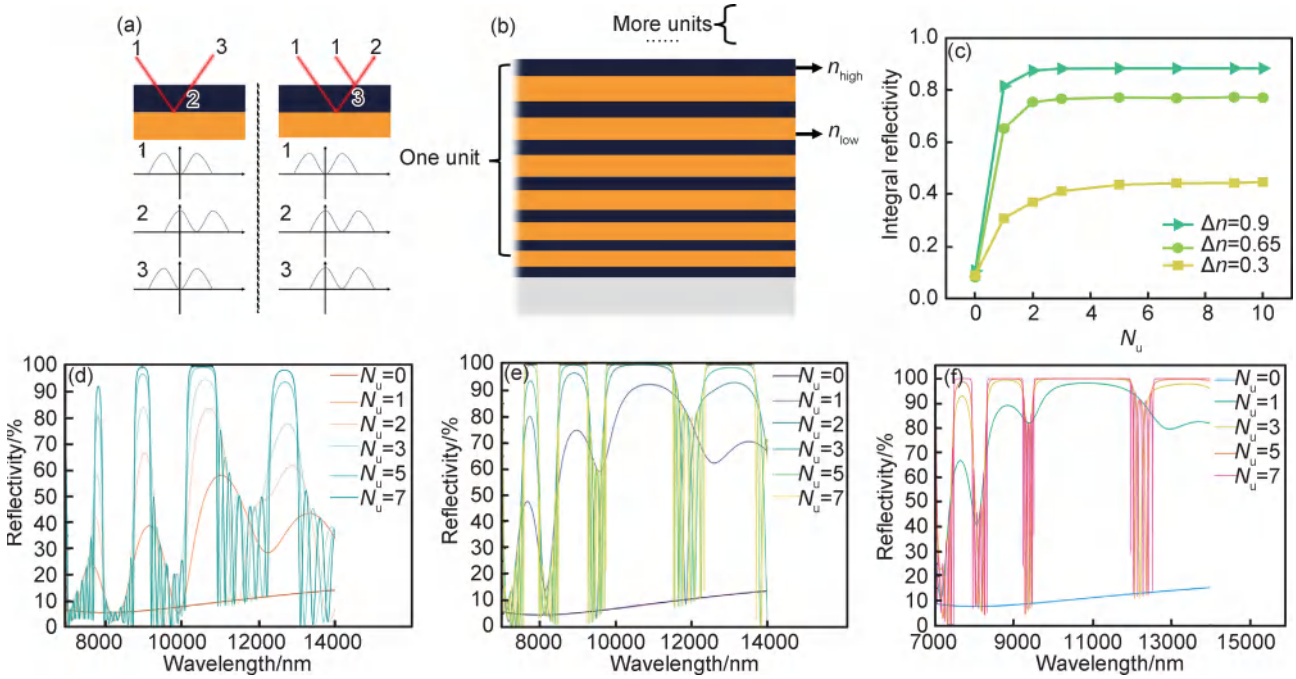


图 5　多层增反膜的原理和构造示意图及不同折射率设定下对 7～14 μm 波段反射率的有限元模拟结果

(a)增反膜体系削弱入射光和增强反射光的原理示意图;(b)红外增反涂层示意图;(c)不同折射率差时 7～14 μm 波段积分反射率随重复单元数的变化;(d),(e),(f)高、低折射率层的折射率差为 0.3,0.65,0.9 时 7～14 μm 反射率随重复单元数的变化

Fig. 5　Schematic diagrams illustrating the principle and structure of the multilayer anti-reflection coating, along with finite element simulation results of reflectance in the 7-14 μm wavelength range under different refractive index settings

(a)schematic diagram of reflection-enhanced film system for reducing incident light and enhancing reflected light; (b)schematic diagram of infrared reflectance enhanced coating; (c)integral reflectance of 7-14 μm with different numbers of repeating units and different refractive index; (d), (e), (f)reflectance of 7-14 μm with different numbers of repeating units when the refractive index difference of high and low refractive index layers is 0.3, 0.65 and 0.9

不同厚度、不同重复周期数和不同材料折射率(n)的增反膜体系,计算其反射率和 7～14 μm 的积分反射率,图 5(b)所示为增反膜体系示意图,最底层是折射率为 3 的基体,紧挨着基体的深色层代表高折射率层,再往上进入周期性重复单元,每 12 层为一个单元。根据上文所知,传统的热障涂层材料如 YSZ 等对 7～14 μm 的红外辐射反射率极低,因此,主要针对提升 7～14 μm 的红外反射率进行设计。高折射率层和低折射率层的厚度设计遵循式(6)和式(7):

$$d_h = \frac{\lambda}{n_{high}} \tag{6}$$

$$d_l = \frac{\lambda}{n_{low}} \tag{7}$$

式中:d_h和d_l分别为高折射率层和低折射率层的厚度;λ为优化反射率对应的波长;n_{high}和n_{low}分别为高折射率层和低折射率层的折射率。周期性重复单元内各层的厚度及针对优化的波长列于表 1 中。每个周期性重复单元包含 12 层厚度不同、折射率交替变化的薄层,分别针对 8,9,10,11,12,13 μm 波段的红外反射率进行优化。为了对比高低折射率之间的折射率差(Δn)对反射率的影响,本工作设计了 3 组不同的高、低折射率数值的体系,如表 2 所示。

表 1　增反膜的一个周期性重复单元内各层厚度设计

Table 1　Thickness design of each layer within a periodic repeating unit of the anti-reflection film

Layer number	Thickness/μm	Target wavelength/μm	n
0	0.93		n_{high}
1	1.33	8	n_{low}
2	0.93	8	n_{high}
3	1.50	9	n_{low}
4	1.05	9	n_{high}
5	1.67	10	n_{low}
6	1.16	10	n_{high}
7	1.83	11	n_{low}
8	1.28	11	n_{high}
9	2.00	12	n_{low}
10	1.39	12	n_{high}
11	2.17	13	n_{low}
12	1.51	13	n_{high}

Note: The 0 layer does not belong to the periodic structure, but is in contact with the substrate, while the 1st to 12th layers are periodic structures.

表2 3组高、低折射率材料的折射率值

Table 2 Refractive index values of three different groups for high and low refractive index materials

Group	n_{high}	n_{low}	Δn
1	2.20	1.9	0.3
2	2.15	1.5	0.65
3	2.30	1.4	0.9

图5(c)展示了7～14 μm积分反射率随折射率差和周期重复单元数而变化。当不存在高、低折射率相互交叠的增反结构时,积分反射率接近于0。随着周期性重复单元增加,体系的积分反射率迅速增大并趋于稳定,5个周期性重复单元后积分反射率接近最大值。高、低折射率层之间的折射率差对反射率上限具有重要影响,折射率差越大,体系增强反射率的效果越好。图5(d),(e),(f)分别展示了折射率差为0.3,0.65,0.9时,7～14 μm反射率随周期性重复单元数量的变化。可见,利用1/4波长理论针对性地优化涂层厚度后,对应波长的红外反射率大幅度增强,当周期性重复单元数超过3个以后,被优化的波长处的红外反射率接近100%。因此,增加交替涂层的层数及交叠涂层间的折射率差,可以有效增加涂层的反射率。

上述有限元实验是基于垂直入射的准直光束的计算结果,涂层厚度也是根据理想情况设定。在实际应用中,入射辐射角度存在各个方向;受限于涂层制备工艺,涂层厚度也很难控制得非常理想,因此,实际制备的增反膜反射率曲线与模拟结果会有一定出入。因此,以下将详细介绍一些利用增反膜原理设计的涂层的实验结果。

NASA格林研究中心和宾夕法尼亚州立大学的研究人员[16]探究了在涂层内部增加晶界对红外辐射性能的影响。他们发现利用EB-PVD技术制备YSZ涂层时,刚开始生长的柱状晶晶粒细小,晶界密度高;但后续生长的柱状晶变得更加粗大,晶界密度下降。因此,他们通过"进出法"中断连续沉积控制每层柱状晶都是细小晶粒的初始结晶态,增加了涂层中的晶界密度,在涂层厚度相同的前提下,层数越多,每层晶粒越细碎,晶界密度越高。结果发现,涂层厚度均控制在200 μm左右时,提高晶界密度可有效提升反射率,"进出法"工艺制备的包含40个分层的涂层在波长1 μm处的红外反射率从50%增加到80%。然而,增加晶界的方式虽然提高了红外反射率,但过多的晶界会严重损害涂层寿命。

通过进一步改进工艺("快门法")[16-17],在EB-PVD制备涂层过程中,利用遮挡物阻隔气相沉积物,但基体不降温,减缓晶格畸变的程度,从而避免大量晶界的生成。"快门法"制备的涂层仍然保持柱状晶结构,仅发生晶面织构的变化,从而保证了涂层的热循环寿命,与此同时也有效提高了涂层的红外反射率,在涂层厚度约为120 μm时,波长1 μm处的红外反射率从35%提升到48%。

除了在单一结构涂层内部增加晶界晶面以外,NASA的研究人员[17]还选择和YSZ折射率相差较大的Al_2O_3材料,利用EB-PVD技术制备YSZ-Al_2O_3交替涂层。在层间界面处,由于折射率较大的差异会造成强烈的层间散射,从而大幅度提高了反射率。另外,根据斯涅尔定律,具有一定厚度d的涂层会对波长为半层厚度的奇数整数倍的($\lambda=nd/2$,$n=1,2,3\cdots\cdots$)辐射带来消减作用;因此,理论上一组厚度连续变化的涂层可以完全抵消短波段红外辐射的透过。他们设计了一组厚度连续变化的涂层:靠近基底的涂层每层很薄(每层约100 nm),随涂层向外生长每层厚度逐渐增加(最外层每层约750 nm)。软件模拟结果显示:当涂层的总厚度达到110 μm时,这组涂层能够在1～5 μm的红外波段实现100%的红外反射率。然而,由于实验中不易控制厚度,为了对比控制单层厚度变化是否如计算预测的那样对反射率有效,研究者们制备了两组涂层:"固定组"为400 nm YSZ层和100 nm Al_2O_3层交叠,总厚度控制在130 μm左右;"变化组"为YSZ层厚度400 nm固定不变,Al_2O_3层从75 nm逐渐增加至100 nm,总厚度也控制在130 μm左右;最终的测试结果显示,在涂层厚度相似的情况下,利用不同折射率材料构建交叠层状结构引入的层界面,确实有效提高了涂层的红外反射率。另外,Al_2O_3层厚度变化的设计("变化组"),相比于固定涂层厚度("固定组"),可以有效实现在更宽波段范围内更高的平均反射率。清华大学[18]报道了在$La_2Zr_2O_7$中引入第二相$LaPO_4$构筑棋盘状分布的共晶结构,晶粒的界面可以有效反射红外辐射从而降低红外辐射透过率,热导率最终测试结果显示,共晶结构的热导率曲线随温度变化并未呈现上扬的趋势,这表明在高温条件下,热导率的辐射部分得到了有效抑制。

2.2 调控孔隙率/微裂纹

表3[17,19-24]中列出了多种涂层材料近红外波段的折射率,由于空气的近红外折射率和YSZ的差距较大,因此,通过控制工艺从而调整涂层内部的结构、孔隙率、裂纹密度等来控制空气-涂层材料的界面密度是有效增加涂层容积反射的重要途径。

德国于利希研究所的工作人员[25]利用放电等离

表 3　一些常用热障涂层及添加相的短波红外折射率

Table 3　Refractive index of some common TBCs and additive phases in near-infrared band

Material	n	Material	n
Air	1.00	YSZ[19]	2.15
ZrO_2[17]	2.10	$Gd_2Zr_2O_7$[20]	2.20
SiO_2[17]	1.95	$La_2Zr_2O_7$[21]	1.99
Al_2O_3[17]	1.60	$CoFe_2O_4$[22]	2.20
CeO_2[17]	2.35	$MgAl_2O_4$[23]	1.77
Y_2O_3[17]	1.82	$CaTiO_3$[24]	2.46
HfO_2[17]	1.98	$GdMnO_3$[20]	2.08

子烧结(spark plasma sintering,SPS)技术制备了孔隙率远高于APS的YSZ涂层,并且通过调控工艺,利用APS和SPS技术制备了6种具有不同孔隙率的涂层,厚度均在330～370 μm之间。红外反射率测试结果显示出与孔隙率具有较好的正相关性。通过调整孔隙率,在相同厚度下可以有效降低短波红外透过率。佛罗里达理工大学的研究人员通过改变APS工艺和粉体粒径,制备了具有不同孔隙率的涂层,涂层厚度为460～490 μm,同样发现了红外反射率和孔隙率之间的相关性。德国汉堡大学的研究者[26]利用电喷涂的方法制备了球状粉体堆叠结构的涂层,由于独特的球形颗粒堆叠方式,固相球形颗粒之间的接触面积较小,从而获得了高达50%的超高孔隙率。在1400 ℃辐射能量集中的1～6 μm波段内,厚度仅为100 μm的涂层短波红外反射率高达84%,远高于相同厚度的APS层状结构涂层。表4[3,5,11,25-28]总结了一系列不同工艺制备YSZ涂层的红外测试结果。图6[3,25,27-31]中成分为YSZ涂层数据的详细参数以及参考文献见表4。此外,图6中还总结了固相SiO_2球[29]、SiO_2@TiO_2[27]、$La_2Zr_2O_7$多孔球[30]、中空SiO_2微球[31]的反射率与孔隙率的对应关系。可以看到,涂层反射率随着内部孔隙率的增加而升高的清晰趋势。由此可见,通过控制工艺从而调控涂层孔隙率是提高红外反射率的重要途径。

表 4　不同YSZ涂层的红外辐射性能

Table 4　Infrared radiation properties of different YSZ coatings

Preparation process	Thickness/μm	Porosity/%	Reflectance/%	Transmittance/%	Wavelength/μm
SPS-c[25]	370	40	93	2	0.3-2.5
SPS-b[25]	330	29	92	3.5	0.3-2.5
SPS-a[25]	370	23	92	3.5	0.3-2.5
APS-b[25]	350	20	89	7	0.3-2.5
APS-a[25]	390	12	83	12	0.3-2.5
APS-c[25]	390	9	75	18	0.3-2.5
EBPVD-a[27]	280	15	68		2-6
EBPVD-b[5]	100	12.5	22		1-6
APS-d[11]	100	15	56		1-6
APS-e[3]	107	11	69		1-6
PhG[26]	100	50	84		1-6
APS-f[28]	495	23	97	8	1.3-2.5
APS-g[28]	461	14.5	94	9	1.3-2.5
APS-h[28]	479	6	81	10	1.3-2.5

Note:PhG-photonic glass

关于涂层中的孔隙对红外反射、透过的影响,上海交通大学的王博翔团队做了大量系统的研究[32-33]。他们利用加州大学开发的QSGS软件包[34]在YSZ涂层内部生成了具有不同大小、形状和分布角度以及孔隙率的孔洞,并利用时域有限差分(finite-difference time-domain,FDTD)方法[35-36]模拟计算这些多孔YSZ涂层的红外辐射性能。对于椭圆形孔洞,其长轴与水平方向夹角定义为取向角。孔隙率的增加可以同时提高反射率和吸收系数。然而,孔隙的大小和形状分布主要通过改变散射系数来影响对辐射的反射率,但对涂层的吸收能力影响不大。在相同的孔隙率下,狭长的孔洞(裂纹)更有利于提高涂层对红外辐射(尤其是短波辐射)的散射、反射能力。当孔隙率一定时,小孔隙可以带来高孔隙密度和更多界面,从而提高散射能力;这些结果在理论上证实了涂层的反射率确实能够随着孔隙率的增加而得到提升。另外,横向孔洞/裂纹对红外辐射的散射能力远高于垂直孔洞/裂纹。这解释了为什么在相同厚度的条件下,APS涂层的反射率要远高于EB-PVD涂层。原因在于APS涂层中的界面、孔隙、裂纹等主要沿水平方向分布,而

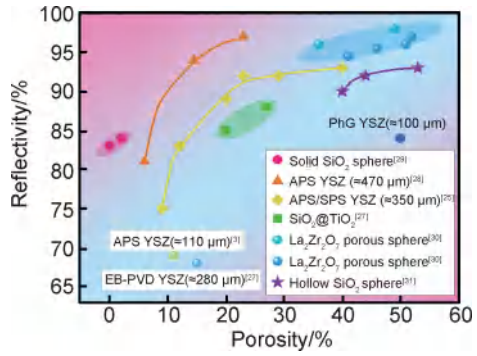


图 6 涂层/材料的红外反射率随孔隙率的变化分布[3,25,27-31]

Fig. 6 Variation of infrared reflectance of coatings/materials with porosity[3,25,27-31]

EB-PVD涂层的柱间缝隙则主要沿垂直方向分布。

3 高红外吸收材料开发

虽然增加反射可以有效减少射入涂层的红外辐射能量，但为了增加反射，需要在涂层内部引入晶界、夹层、孔隙或裂纹等“缺陷”，而大量缺陷的引入会导致涂层的力学性能下降、服役寿命减少，因此，研究人员提出了另一种阻隔红外热辐射的途径——提高涂层红外辐射的吸收能力。根据基尔霍夫定律，热平衡条件下吸收率等于发射率，提高涂层的红外吸收能力等同于提高涂层的红外发射能力。

对于红外热辐射呈半透明的热障涂层，辐射能量可以透过涂层加热金属基体(图4(a))。如果涂层对红外辐射呈高吸收/发射，那么热辐射将被涂层吸收，转化为涂层温度的升高(图4(c))，避免直接加热基体。由于热障涂层表面的冷却气膜可以快速带走涂层热量，及时降低涂层温度；涂层低热导率也可以有效减少向内固相传导的能量；另外，高发射率涂层至少将1/2以上的能量向外界辐射实现进一步散热。因此，涂层内部温度不会因为吸收辐射而过热，可见高吸收率涂层的本质是将外界辐射热量通过涂层进行能量转换使得能量被冷却气膜带走。综合以上热量传输的过程可得，相比于半透明涂层，高吸收/发射涂层可以有效阻隔高温燃气的红外辐射能量，避免金属基体直接受到红外热辐射，提高涂层在超高温环境中的隔热能力。

3.1 离子掺杂

稀土离子的4f电子层由于被外层的5s，5p电子壳层所屏蔽，所以它们受到外界电磁场和晶体配位场的影响相对较小，其离子的能级光谱展现出近似原子的状态；另外，由于稀土离子拥有丰富的4f-4f电子壳层内的能级跃迁，光学吸收潜力巨大。因此，许多研究聚焦于如何通过稀土离子的掺杂来提高材料的近红外吸收/发射率。

哈尔滨工业大学[37]利用EB-PVD在镍基高温合金基体上制备了不同摩尔比La^{3+}掺杂的CeO_2涂层，并测试了涂层在600，800 ℃和1000 ℃下的2.5～25 μm波段红外发射率。随着La^{3+}掺杂量的增加，涂层红外发射率提高。其机理为：(1)对于短波波段，由于La^{3+}与Ce^{4+}价态不同，掺杂La^{3+}导致自由载流子空穴浓度增加；另外，La^{3+}为CeO_2带来新的能级，综合来说增强了自由载流子的跃迁吸收。(2)对于长波波段，由于La^{3+}比Ce^{4+}离子半径大，掺杂导致晶格畸变，引入新的振动能级，提高了声子振动吸收。武汉理工大学[38]利用APS在镍基高温合金表面制备不同Pr^{3+}离子掺杂含量的HfO_2涂层。10%(质量分数)的Pr^{3+}掺杂量可以将纯HfO_2涂层1～4 μm平均发射率从0.65提升至0.87。其提升红外发射率的机理为：(1)由于Pr^{3+}与Hf^{4+}价态不同，Pr^{3+}的掺杂在体系内引入更多氧空位，增加了载流子浓度；且氧空位产生的能级位于HfO_2禁带中间，通过增强载流子跃迁吸收提高了短波发射率；(2)Pr^{3+}的能级光谱图显示其存在对应于短波光子能量的4f-4f电子层内跃迁，也增强了短波吸收；(3)掺杂的Pr^{3+}与Hf^{4+}离子半径不同，降低了晶格对称性；且新增氧空位导致畸变，带来更多的偶极子极化和振动模式，这使得晶格振动(声子)吸收增强，造成长波的吸收增加。

南开大学[39]利用溶胶-凝胶自燃法制备了掺杂不同Ce^{3+}含量的钴铁氧体$CoFe_{2-x}Ce_xO_4$(x=0，0.01，0.05，0.1，0.15)粉末，并发现掺杂含量为5%(质量分数)时近红外发射率最高。类似地，北京科技大学[40]通过向APS制备的ZrB_2/SiC涂层中掺杂Sm_2O_3从而一定程度地提高了涂层的发射率。这些工作机理和前文介绍的比较相似，总的来说，首先都是利用稀土元素丰富的本征能级吸收提高短波发射率；此外，还利用稀土元素带来的氧空位和晶格畸变[41]，提高材料的长波段声子振动吸收。

除稀土元素掺杂外，还可以通过掺杂过渡族金属离子提高材料的近红外波段发射率。哈尔滨工业大学[42]研究发现利用Ti^{4+}部分取代$Sm_2Zr_2O_7$中的Zr^{4+}，可以进一步提高材料的红外发射率。这是由于过渡族金属可以带来更丰富的d-d带内跃迁吸收，另外，掺杂带来的晶格缺陷也可以增强红外吸收。类似地，武汉理工大学[43]利用APS制备了掺杂Ti^{4+}或Mg^{2+}的GZ涂层，掺杂量控制在0.1%(原子分数，下同)，0.2%，0.3%。红外测试结果表明，过渡族离子掺杂小幅度提升了GZ的短波红外发射率。通过第一性原

理计算发现，掺杂后体系的带隙减小，有利于提高自由电子跃迁吸收。掺杂带来的晶格畸变也可以增加声子振动吸收。然而，掺杂后的GZ涂层热循环寿命降低，固相热导率提高。武汉理工大学[44]采用双离子共掺杂的方式，利用(Ca，Fe)或(Sr，Mn)离子同时替换$La_2Ce_2O_7$中的A，B位点，并利用APS制备得到$La_{2-x}Ca_xCe_{2-x}Fe_xO_{7+\delta}$和$La_{2-x}Sr_xCe_{2-x}Mn_xO_{7+\delta}$($x$=0.1，0.2，0.3，0.4)涂层样品，分别记为LCCF和LCSM。红外发射测试结果表明，共掺杂的方式可以显著提高短波高温红外发射率至0.85以上。这主要是由于掺杂的过渡族金属d轨道在原来的禁带中间引入了新的能级，而且带有不同价态离子的掺杂引入了空穴，增加了载流子的浓度，综合加强了短波段3 μm以内的载流子跃迁吸收。然而，掺杂也导致红外反射率的大幅度下降以及涂层热循环寿命的显著降低。

此外，还可以采用稀土与过渡族金属共掺杂的方式提高涂层的红外发射率，例如$NiCr_2O_4$尖晶石中同时掺杂Mn和Re(Re=Ce，Pr，Tb)离子可将1000 ℃近红外发射率最高提升至0.91[45]；在$CoZn_2O_4$尖晶石中同时掺杂Ni和Re(Re=Sm，Gd，Eu)离子，可将发射率提高至0.94[46]，提升发射率的机理与上述研究相同。

掺杂稀土/过渡族离子是有效提升材料近红外发射率的方法之一，然而上述研究表明，掺杂有时会带来热循环寿命降低、固相热导率升高、红外反射率下降等问题，因此，采用掺杂离子策略时，应兼顾掺杂离子的种类和含量对其他性能的影响。

3.2　引入高吸收第二相

除掺杂稀土/过渡族离子的策略外，引入第二相材料也是有效提升发射率的一种方式。二者区别在于掺杂离子进入被掺杂材料的晶格形成单一的相，而第二相材料则与基体材料形成共晶结构。选择高吸收的第二相材料可以直接提高整体的红外吸收率。同时，共晶结构形成的界面还可以散射红外辐射，增强涂层的红外反射率。

清华大学[20]报道了在GZ块体材料中掺杂钙钛矿结构$GdMnO_3$形成共晶结构。$GdMnO_3$相的颗粒体积明显更小，以“内嵌”的形式存在于GZ基体材料中间。800 ℃测量结果显示，仅需5%(质量分数)的掺杂量就可以有效提升GZ在1～6 μm波段的红外吸收性能。对其提高红外发射率的机理主要包括以下两方面：一是根据米氏散射理论[47]，吸收率与散射中心(即晶粒、颗粒)尺寸成反比，因此，第二相小颗粒可以有效提高短波红外吸收。二是提出“小极化子”模型，钙钛矿独特的能带结构导致其氧空位，克服阻力移动时吸收的光子能量恰好对应于红外短波段光子能量，从而增强短波段红外辐射的吸收。通过高温电导率测试也间接证明了“小极化子”模型的合理性。虽然掺杂导致红外反射率一定程度的下降，但是热导率测试表明掺杂有效抑制了高温下的红外辐射传热。

$NiCr_2O_4$作为一种具有高温稳定性的尖晶石铁氧体，拥有较高的红外发射率(>0.85)，是一种优异的第二相候选材料。北京科技大学[48]利用热烧结工艺制备了$Sm_2Zr_2O_7/NiCr_2O_4$块体，内蒙古科技大学[49]采用固相法合成了$La_2(Ce_{0.3}Zr_{0.7})_2O_7$-$n$$NiCr_2O_4$，研究发现材料的红外吸收率随$NiCr_2O_4$质量分数增加而提升，热导率曲线表明，$NiCr_2O_4$的加入有效抑制了高温辐射部分的热流。然而过高的$NiCr_2O_4$掺杂量会导致固相热导率的增加。武汉科技大学[50]制备了厚度120～150 μm的Fe-Mn-Co-Ni混合尖晶石涂层。800 ℃的测试结果表明，混合尖晶石涂层在红外短波区域具有稳定的高红外发射率。

除前文介绍的改性烧绿石/萤石结构、钙钛矿结构、尖晶石铁氧体外，稀土铝酸盐由于复杂的结构和低对称性而具有丰富的电偶极子，在高红外吸收/发射上有着很大的潜力。哈尔滨工业大学[51]报道了两种APS制备的稀土铝酸盐$LaMAl_{11}O_{19}$(M=Mg，Fe)涂层的红外发射性能，其中$LaFeAl_{11}O_{19}$涂层的短波平均发射率大于0.7，且涂层表现出优异的抗热震性能。

中国科学院金属研究所[52]报道了一种萤石结构的中熵陶瓷$(Me,Ti)_{0.1}(Zr,Hf,Ce)_{0.9}O_2$(Me=Y，Ta)，$(Ta,Ti)_{0.1}(Zr,Hf,Ce)_{0.9}O_2$块体具有较高的近红外发射/吸收率。这得益于多元素的混合引入了多种能级，有效缩小了带隙，从而提高了短波红外区光子的吸收。

4　结束语

传统TBCs材料在短波段区域(<8 μm)呈现出半透明的性质，仅一种材料的涂层设计难以有效阻隔红外辐射的透过，导致超高温条件下涂层隔热效果下降。科研人员在早期通过调控传统材料的成分和涂层结构，成功地提升了涂层的红外反射率或吸收率/发射率，然而也导致涂层其他性能的下降，如涂层热循环寿命降低与固相热导率升高等。基于上述分析，超高温热阻涂层未来的研究可以从以下三方面去思考：

(1)高红外反射率涂层

目前提高涂层散射率的结构设计主要通过引入空气与材料的界面，或者调控工艺实现多层涂层的沉

积从而引入层间界面的方式增强涂层的散射。然而这些手段不能兼顾涂层的热服役稳定性,例如高温烧结会大幅度降低孔隙率,层间界面也容易导致涂层失效。要解决这些问题,可以通过引入第二相散射中心的方式将完整的层界面“化整为零”,这样可以有效降低涂层在界面处的失效风险。为了满足涂层服役需求,作为散射中心的第二相材料应当具备良好的高温稳定性、与基体材料折射率的显著差异、良好的化学相容性,并且易于通过常规的涂层技术进行制备。因此,未来的研究可以开展材料筛选、涂层结构设计、制备工艺开发等相关的工作。

(2)高红外吸收率涂层

通过上述分析可知,离子掺杂、第二相混合、高熵化设计等方法虽然可以有效提高材料的吸收率,但有可能导致热障涂层服役的综合性能下降。因此,未来的研究人员在设计高吸收率材料体系时,应当同时关注材料的热导率、热膨胀系数、断裂韧性、硬度等性能指标。对于引入第二相材料的涂层,不仅要关注块体材料的红外吸收率,还需要关注涂层是否具有高吸收特性。此外,高吸收涂层虽然能够阻止辐射向涂层内部传播,但吸收辐射热能会导致涂层温度升高,因此,涂层结构设计需要综合考虑吸收辐射热能与涂层隔热能力的提升。

(3)借助高性能计算手段辅助辐射抑制涂层材料设计

随着计算机技术的发展,高性能辅助计算能有效缩短辐射抑制涂层材料的开发周期,为研究人员阐明材料的红外特性调控机制提供深入分析的手段,如机器学习、有限元模拟计算和第一性原理计算等[53-54]。随着材料科学数据库的发展,研究人员可以通过Material Project,AFLOW,OQMD[55]等开源数据库轻松访问大量过往的实验/计算数据,并将大数据与机器学习算法结合,构建针对材料红外特性的预测模型,并借助SHAP,LIME[56-57]等可解释性算法分析影响材料红外特性的主要因素,从而加速新材料的筛选和开发。同时,还可以借助有限元软件模拟不同结构涂层与不同特性材料在红外反射、吸收方面的表现,对材料和结构进行优化。基于VASP,Castep等软件的第一性原理计算可以为材料的红外特性提供原子/电子级别的深入解释,有助于深入理解材料红外特性调控的物理本质,为材料红外反射率、吸收率的优化提供理论指导。

参考文献

[1] FLAMANT Q, CLARKE D R. Opportunities for minimizing radiative heat transfer in future thermal and environmental barrier coatings[J]. Scripta Materialia, 2019, 173: 26-31.

[2] SIEGEL R, SPUCKLER C M. Analysis of thermal radiation effects on temperatures in turbine engine thermal barrier coatings [J]. Materials Science and Engineering: A, 1998, 245(2): 150-159.

[3] ELDRIDGE J I, SPUCKLER C M. Determination of scattering and absorption coefficients for plasma-sprayed yttria-stabilized zirconia thermal barrier coatings[J]. Journal of the American Ceramic Society, 2008, 91(5): 1603-1611.

[4] MANARA J, ZIPF M, STARK T, et al. Long wavelength infrared radiation thermometry for non-contact temperature measurements in gas turbines[J]. Infrared Physics & Technology, 2017, 80: 120-130.

[5] YANG G, ZHAO C Y. A comparative experimental study on radiative properties of EB-PVD and air plasma sprayed thermal barrier coatings[J]. Journal of Heat Transfer, 2015, 137(9): 091024.

[6] ELDRIDGE J I, SPUCKLER C M, MARKHAM J R. Determination of scattering and absorption coefficients for plasma-sprayed yttria-stabilized zirconia thermal barrier coatings at elevated temperatures[J]. Journal of the American Ceramic Society, 2009, 92(10): 2276-2285.

[7] MAKINO T, KUNITOMO T, SAKAI I, et al. Thermal radiation properties of ceramic materials[J]. Heat Transfer-Japanese Research, 1984, 13: 33-50.

[8] KOKHANOVSKY A A. Physical interpretation and accuracy of the Kubelka-Munk theory[J]. Journal of Physics D: Applied Physics, 2007, 40(7): 2210.

[9] YANG L, MIKLAVCIC S J. Revised Kubelka-Munk theory Ⅲ: a general theory of light propagation in scattering and absorptive media[J]. Journal of the Optical Society of America A, 2005, 22(9): 1866-1873.

[10] ZHANG T, DONG W, WANG Z Y, et al. Investigation of infrared spectral emissivity of low emittance functional coating artefacts[J]. Infrared Physics & Technology, 2020, 110: 103454.

[11] YANG G, ZHAO C Y, WANG B X. Experimental study on radiative properties of air plasma sprayed thermal barrier coatings [J]. International Journal of Heat and Mass Transfer, 2013, 66: 695-698.

[12] WANG L, ZHANG P, HABIBI M H, et al. Thermochemical compatibility and optical properties of $Gd_2Zr_2O_7$ and YSZ for thermal barrier coatings[C]//ASME. ASME 2012 International Mechanical Engineering Congress and Exposition. Houston, Texas, USA: ASME, 2012: 889-893.

[13] WANG L, ZHANG P, HABIBI M H, et al. Infrared radiative properties of plasma-sprayed strontium zirconate[J]. Materials Letters, 2014, 137: 5-8.

[14] WANG L, HABIBI M H, ELDRIDGE J I, et al. Infrared radiative properties of plasma-sprayed $BaZrO_3$ coatings[J]. Journal of the European Ceramic Society, 2014, 34(15): 3941-3949.

[15] PAPATZACOS P, AKRAM M N, BARDALEN E, et al. Simulated effects of wet-etched induced surface roughness on IR

transmission and reflection[C]//IEEE. 2020 IEEE 8th Electronics System-Integration Technology Conference (ESTC). Tønsberg, Norway: IEEE, 2020: 1-4.

[16] WOLFE D E, SINGH J, MILLER R A, et al. Tailored microstructure of EB-PVD 8YSZ thermal barrier coatings with low thermal conductivity and high thermal reflectivity for turbine applications[J]. Surface and Coatings Technology, 2005, 190(1): 132-149.

[17] KELLY M J, WOLFE D E, SINGH J, et al. Thermal barrier coatings design with increased reflectivity and lower thermal conductivity for high-temperature turbine applications[J]. International Journal of Applied Ceramic Technology, 2006, 3(2): 81-93.

[18] YANG J, WAN C, ZHAO M, et al. Effective blocking of radiative thermal conductivity in $La_2Zr_2O_7/LaPO_4$ composites for high temperature thermal insulation applications[J]. Journal of the European Ceramic Society, 2016, 36(15): 3809-3814.

[19] HEIROTH S, GHISLENI R, LIPPERT T, et al. Optical and mechanical properties of amorphous and crystalline yttria-stabilized zirconia thin films prepared by pulsed laser deposition [J]. Acta Materialia, 2011, 59(6): 2330-2340.

[20] HUANG M, LIANG J, ZHANG P, et al. Opaque $Gd_2Zr_2O_7/GdMnO_3$ thermal barrier materials for thermal radiation shielding: the effect of polaron excitation[J]. Journal of Materials Science & Technology, 2022, 100: 67-74.

[21] GUPTA S K, ABDOU M, ZUNIGA J P, et al. Roles of oxygen vacancies and pH induced size changes on photo- and radioluminescence of undoped and Eu^{3+}-doped $La_2Zr_2O_7$ nanoparticles [J]. Journal of Luminescence, 2019, 209: 302-315.

[22] SUKHORUKOV Y, TELEGIN A, BEBENIN N, et al. Strain-magnetooptics in single crystals of $CoFe_2O_4$[J]. Magnetochemistry, 2022, 8(10): 135.

[23] HOSSEINI S M. Structural, electronic and optical properties of spinel $MgAl_2O_4$ oxide[J]. Physica Status Solidi B, 2008, 245 (12): 2800-2807.

[24] SINGH J K, MANDAL S K, BANERJEE G. Refractive index of different perovskite materials[J]. Journal of Materials Research, 2021, 36(9): 1773-1793.

[25] STUKE A, KASSNER H, MARQUÉS J L, et al. Suspension and air plasma-sprayed ceramic thermal barrier coatings with high infrared reflectance[J]. International Journal of Applied Ceramic Technology, 2012, 9(3): 561-574.

[26] SHANG G, DYACHENKO P, LEIB E W, et al. Conductive and radiative heat transfer inhibition in YSZ photonic glass[J]. Ceramics International, 2020, 46(11): 19241-19247.

[27] MANARA J, ARDUINI-SCHUSTER M, RATZER-SCHEIBE H J, et al. Infrared-optical properties and heat transfer coefficients of semitransparent thermal barrier coatings[J]. Surface and Coatings Technology, 2009, 203(8): 1059-1068.

[28] WANG Y, HSU P F. The correlation of the scattering coefficient and morphology-based microstructure in yttria-stabilized zirconia coatings[J]. Journal of the American Ceramic Society, 2023, 106(3): 2083-2094.

[29] KIM H J, KIM D S, MUN H, et al. Nanosheet coated dual-shell TiO_2 sphere with high solar reflectance for thermal-shield materials[J]. Composites Communications, 2020, 22: 100432.

[30] YU Y, ZHANG X, GUO F, et al. Enhanced near infrared reflectivity in hierarchical porous $La_2Zr_2O_7$ microspheres produced by electro-spraying assisted phase inversion method[J]. Optical Materials, 2021, 118: 111270.

[31] TAO Y, MAO Z, YANG Z, et al. Preparation and characterization of polymer matrix passive cooling materials with thermal insulation and solar reflection properties based on porous structure [J]. Energy and Buildings, 2020, 225: 110361.

[32] SHI H, ZHAO C Y, WANG B X. Modeling the thermal radiation properties of thermal barrier coatings based on a random generation algorithm[J]. Ceramics International, 2016, 42(8): 9752-9761.

[33] ZHANG B J, WANG B X, ZHAO C Y. Microstructural effect on the radiative properties of YSZ thermal barrier coatings (TBCs)[J]. International Journal of Heat and Mass Transfer, 2014, 73: 59-66.

[34] WANG M, WANG J, PAN N, et al. Mesoscopic predictions of the effective thermal conductivity for microscale random porous media[J]. Physical Review E, 2007, 75(3): 036702.

[35] FANG X, ZHAO C Y, BAO H. Radiative behaviors of crystalline silicon nanowire and nanohole arrays for photovoltaic applications[J]. Journal of Quantitative Spectroscopy and Radiative Transfer, 2014, 133: 579-588.

[36] ZHANG B J, ZHAO C Y. Geometric optics approximation with considering interference for reflection from random rough surface [J]. Journal of Thermophysics and Heat Transfer, 2013, 27(3): 458-464.

[37] HUANG J, FAN C, SONG G, et al. Enhanced infrared emissivity of CeO_2 coatings by La doping[J]. Applied Surface Science, 2013, 280: 605-609.

[38] LIU F, CHENG X, MAO J, et al. Fabrication and characterization of Pr_6O_{11}-HfO_2 ultra-high temperature infrared radiation coating[J]. Journal of the European Ceramic Society, 2019, 39 (14): 4208-4215.

[39] WU X, YU H, DONG H, et al. Enhanced infrared radiation properties of $CoFe_2O_4$ by single Ce^{3+}-doping with energy-efficient preparation[J]. Ceramics International, 2014, 40(4): 5905-5911.

[40] XU J, LIU Y, MA Z, et al. Infrared radiative performance and anti-ablation behavior of Sm_2O_3 modified ZrB_2/SiC coatings[J]. Ceramics International, 2021, 47(1): 400-408.

[41] 孙汉东,樊震,常大定. 提高高温红外辐射涂层发射率的途径[J]. 红外技术,1990,12(3):31-34.
SUN H D, FAN Z, CHANG D D. A way to increase the emissivity of high temperature infrared radiation coating[J]. Infrared Technology, 1990, 12(3): 31-34.

[42] MA Y H, LIU Z G, OUYANG J H, et al. Influence of TiO_2 doping on thermo-optical properties of pyrochlore $Sm_2(Zr_{1-x}Ti_x)_2O_7$ ($0 \leqslant x \leqslant 0.15$) ceramics[J]. Ceramics International, 2016, 42 (13): 14749-14753.

[43] WANG D, DONG S, ZENG J, et al. Influence of doping Mg^{2+} or Ti^{4+} captions on the microstructures, thermal radiation and thermal cycling behavior of plasma-sprayed $Gd_2Zr_2O_7$ coatings [J]. Ceramics International, 2020, 46(9): 13054-13065.

[44] DONG S, ZHANG F, LI N, et al. Thermal radiation and cycling properties of (Ca, Fe) or (Sr, Mn) co-doped $La_2Ce_2O_7$ coatings[J]. Journal of the European Ceramic Society, 2020, 40(5): 2020-2029.

[45] DING S, MAO J, ZENG X, et al. Enhanced infrared emission property of NiCr spinel coating doped with MnO_2 and rare-earth oxides [J]. Surface and Coatings Technology, 2018, 344: 418-422.

[46] ZHANG Y, WEN D. Effect of RE/Ni (RE=Sm, Gd, Eu) addition on the infrared emission properties of Co-Zn ferrites with high emissivity [J]. Materials Science and Engineering: B, 2010, 172(3): 331-335.

[47] MUNDY W C, ROUX J A, SMITH A M. Mie scattering by spheres in an absorbing medium[J]. Journal of the Optical Society of America, 1974, 64(12): 1593-1597.

[48] LI T, MA Z, LIU L, et al. Thermal properties of $Sm_2Zr_2O_7$-$NiCr_2O_4$ composites[J]. Ceramics International, 2014, 40(7): 11423-11426.

[49] 裴训,谢敏,李瑞,等. $La_2(Ce_{0.3}Zr_{0.7})_2O_7$-$NiCr_2O_4$材料高温红外发射率研究[J]. 内蒙古科技大学学报,2023,42(3):248-252.
PEI X, XIE M, LI R, et al. Study on high temperature infrared emissivity of $La_2(Ce_{0.3}Zr_{0.7})_2O_7$-$NiCr_2O_4$[J]. Journal of Inner Mongolia University of Science and Technology, 2023, 42(3): 248-252.

[50] ZHANG J, FAN X A, LU L, et al. Ferrites based infrared radiation coatings with high emissivity and high thermal shock resistance and their application on energy-saving kettle[J]. Applied Surface Science, 2015, 344: 223-229.

[51] LIU H Z, OUYANG J H, LIU Z G, et al. Microstructure, thermal shock resistance and thermal emissivity of plasma sprayed La-$MAl_{11}O_{19}$ (M=Mg, Fe) coatings for metallic thermal protection systems[J]. Applied Surface Science, 2013, 271: 52-59.

[52] QIU S, XIANG H, DAI F Z, et al. Medium-entropy $(Me, Ti)_{0.1}(Zr, Hf, Ce)_{0.9}O_2$ (Me=Y and Ta): promising thermal barrier materials for high-temperature thermal radiation shielding and CMAS blocking[J]. Journal of Materials Science & Technology, 2022, 123: 144-153.

[53] 王士峰,夏明岗,刘明,等. NiCoCrAlY/YSZ梯度涂层热力学性能的有限元模拟[J]. 航空材料学报,2023,43(1):70-79.
WANG S F, XIA M G, LIU M, et al. Finite element simulation of thermodynamic properties of NiCoCrAlY/YSZ gradient coating[J]. Journal of Aeronautical Materials, 2023, 43(1): 70-79.

[54] 张聪,刘杰,解树一,等. 高通量计算与机器学习驱动高熵合金的研究进展[J]. 材料工程,2023,51(3):1-16.
ZHANG C, LIU J, XIE S Y, et al. Research progress in high-entropy alloys driven by high throughput computation and machine learning[J]. Journal of Materials Engineering, 2023, 51(3): 1-16.

[55] 岳溪朝,冯燕,刘健,等. 材料基因组工程专用数据库[J]. 上海大学学报(自然科学版),2022,28(3):399-412.
YUE X C, FENG Y, LIU J, et al. Materials genome engineering database[J]. Journal of Shanghai University(Natural Science Edition), 2022, 28(3): 399-412.

[56] 胡勋锋,李登峰. 广义多选择合作博弈的Shapley值[J]. 系统工程理论与实践,2024,44(8):2524-2531.
HU X F, LI D F. A Shapley value for multi-choice cooperative games revisited[J]. Systems Engineering—Theory & Practice, 2024, 44(8): 2524-2531.

[57] 靳庆文,李胡蓉,张晨. LIME算法的演进及其在数据故事化中的应用[J/OL]. 数据分析与知识发现,2024[2024-02-19]. https://doi.org/10.11925/infotech.2096-3467.2023.0892.
JIN Q W, LI H R, ZHANG C. The evolution of LIME algorithm and its application in data storying[J/OL]. Data Analysis and Knowledge Discovery, 2024[2024-02-19]. https://doi.org/10.11925/infotech.2096-3467.2023.0892.

基金项目:国家自然科学基金项目(U21B2052);北航青年拔尖人才支持计划(YWF-23-L-1102)

收稿日期:2024-02-19;**修订日期**:2024-09-29

通讯作者:何雯婷(1988—),女,副教授,博士,研究方向为高温功能涂层,联系地址:北京市海淀区学院路37号北京航空航天大学材料科学与工程学院(100191),E-mail:hewenting@buaa.edu.cn;郭洪波(1971—),男,教授,博士,主要从事高温防护涂层研究,联系地址:北京市海淀区学院路37号北京航空航天大学材料科学与工程学院(100191),E-mail:guo.hongbo@buaa.edu.cn

(本文责编:寇凤梅)

引用格式：商剑钊，吴小飞，曹晔洁，等. 连续纤维增强碳化硅陶瓷基复合材料低成本制备工艺研究进展[J]. 材料工程，2025，53(1)：15-27.
SHANG Jianzhao, WU Xiaofei, CAO Yejie, et al. Research progress in low-cost preparation process of continuous fiber-reinforced silicon carbide ceramic matrix composites[J]. Journal of Materials Engineering, 2025, 53(1): 15-27.

连续纤维增强碳化硅陶瓷基复合材料低成本制备工艺研究进展

Research progress in low-cost preparation process of continuous fiber-reinforced silicon carbide ceramic matrix composites

商剑钊[1,2]，吴小飞[3]，曹晔洁[1,2]，吕云蕾[1]，李精鑫[1]，
王　晶[1]，董　宁[1]，刘永胜[1,2*]
（1 西北工业大学 超高温结构复合材料重点实验室，西安 710072；
2 西北工业大学宁波研究院，浙江 宁波 315399；
3 中国航发四川燃气涡轮研究院，成都 610500）
SHANG Jianzhao[1,2], WU Xiaofei[3], CAO Yejie[1,2], LYU Yunlei[1],
LI Jingxin[1], WANG Jing[1], DONG Ning[1], LIU Yongsheng[1,2*]
(1 Science and Technology on Thermostructural Composites Materials Laboratory, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China; 2 Ningbo Institute of Northwestern Polytechnical University, Ningbo 315399, Zhejiang, China; 3 AECC Sichuan Gas Turbine Establishment, Chengdu 610500, China)

摘要：连续纤维增强陶瓷基复合材料具有低密度、高强度、耐高温等优异性能，已被广泛应用于航空航天、国防军工和新兴民用等领域，但连续纤维增强陶瓷基复合材料制备工艺大多存在成本较高、周期过长等问题，限制其应用和推广，发展低成本制备工艺是推动连续纤维增强陶瓷基复合材料广泛应用的关键。本文简要介绍了连续纤维增强陶瓷基复合材料制备工艺现状，总结了反应熔渗、纳米浆料浸渗瞬时共晶、浆料浸渗结合热压等低成本工艺的研究现状，围绕制备工艺优化、复合材料微观结构和性能等方面进行综述，提出了低成本制备工艺的未来研究方向，如熔盐法制备超高温陶瓷界面和反应诱导相分离制备具有孔隙结构均匀的多孔基体，可显著提升连续纤维增强陶瓷基复合材料的综合性能。

关键词：连续纤维增强陶瓷基复合材料；制备工艺；低成本；反应熔渗；纳米浆料浸渗瞬时共晶
doi：10.11868/j.issn.1001-4381.2024.000520
中图分类号：TB332　**文献标识码**：A　**文章编号**：1001-4381(2025)01-0015-13

Abstract: Continuous fiber-reinforced ceramic matrix composites have been widely used in aerospace, defense industry, emerging civilian, and other fields due to their excellent properties such as low density, high strength and high temperature resistance. However, most of the preparation processes of continuous fiber-reinforced ceramic matrix composites have problems such as high cost and long cycles, which limit the application and promotion of ceramic matrix composites. The development of a low-cost preparation process is the key to promoting the wide application of continuous fiber-reinforced ceramic matrix composites. In this paper, the preparation process of continuous fiber-reinforced ceramic matrix composites is briefly introduced, and the research status of low-cost processes such as reactive melt infiltration, nano infiltration and transient eutectoid, and slurry infiltration and hot pressing is summarized. The optimization of preparation process, microstructure and properties of composites is reviewed, and the future research direction of the low-cost preparation process is proposed, such as the preparation of ultra-high temperature ceramic interface by molten salt method and the preparation of porous matrix with uniform pore structure by

reaction-induced phase separation, which can significantly improve the comprehensive properties of continuous fiber-reinforced ceramic matrix composites.

Key words: continuous fiber-reinforced ceramic matrix composites; preparation process; low-cost; reactive melt infiltration; nano infiltration and transient eutectoid

近年来,随着我国航空航天等领域的快速发展,新一代航空航天器对高温结构材料提出了更高的要求。连续纤维增强陶瓷基复合材料具有良好的高温强度、断裂韧度、抗热震、抗氧化和抗烧蚀等优异性能,是一种新型战略性热结构材料[1]。目前,以C/SiC,SiC/SiC复合材料为代表的连续纤维增强陶瓷基复合材料已逐步应用于航空航天发动机、空天飞行器等装备。此外,在刹车制动系统和高性能光学器件等方面也有着广泛的应用[2-5]。

目前,美国、德国、日本等发达国家已经掌握连续纤维增强陶瓷基复合材料的相关技术并广泛应用,如C/SiC复合材料已应用于X33,X37,X37B,X38等飞行器。我国连续纤维增强陶瓷基复合材料的相关应用也取得了显著的成绩,如C/SiC复合材料燃烧室、TPS防热瓦、火焰筒等[6]。连续纤维增强陶瓷基复合材料的制备工艺包括化学气相渗透法、前驱体浸渍-裂解法和反应熔渗法等,随着连续纤维增强陶瓷基复合材料工程应用越来越广泛,我国不仅需要提升连续纤维增强陶瓷基复合材料的性能,还需积极研发其低成本制备工艺,缩短制备周期,降低制备成本,促进连续纤维增强陶瓷基复合材料的广泛应用。

本文简要介绍了连续纤维增强陶瓷基复合材料的制备工艺,重点综述了近年来连续纤维增强陶瓷基复合材料低成本制备工艺的研究现状,介绍了复合材料的制备工艺优化、微观结构及性能等,并对几种低成本工艺面临的挑战进行了分析和展望。

1 连续纤维增强陶瓷基复合材料制备工艺简介

近几十年来,连续纤维增强陶瓷基复合材料的制备工艺日趋成熟。连续纤维增强陶瓷基复合材料制备工艺按基体引入方式可以分为气相转化法、液相转化法、固相烧结法和液固或气固反应法。表1为典型连续纤维增强陶瓷基复合材料制备工艺的优缺点比较。

表1 典型连续纤维增强陶瓷基复合材料制备工艺优缺点比较

Table 1 Comparison of advantages and disadvantages of typical ceramic matrix composites preparation process

Preparation process		Advantage	Disadvantage
Gas phase conversion method	Chemical vapor infiltration	Low process temperature, less damage to the fiber, near-net shape, preparation of large and complex components	Complex equipment and high preparation costs, long process cycles, poor densities of composites
Liquid phase conversion method	Polymer infiltration and pyrolysis	Low pyrolysis temperature, near-net shape, preparation of large and complex components	Higher porosity, long process cycles, higher prices for polymer precursors
	Sol-gel	Low process temperature, higher homogeneity of composites	Long process cycles, higher shrinkage and porosity
	Lanxide	High volume stability, simple process, low preparation cost and high efficiency	Presence of unoxidized metals affects the high temperature properties of the material
Solid phase sintering method	Nano infiltration and transient eutectoid	Higher densities of composites, short preparation cycle	High-temperature and high-pressure sintering, damaging fibers and affecting material properties, difficulty in preparing large and complex components
	Slurry infiltration and hot pressing	Short preparation cycle and low cost, higher densities of composites	High-temperature and high-pressure sintering, damaging fibers and affecting material properties, difficulty in preparing large and complex components
	In-situ reaction	Low process temperature, short preparation cycle and low cost	Damage to the fiber
Liquid-solid or gas-solid reaction method	Reactive melt infiltration	Short preparation cycle and low cost, higher densities of composites	High-temperature melt erodes fibers, residual metal within the matrix, affecting the high temperature performance of the material

1.1　气相转化法

化学气相渗透(chemical vapor infiltration,CVI)是指将前驱气体渗透到纤维预制体内部,并在高温下反应生成陶瓷基体,从而形成复合材料[7]。一般来说,CVI工艺适用面非常广,可用于许多陶瓷基体的形成,如SiC,BN,B_4C和TiC等[8];工艺温度较低(一般低于1200 ℃),在较低温度下形成陶瓷基体,避免高温烧结困难、损伤纤维等问题;且由于是气态前驱体渗透进入多孔预制体内,可实现大尺度和复杂形状构件的制备。CVI的主要缺点是设备较复杂、成本较高、复合材料致密度不高(5%～20% 的孔隙率)、工艺周期较长,以C/SiC复合材料为例,其制备周期超过3个月[9]。

1.2　液相转化法

前驱体浸渍-裂解法(polymer infiltration and pyrolysis,PIP)是将有机前驱体溶液浸渍进纤维预制体,在一定条件下固化,然后在高温和气氛下进行裂解,使其转化为陶瓷基体,经过多次浸渍-裂解后获得致密的复合材料[10]。用于此工艺的聚合物前驱体裂解温度远低于同种陶瓷的烧结温度,对纤维损伤较小,且可以同时引入多种陶瓷基体,具有良好的工艺可设计性,但该工艺也存在一些固有问题:裂解过程中大量小分子逸出,导致复合材料孔隙率偏高;基体易发生收缩,产生微裂纹和内应力;前驱体的价格较高;浸渍-裂解过程往往需要重复4～10个循环,生产效率偏低,工艺成本较高[11]。Zhong等[12]采用聚碳硅烷(PCS)通过PIP法制备了C/SiC复合材料,在9次浸渍-裂解循环后,复合材料达到最高的密度2.13 g/cm^{3}和最低的气孔率6.3%。同样,ZrC,HfC,SiBN等陶瓷基体都可以采用此工艺引入到复合材料中[13-15]。

溶胶-凝胶法(sol-gel)是通过将有机前驱体制成的溶胶浸渍纤维预制体,经过水解、缩聚形成凝胶,再经干燥、煅烧和热压工艺制备陶瓷基复合材料[16]。该工艺凝胶热处理温度较低(一般低于1400 ℃),对纤维损伤较小,且溶胶易与纤维润湿,制备的复合材料均匀性较高。但该工艺制备周期较长,热处理后收缩较大、气孔率较高。李国明等[17]采用醋酸锆溶胶浸渍密度为1.39 g/cm^{3}的C/C复合材料,然后将含有醋酸锆溶胶的复合材料在65 ℃凝胶化,最后将C/C复合材料进行高温炭化处理,获得C/ZrC复合材料,密度达到1.88 g/cm^3。

直接氧化沉积法(Lanxide)是将纤维预制体置于熔融金属上,金属液面通过虹吸作用渗入预制体中,另一面在1200～1400 ℃高温下被空气氧化生成陶瓷,沉积和包裹在纤维周围,形成复合材料[18]。目前,该工艺主要适用于Al/Al_2O_3复合材料。Wilshire等[19]使用该工艺在1000 ℃下进行处理围绕SiC纤维生长形成了连续Al_2O_3基体,制备的复合材料中纤维的体积分数为0.38%,残余金属体积分数小于4%。

1.3　固相烧结法

纳米浆料浸渗瞬时共晶(nano infiltration and transient eutectoid,NITE)是一种制备陶瓷基复合材料的工艺,它通过将纳米陶瓷粉末和烧结助剂浸渗到含界面相的纤维预制体中,再经过高温高压下的热压成型来实现[20],其工艺流程见图1[21]。通过该工艺制备的复合材料具有高热导率、耐腐蚀、高强度和韧性等优异性能,但该工艺基于热压烧结,往往需要添加烧结助剂,对复合材料性能有一定影响,且难以制备较大尺度及复杂形状构件。Katoh等[22]采用纳米SiC粉末和少量Al_2O_3,Y_2O_3等烧结助剂通过NITE工艺制备了SiC/SiC复合材料,其具有较好的热力学性能。

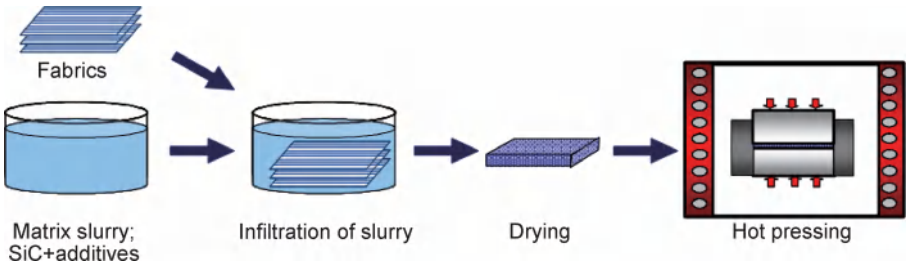


图1　NITE工艺制备流程图[21]

Fig. 1　Schematic diagram of fabrication method of NITE process[21]

浆料浸渗结合热压(slurry infiltration and hot pressing,SI-HP)是一种传统的制备陶瓷基复合材料的方法,通过将陶瓷以固相颗粒的形式引入到基体中实现。将陶瓷粉末、烧结助剂和溶剂制成浆料浸渍碳纤维后纺织成无纬布,切片进行模压成型后热压烧结得到复合材料,只需经过一次冷/热成型就可将碳纤维与陶瓷基体结合制备成复合材料[23]。该工艺的优点是:工艺简单、周期短、成本低,材料致密度高、缺陷较少。缺点是:制备温度和压力较高,损伤纤维,影响材料性能;浆料中粉末易发生团聚堵塞孔隙;不利于

制备较大尺度及复杂形状构件[24]。Xiao等[25]采用SiC和ZrB_2粉末与具有热解炭(PyC)和碳化硅界面的碳纤维,在1900 ℃热压烧结制备了C/ZrB_2-SiC复合材料,复合材料的抗弯强度达到309 MPa。Vinci等[26]采用ZrC/TaC+SiC浆料浸渍单向纤维预制体,在1900 ℃热压烧结成功制备了C/ZrC-SiC和C/TaC-SiC复合材料。

原位反应法(*in-situ* reaction,IR)通过将过渡金属或其氧化物与酚醛树脂等有机碳前驱体混合制成浆料,浸渍到多孔预制体中。在高温下,过渡金属或其氧化物与碳基体原位反应生成陶瓷基体。与RMI类似,该技术优点是成本低,制备周期短,但也会发生纤维损伤问题[27]。然而,该工艺没有金属熔融和渗透过程,因此热处理温度较低。Li等[28]以锆粉、硅粉和酚醛树脂为原料,通过原位反应法制备了C/ZrC-SiC复合材料。复合材料的抗弯强度为257 MPa,弹性模量为59.3 GPa。Shen等[29]以$ZrOCl_2·8H_2O$为前驱物通过热解将ZrO_2引入到预制体中,与PyC原位反应生成ZrC,得到C/ZrC复合材料,经氧乙炔焰烧蚀60 s后,其线烧蚀率为0.6 μm/s。

1.4 气固或液固反应法

反应熔渗法(reactive melt infiltration,RMI)通过将液相或气相金属或合金渗入到多孔碳基体或含碳中间体中,并经过液固或气固反应生成陶瓷基体。液相渗硅是利用毛细管力进行渗透,而气相渗硅是以气相硅作为反应物和渗透物质,其渗透速度更快,深度更大。该工艺源于反应烧结碳化硅和多孔体的封填[30],具有高效率、低成本、高致密度和近净成型等优势,制备周期远低于CVI和PIP工艺,且所用原材料SiC和硅粉成本(约200元/kg)也远低于CVI和PIP工艺使用的三氯甲基硅烷(约500元/kg)和PCS(约4000元/kg)等前驱体,因此得到了快速发展。RMI工艺也存在一些不足:(1)高温熔体会侵蚀碳纤维,造成复合材料力学性能下降;(2)基体内会残留金属,引起复合材料高温力学、抗氧化和烧蚀性能降低[31]。Gao等[32]采用Si-Y合金在1280~1400 ℃通过RMI工艺制备了C/Si-Y-C复合材料,在1370 ℃时复合材料密度最高为2.25 g/cm^3,开气孔率最低为3.32%,复合材料主要由C,SiC和YSi_2组成,未发现残余Si,与在1500 ℃RMI工艺制备的C/SiC复合材料相比,其抗弯强度、断裂韧度、热扩散率和热导率有所提高。严春雷等[33]在1650 ℃采用气相渗硅制备了C/SiC复合材料,其密度为2.41 g/cm^3,抗弯强度和断裂韧度达268 MPa和11.33 MPa·$m^{1/2}$。

连续纤维增强陶瓷基复合材料的各种工艺方法都存在各自的优点和不足之处,如CVI和PIP工艺在制备成本和生产周期等方面仍存在一些局限,限制了其应用和推广。低成本制备连续纤维增强陶瓷基复合材料已经成为主要发展趋势,然而,低成本制备的连续纤维增强陶瓷基复合材料的性能不可避免地会受到一定程度的影响,因此亟须对低成本制备工艺进行深入研发和优化,以在控制成本的同时有效提升材料性能,从而扩大其应用潜力和推广价值。目前,陶瓷基复合材料低成本制备工艺包括RMI,NITE,SI-HP和Lanxide等。

2 RMI工艺及其改进

RMI工艺作为一种液固或气固原位反应制备技术,周期短,效率高,在国内外得到快速发展,但该工艺仍存在纤维损伤大、基体内残留金属等问题,限制其进一步发展。针对RMI工艺的不足,研究人员进行了大量工艺改进工作,优化RMI工艺、保护纤维、减少残余金属,使得RMI工艺制备的陶瓷基复合材料综合性能得到了显著提升[34-36]。目前,RMI工艺改进主要从以下三方面进行:一是工艺参数优化,二是基体孔隙结构优化,三是熔体成分设计。

2.1 工艺参数优化

通过优化工艺参数可以有效减少残留的低熔点硅化物,保护纤维不受侵蚀,提高复合材料的高温力学性能、抗氧化和烧蚀性能。Zeng等[37]研究了熔渗温度对Zr-Ti合金熔渗制备C/Ti-Zr-C复合材料的影响,发现熔渗温度过高会导致碳的扩散速率过高,堵塞孔隙并造成合金残留,而增加保温时间可以显著提高致密度。张莹等[38]在1450~1550 ℃通过RMI工艺制备C/SiC复合材料,研究发现随熔渗温度的升高,残余硅含量降低了40%,试样致密度和抗弯强度均有大幅提高。Wang等[39]以Zr_2Cu为熔渗剂,采用RMI工艺制备C/ZrC复合材料,研究发现熔渗时间较短时(1 h),基体中仍有Zr_2Cu残留,随着时间的延长(8 h),ZrC晶粒长大,部分Cu蒸发,材料致密度降低,综合考虑,在1200 ℃熔渗保温4 h表现出最优的性能,抗弯强度和断裂韧度分别为(172±12) MPa和(5.33±1.19) MPa·$m^{1/2}$。综上所述,一方面,熔渗温度较低,则会导致熔体黏度较高,熔渗阻力较大;另一方面,升高熔渗温度会减小熔体黏度,熔渗阻力降低,然而,熔渗温度过高时,基体与熔体反应速率过高,反应产物会堵塞孔隙,此外,过高的熔渗温度也会对纤维造成侵蚀。对于熔渗时间,首先熔体要有足够的时间渗入到预制体中,适当延长熔渗时间可以提高材料的致密度,但

熔渗时间过长会对纤维造成侵蚀，影响复合材料的力学性能。

2.2　基体孔隙结构优化

基体的孔隙结构也是影响熔渗的关键，其对熔体流动、原位反应和陶瓷基体的生成及结构等都有重要影响，因此，基于孔隙结构优化有望克服传统RMI工艺的缺点，制备高性能复合材料。Fan等[40]对比了二维和三维针刺预制体制备的C/SiC复合材料微观结构和性能，由于三维针刺预制体孔隙率较大，基体中残余硅含量较多，但残余硅分布较均匀，而硅在二维预制体纤维束间聚集形成硅池（如图2(a)所示），与三维针刺预制体相比，二维预制体在加载方向上有更多的碳纤维，复合材料表现出更高的抗弯强度((348±29) MPa)，但在烧蚀过程中，由于硅的聚集，复合材料的质量烧蚀率较高(12.3 $mg\cdot cm^{-2}\cdot s^{-1}$)。

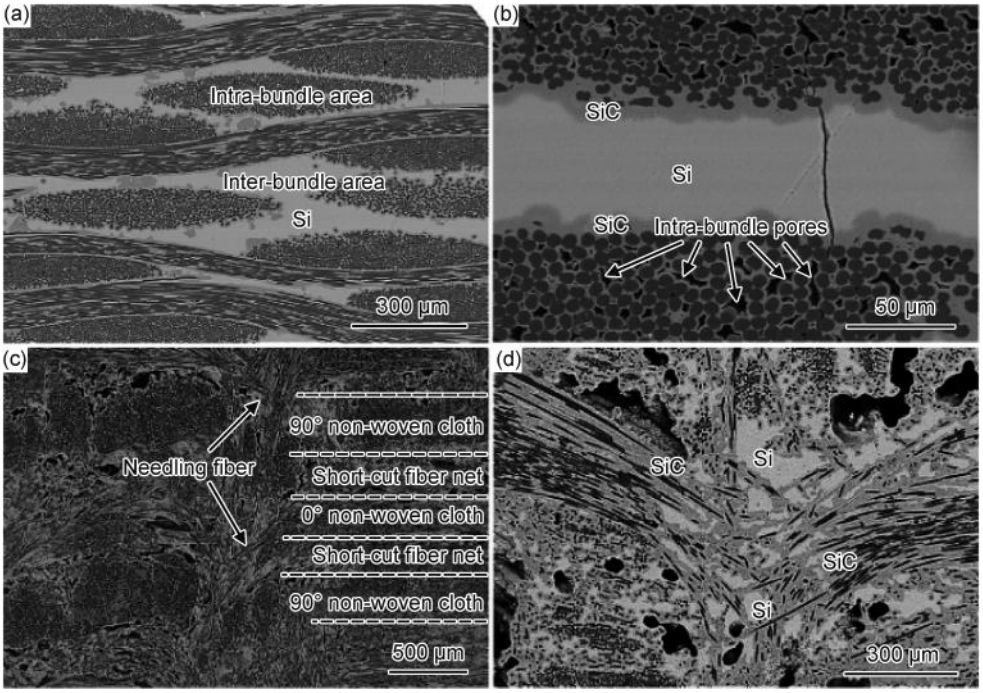


图2　2D C/SiC-Si复合材料(a)，(b)和3DN C/SiC-Si复合材料针刺区域(c)及无纺布(d)SEM微观形貌[40]

Fig. 2　SEM images of 2D C/SiC-Si(a), (b), needled area (c) and non-woven cloth(d) for 3DN C/SiC-Si[40]

微米级的多孔基体具有比表面积大及反应活性高等优点，采用多孔基体进行熔渗可以提高基体陶瓷转化率，减少残余金属含量。中国科学院上海硅酸盐研究所董绍明院士团队开展了溶胶-凝胶法优化孔隙结构研究，溶胶-凝胶法合成的多孔预制体既是熔体渗入的通道又是原位反应介质，通过溶胶-凝胶法可以实现对熔渗和陶瓷相原位生成过程的控制，从而制备高性能复合材料[41]。Chen等[42-43]通过溶胶-凝胶法制备了多孔C/B_4C-C预制体，与浆料浸渍相比，溶胶浸渍制备的预制体孔隙更均匀，熔渗效果更好，ZrC-SiC-ZrB_2陶瓷相分布均匀，抗弯强度提高了32%，表现出更优异的力学性能。进一步通过不同次数的凝胶渗透和热解循环制备了具有不同孔隙结构的C/B_4C-C预制体，发现随着渗透和热解次数的增加，C/B_4C-C预制体孔隙率和孔径逐渐减小，复合材料中残余$ZrSi_2$合金含量显著降低，且纤维受到的侵蚀也逐渐减轻，复合材料的力学性能得到了明显改善，抗弯强度由53 MPa提高到184 MPa[44]。

2.3　熔体成分设计

由于单一熔渗体系制备的复合材料中往往存在残余Si，Zr金属，影响复合材料高温力学性能。国内外研究人员向单元素熔渗剂中添加异质元素降低单质硅含量，可以有效降低复合材料中残余硅含量，且具有一定韧性的合金可以有效改善复合材料韧性[45-46]。西北工业大学、国防科技大学、中南大学、中国科学院等单位大量开展合金改性C/SiC复合材料研究，一般选取Si-Mo，Si-Nb，Si-Zr，Si-Ti，Si-Hf，Si-Al，Si-Fe，Si-Y等合金[47-50]。Yin等[51]为了减少C/SiC复合材料中的残余硅，通过浆料浸渗将TiC引入到基体中，在渗硅过程中，通过原位反应将残余Si转化为Ti_3SiC_2相。冉丽萍等[52]在硅熔渗剂中添加塑性金属铝制备C/SiC复合材料，金属铝的添加使残余硅体积分数从24%降低到18%，复合材料断裂韧度提高了48.2%。Fan等[53-54]为了提高C/SiC复合材料刹车盘

的摩擦性能并降低成本，以不同Fe含量的Si-Fe合金（仅为硅粉价格的1/3）作为熔渗剂改性C/SiC复合材料得到C/SiC-$FeSi_2$，随着Fe含量增加，复合材料的残余硅体积分数从10.7%下降到3.3%，$FeSi_2$的生成可以细化晶粒，提高基体开裂应力。此外，由于热失配引起微裂纹增韧，与熔渗硅单质相比，FeSi95合金改性的C/SiC复合材料抗弯强度提高了78%，断裂韧度提高了113%，在25 m/s制动速度下，C/SiC-$FeSi_2$制动器的线性磨损率仅为0.16 μm/cycle，比C/SiC低近一个数量级。

此外，熔盐的熔点远低于金属单质和合金[55]，使其能够在较低温度下形成低黏度液相，从而促进金属单质在熔盐中的离子化反应和扩散迁移。熔盐介质对碳基体还具有良好的润湿性，因此可作为载体，将超高温陶瓷和难熔合金渗入基体中。采用熔盐辅助RMI工艺可以提高基体碳扩散能力，降低材料中残余硅含量。

Xu等[56]对熔盐辅助RMI工艺制备高性能复合材料进行了深入研究，首先研究了4种氯盐（$CaCl_2$，NaCl，KCl和CSCl）的添加对Zr-Si合金熔渗制备C/C-UHTCs复合材料的影响，发现离子熔体可由熔融的氯盐形成，并在较低温度下作为载体，溶解和携带的Zr和Si可以与基体碳反应形成纳米级ZrC和SiC颗粒，尤其是低黏度和低挥发性的$CaCl_2$能提高合金熔体流动性和复合材料密度，减少气孔、裂纹等缺陷。相较于氯盐，金属单质在氟盐的离子化程度较大，极易发生离子化，实现难熔金属的扩散和转移[57-58]。基于此，Xu等[59]采用了重氟酸盐（K_2ZrF_6和K_2TiF_6）与Si和Zr-Si粉熔渗制备C/C-UHTCs复合材料，在1400 ℃以下，Zr和Si溶解在熔盐中，由离子熔体携带，在PyC界面析出形成碳化物，在1400 ℃以上，大量熔盐挥发并热分解。由于Y熔体对碳基体的润湿性较差，Shen等[60]利用氟盐熔体黏度低、润湿性好的优点采用熔盐辅助RMI将Y引入到C/C复合材料，通过Y的氟化反应生成YF_3，其具有密度大、熔点高、高温低挥发的特点，在烧蚀过程中，Y_2O_3稳定ZrO_2，阻止ZrO_2相转变，提高了氧化膜稳定性。综上所述，通过熔盐辅助RMI工艺制备复合材料，可以有效降低残余硅含量、改善熔体流动性并提高碳扩散能力，进而提高材料致密度。

对于RMI工艺制备的3维针刺C/SiC复合材料，通过优化熔渗温度和时间可以使其抗弯强度在160～220 MPa之间，而采用Si-Zr合金熔渗制备的C/SiC-ZrC复合材料抗弯强度普遍在230 MPa。相较于C/SiC复合材料提升较小，Si-Zr合金具有更低的熔点，可以降低熔渗温度，减少对碳纤维的侵蚀。而采用多孔碳基体熔渗制备的C/SiC复合材料残余硅含量更少、面积更小且分布更均匀，其抗弯强度可达340 MPa[61]。综上所述，通过优化工艺参数很难大幅提升RMI工艺制备的复合材料性能。采用合金熔渗可以有效减少残余硅含量，降低熔渗温度，减少纤维刻蚀。然而，基体内还存在残余合金，其热稳定性相较于陶瓷相还存在较大差距，影响复合材料的高温力学和抗氧化烧蚀性能。因此，通过熔体成分设计很难完全克服RMI工艺的缺点。微米级的多孔基体具有比表面积大及反应活性高等优点，采用多孔基体进行熔渗可以提高基体的陶瓷转化率，减少残余熔体含量。目前针对RMI工艺的优化方法主要集中在基体孔隙结构优化和熔体成分设计。然而，随着我国航空航天技术的进一步发展，对陶瓷基复合材料的性能要求不断提升，新型保护性界面的构筑、陶瓷相含量和分布的精确控制、残余金属的进一步降低等技术优化手段是今后的重要发展方向。

3 NITE工艺

NITE工艺主要适用于制备SiC/SiC复合材料，其周期短、成本低，制备的复合材料致密度高、孔隙低、无残余硅且结晶程度高，具有高热导率和优异的辐照稳定性。但NITE工艺热压烧结过程中温度和压力较高，损伤SiC纤维，比表面积较大的SiC粉末使得浆料黏度增大，无法使用传统束丝缠绕技术，该工艺发展历程为：(1)工艺早期普遍采用PIP+HP工艺，具体工艺流程为：首先将具有PyC涂层的SiC纤维在PCS、烧结助剂和纳米SiC的浆料中浸渍，经裂解后裁剪成方片，再经过浆料浸渍和干燥后堆叠进行热压烧结（温度在1750～1800 ℃，压力15～20 MPa）。Dong等[62-63]采用PIP+HP工艺制备了SiC/SiC复合材料，研究了烧结条件对复合材料微观结构和性能的影响，发现随烧结温度和压力的升高，复合材料致密度逐渐增大，同时力学性能也有所提高。此外，适量的PCS和纳米SiC粉末同样有利于致密化。(2)后续研究人员发现PCS浆料对材料性能影响较小，Shimoda等[64]对比了纳米SiC+烧结助剂和PCS+纳米SiC+烧结助剂制备的复合材料性能，结果表明PCS浆料对性能影响较小，因此可以简化流程，即取消PIP工艺，将纤维束在烧结助剂和纳米SiC的浆料中浸渍和干燥后堆叠进行热压烧结，大幅缩短了制备周期。(3)采用NITE工艺制备的SiC/SiC复合材料热压烧结温度在1700～1800 ℃，对SiC纤维耐温性要求较高，只有三代SiC纤

维才能满足此要求。为了降低SiC纤维原料的成本，日本室兰工业大学开展了IC-NITE工艺，在无定型SiC纤维表面覆盖酚醛树脂，在NITE过程中实现纤维的原位化结晶[65]。目前，日本研发的Tyranno-SA SiC纤维已实现NITE工艺工业化生产。与国外相比，国内三代SiC纤维起步较晚，在NITE工艺制备SiC/SiC复合材料方面开展的研究较少。

近年来，NITE工艺制备的SiC/SiC复合材料致密度高、导热性能优异、无残余硅，国内外开展的NITE-SiC/SiC复合材料研究主要针对于核工业领域[66]。Hino等[67]研究了不同工艺制备的SiC/SiC复合材料的He渗透性，由于NITE-SiC/SiC复合材料致密度高、孔隙率低，因而其渗透率最低。因此，相较于CVI和PIP工艺，NITE工艺具有SiC基体致密、近化学比和制备周期短等优势。Terrani等[68]采用NITE工艺制备了SiC/SiC复合材料，在400～700 ℃和2～10 dpa环境辐照后，其热膨胀率、拉伸强度和热导率没有明显变化，表现出较好的耐辐照性能。但该工艺的主要缺点是复合材料内部不可避免地存在残留Al_2O_3和Y_2O_3等烧结助剂，在辐照环境下，膨胀率较大，SiC/SiC复合材料耐辐照性降低[69]。一般认为，SiC/SiC复合材料的抗辐照性能与纤维、基体和界面相的纯度和结晶程度密切相关，杂质含量越高，结晶程度越低，在辐照过程中越易产生缺陷，抗辐照性能越差。Idris等[70]采用NITE工艺制备SiC/SiC复合材料在333～363 K和$(2.0\sim2.5)\times10^{24}$ ($E>0.1$ MeV)条件下进行辐照，测试了辐照前后宏观长度的变化，与含氧化物烧结助剂的材料相比，高纯SiC/SiC的膨胀率略小。因此，需控制烧结助剂用量，减少对SiC/SiC复合材料抗辐照性能的影响。此外，热压烧结温度和压力、烧结助剂种类和添加量等工艺参数决定NITE工艺制备的SiC/SiC复合材料性能和微观结构。Fitriani等[71]采用电泳沉积结合NITE工艺制备了含有$Sc(NO_3)_3$，Al_2O_3-Sc_2O_3和Al_2O_3-Y_2O_3三种烧结助剂的SiC/SiC复合材料，所有复合材料在离子辐照下均表现出体积膨胀，但添加$Sc(NO_3)_3$的SiC/SiC复合材料的体积膨胀最小，含有Al_2O_3-Y_2O_3添加剂的SiC/SiC复合材料在辐照下表现出明显的微观结构变化，如表面粗糙化及裂纹和孔隙的形成，导致纤维拉出减少。Parish等[72]研究了三种不同烧结助剂$Y_2O_3+Al_2O_3$ (YA)，$CeO_2+ZrO_2+Al_2O_3$(CZA)，$Y_2O_3+ZrO_2+Al_2O_3$(YZA)制备的NITE SiC在轻水反应堆的抗腐蚀性能，发现YZA最耐腐蚀，其次是CZA，YA最差。因此，根据使用性能要求，可通过调控工艺参数和烧结助剂种类对复合材料进行设计以满足不同的使用环境。

4　其他低成本工艺

4.1　SI-HP工艺

SI-HP工艺仅需一次成型和烧结就可以将碳纤维和陶瓷基体结合制备出复合材料，但高温高压烧结过程中会对碳纤维造成损伤，影响复合材料力学性能。黄竑翔等[73]采用热压烧结工艺制备C/SiC复合材料，当烧结压力和温度分别为25 MPa和2100 ℃时，复合材料抗弯强度最高为80 MPa，由于高温高压过程中对纤维造成一定损伤，复合材料的抗弯强度与RMI工艺制备的C/SiC复合材料相差较多。

为了解决上述问题，科研人员通过引入纳米粉体和纳米纤维提高烧结活性，大幅降低烧结温度，实现低温热压烧结，从而减少纤维损伤。桂凯旋等[74-75]采用纳米ZrB_2粉体在1450 ℃低温热压烧结制备ZrB_2-SiC-C_{sf}复合材料，相较于传统热压烧结制备的ZrB_2基复合材料温度降低了约400 ℃。该材料具有非脆性断裂的特点，断裂功高达321 J/m^2，具有优异的抗热震性和良好的抗氧化性。通过低温热压烧结可以有效抑制纤维损伤，其临界热冲击温差高达741 ℃，几乎是报道的ZrB_2基超高温陶瓷的两倍。Liu等[76]采用墨水直写与低温热压相结合，在连续碳纤维/陶瓷坯体的直写过程中用陶瓷浆料浸渍连续碳纤维束，并结合随后的低温热压来提高其牢固性。制备的C/ZrB_2-SiC复合材料的抗弯强度、断裂韧度和断裂功分别达到388 MPa，10.04 MPa·m$^{1/2}$和2380 J/m^2。

此外，在浆料浸渍过程中粉末颗粒会堵塞预制体外层的孔隙，研究人员通过振动辅助等方式，改善了孔隙堵塞问题。Hu等[77-78]通过振动辅助浆料浸渍和低温(1450 ℃)热压技术，成功制备了高度均匀分布的C/ZrB_2-SiC复合材料，碳纤维和陶瓷基体界面清晰，无明显反应，碳纤维的损伤得到了有效抑制，抗弯强度和断裂韧度分别为(204±18) MPa和(5.34±0.13) MPa·m$^{1/2}$，是传统浆料浸渍热压法制备复合材料的两倍，且表现出良好的抗热震性和抗氧化性。

在热压烧结过程中，较高的烧结温度会引起纤维和陶瓷基体的反应，损伤纤维且产生较强的界面结合力，导致材料的脆性断裂。此外，较高的压力会对纤维造成物理损伤。目前，研究人员通过引入纳米粉体及浆料涂刷和振动辅助浸渍等工艺实现了低温热压致密化，在1700 ℃热压烧结制备ZrB_2-SiC-C_{sf}复合材料时，由于温度较高，碳纤维与陶瓷基体发生反应导致纤维表面出现凹坑(图3(a))，且产生强界面结合，导致碳纤维表面“脱皮”(图3(b))，最终导致材料的脆性断裂(断裂韧度为(4.50±0.13) MPa·m$^{1/2}$)。而在

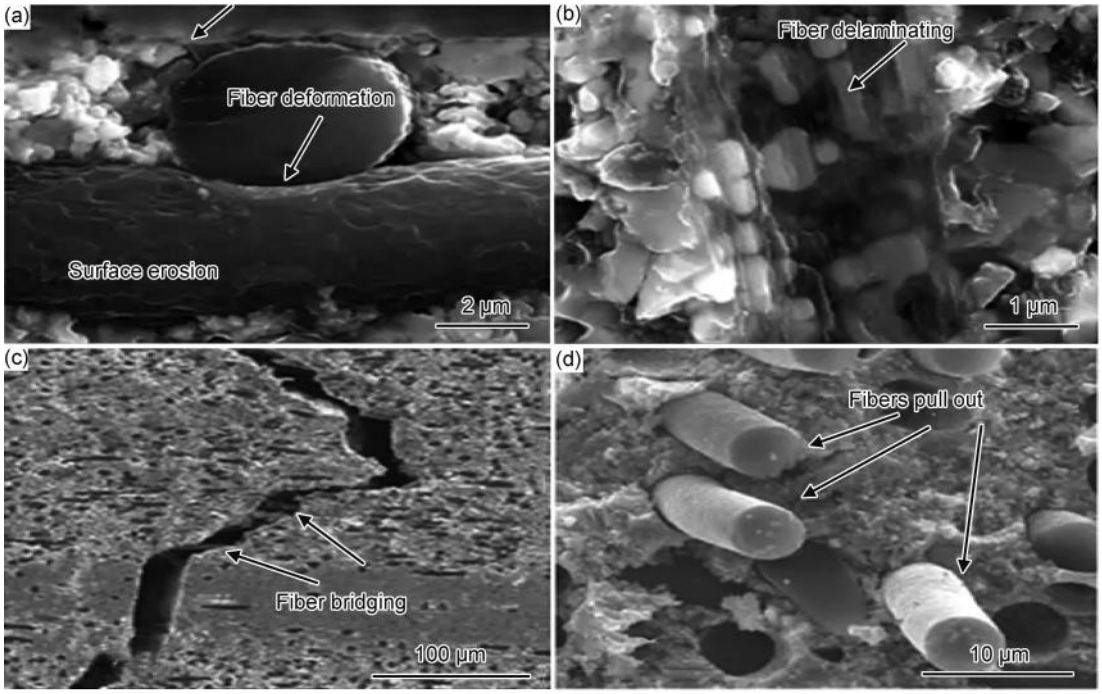


图 3 不同热压烧结温度制备 ZrB_2-SiC-C_{sf} 复合材料的 SEM 微观形貌[79]

(a),(b)1700 ℃;(c),(d)1450 ℃

Fig. 3 SEM morphologies of ZrB_2-SiC-C_{sf} composite by HP at different temperatures[79]

(a),(b)1700 ℃;(c),(d)1450 ℃

1450 ℃热压烧结时,纤维表面光滑平整(图 3(d)),材料在断裂过程中展现出明显的裂纹偏转(图 3(c)),表现出更高的断裂韧度((5.86±0.17) MPa·$m^{1/2}$)[79]。

SI-HP 工艺制备陶瓷基复合材料具有成本低、周期短等优势,但目前的工艺优化手段主要集中在高温高压损伤纤维问题上。面向热防护系统的大尺度及复杂形状构件,应开发新型组合工艺,如将增材制造技术与陶瓷制备工艺相结合,实现复杂结构的陶瓷基复合材料低成本、短周期制备。

4.2 Lanxide 工艺

1985 年,美国 Lanxide 公司发明了 Lanxide 工艺[80],该工艺具有工艺简单、成本低、效率高等特点,Lanxide 公司的制品已被广泛应用于汽车凸轮轴、钢包滑板、坦克防护装甲等。Lanxide 基体材料是陶瓷/金属复合材料,如 Al_2O_3/Al,AlN/Al,ZrO_2/Zr 等,其中以 Al_2O_3/Al 基复合材料为代表[81]。Aghajanian 等[82]通过 Lanxide 工艺制备的 Al_2O_3/Al 复合材料实际密度可达理论密度的 96%,在室温和高温的抗弯强度分别为 350 MPa 和 150 MPa,断裂韧度达 10 MPa·$m^{1/2}$。为了降低制备温度,通常会添加镁和硅在铝液中,在加热过程中,会起到烧结助剂作用。此外,金属往往不能完全氧化,因此会不可避免地残留少量金属,影响高温性能。目前,基体范围从最初的 Al_2O_3/Al 扩展到 Si_3N_4/Si,ZrB_2/Zr,TiB_2/Ti 及多元复合系材料 ZrB_2/ZrC/Zr 等。Aghajanian 等[83-84]用 Al-Si-Sr-Ni 合金在 1000 ℃氮气气氛下制备了 3 种复合材料,分别是无增强 AlN/Al 复合材料,AlN 颗粒增强复合材料 AlN_p/Al,TiB_2 片增强复合材料 TiB_2/AlN,其性能见表 2[83-84]。

表 2 AlN 基复合材料性能

Table 2 Properties of AlN matrix composites

Material	Young's modulus/GPa	Bending strength/MPa	Fracture toughness/(MPa·$m^{1/2}$)	Ref.
AlN	300	238	3.4	[83]
AlN/Al	280	398	9.5	
AlN_p/Al	247	291	6.3	
TiB_2/AlN	302	512	10.6	
SiC_f/Al_2O_3		489	27.8	[84]

4.3 组合工艺

上述各种工艺都有优点和缺点,单一工艺很难满足制备需求。因此,组合工艺已成为制备连续纤维增强陶瓷基复合材料的发展趋势之一。采用组合工艺制备连续纤维增强陶瓷基复合材料,将气相、液相和固相制备方法中的两种或两种以上进行组合,克服单一工艺的缺点,优化复合材料的结构和性能,缩短制

备周期、降低成本。目前连续纤维增强陶瓷基复合材料组合制备工艺有 CVI+PIP，CVI+RMI 和 PIP+RMI 等。CVI+PIP 组合工艺结合了两者的优点，工艺前期 CVI 快速致密化，后续由 PIP 工艺裂解产生的 SiC 填充 CVI 后基体内的残余孔隙，材料致密度进一步提高。He 等[85]采用 CVI+PIP 组合工艺制备了 C/ZrC 复合材料，由于高沉积效率大大缩短了制备周期，仅为 40 h，CVI 工艺优先填充束内的小孔，而 PIP 工艺优先填充束间的大孔，从而显著提高了复合材料的均匀性。在 CVI+RMI 组合工艺中采用 CVI 工艺对预制体进行预致密化处理，对纤维损伤较小，微观结构可控，均匀性较好，防止后续 RMI 过程中纤维和界面被侵蚀。Li 等[86]采用 CVI+RMI 组合工艺制备了 SiC/SiC-SiYC 复合材料，由于 Si-Y 合金具有良好渗透性，复合材料密度为 2.94 g/cm^3，孔隙率仅为 2.0%。在 1300 ℃的水氧环境中腐蚀 20 h 后，抗弯强度保持率为 114.2%。与 CVI 工艺相比，采用 PIP 工艺对预制体进行致密化处理，其工艺简单，对设备要求较低，PIP+RMI 组合工艺因快速高效而被广泛关注。Jiang 等[87]采用 PIP+RMI 组合工艺制备了 C/ZrC-SiC 复合材料，复合材料的抗弯强度为(101±8) MPa，弹性模量为(35.18±9.58) GPa，烧蚀实验中，复合材料的质量烧蚀率和线烧蚀率分别为 0.013 g/s 和 0.022 mm/s。上述组合工艺与 CVI，PIP 和 RMI 单一工艺相比，具有制备周期和成本明显降低、材料综合性能大幅提升的优势。

此外，增材制造技术通过逐层叠加原理整体成型复杂构件，具有工艺周期短、成本低、可自由设计等优点。将增材制造技术与陶瓷制备工艺相结合，简化纤维增强陶瓷基复合材料制备工艺，实现大型复杂结构的陶瓷基复合材料低成本、短周期制备。墨水直写具有设备简单、工艺可控及大尺寸成型等优点，在连续纤维增强陶瓷基复合材料成型工艺中展现巨大的应用前景。其通过沿着预设路径移动的喷嘴将陶瓷墨水和连续纤维共同挤出，用挤出的陶瓷墨水和纤维逐层叠加从而成型。但目前墨水直写所用的陶瓷墨水主要针对 SiC 陶瓷基体，还需积极开发设计其他陶瓷墨水。

5　总结与展望

近年来，航空航天领域的快速发展对高温结构材料的需求不断增加，连续纤维增强陶瓷基复合材料因其优异的性能已成为战略性热结构材料。随着连续纤维增强陶瓷基复合材料工程应用越来越广泛，低成本、高效率制备连续纤维增强陶瓷基复合材料已成为主要发展趋势，但低成本制备的连续纤维增强陶瓷基复合材料性能必定会受到一定影响，开展连续纤维增强陶瓷基复合材料低成本制备工艺的研发和改进是有必要的，基于此，本文提出以下建议：

(1)残余金属的有效控制。在 RMI 和 LANXIDE 工艺中往往会存在残余金属或合金，严重影响材料的高温性能。通过设计熔渗体系将残余金属转化为陶瓷相，提升复合材料高温性能，是目前仍需解决的问题。

(2)新型保护性界面的构筑。基于热压烧结的 SI-HP 和 NITE 工艺在高温高压烧结过程中会对纤维造成一定损伤，RMI 工艺中高温熔体会侵蚀纤维，影响复合材料的力学性能。通过熔盐法和 CVI 工艺等手段构筑超高温陶瓷界面和多层界面相，保护纤维，提升性能，延长复合材料使用寿命。

(3)陶瓷相含量和分布的精确控制。通过超声振动等分散技术与碳热还原和反应诱导相分离等手段控制基体的孔隙结构使陶瓷相均匀分布，是今后制备连续纤维增强陶瓷基复合材料的重要方向。

(4)组合工艺的研发。现有低成本工艺都有各自的局限性，如 RMI 纤维损伤，HP 难以制备大尺度及复杂形状构件。结合现有的低成本制备工艺优点，开发新型组合工艺，如将墨水直写或黏结剂喷射成型等增材制造技术与 RMI 和 HP 等陶瓷制备工艺相结合，实现复杂结构的陶瓷基复合材料低成本、短周期制备。

参考文献

[1] 张立同，成来飞. 连续纤维增韧陶瓷基复合材料可持续发展战略探讨[J]. 复合材料学报，2007，24(2)：1-6.
ZHANG L T，CHENG L F. Discussion on strategies of sustainable development of continuous fiber reinforced ceramic matrix composites[J]. Acta Materiae Compositae Sinica，2007，24(2)：1-6.

[2] 陈玉峰，洪长青，胡成龙，等. 空天飞行器用热防护陶瓷材料[J]. 现代技术陶瓷，2017，38(5)：311-390.
CHEN Y F，HONG C Q，HU C L，et al. Ceramic-based thermal protection materials for aerospace vehicles[J]. Advanced Ceramics，2017，38(5)：311-390.

[3] KRENKEL W，BERNDT F. C/C-SiC composites for space applications and advanced friction systems[J]. Materials Science and Engineering：A，2005，412(1)：177-181.

[4] YIN X W，CHENG L F，ZHANG L T，et al. Fibre-reinforced multifunctional SiC matrix composite materials[J]. International Materials Reviews，2017，62(3)：117-172.

[5] 张玉娣，张长瑞，周新贵，等. SiC 基陶瓷卫星反射镜研究进展[J]. 材料导报，2002，16(9)：37-39.
ZHANG Y D，ZHANG C R，ZHOU X G，et al. Development of SiC matrix ceramic satellite mirror[J]. Materials Reports，2002，

16(9):37-39.

[6] 张立同,成来飞,徐永东. 新型碳化硅陶瓷基复合材料的研究进展[J]. 航空制造技术,2003(1):24-32.
ZHANG L T, CHENG L F, XU Y D. Progress in research work of new CMC-SiC[J]. Aeronautical Manufacturing Technology, 2003(1):24-32.

[7] 王衍飞,刘荣军,张金,等. SiC_f/SiC陶瓷基复合材料制备技术研究进展[J]. 材料工程,1-46[2024-12-25]. http://kns.cnki.net/kcms/detail/11.1800.TB.20240913.1121.002.html.
WANG Y F, LIU R J, ZHANG J, et al. Research progress in preparation technology of SiC_f/SiC ceramic matrix composites[J]. Journal of Materials Engineering, 1-46[2024-12-25]. http://kns.cnki.net/kcms/detail/11.1800.TB.20240913.1121.002.html.

[8] YUTARO A, RYO I, KEN G, et al. Carbon fiber reinforced ultra-high temperature ceramic matrix composites: a review[J]. Ceramics International, 2019, 45(12):14481-14489.

[9] 周渭良,邬国平,谢方民,等. LSI低成本制备C_f/SiC复合材料工艺研究[J]. 兵器材料科学与工程,2012,35(2):58-60.
ZHOU W L, WU G P, XIE F M, et al. Loe-cost preparation process of C_f/C-SiC composites by LSI[J]. Ordnance Material Science and Engineering, 2012, 35(2):58-60.

[10] HUAND D, ZHANG M Y, HUANG Q Z, et al. Mechanical property, oxidation and ablation resistance of C/C-ZrB_2-ZrC-SiC composite fabricated by polymer infiltration and pyrolysis with preform of C_f/ZrB_2[J]. Journal of Materials Science & Technology, 2017, 33(5):481-486.

[11] 解齐颖,张祎,朱阳,等. 超高温陶瓷改性碳/碳复合材料[J]. 材料工程,2021,49(7):46-55.
XIE Q Y, ZHANG Y, ZHU Y, et al. Ultra-high temperature ceramics modified carbon/carbon composites[J]. Journal of Materials Engineering, 2021, 49(7):46-55.

[12] ZHONG H, WANG Z, ZHOU H J, et al. Properties and microstructure evolution of C_f/SiC composites fabricated by polymer impregnation and pyrolysis (PIP) with liquid polycarbosilane[J]. Ceramics International, 2017, 43(10):7387-7392.

[13] LI H B, ZHANG L T, CHENG L F, et al. Fabrication of 2D C/ZrC-SiC composite and its structural evolution under high-temperature treatment up to 1800 ℃[J]. Ceramics International, 2009, 35(7):2831-2836.

[14] DUAN L Y, ZHAO X, WANG Y G. Comparative ablation behaviors of C/SiC-HfC composites prepared by reactive melt infiltration and precursor infiltration and pyrolysis routes[J]. Ceramics International, 2017, 43(18):16114-16120.

[15] 余娟丽,王涛,吕毅,等. PIP法制备SiBN纤维增强氮化物陶瓷基复合材料Ⅰ——纤维和先驱体性能分析[J]. 宇航材料工艺,2015,45(3):19-23.
YU J L, WANG T, LV Y, et al. Continuous SiBN fiber reinforced nitride ceramic matrix composites fabricated by PIP Ⅰ-performance analysis of precursor and fibers[J]. Aerospace Materials & Technology, 2015, 45(3):19-23.

[16] TANG S F, HU C L. Design, preparation and properties of carbon fiber reinforced ultra-high temperature ceramic composites for aerospace applications: a review[J]. Journal of Materials Science & Technology, 2017, 33(2):117-130.

[17] 李国明,刘辉,迟伟东,等. 溶胶-凝胶法制备Zr-C/C复合材料及其烧蚀性能[J]. 宇航材料工艺,2010,40(5):60-64.
LI G M, LIU H, CHI W D, et al. Preparation of Zr-containing C/C composites by means of sol-gel method and its ablation properties[J]. Aerospace Materials & Technology, 2010, 40(5):60-64.

[18] 王群,王文忠,高钦,等. Lanxide技术合成AlN材料的反应过程及组织特征[J]. 无机材料学报,1997,12(1):105-109.
WANG Q, WANG W Z, GAO Q, et al. Reaction process and characteristics of microstructure of AlN composite synthesized by lanxide method[J]. Journal of Inorganic Materials, 1997, 12(1):105-109.

[19] WILSHIRE B, CARRENO F. Deformation and damage processes during tensile creep of ceramic-fibre-reinforced ceramic-matrix composites[J]. Journal of the European Ceramic Society, 2000, 20(4):463-472.

[20] WANG P R, LIU F Q, WANG H, et al. A review of third generation SiC fibers and SiC_f/SiC composites[J]. Journal of Materials Science & Technology, 2019, 35(12):2743-2750.

[21] KOHYAMA A. Advanced SiC/SiC composite materials for fourth generation gas cooled fast reactors[J]. Key Engineering Materials, 2005, 287:16-21.

[22] KATOH Y, DONG S M, KOHYAMA A. Thermo-mechanical properties and microstructure of silicon carbide composites fabricated by nano-infiltrated transient eutectoid process[J]. Fusion Engineering and Design, 2002, 61:723-731.

[23] VINCI A, ZOLI L, LANDI E, et al. Oxidation behaviour of a continuous carbon fibre reinforced ZrB_2-SiC composite[J]. Corrosion Science, 2017, 123:129-138.

[24] KIM C, GRUMMON D S. Processing and interface characteristics of graphite fiber reinforced tantalum carbide matrix composites[J]. Scripta Materialia, 1991, 25(10):2351-2356.

[25] XIAO K S, GUO Q G, LIU Z J, et al. Influence of fiber coating thickness on microstructure and mechanical properties of carbon fiber-reinforced zirconium diboride based composites[J]. Ceramics International, 2014, 40(1):1539-1544.

[26] VINCI A, ZOLI L, SCITI D, et al. Mechanical behaviour of carbon fibre reinforced TaC/SiC and ZrC/SiC composites up to 2100 ℃[J]. Journal of the European Ceramic Society, 2019, 39(4):780-787.

[27] 石林,闫联生,张强,等. 碳纤维增强超高温陶瓷基复合材料的研究进展[J]. 炭素,2021(1):36-42.
SHI L, YAN L S, ZHANG Q, et al. Research progress on carbon fiber reinforced ultra-high temperature ceramic matrix composites[J]. Carbon, 2021(1):36-42.

[28] LI Q G, DONG S M, WANG Z, et al. Fabrication of a ZrC-SiC matrix for ceramic matrix composites *via in-situ* reaction and its application[J]. Ceramics International, 2013, 39(1):877-881.

[29] SHEN X T, LIU L, LI W, et al. Ablation behaviour of C/C-ZrC composites in a solid rocket motor environment[J]. Ceramics International, 2015, 41(9):11793-11803.

[30] 仝永刚. Si-Zr二元系合金反应熔渗改性C/C复合材料及其性能研究[D]. 长沙:国防科学技术大学,2015.
TONG Y G. Preparation and properties of modified C/C composite by Si-Zr alloyed melt infiltration[D]. Changsha: National University of Defense Technology, 2015.

[31] LIU L, ZHANG L L, FENG W, et al. Microstructure and properties of C/C-SiC composites prepared by reactive melt infiltration at low temperature in vacuum[J]. Ceramics International, 2020, 46(6):8469-8472.

[32] GAO Y Q, LIU Y S, WANG J, et al. Formation mechanism of Si-Y-C ceramic matrix by reactive melt infiltration using Si-Y alloy and properties of C/Si-Y-C composites[J]. Ceramics International, 2020, 46(11):18976-18984.

[33] 严春雷,刘荣军,张长瑞,等. 气相渗硅制备C/SiC复合材料[J]. 航空制造技术,2014(6):66-71.
YAN C L, LIU R J, ZAHNG C R, et al. Preparation of C/SiC composites by gaseous Si infiltration[J]. Aeronautical Manufacturing Technology, 2014(6):66-71.

[34] WANG Y G, ZHU X J, ZHANG L T, et al. C/C-SiC-ZrC composites fabricated by reactive melt infiltration with $Si_{0.87}Zr_{0.13}$ alloy[J]. Ceramics International, 2012, 38(5):4337-4343.

[35] ZHU Y L, WANG S, CHEN H M, et al. Fabrication and characterization of 3-D C_f/ZrC composites by low-temperature liquid metal infiltration[J]. Composites Part B, 2014, 56:756-761.

[36] KUTEMEYER M, SCHOMER L, HELMREICH T, et al. Fabrication of ultra high temperature ceramic matrix composites using a reactive melt infiltration process[J]. Journal of the European Ceramic Society, 2016, 36(15):3647-3655.

[37] ZENG Y, XIONG X, WANG D N, et al. Infiltration mechanism and factors influencing carbon/carbon-Zr-Ti-C composites prepared by liquid metal infiltration[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2014, 214(12):3150-3157.

[38] 张莹,王雅雷,叶志勇,等. 低温反应熔渗制备C/C-SiC复合材料的微观结构和力学性能[J]. 应用技术学报,2018,18(4):317-323.
ZHANG Y, WANG Y L, YE Z Y, et al. Microstructure and mechanical properties of C/C-SiC materials fabricated by low-temperature reactive melt infiltration[J]. Journal of Technology, 2018, 18(4):317-323.

[39] WANG D, WANG Y J, RAO J C, et al. Influence of reactive melt infiltration parameters on microstructure and properties of low temperature derived C_f/ZrC composites[J]. Materials Science and Engineering: A, 2013, 568:25-32.

[40] FAN X M, DANG X L, MA Y Z, et al. Microstructure, mechanical and ablation behaviour of C/SiC-Si with different preforms[J]. Ceramics International, 2019, 45(17):23104-23110.

[41] 倪德伟,陈小武,王敬晓,等. C_f/ZrB_2-ZrC-SiC超高温陶瓷基复合材料的设计、制备及性能[J]. 硅酸盐学报,2018,46(12):1661-1668.
NI D W, CHEN X W, WANG J X, et al. Design, fabrication and properties of C_f/ZrB_2-ZrC-SiC ultra-high temperature ceramic matrix composites[J]. Journal of the Chinese Ceramic Society, 2018, 46(12):1661-1668.

[42] CHEN X W, FENG Q, KAN Y M, et al. Effects of preform pore structure on infiltration kinetics and microstructure evolution of RMI-derived C_f/ZrC-ZrB_2-SiC composite[J]. Journal of the European Ceramic Society, 2020, 40(7):2683-2690.

[43] CHEN X W, DONG S M, KAN Y M, et al. 3D C_f/SiC-ZrC-ZrB_2 composites fabricated *via* sol-gel process combined with reactive melt infiltration[J]. Journal of the European Ceramic Society, 2016, 36(15):3607-3613.

[44] CHEN X W, DONG S M, KAN Y M, et al. Microstructure and mechanical properties of three dimensional C_f/SiC-ZrC-ZrB_2 composites prepared by reactive melt infiltration method[J]. Journal of the European Ceramic Society, 2016, 36(16):3969-3976.

[45] YANG X, SU Z, HUANG Q Z, et al. Microstructure and mechanical properties of C/C-ZrC-SiC composites fabricated by reactive melt infiltration with Zr, Si mixed powders[J]. Journal of Materials Science & Technology, 2013, 29(8):702-710.

[46] HE Z J, LI C, QI J L, et al. Pre-infiltration and brazing behaviors of C_f/C composites with high temperature Ti-Si eutectic alloy[J]. Carbon, 2018, 140:57-67.

[47] SINGH M, BEHRENDT D R. Reactive melt infiltration of silicon-molybdenum alloys into microporous carbon preforms[J]. Materials Science and Engineering: A, 1995, 194(2):193-200.

[48] AOKI T, OGASAWARA T, OKUBO Y, et al. Fabrication and properties of Si-Hf alloy melt-infiltrated Tyranno ZMI fiber/SiC-based matrix composites[J]. Composites Part A, 2014, 66:155-162.

[49] SINGH M, BEHRENDT D R. Reactive melt infiltration of silicon-niobium alloys in microporous carbons[J]. Journal of materials research, 1994, 9(7):1701-1708.

[50] LI Z Q, LI H J, ZHANG S Y, et al. Effect of reaction melt infiltration temperature on the ablation properties of 2D C/C-SiC-ZrC composites[J]. Corrosion Science, 2012, 58:12-19.

[51] YIN X W, HE S S, ZHANG L T, et al. Fabrication and characterization of a carbon fibre reinforced carbon-silicon carbide-titanium silicon carbide hybrid matrix composite[J]. Materials Science and Engineering: A, 2010, 527(3):835-841.

[52] 冉丽萍,易茂中,王朝胜,等. 添加Al对MSI制备C/C-SiC复合材料组织和力学性能的影响[J]. 复合材料学报,2006,23(5):34-38.
RAN L P, YI M Z, WANG C S, et al. Influence of adding Al on the microstructure and mechanical properties of C/C-SiC composites fabricated by MSI[J]. Acta Materiae Compositae Sinica, 2006, 23(5):34-38.

[53] FAN S W, NING Y F, MA X, et al. Microstructure and mechanical properties of Fe-Si alloy modified C/C-SiC composites[J]. Ceramics International, 2019, 45(17):21579-21589.

[54] FAN S W, DU Y, HE L Y, et al. Microstructure and properties of α-$FeSi_2$ modified C/C-SiC brake composites[J]. Tribology International, 2016, 102:10-18.

[55] 徐永龙. C/C-Zr-Hf-Si复合材料的熔盐辅助反应熔渗制备技术研究[D]. 长沙:中南大学, 2022.
XU Y L. Fabrication of C/C-Zr-Hf-Si composites *via* molten-salt-assisted reactive melt infiltration[D]. Changsha: Central

South University, 2022.

[56] XU Y L, SUN W, XIONG X, et al. Chloride salt assisted reactive molten infiltration method for C_f-UHTCs and their unique microstructure[J]. Ceramics International, 2020, 46(5): 6424-6435.

[57] KONDO M, NAGASAKA T, XU Q, et al. Corrosion characteristics of reduced activation ferritic steel, JLF-1 (8.92Cr-2W) in molten salts Flibe and Flinak[J]. Fusion Engineering and Design, 2009, 84(7):1081-1085.

[58] KEISER J R, DEVAN J H, LAWRENCE E J. Compatibility of molten salts with type 316 stainless steel and lithium[J]. Journal of Nuclear Materials, 1979, 85:295-298.

[59] XU Y L, SUN W, MIAO C M, et al. Ablation properties of C/C-UHTCs and their preparation by reactive infiltration of K_2MeF_6 (Me = Zr, Ti) molten salt[J]. Journal of the European Ceramic Society, 2021, 41(11):5405-5416.

[60] SHEN Y Z, SUN W, XU Y L, et al. Structural characteristics and ablative behavior of YF_3 modified C/C-ZrC-SiC composites and their preparation by molten salt assisted reactive melt infiltration[J]. Journal of the European Ceramic Society, 2023, 43(4): 1303-1314.

[61] 冯志海,刘宇峰,张中伟,等. 一种基于熔融渗硅工艺的复合材料、碳/碳多孔体及其制备方法:CN201810699996.8[P]. 2018-11-13.
FENG Z H, LIU Y F, ZHANG Z W, et al. Preparing a carbon/carbon porous body used for preparing a composite material based on fused silicon infiltration technique: CN201810699996.8[P]. 2018-11-13.

[62] DONG S M, KATOH Y T, KOHYAMA A. Processing optimization and mechanical evaluation of hot pressed 2D Tyranno-SA/SiC composites[J]. Journal of the European Ceramic Society, 2003, 23(8):1223-1231.

[63] DONG S M, KATOH Y T, KOHYAMA A. Preparation of SiC/SiC composites by hot pressing, using Tyranno-SA fiber as reinforcement[J]. Journal of the American Ceramic Society, 2003, 86(1):26-32.

[64] SHIMODA K, HINOKI T, KATOH Y, et al. Development of the tailored SiC/SiC composites by the combined fabrication process of ICVI and NITE methods[J]. Journal of Nuclear Materials, 2009, 384(2):103-108.

[65] KOHYAMA A, KOHNO Y, KISHIMOTO H, et al. Industrialization of advanced SiC/SiC composites and SiC based composites; intensive activities at Muroran Institute of Technology under OASIS[C]//3rd International Congress on Ceramics. Osaka, Japan:ICC,2011:202002.

[66] NOZAWA T, OZAWA K, ASAKURA Y, et al. Evaluation of damage accumulation behavior and strength anisotropy of NITE SiC/SiC composites by acoustic emission, digital image correlation and electrical resistivity monitoring[J]. Journal of Nuclear Materials, 2014, 455(1):549-553.

[67] HINO T, HAYASHISHITA E, YAMAUCHI Y, et al. Helium gas permeability of SiC/SiC composite used for in-vessel components of nuclear fusion reactor[J]. Fusion Engineering and Design, 2005, 73(1):51-56.

[68] TERRANI K A, ANG C, SNEAD L L, et al. Irradiation stability and thermo-mechanical properties of NITE-SiC irradiated to 10 dpa[J]. Journal of Nuclear Materials, 2018, 499:242-247.

[69] SHIMODA K, PARK J S, HINOKI T, et al. Microstructural optimization of high-temperature SiC/SiC composites by NITE process[J]. Journal of Nuclear Materials, 2009, 386(30): 634-638.

[70] IDRIS M I, KONISHI H, IMAI M, et al. Neutron irradiation swelling of SiC and SiC_f/SiC for advanced nuclear applications[J]. Energy Procedia, 2015, 71:328-336.

[71] FITRIANI P, SHARMA A S, YOON D H. Effects of sintering additives on the microstructural and mechanical properties of the ion-irradiated SiC_f/SiC[J]. Journal of Nuclear Materials, 2018, 503:226-234.

[72] PARISH C M, TERRANI K A, KIM Y J, et al. Microstructure and hydrothermal corrosion behavior of NITE-SiC with various sintering additives in LWR coolant environments[J]. Journal of the European Ceramic Society, 2017, 37(4):1261-1279.

[73] 黄竑翔,王峰,贺智勇. 热压烧结工艺以及碳纤维含量对C/SiC复合材料性能的影响[J]. 机械工程材料,2022,46(6):44-48.
HUANG H X, WANG F, HE Z Y. Effect of hot pressing sintering process and carbon fiber content on properties of C/SiC composites[J]. Materials for Mechanical Engineering, 2022, 46(6): 44-48.

[74] HU P, GUI K X, HONG W H, et al. High-performance ZrB_2-SiC-C_f composite prepared by low-temperature hot pressing using nanosized ZrB_2 powder[J]. Journal of the European Ceramic Society, 2017, 37(6):2317-2324.

[75] HONG W H, GUI K X, HU P, et al. Preparation and characterization of high-performance ZrB_2-SiC-C_f composites sintered at 1450 ℃[J]. Journal of Advanced Ceramics, 2017, 6(2): 110-119.

[76] LIU Y, CHENG Y H, MA D H, et al. Continuous carbon fiber reinforced ZrB_2-SiC composites fabricated by direct ink writing combined with low-temperature hot-pressing[J]. Journal of the European Ceramic Society, 2022, 42(9):3699-3707.

[77] HU P, ZHANG D Y, DONG S, et al. A novel vibration-assisted slurry impregnation to fabricate C_f/ZrB_2-SiC composite with enhanced mechanical properties[J]. Journal of the European Ceramic Society, 2019, 39(4):798-805.

[78] ZHANG D Y, HU P, DONG S, et al. Oxidation behavior and ablation mechanism of C_f/ZrB_2-SiC composite fabricated by vibration-assisted slurry impregnation combined with low temperature hot pressing[J]. Corrosion Science, 2019, 161:108181.

[79] 桂凯旋,刘方瑜,王刚,等. ZrB_2-SiC-C_{sf}超高温陶瓷复合材料碳纤维损伤抑制研究[J]. 人工晶体学报,2018,47(2):418-423.
GUI K X, LIU F Y, WANG G, et al. Inhibited degradation of carbon fibers in ZrB_2-SiC-C_{sf} ultra-high temperature ceramic composites[J]. Journal of Synthetic Crystals, 2018, 47(2):418-423.

[80] URQUHART A W. Novel reinforced ceramics and metals: a review of Lanxide composite technologies[J]. Materials Science and Engineering: A, 1991, 144(1):75-82.

[81] 赵敬忠,金志浩. Lanxide陶瓷基复合材料的研究进展[J]. 硅酸盐通报,2002(6):46-52.
ZHAO J Z, JIN Z H. Progress in Lanxide ceramic matrix composites[J]. Bulletin of the Chinese Ceramic Society, 2002(6): 46-52.

[82] AGHAJANIAN M K, MACMILLAN N H, KENNEDY C R, et al. Properties and microstructures of Lanxide Al_2O_3-Al ceramic composite materials[J]. Journal of Materials Science, 1989, 24(2):658-670.

[83] FAREED A S, SONUPARLAK B, LEE C T, et al. Mechanical properties of 2-D nicalon fiber-reinforced LANXIDE aluminum oxide and aluminum nitride matrix composites[J]. Ceramic Engineering and Science Proceedings, 1990,7:782-794.

[84] AGHAJANIAN M K, BIEL J P, SMITH R G. AlN matrix composites fabricated *via* an infiltration and reaction approach[J]. Journal of the American Ceramic Society, 1994, 77(7): 1917-1920.

[85] HE Q C, LU J H, WANG Y W, et al. Effects of joint processes of CLVD and PIP on the microstructure and mechanical properties of C/C-ZrC composites[J]. Ceramics International, 2016, 42(15):17429-17435.

[86] LI J X, LIU Y S, HE F, et al. Preparation and properties of SiC/SiC-SiYC with excellent water-oxygen corrosion resistance [J]. Journal of the European Ceramic Society, 2023, 43(14): 6606-6611.

[87] JIANG J M, WANG S, LI W, et al. Preparation of 3D C_f/ZrC-SiC composites by joint processes of PIP and RMI[J]. Materials Science and Engineering: A, 2014, 607:334-340.

基金项目:国家自然科学基金项目(92060202)
收稿日期:2024-07-22;**修订日期**:2024-10-17

通讯作者:刘永胜(1975—),男,教授,博士,研究方向为抗水腐蚀/高导热陶瓷基复合材料、陶瓷材料的增材制造技术及陶瓷/陶瓷基复合材料超快激光加工技术等,联系地址:陕西省西安市碑林区友谊西路127号西北工业大学超高温结构复合材料重点实验室(710072),E-mail:yongshengliu@nwpu.edu.cn

(本文责编:齐书涵)

第53卷 第1期 材 料 工 程 Vol. 53 No. 1
2025年1月 第28－44页 Journal of Materials Engineering Jan. 2025 pp. 28－44

引用格式：裴会平，刘冬，姚利盼，等. Ti_2AlNb合金研究进展及在航空发动机上应用可行性分析[J]. 材料工程，2025，53(1)：28-44.
PEI Huiping，LIU Dong，YAO Lipan，et al. Research progress of Ti_2AlNb alloy and feasibility analysis of its application in aero engines[J]. Journal of Materials Engineering，2025，53(1)：28-44.

Ti_2AlNb合金研究进展及在航空发动机上应用可行性分析

Research progress of Ti_2AlNb alloy and feasibility analysis of its application in aero engines

裴会平[1]，刘 冬[2]，姚利盼[3*]，邵天敏[1]，刘巧沐[4]，刘亮亮[2]，陈乾明[4]
（1 清华大学 高端装备界面科学与技术全国重点实验室，北京 100084；2 中国科学院金属研究所 轻质高强材料研究部，沈阳 110016；3 北京航空航天大学 能源与动力工程学院，北京 100191；4 中国航发四川燃气涡轮研究院先进动力总体部，成都 610500）
PEI Huiping[1]，LIU Dong[2]，YAO Lipan[3*]，SHAO Tianmin[1]，LIU Qiaomu[4]，LIU Liangliang[2]，CHEN Qianming[4]
（1 State Key Laboratory of Tribology in Advanced Equipment，Tsinghua University，Beijing 100084，China；2 Lightweight and High Strength Material Research Department，Institute of Metal Research，Chinese Academy of Sciences，Shenyang 110016，China；3 School of Energy and Power Engineering，Beihang University，Beijing 100191，China；4 Advanced Power General Department，AECC Sichuan Gas Turbine Establishment，Chengdu 610500，China）

摘要：Ti_2AlNb合金优良的综合高温性能使其有望取代部分镍基合金，作为航空发动机关键结构材料实现发动机自身减重。针对未来高性能航空发动机轻量化设计需求，结合统计对比、对照实验、有限元仿真分析等方法，从材料特性、合金冷/热加工工艺性能、减重收益等方面分别进行分析，讨论该合金在航空发动机中应用的优势、潜力以及仍需解决的问题。分析结果表明，该合金在减重方面优势显著，且较好地实现了强度、韧性和塑性的综合匹配，无明显短板；具有可接受的冷、热加工性能，通过变形、铸造等方式均可制备工程可用的大规格零件；应用于机匣等静子件可在镍基高温合金基础上减重35.3%，应用于整体叶盘/轮盘等转子件可在镍基高温合金基础上减重37.3%。

关键词：Ti_2AlNb；航空发动机；减重；材料特性；加工工艺
doi：10.11868/j.issn.1001-4381.2024.000183
中图分类号：TG176 **文献标识码**：A **文章编号**：1001-4381(2025)01-0028-17

Abstract: The excellent comprehensive high-temperature performance of Ti_2AlNb alloy makes it a potential substitute for some nickel-based alloys, serving as a key structural material for weight reduction in aviation engines. In response to the lightweight design requirements of future high-performance aviation engines, a combination of statistical comparison, control experiments, finite element simulation analysis, and other methods are used to analyse the material properties, alloy cold/hot processing performance, weight reduction benefits, *etc*. The advantages, potential, and remaining issues of the alloy's application in aviation engines are discussed. The analysis results indicate the feasibility of using Ti_2AlNb alloy in aviation engines, with significant advantages in weight reduction: the alloy achieves a good balance of

strength, toughness, and plasticity without obvious shortcomings; it has acceptable cold and hot processing performance, and can obtain engineering-sized parts through deformation, casting, and other methods; its combustion resistance is superior to traditional titanium alloys; when applied to static components such as casings, it can achieve a weight reduction of 35.3% compared to high-temperature alloys, and when applied to integral blade/disks and rotor components, it can achieve a weight reduction of 37.3% compared to nickel-based high-temperature alloys.

Key words: Ti_2AlNb; aero engine; weight reduction; material property; process technology

钛合金比强度远高于铁基和镍基高温合金，是理想的航空发动机材料。自20世纪50年代钛合金进入工业化应用以来，研究人员通过对成分和加工工艺的优化，不断提高钛合金的使用温度，目前钛合金在航空发动机中的服役温度已经达到600 ℃[1-2]。为继续提高钛合金的使用温度，钛铝系金属间化合物（如γ-TiAl，Ti_3Al，Ti_2AlNb等）由于金属键和共价键的共同作用，使其具有更优异的高温强度、抗氧化性和抗蠕变性能，成为了高温结构材料领域的研究热点[3-6]。然而，钛铝系金属间化合物较低的塑性和断裂韧度严重限制了其在航空航天领域作为重要结构件的应用，目前仅γ-TiAl在国外先进民用航空发动机低压涡轮叶片上获得应用。相比于γ-TiAl合金，Ti_2AlNb合金显著改善了塑性和断裂韧度[7-8]，具有与镍基高温合金相当的高温强度，密度相比于后者下降了约40%，更容易被加工成大规格零件和复杂零件，在航空发动机机匣、转子等重要零件上应用，可获得可观的减重效果，成为取代传统镍基高温合金的候选材料之一[9]。

Ti_2AlNb合金研究成果包括：主要组成相（β/B2，α_2，O）和亚稳相（ω）特性、Ti-（22，23，25，27）Al-xNb伪相图、主要元素（Al，Nb，Mo等）作用、主要组成相间的转变机制、不同形态组织形成条件和性能、不同制备工艺下合金特性等[5]。目前，Ti_2AlNb合金研究不足之处包括有序无序转变动力学和成分对相变动力学或生长动力学影响[10]、合金成分设计及内部微结构（β/B2，α_2，O）优化和全面评估其对变形行为影响[4]等，研究热点是新型制备工艺如增材制造等对Ti_2AlNb合金非平衡相变、组织、性能的系统性研究[11]及Ti_2AlNb合金与同种或异种合金连接问题。尽管Ti_2AlNb合金已成为航空发动机高温结构材料的热点，但目前实际应用案例却鲜有报道。笔者参与的Ti_2AlNb构件试制研究工作中，Ti_2AlNb合金代替镍基高温合金作为压气机后面级机匣等静子件，已通过整机地面考核验证；作为压气机后面级转子件，已经通过零件考核验证。与传统金属合金相比，Ti_2AlNb合金作为金属间化合物具有更优异的高温强度、抗氧化性和抗蠕变性能，仍在塑性、断裂韧度、缺口敏感性等方面表现出金属陶瓷的材料属性和特点，这也是Ti_2AlNb合金实际应用中令人担忧的问题。本文针对航空发动机关键结构材料需求，从材料特性、加工性能等角度全面分析该合金在发动机中应用的可行性，并针对某发动机关键零组件开展设计分析、对比合金带来的减重收益。

1　材料特性分析

1.1　合金晶体结构

Ti_2AlNb合金的显微组织由β/B2相、O相和α_2相组成，它们的晶体结构参数汇总于表1[5]，其中B2相、α_2相和O相的晶体结构如图1所示[12]。

表1　Ti_2AlNb合金的相结构参数[5]

Table 1　Phase structure parameters of Ti_2AlNb alloy[5]

Phase	Crystal Structure	Structure symbol	Space group	Lattice constant /nm		
				a	*b*	*c*
B2	Ordered BCC	B2	$Pm\bar{3}m$	0.322	0.322	0.322
β	Disordered BCC	A2	$Im\bar{3}m$	0.331	0.331	0.331
α_2	Ordered HCP	$D0_{19}$	$P63/mmc$	0.576	0.576	0.466
O	Orthorhombic		$Cmcm$	0.609	0.957	0.467

Ti_2AlNb合金的高温相为β/B2相。其中，B2相为有序体心立方（BCC）结构，β相为无序BCC结构，两者会随着合金成分和热处理温度不同而转化，属于塑性相。随温度降低，α_2相从β/B2相中析出，其化学成分为Ti_3Al，其有序的密排六方结构的滑移系有限，属于脆性相。α_2相在低Nb元素的Ti_2AlNb合金中含量较高，但由于其稳定性高，在高Nb元素的Ti_2AlNb合金中也可以稳定存在。随Nb元素含量提高，Ti_3Al进一步有序化形成正交结构的Ti_2AlNb（O相），因此Ti_2AlNb合金也被称为O相合金。与常规的α_2相和B2相基体相比，O相具有良好的抗蠕变性、高温稳定性和强化效果优异等诸多优点[13]，在提供强化效应的同时，对合金塑性和韧性的损伤较小，是降低合金本征脆性的关键组成相[14-15]。

1.2　合金组织结构

Ti_2AlNb合金具有四种典型的组织形貌，包括等

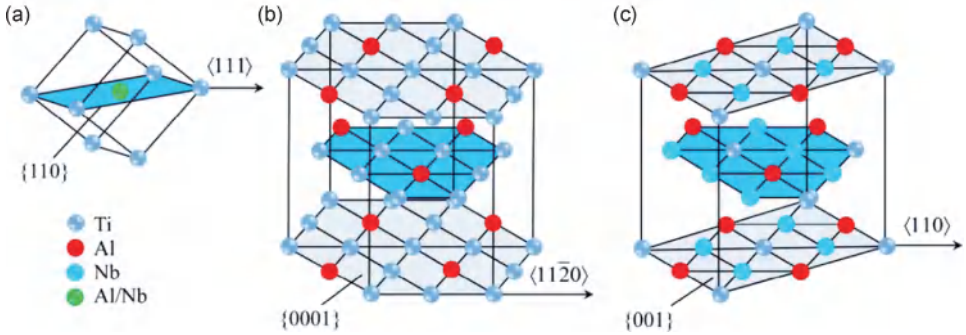


图 1 Ti_2AlNb 合金各相的晶体结构[12] (a)B2 相;(b)α_2 相;(c)O 相

Fig. 1 Crystal structure of Ti_2AlNb alloy[12] (a)B2 phase;(b)α_2 phase;(c)O phase

轴、双态、网篮和魏氏,如图 2(a)~(d)所示[16]。Ti_2AlNb 合金等轴组织可以经过等温锻造得到,等轴相由 α_2+rim-O 组成。由于等轴 α_2/O 相在较高温度下相对不稳定,因此具有等轴 α_2/O 组织的合金不适用于中高温长期使用。当 Ti_2AlNb 合金的终锻温度为 β/B2 单相区,可得到网篮组织。若想得到魏氏组织,则需要在 β/B2 单相区保温,并以较慢的冷却速度(炉冷等)冷至 600 ℃以下。Hagiwara 等[17]研究发现层状 O 相与 B2 基体之间的界面呈共格关系,特别是在较慢的冷却速度下,片层 O 相和晶界 α_2 相将发生明显的粗化,这种微观组织形貌会严重降低材料的力学性能,因此在热机械加工和热处理过程中应避免这种组织形貌的出现。

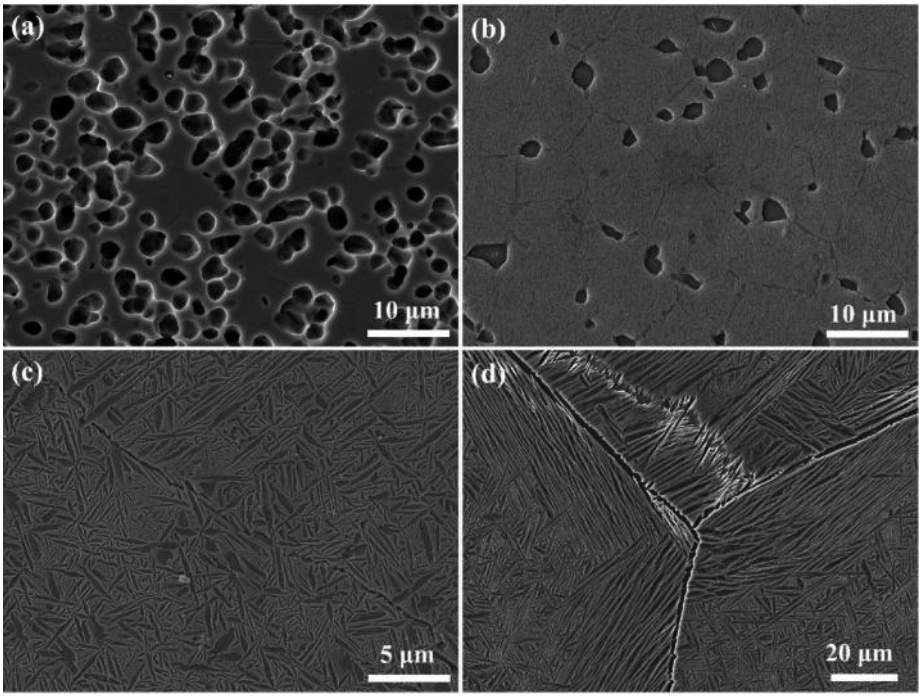


图 2 Ti_2AlNb 合金经过不同的加工工艺后得到的典型组织[16]

(a)等轴组织;(b)双态组织;(c)网篮组织;(d)魏氏组织

Fig. 2 Typical microstructure of Ti_2AlNb-based alloy after different processing processes[16]

(a)equiaxed;(b)bimodal;(c)basket-waves;(d)Widmanstatten

双态组织可以认为是基体中初生等轴或片层 α_2/O 相和次生针状 O 相的组合,如图 2(b)所示。这种双态组织可以通过调控热机械加工且匹配相对应的热处理工艺来获得。例如,合金在(α_2+β/B2)高两相区进行固溶处理时,即比 β/B2 相转变温度低约 20 ℃,此时在晶界处形成的 α_2 相可以抑制 β/B2 晶粒的生长,从而避免 β/B2 相发生粗化而降低合金的力学性能。大量研究表明,Ti_2AlNb 合金的力学性能与组织形貌之间存在密切的关联性。例如,具有等轴组织的 Ti_2AlNb 合金具有良好的室温塑性,但其抗蠕变性能和高温强度较差。板条组织尽管可以提高 Ti_2AlNb 合金的抗蠕变性能,但却降低了合金的室温塑性。双态

组织结合了上述两种组织的优点，通常可以获得较好的综合力学性能。

1.3　力学性能分析

Ti_2AlNb合金较好地实现了物理和力学性能的良好匹配，弥补了近α型钛合金高温性能的不足，改善了同为Ti-Al金属间化合物γ-TiAl存在的脆性问题。本节从该合金潜在服役的航空发动机工况和零部件出发，重点关注和讨论拉伸、疲劳和断裂等主要性能。

比强度是航空发动机轻量化设计关键选材考虑因素。Ti_2AlNb合金具有显著优于镍基高温合金的比强度（以600 ℃为例，其比强度是GH4169的1.13倍），见图3(a)[5]。Ti_2AlNb合金对比常见的航空发动机金属材料在1000 ℃以下具有最低的线性热膨胀系数（LTEC），见图3(b)[5]。较低的热膨胀系数有利于发动机结构设计时降低间隙余量，提高发动机工作效率。尤其是面对摩擦可能导致的钛火时，相同间隙余量情况下，较低的热膨胀系数会降低产生钛火的风险。图4为Ti_2AlNb与其他合金屈服强度对比[18]，由图4可知，Ti_2AlNb的室温拉伸屈服强度虽然略低于GH4169，但其在中、高温段（400～800 ℃）展现出相当甚至优于典型镍基高温合金的强度性能。因此，该合金因高比强度在500～700 ℃区间取代镍基高温合金的减重优势明显。

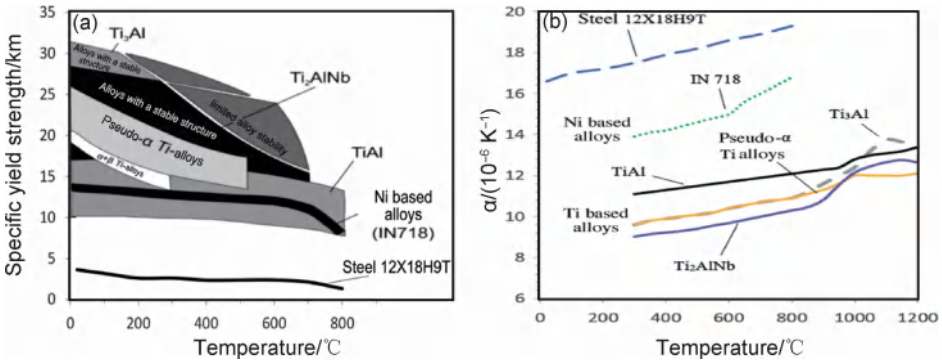


图3　Ti_2AlNb合金与其他合金比强度(a)和线性热膨胀系数(b)对比[5]

Fig. 3　Comparison of specific yield strength (a) and linear thermal expansion coefficient (LTEC) (b) of Ti_2AlNb alloy with other alloys[5]

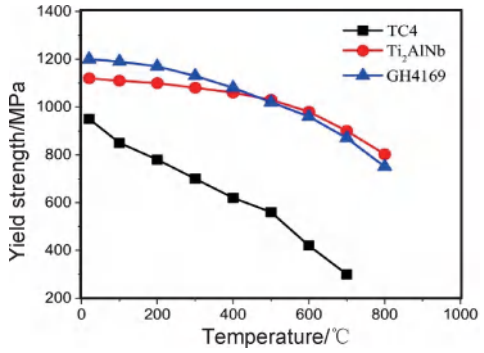


图4　Ti_2AlNb与其他合金屈服强度对比[18]

Fig. 4　Comparison of yield strength of Ti_2AlNb with other alloys[18]

Ti_2AlNb合金可潜在用作机匣、叶片类或轮盘类等关键零件，除了拉伸强度外，还应关注其高周、低周疲劳性能以及低周保载疲劳性能。对Ti_2AlNb合金疲劳行为产生影响因素包括合金成分、显微组织以及表面状态等。已有研究表明，Ti_2AlNb合金的高周疲劳强度优于近α型钛合金[19]；而O相析出会使得合金低周疲劳极限提高[20]；此外，已有研究也表明，可以通过表面强化等手段提高疲劳极限和疲劳寿命[21]。从公开报道的研究来看，相较其他合金，Ti_2AlNb合金在疲劳性能方面未见明显的不足，但是关于其保载疲劳的研究仍需加强。

对于航空发动机关键结构件，损伤容限设计是目前广为接受的结构设计理论。损伤容限设计思想兼顾了材料的静强度、疲劳性能和断裂性能，在考虑合金强度的同时，要求合金具有较高的断裂韧度，以确保构件服役过程中的可靠性。高的断裂韧度意味着长的疲劳裂纹扩展寿命，一定的裂纹扩展寿命可保证轮盘不容易出现突然破裂。设计所希望Ti_2AlNb合金的室温断裂韧度要达到40 MPa·$m^{1/2}$以上。然而，Ti_2AlNb作为一种金属间化合物，Ti_2AlNb合金具有本征脆性，即断裂韧度较差[22]。Ti_2AlNb合金的室温断裂韧度一般在30 MPa·$m^{1/2}$以下[23]，低于传统钛合金（Ti60，TC4和IN718合金的室温断裂韧度分别为41.3，50 MPa·$m^{1/2}$和100 MPa·$m^{1/2}$以上[24]）；钢铁研究总院的王红卫等研发的Ti_2AlNb合金实现了40～50 MPa·$m^{1/2}$高断裂韧度[25]，该性能优于已服役于国产先进航空动力的Ti60合金，这对于Ti_2AlNb合金的工程应用具有很强的支撑作用。当前提升Ti_2AlNb合金断裂韧度研究主要从成分和组织两方面入手。在成分调整方面，随Al含量增加Ti_2AlNb合金断裂韧度断口

由韧性断裂特征向脆性的解理形式特征转变，这可能与Al元素对基体的固溶强化作用有关。王红卫等正是降低了Ti-22Al-25Nb合金中Al元素含量，使得其断裂韧度大幅提升。但降低Al含量会降低合金的持久和抗氧化性能，因此应严格控制Al含量最低值。在组织调整方面，Zhang等[26]认为晶界O相、亚晶界O相、晶内粗大O相板条和晶内针状O相对裂纹扩展阻碍能力依次降低，多尺寸O相Ti-22Al-25Nb合金断裂韧度可达39.1 MPa·$m^{1/2}$；Xue等[27]提出裂纹扩展与B2相晶粒取向相关，改变B2相晶粒取向可提高Ti_2AlNb合金断裂韧度。总的来看，Ti_2AlNb合金经成分和组织调整后已可初步满足使用需求。但关于Ti_2AlNb合金在室温和高温下断裂机制的研究与报道仍较为有限。此外，合金在变形过程中各组成相的滑移变形机制与交互作用仍有待进一步澄清。因此，研究Ti_2AlNb合金的显微组织特征与断裂韧度之间的关系并阐明其在室温和高温下的断裂机制可以从根源上为这类材料提供有效的增韧策略，进一步发挥该材料作为重要结构件在高温领域的应用。另外，由于Ti_2AlNb合金复杂的相组成（通常包括β/B2相、O相和α_2相），以及合金的力学性能对显微组织较为敏感，较小的显微组织特征差异将会造成力学性能的显著变化。为了使Ti_2AlNb合金获得优异的强度、韧性和塑性的综合匹配，开展Ti_2AlNb合金的强韧化机制研究，明晰此类合金在热加工和热处理过程中的组织演变特点和规律，掌握合金微观组织结构对合金宏观力学性能的影响机制是本领域未来研究重点内容。

1.4 抗氧化与耐腐蚀性

发动机服役条件苛刻，除满足力学性能指标外，还需考虑到高温乃至高盐条件下的抗氧化、抗腐蚀性能。研究发现，Ti_2AlNb合金高温氧化初期表面先转变为O相，后转变为α_2相，当α_2晶格吸收O原子达到饱和度上限后，分解形成氧化物层[28]。Ti_2AlNb合金高温氧化膜的主要组成相一般是TiO_2，$AlNbO_4$，并含有少量Al_2O_3和Nb_2O_5。四方晶系金红石结构的TiO_2为表面疏松多孔的形貌，致密性较差；六方结构的Al_2O_3微观组织致密，能有效隔绝空气，改善抗氧化性。尽管热力学条件上Al_2O_3和TiO_2的自由生成能很接近，但是Ti氧化动力学特性由于Al，使得Ti_2AlNb合金在高温氧化初期表面形成TiO_2并向基体内部生长。Nb元素掺杂提高了TiO_2形成时的氧分压，并降低了TiO_2中离子扩散系数，提高抗氧化能力；而过多的Nb含量也容易生成疏松粗大的$AlNbO_4$和易裂纹、鼓泡的Nb_2O_5，降低Ti_2AlNb合金抗氧化能力[29]。Ti-22Al-24Nb-0.5Mo（TAN-2）合金650 ℃等温氧化增重实验表明，该合金150 h内平均氧化速率0.020 g/(m^2·h)，满足HB52528—2000中0.1 g/(m^2·h)完全抗氧化标准[30]。为进一步提高Ti_2AlNb合金抗氧化性，还可采用合金化和表面处理等改性手段。Li等[31-32]通过第一性原理计算表明，经Si，Sc，V，Cr，Mn，Fe，Y，Zr，Mo，Hf，Ta和W元素掺杂后Ti_2AlNb合金表面更稳定，Nb被Sc，Zr，Hf替代有利于抑制氧化物剥落，提高抗氧化性。张明达等[33]通过Ti_2AlNb合金氧化实验证明，Mo元素引起合金750 ℃以上抗氧化性能降低，而Zr和W元素对不同氧化层的协同抑制作用提高了合金抗氧化性。Ti_2AlNb合金Cr-Y涂层[34]，Al/Cr涂层[35]及TiAl涂层[36]氧化实验表明，涂层保护也可大大提高Ti_2AlNb合金抗氧化性。

与单纯高温氧化相比，模拟海洋环境的高温热盐和高温热盐-水汽协同腐蚀会严重威胁Ti_2AlNb合金的服役寿命。Ti_2AlNb合金在550 ℃下表现出优异抗热盐腐蚀能力，650 ℃下表现出良好抗热盐腐蚀能力，而750 ℃下抗热盐腐蚀能力大大降低[37]。杨琦等[38]采用强脉冲电子束对Ti_2AlNb合金表面改性，结果表明辐照样品在3.5%NaCl溶液样品中腐蚀电流密度降低一个数量级。

综上所述，Ti_2AlNb合金在650 ℃表现出良好的高温抗氧化和抗热盐腐蚀能力，在更高温度长期或热盐-水汽等恶劣服役环境使用时需要采取合金化或表面处理手段提高抗氧化、抗腐蚀能力。

1.5 阻燃性能

钛合金在航空发动机上的使用，需要特别关注“钛火”问题[39]，Ti_2AlNb合金也不例外。航空发动机“钛火”的易发性是钛的物理化学特性与其在发动机中的工作模式/环境共同决定的。首先，相比镍基、铁基等合金，钛合金具有非常低的热导率、高的氧化反应热、高的燃烧温度、点燃温度小于熔化温度、随氧气压力增加着火温度迅速降低、氧化物的蒸发温度低于基体等热力学特点，使得钛合金具有易发生“爆燃”的特点。钛具有远高于其他金属元素的热敏感性（定义为金属比热的导数与热导率的比值），这意味着钛零件局部加热至燃点的速率非常高。除材料特性的因素外，钛合金在航空发动机中一般被用在极小工作间隙下（0～0.5 mm）、处于高温（几十到数百摄氏度）、高压（常压到几十个大气压）、高速气流环境中的转、静子关键零部件上，在飞机机动飞行、加减速等瞬态过程或其他异常情况导致的转、静子位置不匹配或变形不协调时，不可避免发生转静子径向碰磨，造成涂层磨损、零部件损伤、发动机性能衰退、转子系统振动特性变化，甚至产生大量摩擦热点燃钛合金[40]。Ti_2AlNb

合金中仍存在相当比例的钛，且被用于气流压力和温度更高的环境，因此，针对Ti_2AlNb的着火问题仍需要持续关注和研究。

由于钛火成因的复杂性，目前国内并无衡量钛合金阻燃性能的国家标准。现有测试钛合金阻燃性能的方法包括基于摩擦氧浓度法的行业标准HB 20541—2018，以及模拟其他产生“钛火”工况的滴液法、激光法、碰撞摩擦法等。邱越海等[41]采用高温高速点燃法研究了Ti-24Al-15Nb-1Mo合金在220～380 m/s气流环境中起燃行为，结果表明，该合金在气体流速240～340 m/s区间发生起燃，而低流速下由于表面氧浓度低于临界值，高流速下由于对流散热影响合金并未起燃。常用Ti_2AlNb合金成分与Ti-24Al-15Nb-1Mo成分接近且Nb含量更高，参考Ti-24Al-15Nb-1Mo合金起燃实验可推测，Ti_2AlNb合金起燃条件窗口较窄，较低、较高气体流速均不利于合金起燃，合金有较好阻燃特性。

在航空发动机实际服役条件下，从高压压气机前几级往后，气流压力与温度会落在易使传统钛合金着火的范围内[42]。从热力学角度讲，钛铝系金属间化合物由于共价键的存在，其反应放热远低于传统钛合金；从动力学角度讲，铝含量的增加有利于更多致密Al_2O_3氧化膜的形成，减少氧气输送。上述两方面原因使得Ti_2AlNb合金的抗氧化、阻燃特性优于传统钛合金。因此，采用阻燃性更好的Ti_2AlNb合金将比一般钛合金获得更佳的安全冗余度。此外，从作者参与的发动机研究项目来看，Ti_2AlNb合金用于压气机后段机匣，在发动机转静子发生连续碰磨后未见燃烧迹象。然而，Ti_2AlNb的“钛火”问题仍需要持续关注和研究，尤其将该合金用于航空发动机高压压气机后面级时，发生“钛火”的风险仍可能存在。因此，还应通过模拟工况下的高速摩擦实验研究，进一步探明Ti_2AlNb合金在发动机中的着火边界和安全使用范围，为该合金在发动机上的可靠服役提供更多支撑。

2　加工工艺性能分析

材料的加工工艺性涉及材料的物理、化学、力学等多个方面，是指材料在加工过程中所表现出的特性，包括可加工性、可塑性、可焊性、可切削性、耐磨性、热处理性等。材料的加工性能不仅影响发动机性能，也会直接或间接对质量、生产效率和成本产生影响。Ti_2AlNb合金的加工工艺特点主要包括：

(1)变形抗力大，动态再结晶能力差，易开裂，对锻压等设备的吨位要求高；

(2)工艺窗口窄，成分/组织均匀性/缺陷敏感度高，对变形和热处理相关工艺参数敏感，性能分散度大；

(3)组成元素熔点、密度差异大，易出现偏析、孔隙、粗大组织以及铸造和焊接裂纹。

2.1　制备方法与力学性能

美国通用电气公司于1991年申请了第一个Ti_2AlNb合金的相关专利，专利内容涉及高Nb含量Ti_2AlNb合金的研发与制备，并利用该合金试制了多种航空发动机的零部件。随后，Boehlert团队[43-45]研制出Ti_2AlNb合金的全流程制备技术，对合金的熔炼、锻造、轧制以及热处理等工艺进行了探索，分析了热加工工艺对合金显微组织以及力学性能的影响，并对合金中各组成相之间的关系和显微组织对力学性能的影响机制进行了初步的分析，为Ti_2AlNb合金的工业化和批量化制备奠定了基础。日本国立材料研究所的Emura等[46]开展了Ti_2AlNb合金的强韧化研究工作。首先利用α_2相对晶粒生长的抑制作用，将Ti-22Al-27Nb合金的B2晶粒尺寸控制在8～49 μm范围内，随后通过添加V，W和Mo等元素来取代部分Nb元素，在降低合金成本的同时，有效提高了合金的室温强度和蠕变强度。此外，通过添加适量的B元素，使晶界处聚集TiB颗粒，起到细化晶粒的目的，进而有效地提高合金室温性能。Illarionov等[5]系统总结了俄罗斯Ti_2AlNb合金相关研制工作，并认为Ti_2AlNb合金展示出优良的室温及高温性能。

我国在Ti_2AlNb合金的探索和研究方面基本与欧美发达国家同步。目前，Ti_2AlNb合金正逐步从实验室研究向工业化生产的转变。现已成功制备出成分精准以及合金元素分布均匀的大尺寸合金铸锭，并可加工出具有不同规格和尺寸的棒材、饼坯、板材和环形锻件等。目前国内具有自主研发的Ti_2AlNb合金的单位主要为北京钢铁研究总院和中国科学院金属研究所。其中，北京钢铁研究总院[47]研制了Ti-22Al-25Nb(原子分数/%，下同)，企业牌号为TAC-3A，该合金在室温和高温下均具有良好的力学性能。此外，在Ti-22Al-25Nb合金的基础上通过添加Ta元素开发出了Ti-22Al-24Nb-3Ta以及Ti-22Al-20Nb-7Ta合金，并对这两种四元合金在热加工工艺和热处理方面开展了大量的探索工作[48-49]。其中Ti-22Al-20Nb-7Ta合金经过三相区热变形和O+B2两相区热处理后获得较为优异的综合力学性能，合金的室温屈服强度、抗拉强度和伸长率分别已达到1200 MPa，1320 MPa和9.8%。为了满足发动机整体叶盘对综合力学性能的需求，张建伟团队开发了一种Ti-22Al-25Nb合金饼坯

的等温锻造工艺，最终得到塑性、断裂韧度和疲劳性能的良好匹配[50]。西北工业大学 Zeng 团队[51-53]研究了 Ti_2AlNb 合金的高温变形行为、再结晶机制和 O 相变体选择的特点，同时对经过热加工变形和热处理后合金的高温蠕变和疲劳损伤行为进行了研究，研究发现蠕变断裂是由于 O 相与基体之间蠕变应变不协调所致。

中国科学院金属研究所卢斌团队[54-56]通过添加 Mo 元素设计并开发出了 Ti-22Al-24Nb-(0.5～1.0)Mo 合金体系，并对名义成分为 Ti-22Al-24Nb-0.5Mo 的合金申请了国标牌号，命名为 TAN-2。该团队研究了热处理工艺对双态组织的室温、高温拉伸性能的影响，研究表明该合金双态组织下获得最佳强塑性匹配的热处理工艺为 980 ℃/2 h 油冷＋780 ℃/24 h 空冷，室温屈服强度和伸长率分别为 1135 MPa 和 14.5%。目前，中国科学院金属所已经成功制备了 TAN-2 合金锻件、叶片锻坯、机匣环件以及离心泵叶轮，如图 5 所示[12]，可以用于制作压气机轮盘、叶片以及机匣等部件，也可用于超音速及高超音速巡航弹的环、涡轮转子等结构件。中国科学院金属研究所 Xu 团队[3,57]率先采用粉末冶金法成功制备出 Ti_2AlNb 合金，研究了粉末制备、热等静压致密化机制、组织与性能的优化和高温变形机制等，其研究成果对于粉末冶金法制备 Ti_2AlNb 合金的工程化应用做出了重要贡献。王玉敏团队[58-59]选用 SiC 纤维作为 Ti_2AlNb 合金的增强体，制备出纤维体积分数为 50% 的 SiC_f/Ti_2AlNb 复合材料及 SiC_f/Ti_2AlNb 增强 Ti65，TC17 合金，表现出更为优异的高温性能和复杂的断裂机制。此外，哈尔滨工业大学[60]、南昌航空大学[61]、西北有色研究院[62]、四川燃气涡轮研究院[63]、北京航空材料研究院[33,64]、上海交通大学[65]以及太原理工大学[66]等众多科研院所对 Ti_2AlNb 合金开展了广泛研究工作，对于促进我国航空工业用 Ti_2AlNb 合金应用与发展起到积极推动作用。

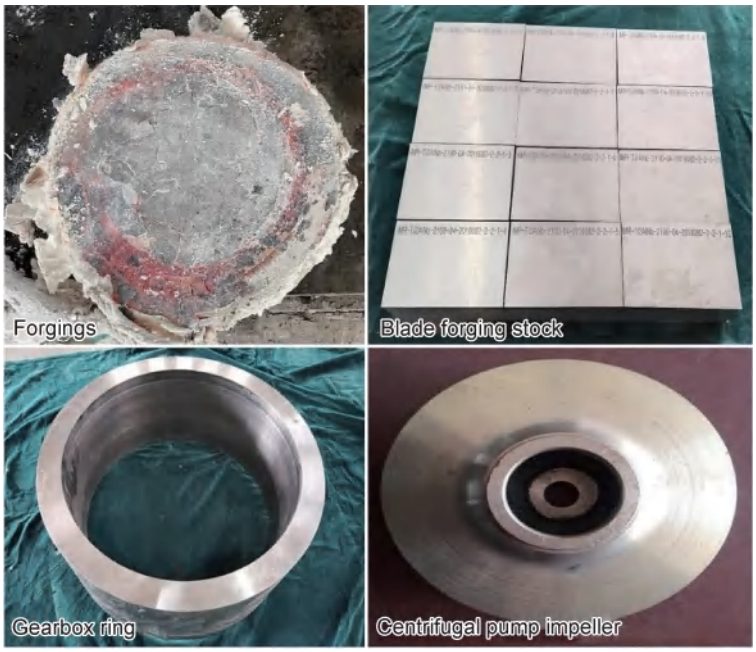


图 5 Ti_2AlNb 合金制备的产品[12]

Fig. 5 Products prepared by Ti_2AlNb alloy[12]

热加工成型的 Ti_2AlNb 合金构件虽然综合性能优异，但也面临生产工艺复杂，加工周期长、材料浪费多、焊接困难等问题。对于大尺寸、复杂结构的 Ti_2AlNb 构件，采用精密铸造工艺具有降低生产周期、提高材料利用率、减少加工工序、节约成本等优势。Ti_2AlNb 合金熔模精密铸造工艺研究目前主要集中在铸造合金成分优化及铸件的组织性能调控方面。因为以往基于热加工成型而设计的 Ti_2AlNb 合金并不侧重熔融合金的流动性、合金/型壳界面反应特性、铸造缺陷控制等铸造成型性。铸造 Ti_2AlNb 合金沿用锻造成分后，往往会因为合金铸造成型性差，提高了精密铸造大尺寸铸件成型的难度。另外，铸造 Ti_2AlNb 合金由于缺少有效晶粒细化工艺，粗大晶粒使得铸造 Ti_2AlNb 合金通常强度低、塑性差。以上问题可通过优化铸造 Ti_2AlNb 合金成分及后续热处理工艺等方法加以控制。如加入原子分数为 0.8% Er 元素后，Ti-22Al-25Nb 合金铸锭平均晶粒尺寸从 600 μm 减小到 70 μm[67]。加入原子分数为 0.1% B 元素后，Ti-22Al-

24Nb合金铸造流动性提高且平均晶粒尺寸有所降低[68]。杨龙川等[69]研究了不同铸态组织的Ti-22Al-25Nb合金发现，铸态为O相组织时合金的极限抗拉强度较β/B2相组织提高近100 MPa。骆晨等[70]发现铸造Ti-22Al-25Nb合金进行980 ℃固溶热处理后，O相板条宽度增大，拉伸强度降低100 MPa，伸长率从1%增加到3%。综上，铸造Ti_2AlNb合金组织和性能虽不及锻造合金，但可制备低成本大尺寸复杂结构铸件，且铸件组织及力学性能一定范围内可调控。

增材制造方法也已被应用在Ti_2AlNb合金制备，主要包括基于粉末床的激光选取熔化法/电子束选区熔化法、基于熔融粉末冲击成形的激光金属沉积法和基于丝材的电弧定向能量沉积法。Liu等[71]通过选区激光熔化(SLM)的方法成功制备出Ti-22Al-25Nb合金，其表现出良好抗蠕变性能。但是通过SLM方法制备的Ti-22Al-24Nb-0.5Mo合金在650 ℃下拉伸测试表现出远低于室温的脆性[72]。楚瑞坤等[73]优选热处理工艺后，SLM法制备的Ti-22Al-25Nb合金室温拉伸性能达到锻件水平。车倩颖等通过电子束选区熔化法获得室温拉伸强度1061 MPa，伸长率3.6%的Ti-22Al-25Nb合金[62]，再经热处理后，其室温伸长率可达7.3%[74]。而点式锻压激光成形的Ti-22Al-25Nb合金伸长率也可达11.6%[75]，调整锻压头下压量后Ti-22.1Al-24.9Nb合金强度达1001.5 MPa、伸长率13.3%[76]。通过双电子束熔化丝材的方法可制备出致密且成分均匀的Ti-22Al-25Nb合金，但合金塑性较差[77]。而通过多丝电弧定向能量沉积法制备的Ti-22Al-23Nb合金展现出色的室温及650 ℃拉伸性能[78]。综上，增材制造方法可以制备出致密完好的Ti_2AlNb合金，经过工艺参数优化及热处理后，部分增材制造Ti_2AlNb合金室温拉伸性能可接近锻件水平。

此外，新型工艺如放电等离子烧结(SPS)、热态气压成形法等也被用于Ti_2AlNb制备中。李博等[79]以Al-Ti粉和其他元素单质粉形式采用SPS工艺制备出V掺杂Ti_2AlNb合金，发现V元素抑制hcp结构向bcc结构转变，合金中α_2和O相含量增加且O相趋于圆润并均匀分布。刘子儒等[80]采用V单质粉和Ti_2AlNb合金粉形式采用SPS工艺制备出Ti-22Al-25Nb-1V合金，发现V元素使得B2晶粒和O/α_2相细化且合金硬度提高。窦博等[81]则全部以单质粉形式采用SPS工艺成功制备出Ti-22Al-27Nb合金，王恒荣等[82]、陈金坤等[83]以此为基础分别研究了烧结温度和烧结时间对Ti_2AlNb合金组织和拉伸性能影响，发现B2+O→α_2相变是可逆的，并将拉伸强度提高至454 MPa。刘志强等[84]和刘钢等[85]通过建立Ti_2AlNb合金高温成型极限、薄壁构件虚拟加工系统、全流程模拟、热态气压成形和热处理对组织及力学性能影响预测模型，成功采用热态气压成形法制备出不规则薄壁空心构件。

为进一步提高Ti_2AlNb合金性能，不同增强方法的Ti_2AlNb复合材料也在开发中。其中包括SiC_f/Ti_2AlNb，SiC_f/Ti-Ti_2AlNb[86]等纤维增强复合材料，TiB/Ti_2AlNb[87-88]，TiB_w/Ti_2AlNb[89]，(Ti/Nb) B/Ti_2AlNb[90]，Al_2O_3/Ti_2AlNb[91]颗粒增强复合材料，TA15/Ti_2AlNb[92]，TC4/Ti_2AlNb[93]，TiAl/Ti_2AlNb[94]层状复合材料及TA15/Ti_2AlNb[95]激光沉积梯度层状材料等。

总体来说，Ti_2AlNb合金的显微组织和力学性能与加工制备工艺(如铸造、锻造、粉末冶金等)和热处理工艺(如固溶、再结晶、去应力退火、时效等)密切相关。从发展历史看，采用常规铸造方法制备的Ti_2AlNb合金晶粒粗大，导致合金的强度较差。此外，由于Al和Nb元素熔点差异较大，合金在熔炼过程中易发生成分偏析，导致成分和显微组织的不均匀。为了解决上述问题，通常采用热锻、热轧等方法对合金铸锭进行热机械加工处理，在实现组织成分均匀和细化晶粒的同时，达到消除缺陷的目的。目前作为该合金发展的重点方向，Ti_2AlNb合金β锻造工艺路线越来越引起科研和应用人员的重视，β锻造后获得典型的片层组织，具有较高的断裂韧度，易满足航空结构件对高损伤容限的苛刻需求。探究Ti_2AlNb合金在B2单相区的变形行为以及相应的组织演变规律，明确应变速率、变形温度和晶粒尺寸等因素对B2相晶粒、晶界形貌和晶粒内部微结构的影响，这对于Ti_2AlNb合金的应用具有重要的指导意义。此外，新型制备方法如增材制造、放电等离子烧结、复合材料等是如今的研究热点，虽整体性能不及锻造制备，但经过修改工艺参数和热处理后表现出性能的明显进步，进一步拓展了Ti_2AlNb的性能和加工方式。

2.2　切削加工性能

航空发动机在高温、高压、高速等恶劣条件下工作，其构件在加工时产生的内部应力及残余应力将对强度和耐久性产生负面影响，因而需要确保构件的表面完整性[96]。冷加工性能方面，相比传统合金，Ti_2AlNb塑性和导热系数偏小、强度高，合金加工单位切削力大、切削温度高，造成刀具磨损较大、表面完整性差、切削加工效率不高等问题。刀具磨损机理主要表现为黏结磨损和磨粒磨损，磨损形式为沟槽磨损、微崩刃、刀尖磨损和刀刃破损[97]。Ti_2AlNb的车削实验时发现比较明显鳞刺现象[98]，当采用硬质合金刀具

加工 Ti_2AlNb 时，加工硬化程度小（深度 50 μm），表面无明显损伤，加工表面存在残余压应力[99]。何临江[18]研究了实际加工时 Ti_2AlNb 表面形貌、表面残余应力与切削参数和冷却条件的关系，其发现在切削速度 50～80 m/min，射流压力 6～8 MPa 时，可获得较好的表面粗糙度和残余应力状态，见图 6。

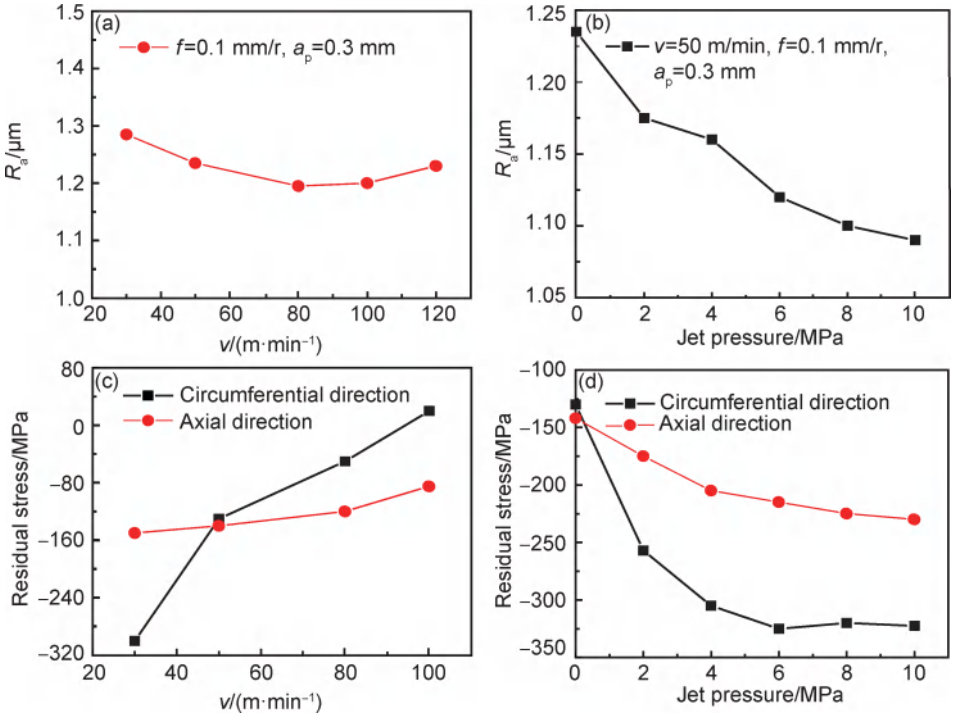


图 6 切削速度和射流压力对表面粗糙度(a)，(b)和表面残余应力(c)，(d)的影响[18]

Fig. 6 Effects of cutting speed and jet pressure on surface roughness (a), (b) and surface residual stress (c), (d)[18]

此外，新型铣削方式可以加工出更优秀的 Ti_2AlNb 合金表面。Xia 等[100]研究发现，经纵向扭转超声波辅助铣削获得的 Ti_2AlNb 合金表面比传统铣削表面摩擦因数低约 27%。而多维超声振动加工 Ti_2AlNb 合金表面相对于传统铣削表面硬度可提高 10%，摩擦因数降低 15%[101]。另外，物理气相沉积涂层也可以改善 Ti_2AlNb 合金的表观黏着磨损和磨料磨损[102]。除直接切削加工外，直流短电弧铣削加工（SEAM）也被应用于 Ti_2AlNb 合金加工中[103-105]。

结合文献研究和笔者参与的研究来看，Ti_2AlNb 的延展性和冷加工性能优于 γ-TiAl，采用传切削加工方式，经优化的工艺参数和冷却方式可实现复杂高精度零件的切削加工，既能获得高于镍基合金的加工效率，也能获得满足设计要求的零件表面完整性。

2.3 焊接性能

随着 Ti_2AlNb 合金的开发和应用，国内外相继开展了焊接方面的研究。目前面临的主要问题是 Ti_2AlNb 的合金化程度高，在高温下对组织成分变化敏感，焊接接头中的 Nb 元素偏析易形成脆性相。此外，Ti_2AlNb 合金中有序的金属间化合物相居多造成塑性相对一般钛合金较差，且高温下组织易受环境因素影响[106]，焊接热影响区性能主要与冷速相关，因此需要严格控制焊接时的工艺参数来保证焊接质量。Ti_2AlNb 合金的焊接工艺主要采用熔焊和扩散焊，钎焊和摩擦焊的研究也有进行。焊接相关研究主要集中在焊缝成型机理、热加工对接头部位组织演变及力学性能的影响、焊缝裂纹缺陷的成因及控制方法等，不同焊接方法比较如表 2 所示[107]。

目前常用于 Ti_2AlNb 合金的熔焊工艺是能量密度较高的电子束和激光焊。其中又因电子束焊接工艺能量密度高、电子束穿透能力强、焊接效率高、焊接速度快、焊接变形小等特点，成为 Ti_2AlNb 合金优选的焊接工艺[108-110]。Ti_2AlNb 合金采用电子束焊接的航空发动机机匣实测证明：电子束焊缝成型良好，达到Ⅰ级焊缝质量要求；焊接接头达母材拉伸强度的 90% 以上。而激光焊接技术具有能量密度高、热输入小、焊接速度快等优点。Hussain 等[111]将高熵合金作为中间层引入 Ti-22Al-27Nb 激光焊接头，使得合金的强度、伸长率均接近母材，分别达到 1062 MPa 和 11.2%。异种材料焊方面，Ti_2AlNb 合金与 Ti60[112]、近 α 高温钛合金梯度材料焊接头[113]和 40CrMo[114]等也通过激光焊接工艺成功制备。

表 2　Ti_2AlNb合金各焊接方法比较[107]

Table 2　Comparison of various welding methods for Ti_2AlNb alloy[107]

Welding method	Advantage	Disadvantage
Electron-beam/ laser welding	High efficiency and automated welding	Easy to keep a total B2 phase in the weld zone and need post-weld heat treatment
Diffusion welding	Reliable, high-quality welding with virtually no melting required	Welding parameters need to be carefully controlled to obtain a suitable phase composition
Braze welding	Lower pressures and shorter holding times than diffusion welding make it more economical	Long welding time, difficult to choose brazing material, easy to precipitate new intermetallic compounds in the weld zone
Friction welding	High efficiency and low energy consumption	Shape of the weldment is restricted and softened B2-phase precipitates in the weld zone

扩散焊工艺仅需给试件施加一定压力便可实现焊件紧密连接，具有焊接基体不熔化、热循环时间长、易实现异种金属连接等优点。相比于熔焊，扩散焊由于母材不熔化不会产生夹杂气孔等问题，焊接裂纹不易产生，且一般在真空环境进行，也不易受环境因素影响。卜志强等[115]研究表明Ti_2AlNb合金在960 ℃-60 MPa-120 min焊接参数时通过扩散焊可形成无缺陷焊接接头，其抗拉强度为972 MPa，达母材强度98%。Du等[116]研究发现添加高熵合金后的Ti_2AlNb焊接头塑性和强度同时提升。此外，Ti_2AlNb合金与TA2[117]，TC17[118]，Ti_3Al，TiAl[119-120]等材料也已实现扩散连接。钎焊通常定义为利用熔融金属与固相基体进行连接的方法，利用钎焊方法可以实现复杂构件异种材料的结构连接，并且连接精度高、接头性能好，且对于高温复杂结构件的连接，钎焊的优势较大。目前用于Ti_2AlNb合金常用的钎料主要为Ag基钎料、Ti基钎料及其他钎料等。通过调节钎料成分可有效地控制连接界面的反应产物及接头处的力学性能。研究表明，Ti_2AlNb合金与高温合金GH99[121]，GH4169[122]钎焊焊接头剪切强度分别达到216 MPa和376 MPa。

摩擦焊是一种固态焊接方法，其原理是焊缝在摩擦热的作用下形成热塑性金属，随后发生局部变形和动态再结晶而结合在一起。其焊后不仅不会使晶粒粗化长大反而细化焊接头晶粒，因而可以使焊接头具备优异的力学性能。摩擦焊成为制造、维护航空发动机整体叶盘的核心技术。Bu等[123]改进摩擦焊转速后，Ti_2AlNb焊接头室温强度和塑性达到与母材基本相当的程度。Guo等[124]用线性摩擦焊制备Ti_2AlNb/Ti60焊接头其强度已超过Ti60母材强度。

综上，Ti_2AlNb合金焊接主要围绕接头组织演变与力学性能的关系展开，摩擦焊和扩散焊工艺在一定条件下可获得无缺陷优质焊接接头，其他焊接方式在熔合区易出现高温热裂纹和组织粗化等缺陷，会导致接头质量下降。Ti_2AlNb合金与多种钛合金、高温合金异种材料焊接研究已开展，其焊接头强度部分可达母材强度水平。

3　减重分析

一般认为，合金减重效果可简单通过比强度的比较来初步预估。对《中国航空材料手册》第2卷[125]中GH4169合金性能（表3）和Ti_2AlNb合金实测最低值（表4）进行对比，以600 ℃为例进行估算，Ti_2AlNb较GH4169可实现零件减重35.3%。此外，笔者以某发动机高压压气机第三级转子为对象，对GH4169和Ti_2AlNb合金转子进行工程优化设计和有限元计算，获得了相似的应力分布规律（图7(a)，(b)）、几何差异微小的轮盘轮廓（图7(c)）和相近的强度储备系数（表5）。对最终设计结果的质量分析表明，Ti_2AlNb可在GH4169基础上实现转子零件减重37.3%，该值高于两种合金在相应温度下的比强度对比值。这是两方面原因导致的，一是因为叶片自身的减重仅与其密度有关而无关比强度，另外一个原因则在于高密度叶片需要更重的盘体来承载。转子的叶片、轮缘、辐板以及盘心之间存在很强的相关牵连关系。对于静子零件，以机匣为例，一般认为其减重比例为密度的对比值（35.3%）。从本文分析结果来看，高比强度材料用于转子件可获得更佳的减重收益。对于发动机整机而言，若采用Ti_2AlNb合金全面替代相应服役温度区间的镍基高温合金，将获得非常可观的减重收益。

航空发动机零件设计时，一般采用两类材料性能，第一类性能主要用于计算静强度，包括强度、刚度、最高使用温度以及塑性等参数；第二类性能则用来评定零件寿命，包括疲劳、裂纹扩展、蠕变等。对新材料来说，有大量的第一类性能，而第二类性能需要长期积累才能充分加以表征。上述分析仅考虑了静

表 3 GH4169 材料性能参数

Table 3 Performance parameters of GH4169

Temperature/℃	Elastic module/GPa	Poisson's ratio	Linear expansion coefficient/(10^{-6} ℃$^{-1}$)	Density/(g·cm^{-3})	Yield strength/MPa	Tensile strength/MPa
20	204	0.30		8.24	1220	1440
100	201	0.30	11.8			
200	193	0.30	13			
300	187	0.30	13.5		1070	1310
400		0.31	14.1			
500	175	0.32	14.4		1050	1260
600	168	0.32	14.8		1030	1240
700	160	0.33	15.4		885	970

表 4 Ti_2AlNb 材料性能参数

Table 4 Performance parameters of Ti_2AlNb material

Temperature/℃	Elastic module/GPa	Poisson's ratio	Linear expansion coefficient/(10^{-6} ℃$^{-1}$)	Density/(g·cm^{-3})	Yield strength/MPa	Tensile strength/MPa
20	125	0.34		5.3	940	1060
100	124	0.34	8.3			
200	122	0.34	9.28		850	980
300	119	0.34	9.78			
400	118	0.34	10.2		800	920
500	116	0.35	10.3		770	900
600	114	0.35	10.5		750	870
700	112	0.35	10.6		600	754

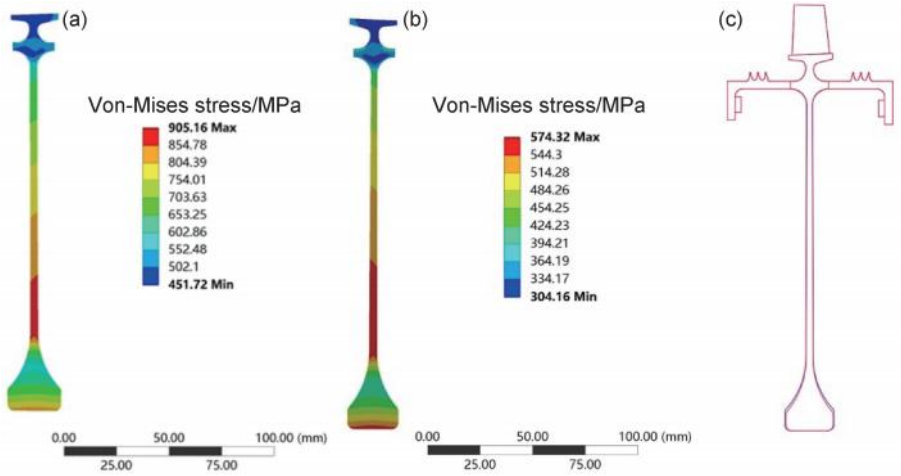


图 7 压气机转子设计和模拟

(a)GH4169 等效应力云图;(b)Ti_2AlNb 等效应力云图;(c)GH4169 和 Ti_2AlNb 盘体结构对比(蓝色为 GH4169,红色为 Ti_2AlNb)

Fig. 7 Compressor rotor design and simulation

(a)equivalent stress nephogram of HG4169;(b)equivalent stress nephogram of Ti_2AlNb;

(c)comparison of disk structure (blue is GH4169, red is Ti_2AlNb)

强度准则,对于 Ti_2AlNb 合金而言,其第二类性能尤其是断裂性能可能是短板,因此在实际设计时可能会出现转子关键部位需要增加材料导致增重的情况。作为航空发动机关键结构件,本文虽然无法全面分析其实际服役时的性能指标,但对于初步设计阶段的性能要求是满足的,具备借鉴和参考意义。

表 5　不同材料盘体破裂储备系数

Table 5　Disk rupture reserve factor of different materials

Disk	Circumferential rupture reserve	Circumferential yield reserve	Center yield reserve	Radial rupture reserve	Radial yield reserve
GH4169	1.25	1.44	1.32	1.27	1.34
Ti_2AlNb	1.23	1.45	1.33	1.24	1.33

4　结束语

Ti_2AlNb合金比传统钛合金具有更好的高温性能，在延展性、断裂韧度等关键指标方面也比γ-TiAl合金显著改善，具备用于复杂、大推力发动机关键构件的潜力。进入工程应用之前，研究人员对其金属间化合物的属性和特点给予了足够关注。从公开报道的研究和笔者参与的研究来看，其高温力学性能优异，其在断裂韧度、加工性能、阻燃性能等方面也未表现出明显的不足，该合金用于航空发动机具有可行性。然而，实现Ti_2AlNb合金在航空发动机上的最终应用，仍存在材料性能分散度较大、损伤容限性能有待持续提高、合金制备成本较高、验证尚不充分等不足需进一步改善，建议在如下方面开展深入的工程化研究：

(1)丰富材料性能数据库，控制工艺过程和参数，降低材料性能分散度。

(2)提升金属间化合物构件的损伤容限设计能力，减少易造成应力集中和加工过程缺陷的结构特征，加强疲劳和断裂性能研究。

(3)针对特定应用需求，继续从成分、工艺等方面优化强度、塑性、韧性的匹配，满足应用需求。

(4)通过粉末成型、纤维增强等手段，不断增效降本。

(5)考虑新材料应用的不确定性风险，对于有人机类发动机，建议首先在新型号的机匣等静子类零件上应用验证；对于无人机类发动机，则可同时应用于静子件和转动件，按照先静子件后转动件、先无人机后有人机的策略，稳步推进合金在新一代航空发动机中的应用。

参考文献

[1] 王清江，刘建荣，杨锐. 高温钛合金的现状与前景[J]. 航空材料学报，2014，34(4)：1-26.
WANG Q J, LIU J R, YANG R. High temperature titanium alloys: status and perspective[J]. Journal of Aeronautical Materials, 2014, 34(4): 1-26.

[2] 蔡建明，曹春晓. 新一代600 ℃高温钛合金材料的合金设计及应用展望[J]. 航空材料学报，2014，34(4)：27-36.
CAI J M, CAO C X. Alloy design and application expectation of a new generation 600 ℃ high temperature titanium alloy[J]. Journal of Aeronautical Materials. 2014, 34(4): 27-36.

[3] WU J, XU L, LU Z, et al. Microstructure design and heat response of powder metallurgy Ti_2AlNb alloys[J]. Journal of Materials Science & Technology, 2015, 31(12): 1251-1257.

[4] 刘泽栋，杨劼人，陈瑞润，等. Ti_2AlNb基金属间化合物：研究进展、挑战及展望[J]. 中国有色金属学报，2023，33(12)：4039-4058.
LIU Z D, YANG J R, CHEN R R, et al. Ti_2AlNb-based intermetallic compounds: research progress, challenges and prospects[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2023, 33(12): 4039-4058.

[5] ILLARIONOV A G, DEMAKOV S L, VODOLAZSKIY F V, et al. Alloys based on orthorhombic intermetallic Ti_2AlNb: phase composition, alloying, structure, properties [J]. Metallurgist, 2023, 67(3): 305-323.

[6] CHEN Y, SHI G, DU Z, et al. Research progress on additive manufacturing TiAl alloy[J]. Acta Metall Sin, 2024, 60(1): 1-15.

[7] ZHENG Y, ZENG W, LI D, et al. Orthorhombic precipitate variant selection in a Ti_2AlNb based alloy[J]. Materials & Design, 2018, 158: 46-61.

[8] SHAO B, SHAN D, GUO B, et al. Plastic deformation mechanism and interaction of B2, α_2, and O phases in Ti-22Al-25Nb alloy at room temperature[J]. International Journal of Plasticity, 2019, 113: 18-34.

[9] 单兴东. 航空发动机机匣典型件工艺优化方案研究[J]. 模具制造，2024，24(4)：152-154.
SHAN X D. Research on process optimization scheme for typical components of aircraft engine castings[J]. Die & Mould Manufacture, 2024, 24(4): 152-154.

[10] 程剑文，饶群力，李金富，等. Ti_2AlNb基合金中的组织转变及其动力学研究进展[J]. 航空材料学报，2022，42(6)：1-8.
CHEN J W, RAO Q L, LI J F, et al. Research progress of microstructure transformation and kinetics in Ti_2AlNb-based alloy [J]. Journal of Aeronautical Materials, 2022, 42(6): 1-8.

[11] 霍俊美，何博. Ti_2AlNb基合金及其增材制造技术研究进展[J]. 中国材料进展，2022，41(8)：645-652.
HUO J M, HE B. Research progress of Ti_2AlNb based alloy and its additive manufacturing Technology [J]. Materials China, 2022, 41(8): 645-652.

[12] 李楠. Ti-22Al-24Nb-0.5Mo合金组织设计与变形行为研究[D]，合肥：中国科学技术大学，2023.
LI N. Microstructure design and deformation behavior of Ti-22Al-24Nb-0.5Mo alloy[D]. Hefei: University of Science and Technology of China, 2023.

[13] ZHANG H, ZHANG Y, LIANG H, et al. Effect of the primary O phase on thermal deformation behavior of a Ti_2AlNb-based al-

loy[J]. Journal of Alloys and Compounds,2020,846:156458.
[14] SHAO B, ZONG Y, WEN D, et al. Investigation of the phase transformations in Ti22Al25Nb alloy[J]. Materials Characterization,2016,114:75-78.
[15] ZHANG H, LI H, GUO Q, et al. Hot deformation behavior of Ti-22Al-25Nb alloy by processing maps and kinetic analysis[J]. Journal of Materials Research,2016,31(12):1764-1772.
[16] XUE C, ZENG W, WANG W, et al. Quantitative analysis on microstructure evolution and tensile property for the isothermally forged Ti_2AlNb based alloy during heat treatment[J]. Materials Science and Engineering: A,2013,573:183-189.
[17] HAGIWARA M, EMURA S, ARAOKA A, et al. The effect of lamellar morphology on tensile and high-cycle fatigue behavior of orthorhombic Ti-22Al-27Nb alloy[J]. Metallurgical and Materials Transactions A,2004,35:2161-2170.
[18] 何临江. Ti_2AlNb金属间化合物切削加工基础研究[D]. 南京:南京航空航天大学,2018.
HE L J. Fundamental research on machining of Ti_2AlNb intermetallic alloys[D]. Nanjing: Nanjing University of Aeronautics and Astronautics,2018.
[19] LEYENS C, PETERS M. Titanium and titanium alloys: fundamentals and applications[M]. Weinheim: Wiley-Vch, 2006.
[20] PENG J, LI S, ZHANG J. Study on the time-dependent fracture behavior of Ti_2AlNb based alloy[J]. Materials Science and Engineering: A,2003,343(1/2):36-42.
[21] CHEN Y, WANG J, GAO Y, et al. Effect of shot peening on fatigue performance of Ti_2AlNb intermetallic alloy[J]. International Journal of Fatigue,2019,127:53-57.
[22] ZHENG Y, ZENG W, LI D, et al. Quasi cleavage fracture of the bimodal size lamellar O phase microstructure of a Ti_2AlNb based alloy[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2019, 799: 267-278.
[23] GOYAL K, SARDANA N. Phase stability and microstructural evolution of Ti_2AlNb alloys-a review[J]. Materials Today: Proceedings,2021,41:951-968.
[24] 石卫民,王青江,刘建荣,等. Ti60高温钛合金环材组织与性能的研究[J]. 钛工业进展,2010,27(1):32-35.
SHI W M, WANG Q J, LIU J R, et al. Microstructure and mechanical properties of Ti60 alloy ring material[J]. Titanium Industry Progress, 2010, 27(1): 32-35.
[25] 王红卫,梁晓波,张建伟,等. 高断裂韧性的TiAlNb基合金及其制备方法和应用:CN112281043B[P]. 2021-04-20.
WANG W H, LIANG X B, ZHANG J W, et al. TiAlNb-based alloys with high fracture toughness and their preparation methods and applications:CN112281043B[P]. 2021-04-20.
[26] ZHANG F, ZENG W, ZHANG P, et al. Simultaneous enhancements of strength and toughness by multiscale lamellar structure in Ti_2AlNb based intermetallic[J]. Journal of Materials Science & Technology,2024,174:249-261.
[27] XUE K, ZHANG Y, MENG M, et al. Fracture behavior of B2 phase matrix of Ti_2AlNb-based alloy with microcracks of different orientations [J]. Engineering Fracture Mechanics, 2023, 279: 109050.
[28] CHENG J W, LI J F, RAO Q L. Time-resolved *in-situ* XRD study on oxidation evolution of Ti_2AlNb-based alloys[J]. Materials Today Communications,2023,36:106660.
[29] 赵晓浩. Ti_2AlNb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 Ti_2AlNb alloy and its effect on mechanical properties[D]. Qinhuangdao: Yanshan University, 2023.
[30] 赵洪泽. TAN-2合金的组织与性能优化和环境适应性研究[D]. 合肥:中国科学技术大学, 2018.
ZHAO H Z. Study on microstructure and property optimization and environmental adaptability of TAN-2 alloy[D]. Hefei: University of Science and Technology of China, 2018.
[31] LI Y, SHI B, DAI J H, et al. Theoretical study of the effects of alloying elements on TiO_2/Ti_2AlNb interface adhesion properties [J]. Physical Chemistry Chemical Physics, 2024, 26(6): 4898-4908.
[32] LI Y, SHI B, DAI J H, et al. Theoretical study on the effects of alloying elements on oxygen-adsorption properties of the Ti_2AlNb surface[J]. Surface Science,2024,743:122464.
[33] 张明达,刘英飒,郑真,等. 合金元素复合化对Ti_2AlNb合金高温抗氧化性能影响[J]. 材料工程,2022,50(1):93-100.
ZHANG M D, LIU Y S, ZHENG Z, et al. Effect of compound alloying on high temperature oxidation resistance property of Ti_2AlNb alloy[J]. Journal of Materials Engineering, 2022, 50(1): 93-100.
[34] ZU R, WANG W, LIN N, et al. High-temperature oxidation behavior of double glow plasma Cr-Y alloyed layers on Ti_2AlNb alloy[J]. Materials Letters,2024,370:136706.
[35] YANG Z, LIANG W, HU L, et al. High temperature oxidation behaviors of Al/Cr composite coating on Ti_2AlNb alloy[J]. Materials Research Express,2024,11(1):016404.
[36] RAMAZANOV K N, NAZAROV A Y, NIKOLAEV A A, et al. Heat resistance of vacuum arc deposited TiAl coatings on VTI-4 alloy[J]. Russian Physics Journal,2024,66(12):1250-1256.
[37] 陈伟,张大路,胡素影,等. 模拟海洋环境Ti_2AlNb合金高温腐蚀行为研究[J]. 材料保护,2024,57(4):20-28.
CHEN W, ZHANG D L, HU S Y, et al. High-temperature corrosion behaviors of Ti_2AlNb alloy in simulated marine environment[J]. Materials Protection, 2024,57(4):20-28.
[38] 杨琦,田娜娜,关锦彤,等. 强流脉冲电子束作用下Ti_2AlNb微观结构状态与耐腐蚀性能研究[J]. 真空科学与技术学报,2023,43(10):870-878.
YANG Q, TIAN N N, GUAN J T, et al. Microstructure and corrosion properties of Ti_2AlNb irradiated by high current pulsed electron beam treatment[J]. Chinese Journal of Vacuum Science and Technology, 2023,43(10):870-878.
[39] 程荣辉,张军,王东,等. 基于航空发动机产品需求的压气机技术研究[J]. 航空发动机,2024,50(2):1-10.
CHENG R H, ZHANG J, WANG D, et al. Compressor research based on aeroengine product requirements[J]. Aeroengine, 2024,50(2):1-10.
[40] 董宇,刘梅军,杨冠军. 航空发动机叶片/机匣碰摩超瞬态行为

建模方法[J]. 中国材料进展,2022,41(5):383-387.
DONG Y, LIU M J, YANG G J. A modeling method for ultra-transient behavior of aero-engine blade/case rub-impact[J]. Materials China, 2022,41(5):383-387.

[41] 邱越海, 弭光宝, 李培杰, 等. 气流速度对Ti_3Al基合金摩擦起燃行为的影响[J]. 材料工程,2024, 52(5): 17-25.
QIU Y H, MI G B, LI P J, et al. Influence of airflow velocity on friction ignition behavior of Ti_3Al-based alloy[J]. Journal of Materials Engineering, 2024, 52(5): 17-25.

[42] 曹传军,徐峰,陆晓锋. 大型客机发动机高压压气机典型结构设计特征[J]. 科学技术与工程,2023,23(35):15286-15295.
CAO C J, XU F, LU X F. Typical Structural design chracteristic of high pressure compressor for large passenger aircraft engine [J]. Science Technology and Engineering, 2023,23(35):15286-15295.

[43] GOGIA A K, BANERJEE D, NANDY T K. Structure, tensile deformation, and fracture of a Ti_3Al-Nb alloy[J]. Metallurgical Transactions A,1990,21(3):609-625.

[44] MURALEEDHARAN K, NANDY T K, BANERJEE D, et al. Transformations in a Ti-24Al-15Nb alloy: part Ⅱ a composition invariant $\beta_o \rightarrow$ O transformation[J]. Metallurgical Transactions A,1992,23(2):417-431.

[45] NANDY T K, BANERJEE D. Deformation mechanisms in the O phase[J]. Intermetallics,2000,8(9/11):1269-1282.

[46] EMURA S, TSUZAKI K, TSUCHIYA K. Improvement of room temperature ductility for Mo and Fe modified Ti_2AlNb alloy [J]. Materials Science and Engineering: A, 2010, 528(1): 355-362.

[47] PENG J, MAO Y, LI S, et al. Microstructure controlling by heat treatment and complex processing for Ti_2AlNb based alloys [J]. Materials Science and Engineering: A, 2001, 299(1/2): 75-80.

[48] 毛勇, 李世琼, 张建伟, 等. Ti-22Al-20Nb-7Ta合金的显微组织和力学性能研究[J]. 金属学报,2000,36(2):135-140.
MAO Y, LI S Q, ZHANG J W, et al. Study on microstructure and mechanical properties of Ti-22Al-20Nb-7Ta intermetallic alloy[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2000, 36(2): 135-140.

[49] MAO Y, LI S, ZHANG J, et al. Microstructure and tensile properties of orthorhombic Ti-Al-Nb-Ta alloys[J]. Intermetallics,2000,8(5/6):659-662.

[50] 张建伟, 梁晓波, 程云君, 等. 航空发动机用Ti_3Al合金和Ti_2AlNb合金研制进展[J]. 钢铁研究学报,2011,23(增刊2):545-548.
ZHANG J W, LIANG X B, CHENG Y J, et al. Research and application of Ti_3Al and Ti_2AlNb alloys on aero-engine [J]. Journal of Iron and Steel Research, 2011,23(Suppl 2):545-548.

[51] WANG W, ZENG W, LIU Y, et al. Microstructural evolution and mechanical properties of Ti-22Al-25Nb (at.%) orthorhombic alloy with three typical microstructures[J]. Journal of Materials Engineering and Performance,2018,27:293-303.

[52] WANG W, ZENG W, SUN Y, et al. Microstructure, tensile, and creep behaviors of Ti-22Al-25Nb (at.%) orthorhombic alloy with equiaxed microstructure[J]. Materials,2018,11(7):1244.

[53] ZHENG Y, ZENG W, LI D, et al. High cycle fatigue behaviors at high temperatures of a Ti_2AlNb-based alloy[J]. Advanced Engineering Materials,2019,21(3):1801045.

[54] 卢斌,王永,杨锐. Ti-22Al-24Nb-1Mo O相合金箔材的加工与性能[J]. 中国有色金属学报,2010,20(增刊1):257-259.
LU B, WANG Y, YANG R. Processing and properties of Ti-22Al-24Nb-1Mo orthorhombic alloy foil[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2010,20(Suppl 1):257-259.

[55] 王新,卢斌,王娟华,等. 退火态Ti_2AlNb合金板材的超塑性变形行为[J]. 中国有色金属学报,2010,20(增刊1):289-292.
WANG X, LU B, WANG J H, et al. superplastic deformation behavior of annealed Ti_2AlNb alloy sheet[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2010,20(Suppl 1):289-292.

[56] ZHAO H, LU B, TONG M, et al. Tensile behavior of Ti-22Al-24Nb-0.5Mo in the range 25-650 ℃[J]. Materials Science and Engineering:A,2017,679:455-464.

[57] LU Z G, WU J, GUO R P, et al. Hot deformation mechanism and ring rolling behavior of powder metallurgy Ti_2AlNb intermetallics[J]. Acta Metallurgica Sinica (English Letters),2017,30:621-629.

[58] 王玉敏,张国兴,张旭,等. 连续SiC纤维增强钛基复合材料研究进展[J]. 金属学报,2016,52(10):1153-1170.
WANG Y M, ZHANG G X, ZHANG X, et al. Advances in SiC fiber reinforced titanium matrix composites[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2016, 52(10): 1153-1170.

[59] GAN Z, ZHANG X, WANG Y M, et al. Tensile behavior of the designed SiC_f/Ti_2AlNb/Ti17 composites[J]. Journal of Materials Research and Technology,2024,30:1148-1158.

[60] YIN H L, MENG L J, LU Y P, et al. Experiment and numerical simulation of Ti-22Al-25Nb alloy sheet by gas bulging[J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2023,52(3):806-814.

[61] 刘杰,王克鲁,鲁世强,等. 基于响应面法的Ti_2AlNb基合金变形工艺参数优化研究[J]. 稀有金属材料与工程,2023,52(10):3581-3589.
LIU J, WANG K L, LU S Q, et al. Optimization of deformation process parameters of Ti_2AlNb-based alloys based on pesponse surface methodology[J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2023,52(10):3581-3589.

[62] 车倩颖,贺卫卫,李会霞,等. 电子束选区熔化成形Ti_2AlNb合金微观组织与性能[J]. 材料工程,2022,50(7):156-164.
CHE Q Y, HE W W, LI H X, et al. Microstructure and property of Ti_2AlNb alloy by selective electron beam melting [J]. Journal of Materials Engineering, 2022,50(7):156-164.

[63] 李祚军, 田伟, 李晋炜, 等. Ti_2AlNb合金电子束焊接在航空发动机机匣中的应用[J]. 燃气涡轮试验与研究,2020,33(3):52-62.
LI Z J, TIAN W, LI J W, et al. Application of Ti_2AlNb alloy electron beam welding on aero-engine casing[J]. Gas Turbine Experiment and Research, 2020, 33(3):52-62.

[64] 朱郎平, 路新, 候雅青, 等. Ti-20Al-22Nb合金的凝固组织转变及力学行为[J]. 稀有金属材料与工程,2020,49(10):3460-3464.
ZHU L P, LU X, HOU Y Q, et al. Transformation of solidified

structue and mechanical behavior of Ti-20Al-22Nb alloy [J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2020, 49(10): 3460-3464.

[65] YANG Z, ZHANG H, JU S, et al. Mechanisms of the preferential cleavage of Ti_2AlNb-based alloy: The influence of grain size and local plasticity[J]. Materials Science and Engineering: A, 2023,867:144741.

[66] WEI J X, JIA Y, ZHANG Y Y, et al. Effect of hot rolling process on the evolution of microstructure and mechanical properties of Ti_2AlNb-based alloy foil during cold rolling[J]. Materials Characterization,2024,210:113784.

[67] DAI J R, LU H M, CAI Z J, et al. Grain refining of Er added to Ti-22Al-25Nb alloy and morphology of erbium precipitates[J]. Rare Metals,2013,32:5-11.

[68] 张健,张熹雯,刘瑞平,等. 微量B元素对铸造Ti_2AlNb合金组织与力学性能的影响[J]. 精密成形工程,2022,14(11):210-218.
ZHANG J, ZHANG X W, LIU R P, et al. Effect of trace B on microstructure and mechanical properties of cast Ti_2AlNb alloy [J]. Journal of Netshape for Formation Engineering, 2022, 14(11): 210-218.

[69] 杨龙川,苏艳,杜宇雷,等. 铸态Ti-22Al-25Nb合金的结构特征与力学性能[J]. 稀有金属材料与工程,2020,49(11):3902-3908.
YANG L C, SU Y, DU Y L, et al. Structural features and mechanical properties of as-cast Ti-22Al-25Nb[J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2020,49(11):3902-3908.

[70] 骆晨,张寅,王新英,等. 热处理对铸造Ti_2AlNb合金组织和力学性能的影响[J]. 航天制造技术,2020(2):18-20.
LUO C, ZHANG Y, WANG X Y, et al. Effect of heat treatment on microstructure and properties of cast Ti-22Al-25Nb alloy [J]. Aerospace Manufacturing Technology, 2020(2): 18-20.

[71] LIU Y, SHAN Z, YANG X, et al. Investigation on creep behavior and microstructural features of an additively manufactured Ti_2AlNb alloy upon isothermal deformation at elevated temperature[J]. Vacuum,2024,223:113112.

[72] YANG X, ZHANG B, BAI Q, et al. Correlation of microstructure and mechanical properties of Ti_2AlNb manufactured by SLM and heat treatment[J]. Intermetallics,2021,139:107367.

[73] 楚瑞坤,李雯琪,张熹雯,等. 热处理对选区激光熔化成形Ti_2AlNb合金组织和力学性能的影响[J]. 粉末冶金工业,2023,33(5):49-56.
CHU R K, LI W Q, ZHANG X W, et al. effect of heat treatment on microstructure and mechanical properties of Ti_2AlNb alloy prepared by selective laser melting[J]. Power Metallurgy Industry, 2023,33(5):49-56.

[74] 李会霞,车倩颖,贺卫卫,等. 热处理对电子束选区熔化成形Ti_2AlNb合金组织与性能的影响[J]. 中国材料进展,2023,42(6):499-505.
LI H X, CHE Q Y, HE W W, et al. Effect of heat treatment on microstructure and properties of Ti_2AlNb alloy fabricated by selective electron beam melting[J]. Materials China, 2023,42(6): 499-505.

[75] 桂一鸣. 点式锻压激光成形Ti_2AlNb合金组织性能及应力场数值模拟[D],秦皇岛:燕山大学,2023.
GUI Y M. Microstructure and properties of Ti_2AlNb alloy by point-mode forging and laser formation and numerical simulation of stess field[D]. Qinhuangdao: Yanshan University, 2023.

[76] ZHANG S, XI M, SUN X, et al. Significant effect of press down volume on microstructural evolution and mechanical properties of Ti_2AlNb intermetallic alloy prepared by point-forging and laser-deposition [J]. Materials Science and Engineering: A, 2024,907:146672.

[77] LI Z, CUI Y, WANG L, et al. An investigation into Ti-22Al-25Nb *in-situ* fabricated by electron beam freeform fabrication with an innovative twin-wire parallel feeding method [J]. Additive Manufacturing,2022,50:102552.

[78] FU R, YU Z, WU Q, et al. Microstructure evolution and property strengthening of Ti_2AlNb alloys prepared by multi-wire arc-directed energy deposition[J]. Journal of Materials Processing Technology,2024,329:118460.

[79] 李博,王俊勃,刘江南,等. V元素掺杂对粉末冶金Ti_2AlNb合金显微组织的影响[J]. 钛工业进展,2022,39(2):24-28.
LI B, WANG J B, LIU J N, et al. Effect of V element doping on microstructure of powder metallurge Ti_2AlNb alloy[J]. Titanium, 2022,39(2):24-28.

[80] 刘子儒,郭乾应,张虹雨,等. V添加对Ti_2AlNb合金组织演变及硬度的影响[J]. 金属学报,doi: 10.11900/0412.1961.2023.00155.
LIU Z R, GUO Q Y, ZHANG H Y, et al. Effects of V on the microstructure evolution and hardness enghancement of Ti_2AlNb alloy [J]. Acta Metallurgica Sinica, doi: 10.11900/0412.1961.2023.00155.

[81] 窦博,刘松涛,姜凤阳,等. 放电等离子烧结制备Ti_2AlNb及其室温力学性能的研究[J]. 稀有金属与硬质合金,2023,51(5):73-77.
DOU B, LIU S T, JIANG F Y, et al. Study on preparation of Ti_2AlNb by spark plasma sintering ang its room temperature mechanical properties [J]. Rare Metals and Cemented Carbides, 2023,51(5):73-77.

[82] 王恒荣,姜凤阳,思芳,等. 烧结温度对SPS制备Ti_2AlNb组织与拉伸性能的影响[J]. 稀有金属与硬质合金,2024,52(3):60-65.
WANG H R, JIANG F Y, SI F, et al. Influence of sintering temperature on the microstructure and tensile properties of Ti_2AlNb prepared by SPS[J]. Rare Metals and Cemented Carbides, 2024,52(3):60-65.

[83] 陈金坤,姜凤阳,思芳,等. SPS烧结时间对Ti_2AlNb合金组织与力学性能的影响[J]. 钛工业进展,2024,41(3):9-13.
CHEN J K, JIANG F Y, SI F, et al. Effect of sintering time on microstructure and mechanical properties of Ti_2AlNb alloy prepared by SPS[J]. Titanium, 2024,41(3):9-13.

[84] 刘志强,祝世强,赵杰,等. Ti_2AlNb金属间化合物薄壁构件虚拟塑性加工系统[J]. 航天制造技术,2022(3):29-35.
LIU Z Q, ZHU S Q, ZHAO J, et al. A virtual plasticity forming system for thin-wall components of Ti_2AlNb alloy[J]. Aerospace Manufacturing Technology,2022(3):29-35.

[85] 刘钢,刘志强,王东君,等. Ti_2AlNb合金薄壁件成形-热处理过程组织和力学性能预测模型[J]. 塑性工程学报,2022,29(2):

150-160.
LIU G, LIU Z Q, WANG D J, et al. Prediction model of microstructure and mechanical properties of forming heat treatment process for Ti_2AlNb alloy thin-walled components[J]. Journal of Plasticity Engineering, 2022,29(2):150-160.

[86] ZHANG G, QU H, YANG K, et al. Interface structure and tensile failure behaviour of novel SiC_f/Ti-Ti_2AlNb hybrid laminated composite material[J]. Journal of Materials Research and Technology,2024,28:2163-2176.

[87] 张尧. (TiB_2+TiB)/Ti_2AlNb复合材料高温变形行为与多向锻造工艺[D]. 秦皇岛:燕山大学,2023.
ZHANG Y. High temperature deformation behavior and multi-directional forging process of (TiB_2+TiB)/Ti_2AlNb composites [D]. Qinhuangdao:Yanshan University, 2023.

[88] 贾建波,张尧,范长琳,等. (TiB_2+TiB)/Ti-22Al-25Nb复合材料的热变形行为与组织演变[J]. 中国有色金属学报,2023,33(12):4080-4093.
JIA J B, ZHANG Y, FAN C L, et al. Hot deformation behavior and microstructure evolution of (TiB_2+TiB)/Ti-22Al-25Nb composites [J]. The Chinese journal of Nonferrous Metals, 2023,33(12):4080-4093.

[89] WU T, FAN R, WU Y, et al. Microstructure, densification and mechanical properties of in situ TiB_w/Ti_2AlNb composites fabricated by spark plasma sintering[J]. Journal of Materials Science, 2023,58(20):8359-8378.

[90] JU B, ZHANG N, DENG T, et al. Anisotropic microstructure and mechanical properties of as-forged (Ti,Nb)B/Ti_2AlNb composites[J]. Materials Science and Engineering: A, 2023, 872: 144935.

[91] LI Y, CHEN G, PANG G, et al. Effect of nano-Al_2O_3 addition on microstructure and mechanical properties of Ti_2AlNb-based composites prepared by powder metallurgy[J]. Journal of Alloys and Compounds,2023,968:172268.

[92] 邵鑫香,张守银,张堃,等. 真空热压法制备Ti_2AlNb/TA15叠层复合材料的微观组织及其高温拉伸性能[J]. 复合材料学报, 2024, 41(8): 4353-4365 .
SHAO X X, ZHANG S Y, ZHANG K, et al. Microstructure and high-temperature tensile properties of Ti_2AlNb/TA15 laminated composites prepared by vacuum hot pressing[J]. Acta Materiae Compositae Sinica, 2024, 41(8): 4353-4365.

[93] DU W, WANG X, WEI B, et al. Enhanced fracture toughness of Ti_2AlNb/Ti6Al4V layered metal composite[J]. Materials Science and Engineering: A,2024,909:146759.

[94] 李东海 . 箔冶金法制备TiAl/Ti_2AlNb层状复合材料组织与性能研究[D]. 哈尔滨:哈尔滨工业大学,2022.
LI D H. Microstructure and properties of TiAl/Ti_2AlNb laminated composites prepared by foil metallurgy[D]. Harbin:Harbin Institute of Technology,2022.

[95] 何波,潘界霖,杨光,等. 热处理对激光沉积制造TA15/Ti_2AlNb组织和性能的影响[J]. 稀有金属,2022,46(10):1261-1268.
HE B, PAN J L, YANG G, et al. Microstructure and properties of laser deposition TA15/Ti_2AlNb with heat treatment[J]. Chinese Journal of Rare Metals, 2022,46(10):1261-1268.

[96] 赵春蓉 . 航空发动机制造表面完整性技术在机械加工中的应用研究[J]. 中国机械,2023(31):7-11.
ZHAO C R. Research on the application of aero-engine manufacturing surface integrity technology in mechanical processing[J]. Machine China, 2023 (31): 7-11.

[97] WANG X, ZHAO B, DING W, et al. Wear mechanisms of coated carbide tools during high-speed face milling of Ti_2AlNb intermetallic alloys [J]. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology,2024,131(5):2881-2892.

[98] 周恺, 刘月萍, 刘志兵 . 叶轮轻量化用Ti_2AlNb基合金的切削加工性研究[J]. 战术导弹技术,2013(6):74-78.
ZHOU K, LIU Y P, LIU Z B. Research on machinability of Ti_2AlNb based alloy for lightweight of impeller[J]. Tactical Missile Technology, 2013(6): 74-78.

[99] 马晓迪 . Ti_2AlNb金属间化合物铣削加工性研究[D]. 南京:南京航空航天大学,2014.
MA X D. Study on milling of intermetallic Ti_2AlNb alloy[D]. Nanjing: Nanjing University of Aeronautics and Astronautics, 2014.

[100] XIA Z, GAO G, WANG Y, et al. Surface micro-texture and tribological properties in longitudinal-torsional ultrasonic-assisted milling Ti_2AlNb[J]. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology,2023,126(5):1919-1935.

[101] WANG Y, GAO G, ZHANG K, et al. Modelling of tribological behavior and wear for micro-textured surfaces of Ti_2AlNb intermetallic compounds machined with multi-dimensional ultrasonic vibration assistance [J]. Tribology International, 2024, 191:109167.

[102] ZHAO J, ZHENG L, LI W, et al. Effects of PVD CrAlN/(CrAlB) N/CrAlN coating on pin-disc friction properties of Ti_2AlNb alloys compared to WC/Co carbide at evaluated temperatures[J]. Metals,2024,14(6):662.

[103] YIN X, ZHOU J, CHEN X, et al. Milling performance of Ti_2AlNb by DC short electric arc machining based on different electrode materials[J]. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology,2023,127(11):5503-5515.

[104] ZHAO Y, ZHOU J, ZHANG S, et al. Electrode-assisted hydrodynamic arc breaking for efficient side-cutting of Ti_2AlNb [J]. Journal of Manufacturing Processes,2024,111:75-88.

[105] WANG B, ZHOU J, CHEN X, et al. Experimental investigation on Ti_2AlNb in high-efficiency short electric arc milling[J]. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology,2024,131(9):4361-4375.

[106] BU Z, ZHANG Y, YANG L, et al. Effect of cooling rate on phase transformation in Ti_2AlNb alloy[J]. Journal of Alloys and Compounds,2022,893:162364.

[107] 邹俭英,李洪宇 . Ti_2AlNb基合金连接性问题综述[J]. 中国材料进展,2019,38(7):710-716.
ZOU J Y, LI H Y. Review on weldability of Ti_2AlNb-Based alloy[J]. Materials China,2019,38(7):710-716.

[108] LI L, FU P, LIN B, et al. Effect of preheating and post-heating on the microstructures and mechanical properties of TC17-Ti_2AlNb joint with electron beam welding[J]. Materials,

2024,17(7):1654.

[109] ZHANG Y, XUE X, ZHENG G, et al. Improving strength-ductility synchronously of electron beam welded Ti600/Ti_2AlNb joint through isothermal forging[J]. Progress in Natural Science: Materials International,2024,34(3):532-539.

[110] LI Q, WANG X, QIN Y, et al. Improvement of the fatigue life of an electron-beam welded Ti_2AlNb joint subjected to an electromagnetic coupling treatment[J]. Materials Science and Engineering: A,2024,909:146848.

[111] HUSSAIN M Z, XIONG J, LI J, et al. Effect of Ti-Hf-Zr-Cu-Ni high entropy alloy addition on laser beam welded joint of Ti_2AlNb based intermetallic alloy[J]. Journal of Materials Science & Technology,2022,120(25):214-226.

[112] WU Y, LIU G, LIU Z-Q, et al. Microstructure, mechanical properties and post-weld heat treatments of dissimilar laser-welded Ti_2AlNb/Ti60 sheet[J]. Rare Metals, 2023, 42(4): 1332-1342.

[113] LIU N, ZHAO Z L, LIU Y L, et al. Bonding interface evolution characteristics of laser depositing Ti_2AlNb intermetallic compound on the near-α titanium alloy plate[J]. Metals and Materials International,2023,29(10):2795-2806.

[114] NING J, PAN L Z, ZHANG L J. Laser-welded butt joints of Ti_2AlNb/42CrMo steel with addition of V interlayer[J]. Journal of Materials Research and Technology,2024,28:3422-3434.

[115] 卜志强,马秀萍,李然,等. 压力对Ti_2AlNb合金扩散焊接头组织与性能的影响[J]. 航空材料学报,2023,43(2):51-58.
BU Z Q, MA X P, LI R, et al. Effect of pressure on the microstructure and mechanical properties of diffusion bonded joints of Ti_2AlNb alloy[J]. Journal of Aeronautical Materials, 2023, 43(2):51-58.

[116] DU Y J, SONG J F, XIONG J T, et al. Simultaneously enhancing strength-ductility synergy in the Ti_2AlNb diffusion bonding joint via heterogeneous high-entropy interface design[J]. Materials & Design,2024,237:112581.

[117] CHEN Y, CHENG Y, ZHAO C, et al. Analysis of the interfacial microstructure, phase transformation, and diffusion mechanism of Ti_2AlNb/TA2 joint diffusion-bonded at low temperature [J]. Materials Characterization,2024,209:113732.

[118] DU Y, ZHANG J, LI J, et al. Microstructure evolution and mechanical properties of Ti_2AlNb/TC17 joints brazed with Ti-Zr-Cu-Ni filler metal[J]. Vacuum,2023,215:112365.

[119] 吕彦龙,范佳锋,候金保,等. Ti69NbCrZr*X*中间层脉冲电流促进扩散焊 TiAl/Ti_2AlNb接头的组织与性能[J]. 材料工程,2024,52(12):143-150.
LYU Y L, FAN J F, HOU J B, et al. Microstructure and properties of pulse current promoted diffusion welding TiAl/Ti_2AlNb joint with Ti69NbCrZr*X* interlayer[J]. Journal of Materials Engineering, 2024,52(12):143-150.

[120] HUANG L, DONG H, LI J, et al. Regulating the interfacial microstructure in TiAl/Ti_2AlNb vacuum diffusion bonded joints for superior mechanical performance[J]. Materials Science and Engineering: A,2023,887:145761.

[121] CAI J, HU S, LIU H, et al. Microstructural evolution and mechanical properties of Ti_2AlNb/GH99 superalloy brazed joints using tizrcuni amorphous filler alloy [J]. Aerospace, 2023, 10(1):73.

[122] LI P, WANG Y, ZHANG L, et al. High strength diffusion bonding of Ti_2AlNb to GH4169 with (TiZrHfNb)95Al5 high entropy interlayer[J]. Materials Science and Engineering: A, 2024,902:146558.

[123] BU Z Q, MA X P, WU J Y, et al. Microstructure and mechanical properties of continuous drive friction welded Ti_2AlNb alloy under different rotational rates [J]. Transaction of Nonferrous Metals Society of China, https://link.cnki.net/urlid/43.1239.TG.20231008.1435.012.

[124] GUO Z, MA T, CHEN X, et al. Interfacial bonding mechanism of linear friction welded dissimilar Ti_2AlNb-Ti60 joint: Grain intergrowth induced by combined effects of dynamic recrystallization, phase transformation and elemental diffusion[J]. Journal of Materials Research and Technology, 2023, 24: 5660-5668.

[125] 中国航空材料手册编辑委员会. 中国航空材料手册第2卷[M]. 2版. 北京:清华大学出版社,2013.
Editorial Board of China Aeronautical Materials Handbook. China aeronautical materials handbook[M]. 2nd ed. Beijing: Tsinghua University Press,2013.

基金项目:科技部十四五国家重点研发计划项目(2021YFB3702601)
收稿日期:2024-03-13;**修订日期**:2024-09-21

通讯作者:姚利盼(1984—),女,高级工程师,硕士,研究方向为航空发动机结构设计,联系地址:中国科学院工程热物理研究所轻型涡轮动力全国重点实验室(100190),E-mail:yaolipan@iet.cn

(本文责编:解 宏)

引用格式：郭锦程，任素娥，陈彦飞. 高温红外隐身材料研究进展[J]. 材料工程，2025，53(1)：45-54.
GUO Jincheng, REN Sue, CHEN Yanfei. Research progress in high-temperature infrared stealth materials[J]. Journal of Materials Engineering, 2025, 53(1): 45-54.

高温红外隐身材料研究进展

Research progress in high-temperature infrared stealth materials

郭锦程[1*]，任素娥[2*]，陈彦飞[1]
（1 北京理工大学 先进结构技术研究院，北京 100080；
2 中国航发北京航空材料研究院，北京 100095）
GUO Jincheng[1*], REN Sue[2*], CHEN Yanfei[1]
(1 Institute of Advanced Structure Technology, Beijing Institute of Technology, Beijing 100080, China;
2 AECC Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China)

摘要：航空发动机热端部位的红外辐射容易被红外探测器所探测，不利于飞行器在复杂的监测环境下服役。如何降低航空发动机高温部位的红外辐射特征，提高航空发动机的高温红外隐身性能是目前亟须解决的难题。本文介绍了在高温环境中具有应用前景的金属类红外隐身材料、无机非金属类红外隐身材料和结构类红外隐身材料的红外隐身机理和研究状况，并指出了高温红外隐身材料的未来发展趋势，包括需要进一步研究高温红外隐身材料的失效机理、与控温方式相结合以满足更高温度的隐身需求和有必要发展综合隐身性能来满足飞行器在复杂环境下的隐身能力。

关键词：红外隐身；高温；低红外发射率；红外探测
doi：10.11868/j.issn.1001-4381.2024.000119
中图分类号：TB35 **文献标识码**：A **文章编号**：1001-4381(2025)01-0045-10

Abstract: Infrared radiation at the hot-section of the aero engine is easily detected by infrared detectors, which is not conducive to aircraft service in a complex monitoring environment. How to reduce the infrared radiation characteristics of high-temperature parts of aero engine and improve the high-temperature infrared stealth performance of the aero engine is a difficult problem that needs to be solved. This paper discusses the infrared stealth mechanisms and research status of metal-based, inorganic non-metallic, and structural infrared stealth materials with potential applications in high-temperature environments. It also highlights the future development trends for high-temperature infrared stealth materials, including the need for further investigation into the failure mechanisms of these materials, the integration of temperature control methods to meet higher-temperature stealth requirements, and the necessity to develop comprehensive stealth performance to ensure the capability of aircraft to remain stealthy in complex environments.

Key words: infrared stealth; high temperature; low infrared emissivity; infrared detection

随着红外技术的发展，红外探测技术已经成为侦查军事目标的重要手段之一，在军事领域中占有举足轻重的地位。早在20世纪，以物体红外辐射为目标进行军事打击的红外制导导弹已在战场上得以应用。在现代战争中，红外探测技术越来越精确，以目标红外源制导打击的新式武器越来越先进，飞行器面临着发现即被击落的风险，因此如何在严密的监测环境下降低飞行器被探测到的可能性，提高其在复杂环境中的生存能力成为目前飞行器的一个研究重点[1-4]。根据斯蒂芬-玻尔兹曼定律：$E=\varepsilon\sigma T^4$（E为温度T下的红外辐射度，ε为温度T下的红外发射率，σ为斯蒂芬-玻尔兹曼常数）[5]，可从以下两种方式降低物体的红外辐射度：(1)降低物体的表面发射率；(2)降低物体的表面温度。虽然温度的降低可以实现物体的红外辐射度的减小，但是随着飞行器飞行速度的加快，航空发动机的推重比随之增加，导致发动机尾喷管的温度超

过 800 ℃，通过控温来降低红外辐射度具有一定难度[6]。因此，一般采用遮挡、掩盖航空发动机的高温部位或表面涂覆低红外发射率材料的方法来有效降低航空发动机高温部位的红外辐射度，减小与背景辐射度的差异来实现红外隐身[7]。物体表面的红外发射率遵循哈根-鲁本斯关系 $\varepsilon_{em}(\lambda_{em})=4\left(\frac{\pi C_0\varepsilon_0}{\lambda_{em}\sigma}\right)^{1/2}$（$\varepsilon_{em}$ 为波长 λ_{em} 的红外发射率，C_0 为真空中的光速，ε_0 为真空介电常数，σ 为电导率）[8]，由此可知，材料的电导率越高，其表面发射率越低。红外电磁波只与物体表面百微米深度的载流子发生作用，因此可认为红外辐射是物体表面性质。针对以上特性，在物体表面涂覆低红外发射率涂层能够有效降低红外辐射度。同时，涂层具有制备工艺简单、对基体形状大小选择性低和基体质量增加不明显等优点，被学者们所青睐[9-11]。此外，红外电磁波在大气中传播时，会被水、二氧化碳等分子吸收，因此只有特定的波段才能被利用，例如 0.7～2.5，3～5，8～14 μm 波段，这些波段称为大气窗口[12]。与常温环境不同，在高温环境下，由于维恩位移定律红外辐射波段逐渐向低波段移动[13]，温度超过 800 ℃后，3～5 μm 波段将成为主要的红外辐射波段。并且涂层黏结剂的使用寿命及其红外发射率都会受到高温的影响，因此，高温下不失效且保持低红外发射率是涂层材料获得高温低红外辐射特性的关键。为达到此目标，学者们对高温红外隐身材料开展了大量研究。本文对金属类、无机非金属类和结构类红外隐身材料的研究状况和红外隐身机理进行介绍，并对高温红外隐身材料未来的发展趋势进行了展望。

1 金属类红外隐身材料

红外不透明物体的红外发射率由 $\varepsilon=\alpha=1-R$ 计算，其中 R，α 分别为目标物体的反射率和吸收率，表明红外不透明物体的红外发射率与红外反射率成反比。金属材料虽然没有禁带，但有连续分布的能级，由于金属原子之间的弱相互作用导致电子在能级间可以自由移动，同时对红外光有强烈反射作用（图 1[14]），因此金属拥有极低的红外发射率[14]。金属也是最早被人们所发现并用于红外隐身的材料[14-16]。在高温环境下，金属材料表面会发生氧化和腐蚀现象，致使红外发射率增加，进而丧失红外隐身的功能。因此，如何避免金属在高温下氧化和腐蚀是目前金属材料在高温隐身领域应用的一个关键问题。目前，用于高温红外隐身的金属材料包括 Au，Al，Ni，Ag，Cu，Pt 等，在应用过程中通常采用涂层或薄膜形式。

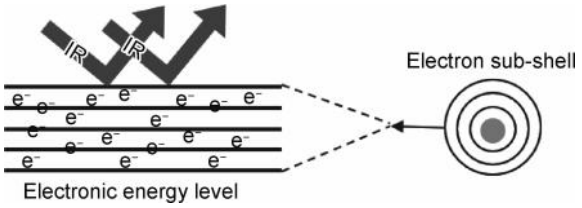


图 1 金属材料对红外光反射示意图[14]

Fig. 1 Diagram of reflection of metallic materials to infrared light[14]

1.1 金属涂层类

金属涂层类红外隐身材料通常以金属颗粒为填料，无机（如玻璃）或有机聚合物为黏结剂，通过二者混合的方式制备而成，其发射率主要受金属颗粒的类型、含量、形状、尺寸、悬浮率和黏结相的影响。

据文献报道[17]，当金属填料的粒径在 325～800 目时，涂层的红外发射率随颗粒尺寸的减小而逐渐增大；当填料粒径为 800～1000 目时，由于 Mie 散射作用，红外发射率随颗粒尺寸的增大而增大；而在 1000～1500 目时，由于受到瑞利散射作用，粒径的增大导致散射作用增加，红外发射率减小。填料的形状对红外发射率的影响大小由高到低依次为：球状＞棒状＞片状[18]。填料的悬浮率也是决定涂层发射率的关键因素[19]。通常，随着悬浮率的提高，更多的填料悬浮在涂层表面，有利于红外光的反射，从而降低发射率。黏结相一般采用高红外透过率的黏结剂，以避免黏结剂的红外吸收增加涂层的红外发射率。黏结剂通常选用玻璃基黏结剂或树脂基黏结剂。李俊生等[20]在航空航天用 K424 合金板/不锈钢基底上制备出一种耐高温低红外发射率复合涂层，该涂层由外向内依次为 MgO 保护层、以 Au 为填料的 $ZnO\text{-}Al_2O_3\text{-}SiO_2$ 微晶玻璃基低红外发射率层、$ZnO\text{-}Al_2O_3\text{-}SiO_2$ 扩散阻隔层，该涂层可在 700 ℃高温下连续使用 120 h 以上，且最大发射率不超过 0.2。考虑到航空发动机的使用环境高达 1000 ℃，刘海韬等[21]对提高金属涂层使用温度和降低红外发射率开展了研究工作，他们在金属基底上利用等离子喷涂工艺制备了 NiCrAlY 黏结层，随后在黏结层上制备了 ZrO_2 过渡层，最后以 AgPd 合金为填料，以 $ZrO_2\text{-}Al_2O_3\text{-}SiO_2$ 系玻璃为黏结剂，通过丝网印刷法制备出低红外发射率功能层。该涂层的表面粗糙度小于 2.0 μm，结合强度超过 10 MPa，耐受温度在 1000 ℃以上，且特定波段的平均红外发射率小于 0.3。该团队还突破了传统红外隐身和雷达隐身难以兼容的难题，表面用 Pt 为填料，$Bi_2O_3\text{-}B_2O_3\text{-}Al_2O_3\text{-}SiO_2$ 系玻璃为黏结剂，采用丝网印刷工艺制备了低红外发射率涂层，随后在贴片电阻型

高温周期结构层与低红外发射率层中间制备了8YSZ陶瓷隔离层，Al_2O_3-Ni系吸波层和CoCrAlY金属黏结层依次被放置在隔离层的下层，涂层厚度仅为0.95 mm。对涂层室温和高温的微波反射率进行测试，结果表明，在室温条件下，9～18 GHz波段的反射率低于－4 dB，900 ℃测试条件下，9.2～18 GHz波段的反射率低于－4 dB，红外发射率（3～5 μm）为0.32，表明涂层具有优异的雷达、红外兼容隐身功能[22]。对玻璃基黏结剂红外隐身涂层进行汇总，如表1所示[20-22]。

表1　玻璃基黏合剂红外隐身涂层汇总

Table 1　Summary of infrared stealth coating for glass-based adhesives

Sample	Method	Temperature/℃	Infrared emissivity	Reference
K424 alloy substrate/ZnO-Al_2O_3-SiO_2 diffusion barrier layer/Au-ZnO-Al_2O_3-SiO_2 low infrared emissivity layer/MgO protection layer	Brushing method; magnetron sputtering method	700	＜0.2	[20]
Metal substrate/NiCrAlY bonding layer/ZrO_2 transition layer/AgPd alloy-ZrO_2-Al_2O_3-SiO_2 low infrared emissivity layer	Atmospheric plasma spraying method; screen printing method	1000	＜0.3	[21]
Metal substrate/CoCrAlY metal bonding layer/Al_2O_3-Ni-based ceramic absorbing layer/Bi_2O_3-SiO_2-B_2O_3-$MoSi_2$ patch resistance-type high-temperature periodic structure layer/8YSZ ceramic isolation layer/Bi_2O_3-B_2O_3-Al_2O_3-SiO_2-Pt infrared low emissivity frequency-selective surface layer	Atmospheric plasma spraying method; screen printing method	900	0.32	[22]

与以无机物（玻璃类物质）作为黏结剂的涂层材料相比，以有机聚合物树脂作为黏结剂的涂层具有低红外吸收的特性，并伴有高的透过性。这类有机聚合物树脂通常有三元乙丙橡胶、环氧树脂、聚乙烯、有机硅和聚氨酯等[23-25]。树脂基涂层也主要是由黏结剂和填料组成的，其红外发射率和耐温性主要取决于黏结剂和填料的特性。由于有机聚合物主要由C，O等元素组成，与无机物相比，其耐温性较差、长期使用温度不超过400 ℃、短期温度不超过600 ℃。李叶等[26]以Al粉为填料，三元乙丙橡胶为黏结剂，采用喷涂法制备了低红外发射率涂层，该涂层可以在200 ℃下使用，且有低的红外发射率特性。当使用温度超过300 ℃，涂层内部开始出现损坏，当温度高于400 ℃，红外发射率陡增，此时涂层丧失红外隐身性能。南京航空航天大学Xu等对Al/环氧硅氧烷[27]，Cu/聚氨酯[28]，Al/有机硅复合涂层[29]进行了研究。他们发现，以聚氨酯与Cu粉为黏结剂和填料制备的涂层在8～14 μm波段的红外发射率最小为0.1，该涂层的红外发射率与温度呈“U”型关系，发射率的最小值出现在380 K左右。随着Cu粉含量和涂层厚度的增加，发射率显著降低。当采用耐高温的有机硅树脂为黏结相，填料Al粉的质量分数为30%左右时，3～5 μm波段红外发射率低于0.2。而当Al粉质量分数为40%，以环氧硅氧烷作为黏结剂时，得到的涂层在8～14 μm波段的最低红外发射率为0.15。当使用温度在500 ℃以下时，复合涂层的发射率基本保持在一个较低的水平，且涂层具有较高的热稳定性和良好的抗热震性。

1.2　金属薄膜类

与金属涂层类相似，金属薄膜类也是一类常见的红外隐身材料，其主要是通过磁控溅射、物化沉积等工艺制备而成。金属薄膜的高温红外发射率主要受表面粗糙度、金属的导电率及使用温度等因素的影响。常用的金属薄膜材料有Au，Pt，Pd和Rh，具有耐高温、抗氧化等特点。美国MF公司在800 ℃的条件下对Ni基底表面沉积的Au膜的红外发射率进行了测试，结果表明，随着热处理时间的增加，红外发射率显著提高，退火20 h发射率由0.05提升到0.18。西北工业大学Huang等[30]在Ni合金表面沉积Pt层，600 ℃退火后，Pt薄膜的晶粒尺寸随退火时间的增加而增大，直流电阻率降低，薄膜的红外发射率随着退火时间的增加而逐渐降低。当退火时间达到150 h时，3～14 μm波段的平均红外发射率为0.1左右，且Ni基合金上的Pt薄膜在600 ℃下表现出良好的抗氧化性。而通过磁控溅射在Ni基合金表面制备的金属Au层经过高温处理后[31]，基底Ni合金中的元素向Au膜发生扩散和氧化，致使3～14 μm红外发射率显著增加，使其失去了红外隐身特性。为了防止金属基板元素向Au低发射率层扩散，在Au与合金基体之间制备了200 nm厚的Ni膜作为扩散阻挡层来提高Au膜在高温下的耐久性[32]。复合薄膜在600 ℃的高温环境中处理200 h后，红外发射率依旧可以维持在0.1以下，但温度升至700 ℃时，涂层红外发射率陡增至0.6。金属薄膜虽然具有优异的低红外发射率效果，在中温环境中具有一定的稳定性，但是其对基体有一定的选择性，同时存

在粘接不牢固、薄膜容易起泡和脱落等问题，阻碍了其广泛应用。除此之外，薄膜长期在高温环境下工作会导致元素的扩散，减少薄膜的使用寿命，耐久性变差。

2 无机非金属类红外隐身材料

金属类红外隐身材料虽然有较低的红外发射率，但是面临着高温抗氧化性弱和抗腐蚀性差等严峻挑战。如何使红外隐身材料兼有低红外发射率、抗氧化性、抗腐蚀性等优异特性一直是红外隐身领域面临的关键性技术难题。与金属类材料相比，无机非金属材料通常具有良好的耐高温、低红外发射率、抗腐蚀特性，是目前红外隐身领域被重点关注的一类材料。根据有、无氧元素，可将无机非金属类红外隐身材料分为无机氧化物类和无机非氧化物类材料。

2.1 无机氧化物类

图 2 为无机氧化物类材料电子跃迁示意图和典型半导体材料红外吸收光谱图[33]。与金属类材料不同，无机氧化类材料可以在高温环境中长时间使用，不用担心被氧化的问题。作为半导体材料的一种，通常无机氧化物的导带和价带被禁带分开，无机氧化物类材料进行掺杂后，在其禁带中引入杂质能级，降低价带的电子向导带跃迁的能量(图 2(a))，增加导带的电子数量，从而增大红外的反射率，降低红外发射率。常温下电子跃迁需要的能量高、迁移速率低，因此导电性比较差，发射率较高。随着温度的升高，电子受热获得能量，迁移率增大，使得导带中的电子数量显著增加，电导率增大，所以无机氧化类材料的红外发射率也随着温度的升高而逐渐降低[34-36]。除此以外，如图 2(b)所示[33]，在红外波段，自由载流子(电子)吸收、杂质吸收等都会对材料的红外发射率造成影响，因此可以通过掺杂调控载流子(电子)的密度和迁移速率，使无机氧化物类材料具有较低的红外发射率。目前无机氧化物类红外隐身材料按照体系划分，可以分为 M_xO_y 类和 ABO_3 类。

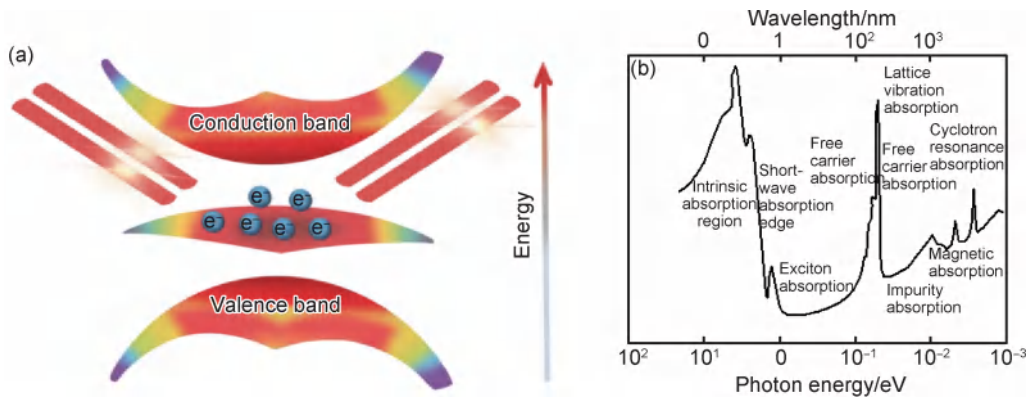


图 2 无机氧化物类材料电子跃迁示意图(a)和典型半导体材料红外吸收光谱图(b)[33]

Fig. 2 Schematic diagram of electronic transition of inorganic oxide materials(a) and infrared absorption spectra of typical semiconductor materials(b)[33]

2.1.1 M_xO_y 类

M_xO_y 类主要包括 CeO_2、ZrO_2、ZnO 和 In_2O_3 等无机氧化物。其中，CeO_2 具有高熔点、低热导率、优异的高温电导率等优点，因此在高温红外隐身领域具有一定的应用潜力[37]。Zhao 等[38]通过共沉淀法制备了一系列 Y^{3+}，Ca^{2+} 共掺杂 CeO_2 材料，其中 $Ce_{0.8}Y_{0.15}Ca_{0.05}O_{2-\delta}$ 样品在 600 ℃下的电导率最高，此时红外发射率最低为 0.241。Bu 等[39]采用单掺杂策略，20%Y^{3+}(摩尔分数，下同)掺杂 CeO_2 获得了低红外发射率效果，发射率为 0.21。针对 CeO_2 本身，蒋勇等[40]对热处理的 CeO_2 进行研究发现，红外发射率的降低不仅与热处理后粉体的结晶程度相关，还与晶粒尺寸的增加以及微观形貌有关。Zhou 等[41]对热处理后具有不同氧空位浓度的 CeO_2 红外发射率进行了表征，实验结果表明，随着热处理温度的升高，氧空位浓度增加，发射率降低。通过第一性原理计算给出的原因是，CeO_2 的红外反射率和费米能级附近的能态密度峰面积随着氧空位浓度的增加而增大，从而增加了自由载流子浓度，红外发射率因此而降低。

氧化钇掺杂氧化锆(yttria-stabilized zirconia，YSZ)因具有低热导率以及与金属基底相近的热膨胀系数，在高温红外隐身涂层方面具有很大优势[42-43]。YSZ 的电导率随温度的升高而逐渐增加，在高温下具有优异的电导率，对红外电磁波有较强的反射作用，在 3～5 μm 波段能够显著降低红外发射率，因此 YSZ 也是目前红外隐身材料的研究热点之一。Campo

等[44]利用等离子喷涂法制备了YSZ涂层，并建立了涂层中孔隙率与红外辐射的关系模型。该模型认为，孔隙率的大小可以作为调控参数，当涂层具有半透明的特征且不显著散射红外辐射时，其辐射特性具有周期性的干涉振荡，并且在理论计算上得到了验证。国内学者针对YSZ在红外隐身领域的应用也开展了相关研究，电子科技大学殷举航[45]采用等离子物理气相沉积（plasma spray-physical vapor deposition，PS-PVD）制备的涂层具有羽毛柱状沟壑，增加了对红外光的吸收，红外发射率较高。当热处理温度从室温升高至1200 ℃时，涂层的电导率增加，羽毛柱状晶间隙缩小，红外吸收减小，涂层的发射率从0.73降至0.58。当采用大气等离子喷涂（atmospheric plasma spraying，APS）制备涂层时，涂层中存在的圆形孔洞会与红外辐射发生散射效应，增大涂层的反射率，降低发射率，使得红外发射率低于PS-PVD制备的涂层。南京航空航天大学王慧慧等[46]研究了ZnO，Al_2O_3及MoO_3单掺杂YSZ粉体在3～5 μm波段的发射率，结果表明，掺杂Al_2O_3后粉体的发射率整体上升，而掺杂ZnO及MoO_3后的8YSZ粉体发射率整体降低，单相掺杂5%的MoO_3效果最好，600 ℃下发射率最低为0.249。

除上述氧化物具有低的红外发射率外，SnO_2掺杂In_2O_3（indium tin oxide，ITO）也具有低的电阻率，可以在高温环境中稳定使用，因此ITO也成为学者们研究的一个重点。王自荣等[47]，Sun等[48]研究了ITO涂层的高温发射率，在700 ℃及以下温度热处理后，样品表面完整，ITO涂层仍然具有低红外发射率。在800 ℃热处理150 h后，试样表面出现少量细小裂纹及杂相，样品8～14 μm波段红外发射率迅速增加到0.59。

ZnO也是一类优异的红外隐身材料。这是因为其晶格中同时存在Zn离子间隙和氧空位，因此具有本征半导体导电特性。同时，由于优异的耐热性以及化学稳定性，使其成为性能优异的高温红外隐身候选材料之一。Guo等[49]研究了不同形状的ZnO粉体对高温红外发射率的影响，他们分别合成了针状、铅笔状、花状和扁平状等多种形态的ZnO粉体，并且考察了其在3～5 μm波段的高温红外发射率。研究表明，从室温至800 ℃，由于颗粒之间接触面积的不同，扁平状ZnO的红外发射率最低，花状ZnO的红外发射率最高，铅笔状和针状的ZnO红外发射率介于二者之间。此外，该团队还研究了Ce掺杂ZnO的高温红外发射率[50]，Ce掺杂ZnO粉体在同一温度下的红外发射率随Ce掺杂浓度的提高先降低后升高，当Ce为3%时，500 ℃下Ce掺杂ZnO粉体在整个测试温度范围内的红外发射率最低达0.329。

2.1.2　ABO_3类

尽管M_xO_y类氧化物在3～5 μm波段具有低红外发射率的性能，但是在8～14 μm波段存在发射率较高、隐身效果差等问题。ABO_3钙钛矿型氧化物具有高度晶格对称性，在8～14 μm波段的红外隐身具有优势，并且通过元素掺杂可以调控ABO_3的电阻率和能带结构，满足双波段低红外发射率的要求，为其在高温隐身领域的应用提供了可能。Li等[51]采用溶胶凝胶法制备了Al^{3+}掺杂$SrZrO_3$材料，通过理论计算与实验揭示了能态密度与红外发射率之间的关系。结果表明，费米能级附近能态密度越高，载流子更易跃迁到导带中增加导电性，红外发射率越低。Al^{3+}掺杂浓度为14%时，材料在590 ℃下3～5 μm波段红外发射率为0.256，550 ℃下8～14 μm波段红外发射率为0.383。同样具有ABO_3结构的$LaMnO_3$由于较高的掺杂容忍度和独特的电子输运性质也成为学者们的一个研究热点。Shen等[52]考察了K^+，Na^+掺杂对$LaMnO_3$材料高温红外发射率的影响。由于体系中的不成对电子浓度减小，自发极化增强了偶极矩的振动，K^+，Na^+掺杂样品在8～14 μm波段出现了新的红外吸收峰，因此红外发射率较高。刘嘉玮等[53]测试了Ba^{2+}掺杂$LaMnO_3$材料的红外发射率，结果表明，当Ba掺杂量为30%时，$La_{1-x}Ba_xMnO_3$材料获得了最低的红外发射率，与材料的电导率规律保持一致，3～5 μm和8～14 μm波段发射率分别为0.776和0.818。

2.2　无机非氧化物类

与无机氧化物类材料相比，无机非氧化物类材料是一类不含氧元素的化合物，也是一类常见的红外隐身材料。其主要包括碳化物、氮化物、硼化物等。这类化合物通常具有高熔点、高电导率和优异的化学稳定性，在高温红外隐身领域具有一定的应用潜力。ZrB_2是一种具有类金属导电性的无机非氧化物类材料，由于B原子中未参加杂化的p电子之间以离域大π键结合，Zr原子轨道存在未成键的d轨道电子，因此ZrB_2中含有大量可自由移动的电子[54-57]。张敏[58]通过计算得出，在ZrB_2的能带结构中部分导带与价带重叠，费米能级处具有电子态密度，证实了ZrB_2具有类金属性质。同时，ZrB_2具有高熔点的特性，这有利于在极端环境中使用。Zhang等[59]使用磁控溅射法制备了ZrB_2薄膜，在真空环境下1000 ℃退火10 h后，薄膜具有较高的热稳定性和低红外发射率（3～5 μm时为0.05，8～14 μm时为0.01）。此外，随着退火温度的升高和退火时间的延长，薄膜致密化程度增加，晶粒长

大，电阻率和红外发射率降低。

MXene是由过渡金属碳化物、氮化物和碳氮化物组成、由MAX相处理得到的二维材料。MAX相的具体分子式为$M_{n+1}AX_n$（n=1，2，3），其中M为前几族的过渡金属，A为主族元素，X为C和/或N元素，通过刻蚀作用将A从MAX相中移除，就可形成MXene二维结构。这种独特的结构为电子提供了运输导电通道，因此MXene在电导率方面表现出色，对降低红外发射率有积极效果。Li等[60]制备了一种超薄MXene薄膜（低至1 μm），该薄膜的红外发射率仅为0.19，与不锈钢相当，远低于石墨烯等其他二维纳米材料。此外，该薄膜具有优异的耐高低温性能和防火稳定性，在−10～500 ℃内可以稳定使用。

3 结构类红外隐身材料

由于材料本身固有属性的局限性，利用改变材料方式来提高其在某一特定频段的隐身特性可能受到一定制约。结构类红外隐身材料是在不改变材料固有属性的基础上，通过改变结构的尺寸、形状、排列和组合方式形成来实现隐身的目标。与上述基于材料的特性调控红外电磁波性能相比，基于结构调控实现红外隐身性能是现代红外隐身材料发展的最新成果。其可以精准地调控红外电磁波特性，例如在3～5 μm和8～14 μm红外波段可实现超低红外发射率的红外隐身特性，在5～8 μm非探测波段可实现高红外发射率的辐射散热性能，体现了红外隐身材料由材料级到结构级的思路转化。尽管结构类红外隐身材料可以通过光学参数的设计具备超低的红外发射率，但是材料存在耐温性差、氧化和导热等问题，制约着结构类红外隐身材料在高温下的使用。此外，这类材料制备工艺复杂，仍然停留在实验室阶段，距离实际应用还有一定的距离。目前常见的结构类红外隐身材料主要有光子晶体类材料和超构表面类材料。

3.1 光子晶体类

光子晶体是具有不同介电常数的材料通过周期性排列而形成的一类人工合成晶体材料。其在红外隐身领域的应用主要是利用限定的光子带隙对红外电磁波形成选择性光栅，从而实现红外波段的高反射作用[61-64]。根据基尔霍夫定律，材料的透射率一定时，物体的反射率越高发射率越低[65]。因此，光子晶体可以通过筛选材料和结构设计来调控带隙，进而实现低红外发射率特性[66]。

Zhang等[67]在石英基底上交替沉积制备Ge/ZnS一维光子晶体，该材料在3～5 μm波段下平均发射率不超过0.052。为了提高光子晶体材料的耐温性，Zhang等[68]进一步采用高真空电子束技术制备了Si/SiO_2一维光子晶体，其在3～5 μm波段的平均红外发射率低至0.076，能够在300 ℃以下的环境中稳定使用（图3）。为了使光子晶体能够在更高温度下使用，Zhu等[69]将Ge/ZnS光子晶体与隔热的气凝胶搭配使用，来实现高温下的红外隐身。该材料利用在3～5 μm和8～14 μm波段的低红外发射率特性来实现红外伪装，利用在5～8 μm波段高发射率实现辐射散热。在目标温度为873 K时，表面温度只有410 K，在623 K下保持1 h后材料的性能仍然稳定。该团队还基于表面硫化锌单层减反层和锗/硫化锌一维光子晶体[70]，在红外波段实现了超低的红外发射率，在375 K时，3～5 μm和8～14 μm的红外发射率分别为0.11和0.12，在非红外探测窗口的红外发射率为0.61，该结构在50～300 ℃的范围内可以稳定使用。考虑到金属薄膜在高温环境下性能不稳定等因素，Wang等[71]采用传输矩阵和遗传算法设计了由三种耐高温材料（SiO_2，TiO_2和Ge）交替组成的12层光子晶体结构，在两个探测窗口的红外发射率都低于0.25，非探测窗口的红外发射率高于0.85，实现了对材料红外发射率的有效调控。

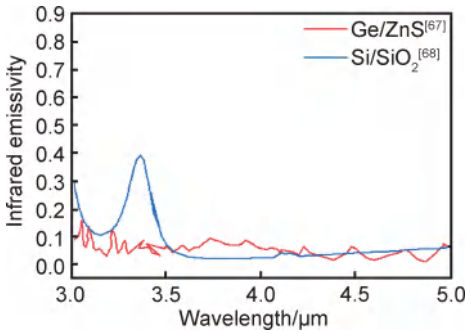


图3 光子晶体材料的红外发射率

Fig. 3 Infrared emissivity of photonic crystal materials

3.2 超构表面类

超构表面类材料是一种将亚波长量级的结构单元通过合适方式在平面内排列而成的新型人工复合材料。与光子晶体类材料相比，两者共同点是都有周期性排列的微纳结构，可实现在大气窗口波段低的红外发射率、非大气窗口波段高的红外发射率。两者不同之处在于，光子晶体类材料是基于光子带隙对光进行调控，而超构表面类材料则是基于电磁谐振原理，通过表面排布超构原子阵列与红外电磁波发生相互作用，实现对红外电磁波的调控，从而使其获得低红外辐射效果。

依据以上原理，Lee 等[72]设计了一种 Au-ZnS-Au 三层超表面结构来调控红外发射率，通过优化结构的性能参数，实现了在 3～5 μm 和 8～14 μm 大气窗口波段低红外发射率，而在非大气窗口高红外发射率的特征。该结构在 600 K 下的红外伪装能力是 Au 的 9.6 倍，是黑体的 19.6 倍。为进一步提高超构表面材料的耐热性，Kim 等[73]基于金属-绝缘体-金属结构（metal-insulator-metal，MIM），设计了一种 Ag-PI-Ag 双波段超构表面材料用于高温红外隐身。MIM 结构表面 6.2 μm 处的磁极化激元共振峰用来抑制物体的长波和中波红外信号，抑制率达 92% 以上，并且在室温到 500 ℃的范围内保持双波段红外信号抑制率大于 90%。为应对多波段探测的难题，Pan 等[74]设计出了 Si-GST-Au 超构表面材料，成功实现红外隐身、辐射制冷、红外激光隐身和可见光迷彩隐身多功能一体化，其中红外隐身方面，3～5 μm 和 8～14 μm 红外大气窗口的辐射率分别为 0.25 和 0.33，5～8 μm 红外非探测波段的辐射率为 0.77，在实现红外隐身的同时实现了有效散热。Zhao 等[75]设计了一种用于激光和红外隐身的周期凹槽与不同尺寸的空腔和圆盘组成的全金属微纳结构，该结构可将 3～5 μm 波段红外信号在 450～1000 K 范围内降低 80%，将 8～14 μm 波段的红外信号从室温到 1000 K 的范围内降低 90%。

基于以上各类高温红外隐身材料的综述，将典型的高温红外隐身材料进行了归纳，如图 4 所示。金属类红外隐身材料拥有低红外发射率，满足红外隐身的需求，但是只能在中高温下短时间使用，容易氧化且不耐腐蚀。无机氧化物类材料在耐高温、抗氧化和耐腐蚀方面具有优势，在 3～5 μm 波段可以实现低红外发射率，但是其 8～14 μm 波段发射率较高，容易使目标暴露在红外探测器下，丧失红外隐身性能。无机非氧化物类材料只能在较低温度下使用，在高温环境中同样存在不耐氧化、腐蚀等问题，影响红外发射率。结构类红外隐身材料作为理想的红外隐身材料，可以在双波段实现超低的红外发射率，但是其耐温性不足，只能在不高于 500 ℃下使用，并且制备工艺复杂。

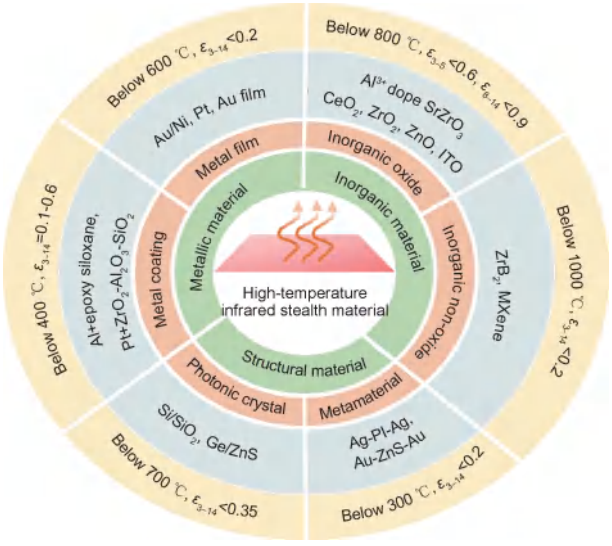


图 4　各类高温红外隐身材料概况

Fig. 4　Overview of various high-temperature infrared stealth materials

4　结束语

飞天巡洋，动力先行。作为飞机“心脏”的航空发动机在航空科技的发展过程中起着关键性作用。伴随着航空发动机向高推重比、高涵道比、高涡轮进口温度方向发展，发动机热端部件的工作温度越来越高，其红外隐身性能将面临巨大的挑战，研制并发展高性能的高温红外隐身材料迫在眉睫。目前，尽管很多学者做了大量基础性研究工作，但是高温红外隐身材料并不能完全满足实际环境的应用需求。金属材料虽然有较低红外发射率，但在有氧环境中易被氧化，导致发射率升高，且发射率随温度的升高而迅速增大，导致红外隐身功能失效；无机氧化物类材料在高温环境中只能在单波段内满足低红外发射率的要求；无机非氧化物体系材料在高温环境中同样面临高温氧化而导致隐身性能失效问题；结构类红外隐身材料虽然可以兼容多波段，但往往存在制备工艺复杂、耐温性严重不足等问题。因此，发展可适用于高温极端服役环境的低红外发射率材料，满足日益更新的武器装备、航空航天飞行器的隐身性能需求，具有重要的科学意义和军事应用价值。本文结合当前高温红外隐身材料的研究现状，对今后的研究方向进行了总结和展望。未来还将在以下 3 个方面继续开展工作：(1)对耐高温红外隐身材料的失效分析还需进一步研究。目前虽然有些低红外发射率涂层的耐温性得到了保证，但是在复杂的高温环境下仍存在许多不可忽视的问题，例如材料的抗热震性能、耐腐蚀性能和抗冲击性能对隐身性能的影响。目前相关的工作开展较少，缺乏系统化的研究结果，不利于高温红外隐身材料的工程应用。(2)当前高温红外隐身材料研究的重点大多集中于降低表面红外发射率，为使其在更高温度下服役，需将降低红外发射率与控温手段相结合，例如将辐射散热功能与低红外辐射功能耦合，可以显著降低材料表面温度，实现更为高效的红外隐身。(3)目前航空发动机隐身的需求越来越高，综合隐身性能需求已经成为发展的必要趋势。例如红外隐身与雷达隐身、激光隐身兼容等。此外，将材料的隐

身功能与轻质、承载、防隔热功能一体化设计也是隐身材料发展的趋势和目前学者们研究的一个热点，因此有必要开展上述工作来提高飞行器在复杂监测环境下的隐身能力和极端恶劣环境下的适应能力。

参考文献

[1] MAHULIKAR S P, SONAWANE H R, RAO V G. Infrared signature studies of aerospace vehicles[J]. Progress in Aerospace Sciences, 2007, 43(7): 218-245.

[2] KOU W, YANG L. Error analysis of temperature measurement using infrared thermography for naval ship[J]. Energy Conversion Application, 2001, 2:1301.

[3] HAULMAN D L. USAF manned aircraft combat losses 1990-2002[R]. USA:Air Force Historical Research Agency, 2002.

[4] 刘鹏，殷举航，罗雄光，等. 高温红外隐身涂层材料研究进展[J]. 材料研究与应用，2022，16(1)：57-67.
LIU P, YIN J H, LUO X G, et al. Research progress of high temperature infrared stealth coating materials[J]. Materials Research and Application, 2022, 16(1):57-67.

[5] FANG K, FANG F. Au-decorated SWNT/PVDF electrospun films with enhanced infrared stealth performance[J]. Materials Letters, 2018, 230: 279-282.

[6] 徐顶国，桑建华，罗明东. 无人机蒙皮红外辐射特征研究[J]. 红外与激光工程，2013，42(4)：880-884.
XU D G, SANG J H, LUO M D. Study on the infrared radiation characteristics of UAVS' skin[J]. Infrared and Laser Engineering, 2013, 42(4):880-884.

[7] 吴剑锋，何广军，赵玉芹. 飞机尾向的红外辐射特性计算[J]. 空军工程大学学报(自然科学版)，2006，7(6)：26-28.
WU J F, HE G J, ZHAO Y Q. The calculation for strength of infrared radiation in the opposite direction of the airplane[J]. Journal of Air Force and Engineering University(Nature Science Edition), 2006, 7(6): 26-28.

[8] SILVEIRA F E M, KURCBART S M. Hagen-Rubens relation beyond far-infrared region[J]. Europhysics Letters, 2010, 90(4): 44004.

[9] 刁训刚，郝维昌，王天民，等. 低发射率薄膜的红外隐身特性研究[J]. 宇航材料工艺，2007，37(5)：39-42.
DIAO X G, HAO W C, WANG T M, et al. Infrared stealth properties of low emissivity thin films[J]. Aerospace Material & Technology, 2007, 37(5): 39-42.

[10] LV X M, GOU X L, WANG H C, et al. Preparation, characterization of low infrared emissivity stealth coating[J]. Advanced Materials Research, 2013, 634/638:2502-2505.

[11] TAN W M, WANG L F, YU F, et al. Preparation and characterization of a greenish yellow lackluster coating with low infrared emissivity based on Prussian blue modified aluminum[J]. Progress in Organic Coatings, 2014, 77(7): 1163-1168.

[12] 刘国圣. 水热合成CeO_2基耐高温低发射率涂层的制备及性能研究[D]. 南京：南京航空航天大学，2020.
LIU G S. Preparation and properties of hydrothermally synthesized CeO_2 based low emissivity coatings at high temperatures [D]. Nanjing: Nanjing University of Aeronautics and Astronautics, 2020.

[13] WANG L, XU G Y, LIU C Y, et al. Surface-modified CeO_2 coating with excellent thermal shock resistance performance and low infrared emissivity at high-temperature[J]. Surface and Coatings Technology, 2019, 357: 559-566.

[14] 黄文质，刘海韬. 高温红外低发射率涂层研究现状[J]. 材料导报，2018，32(增刊1)：385-389.
HUANG W Z, LIU H T. A research status of high-temperature infrared low emissivity coating[J]. Materials Reports, 2018, 32 (Suppl 1):385-389.

[15] JI C, WANG Y, YE Z Q, et al. Ice-templated MXene/Ag-epoxy nanocomposites as high performance thermal management materials[J]. ACS Applied Materials & Interfaces, 2020, 12 (21): 24298-24307.

[16] CHU H T, ZHANG Z C, LIU Y, et al. Silver particles modified carbon nanotube paper/glassfiber reinforced polymer composite material for high temperature infrared stealth camouflage[J]. Carbon, 2016, 98: 557-566.

[17] 叶圣天，成声月，刘朝辉，等. 8～14 μm波段水性红外隐身涂料研究[J]. 红外与激光工程，2016，45(2)：79-84.
YE S T, CHENG S Y, LIU Z H, et al. Water-based infrared stealth coating in 8-14 μm wavebands[J]. Infrared and Laser Engineering, 2016, 45(2):79-84.

[18] YU H J, XU G Y, SHEN X M, et al. Effects of size, shape and floatage of Cu particles on the low infrared emissivity coatings [J]. Progress in Organic Coatings, 2009, 66(2): 161-166.

[19] WANG L, LIU C Y, XU G Y, et al. Influences of morphology and floating rate of CeO_2 fillers on controlling infrared emissivity of the epoxy-silicone resin based coatings[J]. Materials Chemistry and Physics, 2019, 229: 380-386.

[20] 李俊生，程海峰，周永江，等. 耐高温、高结合强度的低红外发射率复合涂层及其制备方法：CN 103963380A[P]. 2014-08-06.
LI J S, CHENG H F, ZHOU Y J, et al. Low infrared emissivity composite coating with high temperature resistance and high bonding strength and preparation method: CN 103963380A[P]. 2014-08-06.

[21] 刘海韬，程海峰，田浩，等. 耐高温、高结合强度的低红外发射率复合涂层、带涂层的金属合金材料及其制备方法：CN 104818482B[P]. 2017-07-21.
LIU H T, CHENG H F, TIAN H, et al. Low infrared emissivity composite coatings with high temperature resistance and high bonding strength, metal alloy materials with coatings and preparation methods: CN 104818482B[P]. 2017-07-21.

[22] 黄文质，刘海韬. 一种耐高温雷达与红外兼容隐身涂层及其制备方法：CN 108212722A[P]. 2018-06-29.
HUANG W Z, LIU H T. A high-temperature resistant radar and infrared compatible stealth coating and preparation method: CN 108212722A[P]. 2018-06-29.

[23] 张伟钢，徐国跃，薛连海. 聚氨酯/青铜-Sm_2O_3复合涂层的近红外吸收与发射率性能[J]. 材料工程，2016，44(1)：115-119.
ZHANG W G, XU G Y, XUE L H. Near-infrared absorption and infrared emissivity properties of polyurethane/bronze-Sm_2O_3 composite coatings[J]. Journal of Materials Engineering, 2016, 44 (1):115-119.

[24] 李靖宇,杜仕国,施冬梅,等. 红外隐身涂料粘合剂的研究进展[J]. 表面技术,2009,38(4):72-73.
LI J Y, DU S G, SHI D M, et al. Development of the adhesive of infrared stealth coating[J]. Surface Technology, 2009, 38(4): 72-73.

[25] 丁儒雅,徐国跃,张伟钢,等. 固化温度对低发射率涂层综合性能的影响[J]. 兵器材料科学与工程,2012,35(6):4-7.
DING R Y, XU G Y, ZHANG W G, et al. Influence of curing temperature on comprehensive properties of low infrared emissivity coatings[J]. Ordnance Material Science and Engineering, 2012, 35(6): 4-7.

[26] 李叶,张志毅,寿金泉,等. 低红外发射率涂层的制备及耐高温性能研究[J],中国胶粘剂,2015,24(9):37-40.
LI Y, ZHANG Z Y, SHOU J Q, et al. Study on preparation and high temperature resistance of low infrared emissivity coating[J]. China Adhesives, 2015, 24(9): 37-40.

[27] HU C, XU G Y, SHEN X M, et al. The epoxy-siloxane/Al composite coatings with low infrared emissivity for high temperature applications[J]. Applied Surface Science, 2010, 256: 3459.

[28] YU H J, XU G Y, SHEN X M, et al. Low infrared emissivity of polyurethane/Cu composite coatings[J]. Applied Surface Science, 2009, 255(12): 6077-6081.

[29] HU C, XU G Y, SHEN X M. Preparation and characteristics of thermal resistance polysiloxane/Al composite coatings with low infrared emissivity[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2009, 486(1): 371-375.

[30] HUANG Z B, ZHOU W C, TANG X F, et al. Effects of annealing time on infrared emissivity of the Pt film grown on Ni alloy[J]. Applied Surface Science, 2010, 256(7): 2025-2030.

[31] HUANG Z B, ZHOU W C, TANG X F, et al. Effects of substrate roughness on infrared emissivity characteristics of Au films deposited on Ni alloy[J]. Thin Solid Films, 2011, 519(10): 3100-3106.

[32] HUANG Z B, ZHOU W C, TANG X F, et al. High-temperature application of the low-emissivity Au/Ni films on alloys[J]. Applied Surface Science, 2010, 256(22): 6893-6898.

[33] 任菁. 低发射率硫化物半导体颜料的制备及机理研究[D]. 南京:南京航空航天大学,2007.
REN J. Preparation of semiconductor sulfide pigment with low-emissivity and the mechanism study[D]. Nanjing: Nanjing University of Aeronautics and Astronautics, 2007.

[34] WANG L, LIU C Y, XU G Y, et al. Influences of morphology and floating rate of CeO_2 fillers on controlling infrared emissivity of the epoxy-silicone resin based coatings[J]. Materials Chemistry and Physics, 2019, 229: 380-386.

[35] 胡晨. 3～5 μm波段低发射率耐热型涂料研究[D]. 南京:南京航空航天大学,2010.
HU C. Research on thermal resistance coatings with low infrared emissivity in 3-5 μm[D]. Nanjing: Nanjing University of Aeronautics and Astronautics, 2010.

[36] 郭腾超,徐国跃,陈砚朋,等. 硅酸盐基耐高温涂层的制备及发射率研究[J]. 红外技术,2010,32(12):696-700.
GUO T C, XU G Y, CHEN Y P, et al. Research on preparation and infrared emissivity property of silicate heat-resistant coatings[J]. Infrared Technology, 2010, 32(12): 696-700.

[37] ZHOU Q, ZHU S Z, MA Z, et al. Experimental and first-principles study on the effect of oxygen vacancy on infrared emissivity of CeO_2[J]. Ceramics International, 2022, 48: 11313-11319.

[38] ZHAO X R, LIU C Y, XU C, et al. The effects of Ca^{2+} and Y^{3+} ions co-doping on reducing infrared emissivity of ceria at high temperature[J]. Infrared Physics & Technology, 2018, 92: 454-458.

[39] BU H H, LIU C Y, XU G Y, et al. The low infrared emissivity of $Ce_{1-x}Y_xO_{2-x/2}$ samples at high-temperature contributed by enhanced conductivity[J]. MATEC Web of Conferences, 2018, 238: 03002.

[40] 蒋勇,徐国跃,郭腾超,等. 热处理对氧化铈粉体3～5 μm波段红外发射率的影响[J]. 红外技术,2011,33(12):699-703.
JIANG Y, XU G Y, GUO T C, et al. Effects of heat treatment on the infrared emissivity of cerium oxide in 3-5 μm waveband[J]. Infrared Technology, 2011, 33(12): 699-703.

[41] ZHOU Q, ZHU S Z, MA Z, et al. Experimental and first-principles study on the effect of oxygen vacancy on infrared emissivity of CeO_2[J]. Ceramics International, 2022, 48(8): 11313-11319.

[42] REN K, XIA J B, WANG Y G. Grain growth kinetics of 3 mol% yttria-stabilized zirconia during flash sintering[J]. Journal of the European Ceramic Society, 2019, 39 :1366-1373.

[43] REN K, LIU J L, WANG Y G. Flash sintering of yttria-stabilized zirconia: fundamental understanding and applications[J]. Scripta Materialia, 2020, 187: 371-378.

[44] CAMPO L D, De SOUSA M D, WITTMANN-TÉNÈZE K, et al. Effect of porosity on the infrared radiative properties of plasma-sprayed yttria-stabilized zirconia ceramic thermal barrier coatings[J]. The Journal of Physical Chemistry C, 2014, 118(25): 13590-13597.

[45] 殷举航. 基于等离子喷涂技术的YSZ涂层沉积机理和性能研究[D]. 成都:电子科技大学,2023.
YIN J H. Study on deposition mechanism and performance of YSZ coating based on plasma spraying technology[D]. Chengdu: University of Electronic Science and Technology of China, 2023.

[46] 王慧慧,徐国跃,张建超,等. 单项掺杂对8YSZ粉体3～5 μm波段发射率的影响[J]. 兵器材料科学与工程,2015,38(2):23-27.
WANG H H, XU G Y, ZHANG J C, et al. Effect of single doped 8YSZ powder on its emissivity in 3-5 μm wavelengths[J]. Ordnance Material Science and Engineering, 2015, 38(2): 23-27.

[47] 王自荣,余大斌. ITO涂料在8～14 μm波段红外发射率的研究[J]. 红外技术,1999,21(1): 41-44.
WANG Z R, YU D B. Infrared emittance of paints with ITO pigments in 8-14 μm waveband[J]. Infrared Technology, 1999, 21(1): 41-44.

[48] SUN K W, ZHOU W C, TANG X F, et al. Application of indium tin oxide (ITO) thin film as a low emissivity film on Ni-based alloy at high temperature[J]. Infrared Physics &Technology, 2016, 78: 156-161.

[49] GUO T C, XU G Y, TAN S J, et al. Controllable synthesis of ZnO with different morphologies and their morphology-dependent

infrared emissivity in high temperature conditions[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2019, 804:503-510.

[50] GUO T C, XU G Y, TAN S J, et al. Temperature-dependent infrared emissivity property of Ce-doped ZnO nanoparticles[J]. Ceramics International, 2020, 46(2):1569-1576.

[51] LI E B, MA W, ZHANG P, et al. The effect of Al^{3+} doping on the infrared radiation and thermophysical properties of $SrZrO_3$ perovskites as potential low thermal infrared material[J]. Acta Materialia, 2021, 209: 116795.

[52] SHEN X M, XU G Y, SHAO C M, et al. The effect of K^+, Na^+ doping on infrared emissivity of lanthanum manganites[J]. Solid State Communications, 2009, 149: 852-854.

[53] 刘嘉玮,王建江,许宝才,等. 钙钛矿型$La_{1-x}Ba_xMnO_3$($0\leqslant x\leqslant 0.5$)的红外发射率和微波吸收性能[J]. 航空材料学报,2017,37(5): 29-34.
LIU J W, WANG J J, XU B C, et al. Infrared emissivities and microwave absorption properties of perovskite $La_{1-x}Ba_xMnO_3$ ($0\leqslant x\leqslant 0.5$)[J]. Journal of Aeronautical Materials, 2017, 37(5): 29-34.

[54] 喻亮,茹红强,岳新艳,等. ZrB_2电子结构和光学声学性质的第一性原理计算[J]. 东北大学学报(自然科学版),2011,32(2): 254-257.
YU L, RU H Q, YUE X Y, et al. First principle study on electronic structure and optical phonon properties of ZrB_2[J]. Journal of Northeastern University(Natural Science), 2011, 32(2):254-257.

[55] LAWSON J W, BAUSCHLICHER C W, DAW M S, et al. Computations of electronic, mechanical, and thermal properties of ZrB_2 and HfB_2[J]. Journal of the American Ceramic Society, 2011, 94(10): 3494-3499.

[56] WANG P, QI Y S, ZHOU S B, et al. Polycrystalline ZrB_2 coating prepared on graphite by chemical vapor deposition [J]. Physica Status Solidi, 2016, 253(8): 1590-1595.

[57] GI D S, YONG S C, DONG W L, et al. High tensile strength of sputter-deposited ZrB_2 ceramic thin films measured up to 1016 K [J]. Acta Materialia, 2016, 113: 32-40.

[58] 张敏. 硼化锆薄膜的制备与红外辐射特性研究[D]. 成都:电子科技大学,2021.
ZHANG M. Research on fabrication and infrared radiation properties of ZrB_2 thin films[D]. Chengdu: University of Electronic Science and Technology of China, 2021.

[59] ZHANG M, YANG G, ZHANG L, et al. Application of ZrB_2 thin film as a low emissivity film at high temperature[J]. Applied Surface Science, 2020, 527: 146763.

[60] LI L, SHI M, LIU X Y, et al. Ultrathin titanium carbide (MXene) films for high-temperature thermal camouflage [J]. Advanced Functional Materials, 2021, 31: 2101381.

[61] ZHU H Z, LI Q, TAO C N, et al. Multispectral camouflage for infrared, visible, lasers and microwave with radiative cooling[J]. Nature Communication, 2021, 12(1): 1805.

[62] ZHANG L, WANG J, LOU J, et al. A thermally robust and optically transparent infrared selective emitter for compatible camouflage [J]. Journal of Materials Chemistry C, 2021, 9(42): 15018-15025.

[63] LEE N, KIM T, LIM J S, et al. Metamaterial-selective emitter for maximizing infrared camouflage performance with energy dissipation[J]. ACS Applied Materials & Interfaces, 2019, 11(23): 21250-21257.

[64] HUANG Y J, PU M B, GAO P, et al. Ultra-broadband largescale infrared perfect absorber with optical transparency [J]. Applied Physics Express, 2017, 10(11): 112601.

[65] YIN J H, ZHANG L, MA W Z, et al. Research on reducing infrared emissivity of 8YSZ coating by regulating microstructure [J]. Infrared Physics & Technology, 2023, 130: 04587.

[66] 李恩博,高元明,张鹏,等. 高温低红外辐射表面材料研究进展[J]. 航空制造技术,2020,63(17):22-28.
LI E B, GAO Y M, ZHANG P, et al. Research progress of low infrared emissivity coating materials for high-temperature applications[J]. Aeronautical Manufacturing Technology, 2020, 63(17): 22-28.

[67] ZHANG W G, XU G Y, SHI X, et al. Ultra-low infrared emissivity at the wavelength of 3-5 μm from Ge/ZnS one-dimensional photonic crystal[J]. Photonics and Nanostructures: Fundamentals and Applications, 2015, 14: 46-51.

[68] ZHANG W G, LV D D. Preparation and characterization of Si/SiO_2 one-dimensional photonic crystal with ultra-low infrared emissivity in the 3-5 μm band[J]. Optik, 2019, 202: 163738.

[69] ZHU H Z, LI Q, ZHENG C Q, et al. High-temperature infrared camouflage with efficient thermal management[J]. Light Sci Appl, 2020, 9: 60.

[70] ZHU H Z, LI Q, TAO C N, et al. Multispectral camouflage for infrared, visible, lasers and microwave with radiative cooling[J]. Nat Commun, 2021, 12(1): 1805.

[71] WANG L, YANG Y, TANG X L, et al. Combined multi-band infrared camouflage and thermal management *via* a simple multilayer structure design[J]. Optics Letters, 2021, 46(20):5224-5227.

[72] LEE N, KIM T, LIM J S, et al. Metamaterial selective emitter for maximizing infrared camouflage performance with energy dissipation[J]. ACS Appl Mater Interfaces, 2019, 11(23): 21250-21257.

[73] KIM J, HAN K, HAHN J W. Selective dual-band metamaterial perfect absorber for infrared stealth technology[J]. Scientific Reports, 2017, 7(1): 6740.

[74] PAN M Y, HUANG Y, LI Q, et al. Multi-band middle-infrared-compatible camouflage with thermal management *via* simple photonic structures[J]. Nano Energy, 2020, 69: 104449.

[75] ZHAO L, LIU H, HE Z H, et al. All-metal frequency-selective absorber/emitter for laser stealth and infrared stealth[J]. Appl Opt, 2018, 57(8): 1757-1764.

收稿日期:2024-02-05;**修订日期**:2024-09-12

通讯作者:郭锦程(1996—),男,博士研究生,研究方向为高温红外隐身材料,联系地址:北京市海淀区中关村南大街5号北京理工大学(100080),E-mail:3220215227@bit.edu.cn;任素娥(1984—),女,高级工程师,博士,研究方向为高温隐身复合材料的制备及表征,联系地址:北京市81信箱钢与稀贵金属所(100095),E-mail:sue_ren@bit.edu.cn

(本文责编:王 晶)

引用格式：杨万鹏，李嘉荣，刘世忠，等. 第三代单晶高温合金DD9显微组织薄壁效应[J]. 材料工程，2025，53(1)：55-64.
YANG Wanpeng, LI Jiarong, LIU Shizhong, et al. Thin-walled effect of microstructure of third-generation single crystal superalloy DD9[J]. Journal of Materials Engineering, 2025, 53(1): 55-64.

第三代单晶高温合金DD9显微组织薄壁效应

Thin-walled effect of microstructure of third-generation single crystal superalloy DD9

杨万鹏，李嘉荣*，刘世忠，赵金乾，王效光，
杨 亮，王 锐，陈 巧
（中国航发北京航空材料研究院 先进高温结构材料重点实验室，北京 100095）
YANG Wanpeng, LI Jiarong*, LIU Shizhong, ZHAO Jinqian,
WANG Xiaoguang, YANG Liang, WANG Rui, CHEN Qiao
(Key Laboratory of Advanced High Temperature Structural Materials, AECC Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China)

摘要：采用光学显微镜、场发射扫描电子显微镜、电子探针仪研究第三代单晶高温合金DD9不同试样（双层壁超冷涡轮叶片、复合气冷涡轮叶片、精铸薄壁试样以及圆柱试棒）的显微组织及其薄壁效应。结果表明：四种试样的显微组织均存在差异。截面尺寸相同时，DD9单晶涡轮叶片的铸态一次枝晶间距、γ′相尺寸及铸态与热处理态试样枝晶偏析均大于精铸薄壁试样；完全热处理后，截面尺寸相同的单晶涡轮叶片与精铸薄壁试样的γ′相尺寸相近。随截面尺寸减小，DD9合金薄壁试样铸态一次枝晶间距、铸态与热处理态γ′相尺寸及枝晶偏析均呈减小趋势。

关键词：第三代单晶高温合金；DD9；涡轮叶片；截面尺寸；薄壁效应
doi：10.11868/j.issn.1001-4381.2024.000210
中图分类号：TG146.1+5；TB31 **文献标识码**：A **文章编号**：1001-4381(2025)01-0055-10

Abstract: The microstructure and thin-walled effect of different samples (double-wall ultra-cooling turbine blades, combined cooling turbine blades, investment casting thin-walled specimen, and round bar specimen) of the third-generation single crystal superalloy DD9 are investigated by optical microscope, field emission scanning electron microscope, and electron probe apparatus. The results show that there are differences in the microstructures of the four specimens. When the section sizes are the same, the as-cast primary dendrite arm spacing, the sizes of γ′ phases, and the dendrite segregation of the as-cast and heat-treated specimens of DD9 single crystal turbine blades are all larger than those of the investment casting thin-walled specimens. After full heat treatment, the sizes of the γ′ phases of single crystal turbine blades with the same cross-sectional size are similar to those of investment casting thin-walled specimens. The as-cast primary dendrite arm spacing, the sizes of γ′ phases, and the dendrite segregation of the as-cast and heat-treated thin-walled specimens of DD9 alloy all decrease with the decrease of the cross-sectional size.

Key words: third-generation single crystal superalloy; DD9; turbine blade; cross-sectional size; thin-walled effect

镍基单晶高温合金具有优良的综合性能，成为目前高性能航空发动机涡轮叶片的首选材料[1-2]。航空发动机工作环境十分苛刻，而涡轮工作叶片作为航空发动机的核心热端部件之一，处于高温度、高载荷、高转速、复杂应力、燃气腐蚀等极为恶劣的工作条件下。对于先进航空发动机而言，提高涡轮前燃气温度是提高发动机推力的有效措施。在发动机其他参数不变的情况下，涡轮前燃气温度每提高50 ℃，发动机推力可增加7%～8%[3]。但是，只有开发能够承受更高温度的涡轮叶片材料以及更高效的冷却技术，才能实现

涡轮前燃气温度的提高。因此,随着航空发动机的发展,为获得更高的推/功重比,涡轮前燃气温度需要进一步提高,这对涡轮叶片承温和承载能力提出了越来越高的要求。

随着涡轮前进口温度的提高,单晶涡轮叶片的内腔结构越来越复杂,涡轮叶片已发展为双层壁超冷结构[4]。一般而言,双层壁超冷涡轮叶片内腔为多层板多孔结构,且有多个壁内冷却通道,叶身壁厚越来越薄。薄壁位置的力学性能直接影响航空发动机单晶涡轮叶片的使用性能和寿命[5],发动机设计师十分重视合金的薄壁性能,国外航空发动机结构设计准则中提出:涡轮叶片、机匣等高温薄壁零件设计均应考虑薄壁效应[6]。因此,开展单晶高温合金的薄壁效应研究是非常必要的。

目前,国内外单晶高温合金薄壁效应的研究主要针对机加薄壁试样。Seetharaman 等[7]研究发现机加薄壁试样的截面尺寸对 PWA1484 合金高温蠕变 1% 应变量的时间无明显影响。Hüttner 等[8-9]研究发现机加试样的壁厚由 1 mm 减小至 0.3 mm,René N5 合金 980 ℃蠕变断裂应变、蠕变寿命降低而蠕变速率增加。有研究表明[10-12],DD6 合金机加薄壁试样的持久寿命与标准试样基本相当,无明显薄壁效应。余昌奎等[13]与张泽海等[14]研究发现 DD499 合金 0.8 mm 和 1.2 mm 厚度机加试样的 760 ℃/790 MPa,1040 ℃/165 MPa 持久寿命以及 760 ℃条件下的拉伸性能差异较大,薄壁效应明显。

此外,也有少量关于单晶高温合金精密铸造薄壁试样与叶片本体取样的研究。李剑锋等[15]研究发现随截面尺寸由 2.5 mm 减小至 0.8 mm,单晶精铸薄壁试样的一次枝晶间距减小。Yang 等[16]研究发现随着截面尺寸由 2.0 mm 减小至 0.5 mm,DD6 合金精铸薄壁试样一次枝晶间距和共晶含量均先减小后增大;他们还采用数值模拟方法研究了几何形状和工艺参数对定向凝固过程的影响,发现提高浇注温度或降低抽拉速率均有助于薄壁板形试样固液界面前沿的液相温度梯度增大、糊状区宽度减小[17]。Wahl 等[18]研究了取自 CMSX-7 合金与 CMSX-8 合金单晶涡轮叶片的 Φ1.52 mm 圆棒试样和 0.51 mm 厚度薄板试样的持久性能,发现与 Φ4.52 mm 标准试样相比,叶片取样的持久性能未见明显下降。Liu 等[19]研究发现单晶涡轮叶片取样的抗拉强度小于标准试样,壁厚等尺寸变化对叶片取样的强度和疲劳寿命具有显著影响,因此,应引入安全系数来评估单晶涡轮叶片的性能。刘维维等[20]研究发现取自单晶涡轮叶片的 1 mm 厚度试样的 980 ℃/250 MPa,1100 ℃/130 MPa 持久性能与取自单晶试棒的 1 mm 厚度试样的持久性能相当。对于单晶精铸薄壁试样与叶片本体取样而言,不同合金的薄壁效应及其影响规律存在差异,且第三代单晶高温合金的薄壁效应鲜有报道。

为满足先进航空发动机对单晶高温合金的需求,中国航发北京航空材料研究院开发了具有我国自主知识产权的第三代单晶高温合金 DD9[21-22],该合金持久性能优于或达到国外第三代单晶高温合金 CMSX-10,René N6 和 TMS-75 的水平,合金组织稳定,焊接性能、工艺性能及综合性能优异,已用于制造具有复杂结构的薄壁空心涡轮叶片。为促进 DD9 合金在先进航空发动机上的应用,本工作主要研究了取自两种 DD9 单晶涡轮叶片的薄壁试样、不同截面尺寸的精铸薄壁试样以及圆柱试棒的显微组织薄壁效应,从而为复杂结构 DD9 单晶涡轮叶片显微组织控制提供技术支持。

1 实验材料与方法

选用纯净的原材料真空熔炼第三代单晶高温合金 DD9 母合金[22],随后通过螺旋选晶法采用相同的定向凝固工艺制备 DD9 单晶双层壁超冷涡轮叶片与复合气冷涡轮叶片、精铸薄壁试样以及直径 Φ15 mm 的试棒。将上述铸件按照以下热处理制度进行同炉真空热处理:固溶处理(预处理+1340 ℃/6 h/气冷)+一级时效(1120 ℃/4 h/气冷)+二次时效(870 ℃/32 h/气冷)。分别从 DD9 单晶双层壁超冷涡轮叶片与复合气冷涡轮叶片本体取薄壁试样,取样位置为叶背处尾缘中部,取样示意图见图 1(a),DD9 单晶双层壁超冷涡轮叶片与复合气冷涡轮叶片本体薄壁试样的截面尺寸最薄处分别约为 0.5 mm 与 1.0 mm。精铸薄壁试样的取样示意图见图 1(b),其截面尺寸分别为 0.5,0.75 mm 与 1.0 mm。用于组织观察的 Φ15 mm 试棒取样(标准试样)位置为中部的横截面。

将上述试样打磨抛光后进行侵蚀,所用侵蚀剂为 100 mL H_2O+80 mL HCl+25 g $CuSO_4$+5 mL H_2SO_4,侵蚀时间为 5~10 s。采用 LEICA DM4000M 光学显微镜(OM)观察并统计铸态一次枝晶间距,利用 SUPRA 55 场发射扫描电子显微镜(FESEM)观察 γ′ 相形貌。一次枝晶间距采用单位面积枝晶个数法对 OM 下 50 倍视场统计计算,如式(1)所示:

$$\lambda = 1/N^{1/2} \tag{1}$$

式中:λ 为一次枝晶间距,mm;N 为测得的每平方毫米上的枝晶个数,每个试样至少采集 3 个视场,将测量的平均值作为试样的一次枝晶间距。采用 Image-Pro plus 6.0 软件测量 SEM 图中 γ′ 相,取平均值作为 γ′ 相平均尺寸,每个试样至少统计 3 个视场,每个视场中的 γ′ 相个数大于 100 个。

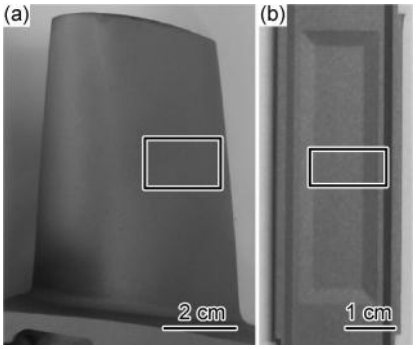


图 1　DD9 合金薄壁试样取样示意图
(a)涡轮叶片取样;(b)精铸薄壁试样取样
Fig. 1　Sampling schematic diagrams of thin-walled specimens of DD9 alloy
(a)turbine blade sampling;(b)sampling of investment casting thin-walled specimens

采用 JEOL JXA-8100 电子探针仪(EPMA)测定不同试样的枝晶干与枝晶间元素含量,试样经过打磨、抛光后进行检测,所选择的束斑直径为 10 μm;每个试样测试 5 对枝晶干与枝晶间中心位置的元素含量,取各元素的质量分数平均值作为最终含量,利用式(2)计算各元素的偏析比:

$$S_R = C_{DC}/C_{ID} \tag{2}$$

式中:S_R 为元素偏析比;C_{DC} 为枝晶干元素含量平均值;C_{ID} 为枝晶间元素含量平均值。

2　结果与分析

2.1　铸态组织

图 2 为 DD9 合金两种单晶涡轮叶片取样、不同截

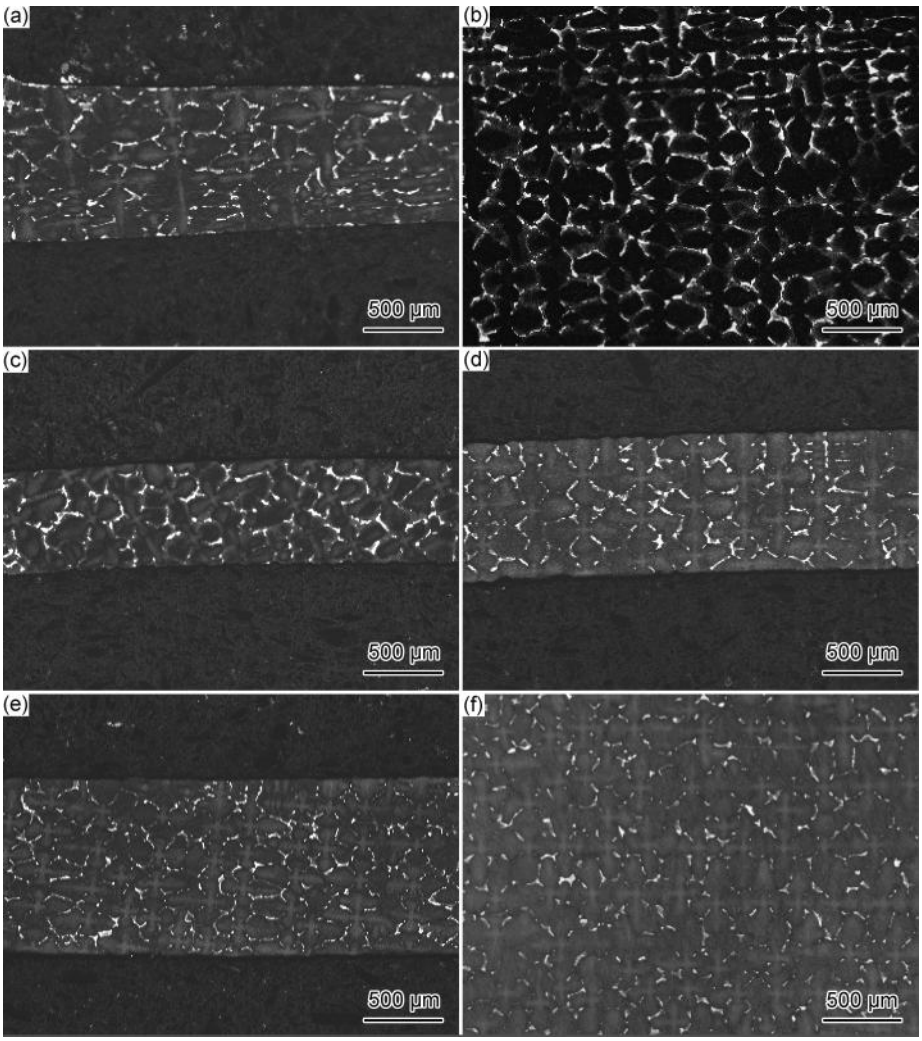


图 2　DD9 合金薄壁试样与标准试样铸态枝晶形貌
(a)双层壁超冷涡轮叶片;(b)复合气冷涡轮叶片;(c)0.5 mm 精铸薄壁试样;(d)0.75 mm 精铸薄壁试样;(e)1.0 mm 精铸薄壁试样;(f)Φ15 mm 试棒
Fig. 2　Dendrite morphologies of as-cast thin-walled and standard specimens of DD9 alloy
(a)double-wall ultra-cooling turbine blades;(b)combined cooling turbine blades;(c)investment casting thin-walled specimens with 0.5 mm;(d)investment casting thin-walled specimens with 0.75 mm;(e)investment casting thin-walled specimens with 1.0 mm;(f)Φ15 mm round bar

面尺寸的精铸薄壁试样以及Φ15 mm试棒的铸态枝晶形貌。由图2可知，所有试样(001)面上的枝晶排列规则，呈较规则的“十字花样”，而枝晶间区域均存在大量的γ-γ′共晶组织；由于所有铸件均采用螺旋选晶法制备，因此，二次枝晶的生长方向是随机的。按照式(1)计算得到的DD9合金两种单晶涡轮叶片取样、不同截面尺寸的精铸薄壁试样以及Φ15 mm试棒的铸态一次枝晶间距如图3所示。可以看出，DD9单晶双层壁超冷涡轮叶片取样与复合气冷涡轮叶片取样的一次枝晶间距分别为339，349 μm，而截面尺寸0.5，0.75，1.0 mm精铸薄壁试样的一次枝晶间距分别为283，286，295 μm，Φ15 mm试棒的一次枝晶间距为316 μm。一般而言，一次枝晶间距与温度梯度和生长速率成反比[16,23]。本研究中在相同抽拉速率条件下，随截面尺寸减小，定向凝固过程界面前沿可获得更大的温度梯度，从而导致铸态一次枝晶间距减小；对于不同结构但截面尺寸相同的铸件而言，定向凝固过程的散热条件不同，凝固时界面前沿的温度梯度也不同，使得DD9单晶涡轮叶片取样的一次枝晶间距大于精铸薄壁试样。

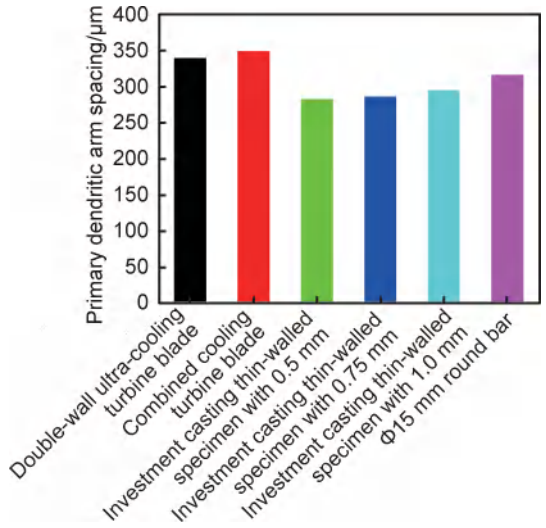


图3 DD9合金薄壁试样与标准试样铸态一次枝晶间距

Fig. 3 Primary dendritic arm spacing of as-cast thin-walled and standard specimens of DD9 alloy

图4为DD9合金两种单晶涡轮叶片取样、不同截面尺寸精铸薄壁试样以及Φ15 mm试棒的铸态枝晶干γ′相形貌。由图4可知，所有试样枝晶干的γ′相呈现较为规则的立方形，而γ′相尺寸有所差异。在合金凝固过程中，γ′相从过饱和基体γ相中析出；在相同取样方式条件下，随着截面尺寸减小，DD9合金γ′相尺寸呈减小趋势；双层壁超冷涡轮叶片取样(γ′相平均尺寸约为0.31 μm)相比复合气冷涡轮叶片取样(γ′相平均尺寸约为0.38 μm)的铸态γ′相更为细化；截面尺寸0.5，0.75，1.0 mm精铸薄壁试样的γ′相平均尺寸分别约为0.25，0.27，0.29 μm；在相同截面尺寸条件下，DD9合金双层壁超冷涡轮叶片取样与复合气冷涡轮叶片取样的铸态γ′相尺寸均大于相同截面尺寸的精铸薄壁试样。

2.2 热处理态组织

图5为DD9合金两种单晶涡轮叶片取样、不同截面尺寸的精铸薄壁试样以及Φ15 mm试棒热处理态的枝晶形貌。单晶高温合金凝固过程的溶质再分配会导致合金元素在枝晶干和枝晶间的不均匀分布，当枝晶间的液相成分具备γ-γ′共晶成分时，随温度下降会析出γ-γ′共晶。与图2中的铸态枝晶形貌相比，经完全热处理后枝晶花样变得不明显；铸态枝晶间的γ-γ′共晶组织几乎完全消除，仅在个别试样中能发现极少量的残余共晶，经统计分析所有试样中残余共晶含量均低于0.1%；上述结果表明完全热处理后合金均匀化良好。

图6为DD9合金两种单晶涡轮叶片取样、不同截面尺寸的精铸薄壁试样以及Φ15 mm试棒完全热处理后枝晶干γ′相形貌。可以看出，经完全热处理后，枝晶干γ′相立方化程度相对铸态明显提高，γ′相立方化程度良好且尺寸较均匀。图7为不同试样铸态与完全热处理态枝晶干γ′相平均尺寸。由图7可见，与铸态规律一致，在相同取样方式条件下，随着截面尺寸减小，DD9合金完全热处理态γ′相尺寸呈减小趋势；双层壁超冷涡轮叶片取样(γ′相平均尺寸约为0.28 μm)相比复合气冷涡轮叶片取样(γ′相平均尺寸约为0.32 μm)的完全热处理态γ′相更为细化；截面尺寸0.5，0.75，1.0 mm精铸薄壁试样的γ′相平均尺寸分别约为0.29，0.30，0.34 μm；在相同截面尺寸条件下，DD9合金双层壁超冷涡轮叶片取样和复合气冷涡轮叶片取样的完全热处理态γ′相尺寸与精铸薄壁试样接近。

2.3 枝晶偏析

表1为DD9合金两种单晶涡轮叶片取样、精铸薄壁试样和Φ15 mm试棒的铸态枝晶干与枝晶间主要元素的含量与偏析比，图8为不同试样铸态偏析情况对比。可以看出，在所有试样中，Re，W，Co元素明显偏析于枝晶干且偏析程度Re＞W＞Co，而Al，Ta，Nb元素主要偏析于枝晶间且偏析程度Nb＞Ta＞Al。对比不同试样可以发现，两种单晶涡轮叶片取样的Re，W元素偏析比显著高于其他试样，而精铸薄壁试样的Re，W元素偏析情况与Φ15 mm试棒接近。

表2为DD9合金两种单晶涡轮叶片取样、精铸薄壁试样和Φ15 mm试棒的热处理态枝晶干与枝晶间主

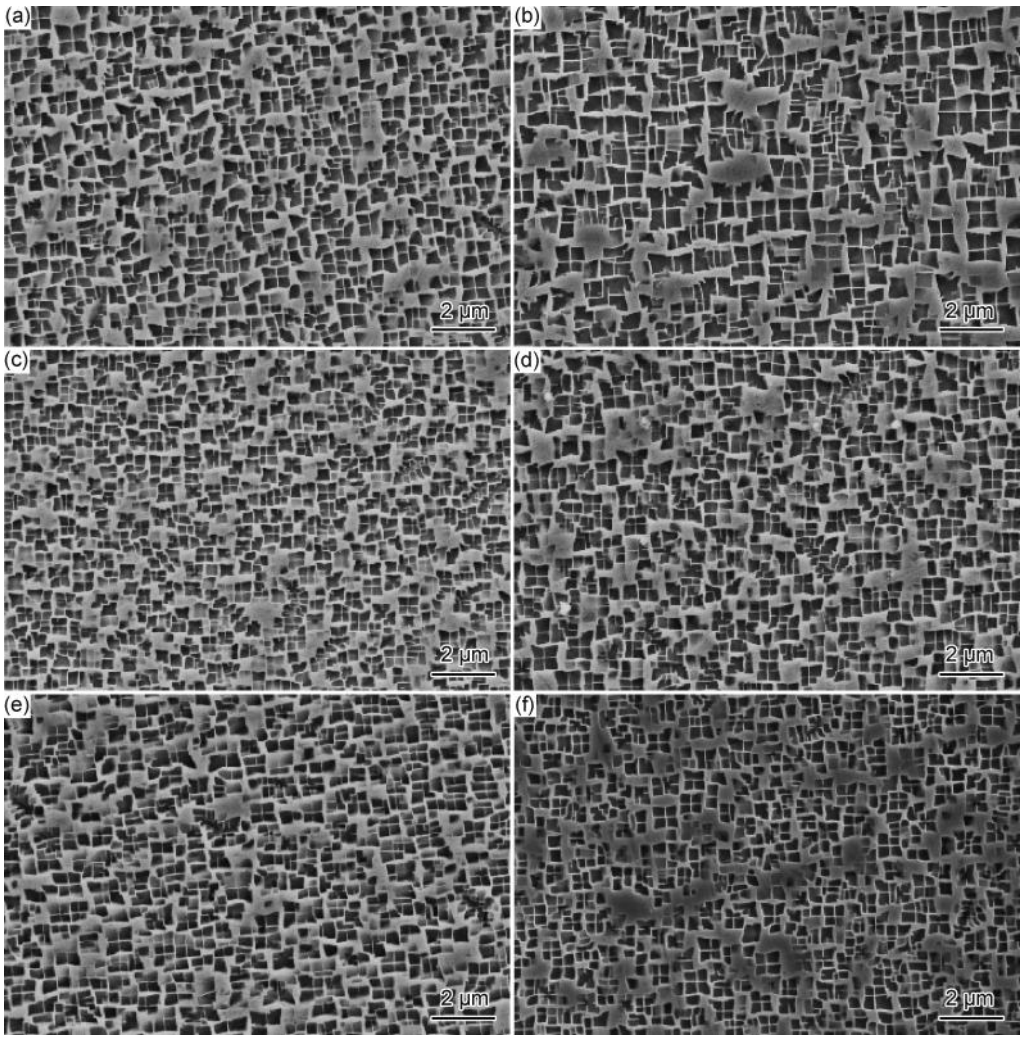


图 4　DD9 合金薄壁试样与标准试样铸态枝晶干 γ′相形貌

(a)双层壁超冷涡轮叶片;(b)复合气冷涡轮叶片;(c)0.5 mm 精铸薄壁试样;(d)0.75 mm 精铸薄壁试样;(e)1.0 mm 精铸薄壁试样;(f)Φ15 mm 试棒

Fig. 4　Morphologies of γ′ phases at dendritic core of as-cast thin-walled and standard specimens of DD9 alloy

(a)double-wall ultra-cooling turbine blades;(b)combined cooling turbine blades;(c)investment casting thin-walled specimens with 0.5 mm;(d)investment casting thin-walled specimens with 0.75 mm;(e)investment casting thin-walled specimens with 1.0 mm;(f)Φ15 mm round bar

要元素的含量与偏析比,图 9 为不同试样热处理态偏析情况对比。与铸态相比,热处理后所有元素的偏析比更接近于 1;所有试样中只有 Re 元素仍明显偏析于枝晶干,这主要是由于 Re 元素具有相对较大的原子半径与最低的扩散系数[24]。对比不同试样可以发现,除 Nb 元素外,双层壁超冷涡轮叶片取样与 0.5,1.0 mm 精铸薄壁试样各元素偏析比相差不大;除 Mo,Cr 元素外,复合气冷涡轮叶片取样与 Φ15 mm 试棒的元素偏析比更加接近。

为进一步分析不同试样在铸态与热处理态的元素偏析情况,引入元素偏析系数 P,P 值越小,表示偏析程度越低,其表达式如下[16]:

$$P=\sum_{i=1}^{n}|1-S_{Ri}| \tag{3}$$

式中:n 为元素个数;S_{Ri} 为元素在枝晶干与枝晶间的偏析比。

在本研究中,式(3)中 $n=8$,因此,可由式(3)计算出 DD9 合金两种单晶涡轮叶片取样、精铸薄壁试样以及 Φ15 mm 试棒铸态与热处理态元素偏析系数 P,计算结果如表 3 所示。可以看出,铸态下单晶涡轮叶片取样的元素偏析系数明显大于精铸薄壁试样与 Φ15 mm 试棒;经热处理后,Φ15 mm 试棒的元素偏析系数最大,精铸薄壁试样的元素偏析系数相对最小,而单晶涡轮叶片取样的元素偏析系数居中。单晶高温合金凝固过程的溶质再分配导致合金元素在枝晶干和枝晶间发生偏析,在后续的热处理过程中元素发生扩散,减小枝晶偏析,因此,合金热处理后的枝晶偏

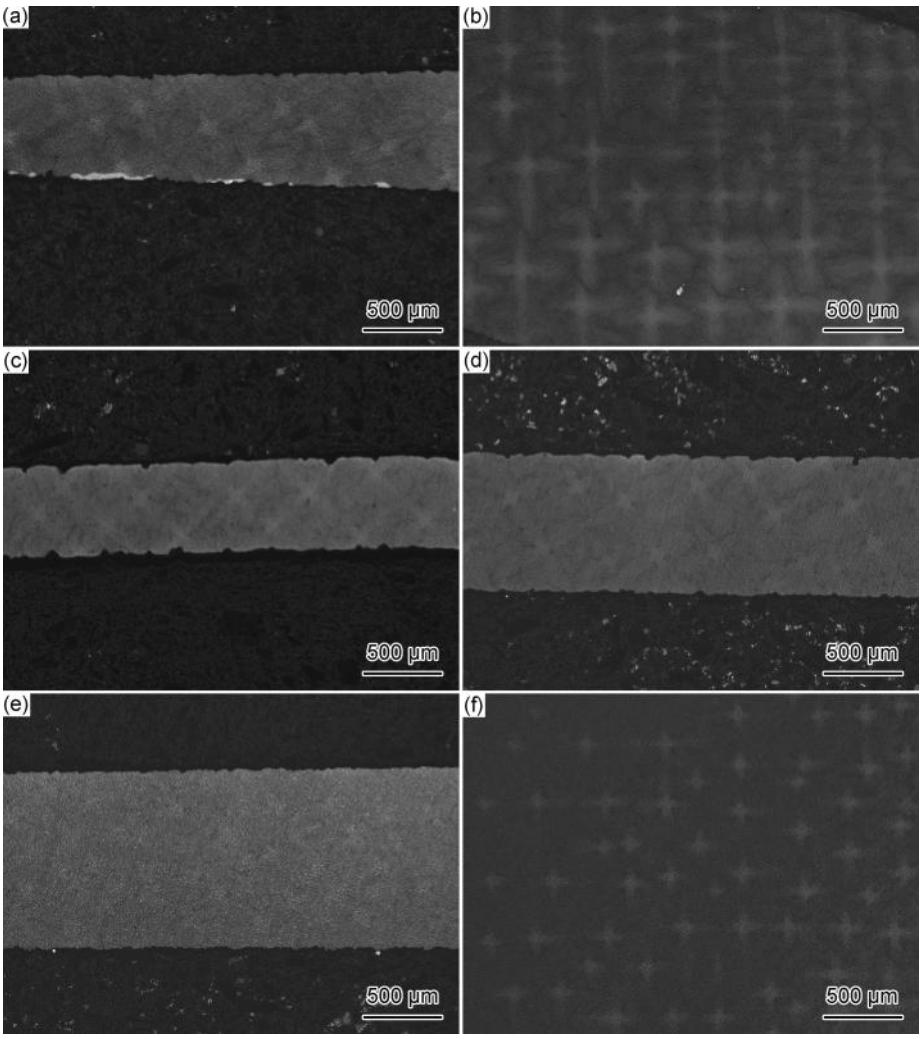


图 5 DD9 合金薄壁试样与标准试样热处理态枝晶形貌

(a)双层壁超冷涡轮叶片;(b)复合气冷涡轮叶片;(c)0.5 mm 精铸薄壁试样;(d)0.75 mm 精铸薄壁试样;(e)1.0 mm 精铸薄壁试样;(f)Φ15 mm 试棒

Fig. 5 Dendrite morphologies of fully heat-treated thin-walled and standard specimens of DD9 alloy

(a)double-wall ultra-cooling turbine blades;(b)combined cooling turbine blades;(c)investment casting thin-walled specimens with 0.5 mm;(d)investment casting thin-walled specimens with 0.75 mm;(e)investment casting thin-walled specimens with 1.0 mm;(f)Φ15 mm round bar

析程度明显减轻;而枝晶偏析很大程度上取决于合金元素的扩散效果,对于薄壁试样而言,由于 DD9 单晶涡轮叶片取样的一次枝晶间距相对精铸薄壁试样更大,增加了元素的扩散距离,因此,单晶涡轮叶片取样的枝晶偏析程度相对精铸薄壁试样更大。

2.4 取样方式与截面尺寸对薄壁组织的影响

单晶高温合金试样的截面尺寸、形状等都会对定向凝固过程中温度场、温度梯度场等产生影响,并且也会影响试样在真空热处理过程中冷却速率与均匀化处理效果,从而影响试样的显微组织[15,25]。随截面尺寸减小,DD9 合金的铸态一次枝晶间距、铸态与完全热处理态 γ′相尺寸及枝晶偏析程度均呈下降趋势。上述组织发生变化的主要原因:一方面,截面尺寸的减小使得薄壁试样的比表面积增大,有利于定向凝固过程中散热,从而使铸态组织细化;另一方面,较小的截面尺寸有利于固溶处理冷却阶段获得更高的冷却速率,从而使热处理态组织细化。第二代单晶高温合金 DD6 研究表明[16],当精铸薄壁试样截面尺寸由 2.0 mm 减小为 0.5 mm,试样的一次枝晶间距、枝晶偏析程度及完全热处理态 γ′相尺寸大致呈现降低趋势,这与本研究结果的规律一致。本研究结果还表明,完全热处理态试样的枝晶偏析相对铸态明显减轻,且相同厚度的叶片取样与精铸薄壁试样的 γ′相尺寸接近,热处理过程并未改变不同厚度薄壁试样元素偏析与 γ′相尺寸遗传规律。单晶涡轮叶片实际结构复杂,并存在陶瓷型芯,这使得定向凝固过程中叶片的局部散

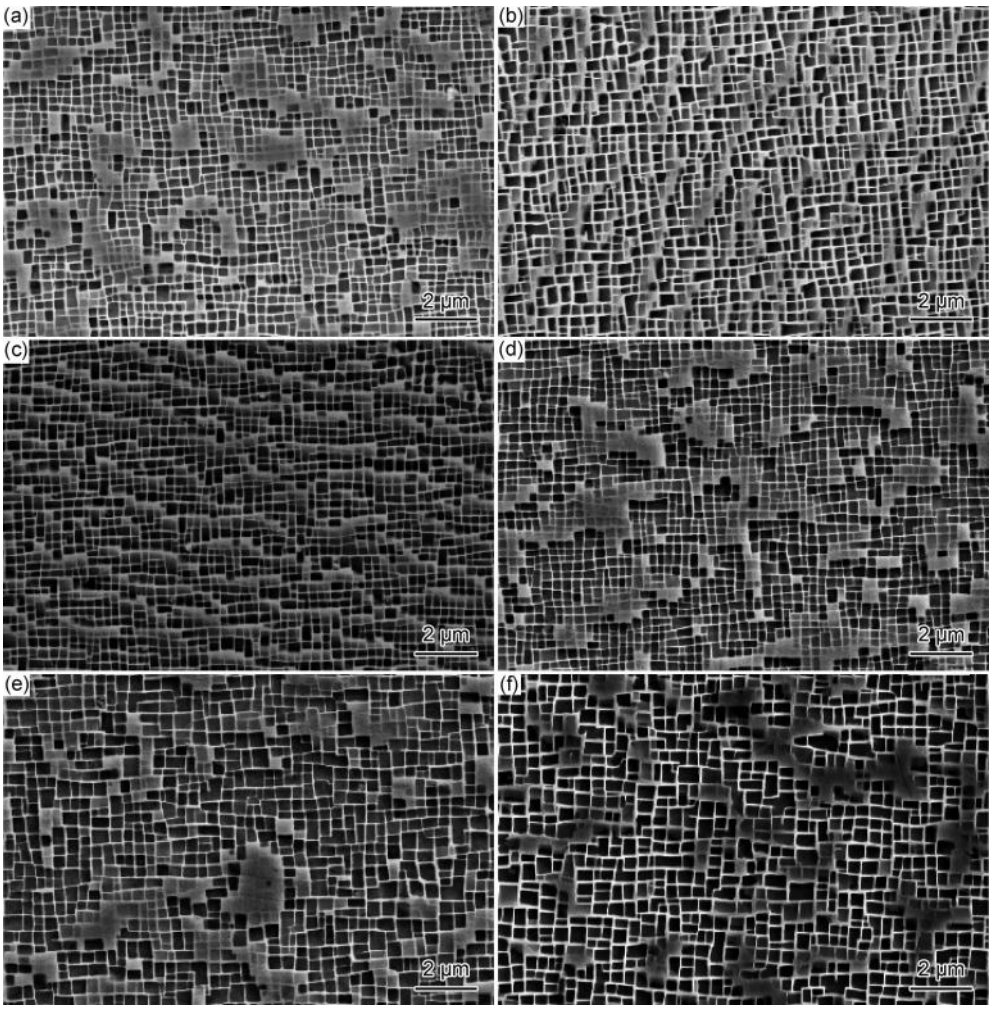


图 6　DD9 合金薄壁试样与标准试样热处理态枝晶干 γ′相形貌

(a)双层壁超冷涡轮叶片;(b)复合气冷涡轮叶片;(c)0.5 mm 精铸薄壁试样;(d)0.75 mm 精铸薄壁试样;(e)1.0 mm 精铸薄壁试样;(f)Φ15 mm 试棒

Fig. 6　Morphologies of γ′ phases at dendritic core of fully heat-treated thin-walled and standard specimens of DD9 alloy

(a)double-wall ultra-cooling turbine blades; (b)combined cooling turbine blades; (c)investment casting thin-walled specimens with 0.5 mm; (d)investment casting thin-walled specimens with 0.75 mm; (e)investment casting thin-walled specimens with 1.0 mm; (f)Φ15 mm round bar

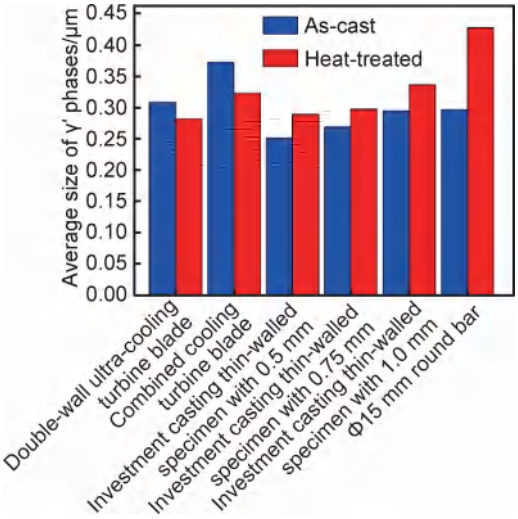


图 7　DD9 合金薄壁试样和标准试样的铸态与完全热处理态枝晶干 γ′相平均尺寸

Fig. 7　Average sizes of γ′ phases at dendritic core of as-cast and fully heat-treated thin-walled and standard specimens of DD9 alloy

热条件比简单结构的精铸薄壁试样要差,且叶片定向凝固过程中的冷却速率相对更低[26-27],从而导致单晶涡轮叶片取样组织与精铸薄壁试样组织的差异。

3　结论

(1)DD9 合金单晶双层壁超冷涡轮叶片、复合气冷涡轮叶片、精铸薄壁试样以及圆柱试棒的显微组织存在差异。

(2)当取样方式相同时,随截面尺寸减小,铸态一次枝晶间距、铸态与完全热处理态 γ′相尺寸及枝晶偏析均呈减小趋势。

(3)当截面尺寸相同时,DD9 合金单晶涡轮叶片的铸态一次枝晶间距、γ′相尺寸及铸态与完全热处理态枝晶偏析均大于精铸薄壁试样;完全热处理后,截面尺寸相同的单晶涡轮叶片与精铸薄壁试样的 γ′相尺寸相近。

表 1 DD9合金薄壁试样和标准试样铸态化学成分与偏析比

Table 1 Chemical compositions and segregation ratios of as-cast thin-walled and standard specimens of DD9 alloy

Specimen	C and S_R	Al	Cr	Ta	Re	W	Mo	Co	Nb
Double-wall ultra-cooling turbine blade	C_{DC}/%	5.12	3.03	4.67	6.20	9.51	1.34	6.80	0.24
	C_{ID}/%	6.06	3.22	7.59	3.23	6.35	1.49	6.30	0.53
	S_R	0.85	0.94	0.62	1.92	1.50	0.90	1.08	0.45
Combined cooling turbine blade	C_{DC}/%	5.23	3.07	4.74	6.42	9.44	1.31	6.84	0.22
	C_{ID}/%	6.12	3.38	7.63	3.38	6.47	1.59	6.36	0.63
	S_R	0.85	0.91	0.62	1.90	1.46	0.82	1.08	0.35
Investment casting thin-walled specimen with 0.5 mm	C_{DC}/%	5.31	3.22	4.78	6.12	9.31	1.30	6.84	0.22
	C_{ID}/%	6.09	3.22	7.04	3.72	7.12	1.38	6.50	0.40
	S_R	0.87	1.00	0.68	1.65	1.31	0.94	1.05	0.53
Investment casting thin-walled specimen with 1.0 mm	C_{DC}/%	5.25	3.17	4.85	5.98	9.31	1.29	6.88	0.23
	C_{ID}/%	6.11	3.21	7.05	3.61	7.02	1.41	6.51	0.43
	S_R	0.86	0.99	0.69	1.65	1.33	0.92	1.06	0.54
Φ15 mm round bar	C_{DC}/%	5.33	3.07	4.81	6.36	9.61	1.25	6.93	0.19
	C_{ID}/%	5.81	3.49	6.82	3.94	7.18	1.45	6.49	0.42
	S_R	0.92	0.88	0.71	1.61	1.34	0.86	1.07	0.46

表 2 DD9合金薄壁试样和标准试样热处理态化学成分与偏析比

Table 2 Chemical compositions and segregation ratios of fully heat-treated thin-walled and standard specimens of DD9 alloy

Specimen	C and S_R	Al	Cr	Ta	Re	W	Mo	Co	Nb
Double-wall ultra-cooling turbine blade	C_{DC}/%	5.51	3.22	6.33	4.85	7.83	1.45	6.53	0.41
	C_{ID}/%	5.83	3.13	6.75	3.64	6.94	1.40	6.30	0.48
	S_R	0.95	1.03	0.94	1.33	1.13	1.03	1.04	0.86
Combined cooling turbine blade	C_{DC}/%	5.73	3.21	6.54	5.14	7.86	1.45	6.39	0.43
	C_{ID}/%	6.18	3.05	7.09	3.53	6.97	1.35	6.15	0.47
	S_R	0.93	1.05	0.92	1.46	1.13	1.07	1.04	0.91
Investment casting thin-walled specimen with 0.5 mm	C_{DC}/%	5.66	3.28	6.30	5.07	8.04	1.46	6.63	0.44
	C_{ID}/%	5.91	3.23	6.81	3.80	7.39	1.41	6.61	0.43
	S_R	0.96	1.02	0.93	1.33	1.09	1.04	1.00	1.02
Investment casting thin-walled specimen with 1.0 mm	C_{DC}/%	5.69	3.24	6.44	4.95	7.99	1.49	6.63	0.41
	C_{ID}/%	6.03	3.18	6.83	3.84	7.27	1.39	6.53	0.43
	S_R	0.94	1.02	0.94	1.29	1.10	1.08	1.02	0.95
Φ15 mm round bar	C_{DC}/%	5.31	3.45	5.97	5.46	7.82	1.59	6.75	0.45
	C_{ID}/%	5.90	3.05	6.77	3.51	6.85	1.39	6.48	0.47
	S_R	0.90	1.13	0.88	1.55	1.14	1.14	1.04	0.96

表 3 DD9合金薄壁试样和标准试样铸态与热处理态元素偏析系数

Table 3 Element segregation factors of as-cast and fully heat-treated thin-walled and standard specimens of DD9 alloy

State	P				
	Double-wall ultra-cooling turbine blade	Combined cooling turbine blade	Investment casting thin-walled specimen with 0.5 mm	Investment casting thin-walled specimen with 1.0 mm	Φ15 mm round bar
As-cast	2.75	2.88	1.98	2.04	2.20
Fully heat-treated	0.82	0.99	0.61	0.66	1.26

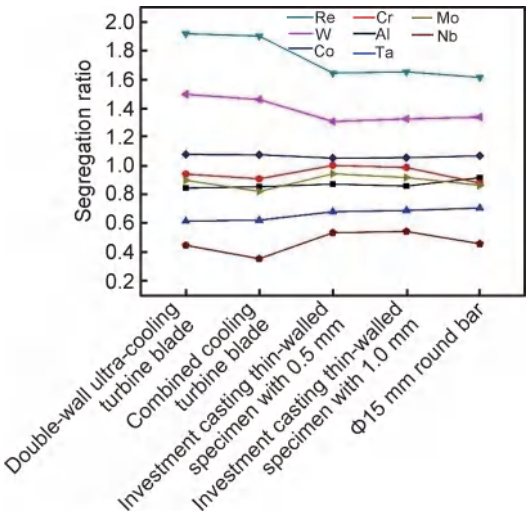


图 8　DD9 合金薄壁试样与标准试样铸态主要元素偏析比

Fig. 8　Main element segregation ratios of as-cast thin-walled and standard specimens of DD9 alloy

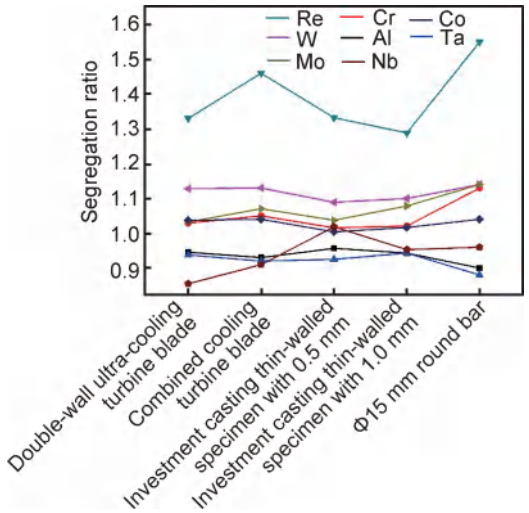


图 9　DD9 合金薄壁试样与标准试样热处理态主要元素偏析比

Fig. 9　Main element segregation ratios of fully heat-treated thin-walled and standard specimens of DD9 alloy

参考文献

[1] 高至远，陈皓晖，陈新，等. DD6 单晶高温合金模拟薄壁试样超高频振动疲劳[J]. 航空材料学报，2023，43(2)：98-106.
GAO Z Y，CHEN H H，CHEN X，et al. Ultra-high frequency vibration fatigue of DD6 single crystal superalloy simulating thin-walled specimens[J]. Journal of Aeronautical Materials，2023，43(2)：98-106.

[2] ZHAO Y S，ZHANG J，SONG F Y，et al. Effect of trace boron on microstructural evolution and high temperature creep performance in Re-containing single crystal superalloys[J]. Progress in Natural Science：Materials International，2020，30(3)：371-381.

[3] 刘大响，陈光. 航空发动机：飞机的心脏[M]. 北京：航空工业出版社，2003.
LIU D X，CHEN G. Aeroengine：heart of aircraft[M]. Beijing：Aviation Industry Press，2003.

[4] 刘巧沐，李园春. 航空发动机材料及工艺发展浅析[J]. 航空动力，2021(6)：1-9.
LIU Q M，LI Y C. Analysis to development of aero engine materials and processes[J]. Aerospace Power，2021(6)：1-9.

[5] DUHL D N. Directionally solidified superalloys：superalloys Ⅱ[M]. New York：John Wiley，1987.

[6] 韩希鹏，管文彪，宋克强，等. 铸造高温合金论文集[M]. 北京：中国科学技术出版社，1993.
HAN X P，GUAN W B，SONG K Q，et al. Proceedings of cast superalloys[M]. Beijing：China Science and Technology Press，1993.

[7] SEETHARAMAN V，CETEL A D. Thickness debit in creep properties of PWA 1484[C]//Superalloys 2004. Seven Springs，PA：the Minerals，Metals & Materials Society，2004：207-214.

[8] HÜTTNER R，VÖLKL R，GABEL J，et al. Creep behavior of thick and thin walled structures of a single-crystal nickel-base superalloy at high temperatures—experimental method and results[C]//Superalloys 2008. Seven Springs，PA：the Minerals，Metals & Materials Society，2008：719-723.

[9] HÜTTNER R，GABEL J，GLATZEL U，et al. First creep results on thin-walled single-crystal superalloys[J]. Materials Science and Engineering：A，2009，510/511：307-311.

[10] 刘世忠，李嘉荣，李骋，等. 第二代单晶高温合金 DD6 的薄壁持久性能[J]. 钢铁研究学报，2003，15(增刊 1)：276-278.
LIU S Z，LI J R，LI C，et al. Stress-rupture property of thin-wall specimen for single crystal superalloy DD6[J]. Journal of Iron and Steel Research，2003，15(Suppl 1)：276-278.

[11] 刘维维，李影，刘世忠，等. [011]取向 DD6 单晶高温合金薄壁持久性能[J]. 材料工程，2011(8)：24-27.
LIU W W，LI Y，LIU S Z，et al. Thin-wall stress rupture properties of single crystal superalloy DD6 with [011] orientation[J]. Journal of Materials Engineering，2011(8)：24-27.

[12] YANG L，LI J R. Effects of section size on the stress rupture lives of the machined thin-walled slab specimen of DD6 single crystal superalloy at 980 ℃/250 MPa[J]. Advanced Materials Research，2013，816/817：90-95.

[13] 余昌奎，于金江，仉凤江，等. DD499 单晶合金持久性能薄壁效应[J]. 铸造，2014，63(5)：479-483.
YU C K，YU J J，ZHANG F J，et al. Influence of thin wall on the stress rupture properties of DD499 single crystal superalloy[J]. Foundry，2014，63(5)：479-483.

[14] 张泽海，于金江，石峰，等. DD499 单晶合金拉伸性能薄壁效应[J]. 铸造，2014，63(8)：781-787.
ZHANG Z H，YU J J，SHI F，et al. Influence of thin wall on the tensile properties of DD499 single crystal superalloy[J]. Foundry，2014，63(8)：781-787.

[15] 李剑锋，周铁涛，燕平，等. 一种镍基单晶高温合金凝固组织的截面尺寸效应[J]. 材料工程，2009(6)：20-25.
LI J F，ZHOU T T，YAN P，et al. Effects of section sizes on microstructure of a nickel-base single crystal superalloy[J]. Journal of Materials Engineering，2009(6)：20-25.

[16] YANG L，LI J R. Effect of section size on the microstructure of thin-walled specimen of DD6 single crystal superalloy[J]. Rare

Metal Materials and Engineering, 2015, 44(6): 1363-1368.

[17] 杨亮,李嘉荣,金海鹏,等. DD6单晶精铸薄壁试样定向凝固过程数值模拟[J]. 材料工程,2014(11):15-22.
YANG L, LI J R, JIN H P, et al. Numerical simulation on directional solidification process of DD6 single crystal superalloy thin-walled specimen[J]. Journal of Materials Engineering, 2014(11):15-22.

[18] WAHL J B, HARRIS K. New single crystal superalloys, CMSX® -7 and CMSX® -8[C]//Superalloys 2012. Seven Springs, PA: the Minerals, Metals & Materials Society, 2012: 179-188.

[19] LIU Z Q, YUE Z F, ZHI X Z, et al. Influence of dimension variation on strength and fatigue life of single crystal cooled blade [J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2013, 42(8):1563-1567.

[20] 刘维维,朱鸥. 航空发动机用单晶叶片薄壁效应研究[J]. 铸造技术,2017,38(11):2571-2575.
LIU W W, ZHU O. Thin-walled effect for single-crystal blades in aero engines[J]. Foundry Technology, 2017, 38(11):2571-2575.

[21] 李嘉荣,刘世忠,史振学,等. 第三代单晶高温合金DD9[J]. 钢铁研究学报,2011,23(增刊2):337-340.
LI J R, LIU S Z, SHI Z X, et al. Third generation single crystal superalloy DD9[J]. Journal of Iron and Steel Research, 2011, 23(Suppl 2):337-340.

[22] LI J R, LIU S Z, WANG X G, et al. Development of a low-cost third generation single crystal superalloy DD9[C]//Superalloys 2016. Seven Springs, PA: the Minerals, Metals & Materials Society, 2016:57-63.

[23] 屈敏,刘林,唐峰涛,等. 试样直径对Al-Cu合金定向凝固温度梯度和一次枝晶间距的影响[J]. 中国有色金属学报,2008,18(2):282-287.
QU M, LIU L, TANG F T, et al. Effect of Al-Cu alloys diameter on thermal gradient and primary dendrite arm spacing during directional solidification[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2008, 18(2):282-287.

[24] 李嘉荣,熊继春,唐定中. 先进高温结构材料与技术[M]. 北京:国防工业出版社,2012.
LI J R, XIONG J C, TANG D Z. Advanced high temperature structural materials and technologies[M]. Beijing: National Defense Industry Press, 2012.

[25] 郑启,侯桂臣,孙晓峰,等. 单晶凝固组织的样品尺寸效应[J]. 材料工程,2002(3):24-27.
ZHENG Q, HOU G C, SUN X F, et al. Effect of sample size on solidified SC structure[J]. Journal of Materials Engineering, 2002(3): 24-27.

[26] LIU W W, TANG D Z. Effect of cooling rate after solution on microstructure and creep properties of single crystal superalloy DD3[J]. Rare Metals, 2011, 30(1):396-400.

[27] 张宏炜,陈荣章. 一种定向凝固高温合金的薄壁效应研究[J]. 金属学报,1997,33(4):370-374.
ZHANG H W, CHEN R Z. Thin-wall effect of a directionally solidified superalloy[J]. Acta Metallurgica Sinica, 1997, 33(4): 370-374.

收稿日期:2024-03-21;**修订日期**:2024-10-18

通讯作者:李嘉荣(1962—),男,研究员,博士,研究方向为单晶高温合金,联系地址:北京市81信箱1分箱(100095),E-mail:jrli126@126.com

(本文责编:寇凤梅)

第53卷 第1期 材 料 工 程 Vol. 53 No. 1
2025年1月 第65—71页 Journal of Materials Engineering Jan. 2025 pp. 65—71

引用格式：董建民，李嘉荣，甄真，等. 渗铝涂层对DD6单晶高温合金疲劳性能的影响[J]. 材料工程，2025，53(1)：65-71.
DONG Jianmin，LI Jiarong，ZHEN Zhen，et al. Effect of aluminizing coating on fatigue properties of DD6 single crystal superalloy[J]. Journal of Materials Engineering，2025，53(1)：65-71.

渗铝涂层对DD6单晶高温合金疲劳性能的影响

Effect of aluminizing coating on fatigue properties of DD6 single crystal superalloy

董建民[1]，李嘉荣[1*]，甄 真[2]，许振华[2]
（1 中国航发北京航空材料研究院 先进高温结构材料重点实验室，北京 100095；2 中国航发北京航空材料研究院 航空材料先进腐蚀与防护重点实验室，北京 100095）
DONG Jianmin[1]，LI Jiarong[1*]，ZHEN Zhen[2]，XU Zhenhua[2]
（1 Science and Technology on Advanced High Temperature Structural Materials Laboratory，AECC Beijing Institute of Aeronautical Materials，Beijing 100095，China；2 Key Laboratory of Science and Technology on Advanced Corrosion and Protection for Aviation Material，AECC Beijing Institute of Aeronautical Materials，Beijing 100095，China）

摘要：为研究渗铝涂层对DD6合金表面完整性和旋转弯曲高周疲劳性能的影响，采用化学气相沉积(CVD)方法在标准热处理的DD6合金疲劳试样上渗铝，采用扫描电镜(SEM)和能谱仪(EDS)分析了渗铝涂层后DD6合金试样横截面组织形貌及元素分布情况，然后分别测试未涂层和涂层后试样760 ℃与980 ℃的旋转弯曲高周疲劳性能。结果表明：渗铝涂层后试样表层区域主要分为内外两层，外层主要由β-NiAl相组成，内层为扩散层，含有较多固溶强化元素。渗铝涂层会略微降低合金760 ℃和980 ℃的旋转弯曲高周疲劳性能，但对高应力幅区的疲劳寿命影响较大，对低应力幅区的疲劳寿命影响较小。表面粗糙度差异、氧化损伤和元素互扩散等因素耦合作用是导致未涂层和涂层试样疲劳寿命差异的本质原因。

关键词：DD6；渗铝涂层；疲劳；单晶高温合金
doi：10.11868/j.issn.1001-4381.2024.000054
中图分类号：TG172.6 **文献标识码**：A **文章编号**：1001-4381(2025)01-0065-07

Abstract: To investigate the effects of aluminizing coating on the surface integrity and rotational bending high cycle fatigue performance of DD6 alloy, the chemical vapor deposition method is used to aluminize DD6 fatigue samples after standard heat treatment. The cross-sectional microstructure and elemental distribution of DD6 alloy samples with aluminizing coating are analyzed using SEM and EDS, and the high cycle fatigue properties of the uncoated and coated samples are tested at 760 ℃ and 980 ℃, respectively. The results show that the surface area of the sample with aluminizing coating is mainly divided into two layers: inner and outer. The outer layer is mainly composed of the β-NiAl phase, and the inner layer is a diffusion layer, containing many solid solution strengthening elements. The aluminizing coating can slightly reduce the rotational bending high cycle fatigue performance of the alloy at 760 ℃ and 980 ℃ and has a significant impact on the fatigue life in the high-stress amplitude region and a small impact on the low-stress amplitude region. The coupling effect of surface roughness, oxidation damage, and element interdiffusion is the fundamental reason for the difference in fatigue life between uncoated and coated samples.

Key words: DD6; aluminizing coating; fatigue; single crystal superalloy

为不断提高航空发动机性能，需不断提升发动机涡轮进口温度，这使得涡轮叶片的工作条件越来越恶劣。由于受材料自身熔点的限制，目前大量使用的镍基高温合金难以满足不断提高的涡轮进口温度要求。应用气膜冷却技术可显著降低空心涡轮叶片的表面温度，但叶片内腔通道仍受到高温氧化和热腐蚀的作用，因此有必要对内腔进行有效防护[1-3]。

在内腔制备铝化物涂层是防止内腔氧化腐蚀失效的有效途径，传统的包埋渗铝不能满足空心叶片内腔渗铝需求，气相渗铝在工艺稳定性和涂覆均匀性等方面存在不足，而化学气相沉积（CVD）渗铝能够适用复杂内腔结构，避免烧结、堵孔的问题，是内腔渗铝较为理想的方法，且化学气相沉积渗铝涂层具有良好的抗高温氧化和腐蚀性能[1]。蔡妍等[3]研究结果表明，Al涂层对基体合金的持久和拉伸性能无影响。国内外报道主要集中于有关铝化物涂层在单晶高温合金基体上的制备工艺、组织和成分的变化，铝化物涂层对单晶高温合金疲劳性能的影响研究鲜有报道。

目前，第二代单晶高温合金DD6已得到广泛应用，但渗铝涂层对DD6合金疲劳性能影响的研究报道较少。开展渗铝涂层对DD6合金旋转弯曲高周疲劳性能的影响研究，具有很大的应用价值。

1 实验材料与方法

采用螺旋选晶法制备[001]取向的单晶试棒，用X射线劳厄背散射法检测试棒结晶取向，试样[001]方向与主应力轴偏离在8°以内。DD6合金实测化学成分为：Cr 4.44（质量分数/%，下同），Co 9.00，Mo 2.05，W 7.47，Re 2.08，Ta 6.88，Nb 1.04，Al 5.68，Hf 0.10，C 0.007，Ni余量。按照：1290 ℃/1 h+1300 ℃/2 h+1315 ℃/4 h/AC固溶，1120 ℃/4 h/AC一级时效，870 ℃/32 h/AC二级时效处理，随后，按Q/6S 977加工成疲劳性能试样，疲劳试样尺寸如图1所示。

疲劳性能试样制备完成后，在试样上制备渗铝涂层。渗铝涂层制备采用ALUVAP CVA 190 BL L-Single型化学气相沉积工艺，试样先用水吹砂处理，再用丙酮进行超声波清洗，涂层沉积前先进行气密性保压测试，然后在反应室升温时通入H_2和一定流量的HCl气体，HCl气体会与Al反应生成活性的AlCl前驱体，通过运载气体H_2，将AlCl输送到反应室内，在高温度条件下发生化学反应，从而在试样上制备涂层。涂层实测化学成分为：Al 30.50，Cr 0.64，Co 6.93，Ni 61.93。

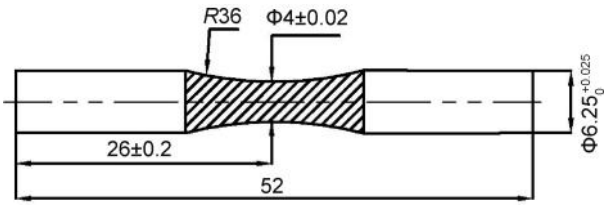


图1 疲劳试样外形和尺寸

Fig. 1 Configuration of samples

疲劳性能试样尺寸符合图1要求，均在Φ(4±0.02)mm之间，由于涂层制备会造成疲劳试样尺寸变化，涂层后先检测涂层试样工作部分的真实尺寸，涂层后试样尺寸范围：Φ4.15～4.20 mm。采用BCPCAS4800型扫描电镜（FESEM）观察涂层后试样横截面形貌，应用能谱仪（EDS）分析涂层后试样横截面元素分布，然后将未涂层和涂层后试样分别进行旋转弯曲高周疲劳性能测试。测试环境为大气环境，应力比$R=\sigma_{min}/\sigma_{max}=-1$，频率为83.3 Hz，疲劳性能测试温度分别选定为760 ℃及980 ℃。采用LEO1450型扫描电镜（SEM）观察疲劳断口组织形貌，采用BCPCAS4800场发射扫描电镜（FESEM）观察疲劳断口组织。

2 结果与分析

2.1 涂层后试样横截面组织

制备渗铝涂层后试样的横截面组织如图2所示。图2中最外层为涂层区，中间为扩散区，最底层为合金基体，可以看出，扩散层与基体以及扩散层与外层涂层区之间结合紧密，可保证涂层与基体的结合强度，涂层制备过程对基体组织无影响。这与在镍基高温合金René80上采用CVD方法制备渗铝涂层的组织一致[5]。界面元素扫描结果如图3所示，可看出，最外侧涂层区Ni和Al元素含量较高，已有研究表明[6]，外层涂层区主要为β-NiAl相。这是由于涂层制备过程中，

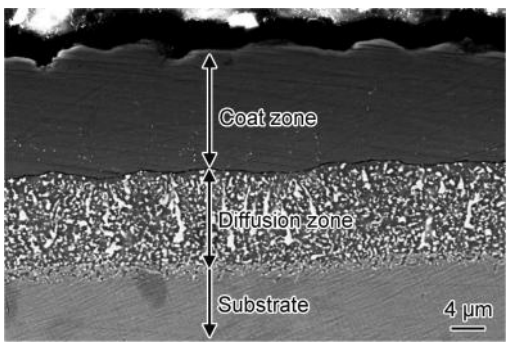


图2 渗铝涂层试样界面组织

Fig. 2 Microstructure of specimens with aluminized coating

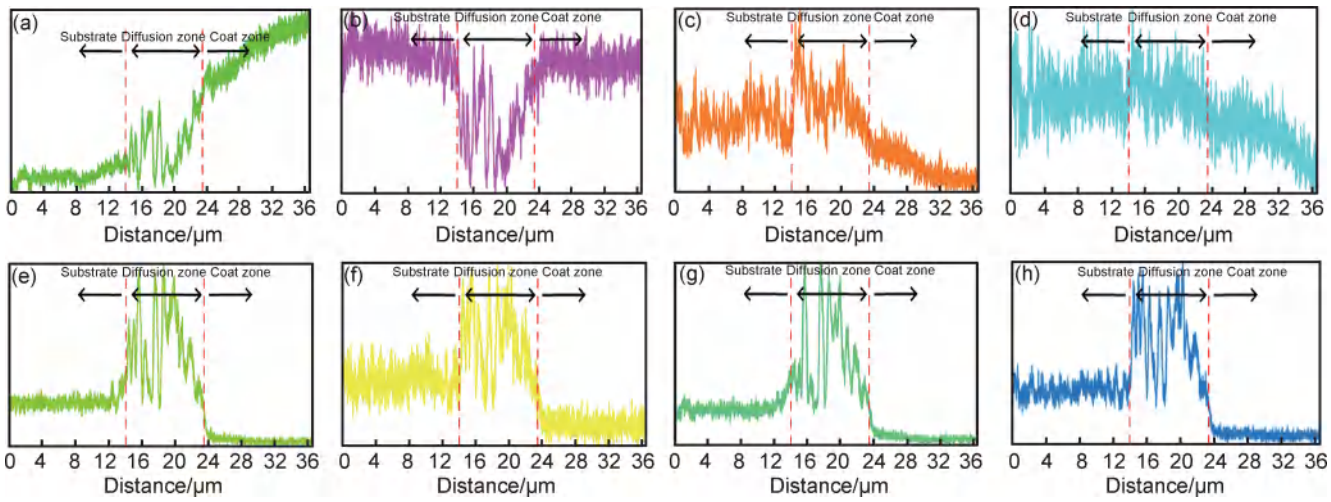


图3　涂层试样元素分布

(a)Al;(b)Ni;(c)Cr;(d)Co;(e)W;(f)Mo;(g)Ta;(h)Re

Fig. 3　Element distribution of specimens with aluminized coating

(a)Al;(b)Ni;(c)Cr;(d)Co;(e)W;(f)Mo;(g)Ta;(h)Re

温度较高，Ni向外扩散，与AlCl前驱体发生反应生成β-NiAl。渗铝涂层生长过程为Ni逐渐渗透已成形的NiAl向外侧扩散并反应的过程。此外，外层涂层区还有少量Co，可使涂层生长速度增加并提高抗热腐蚀性能。

由于Ni的外扩散，导致扩散区内Ni含量下降；Al向内扩散，导致扩散区Al含量增加。扩散层中Re，W，Mo，Cr和Ta等元素含量较高，这是由于在合金基体的原表面内，Ni的外扩散使合金基体中原有的外扩散较少的Re，W，Mo，Cr和Ta等元素富集，另外，固溶强化元素也会从合金基体深部扩散出来，导致扩散层中Re，W，Mo，Cr和Ta等元素含量升高，并生成很多白色析出相。富含析出相的扩散层成为了扩散障碍层，可起到减缓元素扩散的作用[6-7]。这与在镍基高温合金René80上采用CVD方法制备渗铝涂层的元素分布类似[8]。

2.2　*S-N*曲线

760 ℃未涂层和涂层后试样的*S-N*曲线如图4(a)所示。可看出，未涂层和涂层后试样的疲劳寿命均随应力幅的增大而降低。涂层后试样的疲劳寿命低于未涂层试样，但相差幅度随应力幅的下降而减少。在应力幅较高时，试样的疲劳寿命相差较大，可达4倍，在应力幅较低时，疲劳寿命相差约1倍。未涂层试样疲劳极限为434 MPa，涂层后试样疲劳极限为416 MPa，与未涂层试样相比，涂层后试样疲劳极限下降约4.1%。已有研究[9-10]也表明，涂层会降低基体的高温疲劳寿命。

本实验通过三参数幂函数[11]方程(1)拟合*S-N*曲线。

$$\lg N = C - m\lg(S - S_f) \tag{1}$$

式中：m，C为与材料、应力比和加载方式等相关的参数；N为试样断裂时的循环次数；S_f为疲劳极限。通过三参数幂函数方程拟合*S-N*曲线，未涂层拟合结果见方程(2)，涂层后拟合结果见方程(3)。

$$\lg N = 12.265 - 2.9721\lg(S - 374.7) \tag{2}$$

$$\lg N = 10.763 - 1.8086\lg(S - 295.6) \tag{3}$$

980 ℃未涂层和涂层后试样*S-N*曲线如图4(b)所示。可看出，与760 ℃时的*S-N*曲线规律一致，未涂层和涂层后试样寿命均随应力幅的增大而下降。涂层后试样的疲劳寿命低于未涂层试样，且相差幅度随应力幅的下降而减少。未涂层试样疲劳极限为425 MPa，涂层后试样疲劳极限为420 MPa，与未涂层试样相比，涂层后试样疲劳极限下降约1.2%。通过三参数幂函数方程拟合*S-N*曲线，未涂层拟合结果见方程(4)，涂层后拟合结果见方程(5)。

$$\lg N = 18.776 - 5.31681\lg(S - 259.4) \tag{4}$$

$$\lg N = 12.634 - 2.24401\lg(S - 95.9) \tag{5}$$

当应力幅较高时，疲劳寿命较短，只有10^4～10^5，涂层与基体间的互扩散较少，导致涂层前后疲劳寿命相差较大有以下原因：(1)涂层后的表面粗糙度较高，经过测量，涂层后表面粗糙度R_a=0.81 μm，未涂层试样的R_a=0.32 μm。已有研究表明[11-12]，粗糙度高的表面会引起局部应力集中，应力集中系数相同时，应力幅越大，局部应力集中处实际应力与名义应力差值

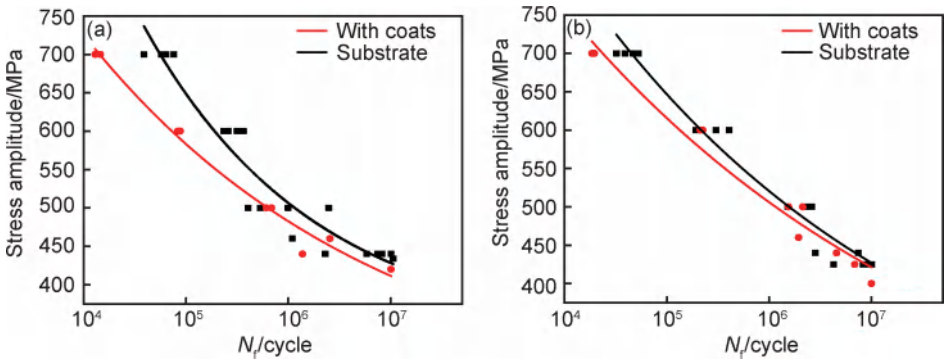


图 4 760 ℃(a)和 980 ℃(b)未涂层与涂层后试样 *S-N* 曲线

Fig. 4 *S-N* curves of bared and coated specimens at 760 ℃ (a) and 980 ℃(b)

越大,从而导致疲劳性能下降;(2)涂层和扩散区的强度低于基体合金强度,在相同应力幅条件下,涂层后试样疲劳强度降低。

应力幅较低时,疲劳寿命较长,大于 10^6,未涂层试样表面发生氧化,在循环应力作用下局部会出现氧化裂纹,表面粗糙度增加,而渗铝涂层在高温氧化时可生成致密的 Al_2O_3 保护膜,有效缓解涂层进一步高温氧化[12],且涂层中 Al 含量充足,有利于疲劳测试过程中 Al_2O_3 保护膜的不断形成并自愈合[13],表面氧化较少。980 ℃时,未涂层试样表面氧化较 760 ℃时更为严重,因此,980 ℃时涂层试样与未涂层试样的疲劳极限差距较 760 ℃时小。

2.3 疲劳断口

760 ℃未涂层试样的疲劳源起始于试样表面,980 ℃未涂层试样的疲劳源起始于试样表面氧化产生的裂纹处[14-15]。760 ℃和 980 ℃疲劳测试后涂层试样断口和疲劳源区形貌如图 5 所示。图 5(a),(c),(e),(g)为试样整体断口形貌,图 5(b),(d),(f),(h)为疲劳源区形貌,图中箭头所示为疲劳源区位置。其中,图 5(a),(b)为 760 ℃高应力幅(σ_a=700 MPa,循环寿命 N_f=1.1×10^4)时试样断口形貌,图 5(c),(d)为 760 ℃低应力幅(σ_a=440 MPa,N_f=1.38×10^6)时断口形貌,图 5(e),(f)为 980 ℃高应力幅(σ_a=700 MPa,N_f=1.86×10^4)时断口形貌,图 5(g),(h)为 980 ℃低应力幅(σ_a=425 MPa,N_f=6.88×10^6)时断口形貌。可看出,与未涂层单晶高温合金的疲劳断口形貌类似[16-17],不同测试温度条件下的疲劳断口未见明显颈缩。疲劳断口主要由源区、扩展区、瞬断区组成。

760 ℃高、低应力幅试样疲劳源均起始于试样表面涂层处。这是由于旋弯疲劳使试样表层组织承受最大应力作用,所以在试样表面或亚表面易产生应力集中,导致高周疲劳源往往起始于此处[18-19]。且涂层试样表面涂层区和扩散区强度较合金基体较低,疲劳源起始于试样表面。980 ℃高应力幅试样疲劳源起始于试样次表面显微疏松处,次表面疏松的存在引起应力集中,在疏松处起源后,与表面裂纹相结合,然后向基体内部扩展;980 ℃低应力幅试样疲劳源起始于试样表面涂层与基体结合处。

2.4 断口组织

760 ℃未涂层试样表面氧化层很薄,980 ℃未涂层试样表面氧化层较厚,氧化层存在很多横向及纵向裂纹[14-15]。图 6(a),(b),(c),(d)分别为涂层后试样 760 ℃高应力幅、760 ℃低应力幅、980 ℃高应力幅、980 ℃低应力幅时疲劳断裂试样横截面显微组织形貌。可以看出,涂层主要影响与基体过渡区域的组织。涂层区局部存在元素扩散形成的孔洞,孔洞数量随温度升高和应力幅降低而增加,在循环应力作用下,部分孔洞发展为裂纹,并向基体方向扩展。760 ℃时,疲劳源均起始于试样表面。高应力幅时,涂层比较完整,局部在循环应力作用下产生了微裂纹,大部分合金基体仍受到渗铝涂层的保护;低应力幅时,表面裂纹数量增加,裂纹底部区域,扩散层与基体结合处发生轻微氧化。980 ℃高应力幅时,裂纹和涂层区孔洞数量较 760 ℃时增加,扩散层与基体结合处轻微氧化;980 ℃低应力幅时,氧化程度增加,氧化层深入基体内部,疲劳源起始于试样表面涂层与基体结合处,并向基体扩展。

3 结论

(1)渗铝涂层表层区域主要由 β-NiAl 相组成的外层和扩散层组成,扩散层与基体以及外层结合紧密。

(2)涂层试样的疲劳寿命低于未涂层试样,但相差幅度随应力幅的下降而减少。760 ℃未涂层试样疲

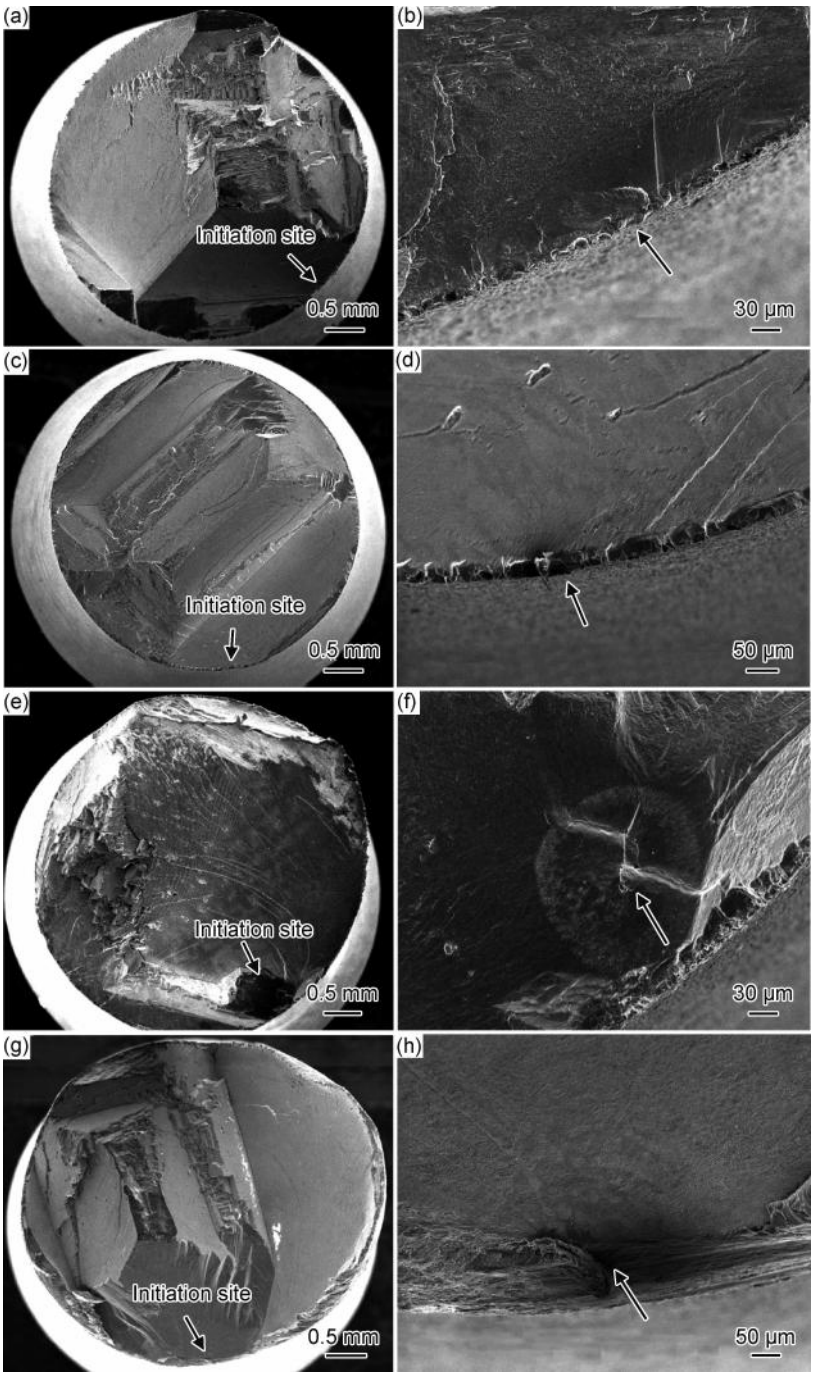


图 5　760 ℃和 980 ℃涂层试样疲劳断口

(a),(b)760 ℃/700 MPa,N_f=1.1×10^4;(c),(d)760 ℃/440 MPa,N_f=1.38×10^6;
(e),(f)980 ℃/700 MPa,N_f=1.86×10^4;(g),(h)980 ℃/425 MPa,N_f=6.88×10^6

Fig. 5　Fatigue fracture of coated specimens at 760 ℃ and 980 ℃

(a),(b)760 ℃/700 MPa,N_f=1.1×10^4;(c),(d)760 ℃/440 MPa,N_f=1.38×10^6;
(e),(f)980 ℃/700 MPa,N_f=1.86×10^4;(g),(h)980 ℃/425 MPa,N_f=6.88×10^6

劳极限 434 MPa,涂层试样疲劳极限 416 MPa;980 ℃未涂层试样疲劳极限 425 MPa,涂层试样疲劳极限 420 MPa。

(3)760 ℃涂层表面氧化损伤较小,而涂层试样表面粗糙度升高引起局部应力集中、涂层与扩散区的强度低于基体合金强度等原因使涂层试样的疲劳极限低于未涂层试样;980 ℃未涂层试样表面氧化损伤较大,涂层试样由于涂层保护而氧化损伤较小,对疲劳性能有正作用;但高温下涂层与基体结合强度较低、扩散孔洞等原因对疲劳性能有负作用,且负作用大于氧化损伤较小带来的正作用,使涂层试样的疲劳极限略低于未涂层试样。

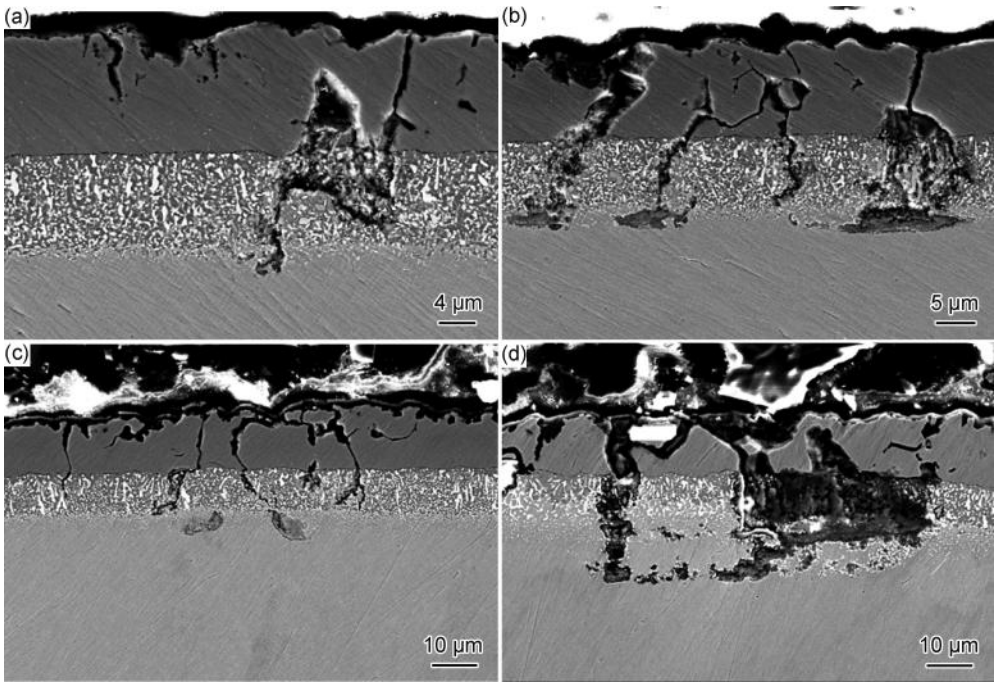


图 6 760 ℃和 980 ℃涂层试样疲劳断口横截面组织形貌

(a)760 ℃/700 MPa,N_f=1.1×10^4;(b)760 ℃/440 MPa,N_f=1.38×10^6;(c)980 ℃/700 MPa,N_f=1.86×10^4;(d)980 ℃/425 MPa,N_f=6.88×10^6

Fig. 6 Microstructure and morphology of fatigue fracture cross section of coated specimens at 760 ℃ and 980 ℃

(a)760 ℃/700 MPa,N_f=1.1×10^4;(b)760 ℃/440 MPa,N_f=1.38×10^6;(c)980 ℃/700 MPa,N_f=1.86×10^4;(d)980 ℃/425 MPa,N_f=6.88×10^6

参考文献

[1] 李建平,陆峰,蔡妍,等. 空心叶片内腔化学气相沉积设备及抗氧化涂层研究[J]. 材料工程, 2005(10): 38-41.
LI J P, LU F, CAI Y, et al. Study of CVD equipment and protective coatings for the surface of internal cooling channels in turbine blades[J]. Journal of Materials Engineering, 2005(10): 38-41.

[2] 顿易章, 吴勇, 张磊. CVD 法在镍基高温合金表面制备改性铝化物涂层的研究进展[J]. 金属热处理, 2018, 43(3): 145-150.
DUN Y Z, WU Y, ZHANG L. Research progress of application of CVD method in preparation of modified aluminide coating on nickel base superalloy[J]. Heat Treatment of Metals, 2018, 43(3): 145-150.

[3] 蔡妍,李建平,汤智慧,等. Al涂层修复对DD5合金性能的影响[J]. 装备环境工程,2020,17(11):108-113.
CAI Y, LI J P, TANG Z H, et al. Effect of Al coating repair on properties of DD5 alloy[J]. Equipment Environmental Engineering,2020,17(11):108-113.

[4] 毛杰,马景涛,邓畅光,等. 表面粗糙度对PS-PVDYSZ陶瓷层性能的影响[J]. 材料工程,2020, 48(5): 144-150.
MAO J, MA J T, DENG C G, et al. Effect of surface roughness on properties of PS-PVD YSZ ceramic coating[J]. Journal of Materials Engineering, 2020, 48(5): 144-150.

[5] PYTEL M, GÓRAL M, NOWOTNIK A, et al. Heat treatment and CVD aluminizing of Ni-base René 80 superalloy[J]. Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering, 2012,51(1):30-38.

[6] 许振华,戴建伟,牛静,等. 沉积温度对铝化物涂层相结构与微观形貌的影响[J]. 腐蚀与防护, 2013, 34(11):991-996.
XU Z H, DAI J W, NIU J, et al. Influence of deposition temperature on the phase structure and morphology of aluminide coatings [J]. Corrosion&Protection, 2013, 34(11):991-996.

[7] ROGER C R. 高温合金基础及应用[M]. 北京: 机械工业出版社,2016.
ROGER C R. The superalloy foundation and application[M]. Beijing: China Machine Press,2016.

[8] GORAL M, PYTEL M, DYCHTON K, et al. Kinetics growth and oxidation resistance of aluminide coatings deposited by the CVD method on Re 80 superalloy[J]. Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering, 2012, 11, 853-857.

[9] ITOH Y, SAITOH M, ISHIWATA Y. Influence of high-temperature protective coatings on the mechanical properties of nickel-based superalloys[J]. Journal of Materials Science, 1999, 34(16): 3957-3966.

[10] ITOH Y, SAITOH M, TAKAKI K, et al. Effect of high-temperature protective coatings on fatigue lives of nickel-based superalloys[J]. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, 2001, 24(12): 843-854.

[11] 谢洪吉, 李嘉荣, 韩梅, 等. 超温对DD6单晶高温合金组织及高周疲劳性能影响[J]. 稀有金属材料与工程, 2018, 47(8): 2483-2488.
XIE H J, LI J R, HAN M, et al. Effect of over-temperature on microstructures and high cycle fatigue properties of the single crystal superalloy DD6[J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2018, 47(8), 2483-2488.

[12] 林翠,杜楠,赵晴. 高温涂层研究的新进展[J]. 材料保护, 2001,34(6):4-7.

LIN C, DU N, ZHAO Q. New approaches on high-temperature coatings[J]. Journal of Materials Protection, 2001,34(6):4-7.

[13] YU Z, WADLEY H N. Fabrication of (Ni, Pt) Al coatings by EB-DVD [J]. Surface and Coatings Technology, 2007, 204: 2411-2420.

[14] DONG J M, LI J R. Effect of etching on fatigue properties of DD6 single-crystal superalloy[J]. Journal of Materials Engineering and Performance,2020, 29(5):3195-3204.

[15] 李嘉荣, 董建民, 韩梅, 等. 吹砂对DD6单晶高温合金表面完整性和高周疲劳强度的影响[J]. 金属学报, 2023, 59(9): 1201-1208.
LI J R, DONG J M, HAN M, et al. Effects of sand blasting on surface integrity and high cycle fatigue properties of DD6 single crystal superalloy[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2023, 59(9): 1201-1208.

[16] LIU L, YU J J, XU Y, et al. High cycle fatigue behavior of a single crystal superalloy at elevated temperatures[J]. Materials Science and Engineering: A, 2007, 454/455: 357-366.

[17] LUKÁŠ P, KUNZ L, SVOBODA M. High-temperature ultra-high cycle fatigue damage of notched single crystal superalloys at high mean stresses[J]. International Journal of Fatigue, 2005, 27(10/12): 1535-1540.

[18] LAMM M, SINGER R F. The effect of casting conditions on the high cycle fatigue properties of the single crystal nickel base superalloy PWA1483[J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2007, 38A: 1177-1183.

[19] ZHU X, SHYAM A, JONES J W, et al. Effects of microstructure and temperature on fatigue behavior of E319-T7 cast aluminum alloy in very long life cycles[J]. International Journal of Fatigue, 2006, 28(11): 1566-1571.

基金项目:中国航发自主创新专项资金项目(ZZCX-2022-019)
收稿日期:2024-01-19;**修订日期**:2024-09-04
通讯作者:李嘉荣(1962—),男,研究员,博士,研究方向为单晶高温合金,联系地址:北京市81信箱1分箱(100095),E-mail:jrli126@126.com

(本文责编:解　宏)

引用格式：李林翰，张继，张文云，等. 镍基高温合金GH4065A高温疲劳断裂机制研究[J]. 材料工程，2025，53(1)：72-80.
LI Linhan，ZHANG Ji，ZHANG Wenyun，et al. Fatigue fracture mechanism of Ni-base superalloy GH4065A at elevated temperatures[J]. Journal of Materials Engineering，2025，53(1)：72-80.

镍基高温合金GH4065A高温疲劳断裂机制研究

Fatigue fracture mechanism of Ni-base superalloy GH4065A at elevated temperatures

李林翰，张　继，张文云，田　强，秦鹤勇，张北江*
（钢铁研究总院有限公司 高温材料研究所，北京 100081）
LI Linhan，ZHANG Ji，ZHANG Wenyun，TIAN Qiang，
QIN Heyong，ZHANG Beijiang*
（High Temperature Materials Research Institute，Central Iron and Steel Research Institute Company Limited，Beijing 100081，China）

摘要：针对新一代航空发动机涡轮盘用超低C，N含量的变形高温合金GH4065A，系统表征和定量统计了合金的夹杂物组织。对细晶态和粗晶态试样开展了400 ℃和650 ℃不同载荷水平下的疲劳实验。通过对疲劳断裂源组织进行表征分析，研究了合金的疲劳断裂机制。结果表明，合金的夹杂物主要为氮化物。在细晶组织状态下，高温疲劳断裂机制为氮化物(单独和团簇态)起始断裂。高应变幅载荷下(≥0.9%)，断裂源主要为试样表面氮化物，极少情况为表面硼化物和氧化物(Al_2O_3和$MgSiO_3$)，且只有Al_2O_3导致合金过早疲劳断裂；低应变幅载荷下(<0.9%)，断裂源为氮化物-解理面型，均在试样近表面/内部。两种不同的断裂方式分别导致高应变幅载荷下400 ℃疲劳寿命高于650 ℃疲劳寿命，低应变幅载荷下反之。统计发现，引起疲劳断裂的所有氮化物的尺寸全部达到/超过细晶组织平均晶粒尺寸。在粗晶组织状态下，400 ℃下疲劳断裂机制为准解理起始断裂。晶粒尺寸的增加极大降低了可能诱发疲劳开裂的夹杂物的有效数量，滑移诱发的解理断裂成为主导断裂机制。

关键词：镍基高温合金；疲劳；夹杂物；氮化物；断裂源
doi：10.11868/j.issn.1001-4381.2024.000321
中图分类号：TG132.3+2；TG111.8；TB31　**文献标识码**：A　**文章编号**：1001-4381(2025)01-0072-09

Abstract: GH4065A is a newly developed high-performance cast-wrought Ni-base superalloy with ultra-low C and N content used for advanced turbine engine disc. In this study, the alloy's inclusions of the alloy are characterized and statistically analyzed. To investigate the fatigue fracture mechanism, strain-controlled fatigue tests are conducted at 400 ℃ and 650 ℃ on the fine-grained and coarse-grained samples respectively. The results show that the alloy's inclusions of the alloy are mainly nitrides. For the fine-grained samples, discrete nitride particles and clustered nitrides both with a critical size larger than the average grain size are responsible for the fatigue crack initiation. When subjected to high-level strains (≥0.9%), fatigue failure primarily originates from surface nitrides, with rare occurrences of boride and oxide initiation. Surface crack induced by Al_2O_3, rather than boride or $MgSiO_3$, is found to significantly reduce the fatigue life. Higher fatigue temperature results in reduced life cycles. When under lower levels of strain, however, subsurface/internal nitride-facet initiations dominate and fatigue life is prolonged by the elevated temperature. In the coarse-grained samples, fatigue failures at 400 ℃ are found to be initiated by quasi-cleavage cracking mechanism. Due to the increased grain size, the inclusion-induced crack initiation is suppressed while slip-induced cleavage cracking mechanism becomes predominant.

Key words: Ni-base superalloy; fatigue; inclusion; nitride; crack initiation

在航空发动机服役过程中，涡轮盘盘件作为核心热端部件，在高温下承受着复杂的循环载荷。疲劳断裂是涡轮盘盘件服役过程中最主要的失效方式之一[1-3]。为确保发动机长时服役的安全性和稳定性，涡轮盘用镍基高温合金需要具有较高的抗疲劳性能。在高温循环载荷工况下，宏观均质的合金因微观层面的不均匀疲劳响应而局部优先累积疲劳损伤，并最终断裂失效。除了粉末高温合金特有的原始颗粒边界(prior particle boundary，PPB)和孔洞缺陷外，疲劳断裂主要始于合金组织中的夹杂物和滑移带等[3-5]。研究表明，镍基高温合金中的碳化物、氧化物等非金属夹杂物在疲劳加载初期会因应力集中而发生自身开裂和/或与基体界面分离，进而形成微裂纹，并最终导致疲劳断裂[6-15]。一些研究认为疲劳源夹杂物面积与疲劳循环数呈反比关系[8,10,15]，而有些研究结果表明夹杂物面积、距表面距离等与循环数无明显关系[5,16-17]。也有研究通过各种应力集中因子模型来考察夹杂物的应力集中因子对疲劳失效的影响[18-19]。此外，在合金多晶基体组织中，晶粒内部往往以滑移带的形式局部累积塑性变形，当特定择优取向的晶粒的滑移带优先达到最高能量态时，会形成沿解理面开裂的疲劳断裂源[20-22]。

GH4065A作为新一代航空发动机涡轮盘用镍基高温合金，其强化相γ′相体积分数达到42%，晶粒尺寸在ASTM 10至11级左右，具有较高的高温强度以抵抗疲劳载荷带来的塑性变形[23-24]。为避免大尺寸高合金化合金铸锭夹杂物问题(例如聚集碳化物条带组织等)对疲劳性能的影响，GH4065A合金采用高纯净度三联冶炼工艺和超低碳、氮含量控制，特别是碳元素的成分上限被控制在0.01%(质量分数，下同)以内[23-24]。并且，合金超细晶组织存在更多的晶界可限制疲劳过程中高能滑移带的形成。目前，对于这种具有超低碳成分和超细晶组织特征的镍基高温合金，鲜有其疲劳断裂失效方面的研究报道。因此，本工作对GH4065A合金进行不同温度和载荷条件下的疲劳测试，通过对疲劳断口组织的显微分析，来研究合金在不同疲劳条件下的断裂行为。这为保障合金盘件长寿命安全服役，避免过早断裂失效，提供了重要理论参考和数据支撑。

1　实验材料与方法

1.1　实验材料

材料取自GH4065A合金低压涡轮盘盘件，主要化学成分为Cr 16.06，Co 12.96，W 3.99，Mo 3.99，Al 2.14，Ti 3.62，Nb 0.66，Fe 0.078，B 0.017，Zr 0.046，C 0.009，N 0.0017，O 0.0005，余量为Ni。合金采用标准三联熔铸工艺(真空感应熔炼＋电渣重熔＋真空自耗重熔)获得低偏析直径为508 mm大尺寸自耗重熔锭，经多段均匀化处理后，在快锻机上利用反复镦拔工艺开坯制得细晶棒材，最终在热模锻造条件下实现盘锻件的成型，并分别通过两种亚固溶热处理1065 ℃/1090 ℃，1.5 h，油冷＋时效热处理760 ℃，8 h空冷获得细晶和相对粗晶的两种调控组织。

1.2　实验方法

合金显微组织和断口组织分析采用多种电镜手段，包括配备Oxford X-Max能谱成分分析仪(EDS)和Nordlys电子背散射衍射仪(EBSD)的JSM 7200F型场发射扫描电子显微镜(SEM)，SEM观察包括二次电子(SE)和背散射(BSE)模式。EBSD试样采用20% H_2SO_4＋80% CH_3OH(体积分数)溶液，在20 V电压下电解抛光5 s。γ′相组织观察腐蚀方法为：170 mL H_3PO_4＋10 mL HNO_3＋15 g CrO_3溶液，以3.5 V电压电腐蚀3 s。断口组织在观察前经丙酮溶液超声波清洗10 min。通过SEM-EDS自动检测系统对合金夹杂物的组成、尺寸分布等进行大规模检测表征，扫描总面积约17 cm^2。

合金的高温疲劳测试在MTS 370.10电液伺服疲劳试验机上参照GB/T 26077—2010进行，测试温度为400 ℃和650 ℃。疲劳加载为三角波应变控制，最大应变幅值为0.6%～1.2%，应力比为0，频率为0.5 Hz，测试试样尺寸如图1所示。

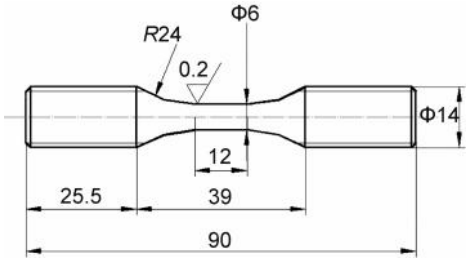


图1　疲劳测试试样尺寸图

Fig. 1　Size diagram of fatigue test sample

2　结果与分析

2.1　初始组织及夹杂物

图2为GH4065A合金经锻造热处理后的γ-γ′双相细晶组织，尺寸约2～10 μm的一次γ′相颗粒弥散分布在γ相晶粒间(图2(a))，γ相晶粒内部均匀分布着尺寸约90 nm的二次γ′相颗粒和尺寸小于40 nm

的三次γ′相颗粒(图2(b))。通过EBSD扫描分析可知(图2(c),(d)),经1065 ℃和1090 ℃亚固溶获得的细晶和粗晶组织试样,其平均晶粒尺寸分别为8 μm和16 μm。

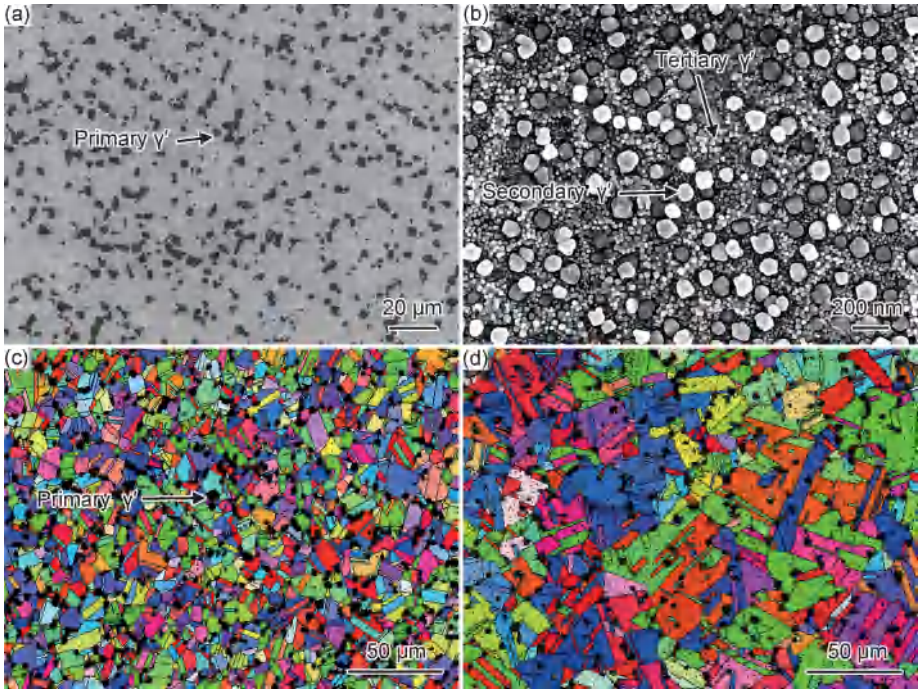


图2 GH4065A合金典型γ-γ′双相细晶组织SEM像(a),(b)及分别经1065 ℃(c)和1090 ℃(d)固溶热处理试样EBSD IPF-*Y*方向取向分布图

Fig. 2 SEM images (a),(b) of GH4065A alloy with typical γ-γ′ duplex structure, and EBSD (IPF) maps in *Y* direction of GH4065A samples solutioned at 1065 ℃(c) and 1090 ℃(d) respectively

对于合金中的夹杂物,采用SEM-EDS自动扫描系统对试样二维平面上的夹杂物颗粒进行扫描成像和EDS元素成分分析。结果表明,除极其少量的氧化物外,合金夹杂物主要分为两类氮化物。图3(a)中BSE模式照片所展示的为第一类氮化物颗粒,EDS分析显示,其主要成分为TiN,以富含Mg,Al的氧化物颗粒为非均质形核核心[25]。虽然该氮化物颗粒本身的C含量极低(具体成分见表1),但周围包裹着一层富Ti,Nb,C但贫N的薄膜组织,即*M*C碳化物组织。这一类占合金夹杂物颗粒的绝大多数。图3(b)和表1的EDS分析结果表明,不同于第一类TiN氮化物,第二类夹杂物除富含Ti,N外同时也有明显更高含量的Nb和C,为(Ti,Nb)CN型碳氮化物颗粒,周围无富Ti,Nb,C的碳化物包裹。在所有扫描分析的7000多个夹杂物颗粒中,除依附于TiN的碳化物膜外,未发现单独存在且不含N的*M*C碳化物颗粒。

在变形高温合金冶炼凝固过程中,更高熔点的氮化物通常以氧化物颗粒为非均质形核核心优先析出,富Ti,Nb碳化物随后以氮化物或者氧化物为核心附着析出。对于绝大多数变形高温合金,碳含量通常在0.04%~0.15%,因此其夹杂物主要为碳化物和被称为carbonitride的复合结构碳氮化物[26-27]。不同的是,为避免大尺寸钢锭中出现碳化物条带组织,GH4065A合金的C含量被控制降至0.01%。从对合金夹杂物组织的大量检测统计结果来看,该成分控制措施使得GH4065A合金的夹杂物与其他变形高温合金相比,转变为TiN和少量的(Ti,Nb)CN。并且,碳化物仅在合金中以厚度不足1 μm的薄膜状依附于TiN颗粒表面而存在(图3(a)),而非以大尺寸块状的形式形成复合结构碳氮化物。(Ti,Nb)CN的出现也是降C导致合金N/C比升高所带来的产物。类似情况也在718合金的钨极惰性气体保护焊中出现。由于保护气中氮气含量增加,合金熔液N/C比提升,使得合金焊接组织出现了(Ti,Nb)CN和更多的TiN[28]。

2.2 疲劳断裂源种类

对所有细晶和粗晶疲劳试样断口进行SEM-EDS表征分析。统计结果表明,疲劳断裂起始位置分为表面、近表面(裂纹源距圆周表面最短距离小于200 μm)和内部三类。如图4所示,细晶疲劳试样表面疲劳裂纹源组织主要包括氮化物、硼化物、Al_2O_3(EDS质量分数:50.8% Al,49.2% O)和$MgSiO_3$氧化物(EDS质量分数:19.3% Si,25.2% Mg,55.5% O),并且源区均

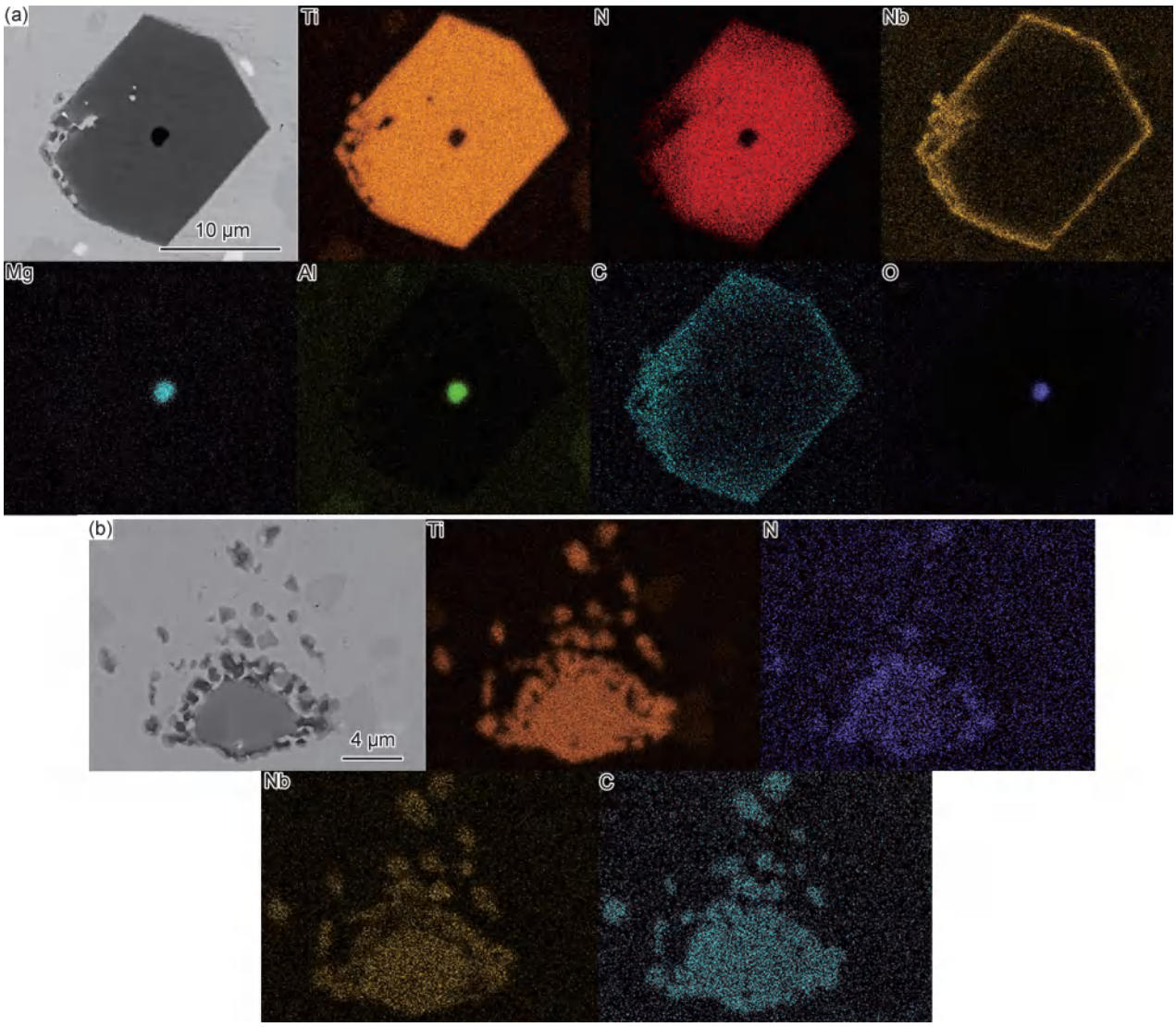


图3　GH4065A合金TiN型(a)和(Ti,Nb)CN型(b)氮化物组织的BSE像和EDS元素分布图

Fig. 3　BSE images and EDS elemental maps of TiN nitride(a) and (Ti,Nb)CN nitride(b) in GH4065A alloy

表1　两种氮化物的EDS成分测量结果(质量分数/%)

Table 1　Compositions of two types of nitrides measured by EDS analysis (mass fraction/%)

Type	Ti	Nb	W	C	N
TiN	57.5	—	—	1.1	41.4
(Ti, Nb)CN	51.3	13.4	3.4	11.4	20.5

呈现穿晶断裂扩展特征。其中,氮化物作为裂纹源占绝大多数,总数达到所有统计的表面裂纹源的95%左右(图4(a))。其余为恰好处在表面的富含Mo,W,Nb的硼化物(图4(b))和氧化物(图4(c),(d))。两种氧化物断裂源里,Al_2O_3氧化物尺寸约20 μm,而$MgSiO_3$氧化物长度跨度达到1~2 mm。对于从近表面和内部开裂的细晶疲劳试样,其裂纹源全部呈现为氮化物-解理面组织特征。图5为近表面和内部裂纹源组织的SE像和EDS元素分布图。可以看出,裂纹源起始于单个(图5(a))或团簇(图5(b))的氮化物,并在周围形成解理面断裂,呈放射状扩展。这种解理面断裂组织与表面开裂的裂纹源区呈现的穿晶开裂特征明显不同。由图5(b)所示的EDS分析表明,裂纹源处的团簇氮化物组织不仅有块状的TiN颗粒,也存在低N的(Ti,Nb)CN颗粒和许多小尺寸的富Mg,Al氧化物($MgO·Al_2O_3$)颗粒。显然,聚集的$MgO·Al_2O_3$颗粒导致氮化物颗粒的团簇析出。不论是在合金本身还是在疲劳断口组织上,几乎所有观察到的TiN氮化物(即使是疲劳断口上破碎的)周围都有完整存在的富Nb碳化物薄膜组织。这意味着这些TiN氮化物组织(包括单独存在的和团簇存在的)从凝固形成后一直保留着初始的完整性,并且团簇组织也维持着团簇形态,这说明这些氮化物颗粒并没有因为后续开坯锻造的多道次热变形而发生完全破碎并分散开。与上述

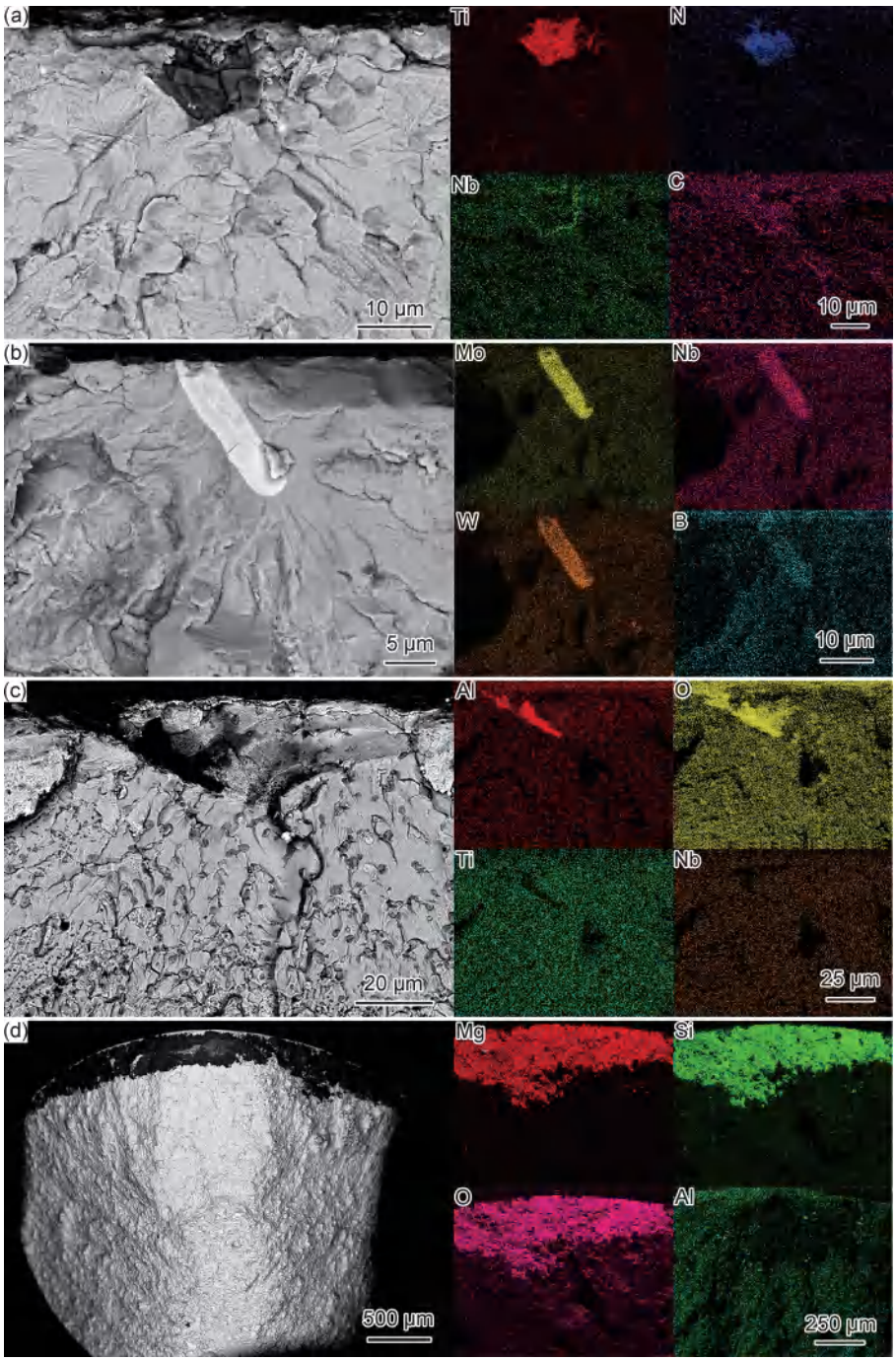


图 4 萌生于 TiN(a),硼化物(b),Al_2O_3(c)和 $MgSiO_3$(d)表面疲劳裂纹源 BSE 像和 EDS 元素分布图

Fig. 4 BSE images and EDS elemental maps of surface crack initiated from TiN(a), borides(b), Al_2O_3(c) and $MgSiO_3$(d)

细晶组织试样不同,经 1090 ℃亚固溶处理获得的粗晶组织试样在 400 ℃下疲劳断裂的裂纹源全部处在表面,且均为准解理面断裂,如图 6 所示。

2.3 疲劳寿命与断裂方式

随着温度和加载应变的改变,疲劳试样的断裂方式和循环寿命发生相应的变化,见图 7。图 7(a)表明,对于细晶组织试样,当加载应变幅高于 0.9% 时,温度越低,断裂循环数越高;当加载应变幅等于 0.9% 时,合金在两种温度下的断裂循环数呈现出一定程度的分散性(特别在 650 ℃下),并且处在相近循环数范围波动;当加载应变幅降到 0.75% 及以下时,400 ℃下的循环寿命明显低于 650 ℃的。随着应变幅降低,疲劳断裂源的位置从表面过渡到近表面/内部。这种变化规律与之前报道的一些多晶高温合金的疲劳规律相似[5,10,22,29]。

由图 7(b)可知,细晶组织试样承受高应变载荷(达到或高于 0.9%)时的断裂源主要是氮化物,极个别为氧化物和硼化物。在高载荷下,由于表面的晶粒

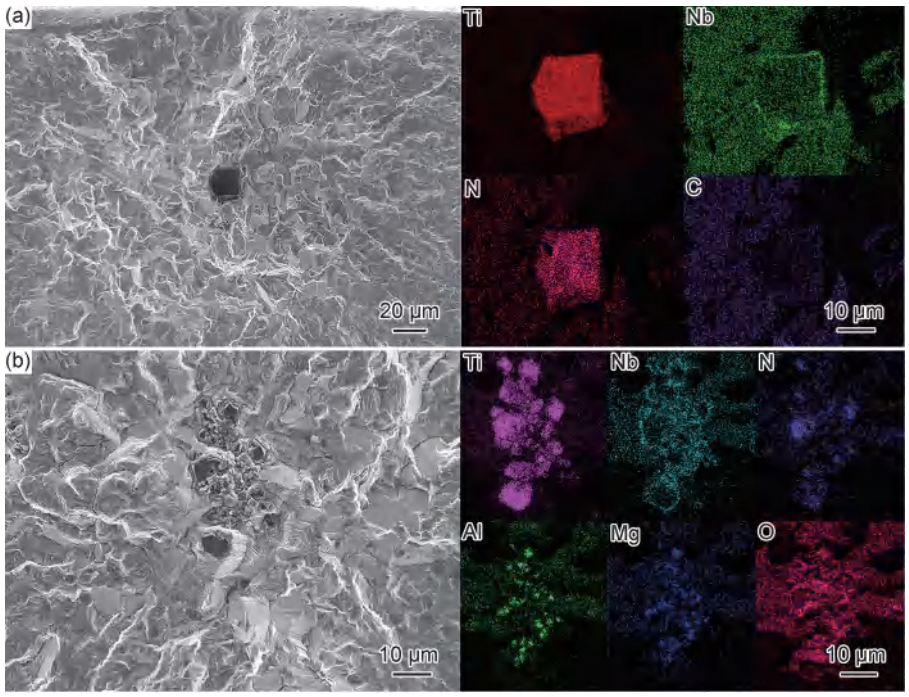


图5　近表面单个氮化物-解理面断裂源(a)和内部氮化物团簇-解理面源组织(b)SE像和EDS元素分布图

Fig. 5　SE images and EDS elemental maps of subsurface discrete nitride-facet crack initiation(a) and internal nitride clusters-facet crack initiation(b)

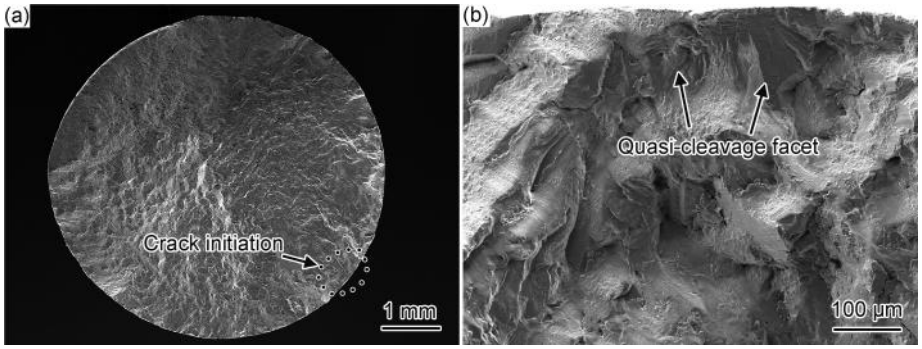


图6　400 ℃疲劳断裂的粗晶试样

(a)低倍断口形貌;(b)准解理断裂裂纹源

Fig. 6　Coarse-grained sample after fatigue test at 400 ℃

(a)low-magnification fractography image;(b)quasi-cleavage facets at crack initiation site

相比晶粒内部受周围晶粒的制约较少,更容易累积塑性损伤,当氮化物、氧化物或硼化物等硬质颗粒处在表面时,表面的应力集中情况加剧而容易进一步变成起始断裂源。在650 ℃下,表面的氮化物和硼化物还会被氧化产生氧化物[30],再加上颗粒本身与基体的热膨胀系数差异,局部应力集中情况相比400 ℃时会显著增加,导致高应变载荷下650 ℃时的循环寿命更低。此外,这几种非金属化合物各自特性不同,从而引起疲劳断裂的情况有所差异。氮化物相比硼化物硬度更高,塑性更差,更容易发生自身破裂及引起微裂纹的产生,所以绝大多数裂纹源为氮化物。合金中极为罕见的Al_2O_3和$MgSiO_3$两者虽然都为氧化物,但对于合金疲劳性能的影响却截然不同。Al_2O_3颗粒尺寸约20 μm(图4(c)),远小于长度跨度1~2 mm的$MgSiO_3$,但其导致表面断裂所需的循环数明显小于同条件下氮化物或$MgSiO_3$引起的疲劳失效的循环数(图7(b))。这种差异可以归因于颗粒相弹性模量和硬度的差异。Al_2O_3,TiN和$MgSiO_3$的弹性模量和维氏硬度依次为:380 GPa,2700HV;250 GPa,1900HV;105 GPa,540HV (5.5HM)[31-32]。较高的弹性模量和硬度使得Al_2O_3在疲劳载荷下与基体产生较大的局部变形不匹配,产生高应力集中,促使过早断裂失效;而较低的弹性模量和维氏硬度使得大尺寸的$MgSiO_3$在合金组织中不会产生明显的应力集中,对疲劳失效行

为影响很小。

当应变幅小于0.9%时，细晶组织试样的疲劳断裂源全部为氮化物-解理面型，位置均在近表面/内部（图7），且这种解理面组织与表面开裂的源区呈现的穿晶开裂特征明显不同。随着疲劳载荷降低，表面氮化物的存在所带来的应力集中已不再显著，微观组织更多以形成滑移带和解理面开裂的方式承载疲劳损伤，而近表面/内部氮化物颗粒或者团簇氮化物组织的出现会加速周围基体的疲劳损伤累积，从而导致氮化物-解理面型裂纹源的产生。当加载温度为650 ℃时，微塑性变形的累积开始不再局限于{111}滑移面上的滑移带，位错对消、交滑移等位错活动的增多使得组织中的局部微塑性损伤的累积变得更加缓慢，断裂循环数相比400 ℃下的循环数显著增加。

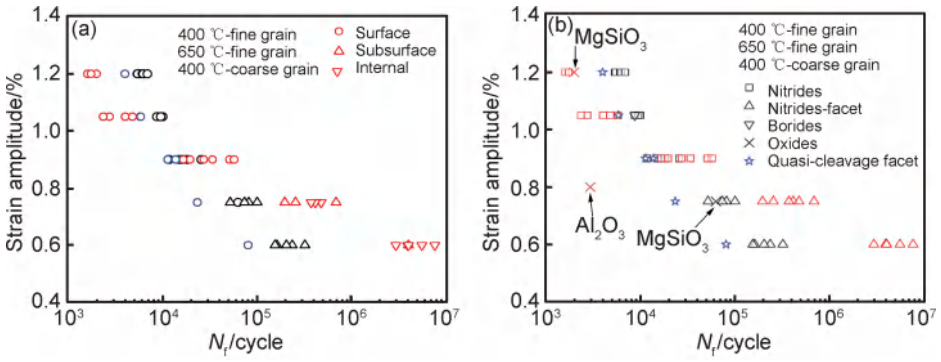


图7 各类疲劳试样的断裂源位置(a)和断裂源种类(b)

Fig. 7 Crack initiation locations(a) and types(b) of fatigued samples

通过统计细晶疲劳试样中所有氮化物裂纹源的等效尺寸可以发现，导致疲劳断裂的氮化物存在一个临界下限尺寸，且恰好为细晶试样的平均晶粒尺寸8 μm，见图8(a)。这表明只有尺寸达到或超过合金整体平均晶粒尺寸的单个氮化物/团簇氮化物组织，才是潜在断裂源（占总数约50%），能导致最终疲劳断裂。在疲劳加载下，夹杂物颗粒变形受其周围多个晶粒的约束，从而产生应力集中。对于小于晶粒尺寸的夹杂物颗粒，其周围晶粒较少，甚至处在单个晶粒内部，变形不协调约束程度低，产生应力程度低。当夹杂物颗粒尺寸大于晶粒尺寸时，周围晶粒较多，变形不协调产生的应力程度较高，夹杂物颗粒成为断裂源概率较高。此外，图8(b)表明，在低应变载荷下，促成近表面/内部断裂失效的氮化物（包括单个和团簇）的尺寸，明显整体大于在表面引起失效的氮化物，即氮化物引起近表面/内部断裂失效，比在表面需要更高的尺寸阈值。

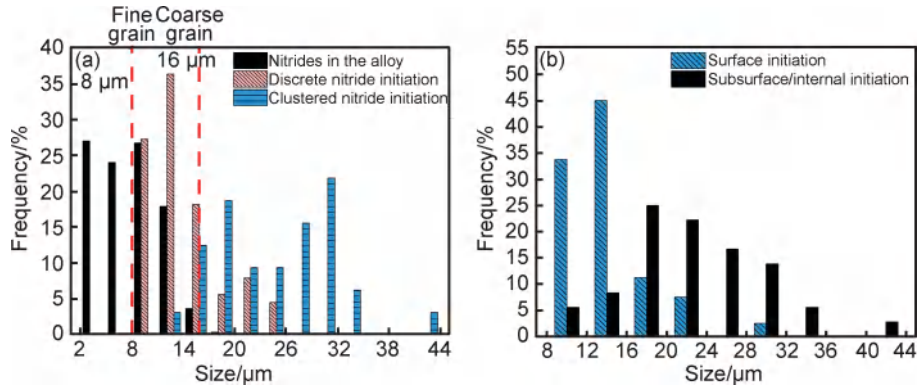


图8 细晶疲劳试样的断裂源氮化物和合金整体氮化物尺寸分布对比(a)及表面与近表面/内部断裂源尺寸分布对比(b)

Fig. 8 Size distribution comparison between nitride initiations and all nitrides(a), and between surface and subsurface/internal initiations(b) in fine-grained alloy

相比细晶疲劳试样，粗晶疲劳试样在400 ℃各应变水平下疲劳寿命整体偏低（图7(a)）。并且，所测试的粗晶疲劳试样的断裂源全部为处在样品表面的准解理面（图7(b)）。对于粗晶试样，由图8(a)可以看出，合金中只有约不到4%的单个氮化物颗粒的尺寸超过了平均晶粒尺寸（16 μm），远低于细晶试样中50%左右的占比。这使得氮化物诱发疲劳断裂的概率急剧降低，粗晶疲劳试样转变为准解理起始断裂。

这两种疲劳断裂行为的差异表明，内生夹杂物诱发的断裂机制和滑移诱发的解理断裂机制两者间的竞争主导地位，与夹杂物和晶粒间的尺寸大小相对关系密切相关。

3　结论

（1）具有超低C，N成分设计的GH4065A合金经高纯净度三联冶炼后的夹杂物主要为小尺寸的氮化物（TiN和（Ti，Nb）CN）（单个最大尺寸低于20 μm）。一次富Nb碳化物只以薄膜形态依附于块状TiN存在，并且结构保留完整。开坯锻造的多道次热变形工序无法破碎氮化物颗粒。

（2）在细晶组织状态下（平均晶粒尺寸8 μm），高温疲劳断裂起始于氮化物（单独和团簇态）。当应变幅大于0.9%时，断裂源主要为表面氮化物，极少情况为表面硼化物和氧化物（Al_2O_3和$MgSiO_3$）。其中，Al_2O_3显著降低合金疲劳寿命，而硼化物和$MgSiO_3$无明显负面影响；当应变幅小于0.9%时，断裂源为氮化物-解理面型，位置均在近表面/内部。

（3）400 ℃与650 ℃的温度差别不改变同疲劳应变水平下的断裂方式，但显著影响疲劳寿命：当应变幅大于0.9%时，温度升高寿命降低，当应变幅小于0.9%时，温度升高寿命增加。这种影响变化可归因于高应变水平下表面氮化物开裂和低应变水平下近表面/内部氮化物-解理面断裂两种断裂机制的差异。

（4）在粗晶组织状态下（平均晶粒尺寸16 μm），400 ℃各应变水平下的疲劳断裂为始于表面的准解理断裂。晶粒尺寸的增加抑制了内生夹杂物诱发疲劳断裂的倾向，滑移诱发的解理断裂成为主导断裂机制。

参考文献

[1] REED R C. The superalloys: fundamentals and applications [M]. Cambridge: Cambridge University Press, 2006.

[2] FINDLEY K O, EVANS J L, SAXENA A. A critical assessment of fatigue crack nucleation and growth models for Ni- and Ni, Fe-based superalloys [J]. International Materials Reviews, 2011, 56(1): 49-71.

[3] 刘佳宾，刘新灵，李振. 粉末高温合金夹杂物引起疲劳裂纹萌生微观机理研究现状[J]. 材料导报，2021，35(增刊2)：385-390.
LIU J B, LIU X L, LI Z. Research status of micro-mechanism of fatigue crack initiation caused by inclusions in powder superalloy [J]. Materials Reports, 2021, 35(Suppl 2): 385-390.

[4] 周静怡，刘昌奎，赵文侠，等. 粉末高温合金FGH96原始颗粒边界及高温原位高周疲劳研究[J]. 航空材料学报，2017，37(5)：83-89.
ZHOU J Y, LIU C K, ZHAO W X, et al. Prior particle boundary of PM FGH96 superalloy and its *in-situ* high-cycle fatigue at elevated temperature [J]. Journal of Aeronautical Materials, 2017, 37(5): 83-89.

[5] CHAN K S. Roles of microstructure in fatigue crack initiation [J]. International Journal of Fatigue, 2010, 32: 1428-1447.

[6] GOTO M, KNOWLES D M. Initiation and propagation behaviour of microcracks in Ni-base superalloy Udimet 720 Li [J]. Engineering Fracture Mechanics, 1998, 60(1): 1-18.

[7] TEXIER D, CORMIER J, VILLECHAISEA P, et al. Crack initiation sensitivity of wrought direct aged alloy 718 in the very high cycle fatigue regime: the role of non-metallic inclusions [J]. Materials Science and Engineering: A, 2016, 678: 122-136.

[8] HU D Y, WANG T, MA Q H, et al. Effect of inclusions on low cycle fatigue lifetime in a powder metallurgy nickel-based superalloy FGH96 [J]. International Journal of Fatigue, 2019, 118: 237-248.

[9] BHOWAL P R. WUSATOWSKA-SARNEK A M. Carbides and their influence on notched low cycle fatigue behavior of fine-grained IN718 gas turbine disk material [C]//Proceedings of the Sixth International Symposium on Superalloys 718, 625, 706 and Derivatives. Warrendale, PA: TMS, 2005: 341-349.

[10] 冯业飞，周晓明，邹金文，等. 夹杂物对FGH96合金低周疲劳寿命的影响[J]. 稀有金属材料与工程，2021，50(7)：2455-2463.
FENG Y F, ZHOU X M, ZOU J W, et al. Effect of inclusions on low cycle fatigue lifetime and life prediction in powder metallurgy superalloy FGH96 [J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2021, 50(7): 2455-2463.

[11] ZHONG Z H, GU Y F, YUAN Y, et al. On the low cycle fatigue behavior of a Ni-base superalloy containing high Co and Ti contents [J]. Materials Science and Engineering: A, 2012, 552: 434-443.

[12] CHEN Y Q, PAN S P, ZHOU M Z, et al. Effects of inclusions, grain boundaries and grain orientations on the fatigue crack initiation and propagation behavior of 2524-T3 Al alloy [J]. Materials Science and Engineering: A, 2013, 580: 150-158.

[13] TELESMAN J, GABB T P, KANTZOS P T, et al. Effect of a large population of seeded alumina inclusions on crack initiation and small crack fatigue crack growth in Udimet 720 nickel-base disk superalloy [J]. International Journal of Fatigue, 2021, 142: 105953.

[14] TEXIER D, STINVILLE J C, ECHLIN M P, et al. Short crack propagation from cracked non-metallic inclusions in a Ni-based polycrystalline superalloy [J]. Acta Materialia, 2019, 165: 241-258.

[15] 杨金龙，朱晓闽，陈祺，等. FGH97高温合金不同控制模式低周疲劳性能研究[J]. 稀有金属材料与工程，2020，49(9)：3235-3243.
YANG J L, ZHU X M, CHEN Q, et al. Low cycle fatigue properties of FGH97 P/M superalloy with different test control modes [J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2020, 49(9): 3235-3243.

[16] CHANG P N. Competing fatigue mechanisms in Nickel-base su-

peralloy Rene 88DT [D]. Utah: University of Utah, 2011.
[17] TEXIER D, GOMEZ A C, PIERRET S, et al. Microstructural features controlling the variability in low-cycle fatigue properties of alloy Inconel 718DA at intermediate temperature [J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2016, 47: 1096-1109.
[18] SHI Y, YANG D D, YANG X G, et al. The effect of inclusion factors on fatigue life and fracture-mechanics-based life method for a P/M superalloy at elevated temperature [J]. International Journal of Fatigue, 2020, 131: 105365.
[19] SHI Y, YANG X G, YANG D D, et al. Evaluation of the influence of surface crack-like defects on fatigue life for a P/M nickel-based superalloy FGH96 [J]. International Journal of Fatigue, 2020, 137: 105639.
[20] LEÓN-CÁZARES F D, SCHLÜTTER R, JACKSON T, et al. A multiscale study on the morphology and evolution of slip bands in a nickel-based superalloy during low cycle fatigue [J]. Acta Materialia, 2020, 182: 47-59.
[21] POLÁK J, MAN J. Experimental evidence and physical models of fatigue crack initiation [J]. International Journal of Fatigue, 2016, 91: 294-303.
[22] STINVILLE J C, MARTIN E, KARADGE M, et al. Fatigue deformation in a polycrystalline nickel base superalloy at intermediate and high temperature: competing failure modes [J]. Acta Materialia, 2018, 152: 16-33.
[23] 张北江, 赵光普, 张文云, 等. 高性能涡轮盘材料GH4065及其先进制备技术研究[J]. 金属学报, 2015, 51(10): 1227-1234.
ZHANG B J, ZHAO G P, ZHANG W Y, et al. Investigation of high performance disc alloy GH4065 and associated advanced processing techniques [J]. Acta Metallurgica Sinica, 2015, 51(10): 1227-1234.
[24] 张北江, 黄烁, 张文云, 等. 变形高温合金盘材及其制备技术研究进展[J]. 金属学报, 2019, 55(9): 1095-1114.
ZHANG B J, HUANG S, ZHANG W Y, et al. Recent development of nickel-based disc alloys and corresponding cast-wrought processing techniques [J]. Acta Metallurgica Sinica, 2019, 55(9): 1095-1114.
[25] COCKCROFT S L, DEGAWA T, MITCHELL A, et al. Inclusion precipitation in superalloys [C]// Proceedings of the Seventh International Symposium on Superalloys. Champion, PA: TMS, 1992: 577-586.
[26] FORMENTI A, ELIASSON A, MITCHELL A, et al. Solidification sequence and carbide precipitation in Ni-base superalloys In718, In625 and In939 [J]. High Temperature Materials and Processes, 2005, 24(4): 239-258.
[27] MITCHELL A, COCKCROFT S L, SCHVEZOV C E, et al. Primary carbide and nitride precipitation in superalloys containing niobium [J]. High Temperature Materials and Processes, 1996, 15(1/2): 27-40.
[28] NABAVI B, GOODARZI M, KHAN A K. Metallurgical effects of nitrogen on the microstructure and hot corrosion behavior of alloy 718 weldment [J]. Materials Characterization, 2019, 157: 109916.
[29] STINVILLE J C, MARTIN E, KARADGE M, et al. Competing modes for crack initiation from non-metallic inclusions and intrinsic microstructural features during fatigue in a polycrystalline nickel-based superalloy [J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2018, 49: 3865-3873.
[30] KONTIS P, COLLINS D M, WILKINSON A J, et al. Microstructural degradation of polycrystalline superalloys from oxidized carbides and implications on crack initiation [J]. Scripta Materialia, 2018, 147: 59-63.
[31] ANGEL R J, JACKSON J M. Elasticity and equation of state of orthoenstatite, $MgSiO_3$ [J]. American Mineralogist, 2002, 87(4): 558-561.
[32] SHACKELFORD J F, HAN Y H, KIM S, et al. CRC materials science and engineering handbook [M]. Raton: CRC press, 2016.

基金项目:国家重点研发计划(2022YFB3705102);国家科技重大专项(2017-Ⅵ-0015-0087,2017-Ⅵ-0018-0090)
收稿日期:2024-05-06;**修订日期**:2024-10-16
通讯作者:张北江(1973—),男,教授级高级工程师,博士,研究方向为高温合金材料研究与制备技术开发,联系地址:北京市海淀区气象路9号钢铁研究总院南院(100081),E-mail:bjzhang@cisri.com.cn

(本文责编:齐书涵)

引用格式：施巧英，李静丹，甘念渝，等. 连续吸波 SiC 纤维增强 SiOC 陶瓷基复合材料的高温吸波性能[J]. 材料工程，2025，53(1)：81-90.
SHI Qiaoying，LI Jingdan，GAN Nianyu，et al. High temperature absorption properties of SiOC ceramic matrix composite reinforced by continuous microwave-absorbing SiC fibers[J]. Journal of Materials Engineering，2025，53(1)：81-90.

连续吸波 SiC 纤维增强 SiOC 陶瓷基复合材料的高温吸波性能

High temperature absorption properties of SiOC ceramic matrix composite reinforced by continuous microwave-absorbing SiC fibers

施巧英[1,2]，李静丹[1,2]，甘念渝[1,2*]，李思维[1,2*]
（1 厦门大学 材料学院 福建省先进材料重点实验室，福建 厦门 361005；2 厦门大学 高性能陶瓷纤维教育部重点实验室，福建 厦门 361005）
SHI Qiaoying[1,2]，LI Jingdan[1,2]，GAN Nianyu[1,2*]，LI Siwei[1,2*]
（1 Fujian Key Laboratory of Advanced Materials，College of Materials，Xiamen University，Xiamen 361005，Fujian，China；2 Key Laboratory of High Performance Ceramic Fibers（Ministry of Education），Xiamen University，Xiamen 361005，Fujian，China）

摘要：利用带原位 BN 涂层的吸波 SiC 纤维为增强体，以硅氧碳（SiOC）陶瓷为基体，采用先驱体浸渍裂解（precursor infiltration pyrolysis，PIP）工艺制备 SiC-BN/SiOC 陶瓷基复合材料。在 7 个 PIP 制备周期后复合材料实现致密化，密度为 2.05 g/cm^3，孔隙率为 4.28%。采用矢量网络分析仪测试介电常数，结合传输线理论对复合材料在 8.2～18 GHz 下室温至 800 ℃的吸波性能进行计算优化。结果表明：SiC-BN/SiOC 复合材料的室温介电常数呈现出明显的频散效应，使其具有良好的宽频吸波特性。当复合材料厚度为 2.1 mm 时，在 X 波段和 Ku 波段反射损耗优于－10 dB 的最大频宽为 5.7 GHz。此外，复合材料的复介电常数实部和虚部随着环境温度的升高而增大。在宽频反射损耗优于－5 dB 的水平下，材料的最优厚度由 2.3 mm（200 ℃）降至 1.1 mm（800 ℃）。

关键词：SiC 纤维；SiOC 陶瓷；复合材料；介电常数；微波吸收
doi：10.11868/j.issn.1001-4381.2024.000140
中图分类号：TB33　**文献标识码**：A　**文章编号**：1001-4381(2025)01-0081-10

Abstract: The SiC-BN/SiOC ceramic matrix composites are prepared through the precursor infiltration pyrolysis (PIP) process, using wave-absorbing SiC fibers with *in-situ* BN coatings as reinforcements and SiOC ceramic as the matrix. After 7 PIP preparation cycles, the composite achieves densification with density of 2.05 g/cm^3 and porosity of 4.28%. The dielectric constants are tested with vector network analyzer. Using transmission line theory, the microwave-absorbing properties of the composites from room temperature to 800 ℃ at 8.2-18 GHz are optimized. The results show that the dielectric constants of the SiC-BN/SiOC composites exhibits significant frequency dispersion effects, leading to broadband microwave-absorbing properties. When the thickness of the composites is 2.1 mm, the maximum bandwidth of the reflection loss better than －10 dB in the X band and the Ku band is 5.7 GHz. As the ambient temperature increases, the real and imaginary parts of the complex permittivity of the composites both increase. For reflection loss better than －5 dB in a wide bandwidth, the optimum thicknesses decrease from 2.3 mm (200 ℃) to 1.1 mm (800 ℃).

Key words: SiC fiber; SiOC ceramic; composite; dielectric constant; microwave absorption

雷达隐身材料技术是国防系统提升立体化侦察打击能力的一个重要研究方向[1-2]。随着武器装备的快速发展，航空、航天飞行器的全方位隐身对雷达吸波材料提出了高温服役需求。飞行器机翼前缘和尾喷管等部件的服役温度高达700 ℃，且外形设计余地有限[3]，这就要求新一代吸波材料需要具备耐高温、低密度、高强度以及吸波性能强的综合特性。与传统的涂层吸波材料相比，结构吸波材料因具备承载/吸波一体化的突出优势而成为高温吸波材料的一个重要发展方向[4]。其中，连续纤维增强陶瓷基复合材料(ceramic matrix composite，CMC)是主要的高温结构吸波材料体系[5]。CMC具备良好的耐温性能和吸波性能可设计性，在军事领域已经具有广泛的应用[6-7]。该类材料早期常用的增强纤维为碳纤维。碳纤维的化学稳定性好、力学性能高、对电磁波呈强反射特性，需要通过纤维混编[8]或纤维表面修饰[9]等方法实现复合材料的吸波性能。此外，碳纤维在大气中的抗氧化性差，作为高温结构件的应用受到限制[10-11]。相比之下，采用先驱体转化法制备的连续SiC纤维不仅具有低密度、高强度、耐热氧化(发动机燃气环境的长期使用温度为1000 ℃以上)等特性，还具有吸波性能可调节的特点，已经被广泛应用于高温结构吸波材料中[12-13]。

作为高温结构-隐身一体化复合材料，与连续吸波SiC纤维匹配使用的陶瓷基体通常也为耐高温陶瓷，目前主要是SiC和Si_3N_4体系[14-15]。通过多尺度结构设计[16-17]、纤维表面改性[18]等方法可以调整复合材料的吸波效率。除了上述非氧化物陶瓷之外，具有┼Si—O—C┼四面体结构的SiOC陶瓷具备较高的热稳定性、低膨胀系数和低成本[19]等优势，与SiC纤维存在良好的热物理化学相容性，有望成为一种高性能、低成本的基体材料。然而，国内外对连续吸波SiC纤维增强SiOC陶瓷基复合材料体系吸波性能的研究较少。

本工作以连续吸波SiC纤维为增强体，SiOC陶瓷为基体，BN涂层为界面涂层，利用先驱体浸渍裂解工艺(precursor infiltration pyrolysis，PIP)制备SiC-BN/SiOC陶瓷基复合材料。分析SiC-BN/SiOC复合材料在8.2～18 GHz下的室温至800 ℃的介电性能，在传输线理论的指导下对SiC-BN/SiOC复合材料的室温和高温吸波性能进行计算并优化。

1 实验材料与方法

1.1 实验材料

吸波SiC纤维由厦门大学提供，采用碳热还原氮化技术在纤维表面制备原位BN涂层[20]，将所得的纤维命名为SiC-BN纤维。采用分子量为9100 g/mol、软化点为35～55 ℃的聚甲基硅倍半氧烷树脂(MK，瓦克化学有限公司)作为SiOC陶瓷的先驱体。

采用PIP法制备SiC-BN/SiOC复合材料。首先，在高于90 ℃的去离子水中对SiC-BN纤维进行脱胶。将脱胶后的纤维单向紧密排列，然后叠层，层与层之间的纤维以0°/90°相交，共计堆叠12层得到纤维预制件。将纤维预制件与加热软化后的MK树脂置于130 ℃的真空干燥箱中充分浸渍30 min，随后将其放入井式炉中固化和热解，固化条件为200 ℃/5 h(N_2)，热解条件为900 ℃/1 h(N_2)。将浸渍-固化-热解过程重复7次，最终获得致密的SiC-BN/SiOC复合材料。将复合材料切割成22.86 mm×10.16 mm，15.80 mm×7.90 mm的矩形，分别用于X波段和Ku波段的电磁参数测试。

1.2 实验方法

采用扫描电子显微镜(SEM，SU70)观察SiC-BN纤维和SiC-BN/SiOC复合材料的微观结构。根据阿基米德原理，以蒸馏水为介质测定SiC-BN/SiOC复合材料的密度。采用MS4644A型矢量网络分析仪测定复合材料的介电性能。

根据传输线理论和阻抗传递计算方法，带有金属背板的单层材料反射损耗(reflection loss，RL)可以用式(1)表示：

$$RL = 20\lg\left|\frac{Z_{in}-Z_0}{Z_{in}+Z_0}\right| \tag{1}$$

$$Z_{in} = \sqrt{\frac{\mu_r}{\varepsilon_r}}\tanh\left(j\left(\frac{2\pi fd}{c}\right)\sqrt{\mu_r\varepsilon_r}\right) \tag{2}$$

式中：Z_{in}为材料的等效输入阻抗；Z_0为空气阻抗；μ_r为材料的相对复磁导率；ε_r为材料的相对复介电常数；f为入射电磁波频率，GHz；d为材料的厚度，mm；c为真空条件下的光速，m/s。

2 结果与分析

2.1 SiC-BN/SiOC复合材料的结构特征

SiC-BN纤维的基本性能如表1所示。图1为SiC-BN纤维的SEM图。由图1(a)可知，SiC-BN纤

表1 实验用SiC-BN纤维的基本性能

Table 1 Basic properties of SiC-BN fiber for experiment

Tensile strength/GPa	Tensile modulus/GPa	Diameter/μm	Coating thickness/nm	Resistivity/(Ω·cm)
2.6	210	14.2	160	10

维的断面致密，未见大尺寸缺陷，断裂源位于纤维表面，裂纹从断裂源出发向四周辐射，形成起伏明显的羽状区，呈典型的脆性断裂特征。由其高倍图可知，BN 涂层与纤维断口齐平并且结合紧密，在 BN 涂层中可见片层状结构。由图 1(b)可知，纤维表面的 BN 涂层较为光滑，纤维直径均匀，从其高倍图中观察到 BN 涂层呈典型的“蠕虫状”形貌，对应 h-BN 的六方氮化硼结构。

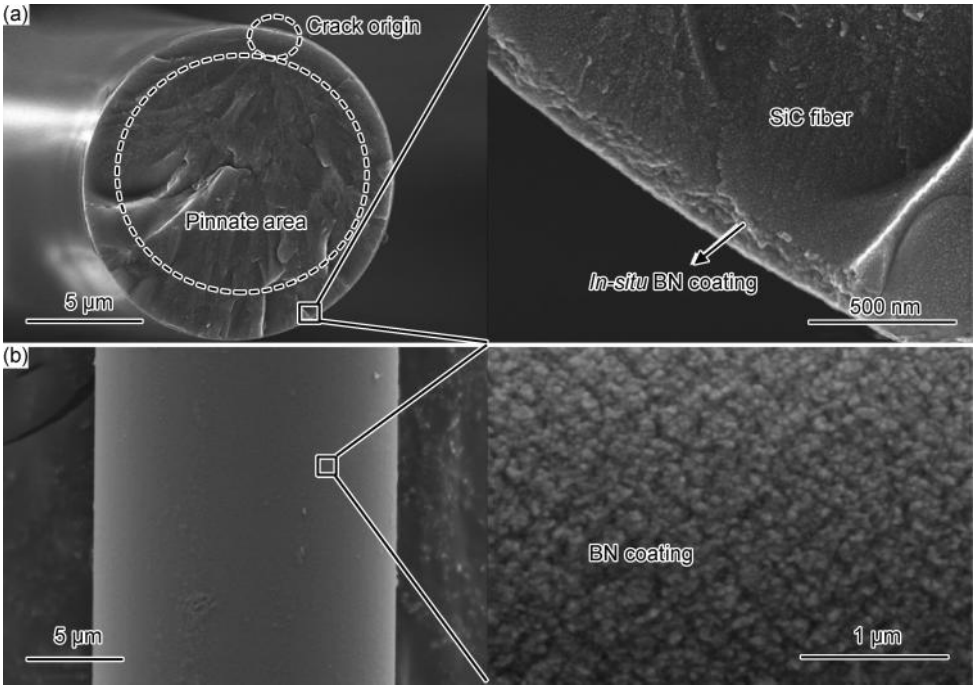


图 1　SiC-BN 纤维的 SEM 图　(a)截面；(b)表面

Fig. 1　SEM images of SiC-BN fibers　(a)cross section；(b)surface

图 2 为 SiC-BN/SiOC 复合材料 7 次 PIP 制备周期后的截面形貌。可见复合材料结构致密，无大尺寸孔洞。图 3 为 PIP 制备周期与 SiC-BN/SiOC 复合材料增重率的关系曲线。可知，第 7 次 PIP 周期后复合材料的增重率小于 0.5%，表明材料已经实现致密化，最终 SiC-BN/SiOC 复合材料的厚度为 3 mm，密度为 2.05 g/cm^3，开孔率为 4.28%。该 SiOC 基体的致密化周期数显著小于常规的 PIP-SiC 基体工艺，主要由于该 SiOC 先驱体的陶瓷产率大于 80%，高于 SiC 先驱体(聚碳硅烷)的陶瓷产率。除此之外，本工作采用的熔融浸渍 PIP 工艺可以显著提高复合材料致密度[21]，改善其综合性能。

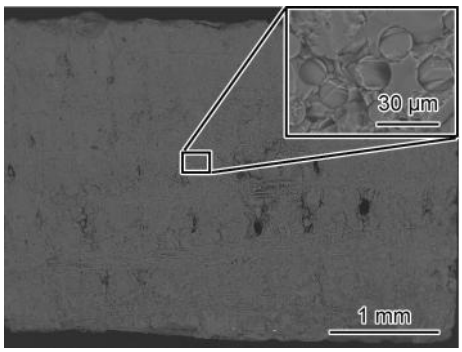


图 2　经过 7 次 PIP 制备的 SiC-BN/SiOC 复合材料截面形貌

Fig. 2　Cross-sectional morphologies of SiC-BN/SiOC composites prepared by PIP for 7 times

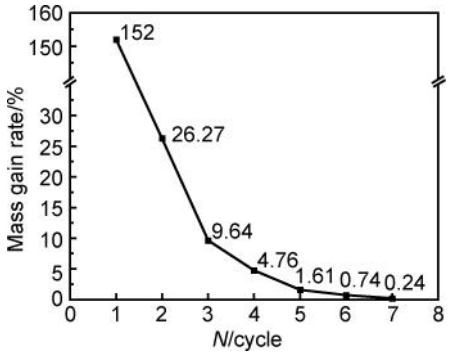


图 3　PIP 制备周期与 SiC-BN/SiOC 复合材料增重率关系

Fig. 3　Relationship of PIP preparation period and mass gain rate of SiC-BN/SiOC composites

2.2　SiC-BN/SiOC 复合材料室温电磁参数及吸波性能计算优化

课题组前期工作表明[22]，利用连续 SiC 纤维为增强体制备的 SiOC 陶瓷基复合材料具有优异的力学性能。在此基础上，本工作主要验证连续 SiC 纤维增强

SiOC 陶瓷基复合材料用于宽频吸波复合材料的可行性。SiC-BN/SiOC 复合材料为非磁性材料，因此其复磁导率实部为 1，虚部为 0。

图 4 为室温下 SiC-BN/SiOC 复合材料复介电常数、损耗角正切 tanδ、$|Z_{in}-1|$及 Cole-Cole 曲线。图 4(a)为 SiC-BN/SiOC 复合材料的复介电常数。随着电磁波频率从 8.2 GHz 升高至 18 GHz，复合材料的实部 ε' 从 8.04 降至 6.33，虚部 ε'' 从 6.03 降至 3.35，表明 SiC-BN/SiOC 复合材料的复介电常数随着电磁波频率升高而降低，呈现出典型的频散效应。SiC-BN/SiOC 中的主要吸波剂为 SiC 纤维，复合材料中存在 SiC 纤维微观组织、单纤维、纤维束、编织结构等跨尺度单元，这些单元的协同作用导致材料对不同频段的电磁波产生不同响应，使复合材料出现频散效应[23]，这有助于拓宽复合材料的吸波频段。图 4(b)中 SiC-BN/SiOC 复合材料的 tanδ 高于 0.5，对电磁波的损耗能力较强。图 4(c)为 3 mm 厚度下材料的 $|Z_{in}-1|$，发现材料的阻抗匹配能力随频率升高而降低。图 4(d)为复合材料在 8.2～18 GHz 时的 Cole-Cole 曲线。该曲线上存在明显的极化半圆和长尾，表明在交变电磁场的作用下，SiC-BN/SiOC 复合材料的介电行为受到多个介电弛豫过程和电导损耗的影响。吸波 SiC 纤维组分中含有较多 β-SiC 相和裂解碳相[23]，分别对电磁波产生较强的弛豫极化和电导损耗作用。

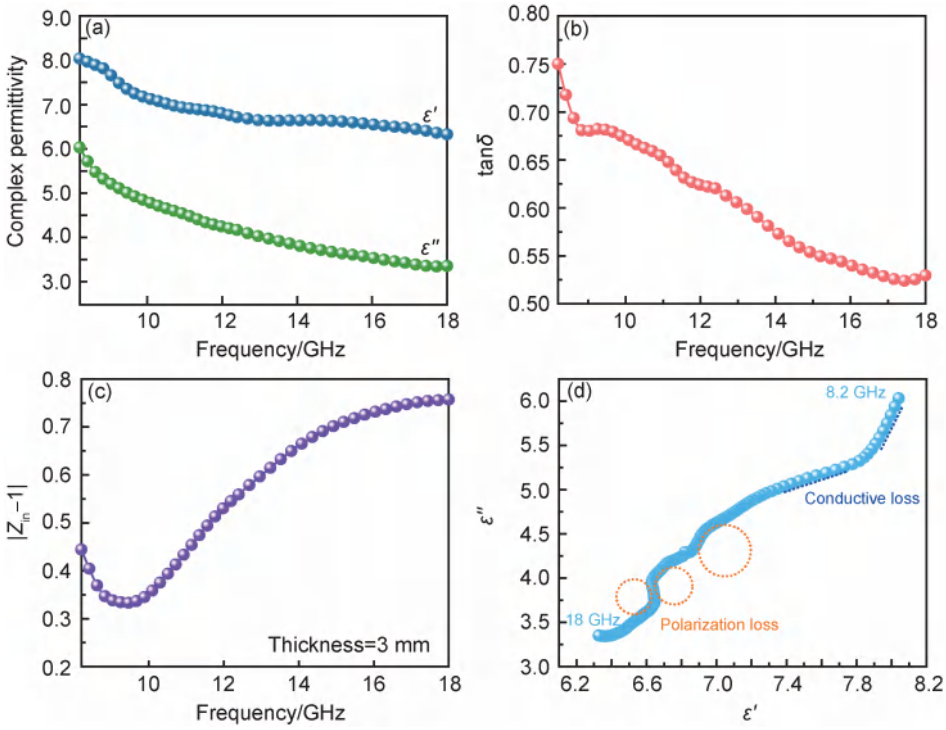


图 4 室温下 SiC-BN/SiOC 复合材料复介电常数(a)，损耗角正切(b)，$|Z_{in}-1|$(c)及 Cole-Cole 曲线(d)

Fig. 4 Complex permittivity(a), tanδ(b), $|Z_{in}-1|$(c) and Cole-Cole curve(d) of SiC-BN/SiOC composites at room temperature

图 5 为室温下 SiC-BN/SiOC 复合材料的吸波性能计算优化结果。由图 5(a)可知，在 0.01～5 mm 厚度范围内，复合材料的反射损耗无法在 X 波段和 Ku 波段均优于－10 dB。但在 2.0～2.8 mm 时，反射损耗优于－10 dB 的频宽较大。其中，2.8 mm 时在 X 波段的反射损耗优于－10 dB 的有效吸波频宽(effective absorption bandwidth，EAB)达 4.17 GHz。由图 5(b)可知，在 2.6～2.9 mm 时，复合材料的反射损耗优于－5 dB 的频宽均为 9.8 GHz；在 2.0～2.3 mm 时，复合材料的反射损耗优于－10 dB 的频宽均大于 5 GHz，其中，厚度为 2.1 mm 时，反射损耗优于－10 dB 的频宽最大，为 5.7 GHz，反射损耗最小值为－21.06 dB。此外，反射损耗的干涉峰随着材料厚度的增加而向低频移动，表明可以通过调整材料的厚度来调整吸收频率范围。

表 2 为本工作所制备的 SiC-BN/SiOC 复合材料与近几年报道的 SiC-CMCs 复合材料的宽频吸波性能比较[24-28]。对比可知，SiC-BN/SiOC 复合材料在 X 波段和 X＋Ku 波段均表现出良好的宽频吸波性能。结合其制备周期短的特点，说明该材料的综合优势显著。

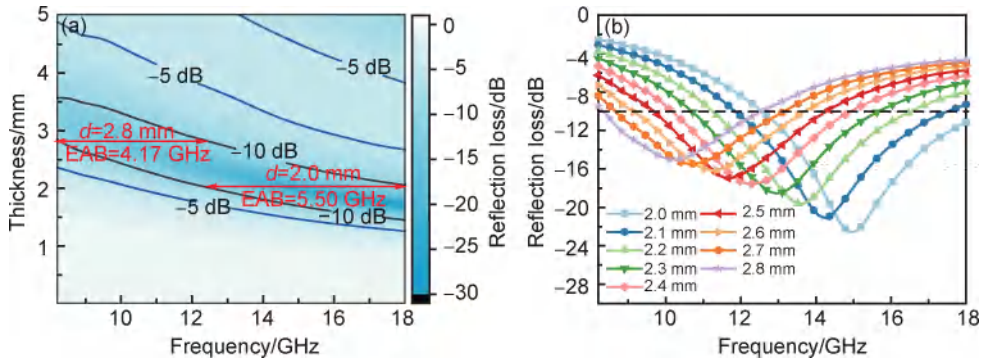


图 5　室温下 SiC-BN/SiOC 复合材料吸波性能计算优化

(a)吸波性能矩阵图;(b)计算反射损耗曲线

Fig. 5　Calculated optimization of microwave-absorbing properties of SiC-BN/SiOC composites at room temperature

(a)matrix diagram of microwave-absorbing property;(b)curves for calculating reflection loss

表 2　SiC-BN/SiOC 复合材料与已报道的 SiC-CMCs 的电磁波吸收性能比较

Table 2　Comparison of electromagnetic waves-absorption property of SiC-BN/SiOC composites with reported SiC-CMCs

Fiber	Matrix	Dopant	Thickness/mm	Bandwidth of RL＜−10 dB/GHz	Reference
SiC	SiOC	SiO_2	3.0	3.21(X band)	[24]
SiC	SiOC-mullite hybrid ceramic		3.2	3.89(X band)	[25]
SiC	Si_3N_4-SiOC		2.5	4.0(X band)	[26]
SiC	SiC	Al_2O_3	2.8	3.51(X band)	[27]
SiC	Si_3N_4-SiOC-Si_3N_4		2.9	4.0(X band)	[28]
SiC	SiOC		2.8	4.17(X band)	This work
SiC	SiOC		2.1	5.70(X+Ku band)	This work

图 6 为 SiC-BN/SiOC 复合材料的吸波机制示意图。电磁波入射到 SiC-BN/SiOC 陶瓷基复合材料表面时,由于 SiOC 基体发挥了阻抗匹配作用,大部分入射电磁波进入 SiOC 基体内部。此时,BN 涂层的存在改善 SiOC 基体与 SiC 纤维之间的阻抗匹配,减少电磁波的反射,使更多电磁波由基体经 BN 涂层进入 SiC 纤维内部。此后,SiC 纤维中 β-SiC 微晶产生极化损耗,自由碳则主要产生涡流损耗,使 SiC 纤维充分消耗电磁波。BN 涂层作为纤维与基体之间的界面结构,

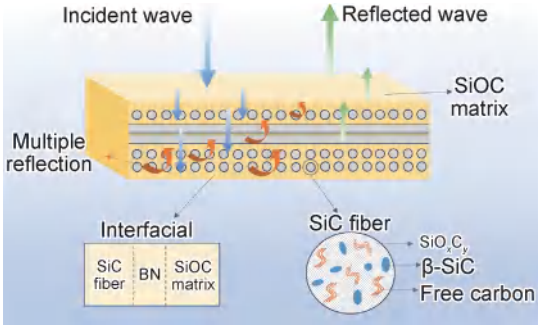


图 6　SiC-BN/SiOC 复合材料吸收机制示意图

Fig. 6　Schematic diagram of absorption mechanism in SiC-BN/SiOC composites

也可产生更多的界面极化来消耗电磁波。在 SiOC 基体、SiC 纤维、BN 界面这些多组元、跨尺度结构的协同作用下,复合材料实现高效宽频吸波。

2.3　SiC-BN/SiOC 复合材料高温电磁参数及吸波性能计算优化

图 7 为室温至 800 ℃下 SiC-BN/SiOC 复合材料的复介电常数实部,虚部,平均值,损耗角正切和$|Z_{in}-1|$。如图 7(a),(b)所示,频率范围为 8.2～18 GHz 时,随着测试温度的升高,SiC-BN/SiOC 复合材料的 ε' 增大,说明该材料的极化能力增强;复合材料的 ε'' 在 X 波段未表现出明显的规律,但在 Ku 波段随温度升高而增大,材料对电磁波的总体损耗能力随温度的升高而增强。图 7(c)中,复合材料的 ε' 和 ε'' 平均值随温度的升高而增大,表现出明显的温度依赖性。这是由于在 SiC-BN/SiOC 复合材料中,其介电性能主要由吸波 SiC 纤维贡献。SiC 纤维的 ε' 和 ε'' 分别受电子弛豫极化时间和电导损耗的影响[29]。在高温下,材料内部的迁移电子对电磁场的响应更迅速,电子弛豫极化时间随温度升高而缩短,引起 ε' 的增大;吸波 SiC 纤维的电导率随温度升高而增加[19],引起 ε'' 的增大。由图 7(d),(e)可知,随着温度的升高,SiC-BN/SiOC

复合材料 tanδ 在低频段没有明显变化规律，但在高频段明显升高，显示了其对电磁波的强损耗能力。与此同时，复合材料的阻抗匹配能力随温度升高而逐渐减小。

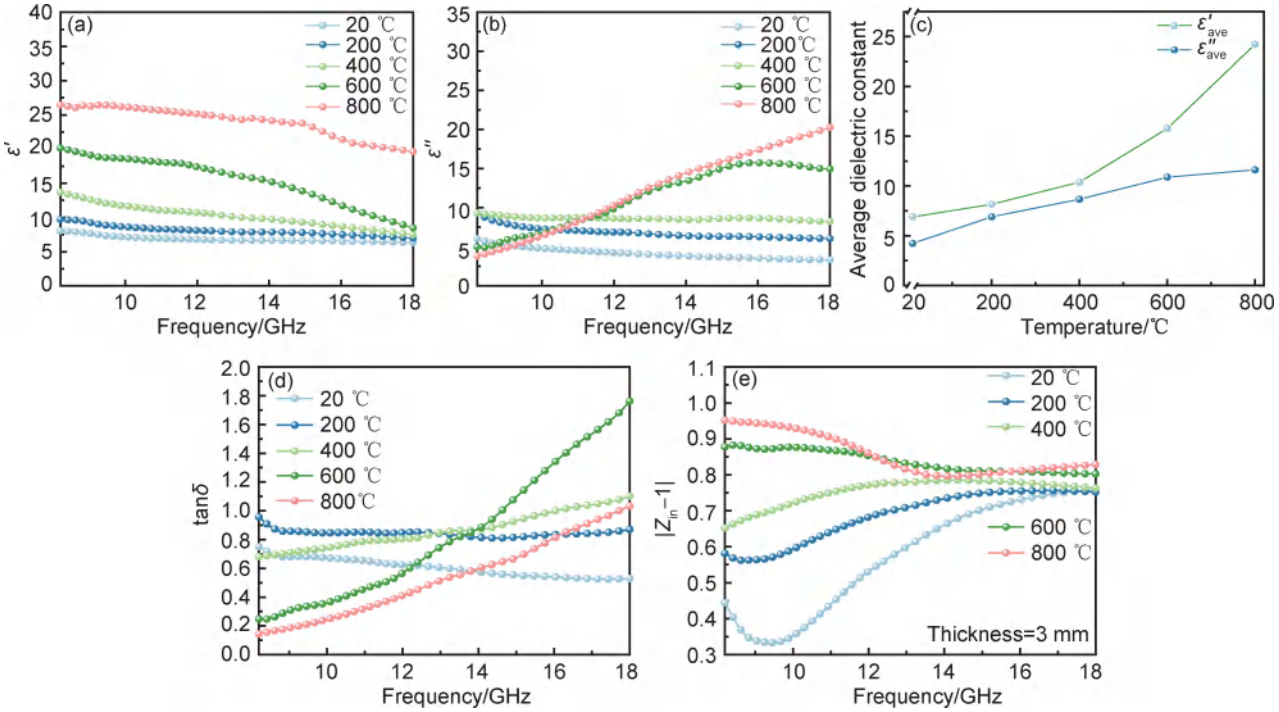


图 7 不同温度下 SiC-BN/SiOC 复合材料复介电常数实部(a)，虚部(b)，平均值(c)，损耗角正切(d)和$|Z_{in}-1|$(e)

Fig. 7 ε′(a), ε″(b), average dielectric constant(c), tanδ(d) and $|Z_{in}-1|$(e) of SiC-BN/SiOC composites at different temperatures

图 8 为不同温度下 SiC-BN/SiOC 复合材料的吸波性能计算优化。由吸波性能矩阵图可知，各个高温段的 SiC-BN/SiOC 复合材料反射损耗优于−5 dB 的区域均显著大于反射损耗优于−10 dB 的区域，说明材料在优于−5 dB 的水平上更容易实现宽频吸波。在本工作中，将高温反射损耗优于−5 dB 的最大频宽命名为最大有效吸波频宽(EAB_{max})。可知，当温度为 200 ℃时，复合材料在 2.2～2.5 mm 时的 EAB_{max} 达到 9.8 GHz，其中 2.3 mm 时的吸波性能最好，反射损耗最大值为−5.52 dB，平均反射损耗为−7.97 dB。在 400 ℃时，材料在 1.9～2.1 mm 时的 EAB_{max} 覆盖了 X 全波段和 Ku 全波段，其中 2.0 mm 时材料的反射损耗在 8.2～18 GHz 均优于−5.46 dB，平均反射损耗为−7.45 dB。在 600 ℃时，材料在 1.3 mm 时的 EAB_{max} 为 6.25 GHz，平均反射损耗为−4.96 dB。在 800 ℃时，复合材料在 1.1 mm 时的 EAB_{max} 为 5.25 GHz，平均反射损耗为−4.84 dB。

表 3 为 200～800 ℃时 SiC-BN/SiOC 复合材料反射损耗优于−5 dB 对应的最优参数。可知，随着温度升高至 800 ℃，宽频反射损耗优于−5 dB 时的最优厚度逐渐降低，最优厚度下的平均反射损耗逐渐增大。图 9 为 200～800 ℃时 SiC-BN/SiOC 复合材料在最优厚度下的计算反射损耗曲线。可知，复合材料在最优厚度下的宽频反射损耗曲线随温度升高呈上移趋势，表明复合材料的最优吸波性能随温度的升高而逐渐下降。这是因为材料的吸波性能是由电磁波衰减特性和阻抗匹配特性共同决定[30]。虽然高温环境下复合材料对电磁波的衰减能力增强，但其阻抗匹配能力降低，大量电磁波在材料表面发生反射而无法进入材料内部进行衰减。

由式(2)可知，复合材料的 Z_{in} 与电磁波频率、复合材料的厚度以及电磁参数有关，高温下电磁参数变化(图 7)会改变复合材料的输入阻抗。材料的阻抗匹配能力可以用输入阻抗与大气阻抗的绝对差值$|Z_{in}-1|$进行表征。图 10 为 200，400，600，800 ℃时 SiC-BN/SiOC 复合材料在 0.1～5.0 mm 下的$|Z_{in}-1|$矩阵图，该图可直观地描述复合材料在高温下的阻抗匹配能力变化规律。可知，仅在 600 ℃和 800 ℃时，矩阵图中存在$|Z_{in}-1|\approx 0$的狭小区域，此时材料的输入阻抗与大气阻抗完全匹配，但有效吸波频宽很窄。此外，各个温度下的$|Z_{in}-1|$矩阵图中都存在黄绿色带状区域，对应复合材料较优的阻抗匹配能力。随着温度的升高，

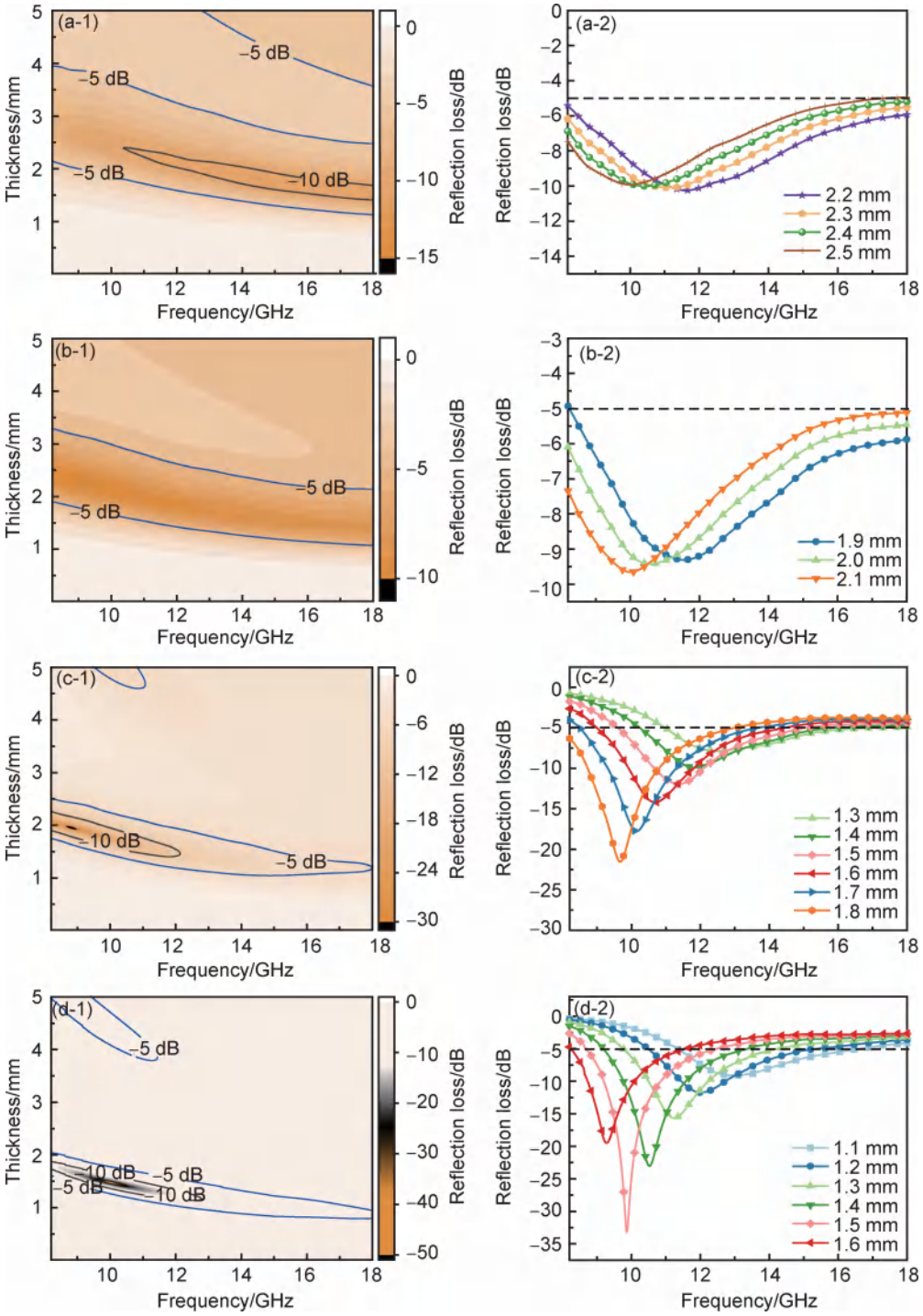


图 8　不同温度下 SiC-BN/SiOC 复合材料吸波性能计算优化

(a)200 ℃;(b)400 ℃;(c)600 ℃;(d)800 ℃;(1)吸波性能矩阵图;(2)计算反射损耗曲线

Fig. 8　Calculated optimization of microwave-absorbing properties of SiC-BN/SiOC composites at different temperatures

(a)200 ℃;(b)400 ℃;(c)600 ℃;(d)800 ℃;(1)matrix diagram of microwave-absorbing property;(2)curves for calculating reflection loss

黄绿色带状区域所对应的材料厚度范围逐渐减小,由 200 ℃时约 2.3～3.8 mm(8.2 GHz)降至 800 ℃时约 1.8 mm(8.2 GHz),表明复合材料在高温下实现宽频吸波性能所需的厚度逐渐降低。

综上所述,以带有原位 BN 涂层的吸波连续 SiC 纤维为增强体,SiOC 陶瓷为基体,采用 PIP 法制备的 SiC-BN/SiOC 陶瓷基复合材料具有良好的室温吸波性能,能够实现反射损耗优于－10 dB 的频宽超过 5 GHz、反射损耗优于－5 dB 的频宽达到 9.8 GHz。该复合材料的介电性能表现出明显的温度依赖性,随着环境温度的升高,复合材料的阻抗匹配能力和吸波性能逐渐下降。但是通过结构设计与优化,可充分

表 3 200~800 ℃时 SiC-BN/SiOC 复合材料反射损耗优于−5 dB 时的最优参数

Table 3 Optimal parameters of SiC-BN/SiOC composites for reflection loss better than −5 dB at 200-800 ℃

T/℃	Best thickness/mm	EAB_{max}/GHz	RL/dB		
			Minimum	Average	Maximum
200	2.3	9.80	−10.08(11.1 GHz)	−7.97	−5.25
400	2.0	9.80	−9.42(10.6 GHz)	−7.45	−5.46
600	1.3	6.25	−7.89(12.4 GHz)	−4.96	−0.79
800	1.1	5.25	−9.11(13.0 GHz)	−4.84	−0.35

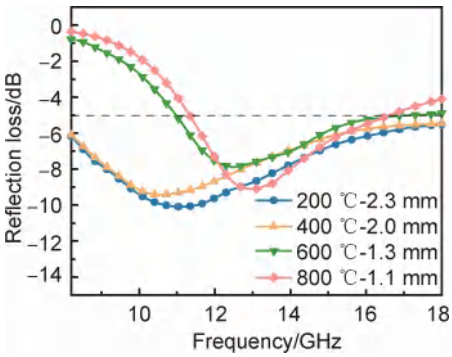


图 9 200～800 ℃时 SiC-BN/SiOC 复合材料在最优厚度下的计算反射损耗曲线

Fig. 9 Calculated reflection loss curves of SiC-BN/SiOC composites at optimum thickness at 200-800 ℃

发挥该体系复合材料的结构/吸波一体化性能。后续可通过引入对温度不敏感或对温度有反向依赖性的吸波体结构对复合材料进行高温吸波性能改性，并针对新的材料体系进一步开展计算优化设计与实验验证。

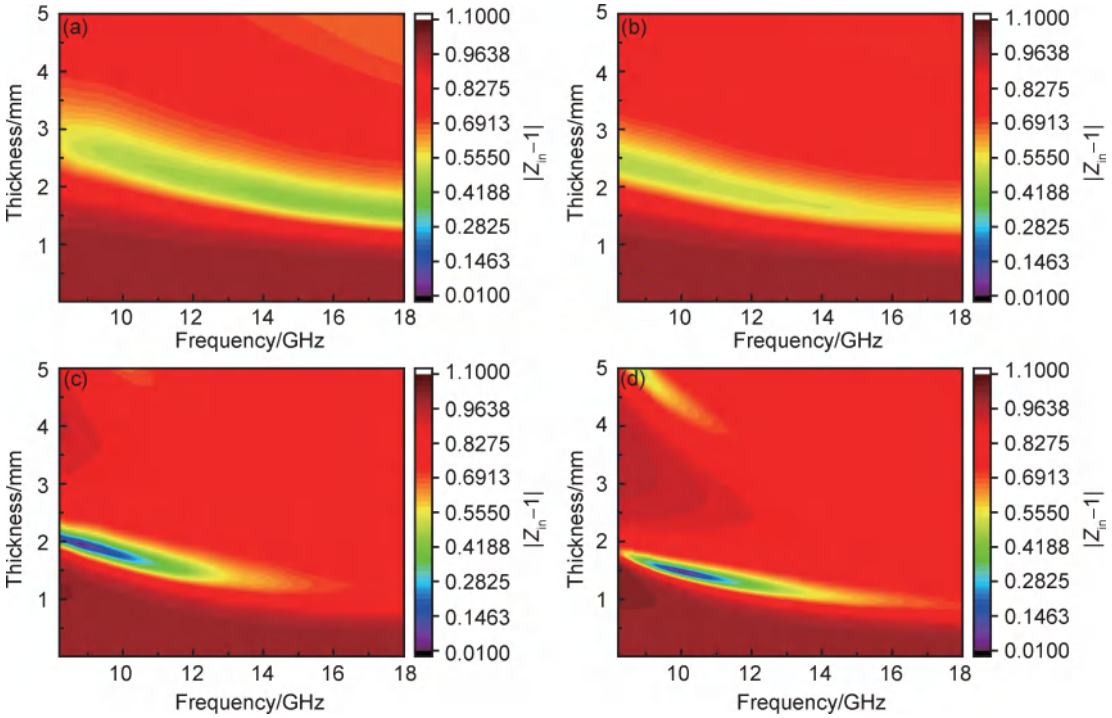


图 10 SiC-BN/SiOC 复合材料在 0.1～5.0 mm 下的$|Z_{in}-1|$矩阵图

(a)200 ℃;(b)400 ℃;(c)600 ℃;(d)800 ℃

Fig. 10 Matrix diagrams of $|Z_{in}-1|$ of SiC-BN/SiOC composites from 0.1-5.0 mm

(a)200 ℃;(b)400 ℃;(c)600 ℃;(d)800 ℃

3 结论

(1)以连续吸波 SiC 纤维为增强体的 SiC-BN/SiOC 陶瓷基复合材料在 7 个 PIP 制备周期后实现致密化，复合材料密度为 2.05 g/cm^3，孔隙率为 4.28%。

(2)SiC-BN/SiOC 复合材料的复介电常数呈现出显著的频散效应，有助于拓宽该材料的吸波频段。在室温下，当材料厚度为 2.0～2.3 mm 时，反射损耗优于−10 dB 的频宽均大于 5 GHz，其中，当材料厚度为 2.1 mm 时，反射损耗在 X 波段和 Ku 波段优于−10 dB 的最大频宽达到 5.7 GHz。

(3)SiC-BN/SiOC 复合材料的高温复介电常数随着温度的升高而增大。随着温度由 200 ℃升至 800 ℃，在宽频反射损耗优于−5 dB 的条件下，复合材料对应

的最优厚度由 2.3 mm 降至 1.1 mm，表明其在高温下实现高效吸波所需的厚度显著下降。

参考文献

[1] VIAU G, RAVEL F, ACHER O, et al. Preparation and microwave characterization of spherical and monodisperse Co-Ni particles[J]. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 1995, 140:377-378.

[2] 陈珂,曾海兵,胡辉. 雷达隐身材料技术研究[J]. 现代防御技术, 2005,33(1):58-61.
CHEN K, ZENG H B, HU H. Radar stealth material study[J]. Modern Defence Technology, 2005, 33(1):58-61.

[3] 贺媛媛,周超. 飞行器隐身技术研究及发展[J]. 飞航导弹, 2012(1):84-91.
HE Y Y, ZHOU C. Research and development of aircraft stealth technology[J]. Aerospace Technology, 2012(1):84-91.

[4] 李雅茹,卫海鹏,高学斌,等. 结构型微波吸收复合材料的研究进展[J]. 山西化工, 2019, 39(3):22-25.
LI Y R, WEI H P, GAO X B, et al. Recent developments in the study on structural microwave absorbing composites[J]. Shanxi Chemical Industry, 2019, 39(3):22-25.

[5] OHNABE H, MASAKI S, ONOZUKA M, et al. Potential application of ceramic matrix composites to aero-engine components[J]. Composites Part A, 1999, 30(4):489-496.

[6] 莫美芳. 国外结构隐身材料的研制和发展概况[J]. 材料工程, 1991(5):46-49.
MO M F. Overview of the research and development of structural stealth materials abroad[J]. Journal of Materials Engineering, 1991(5):46-49.

[7] 高晓菊,王红洁. 高温微波功能复合材料研究进展[J]. 硅酸盐通报, 2007, 26(5):975-979.
GAO X J, WANG H J. Research progress of high temperature microwave function composite[J]. Bulletin of the Chinese Ceramic Society, 2007, 26(5):975-979.

[8] YANG X Z, LIN Y Y, HUANG Y X, et al. Mechanical reinforced lightweight multifunctional metastructure with ultrabroadband microwave absorption[J]. IEEE Antennas and Wireless Propagation Letters, 2021, 20(6):1023-1027.

[9] LIU Y, ZHANG Z Q, XIAO S T, et al. Preparation and properties of cobalt oxides coated carbon fibers as microwave-absorbing materials[J]. Applied Surface Science, 2011, 257(17):7678-7683.

[10] QU Z L, KAI W, DONG T, et al. Mechanical behavior of anti-oxidation coatings on C/C composites at elevated temperature: an *in-situ* indentation study[J]. Ceramics International, 2020, 46(5):6628-6633.

[11] ZHANG Y L, HU H, REN J C, et al. Effect of the surface microstructure of SiC inner coating on the bonding strength and ablation resistance of ZrB_2-SiC coating for C/C composites[J]. Ceramics International, 2016, 42(16):18657-18665.

[12] YAJIMA S, HAYASHI J, OMORI M, et al. Development of a silicon carbide fibre with high tensile strength[J]. Nature, 1976, 261(5562):683-685.

[13] FU Z Y, PANG A M, LUO H, et al. Research progress of ceramic matrix composites for high temperature stealth technology based on multi-scale collaborative design[J]. Journal of Materials Research and Technology, 2022, 18:2770-2783.

[14] LIU H T, TIAN H, CHENG H F. Dielectric properties of SiC fiber-reinforced SiC matrix composites in the temperature range from 25 to 700 ℃ at frequencies between 8.2 and 18 GHz[J]. Journal of Nuclear Materials, 2013, 432(1/3):57-60.

[15] ZHOU Q, YIN X W, YE F, et al. High temperature electromagnetic wave absorption properties of SiC_f/Si_3N_4 composite induced by different SiC fibers[J]. Ceramics International, 2019, 45(5):6514-6522.

[16] ZHOU Q, YIN X W, YE F, et al. Multiscale designed SiC_f/Si_3N_4 composite for low and high frequency cooperative electromagnetic absorption[J]. Journal of the American Ceramic Society, 2018, 101(12):5552-5563.

[17] MO R, YE F, LIU X F, et al. A high-temperature structural and wave-absorbing SiC fiber reinforced Si_3N_4 matrix composites[J]. Ceramics International, 2021, 47(6):8191-8199.

[18] SONG H H, ZHOU W C, LUO F, et al. Temperature dependence of dielectric properties of SiC_f/PyC/SiC composites[J]. Materials Science and Engineering: B, 2015, 195:12-19.

[19] PANTANO C G, SINGH A K, ZHANG H. Silicon oxycarbide glasses[J]. Journal of Sol-Gel Science and Technology, 1999, 14:7-25.

[20] YUAN M J, ZHOU T, HE J, et al. Formation of boron nitride coatings on silicon carbide fibers using trimethylborate vapor[J]. Applied Surface Science, 2016, 382:27-33.

[21] WU Q Q, WANG Z, DING Q, et al. C/SiOC composites by a modified PIP using solid polysiloxane: fabrication, microstructure and mechanical properties[J]. Journal of Inorganic Materials, 2019, 34(12):1349-1356.

[22] ZHANG G J, SHI Q Y, ZHANG W X, et al. High performance SiC/SiOC composites with *in situ* carbon interface[J]. Ceramics International, 2023, 49(14):23011-23019.

[23] GUO K S, ZHANG W X, ZHANG S N, et al. Optimization of the microwave absorptivity of SiC_f/resin composites in the GHz range[J]. Ceramics International, 2021, 47(13):18262-18273.

[24] REN Z W, ZHOU W C, QING Y C, et al. Microwave absorption and mechanical properties of SiC_f/SiOC composites with SiO_2 fillers[J]. Ceramics International, 2021, 47(6):8478-8485.

[25] REN Z W, ZHOU W C, QING Y C, et al. Simultaneously improving mechanical and microwave absorption properties of a novel SiC_f/SiOC & mullite hybrid ceramic matrix composite[J]. Journal of the European Ceramic Society, 2021, 41(15):7560-7571.

[26] YANG F, XUE J M, MA Y J, et al. Impedance matching optimization of SiC_f/Si_3N_4-SiOC composites for excellent microwave absorption properties[J]. Ceramics International, 2022, 48(2):1889-1897.

[27] REN Z W, ZHOU W C, QING Y C, et al. Simultaneous enhancement of mechanical and microwave absorption properties with a novel *in-situ* synthesis α-Al_2O_3 fillers for SiC_f/SiC composites[J].

Journal of the European Ceramic Society, 2022, 42(12): 4723-4734.

[28] YANG F, XUE J M, MA Y J, et al. Sandwich structure SiC_f/Si_3N_4-SiOC-Si_3N_4 composites for high-temperature oxidation resistance and microwave absorption[J]. Ceramics International, 2022, 48(17): 24803-24810.

[29] HAN T, LUO R Y, CUI G Y, et al. Effect of SiC nanowires on the high-temperature microwave absorption properties of SiC_f/SiC composites[J]. Journal of the European Ceramic Society, 2019, 39(5): 1743-1756.

[30] 丁世敬,葛德彪,黄刘宏. 电磁吸波材料中的阻抗匹配条件[J]. 电波科学学报,2009,24(6):1104-1108.
DING S J, GE D B, HUANG L H. Impedance matching condition of electromagnetic absorbing material[J]. Chinese Journal of Radio Science, 2009, 24(6): 1104-1108.

基金项目:国家自然科学基金(51302234);厦门市自然科学基金(3502Z202373011);中央高校基金(20720220066);国家级重点研发项目(2022-JCJQ-ZD-067-11)

收稿日期:2024-02-28;**修订日期**:2024-09-18

通讯作者:甘念渝(1985—),男,工程师,硕士,研究方向为高性能陶瓷纤维,联系地址:福建省厦门市思明区思明南路422号厦门大学材料学院科学楼(361005),E-mail:popogny@126.com;李思维(1981—),男,教授,博士,研究方向为先进陶瓷、陶瓷纤维及复合材料,联系地址:福建省厦门市思明区思明南路422号厦门大学材料学院科学楼(361005),E-mail:swli@xmu.edu.cn

(本文责编:王 晶)

引用格式：周德鹏，隋大山，麻晋源，等. K439B镍基高温合金不同壁厚平板件铸态组织特征[J]. 材料工程，2025，53(1)：91-98.
ZHOU Depeng, SUI Dashan, MA Jinyuan, et al. As-cast microstructure characteristics of K439B nickel-based superalloy thin-walled castings of different thickness[J]. Journal of Materials Engineering, 2025, 53(1): 91-98.

K439B镍基高温合金不同壁厚平板件铸态组织特征

As-cast microstructure characteristics of K439B nickel-based superalloy thin-walled castings of different thickness

周德鹏[1]，隋大山[1*]，麻晋源[1]，桂大兴[2]，董安平[3*]，孙宝德[3]
（1 上海交通大学 材料科学与工程学院 塑性成形技术与装备研究院，上海 200030；2 上海鑫蓝海自动化科技有限公司，上海 201203；3 上海交通大学 材料科学与工程学院 上海市先进高温材料及其精密成形重点实验室，上海 200240）
ZHOU Depeng[1], SUI Dashan[1*], MA Jinyuan[1], GUI Daxing[2], DONG Anping[3*], SUN Baode[3]
(1 Institute of Forming Technology & Equipment, School of Materials Science and Engineering, Shanghai Jiao Tong University, Shanghai 200030, China; 2 Shanghai Xinlanhai Automation Technology Co., Ltd., Shanghai 201203, China; 3 Shanghai Key Laboratory of Advanced High-temperature Materials and Precision Forming, School of Materials Science and Engineering, Shanghai Jiao Tong University, Shanghai 200240, China)

摘要：K439B是一种服役温度可达800 ℃以上的新型镍基高温合金，由于铸件结构向着薄壁化方向发展，有必要开展K439B合金薄壁铸件的微观组织特征研究。为此设计了壁厚分别为1 mm和2 mm的薄壁铸件，进行了精密铸造实验和数值模拟。铸件的铸态组织对比分析表明，壁厚1 mm和2 mm薄壁的枝晶生长方向均为沿型壁指向中心，区别在于1 mm薄壁的枝晶生长方向与型壁夹角更接近垂直，并且1 mm和2 mm薄壁的平均一次枝晶臂间距分别为60.64 μm和46.23 μm；平均二次枝晶臂间距分别为19.31 μm和22.69 μm；并且1 mm薄板的平均晶粒尺寸为216.61 μm，2 mm薄板的平均晶粒尺寸为239.11 μm。结合数值模拟分析表明，枝晶臂间距与温度梯度和冷却速率的关系趋势基本符合已有的经验公式，但是当壁厚减小到某临界厚度时，一次枝晶臂间距与温度梯度和冷却速率的关系不再简单符合该经验公式。实验和模拟分析结果为合理制订K439B合金薄壁件的铸造工艺提供了参考和借鉴。

关键词：K439B镍基高温合金；薄壁铸件；枝晶臂间距；晶粒尺寸；数值模拟
doi：10.11868/j.issn.1001-4381.2023.000808
中图分类号：TG146.1+5；TB31　**文献标识码**：A　**文章编号**：1001-4381(2025)01-0091-08

Abstract: K439B is a new type of nickel-based superalloy with a service temperature up to 800 ℃. In the face of the demand for mass reduction of aircraft, the structure of its components is developing in the direction of thin-wall. Thus, it is necessary to study the microstructure of the K439B alloy thin-walled castings. For this purpose, the thin-wall castings with wall thicknesses of 1 mm and 2 mm are designed, and gravity investment casting experiments and numerical simulations are conducted. Comparative analysis of the as-cast microstructure of the castings shows that the growth directions of the dendrites in both 1 mm and 2 mm thin-wall are along the shell wall pointing to the center, the difference is that the growth directions of the dendrites in the 1 mm thin-wall are closer to the vertical angle with the wall. The average

primary dendrite arm spacings (PDAS) are 60.64 μm for 1 mm thin-wall and 46.23 μm for 2 mm thin-wall, respectively. The average secondary dendrite arm spacings (SDAS) are 19.31 μm for 1 mm thin-wall and 22.69 μm for 2 mm thin-wall, separately. Meanwhile, the average grain size of the 1 mm thin-wall is 216.61 μm, and the corresponding size of the 2 mm thin-wall is 239.11 μm. Combined with numerical simulation analysis, it is shown that the relationship trend between dendrite arm spacings, temperature gradient, and cooling rate basically matches the existing empirical formula, but the relationship between PDAS and temperature gradient and cooling rate no longer simply matches the formula when the wall thickness is reduced to a certain critical thickness. These results of the experimental and simulation analysis could provide a reference to rationally design the casting process for the K439B nickel-based superalloy thin-walled casting crafts.

Key words: K439B nickel-based superalloy; thin-wall casting; dendrite arm spacing; grain size; numerical simulation

镍基高温合金具有优异的力学性能、铸造性能、抗氧化性能以及良好的组织稳定性而被广泛应用于航空航天领域[1-2]。K439B镍基高温合金是由北京航空材料研究院在K439基础上研制而成的一种新型高温合金,服役温度达到800 ℃以上,目前已经应用在航空领域大型复杂结构件的热端零部件制造上。陈晶阳等[3]通过实验比对K439B与其他常用镍基高温合金的性能时发现前者拉伸性能和承温能力达到CM939合金水平,800 ℃抗氧化性能优于K4169合金。张雷雷等[4-6]研究了不同浇注温度、固溶参数对K439B合金微观组织及力学性能影响以及800 ℃长期时效组织与性能演变。张明军等[7]研究比对了热等静压态和铸态对K439B合金显微组织的影响。鄯宇等[8]采用有限元与元胞自动机相结合方法建立框型件宏观数值模型,并与实际浇注实验比对确定了模型的准确性。Li等[9]针对K439B合金应用于涡轮叶片时激光焊接情况,研究了焊后热处理对接头组织和力学性能的影响。航空零部件结构的轻量化和一体化对装备整体性能的提升有着重要作用[10-11],随着类似高温合金机匣等航空铸件薄壁特征越来越显著[12-13],更薄的结构也有利于空气动力学和冷却,但目前K439B在薄壁件铸造的研究还相对较少。

已知的是学者们对高温合金薄壁铸件微观组织特征已经开展了相关研究。Nawrocki等[14]研究了冷却速率对Inconel 713C高温合金不同直径(1,3,5,10,20 mm)铸件二次枝晶臂间距λ_2的影响,计算出λ_2与平均冷却速率之间的函数模型,同时提出铸件直径对λ_2有着较大的影响。Koerber等[15]研究不同壁厚(0.4,0.8,1,2 mm)对单晶镍基高温合金MAR M247LC一次枝晶臂间距λ_1和二次枝晶臂间距λ_2的影响时发现,平均λ_1随壁厚的减小而略有减小,而平均λ_2与铸型壁厚无关。Gorny等[16]研究了壁厚和模壳温度对薄壁球墨铸铁件微观组织和力学性能的影响,结果表明,壁厚越薄冷却速率越大,壁厚越大,模具温度越高,每单位长度内的枝晶数量越少,枝晶间距越大。数值模拟具有结果预测、原因分析等作用。李剑锋等[17]研究了薄壁高温合金试样微观组织的截面尺寸效应,总结了一次枝晶壁间距、二次枝晶臂间距以及γ′随不同壁厚的变化规律。孙智等[18]对薄壁ZTC4钛合金精密铸件的表层和心部显微组织进行了分析,结果表明薄壁铸件和厚大铸件的表层组织和心部组织尺寸分布趋势基本一致,但随着壁厚增加,晶粒平均尺寸呈近似线性增大。

为研究K439B镍基高温合金薄壁铸件不同壁厚的微观组织特征,分别设计了壁厚为1 mm和2 mm的薄壁平板铸件,进行了重力精密铸造实验。根据制备的薄壁铸件,观察测量枝晶臂间距和晶粒分布规律,同时利用ProCAST软件,模拟1 mm和2 mm壁厚铸件充型凝固时的温度梯度和冷却速率等参数,以对铸造实验的结果进行讨论和分析。

1 实验材料与方法

实验采用真空感应熔炼炉浇注K439B合金薄壁铸件,合金的化学成分主要由Ni,Co,Cr,Al,W,Ti,Ta,Nb,C及B等元素组成,其中Ti+Al的成分范围为4.7%～5.3%(质量分数)。设计了一款壁厚分别为1 mm和2 mm的薄壁平板铸件,结构尺寸如图1所示。两块平板均为100 mm×100 mm的正方形,薄板四周设计了直径为12 mm的加强筋,直浇道和横浇道直径均为20 mm。

薄壁铸件的精密铸造实验步骤包括:(1)根据设计的薄壁铸件和浇注系统,首先制备出蜡模并组蜡,经过挂浆、撒砂、烘干结壳、脱蜡等工序,制备出厚度约为10 mm的模壳;(2)利用井式电阻加热炉,将模壳加热至900 ℃并保温3 h;(3)利用10 kg真空感应熔炼

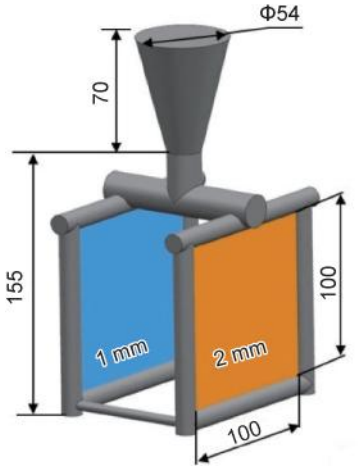


图 1　薄壁铸件模型

Fig. 1　Thin-walled casting model

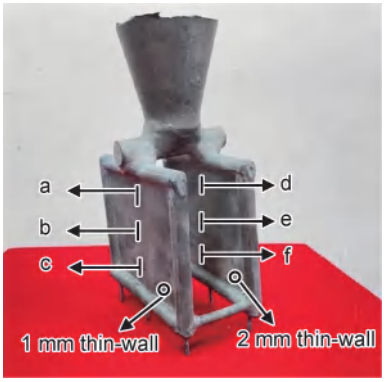


图 2　薄壁铸件和取样位置示意图

Fig. 2　Schematic diagram of sampling locations

炉，将质量为 5 kg 的 K439B 镍基高温合金熔化至约 1550 ℃；(4)将预热后的模壳放置到真空室内，在真空状态下进行重力浇注，金属液的浇注温度约为 1500 ℃，浇注时间约 3 s；(5)铸件浇注完成后静置 15 min，然后从真空室取出，置于室温环境自然冷却，清理模壳，得到薄壁铸件，如图 2 所示；(6)分别从壁厚 1 mm 和 2 mm 薄壁切取试样，对试样进行光学显微镜和电子背散射衍射(EBSD)观察分析，并测量晶粒的枝晶臂间距、晶粒平均尺寸、晶粒数量和晶粒生长取向等数据。

2　实验结果与讨论

2.1　不同壁厚薄板的枝晶组织

根据浇注的薄壁铸件，分别在两块薄板中心线的上、中、下三个位置切取试样，如图 2 所示，1 mm 薄壁试样分别标记为 a，b 和 c，2 mm 薄壁试样分别为 d，e 和 f。每个试样沿壁厚方向的平面，经打磨、抛光和腐蚀(HNO_3∶HF∶甘油＝1∶2∶1)，利用金相显微镜观察各试样的枝晶形貌，结果如图 3 所示。

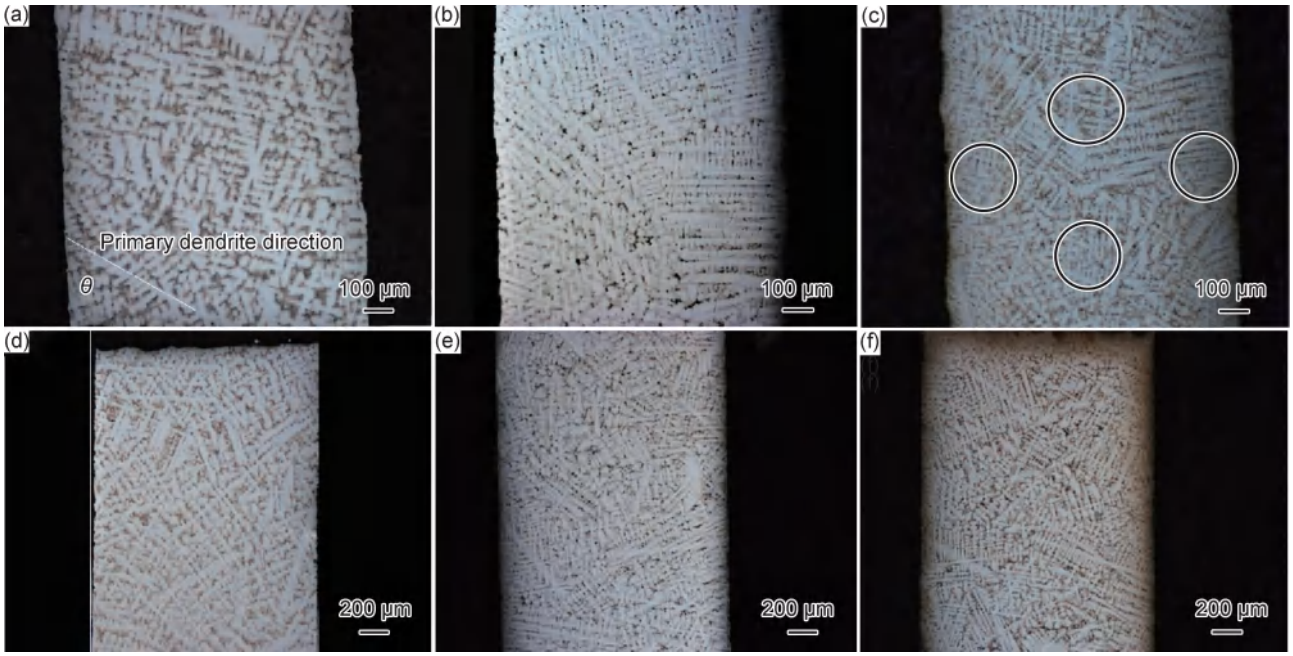


图 3　试样沿壁厚方向平面的枝晶形貌

(a)位置 a；(b)位置 b；(c)位置 c；(d)位置 d；(e)位置 e；(f)位置 f

Fig. 3　Dendrite growth in the direction of wall thickness

(a) location a；(b)location b；(c)location c；(d)location d；(e)location e；(f)location f

图 3 为 1 mm 和 2 mm 薄壁不同位置的壁厚方向金相照片。从图中能够清晰观察到一次枝晶和二次枝晶，型壁与中部存在一定过冷度，一次枝晶臂大多与型壁成一定角度并从两侧型壁向中部生长；靠近型壁

侧的枝晶臂更为细长，间距更小，靠近中部的枝晶臂较为短粗，间隙也较大；在同一厚度的型腔中，从浇口近端到浇口远端（a到c，d到f），枝晶臂均变得更为细长，同时枝晶间隙也更小，即组织更为致密；对于不同厚度型腔中的同一个高度位置（a和d，b和e，c和f），1 mm板的枝晶间隙较小，组织更为致密。

表1列出了1 mm和2 mm薄壁不同位置枝晶臂间距λ_1与λ_2的统计结果，特别是λ_2能在一定程度上表示铸件的致密程度，λ_2越小意味着组织越致密，显微疏松越少。从图3和表1可以看出，1 mm和2 mm薄壁从浇口近端到浇口远端，λ_1与λ_2均表现为逐渐递减。

表1 1 mm和2 mm薄壁的枝晶臂间距统计情况

Table 1 Statistics of dendrite arm spacing of 1 mm and 2 mm thin plates

Location	λ_1/μm	λ_2/μm
a	91.11	20.04
b	67.79	20.45
c	23.04	17.45
d	57.51	25.10
e	49.51	23.88
f	31.66	19.08

1 mm薄壁比2 mm薄壁有更大的λ_1，其中1 mm薄壁的平均λ_1为60.64 μm，2 mm薄壁的平均λ_1为46.23 μm，对于λ_2却有不同的变化趋势，在相同高度位置处1 mm薄壁的λ_2均小于2 mm薄壁，其中2 mm薄壁的平均λ_2为22.69 μm，1 mm薄壁的平均λ_2则只有2 mm薄壁的0.85倍，为19.31 μm。同一高度处靠近型壁侧和中心处的λ_2也有所不同，根据图3(c)所示1 mm薄壁的枝晶形貌，型腔中部枝晶间距较大，枝晶臂较为短粗，中心处平均λ_2约为22.53 μm；近型壁处枝晶间距较小，枝晶臂较为细长，靠近型壁处平均λ_2约为12.42 μm，只有前者的0.55倍。

2.2 不同壁厚薄板的晶粒组织

图4为不同位置试样的晶粒生长分布EBSD图。晶粒由靠近型壁处的柱状晶和中心处等轴晶组成，只是不同厚度薄壁，不同位置处，柱状晶和等轴晶所占比例不同。1 mm和2 mm薄壁均是靠近浇口位置的柱状晶比例较高，且随着位置远离浇口，等轴晶的比例相应增高，晶粒尺寸则减小。2 mm薄壁与1 mm薄壁相比，在相同高度位置有更高比例的等轴晶。另外柱状晶生长方向与铸件壁面成一定夹角θ，且2 mm薄壁相比于1 mm薄壁在相同高度位置处，夹角θ也会更小。

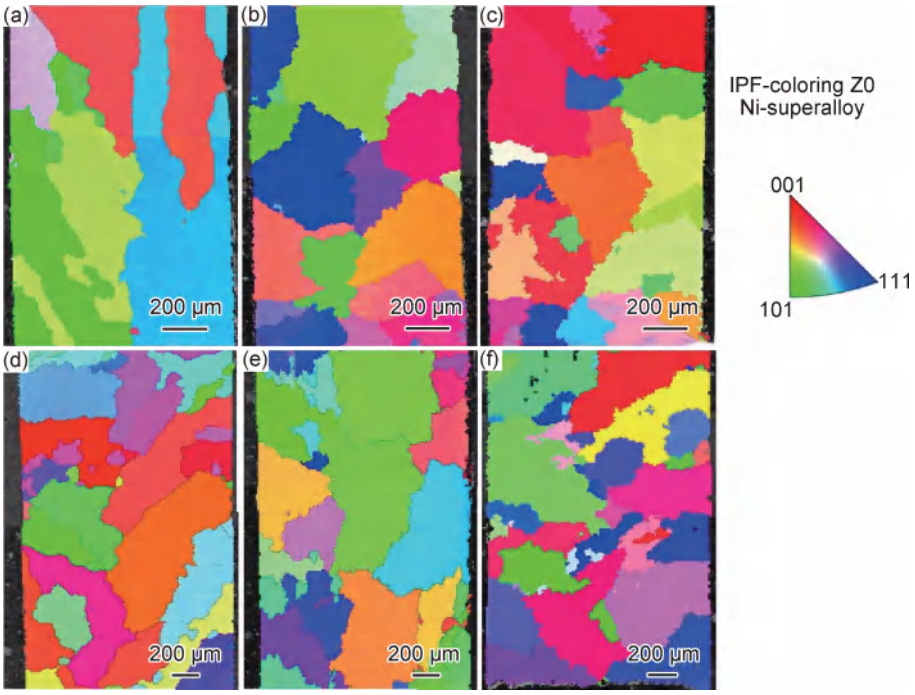


图4 壁厚方向上晶粒分布EBSD图

(a)位置a；(b)位置b；(c)位置c；(d)位置d；(e)位置e；(f)位置f

Fig. 4 EBSD diagrams of grain distribution in the direction of wall thickness

(a)location a; (b)location b; (c)location c; (d)location d; (e)location e; (f)location f

分析晶粒等效直径和晶粒尺寸能更为细致地了解晶粒形态。表2是不同位置的晶粒等效直径和晶粒数量的统计结果。从表中可以看到，不同薄壁从浇口近端到远端皆表现出晶粒平均等效直径逐渐减小的

趋势;在不同薄壁的相同高度位置处,1 mm薄壁的型腔内平均晶粒尺寸更小,其中1 mm薄壁厚度方向平均晶粒尺寸约为216.61 μm,2 mm薄壁约为239.11 μm。就平均晶粒面积而言,1 mm薄壁的平均晶粒面积约为0.06 mm^2,2 mm薄壁的平均晶粒面积为0.07 mm^2。从这些数据看,1 mm薄壁比2 mm薄壁有更为细小的晶粒。

表 2　晶粒数据统计表

Table 2　Statistics of grain data

Location		Grain size/μm	Grain area/mm^2	Average grain size/μm	Average grain area/mm^2
1 mm	a	222.45	0.07	216.61	0.06
	b	215.15	0.06		
	c	212.22	0.05		
2 mm	d	248.52	0.08	239.11	0.07
	e	237.83	0.07		
	f	229.97	0.07		

2.3　讨论与分析

为了更好地分析解释上文实验的结果,根据图1所示的铸件模型,采用ProCAST数值模拟软件,建立了薄壁铸件精密铸造有限元模型。其中,铸件薄壁位置的网格尺寸为0.5 mm,浇注系统的网格尺寸为5 mm,共划分了88万面网格和268万体网格。K439B合金的浇注温度为1500 ℃,浇注时间为3 s,模壳材料为熔融石英,预热温度为900 ℃。模壳与铸件之间的界面换热系数随温度变化,在液相线温度以上为1500 W/(m^2·K),在固相线温度以下为400 W/(m^2·K),在液相线和固相线温度之间呈线性变化。模壳与环境的对流换热系数为10 W/(m^2·K),辐射系数为0.8。

由Hunt[19]建立的一次枝晶间距模型和Wills等[20]在镍基高温合金定向凝固的一次枝晶间距模型,得到λ_1与冷却速率和温度梯度的简化数学关系:

$$\lambda_1 = kG^{-0.25}C_R^{-0.25} \tag{1}$$

式中:k为与材料本身有关的常量;G为温度梯度,K/mm;C_R为冷却速率,K/s。由模拟结果得出1 mm和2 mm薄板的温度梯度和冷却速率分别如图5和图6所示。单独看1 mm薄壁和2 mm薄壁时,λ_1与冷却速率C_R和温度梯度G的关系基本符合公式(1)所示的趋势。横向对比1 mm和2 mm薄壁时,λ_1与G和C_R不再简单符合该公式。根据Yang等[21]在高温合金的薄壁试样研究可知,λ_1随着壁厚的减小而略有减小,但是当壁厚减小到一定程度时,λ_1反而会出现增大现象,该研究中的拐点出现在0.5～1 mm之间。本实验中也出现了类似现象,但由于材料属性以及实验工艺不同,壁厚转折点出现在1 mm与2 mm之间。

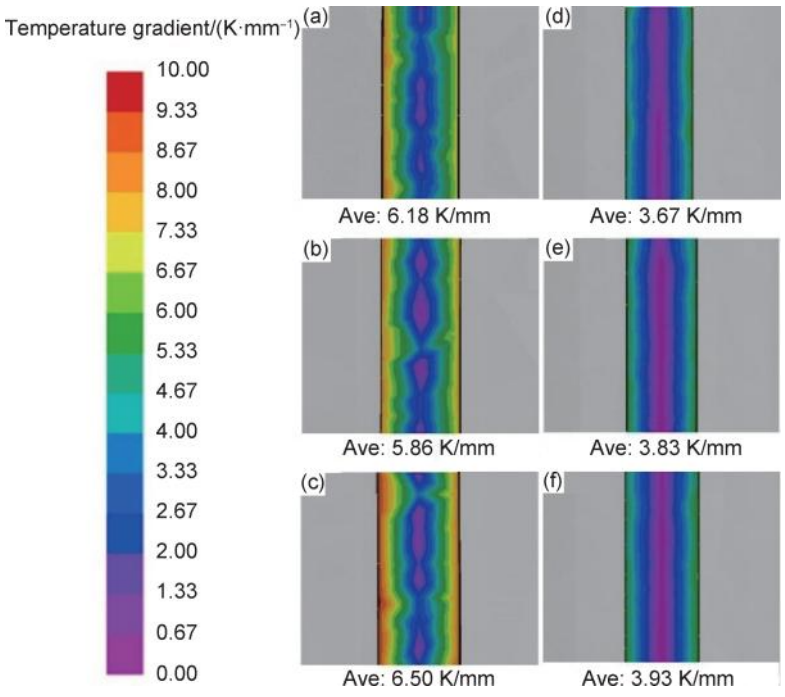


图5　不同厚度薄壁截面温度梯度分布图

(a)位置a;(b)位置b;(c)位置c;(d)位置d;(e)位置e;(f)位置f

Fig. 5　Temperature gradient contour of thin-wall cross-section with different thicknesses

(a)location a;(b)location b;(c)location c;(d)location d;(e)location e;(f) location f

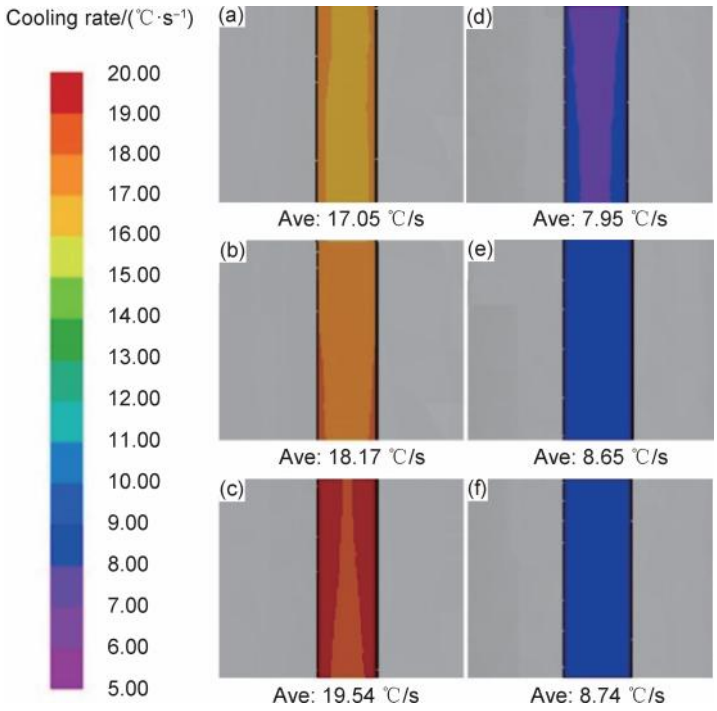


图 6 不同厚度薄壁截面冷却速率分布图

(a)位置 a;(b)位置 b;(c)位置 c;(d)位置 d;(e)位置 e;(f)位置 f

Fig. 6 Cooling rate contour of thin-wall cross-section with different thicknesses

(a)location a;(b)location b;(c)location c;(d)location d;(e)location e;(f)location f

相较于壁厚对 λ_1 的影响,其对 λ_2 影响规律则有所不同。Koerber 等[15]在研究壁厚对镍基高温合金单晶试样 λ_2 的影响时认为,λ_2 与铸型壁厚无关。在金属凝固理论中,合金成分一定时,λ_2 可以简单地看作是冷却速率的关系式:

$$\lambda_2 = \beta C_R^{-1/3} \tag{2}$$

式中:β 是与材料本身相关的常量。结合图 6 的冷却速率云图和表 1 中不同薄壁的 λ_2,可以看出 λ_2 的变化趋势与 C_R 的关系基本与式(2)符合。即由于 1 mm 薄壁比 2 mm 薄壁在对应位置处具有更快的冷却速率,故 1 mm 薄壁具有更小的 λ_2,同理可以解释同一厚度的薄壁从浇口近端到充型远端 λ_2 的变化趋势。

1 mm 薄壁厚度方向的等温线距离更近,温度梯度更大,如图 5 所示。枝晶会沿着逆热流的平行方向生长,在微观结构中表现出来的就是柱状晶生长方向与壁面夹角 θ 更大,这与实际实验样品观察的结果一致。同时,因为 2 mm 薄壁具有更小的温度梯度,故更容易形成等轴晶,与 EBSD 观察的 2 mm 薄壁微观组织中具有更高比例的等轴晶相符。

同时从充型过程可以看出,整个浇铸过程中 1 mm 薄壁内等温线距离较小,具有较大的温度梯度,冷却速率较快,填充速度相对较低,如图 7 所示。由于冷却速率较快,温度较低,导致金属液的黏度增大,再加上更薄的型腔内金属液流动方向前端的液面半径更小,所受到的拉普拉斯力相对更大,金属液流动受到的阻力也更大,流动速度较慢,充型所需要的时间就会更长。因此薄壁型腔易发生浇不足和冷隔等缺陷。

3 结论

(1) 不同壁厚铸件铸态枝晶组织研究表明,1 mm 薄壁比 2 mm 薄壁有更大的一次枝晶臂间距 λ_1,其中 1 mm 和 2 mm 薄壁的平均 λ_1 分别为 60.64 μm 和 46.23 μm;1 mm 薄壁比 2 mm 薄壁有更小的二次枝晶臂间距 λ_2,1 mm 和 2 mm 薄壁的平均 λ_2 分别为 19.31 μm 和 22.69 μm。铸件壁越薄,熔体的冷却速率越大,枝晶生长更为致密。

(2)不同壁厚铸件铸态晶粒组织研究表明,1 mm 薄壁厚度方向平均晶粒尺寸约为 216.61 μm,平均晶粒面积约为 0.06 mm^2;2 mm 薄壁的平均晶粒尺寸约为 239.11 μm,平均晶粒面积为 0.07 mm^2。即 1 mm 薄壁比 2 mm 薄壁有着更为细小的晶粒。另外,1 mm 薄壁比 2 mm 薄壁的温度梯度更大,柱状晶生长方向与壁面夹角 θ 更大,而 2 mm 薄壁具有更多比例的等轴晶。

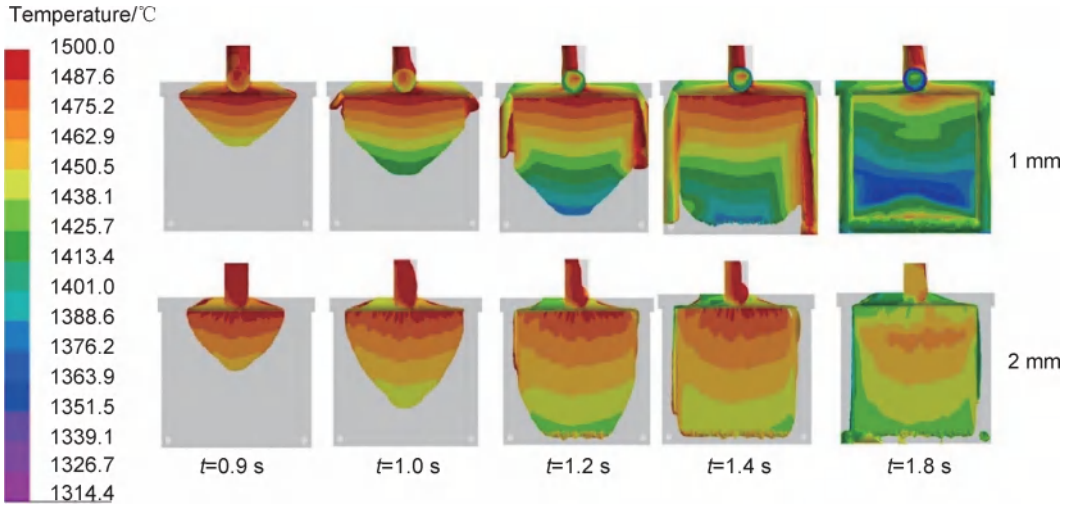


图 7　1 mm 和 2 mm 薄壁充型过程温度场

Fig. 7　Temperature field during mold filling of 1 mm and 2 mm thin-wall

(3)基于数值模拟和铸态枝晶组织的分析表明，一次枝晶臂间距λ_1与温度梯度G和冷却速率C_R的关系趋势基本符合$\lambda_1 \sim G^{-0.25} C_R^{-0.25}$的规律，但是当壁厚减少到某临界厚度时，$\lambda_1$与$G$和$C_R$的关系不再简单符合该公式，本研究中，相比于 2 mm 薄壁具有更大G和C_R的 1 mm 薄壁反而具有更大的λ_1；二次枝晶臂间距λ_2受壁厚影响不大，其与温度梯度G和冷却速率C_R的关系基本符合$\lambda_2 \sim C_R^{-1/3}$的规律。

参考文献

[1] WU Y, LI C, XIA X, et al. Precipitate coarsening and its effects on the hot deformation behavior of the recently developed γ′-strengthened superalloys [J]. Journal of Materials Science & Technology, 2021, 67: 95-104.

[2] 施建军，操光辉. 激光选区熔化 Inconel 718 合金抗氧化性能研究[J]. 上海金属，2023，45(6)：55-62.
SHI J J, CAO G H. Research on oxidation resistance of Inconel 718 alloy fabricated by selective laser melting [J]. Shanghai Metals, 2023, 45(6): 55-62.

[3] 陈晶阳，任晓冬，张明军，等. 铸造镍基高温合金 K439B 的组织及典型性能[J]. 金属热处理，2023，48(1)：100-104.
CHEN J Y, REN X D, ZHANG M J, et al. Microstructure and typical properties of cast Ni-based superalloy K439B [J]. Heat Treatment of Metals, 2023, 48(1): 100-104.

[4] 张雷雷，陈晶阳，汤鑫，等. K439B 铸造高温合金 800 ℃长期时效组织与性能演变[J]. 金属学报，2023，59(9)：1253-1264.
ZHANG L L, CHEN J Y, TANG X, et al. Evolution of microstructures and mechanical properties of K439B equiaxed superalloy during long-term aging at 800 ℃ [J]. Acta Metallurgica Sinica, 2023, 59(9): 1253-1264.

[5] 张雷雷，陈晶阳，骞磊，等. 浇注温度对 K439B 合金显微组织和力学性能的影响[J]. 材料热处理学报，2019，40(9)：57-63.
ZHANG L L, CHEN J Y, QIAN L, et al. Effect of casting temperature on microstructure and mechanical properties of K439B superalloy [J]. Transactions of Materials and Heat Treatment, 2019, 40(9): 57-63.

[6] 张雷雷，陈晶阳，任晓冬，等. 固溶参数对镍基高温合金 K439B 显微组织及力学性能的影响[J]. 材料工程，2024，52(4)：120-126.
ZHANG L L, CHEN J Y, REN X D, et al. Effect of solution parameters on microstructures and mechanical properties of K439B nickel-based superalloy [J]. Journal of Materials Engineering, 2024, 52(4): 120-126.

[7] 张明军，张雷雷，胡颖涛，等. 热等静压处理对 K439B 高温合金显微组织的影响[J]. 金属热处理，2020，45(11)：177-181.
ZHAGN M J, ZHAGN L L, HU Y T, et al. Effect of hot isostatic pressing on microstructure of K439B superalloy [J]. Heat Treatment of Metals, 2020, 45(11): 177-181.

[8] 鄯宇，隋大山，麻晋源，等. K439B 镍基合金精密铸造微观组织模拟与实验验证[J]. 稀有金属，2023，47(7)：923-933.
SHAN Y, SUI D S, MA J Y, et al. Numerical simulation and experimental verification of microstructure evolution for K439B nickel-based superalloy in investment casting process [J]. Chinese Journal of Rare Metals, 2023, 47(7): 923-933.

[9] LI Z, ZHANG Z L, WU A P, et al. Microstructure and mechanical properties of laser welded and post-weld heat-treated K439B superalloy [J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2024, 34(3): 905-917.

[10] 黄新春，史恺宁，张定华. 航空发动机智能加工技术进展研究[J]. 航空精密制造技术，2022，58(2)：1-5.
HUANG X C, SHI K N, ZHANG D H. Research on the progress of aero-engine intelligent manufacturing technology [J]. Aviation Precision Manufacturing Technology, 2022, 58(2): 1-5.

[11] 赵罡，李瑾岳，徐茂程，等. 航空发动机关键装配技术综述与展望[J]. 航空学报，2022，43(10)：527484.
ZHAO G, LI J Y, XU M C, et al. Research status and prospect of key aero-engine assembly technology [J]. Acta Aeronautica et Astronautica Sinica, 2022, 43(10): 527484.

[12] 程亚珍，李渤渤，孙冰，等. 薄壁复杂钛合金铸件熔模铸造工艺模拟及优化[J]. 特种铸造及有色合金，2022，42(6)：780-784.
CHEN Y Z, LI B B, SUN B, et al. Numerical simulation and

process optimization of investment casting process for thin-walled complex titanium alloy casting [J]. Special Casting & Nonferrous Alloys, 2022, 42(6): 780-784.

[13] 何树先, 王俊. 大型复杂薄壁高温合金铸件熔模精铸技术的研究进展[J]. 热加工工艺,2013, 42(21): 5-12.
HE S X, WANG J. Development on investment casting of large thin wall complex superalloy castings [J]. Hot Working Technology, 2013, 42(21): 5-12.

[14] NAWROCKI J, MOTYKA M, SZELIGA D, et al. Effect of cooling rate on macro- and microstructure of thin-walled nickel superalloy precision castings [J]. Journal of Manufacturing Processes, 2020, 49: 153-161.

[15] KOERBER S, FLECK M, VOELKL R, et al. Anisotropic growth of the primary dendrite arms in a single-crystal thin-walled nickel-based superalloy [J]. Advanced Engineering Materials, 2022, 24(6): 2101332.

[16] GORNY M, KAWALEC M, WITEK G, et al. The influence of wall thickness and mould temperature on structure and properties of thin wall ductile iron castings [J]. Archives of Foundry Engineering, 2019, 19(2): 55-59.

[17] 李剑锋,周铁涛,燕平,等. 一种镍基单晶高温合金凝固组织的截面尺寸效应[J]. 材料工程,2009(6):20-25.
LI J F, ZHOU T T, YAN P, et al. Effects of section sizes on microstructure of a nickel-base single crystal superalloy [J]. Journal of Materials Engineering, 2009(6): 20-25.

[18] 孙智, 吴国清, 纪志军,等. 薄壁ZTC4钛合金铸件表层与心部组织性能分析[J]. 铸造工程,2022,46(4):1-6.
SUN Z, WU G Q, JI Z J, et al. Analysis of surface and central microstructure and properties of a thin-walled ZTC4 titanium alloy casting [J]. Foundry Engineering, 2022, 46(4): 1-6.

[19] HUNT J D. Solidification and casting of metals [M]. London: The Metals Society, 1979.

[20] WILLS V A, MCCARTNEY D G. A comparative study of solidification features in nickel-base superalloys: microstructural evolution and microsegregation [J]. Materials Science and Engineering: A, 1991, 145(2): 223-232.

[21] YANG L, LI J R. Effect of section size on the microstructure of thin-walled specimen of DD6 single crystal superalloy [J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2015, 44(6): 1363-1368.

基金项目:国家科技重大专项(J2019-Ⅵ-0004-0117);上海市产业协同创新项目(XTCX-KJ-2022-41)

收稿日期:2023-12-05;**修订日期**:2024-01-19

通讯作者:隋大山(1972—),男,副教授,博士,主要从事高温合金精密铸造成形数值建模与工艺优化研究,联系地址:上海市华山路1954号上海交通大学材料科学与工程学院塑性成形技术与装备研究院(200030),E-mail:dasui@sjtu.edu.cn;董安平(1977—),男,研究员,博士,主要从事高温合金精密铸造和高温合金增材制造研究,联系地址:上海市华山路1954号上海交通大学材料科学与工程学院上海市先进高温材料及其精密成形重点实验室(200240),E-mail:apdong@sjtu.edu.cn

(本文责编:解 宏)

第53卷 第1期 材 料 工 程 Vol. 53 No. 1
2025年1月 第99－109页 Journal of Materials Engineering Jan. 2025 pp. 99－109

引用格式：苏力东，孟庆琪，宁永权，等. GH4065A高温合金塑性连接过程中界面组织演变行为[J]. 材料工程，2025，53(1)：99-109.
SU Lidong，MENG Qingqi，NING Yongquan，et al. Interfacial microstructure evolution behavior during plastic deformation bonding of GH4065A superalloy[J]. Journal of Materials Engineering，2025，53(1)：99-109.

GH4065A高温合金塑性连接过程中界面组织演变行为

Interfacial microstructure evolution behavior during plastic deformation bonding of GH4065A superalloy

苏力东[1]，孟庆琪[1]，宁永权[1*]，黄 烁[2]，张文云[2]，张北江[2]
（1 西北工业大学 材料学院，西安 710072；
2 钢铁研究总院 高温材料研究所，北京 100081）
SU Lidong[1]，MENG Qingqi[1]，NING Yongquan[1*]，
HUANG Shuo[2]，ZHANG Wenyun[2]，ZHANG Beijiang[2]
（1 School of Materials Science and Engineering，Northwestern Polytechnical University，Xi'an 710072，China；2 High Temperature Materials Research Division，Central Iron & Steel Research Institute，Beijing 100081，China）

摘要：为了解GH4065A合金在塑性连接过程中界面组织的演变规律，在1050～1110 ℃，20～40 MPa和20～35 min的条件下，开展GH4065A合金塑性连接实验。通过OM，SEM，EBSD表征接头中连接区与未连接区之间的特殊位置，深入研究连接温度、保载时间、连接压力对界面微观组织的影响规律，重点关注塑性连接时界面上再结晶晶粒的形成以及原始界面的愈合过程。结果表明：提高连接温度、压力，延长保载时间有利于实现界面愈合，但与此同时也会促进接头晶粒的粗化，在1080 ℃，30 MPa，30 min的参数下所得的塑性连接接头组织均匀且无明显缺陷，具有良好的冶金结合效果。在界面冶金结合形成的过程中，发生晶界弓出形核为主的非连续性动态再结晶，存在亚晶渐进性转动形核的连续性动态再结晶。随着塑性连接的持续进行，再结晶晶粒形核并向原始界面生长，从而促进界面的消除。塑性连接致冶金结合形成主要经历初始接触、形核与晶粒长大、接头形成三个阶段。

关键词：GH4065A高温合金；塑性连接；界面微观组织；动态再结晶；界面愈合
doi：10.11868/j.issn.1001-4381.2023.000846
中图分类号：TG453+.1；TB31 **文献标识码**：A **文章编号**：1001-4381(2025)01-0099-11

Abstract: To clarify the evolution of the interfacial microstructure of GH4065A superalloy during plastic deformation bonding, the GH4065A superalloy is bonded under temperatures of 1050-1110 ℃ with the pressure of 20-40 MPa and a time range of 20-35 min. OM, SEM, and EBSD were employed to characterize the special positions between bonding regions and unbinding regions to investigate further the influence of plastic deformation bonding parameters (bonding temperature, holding time, and bonding pressure) on the microstructural evolution of the interface. This study focuses on the nucleation of new recrystallization grains in the bonding area and the healing of the original interface. The results show that increasing the bonding temperature, pressure and the holding time will facilitate the healing of the interface. but at the same time, it will also prompte the coarsening of the grains simultaneously. The joint obtained under 1080 ℃, 30 MPa, 30 min has uniform microstructure and no obvious defects, exhibiting an excellent metallurgical bonding effect. The results of EBSD show that the discontinuous dynamic recrystallization characterized by strain-induced grain boundary bulging is the dominant mechanism, and continuous dynamic recrystallization characterized by subgrain progressive rotation occurs in the bonding

process. Moreover, the dynamic recrystallization(DRX)nuclei will grow toward the interface with ongoing deformation, contributing to the healing of the original interface. The metallurgical bonding caused by plastic deformation bonding mainly experiences three stages: initial contact, nucleation and grain growth, and joint formation.

Key words: GH4065A superalloy; plastic deformation bonding; interfacial microstructure; dynamic recrystallization; interfacial healing

涡轮盘作为航空发动机的核心部件,其性能对发动机的推重比、服役寿命等方面具有重要影响[1-2]。随着先进涡扇航空发动机推重比的不断提升,涡轮盘工作温度已经超过 700 ℃[3]。为此,我国近年开始研发服役温度高达 750 ℃的镍基变形高温合金涡轮盘用材料 GH4065A 合金,其综合力学性能接近二代粉末高温合金,同时兼具高服役温度和低成本的优势,有望为我国先进航空发动机热端转动部件的选材提供成熟可靠的解决方案[4-5]。

随着结构设计能力的不断发展和金属热加工水平的持续提升,双性能盘、梯度功能盘、双幅板盘等新结构为未来发动机的设计与制造提供新方向[6-8]。双幅板作为一种新结构,可有效地增大轮盘散热面积、降低工作温度、减轻质量[9]。在双幅板盘的用材方面,主要采用 GH4065A 合金等具有优异的热强性、长期的组织稳定性以及出色的高低周疲劳性能的变形高温合金[10]。双幅板涡轮盘可通过两个单独制造的左右幅板焊接而成,焊接方法多采用熔焊工艺,易形成热裂纹、缩孔、溅疤等缺陷,同时,易产生较大的热应力[11-13]。因此,采用左右幅板熔焊方法在一定程度上限制双幅板结构的发展与应用。鉴于此,不发生明显熔化与凝固过程的固相连接方法,受到发动机制造领域的高度关注[14-15],该类连接方法自然也成为双幅板涡轮盘的优选制备工艺之一。

塑性连接作为一种固相连接方法,接头无熔合区、组织与母材接近、连接质量高,被广泛应用于高温合金的连接[16-17]。Zhang 等[18]研究 IN718 合金的塑性连接过程,研究结果表明动态再结晶为冶金结合形成的主导机制。随着连接温度的升高,界面处再结晶更加充分,组织更为均匀,接头的塑性、韧性明显提高;但是,会造成接头强化相溶解以及晶粒长大,增大接头组织控制的难度,导致接头强度降低[19]。Ren 等[20]分析镍钴基高温合金塑性连接接头的界面组织,发现塑性连接过程中存在非连续性动态再结晶和异质外延再结晶两种再结晶机制,通过两种机制的协同作用,再结晶晶粒不断发展,从而促使界面迁移,最终实现界面的愈合。目前,有关高温合金的塑性连接研究大多集中于应用较为广泛的 GH4169 合金等材料上,但是对于极具发展潜力的 GH4065A 合金的塑性连接研究鲜见报道。

本工作对 GH4065A 合金进行不同工艺条件的塑性连接,通过表征不同接头的微观结构,深入探索界面组织随连接温度、连接压力、保载时间的演变规律。重点关注界面上的动态再结晶晶粒,揭示 GH4065A 合金塑性连接过程中的界面愈合行为。

1 实验材料与方法

1.1 实验材料

选择镍基变形高温合金 GH4065A 为实验材料,研究其塑性连接组织演变规律及界面愈合过程,合金的名义成分见表 1。该材料母合金采用三联工艺熔炼,均匀化处理后快锻开坯,充分破碎铸态组织的基础上获得组织均匀、晶粒细小的 GH4065A 合金棒材,最后通过热模锻造获得涡轮盘锻件。本研究全部样品均取自于经上述工艺制造的某涡轮盘锻件,其原始组织状态如图 1(b)所示,奥氏体晶粒均匀细小、平均晶粒尺寸约为 10 μm。

表 1 GH4065A 高温合金名义成分(质量分数/%)

Table 1 Nominal chemical composition of GH4065A superalloy (mass fraction/%)

C	Cr	Co	Ti	Al	Nb	Mo	W	Fe	Ni
0.015	16.0	13.0	3.7	2.1	0.7	4.0	4.0	1.0	Bal.

1.2 实验方法

首先利用电火花切割技术从涡轮盘锻件上切取 Φ10 mm×8 mm 的试样,随后对待连接表面进行机械研磨和金刚石研磨膏抛光,确保连接前的表面平整、洁净,有利于增大有效接触面积、提高连接质量。基于该合金高温变形与再结晶行为研究结果[21],确定连接温度为 1050,1080 ℃和 1110 ℃。在保证待连接表面紧密接触和充分扩散的前提下,应防止塑性连接导致的工件严重变形和晶粒异常长大,因此,连接压力和保载时间分别确定为 20,30,40 MPa 和 20,30,35 min。试样经打磨抛光后按照图 1(d)所示进

行组装，随后以 10 ℃/s 的速度将试样加热到目标温度并保温 5 min，从而确保试样受热均匀。之后，施加压力进行连接，连接结束后，立即对样品进行水淬冷却。

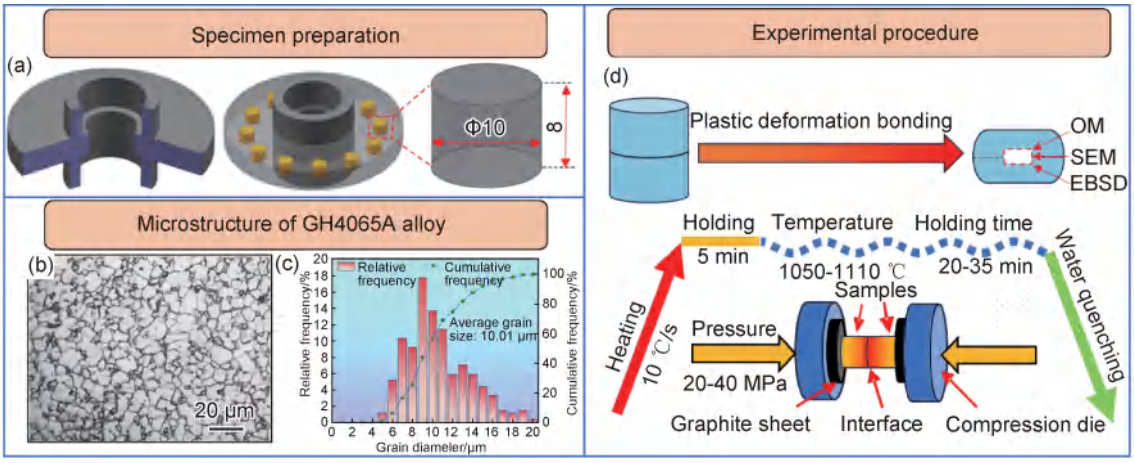


图 1　实验流程示意图

(a)沿 GH4065A 合金盘锻件轴向切取连接试样；(b)盘锻件中典型的等轴晶组织；(c)晶粒尺寸统计图；(d)塑性连接过程示意图

Fig. 1　Schematic diagram of experimental process

(a) bonding specimens along axial direction of GH4065A alloy disc; (b) typical equiaxed crystal structure in disc; (c) statistical chart of grain size; (d) schematic diagram of plastic deformation bonding

将连接样品沿轴向切开，制备组织分析试样。试样经研磨抛光处理后，采用 OM 对不同参数连接后的“表面”进行宏微观观察，获得冶金结合区位置、尺寸、数量以及未连接区相关数据，金相组织的腐蚀剂为 0.5 g $CuCl_2$+10 mL HCl+10 mL CH_3OH。为了研究塑性连接过程中发生的微观接触变形、动态再结晶以及扩散行为，揭示界面冶金结合的形成过程，应用 SEM，EBSD 重点表征连接区与未连接区之间特殊位置的微观结构，EBSD 试样采用电解抛光，电解液为 6% $HClO_4$+30% $C_4H_{10}O$+64% CH_3OH，电解电压为 20 V，抛光时间为 10 s，EBSD 数据的后续处理与分析使用 CHANEL5 软件包进行。

2　结果与分析

2.1　塑性连接工艺参数对微观组织及接头变形量的影响

2.1.1　连接温度对塑性连接接头微观组织的影响

当 P=30 MPa，t=30 min 时，分别在 1050，1080 ℃和 1110 ℃下进行塑性连接，所获得的典型接头微观组织如图 2 所示。随着连接温度的上升，界面组织发生了明显的变化。可以清楚地观察到 1050 ℃(图 2(a-1)，(a-2))连接时，连接界面相对平直，其附近出现大量细小的再结晶晶粒，说明在此条件下界面发生了显著的动态再结晶形核。但是，并未发现明显的晶粒越过原始界面长大现象。提升连接温度至 1080 ℃，试样表面贴合更为紧密，为原子扩散提供更多通道。同时，温度升高促进晶界迁移，为界面再结晶晶粒的形核、长大创造有利条件。从图 2(b-1)，(b-2)可见，界面局部部位发生明显的凸起，为动态再结晶提供潜在形核位置。当晶粒越过界面生长，原始界面消失，形成微观冶金结合。与 1050 ℃界面组织相比，1080 ℃原始界面变得模糊且不连续，界面附近细小的再结晶晶粒明显粗化，其晶粒尺寸接近母材。当连接温度进一步提升至 1110 ℃(图 2(c-1)，(c-2))，原始界面孔隙尺寸减小、数量显著减少。原始界面几乎完全消失，取而代之的是新的再结晶晶粒。但是，在较高的连接温度下 γ′相溶解，再结晶晶粒有所长大，不利于接头性能的提高。

2.1.2　连接压力对塑性连接接头微观组织的影响

图 3 为 1080 ℃下施加不同连接压力所获得的典型微观组织。总体来讲，提高连接压力有利于界面冶金结合的形成。分析图 3(a-1)，(a-2)可知，当连接压力为 20 MPa 时，在试样中心位置能明显地看到较宽的连接界面，界面中存在尺寸较大的孔隙。因为连接压力较低，试样尚未紧密贴合，导致原子扩散通道不足，晶界迁移、动态再结晶等行为均受到了阻碍，接头连接质量较低。提升连接压力到 30 MPa，界面的塑性变形程度增加，一方面可以增大试样之间的有效接触面积；另一方面可以增加接头处的位错密度，为再结晶形核提供更大的驱动力。观察图 3(b-1)，(b-2)的接头组织可知，随着连接压力的增加，原本平直的界面

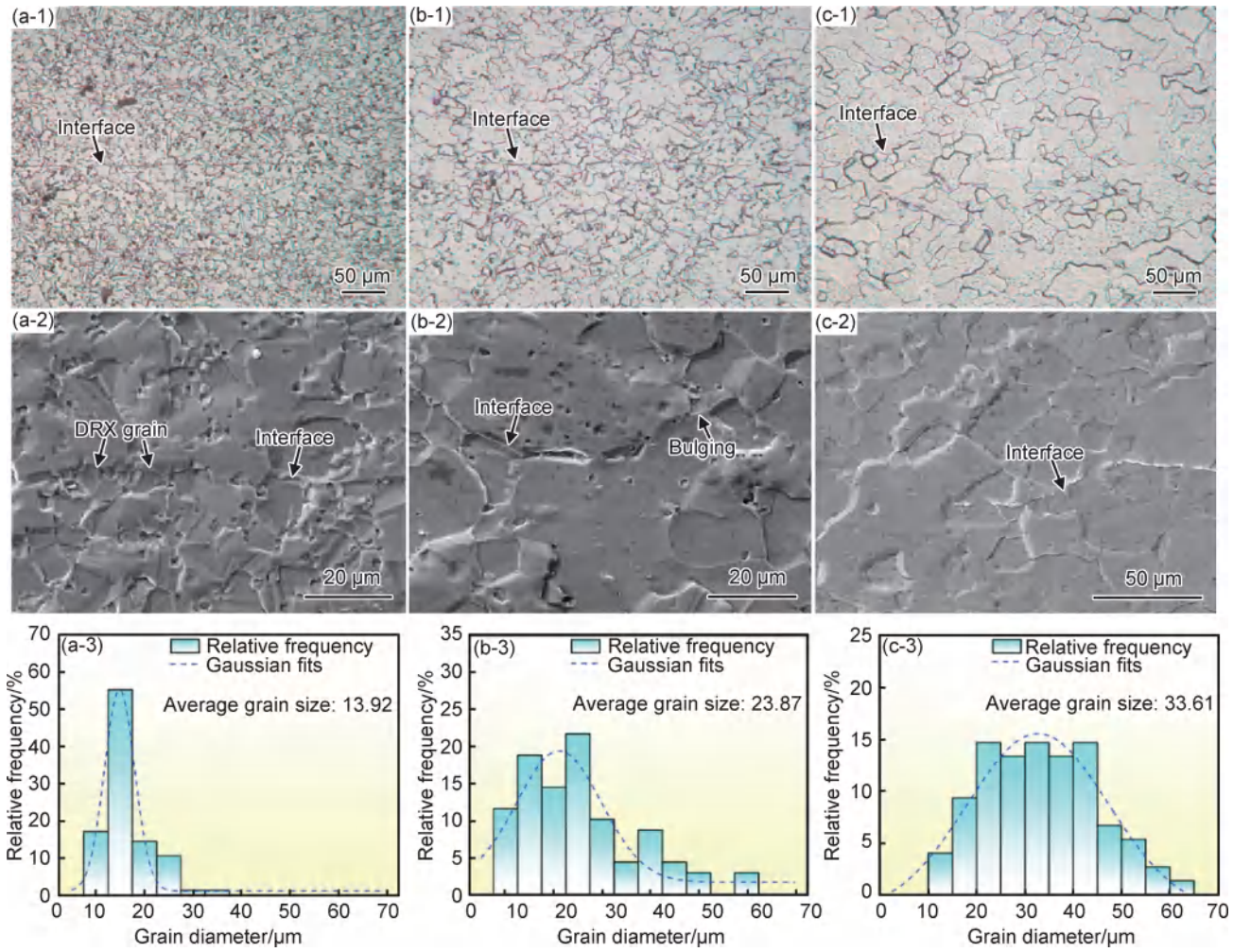


图 2 不同连接温度下接头界面组织(1),高倍形貌(2)及晶粒尺寸分布(3)

(a)1050 ℃;(b)1080 ℃;(c)1110 ℃

Fig. 2 Microstructure structure(1), corresponding high magnification detail of bonding interface(2) and grain size distribution of joint(3) at different temperatures

(a)1050 ℃ ;(b)1080 ℃;(c)1110 ℃

逐渐变得弯曲、模糊,界面处充满再结晶晶粒,因此可以推断提升连接压力有利于动态再结晶的激活,从而促进接头界面的消失。当连接压力提升到 40 MPa 时,通过界面上再结晶晶粒的形核与长大,原始界面已基本愈合,接头表现出优良的冶金结合效果。但是接头晶粒有所粗化,反而不利于接头性能的提高。

2.1.3 保载时间对塑性连接接头微观组织的影响

当 T=1080℃,t=30 min时,对 20,30,35 min下所得的塑性连接接头进行组织表征,表征结果如图 4 所示。结果表明,当保载时间为 20 min时,界面两侧的试样结合不紧密,界面处含有较多大尺寸的孔隙,动态再结晶(dynamic recrystallization,DRX)晶粒尚未形成,如图 4(a-1),(a-2)所示。这是因为保载时间较短,原子难以充分扩散,阻碍界面处的晶界迁移,动态再结晶受到强烈抑制,难以演化出成熟的再结晶组织。延长保载时间到 30 min,界面上的孔洞进一步闭合,为原子扩散提供通道,有利于动态再结晶的发展。大量的再结晶晶粒越过连接界面生长,发生大规模的晶界迁移的同时促使界面的愈合,如图 4(b-1),(b-2)所示。在该参数下所得接头组织均匀且无明显缺陷。当保载时间为 35 min时,虽然连接界面已经被新晶粒取代,但是在较高的温度下长时间保载,促使接头内部 γ′相的大量溶解,晶界迁移的阻力下降,接头晶粒明显粗化,导致母材性能的恶化[22],如图 4(c-1),(c-2)所示。延长保载时间能有效促进原子扩散,使界面处的再结晶更加充分,得到冶金结合效果较好的塑性连接接头,但也会促进强化相的溶解,进而导致接头晶粒粗化。

2.1.4 连接温度、连接压力和保载时间对接头变形量的影响

变形量是评价接头连接质量的一个重要标准,一

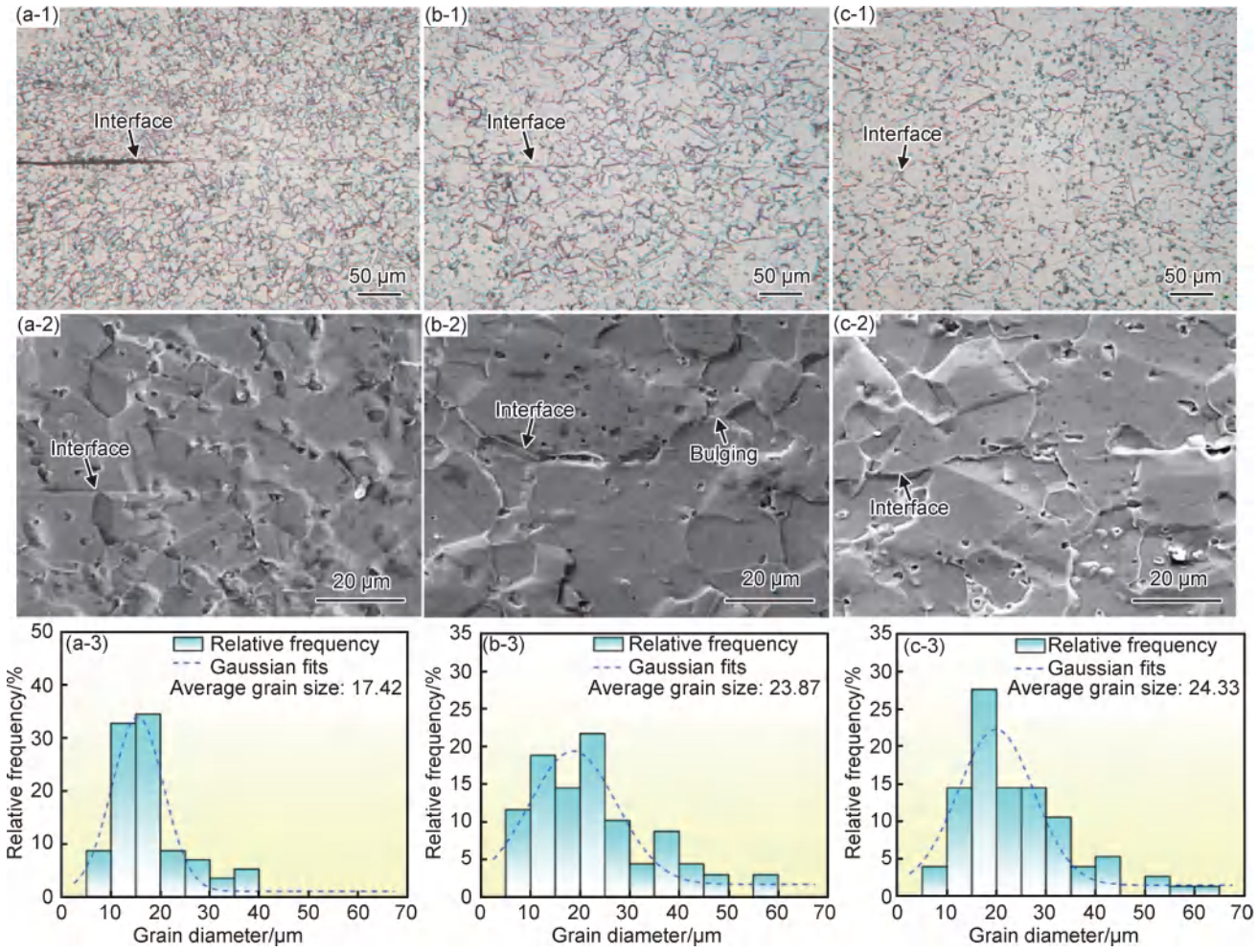


图 3　不同连接压力下接头界面组织(1),高倍形貌(2)及晶粒尺寸分布(3)

(a)20 MPa;(b)30 MPa;(c)40 MPa

Fig. 3　Microstructure(1),corresponding high magnification detail of bonding interface(2) and grain size distribution of joint(3) under different bonding pressure

(a)20 MPa;(b)30 MPa;(c)40 MPa

个好的塑性连接接头,既要保证连接率,又要尽可能地降低接头变形量,以保证接头的尺寸精度。变形量是各连接参数共同作用的结果,以下将研究各参数对接头变形量的具体影响规律。

测量不同工艺参数下的接头变形量,绘制出变形量随各参数的变化曲线,如图 5 所示。由图 5(a)可知接头变形量随连接温度的增加近乎呈线性增长,由于连接温度升高,合金内部的 γ' 相逐渐溶解,合金抵御塑性变形的能力快速下降,导致变形量迅速增大。图 5(b)为接头变形量随连接压力的变化曲线,可以看到,随着连接压力的增大,接头变形量也随之增大,当其他参数一定时,提高连接压力有利于母材发生塑性变形,从而导致接头变形量的增大。由图 5(c)可知在 20~30 min 范围内保载时间对接头变形量影响甚微。当保载时间较短时,合金内部的 γ' 相未完全溶解,随着保载时间的延长,接头变形量缓慢增长。但是当保载时间从 30 min 延长到 35 min 时,合金内部 γ' 相大量溶解降低了材料抵御塑性变形的能力,接头变形量增长明显。

通过以上分析可以发现,当接头变形量较大时(1080 ℃,40 MPa,30 min),虽然获得了冶金结合程度较高的接头,但此时接头变形量高达 51.9%,并未满足工件精密成形的要求。当接头变形量较小时(1080 ℃,20 MPa,30 min),一方面会导致接头表面难以实现紧密的接触,不利于原子的充分扩散,另一方面会导致接头积累的储存能不足,界面的再结晶程度较低,致使接头的连接率较低,无法满足工程实际上的使用要求。综合考虑各工艺参数对接头微观组织、连接率和变形量的影响规律,确定 GH4065A 合金的优选连接参数为 1080 ℃,30 MPa,30 min。在此参数下所得的 GH4065A 合金塑性连接接头组织均匀且无明显缺陷,变形量适中。

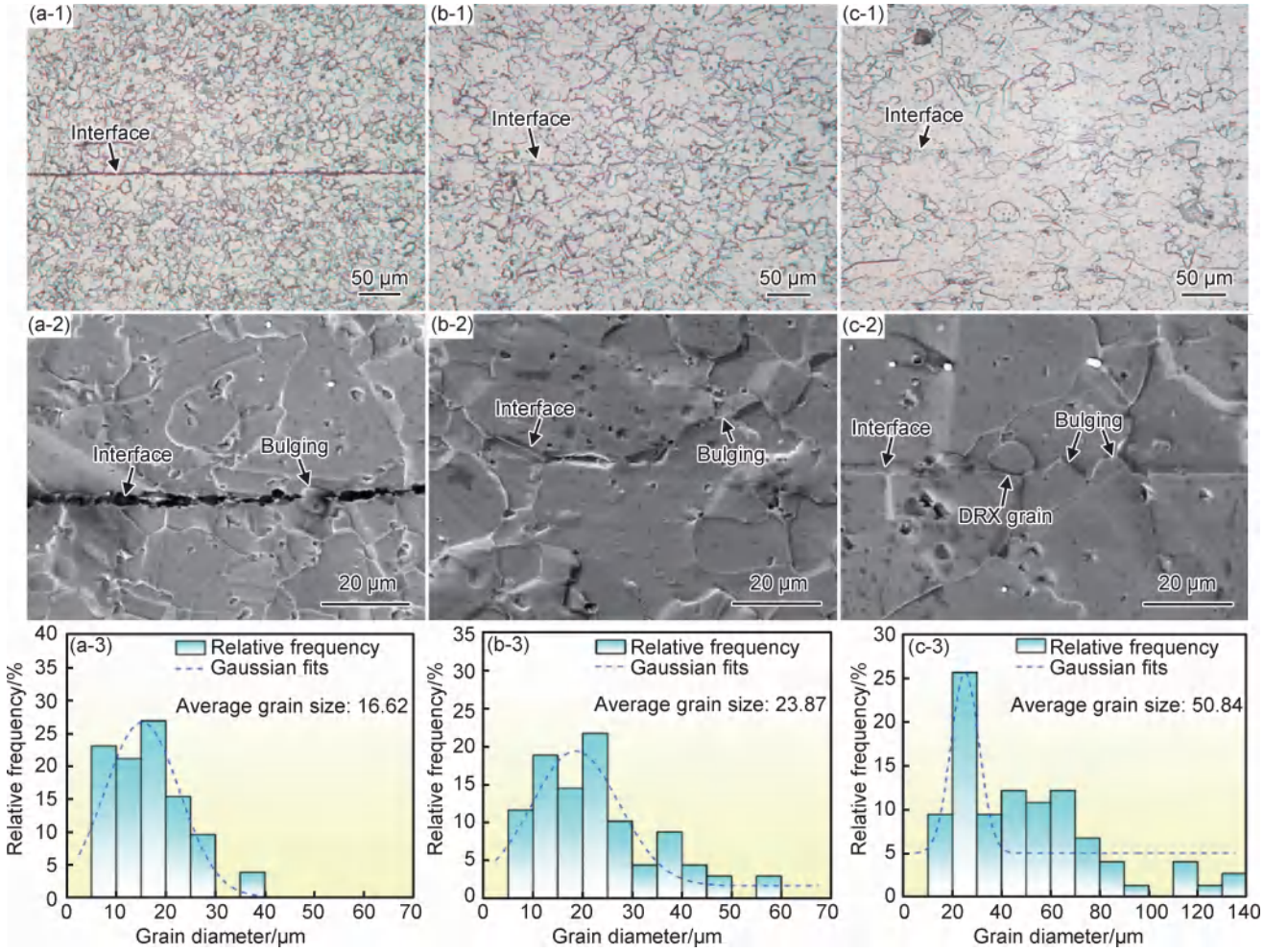


图 4 不同保载时间下接头界面组织(1),高倍形貌(2)及晶粒尺寸分布(3)

(a)20 min;(b)30 min;(c)35 min

Fig. 4 Microstructure(1), corresponding high magnification detail of bonding interface(2) and grain size distribution of joint(3) under different holding time

(a)20 min;(b)30 min;(c)35 min

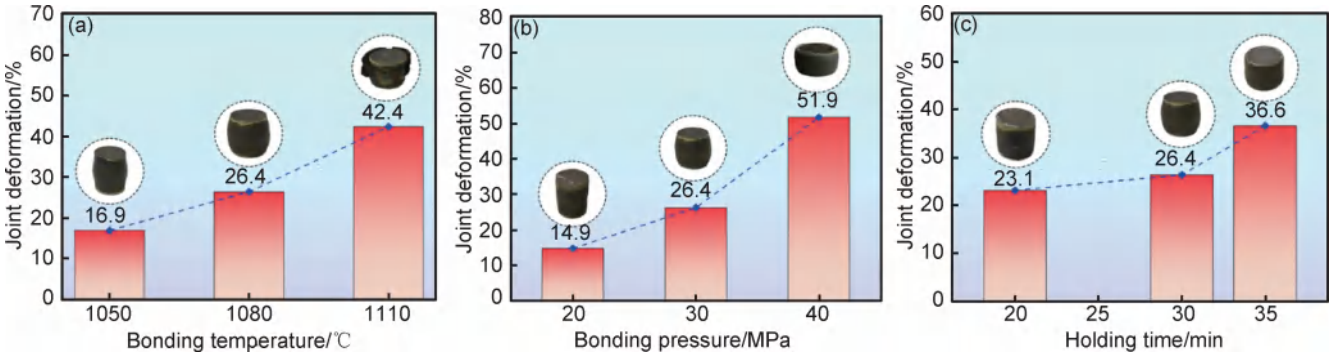


图 5 塑性连接工艺参数对接头变形量的影响 (a)连接温度;(b)连接压力;(c)保载时间

Fig. 5 Influence of plastic deformation bonding parameters on joint deformation (a)bonding temperature;(b)bonding pressure;(c)holding time

2.2 塑性连接过程中接头界面的动态再结晶演变

2.2.1 弓出形核动态再结晶

为了研究界面的再结晶行为,通过 EBSD 表征了不同参数下的塑性连接试样。图 6(a-1),(a-2)为连接压力 30 MPa,保载时间 30 min 的条件下,不同温度接头界面微观组织的反极图,不同的颜色代表了不同的取向。图 6(b-1),(b-2)为不同连接温度下接头界面处的晶界取向分布图。在晶界取向分布图中,白线代表小角度晶界(low angle grain boundaries,LAGBs,$2^\circ \leqslant \theta < 10^\circ$),黄线代表中角度晶界(middle angle grain

boundaries，MAGBs，10°≤θ<15°），黑线代表大角度晶界（high angle grain boundaries，HAGBs，θ>15°）。通过捕捉图 6（b-1），（b-2）红色方框中的准再结晶晶粒可以具体地观察到界面处的非连续性动态再结晶（discontinuous dynamic recrystallization，DDRX）演变过程。如图 6（a-1），（a-2）所示接头附近的晶粒取向随机分布，在变形过程中不同晶粒间滑移系的启动倾向性存在一定区别，且试样表面间的接触在时间上必定存在先后之分，因此，可以推断不同的晶粒经受了不同程度的塑性变形，特别是界面附近的区域。同时晶界对位错运动有阻碍作用，所以易在晶界附近形成较大的位错密度差，连接界面处的晶粒积累一定的储存能后，平直的界面晶界容易在位错密度差的驱动下向连接界面弓出（如图 6（a-1）中箭头标识所示），导致连接界面呈锯齿状[23]。大角度晶界向相邻的位错密度高的晶粒内部弓出后，在其后方留下低畸变或无畸变区域，同时在其后方形成了 LAGBs（位置 1）和 MAGBs（位置 2），随着塑性连接的持续进行，LAGBs 和 MAGBs 能吸纳运动至此的位错最终演化成 HAGBs（位置 3），使弓出部分晶界形成一个较为完整的晶界回路，将无畸变区域从原始晶粒中剥离出来，在晶界弓出部位形成一个无畸变的再结晶晶核[24]。

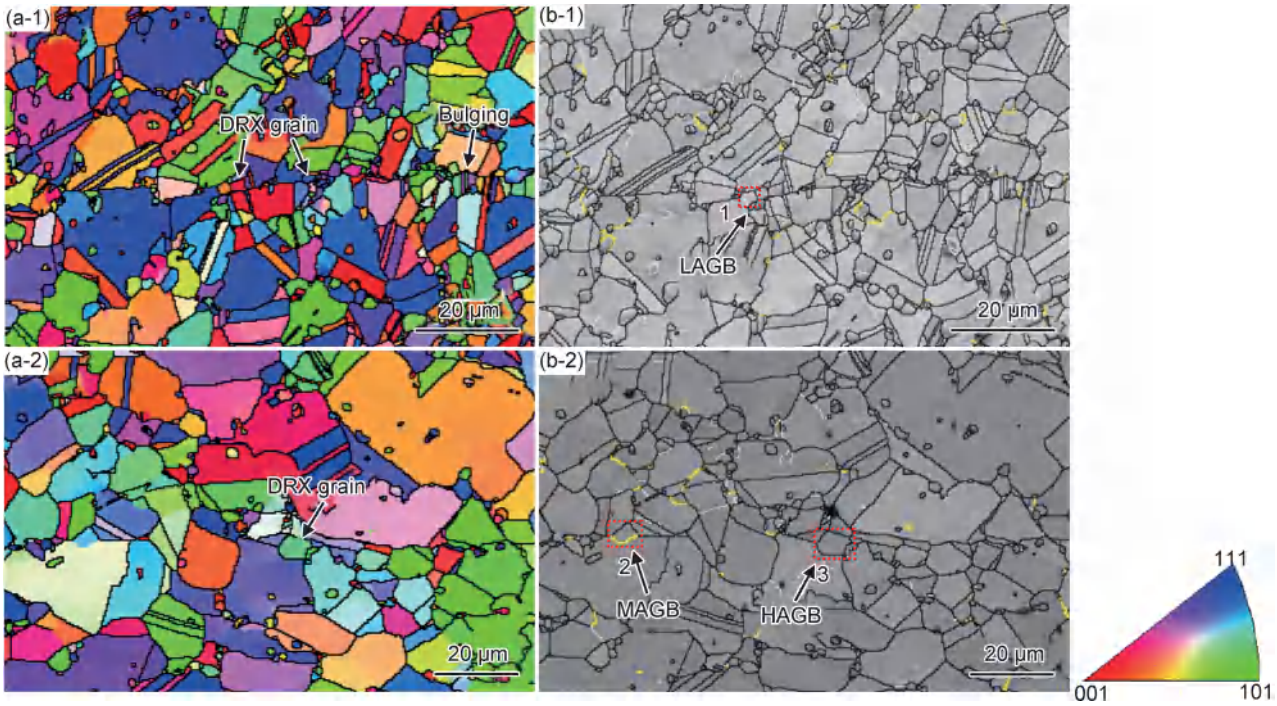


图 6　不同连接温度下接头界面组织的反极图（1）及晶界取向分布图（2）

（a）1050 ℃；（b）1080 ℃

Fig. 6　Inverse pole figure of interface (1) and misorientation angle maps (2) of interface at different bonding temperatures

(a) 1050 ℃; (b) 1080 ℃

2.2.2　亚晶转动形核动态再结晶

连续性动态再结晶（continuous dynamic recrystallization，CDRX）的主要特征为渐进性的亚晶转动，具体为：变形晶粒内部位错重排形成位错墙，进而形成小角度晶界。随后，小角度晶界可吸纳更多位错，迫使亚晶的取向发生偏转，相邻晶粒的取向差逐渐增大，小角度晶界最终发展成大角度晶界，完成连续性动态再结晶的过程[25]。图 7 为接头界面微观组织及取向差梯度，在图 7（a）中可观察到部分变形晶粒内部被小角度晶界分割成多个亚晶，为了更好地理解塑性连接过程中的连续性动态再结晶行为，沿图 7（a）中的线段 A1 进行取向差分析，结果显示该变形晶粒内部形成了一定的取向差梯度，表明变形晶粒内部分微区的晶体取向发生了偏转[26]。结合该晶粒的局部取向差分布（kernel average misorientation，KAM）图可发现亚晶内部的 KAM 值接近于零，畸变程度极低，位错密度极小。这表明此变形晶粒内部已经形成较为成熟的亚结构，具有明显的连续性动态再结晶的特征，由此可以确定塑性连接过程中连续性动态再结晶已被激活并有了一定的发展。

2.2.3　塑性连接过程中接头界面的动态再结晶行为

通过观察接头界面组织可发现在原始界面区域形成了大量细小的再结晶晶粒，绝大多数的再结晶晶粒分布于原始晶界凸起处（如图 6（b-1）所示），表明晶

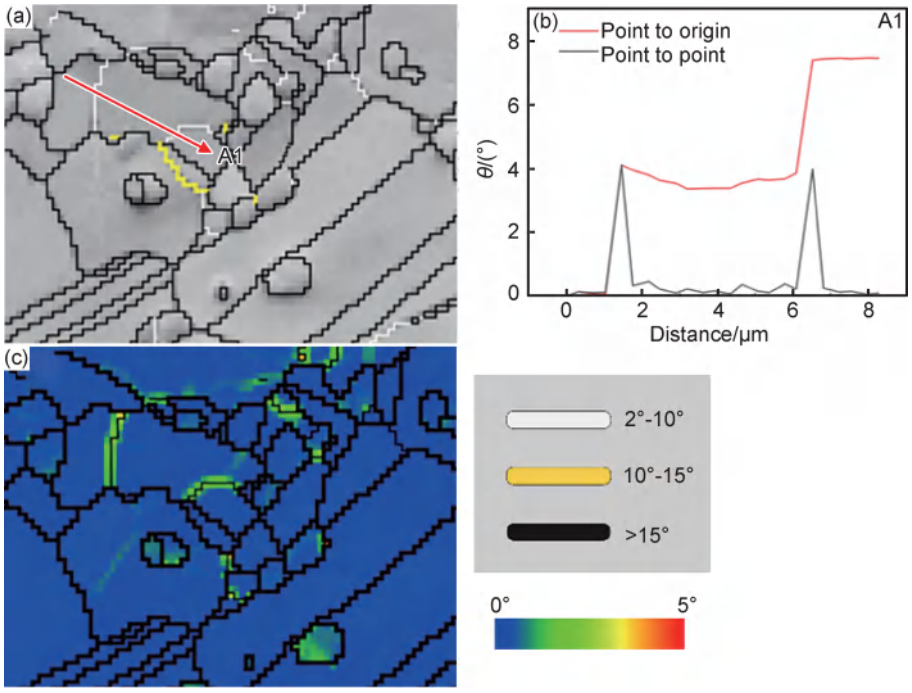


图 7 接头界面微观组织及取向差梯度

(a)晶界取向分布图;(b)沿 A1 方向的取向差梯度;(c)局部取向差分布图

Fig. 7 Microstructure and orientation gradient of joint interface

(a)distribution map of grain boundary orientation;(b)gradient of orientation difference along A1 direction;(c)distribution map of local orientation difference

界的弓出部位是动态再结晶的优先形核位点,此类现象为非连续性动态再结晶的典型特征[27-28]。因此,可以确定以晶界弓出形核为主要特征的非连续性动态再结晶,在 GH4065A 合金塑性连接的组织演化过程中占据重要地位。

连续性动态再结晶是动态回复过程的延伸,通过亚晶的渐进性转动形成具有成熟大角度晶界的新再结晶晶粒,这种现象常见于滑移系较少导致位错运动受限制的材料热变形过程中,而在层错能较低的 GH4065A 合金中较为少见。且在 CDRX 过程中通常不会伴随有大规模的晶界迁移。为了进一步评估 CDRX 对界面愈合的影响,不同参数(P=30 MPa,t=30 min)的局部取向差分布如图 8 所示。从图中可见,在 GH4065A 合金塑性连接过程中,中角度晶界所占比例不超过 2%,始终保持在较低水平[29]。因此,可以推断连续性动态再结晶对界面愈合的贡献甚微。

2.3 分析讨论

图 9 为塑性连接接头界面愈合过程的示意图,根据连接过程中接头微观组织的演化行为,可以将界面愈合过程分为三个阶段[30]。

首先,从微观角度看,打磨抛光后的试样表面仍

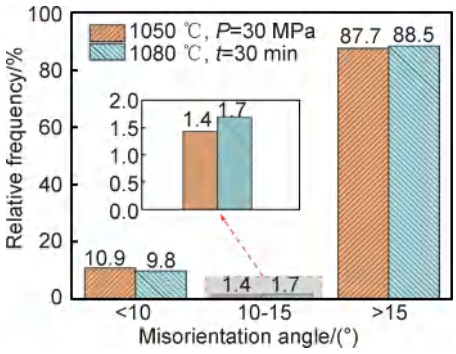


图 8 不同连接温度下的界面组织取向差分布

Fig. 8 Distribution of different misorientation angle scopes of interfacial microstructure at different bonding temperatures

然是凹凸不平的,试样凸起部分率先接触,发生塑性变形同时在局部位置积累大量位错,为随后的晶界迁移和动态再结晶提供较大的驱动力;而试样凹陷部分因接触相对较晚,会在试样间形成如图 9(b)所示的孔洞。

然后,随着塑性连接的进行,先接触的区域积累更多位错和能量,因此,该处的晶界易在储存能的驱动下弓出,因其较高的位错密度,凸起部位成为动态再结晶的优先形核位点。在应变诱导的作用下,弓出的晶界向位错密度高的区域迁移,在其后方留下无畸变或低畸变区域。此外,位错可以转变成小角度晶

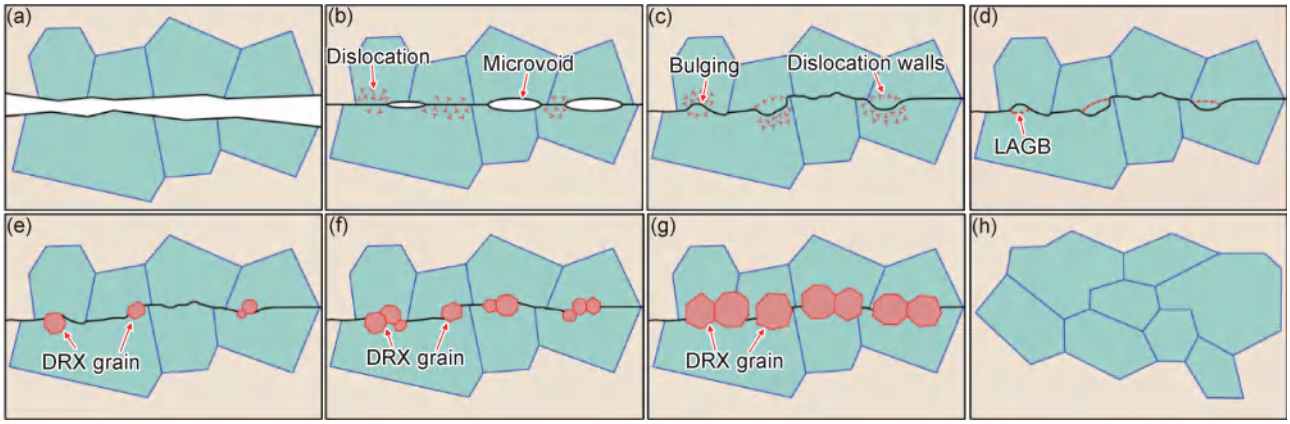


图 9　塑性连接界面愈合过程示意图

(a)塑性连接前界面处的微观组织特征;(b)试样初始接触并产生位错;(c)界面原始晶界弓出;(d)小角度晶界形成;(e)原始界面的局部愈合;(f)原始界面的多点愈合;(g)再结晶晶粒长大;(h)接头形成

Fig. 9　Schematic diagram of interfacial healing during plastic deformation bonding

(a)interface microstructural characteristics before plastic deformation bonding;(b)initial contact between specimens with generation of dislocations;(c)interfacial grain boundary bulging;(d)formation of LAGBs behind bulging area;(e)healing of local original interface;(f)interfacial healing on multiple position;(g)growth of DRX grains;(h)formation of joint

界、中角度晶界,并最终发展成大角度晶界,从而把该区域从原始晶粒中分离出来,使凸起部分的晶界形成一个较为完整的晶界回路,孕育出一个无畸变的再结晶晶核,导致该位置的原始界面消失,在局部位置形成微观冶金结合。随着塑性连接的持续进行,先前存在的孔洞逐渐闭合,界面处的塑性变形量不断增大,导致界面上存在多个位点满足 DRX 的形核条件并演变出细小的再结晶晶核,连接界面也逐渐地从局部冶金结合发展成多点冶金结合状态,如图 9(f)所示。完成动态再结晶形核后,当再结晶晶核与基体之间的应变能差所产生的驱动力大于晶粒长大所需的表面能时,新形成的晶核就能开始长大。晶粒长大的过程中伴随着大规模的晶界迁移,能有效消除界面附近积累的位错等缺陷,最终形成一个再结晶晶粒,从而实现连接界面愈合。

最后,保载一定时间后,随着动态再结晶充分进行,原始界面被再结晶晶粒占据、取代,孔隙基本闭合。再结晶晶粒不断长大,最终晶粒尺寸与母材相近,形成如图 9(h)所示的组织均匀具有良好冶金结合效果的接头。

3　结论

(1)GH4065A 合金塑性连接过程中连接温度、压力和保载时间对塑性连接接头质量具有重要影响,提高连接温度、压力,延长保载时间均能有效促进连接界面上晶界迁移和再结晶行为,有利于实现界面愈合从而获得冶金结合程度较高的接头。但是,较高的连接温度、压力和较长的保载时间会为接头晶粒的粗化提供充裕的热激活条件,反而不利于接头性能的提升。结合界面微观组织、连接率和接头变形量等多方面因素进行分析,确定了本实验所获得的较优连接参数为:1080 ℃,30 MPa,30 min。

(2)GH4065A 合金塑性连接过程中的再结晶晶粒演变行为表明,界面晶粒发生晶界弓出形核为主要特征的非连续性动态再结晶,存在亚晶渐进性转动形核的连续性动态再结晶。其中,非连续性动态再结晶在 GH4065A 合金塑性连接的动态再结晶过程中占据主导地位。在两种再结晶机制的协同作用下,再结晶晶粒形核并长大,从而有效促进界面晶界的迁移与原始界面的消除,实现连接界面的愈合。

(3)GH4065A 合金的塑性连接接头界面冶金结合形成过程存在三个阶段:前期通过施加一定的压力使试样贴合,闭合试样之间的孔洞。中期在应变的驱动下界面晶界向连接界面弓出,随后在弓出部位发生动态再结晶和晶粒长大。最后,连接界面被动态再结晶晶粒占据、取代,形成了冶金结合程度较高的接头。

参考文献

[1]　曲敬龙, 易出山, 陈竞炜, 等. GH4720Li 合金中析出相的研究进展[J]. 材料工程, 2020, 48(8): 73-83.
QU J L, YI C S, CHEN J W, et al. Research progress of precipitated phase in GH4720Li superalloy[J]. Journal of Materials Engineering, 2020, 48(8): 73-83.

[2] 徐鹤，汪煜，刘德林，等. 粉末高温合金 FGH4095 和 FGH4096 的抗高温氧化性能[J]. 材料工程，2023，51(4)：122-131.
XU H，WANG Y，LIU D L，et al. High temperature oxidation resistance of PM superalloys FGH4095 and FGH4096[J]. Journal of Materials Engineering，2023，51(4)：122-131.

[3] 白云瑞，胡钰昊，钟燕，等. GH4096 合金在长期热暴露过程中的组织演化[J]. 金属热处理，2020，46(6)：108-113.
BAI Y R，HU Y H，ZHONG Y，et al. Microstructure evolution of GH4096 alloy during long-term thermal exposure[J]. Heat Treatment of Metals，2020，46(6)：108-113.

[4] 赵光普，黄烁，张北江，等. 新一代镍基变形高温合金 GH4065A 的组织控制与力学性能[J]. 钢铁研究学报，2015，27(2)：37-44.
ZHAO G P，HUANG S，ZHANG B J，et al. Microstructure control and mechanical properties of the newest nickel-based wrought superalloy GH4065A[J]. Journal of Iron and Steel Research，2015，27(2)：37-44.

[5] 张北江，黄烁，张文云，等. 变形高温合金盘材及其制备技术研究进展[J]. 金属学报，2019，55(9)：1095-1114.
ZHANG B J，HUANG S，ZHANG W Y，et al. Recent development of nickel-based disc alloys and corresponding cast-wrought processing techniques[J]. Acta Metallurgica Sinica，2019，55(9)：1095-1114.

[6] NING Y，YAO Z，GUO H，et al. Structural-gradient-materials produced by gradient temperature heat treatment for dual-property turbine disc[J]. Journal of Alloys and Compounds，2013，557：27-33.

[7] SABER E，ABD-ELSALAM A. A theoretical model for investigating the thermo-mechanical performance of functionally graded rotating discs with varying grading index values[J]. Forces in Mechanics，2022，8：100103.

[8] CAIRO R R，SARGENT K A. Twin web disk：a step beyond convention[J]. J. Eng. Gas Turbines Power，2002，124(2)：298-302.

[9] LI L，TANG Z，LI H，et al. Multidisciplinary design optimization of twin-web turbine disk with pin fins in inner cavity[J]. Applied Thermal Engineering，2019，161：114104.

[10] 张北江，赵光普，张文云，等. 高性能涡轮盘材料 GH4065 及其先进制备技术研究[J]. 金属学报，2015，51(10)：1227-1234.
ZHANG B J，ZHAO G P，ZHANG W Y，et al. Investigation of high performance disc alloy GH4065 and associated advanced processing techniques[J]. Acta Metallurgica Sinica，2015，51(10)：1227-1234.

[11] ARIASETA A，KHAN A K，ANDERSSON J，et al. Microstructural study of keyhole TIG welded nickel-based superalloy G27[J]. Materials Characterization，2023，204：113178.

[12] AI Y，YAN Y，DONG G，et al. Investigation of microstructure evolution process in circular shaped oscillating laser welding of Inconel 718 superalloy[J]. International Journal of Heat and Mass Transfer，2023，216：124522.

[13] 赵桐，唐振云，刘巧沐，等. GH4065A 合金电子束焊接工艺及接头组织性能[J]. 材料导报，2020，34(22)：22105-22110.
ZHAO T，TANG Z Y，LIU Q M，et al. Electron beam welding process and microstructure and properties of joint of GH4065A alloy[J]. Materials Reports，2020，34(22)：22105-22110.

[14] LIU F C，NELSON T W. Grain structure evolution，grain boundary sliding and material flow resistance in friction welding of alloy 718[J]. Materials Science and Engineering：A，2018，710：280-288.

[15] SHI J，LIU J，JIN F，et al. Diffusion bonding of FGH98 superalloy and DD5 single crystal using pure Ni interlayer[J]. Materials Today Communications，2023，37：107003.

[16] ZHANG J Y，SUN M Y，XU B，et al. Evolution of the interfacial microstructure during the plastic deformation bonding of copper[J]. Materials Science and Engineering：A，2019，746：1-10.

[17] ZHANG J Y，XU B，SUN M Y，et al. Effect of strain rate on plastic deformation bonding behavior of Ni-based superalloys[J]. Journal of Materials Science & Technology，2020，40：54-63.

[18] ZHANG J Y，XU B，TARIQ N H，et al. Microstructure evolutions and interfacial bonding behavior of Ni-based superalloys during solid state plastic deformation bonding[J]. Journal of Materials Science & Technology，2020，46：1-11.

[19] XIONG J，YUAN L，ZHU Y，et al. Diffusion bonding of nickel-based superalloy GH4099 with pure nickel interlayer[J]. Journal of Materials Science，2019，54(8)：6552-6564.

[20] REN S，BAI X，LIU S，et al. Interface healing mechanism of fine-grained Ni-Co-based superalloy during hot-compression bonding[J]. Journal of Materials Science & Technology，2024，173：45-53.

[21] ZHANG B，WANG Z，YU H，et al. Microstructural origin and control mechanism of the mixed grain structure in Ni-based superalloys[J]. Journal of Alloys and Compounds，2022，900：163515.

[22] YU H，WANG Z，NING Y，et al. DRX mechanisms of a Ni-Co-W type superalloy with typical columnar grains during hot compression[J]. Journal of Alloys and Compounds，2023，959：170533.

[23] MONAJATI H，TAHERI A K，JAHAZI M，et al. Deformation characteristics of isothermally forged UDIMET 720 nickel-base superalloy[J]. Metallurgical and Materials Transactions A，2005，36：895-905.

[24] HUANG K E，LOGÉ R E. A review of dynamic recrystallization phenomena in metallic materials[J]. Materials & Design，2016，111：548-574.

[25] XIE B，YU H，SHENG T，et al. DDRX and CDRX of an as-cast nickel-based superalloy during hot compression at γ′ sub-/super-solvus temperatures[J]. Journal of Alloys and Compounds，2019，803：26-30.

[26] ZHANG B, YONGQUAN N, ZHAOTIAN W, et al. PPB structure elimination, DRX nucleation mechanisms and grain growth behavior of the 3rd-generation PM superalloy for manufacturing aviation components[J]. Chinese Journal of Aeronautics, 2024, 37(1):325-344.

[27] XIE B, ZHANG B, NING Y, et al. Mechanisms of DRX nucleation with grain boundary bulging and subgrain rotation during the hot working of nickel-based superalloys with columnar grains[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2019, 786: 636-647.

[28] XIE B, ZHANG B, YU H, et al. Microstructure evolution and underlying mechanisms during the hot deformation of 718plus superalloy[J]. Materials Science and Engineering: A, 2020, 784: 139334.

[29] CHEN L, ZHANG B, YANG Y, et al. Evolution of hot processing map and microstructure of as-forged nickel-based superalloy during hot deformation[J]. Journal of Materials Research and Technology, 2023, 24: 7638-7653.

[30] 李卓然, 于康, 刘兵, 等. GH4169 合金真空扩散连接接头的组织和性能[J]. 焊接学报, 2010, 31(11):13-16.
LI Z R, YU K, LIU B, et al. Microstructure and properties of GH4169 vacuum diffusion bonded joint[J]. Transactions of the China Welding Institution, 2010, 31(11):13-16.

基金项目:国家自然科学基金(52175363)

收稿日期:2023-12-18;**修订日期**:2024-10-15

通讯作者:宁永权(1982—),男,副教授,博士生导师,研究方向为金属材料热制造,联系地址:西安市碑林区友谊西路127号西北工业大学材料学院(710072),E-mail:luckyning@nwpu.edu.cn

(本文责编:张宝玲)

引用格式：徐福泽，蔺永诚，马德新，等. 两种镍基单晶高温合金组织演变和再结晶行为[J]. 材料工程，2025，53(1)：110-120.
XU Fuze, LIN Yongcheng, MA Dexin, et al. Microstructure evolution and recrystallization behavior of two nickel-based single crystal superalloys[J]. Journal of Materials Engineering, 2025, 53(1): 110-120.

两种镍基单晶高温合金组织演变和再结晶行为

Microstructure evolution and recrystallization behavior of two nickel-based single crystal superalloys

徐福泽[1,2]，蔺永诚[1*]，马德新[2,3]，何道广[1]，赵运兴[2,3]，
李 侣[2]，程博文[2]，邓阳丕[2]
（1 中南大学 机电工程学院，长沙 410083；2 深圳市万泽中南研究院有限公司，广东 深圳 518045；3 中南大学 粉末冶金研究院，长沙 410083）
XU Fuze[1,2], LIN Yongcheng[1*], MA Dexin[2,3], HE Daoguang[1], ZHAO Yunxing[2,3], LI Lyu[2], CHENG Bowen[2], DENG Yangpi[2]
(1 School of Mechanical and Electrical Engineering, Central South University, Changsha 410083, China; 2 Shenzhen Wedge Central South Research Institute Co., Ltd., Shenzhen 518045, Guangdong, China; 3 Powder Metallurgy Research Institute, Central South University, Changsha 410083, China)

摘要：以单晶高温合金CMSX-4和DD5为研究对象，设计并制备了一种含5级平台的单晶试板铸件，选取晶体取向基本相同的铸件研究其在经1300 ℃/2 h和1310 ℃/4 h两种固溶热处理后的再结晶行为。结果表明：CMSX-4比DD5具有更强的再结晶倾向。经1300 ℃固溶热处理后，CMSX-4单晶试板在第2～5级平台下端转角处均出现了再结晶现象，且随着固溶热处理温度的升高，再结晶的面积越大。而DD5单晶试板经1300 ℃固溶热处理后并未出现再结晶现象，当固溶温度升至1310 ℃时，仅在第4级外侧平台发现了较小面积的再结晶。铸态和固溶热处理态的CMSX-4合金显微缩孔和共晶组织含量均大于DD5合金。更高含量的共晶组织和显微缩孔为CMSX-4铸件提供了更多的再结晶形核位置和数量，而高于γ′相溶解温度的固溶热处理减弱了粗大γ′相对再结晶长大的钉扎阻碍作用，高熔点的碳化物以及残余共晶成为阻碍再结晶长大的重要影响因素。此外，高含量的Co元素降低了CMSX-4合金的层错能，使其表现出更高的再结晶倾向。

关键词：单晶高温合金；CMSX-4；DD5；再结晶；塑性应变
doi：10.11868/j.issn.1001-4381.2024.000381
中图分类号：TG146 **文献标识码**：A **文章编号**：1001-4381(2025)01-0110-11

Abstract: This study focuses on the single crystal (SC) superalloys CMSX-4 and DD5, designing and fabricating a SC test plate casting with five distinct stages. Castings with the same crystal orientation are selected to investigate their recrystallization (RX) behavior after solution heat treatment at 1300 ℃ for 2 h and 1310 ℃ for 4 h. The results indicate that CMSX-4 exhibits a stronger tendency for RX compared to DD5. Following a solution heat treatment at 1300 ℃, the CMSX-4 SC test plate displayed RX at the lower corners of 2-5 stage platforms, with the extent of RX expanding as the solution heat treatment temperature rose. Conversely, no RX was detected in the DD5 SC test plate post-treatment at 1300 ℃. Elevating the solution temperature to 1310 ℃ results in only a minor area of RX on the outer platform of the fourth stage in the DD5 SC test plate. The micro-shrinkage porosity and eutectic content of the as-cast and

solution heat treated CMSX-4 alloy are both higher than those of the DD5 alloy. The higher content of eutectic and micro-shrinkage porosity provides more nucleation sites and quantities for RX in the CMSX-4 alloy, while the solution heat treatment temperatures above the γ′ phase dissolution temperature weakens the pinning effect of coarse γ′ phase on RX growth, and high melting point carbides and residual eutectic become important factors hindering RX growth. In addition, the high content of Co element reduces the stacking fault energy of the CMSX-4 alloy, making it with a high recrystallization tendency.

Key words: single crystal superalloy; CMSX-4; DD5; recrystallization; plastic strain

高温合金具有出色的高温抗氧化性能和蠕变性能，而单晶高温合金相对于多晶组织呈现出更优异的高温综合力学性能，广泛应用于航空发动机涡轮叶片的生产[1-2]。先进航空发动机单晶涡轮叶片具有非常复杂的结构特征：薄壁、空心以及截面突变等，在单晶叶片的铸造过程中难免会产生铸造应力，以及诸如机械加工和磕碰等冷变形引起的局部应力集中，经热处理或在后期服役过程中应力集中部位极易诱发再结晶[3-4]。而再结晶晶粒引入的横向晶界，极大降低了单晶高温合金蠕变、持久和疲劳性能，对单晶叶片的使用带来极为不利的影响[5-7]。因此，研究单晶高温合金材料的再结晶行为，对于再结晶的抑制具有重要的科学意义和工程应用价值。

单晶高温合金再结晶的问题一直备受关注，诸多学者对其展开了大量研究[8-9]。Porter等[10]比较了几种单晶高温合金的再结晶行为，从再结晶晶界与γ′相的相互作用阐明了再结晶演变的基本规律。Bond等[11]讨论了γ′的溶解温度与再结晶行为之间的关系。这些分析为高温合金再结晶的研究奠定了基础，阐明了高温合金再结晶的物理本质是由γ′溶解控制的高能畸变组织向低能未变形组织转变的物理过程[12-13]。近年来，Wang等[14]研究了高Al含量镍基单晶合金的静态再结晶行为，获得了该合金产生再结晶的临界温度和临界塑性应变范围。赵鹏等[15]研究了两种高代次镍基单晶高温合金热机械疲劳中的再结晶行为，揭示了单晶高温合金热机械疲劳断裂机制。余创等[16]借助先进表征技术研究了Cr对Al-Cu-Mg-Ag合金动态再结晶行为和力学性能的影响。Liu等[17]通过对表面含涂层和无涂层的DD6合金进行喷砂实验，获得了两种状态下均表现出相同的再结晶层微观结构特征。研究发现，W和Re等合金元素，以及碳化物对单晶高温合金再结晶的形成和生长有显著影响[18-21]。作为自主研发的国产合金，DD5镍基单晶高温合金是一种含C，B和Hf的二代镍基高温合金，与典型的第二代镍基单晶高温合金CMSX-4相比，DD5合金中加入了晶界强化元素来提高高温强度，已有诸多学者对其性能等进行了研究[22-24]。而CMSX-4单晶高温合金作为国外非常成熟的二代合金，以其优异的性能和组织稳定性在航空发动机和燃气轮机等领域有着非常广泛的应用。对于两种合金的再结晶行为也开展了诸多研究工作，但在工艺条件和晶体取向等相同条件下的再结晶对比研究却鲜有报道[25-27]。

本工作将基于对叶片模拟件单晶试板开展定向凝固实验，研究CMSX-4和DD5两种合金在定向凝固和固溶热处理过程中的显微组织演变和再结晶行为，为再结晶的研究提供理论基础。

1　实验材料与方法

本实验选用二代单晶高温合金CMSX-4和DD5作为实验研究材料，其名义化学成分如表1所示。设计了包含5级平台的单晶叶片模拟件单晶试板，各级平台分别代表叶片不同高度的叶冠和缘板结构，试板的尺寸如图1(a)所示。通过螺旋选晶方式制备CMSX-4和DD5单晶试板，蜡树组模方式如图1(b)所示，每组共16片试板。用失蜡法制得陶瓷模壳后，在同一个定向凝固炉中以相同的浇注工艺分别进行两种合金的浇注实验。浇注前，模壳保温温度为1550 ℃，合金浇注温度为1520 ℃，定向凝固抽拉速率为3 mm/min。为了便于数据统计和分析，将试板朝向中柱管的一侧记为内侧(A侧)，朝向加热器的一侧记为外侧(B侧)，5级平台自下而上编号为1A到5B，共10个平台(图1(c))。

表1　高温合金CMSX-4和DD5的化学成分(质量分数/%)

Table 1　Nominal composition of CMSX-4 and DD5 alloys(mass fraction/%)

Material	Cr	Co	W	Mo	Al	Ta	Re	Hf	Ti	B	C	Ni
CMSX-4	6.49	9.71	6.41	0.63	5.60	6.52	2.97	0.10	1.01			Bal.
DD5	7.00	7.50	5.00	1.50	6.20	6.50	3.00	0.15		0.004	0.05	Bal.

完成凝固实验后，通过去壳、切割等工序获得试板铸件，对两种合金浇注的单晶试板进行劳厄晶体取向测试，选取[001]取向与铸件轴向偏离角小于10°的单晶试板进行1300 ℃/2 h和1310 ℃/4 h固溶热处理，所选样品的一次晶体取向[001]与铸件轴向的偏离角如表2所示。随后对相应的单晶试板进行宏观腐蚀，用OM，SEM和EBSD等对再结晶形貌和微观组织进行表征。

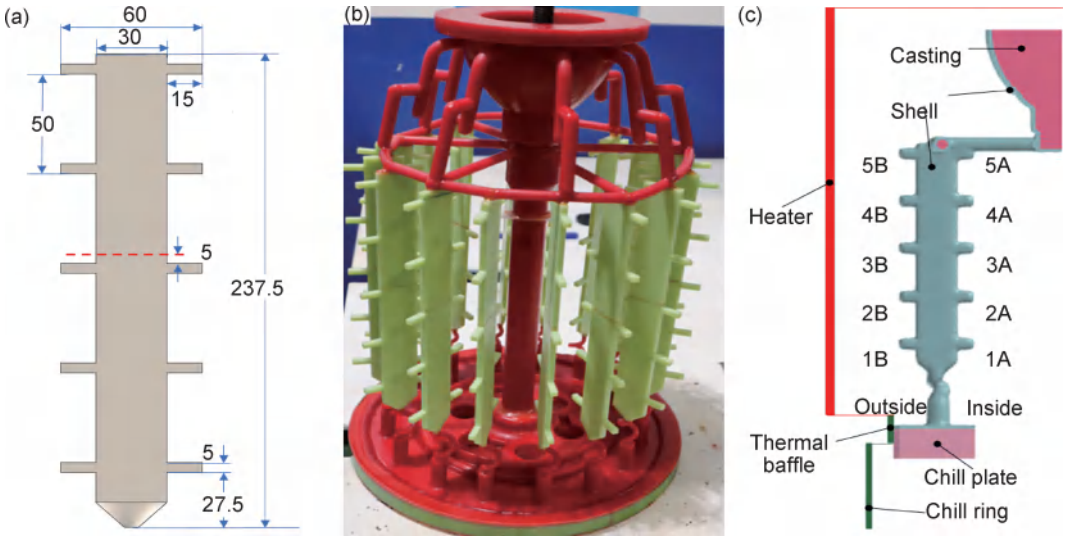


图1 单晶试板的结构和特征

(a)几何形状；(b)蜡模组模照片；(c)完成浇注后模壳在定向凝固炉中的初始位置示意图

Fig. 1 Structure and characteristics of SC test plate

(a)geometry; (b)cluster of wax mold; (c)schematic representation of the initial position of the mold shell in the directional solidification furnace after completion of casting

表2 所用样品的一次晶体取向偏离角

Table 2 Primary crystal orientation deviation angle of samples

Material	Orientation deviation angle/(°)		
	As-cast	1300 ℃/2 h	1310 ℃/4 h
CMSX-4	5.4	8.3,4.5,1.4	10,6.3,3.6
DD5	5.3	8.6,4.6,2.3	9.8,6.1,3.5

2 结果与分析

2.1 两种单晶高温合金铸件的微观组织演变

2.1.1 枝晶形貌和共晶组织

图2所示为CMSX-4和DD5单晶试板在铸态以及经1300 ℃/2 h和1310 ℃/4 h固溶热处理后的枝晶组织，观察区均为单晶试板第3级平台正上方5 mm处的试板叶身区的微观组织(图1(a)中虚线标注位置)。铸态下，两种合金的枝晶形貌相似，均为典型的“十字”花样结构，在枝晶之间存在亮白色的γ/γ′共晶组织，以及黑色斑点状的显微疏松(图2(a-1)，(b-1))。经1300 ℃/2 h固溶热处理后CMSX-4合金和DD5枝晶形貌仍然清晰可见，而当固溶热处理温度升至1310 ℃/4 h后，共晶组织已基本溶解，枝晶界线模糊。

对γ/γ′共晶组织的面积百分比和一次枝晶间距(PDAS)进行检测统计，绘制成图3所示的柱状图。结果显示，铸态下CMSX-4合金的共晶的体积分数为7.48%，远高于DD5合金的0.67%，说明凝固过程中元素偏析在CMSX-4合金中比DD5更明显。这主要是由于CMSX-4合金中Re+W的含量(9.38%，质量分数，下同)高于DD5合金中Re+W的含量(8.0%)，Re和W提高了铸态单晶高温合金的γ′相溶解温度和γ/γ′共晶含量[28]。经1300 ℃固溶热处理后，两种合金的共晶组织均有大幅下降，但CMSX-4合金中残余共晶含量仍有1.26%，DD5残余共晶约为0.10%。随着固溶热处理温度的进一步升高，到1310 ℃时CMSX-4和DD5合金铸件中的残余共晶已完全溶解，如图2(a-3)，2(b-3)所示。CMSX-4单晶试板的PDAS为286.27 μm，小于DD5合金的306.11 μm，PDAS越小越有利于单晶铸件性能的提升。

2.1.2 显微缩孔和碳化物

图4所示为CMSX-4和DD5两种合金在铸态和热处理态下的显微缩孔形貌(黑色斑点状或不规则长针状等)。两种合金在铸态和固溶热处理态下均有显微缩松(铸态显微疏松和固溶态显微缩孔)产生，这主要是由于合金在凝固过程中，枝晶与残余液相共存于

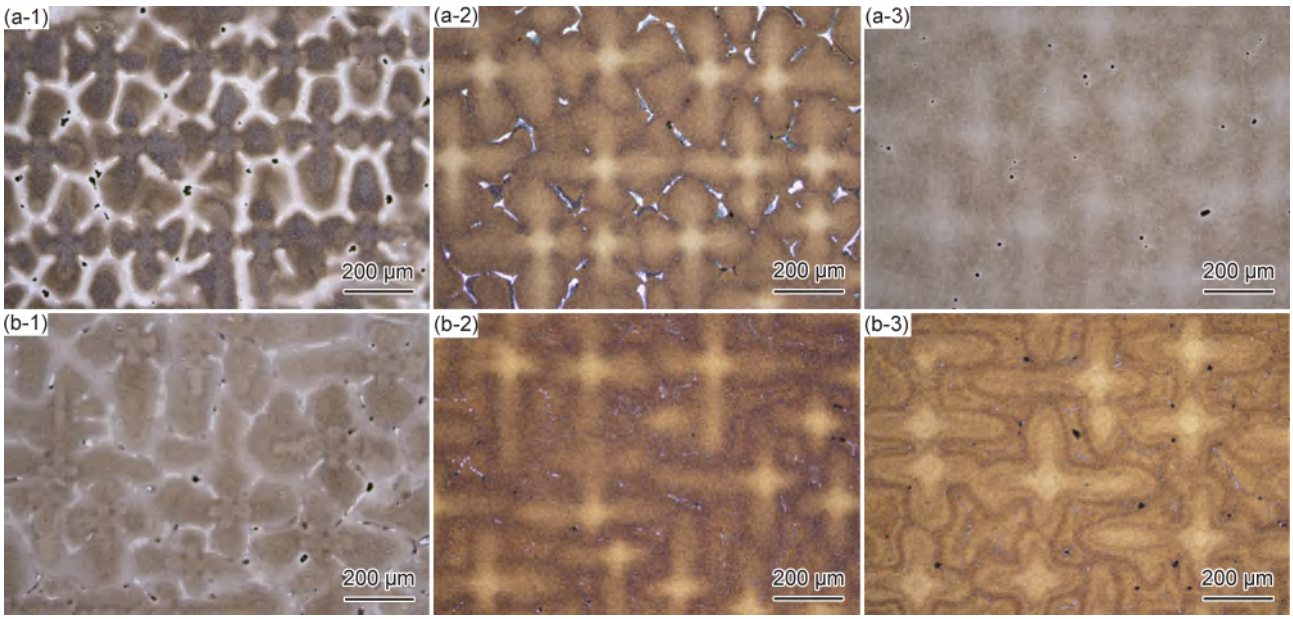


图 2　合金 CMSX-4(a)和 DD5(b)在不同状态下的枝晶组织形貌

(1)铸态;(2)1300 ℃/2 h;(3)1310 ℃/4 h

Fig. 2　Dendritic morphology of CMSX-4(a)and DD5(b) alloys in different states

(1)as cast;(2)1300 ℃/2 h;(3)1310 ℃/4 h

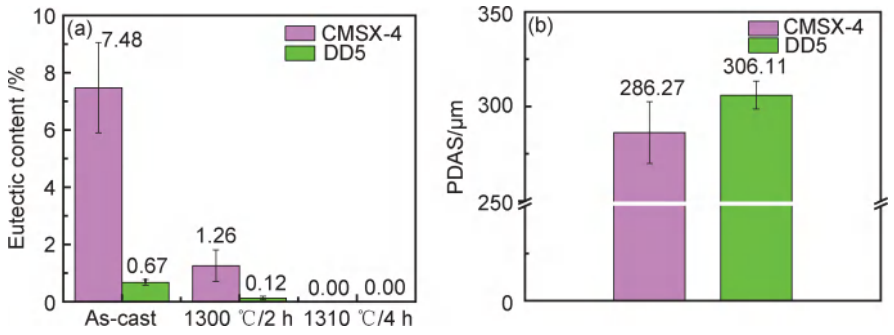


图 3　两种单晶合金铸件中的共晶含量(a)和一次枝晶间距(b)

Fig. 3　Eutectic fraction (a) and primary dendrite arm spacing (b) measured in SC castings of two alloys

糊状区,随着相邻枝晶臂的横向生长、相遇,下方的残余金属液被隔离,无法得到补缩,随后液-固相变时产生体积收缩,形成铸态显微疏松[29-30]。经固溶热处理后,由于元素之间扩散速率不同造成一定数量的小尺寸微孔,导致微孔数量和体积分数进一步增加,形成圆形或者棱角钝化的形貌,固溶热处理温度越高、时间越长,这种现象越明显(图 4(a-2),(a-3),(b-2),(b-3))。显微缩孔属于无法避免的铸造缺陷,应当尽可能减少其发生并细化显微缩孔的尺寸。

对两种合金不同状态下的显微缩孔面积百分比进行统计,绘制成图 5 所示的柱状图,铸态下 CMSX-4 和 DD5 的显微缩孔分别为 0.16% 和 0.05%,经 1300 ℃固溶热处理后显微缩孔百分比分别增加至 0.19% 和 0.09%,随着固溶热处理温度升高至 1310 ℃,两种合金的显微缩孔比进一步增加到 0.20% 和 0.13%。CMSX-4 单晶试板在铸态和热处理态截面处的显微孔洞含量均高于 DD5 单晶试板。

研究表明,Al,Ti 和 Co 对显微缩孔的形成有促进作用,显微缩孔含量随着 Al,Ti 和 Co 含量的增加而增加,而 Cr 可以抑制显微缩孔的形成,Mo 的作用具有二重性,C 对显微缩孔的作用是促进还是抑制,取决于合金中的 Al 的含量[31-32]。Chen 等[33]研究发现 C 的微量加入有利于合金缩孔含量的降低,与本工作的实验结果一致。CMSX-4 合金中 Al,Ti 和 Co 的总的含量为 16.32%,高于 DD5 合金的 13.7%。因此,这可能是本研究中 CMSX-4 合金显微缩孔高于 DD5 合金的原因所在。另,抽拉速率和温度梯度等也会造成显微孔洞的显著增加[30,32]。

由于 C 元素的加入,以及强碳化物形成元素 Ta 和 Hf 等元素富集于枝晶间,DD5 单晶试板在枝晶间区域

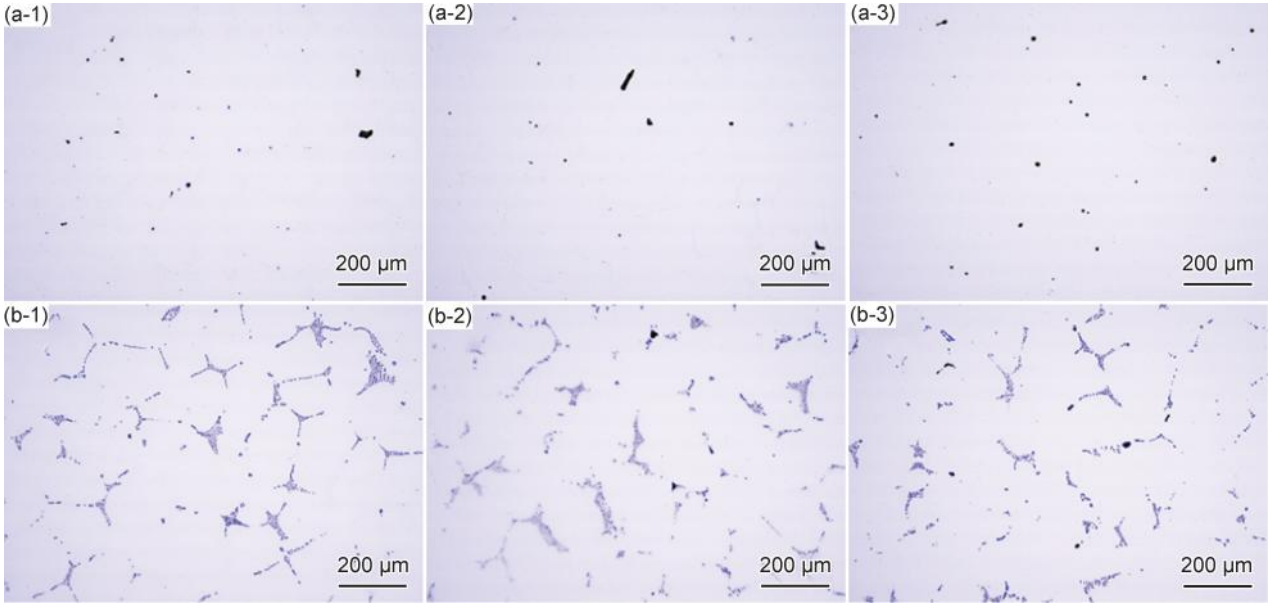


图 4 合金 CMSX-4(a)和 DD5(b)在不同状态下的显微缩松

(1)铸态;(2)1300 ℃/2 h;(3)1310 ℃/4 h

Fig. 4 Micro-shrinkage of alloy CMSX-4 (a) and DD5 (b) in different states

(1)as-cast;(2)1300 ℃/2 h ;(3)1310 ℃/4 h

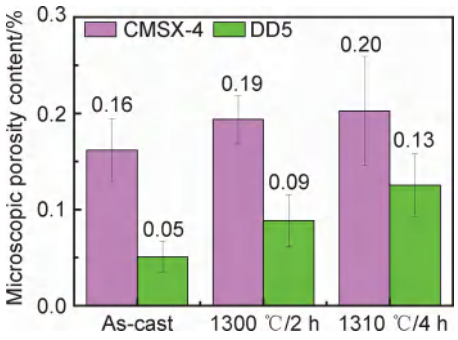


图 5 两种单晶合金固溶热处理前后显微缩孔百分比

Fig. 5 Percentage of microscopic shrinkage in two SC alloys before and after solution heat treatment

有碳化物析出。图 6 展示了图 4 中 DD5 单晶试板碳化物放大后的形貌,可以看出铸态下碳化物呈“鱼骨状”或者“长针状”,经固溶热处理后碳化物含量有所减少但并未完全溶解而是以半连续或者离散的“点状”形式存在于枝晶间区域。

图 7 统计了 DD5 合金铸态和固溶热处理后碳化物的面积百分比,结果显示,铸态碳化物百分含量为 2.19%,而经 1300 ℃和 1310 ℃固溶热处理后,仍有 1.63% 和 1.21% 残存。

2.1.3 γ′析出相的演变

图 8 和图 9 所示为 CMSX-4 和 DD5 两种合金的单晶试板在三种状态下两个区域(枝晶干和枝晶间区域)内的 γ′相形貌,图中亮白色为 γ 基体,被亮白色包裹的灰暗色块状结构为 γ′相。结果显示,枝晶干区域的 γ′相尺寸小于枝晶间区域的 γ′相,经固溶热处理后的 γ′相尺寸更细小、立方度更高,随着固溶热处理温度的升高枝晶干和枝晶间处的 γ′相尺寸差异逐渐减

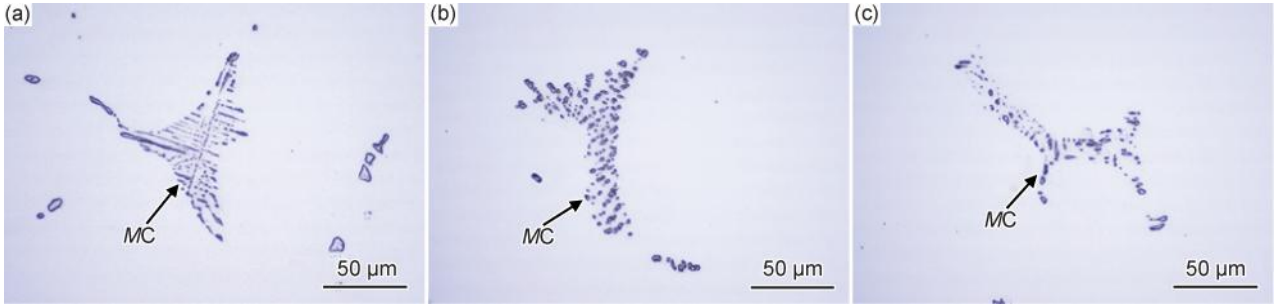


图 6 合金 DD5 铸件中的碳化物形貌

(a)铸态;(b)1300 ℃/2 h;(c)1310 ℃/4 h

Fig. 6 Carbide morphology in DD5 castings

(a)as-cast;(b)1300 ℃/2 h;(c)1310 ℃/4 h

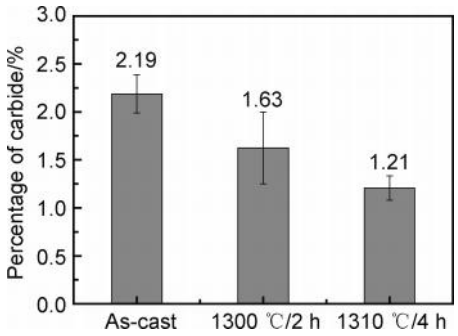


图7　DD5单晶试板铸态和固溶热处理后碳化物的面积百分比

Fig. 7　Percentage of carbides in the as-cast state and after solution heat treatment of the DD5 SC test plate

小。此外，CMSX-4单晶试板的γ′相尺寸略微小于DD5单晶试板。

2.2　两种单晶高温合金铸件的再结晶行为分析

2.2.1　再结晶现象

图10所示为CMSX-4和DD5两种合金浇铸的单晶试板经1300 ℃和1310 ℃固溶热处理后的再结晶形貌和分布规律。结果表明，经1300 ℃固溶热处理后CMSX-4单晶试板在第2～5级平台转角处有再结晶产生（图10(a-1)虚线框选区），而DD5单晶试板并未出现再结晶（图10(b-1)）。当固溶热处理温度升高至1310 ℃时，CMSX-4单晶试板第2～5级平台的转角处均有再结晶产生，且再结晶面积显著增加（图10(a-2)），而DD5单晶试板仅在4B平台转角处有再结晶产生（图10(b-2)）。

对CMSX-4单晶试板平台处的再结晶面积进行统计，结果如图11所示（第1级平台无再结晶，未在柱状图中列出）。结果表明，当固溶热处理温度为1300 ℃时，再结晶面积最小值为0.32 mm^2（2A），而最大值则为0.92 mm^2（4B）；当固溶热处理温度升高至1310 ℃时，再结晶面积最小值为3.47 mm^2（5A），最大值则为17.60 mm^2（4B），再结晶面积增幅为10～18倍。

2.2.2　再结晶行为分析

如上所述，两种化学成分基本相同的DD5和CMSX-4铸件在组模方式、制壳工艺、凝固条件和晶体取向均相同的条件下，经相同固溶热处理后却表现出差异显著的再结晶行为，CMSX-4合金比DD5合金更容易产生再结晶。本工作两种合金铸件的制备工艺条件一致，因此在合金凝固过程中所受到的变形能基本相同。濮晟等[18]研究发现在相同热处理温度下，不含难熔元素Re和W的单晶高温合金再结晶面积最大，含Re单晶高温合金的再结晶面积大于含W单晶高温合金，同时添加Re和W的单晶高温合金再结晶面积最小，说明同时添加Re和W能进一步加强对再结晶的抑制作用。而本工作中CMSX-4合金W的质量分数（6.41%）比DD5合金中W的质量分数（5.0%）

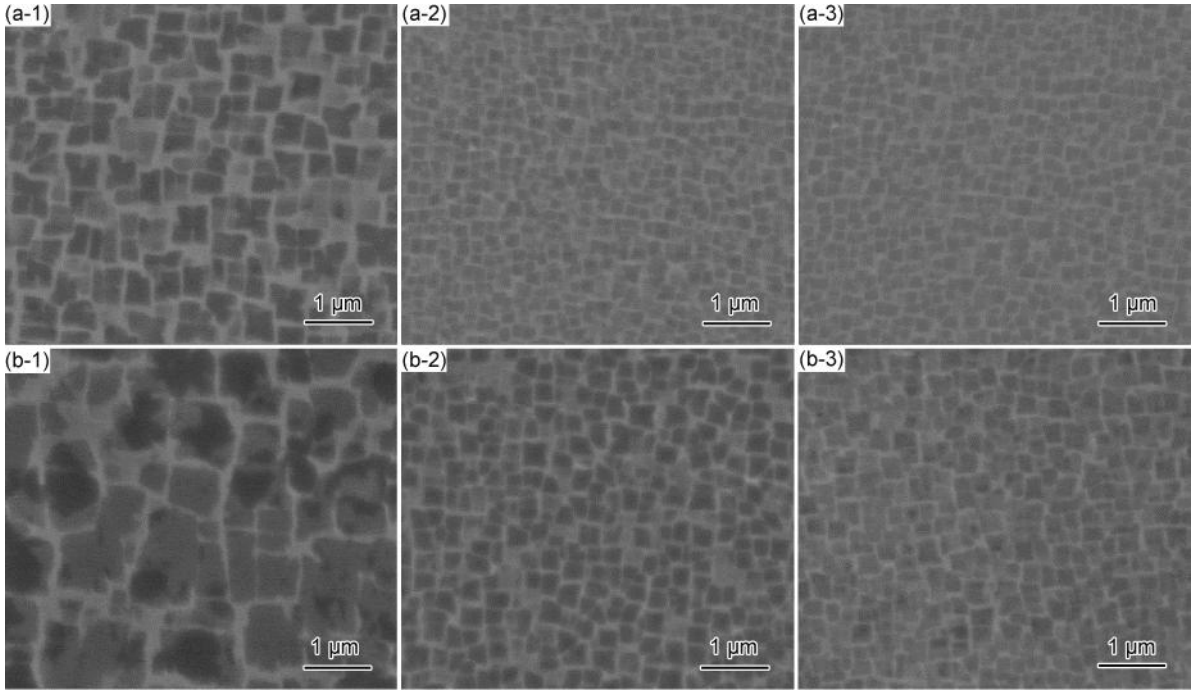


图8　CMSX-4单晶铸件枝晶干(a)和枝晶间(b)在不同状态下的γ′相形貌

(1)铸态；(2)1300 ℃/2 h；(3)1310 ℃/4 h

Fig. 8　Morphology of γ′ in the dendrite (a) and interdendritic regions (b) of CMSX-4 SC casting under various conditions

(1)as-cast; (2)1300 ℃/2 h ; (3)1310 ℃/4 h

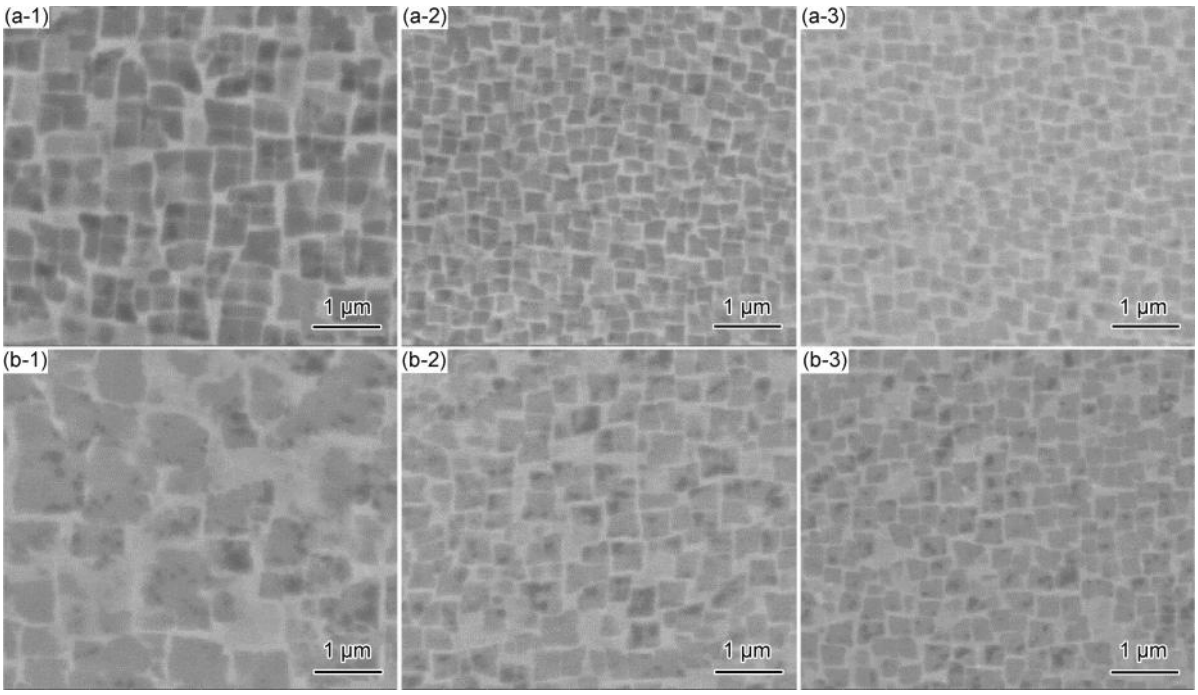


图 9 DD5 单晶铸件枝晶干(a)和枝晶间(b)在不同状态下的γ′相形貌
(1)铸态;(2)1300 ℃/2 h;(3)1310 ℃/4 h

Fig. 9 Morphology of γ′ in the dendrite (a) and interdendritic regions (b) of DD5 SC casting under various conditions
(1)as-cast;(2)1300 ℃/2 h;(3)1310 ℃/4 h

高,说明 W 含量的进一步增加不一定能加强对再结晶的抑制作用,同时也说明 CMSX-4 和 DD5 两种合金表现出的不同再结晶行为,有其更为复杂的影响因素。再结晶的物理本质是由铸态γ′相溶解控制的高能态畸变组织向低能态无畸变组织转变的过程[34]。Wang 等[35]认为镍基单晶高温合金中的碳化物随着 C 含量的增加而增加,合金表面再结晶深度受碳化物含量的影响先升高后降低。另一方面,*M*C 碳化物和纳米尺度的 $M_{23}C_6$ 碳化物能有效地阻碍位错运动[36]。

单晶高温合金再结晶一般由形核、长大和晶粒粗化等过程组成,形核是再结晶过程的初始阶段,而再结晶长大和粗化过程主要和变形储存能、晶粒取向以及合金偏析程度等有关。再结晶晶粒易于在枝晶干区形核,王莉[37]发现在枝晶间区γ/γ′共晶、碳化物以及缩孔都是诱发再结晶形核的位置,同时认为热处理温度也会对再结晶形核点产生影响,在热处理温度较低时 CMSX-4 合金以枝晶间颗粒诱发再结晶形核为主,而在热处理温度较高时则以枝晶干形核为主。在变形过程中,碳化物很难与周围基体协调变形,因而易在碳化物周围形成应力集中。如图 12 所示,本工作通过对 DD5 合金变形试样进行 EBSD 实验,发现枝晶间的碳化物有再结晶形核。对反极图(图 12(b))中碳化物和共晶组织与基体的取向进行测量,结果显示碳化物与基体之间存在 4°~6°左右的取向差,而附着在碳化物旁边的共晶组织晶体取向与基体保持一致(图 12(c))。

如图 13 所示,采用热力学计算软件 JMatPro 获得了 CMSX-4 和 DD5 两种合金的析出相随温度的变化曲线。显然,CMSX-4 和 DD5 液相线温度接近,分别为 1379 ℃和 1378 ℃,而固相线温度 CMSX-4(1330 ℃)略高于 DD5(1320 ℃)。值得注意的是,CMSX-4 合金中γ′相的溶解温度低于 DD5,且 DD5 合金中存在 *M*C 型碳化物,其溶解温度高达 1357 ℃,高于本实验固溶热处理温度。说明在固溶热处理过程中,DD5 合金仍有未完全溶解的 *M*C 型碳化物,实验结果也发现经 1300 ℃和 1310 ℃固溶热处理后 DD5 合金仍有未溶解的碳化物。其次,对比碳化物和γ/γ′共晶,碳化物的硬度高于γ/γ′共晶,因此本工作研究认为,碳化物的存在是 DD5 单晶合金相对 CMSX-4 合金更难产生再结晶的主要原因之一。而王莉[37]在 CMSX-4 合金中加入少量的碳,再结晶深度没有增加,反而下降,与本工作的实验中 DD5 合金含少量的碳而再结晶倾向性却更小的结果相似。与此同时,DD5 合金中平均γ′相尺寸大于 CMSX-4 合金,而粗大的γ′相对再结晶的长大也有一定的钉扎作用,这一观点受到了广泛的认可和佐证[38]。

此外,CMSX-4 合金中 Co 含量(9.71%)高于

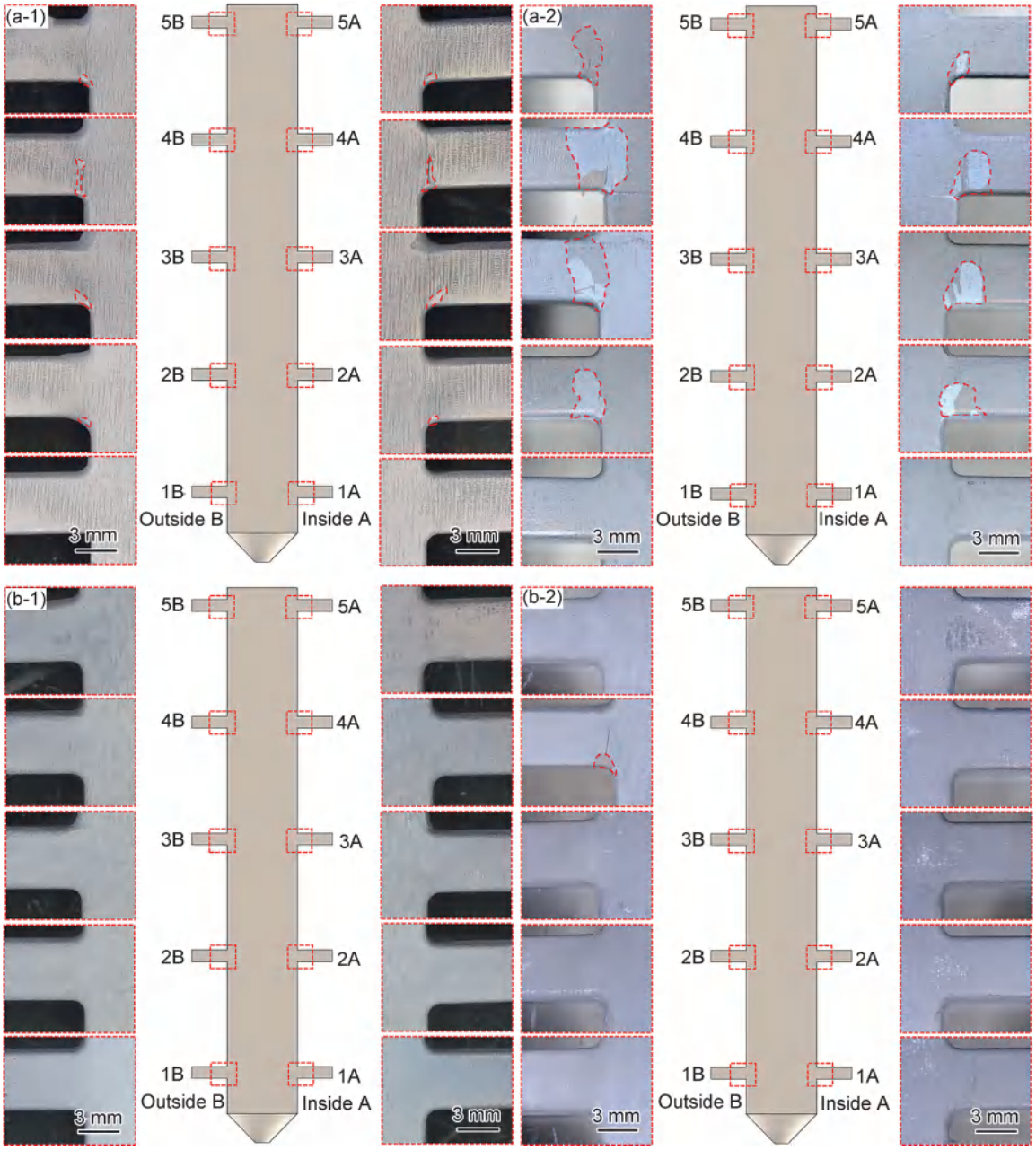


图 10　合金 CMSX-4(a)和 DD5(b)在不同状态下的再结晶分布　(1)1300 ℃/2 h;(2)1310 ℃/4 h

Fig. 10　Recrystallization distribution of CMSX-4 (a) and DD5 (b) alloys in different states　(1)1300 ℃/2 h ;(2)1310 ℃/4 h

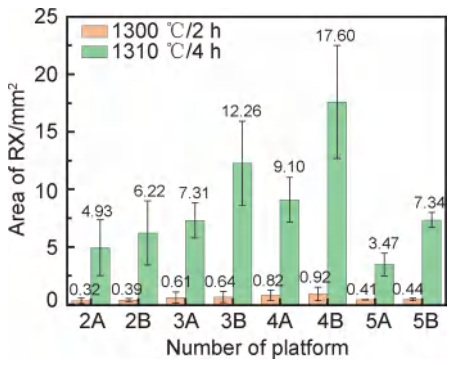


图 11　CMSX-4 单晶试板平台处的再结晶面积统计图

Fig. 11　Statistics of the RX area on the platform of CMSX-4 SC test plate

DD5(7.5%),CMSX-4 中 γ′相的溶解温度(1255 ℃)低于 DD5 合金中 γ′相的溶解温度(1260 ℃)。对于镍基单晶高温合金而言,Co 含量的增加能有效降低 γ′相的溶解温度,降低镍基高温合金的层错能[34,38]。较高的层错能可减少位错分解为部分位错,有助于通过攀移和交叉滑移进行回复,从而降低位错密度和再结晶的驱动力[34]。在高于 γ′溶解温度下进行固溶热处理时,较低的驱动力将导致较少的再结晶。因此,相对较低的层错能合金 CMSX-4 表现出更大的再结晶倾向。Mathur 等[38]通过对(DOE)系列单晶高温合金进行实验设计,制备了不同含量的 Co,

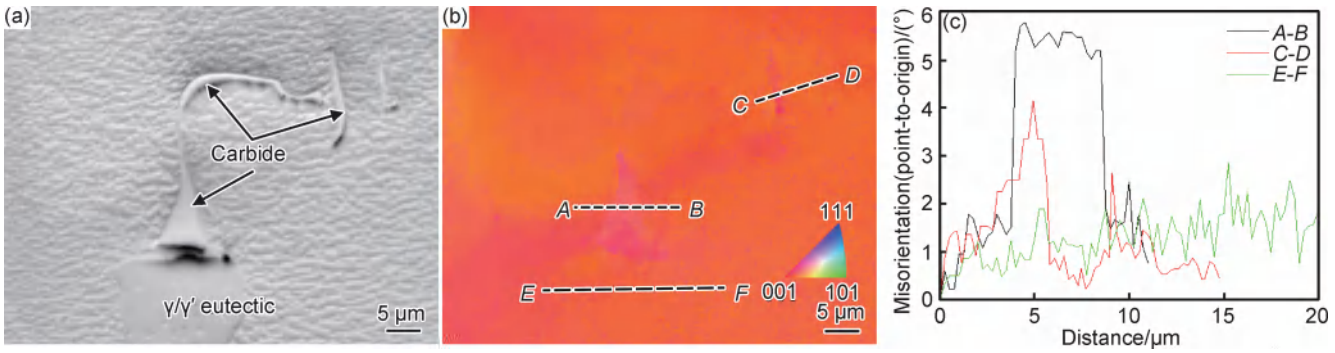


图 12 碳化物诱发再结晶形核

(a)碳化物和共晶组织微观形貌;(b)反极图;(c)取向差

Fig. 12 Carbide induced RX nucleation

(a)carbide and eutectic microstructure morphology;(b)inverse pole figure;(c)misorientation

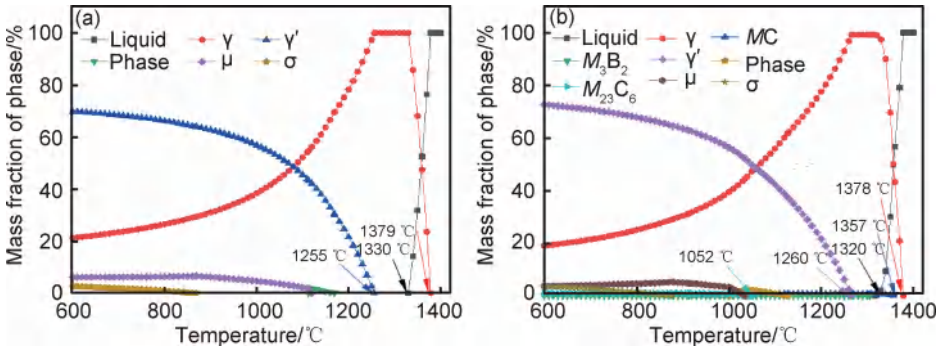


图 13 镍基单晶高温合金 CMSX-4(a)和 DD5(b)析出相的溶解行为

Fig. 13 Dissolution behavior of precipitated phases in Ni-based single crystal superalloys CMSX-4(a) and DD5(b)

Mo,W 和 Ru 的 LDSX 合金,以及只有 Ru 元素变化的 UCSX 2 合金,并与 CMSX-4 进行了对比,结果显示高 Co 合金表现出了更大的再结晶敏感性,与本研究结果一致。

综上,更高含量的共晶组织和显微缩孔为 CMSX-4 铸件提供了更多的再结晶形核位置和数量,而高于 γ′相溶解温度的固溶热处理减弱了粗大 γ′相对再结晶长大的钉扎阻碍作用,高熔点的碳化物以及残余共晶成为阻碍再结晶长大的重要影响因素。此外,高含量的 Co 元素降低了 CMSX-4 合金的层错能,使其表现出更高的再结晶倾向。

2.3 不同位置的再结晶行为分析

实验结果还发现 CMSX-4 单晶试板平台处的再结晶面积与平台所处高度位置有关,即从第 1 级到第 4 级平台再结晶面积逐渐增大,但到第 5 级平台时再结晶面积反而减小。这是因为单晶铸件是自下而上凝固成型,下部已经凝固部分的冷却收缩会对上部顺序凝固的各级平台形成拉力,位置越高则收缩量的积累越大,受到模壳阻碍形成的形变越大,热处理时再结晶倾向就越大。但最高层第 5 级平台已处于铸件凝固的终端,温度梯度大幅下降。另外,第 5 级平台靠近粗大的横浇道和浇口杯,冷却和变形速度明显变慢,因而导致再结晶显著减少。本团队以及相关学者在前期的研究结果中也发现了相同的现象,并进行了分析解释[39-41]。

除此之外,也发现平台面向或者背向加热器再结晶行为也存在差异。这是因为试板外侧在加热区内面对加热器的直接辐射,温度较高;而在下降到冷却区时面对冷却环,散热很快,因而比起内侧有着较高的温度梯度和冷却速率。而内侧平台在加热区背对加热器,处于热辐射的阴影区,接收到的辐射热量比外侧低,在下降到冷却区时背对冷却环,不能有效散热,因而具有较低的冷却速率和收缩速率,继而产生较少的应力和形变,在后续的热处理过程中再结晶面积相应减小。针对以上现象本团队通过 ProCAST 软件对铸件凝固过程中的应力进行了模拟分析,并获得了与再结晶对应的等效塑性应变,即再结晶严重的位置,其等效塑性应变也相应更大[39]。

3 结论

(1) 铸态下 CMSX-4 试板的共晶含量为 7.48%,

远高于DD5试板的0.67%，经1300 ℃固溶热处理后，两种合金的试板共晶含量分别降至1.26%和0.10%；当固溶温度升高到1310 ℃时，两种合金的残余共晶都完全溶解。

（2）CMSX-4单晶试板在铸态和热处理态的显微孔洞含量均高于DD5单晶试板，经1300 ℃和1310 ℃固溶热处理后，显微孔洞含量均有所提升。较高含量的Al，Ti和Co以及较低含量的Cr元素，是导致CMSX-4比DD5具有更多显微孔洞的重要原因。铸态下DD5合金的枝晶间区域有“鱼骨状”或者“长针状”的碳化物析出，经1300 ℃和1310 ℃固溶热处理后仍有残存。

（3）在相同的制备工艺和热处理条件下，晶体取向基本相同的CMSX-4比DD5具有更强的再结晶倾向。原因可能是共晶组织和显微缩孔为CMSX-4铸件提供了更多的再结晶形核位置和数量；其次，更高含量的Co元素降低了CMSX-4合金的层错能，使其表现出更高的再结晶倾向性。而残余碳化物成为阻碍DD5合金再结晶长大的重要影响因素。

参考文献

[1] 张健，王莉，王栋，等. 镍基单晶高温合金的研发进展[J]. 金属学报，2019，55(9)：1077-1094.
ZHANG J，WANG L，WANG D，et al. Recent progress in research and development of nickel-based single crystal superalloys [J]. Acta Metallurgica Sinica，2019，55(9)：1077-1094.

[2] 肖久寒，姜卫国，李凯文，等. 利用引晶技术制备大尺寸镍基单晶涡轮导向叶片[J]. 航空材料学报，2023，43(3)：22-31.
XIAO J H，JIANG W G，LI K W，et al. Manufacturing of large size nickel-based single crystal turbine guide vanes by grain continuator technology [J]. Journal of Aeronautical Materials，2023，43(3)：22-31.

[3] XU F Z，LIN Y C，MA D X，et al. Effects of crystal orientation and external stress on the static recrystallization behavior of an Ni-based single-crystal superalloy[J]. Materials，2024，17(13)：3123.

[4] HAN C，ZHOU M，ZOU L，et al. Study on subsurface damage and recrystallization of single crystal superalloy in scratching with single diamond grain [J]. Journal of Manufacturing Processes，2022，81：301-310.

[5] 张兵，刘德林，陶春虎，等. 表面再结晶对单晶高温合金SRR99中温持久性能及断裂行为的影响[J]. 航空材料学报，2012，32(6)：85-89.
ZHANG B，LIU D L，TAO C H，et al. Influence of surface recrystallization on intermediate-temperature stress rupture property and fracture behavior of single crystal superalloy SRR99[J]. Journal of Aeronautical Materials，2012，32(6)：85-89.

[6] 熊继春，李嘉荣，孙凤礼，等. 单晶高温合金DD6再结晶组织及其对持久性能的影响[J]. 金属学报，2014，50(6)：737-743.
XIONG J C，LI J R，SUN F L，et al. Microstructure of recrystallization and their effects on stress rupture property of single crystal superalloy DD6[J]. Acta Metallurgica Sinica，2014，50(6)：737-743.

[7] 韩梅，谢洪吉，李嘉荣，等. 再结晶对DD6单晶高温合金轴向高周疲劳性能的影响[J]. 材料工程，2019，47(6)：161-168.
HAN M，XIE H J，LI J R，et al. Effect of recrystallization on axial high cycle fatigue properties of DD6 single crystal superalloy [J]. Journal of Materials Engineering，2019，47(6)：161-168.

[8] LIN S，CHEN K，ZENG Q，et al. A method for increasing the supersolvus critical strain for recrystallization in single-crystal superalloys[J]. Materials Research Letters，2023，11(10)：856-862.

[9] LI Z，XIONG J，XU Q，et al. Deformation and recrystallization of single crystal nickel-based superalloys during investment casting [J]. Journal of Materials Processing Technology，2015，217：1-12.

[10] PORTER A，RALPH B. The recrystallization of nickel-base superalloys [J]. Journal of Materials Science，1981，16 (3)：707-713.

[11] BOND S D，MARTIN J W. Surface recrystallization in a single crystal nickel-based superalloy[J]. Journal of Materials Science，1984，19：3867-3872.

[12] 陶春虎，张卫方，李运菊，等. 定向凝固和单晶高温合金的再结晶[J]. 失效分析与预防，2006，1(4)：1-9.
TAO C H，ZHANG W F，LI Y J，et al. Recrystallization of directionally solidified and single crystal superalloy [J]. Failure Analysis and Prevention，2006，1(4)：1-9.

[13] ZHANG B，TAO C H，LU X，et al. Recrystallization of single crystal nickel-based superalloy[J]. Journal of Iron Steel Research International，2009，16 (6)：75-79.

[14] WANG Q，HU B，ZHAO H，et al. Evolution of static recrystallization microstructure caused by residual strain of an Al-richen Ni-based single crystal superalloy[J]. Materials Science and Engineering：A，2024，894：146188.

[15] 赵鹏，谢光，段慧超，等. 两种高代次镍基单晶高温合金热机械疲劳中的再结晶行为[J]. 金属学报，2023，59(9)：1221-1229.
ZHAO P，XIE G，DUAN H C，et al. Recrystallization during thermo-mechanical fatigue of two high-generation ni-based single crystal superalloys[J]. Acta Metallurgica Sinica，2023，59(9)：1221-1229.

[16] 余创，张海涛，邹晶，等. Cr对Al-Cu-Mg-Ag合金动态再结晶行为和力学性能的影响[J]. 材料工程，2024，52(10)：80-89.
YU C，ZHANG H T，ZOU J，et al. Effect of Cr on dynamic recrystallization behavior and mechanical properties of Al-Cu-Mg-Ag alloys[J]. Journal of Materials Engineering，2024，52(10)：80-89.

[17] LIU D，CAI H，MU R，et al. Effect of grit-blasting on the recrystallization behavior of DD6 single-crystal superalloy coated with NiCoCrAlYHf [J]. Journal of Alloys and Compounds，2024，983：173861.

[18] 濮晟，谢光，郑伟，等. W和Re对固溶态镍基单晶高温合金变形和再结晶的影响[J]. 金属学报，2015，51(2)：239-248.
PU S，XIE G，ZHENG W，et al. Effect of W and Re on deformation and recrystallization of solution heat treated Ni-based single crystal superalloys [J]. Acta Metall Sin，2015，51(2)：

239-248.

[19] LUO L, RU Y, QIN L, et al. Effects of alloyed aluminum and tantalum on the topological inversion behavior of Ni-based single crystal superalloys at high temperature[J]. Advanced Engineering Materials, 2019, 21:1800793.

[20] WANG L, XIE G, ZHANG J, et al. On the role of carbides during the recrystallization of a directionally solidified nickel-base superalloy[J]. Scripta Materialia, 2006,55: 457-460.

[21] SHANG Z, NIU H, WEI X, et al. Microstructure and tensile behavior of nickel-based single crystal superalloys with different Re contents[J]. Journal of Materials Research and Technology, 2022,18:2458-2469.

[22] CUI R, HUANG Z. Microstructual evolution and stability of second generation single crystal nickel-based superalloy DD5[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2016, 26(8):2079-2085.

[23] YANG S, GAO S, XUE W, et al. Microstructural evolution and elemental interdiffusion behaviour near the interface of NiAlTa alloy and single crystal superalloy DD5 at 1000 ℃, 1050 ℃, and 1100 ℃[J]. Surface and Coatings Technology, 2023,473:130035.

[24] CHENG T, WANG Y, ZHAO Y, et al. Effect of remelting solution heat treatment on microstructure evolution of nickel-based single crystal superalloy DD5[J]. Materials Characterization, 2022,192:112186.

[25] PANWISAWAS C, MATHUR H, GEBELIN J, et al. Prediction of recrystallization in investment cast single-crystal superalloys[J]. Acta Materialia, 2013,61(1):51-66.

[26] HUANG K, MARTHINSEN K, ZHAO Q, et al. The double-edge effect of second-phase particles on the recrystallization behaviour and associated mechanical properties of metallic materials[J]. Progress in Materials Science, 2018,92:284-359.

[27] ZHANG H, GONG Y, LIANG C, et al. Effect of thermal exposure on subsurface microstructure evolution of nickel-based single crystal superalloy DD5 after milling[J]. Journal of Manufacturing Processes, 2023,97:210-219.

[28] 濮晟, 谢光, 王莉, 等. Re和W对铸态镍基单晶高温合金再结晶的影响[J]. 金属学报, 2016,52(5):538-548.
SHENG P, XIE G, WANG L, et al. Effect of Re and W on recrystallization of as-cast Ni-based single crystal superalloys[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2016,52(5):538-548.

[29] LINK T, ZABLER S, EPISHIN A, et al. Synchrotron tomography of porosity in single-crystal nickel-base superalloys[J]. Materials Science and Engineering: A, 2006,425(1):47-54.

[30] MIRAK A, FATHI M. Effects of solidification rate and heat treatment on microstructure characterization and hot tensile strength of single crystal CMSX-4 superalloy[J]. Materials Characterization, 2022,194:112449.

[31] LECOMTE-BECKERS J. Study of microporosity formation in nickel-base superalloys[J]. Metallurgical Transactions A, 1988, 19(9):2341-2348.

[32] LIU J L, MENG J, YU J J, et al. Influence of solidification conditions and alloying elements Re and Ti on micropores formed during homogenization of Ni base single crystal superalloy[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2018,746:428-434.

[33] CHEN Q Z, JONES N, KNOWLES D M. The microstructures of base/modified RR2072 SX superalloys and their effects on creep properties at elevated temperatures[J]. Acta Materialia, 2002,50(5):1095-1112.

[34] HUMPHREYS F J, HATHERLY M. Recrystallization and related annealing phenomena[M]. Oxford: Pergamon, 1996.

[35] WANG L, XIE G, LOU L H. Effect of carbon content on the recrystallization of a single crystal nickel-based superalloy[J]. Materials Letters, 2013,109:154-157.

[36] WANG L, WANG D, LIU T, et al. Effect of minor carbon additions on the high-temperature creep behavior of a single-crystal nickel-based superalloy[J]. Materials Characterization, 2015, 104:81-85.

[37] 王莉. 定向凝固镍基高温合金再结晶行为研究[D]. 沈阳:中国科学院金属研究所, 2009.
WANG L. Studies on recrystallization in directionally solidified nickel-base superalloys[D]. Shenyang: Institute of Metals, Chinese Academy of Sciences, 2009.

[38] MATHUR H N, JONES N C N, RAE C M F, et al. A study on the effect of composition, and the mechanisms of recrystallisation in single crystal Ni-based superalloys[C]//MATEC Web of Conferences. Hyères, France: EDP Sciences, 2014, 14: 07003.

[39] 徐福泽, 蔺永诚, 马德新, 等. 单晶高温合金CMSX-4铸件再结晶[J]. 材料工程, 2023,51(10):42-50.
XU F Z, LIN Y C, MA D X, et al. Recrystallization of single crystal superalloy CMSX-4 casting[J]. Journal of Materials Engineering, 2023,51(10):42-50.

[40] 李忠林. 镍基单晶高温合金静态再结晶实验研究及数值模拟[D]. 北京:清华大学, 2016.
LI Z L. Experimental research and numerical simulation on primary recrystallization of nickel-based single crystal superalloy[D]. Beijing: Tsinghua University, 2016.

[41] XIONG W, HUANG Z, XIE G, et al. The effect of deformation temperature on recrystallization in a Ni-based single crystal superalloys[J]. Materials & Design, 2022,222:111042.

基金项目:国家自然科学基金项目(91860103,92060104);中南大学研究生科研创新项目(自主探索)(1053320184004);深圳市海外高层次人才资金资助项目(KQTD2015032716463668);广东省引进创新创业团队项目资助项目(607264877417)

收稿日期:2024-05-27;**修订日期**:2024-08-28

通讯作者:蔺永诚(1976—),男,教授,博士,研究方向为高品质高温合金、钛合金、高强钢、铝合金等金属零件的智能加工技术及智能装备的研发等,联系地址:湖南省长沙市岳麓区中南大学机电工程学院(410083),E-mail:yclin@csu.edu.cn

(本文责编:解　宏)

引用格式：王庆鹏，刘生，孙明月，等. 固溶温度和时效时间对Inconel 617高温合金微观组织与力学性能的影响[J]. 材料工程，2025，53(1)：121-130.
WANG Qingpeng，LIU Sheng，SUN Mingyue，et al. Effect of solid solution temperature and aging time on microstructure and mechanical properties of Inconel 617 superalloy[J]. Journal of Materials Engineering，2025，53(1)：121-130.

固溶温度和时效时间对Inconel 617高温合金微观组织与力学性能的影响

Effect of solid solution temperature and aging time on microstructure and mechanical properties of Inconel 617 superalloy

王庆鹏[1,2,3]，刘 生[4]，孙明月[2,3]，贾 震[1*]，徐 斌[2,3]，吴升清[2,3]，陈轶杰[5]
（1 沈阳航空航天大学 航空宇航学院，沈阳 110136；2 中国科学院金属研究所 沈阳材料科学国家研究中心，沈阳 110016；3 中国科学院金属研究所 中国科学院核用材料与安全评价重点实验室，沈阳 110016；4 苏州实验室，江苏 苏州 215123；5 中国北方车辆研究所，北京 100072）
WANG Qingpeng[1,2,3]，LIU Sheng[4]，SUN Mingyue[2,3]，JIA Zhen[1*]，XU Bin[2,3]，WU Shengqing[2,3]，CHEN Yijie[5]
（1 Faculty of Aerospace Engineering，Shenyang Aerospace University，Shenyang 110136，China；2 Shenyang National Laboratory for Materials Science，Institute of Metal Research，Chinese Academy of Sciences，Shenyang 110016，China；3 Key Laboratory of Nuclear Materials and Safety Assessment，Institute of Metal Research，Chinese Academy of Sciences，Shenyang 110016，China；4 Suzhou Laboratory，Suzhou 215123，Jiangsu，China；5 China North Vehicle Research Institute，Beijing 100072，China）

摘要：采用光学显微镜、扫描电子显微镜和透射电子显微镜等研究固溶温度和时效时间对Inconel 617高温合金微观组织与力学性能的影响。结果表明：Inconel 617合金固溶态组织中主要析出相为$M_{23}C_6$型碳化物，且优先于晶界处形核长大；随着固溶温度的升高，晶界及晶内碳化物经历先长大后溶解两个过程，合金平均晶粒尺寸生长速率提高。随着时效时间的延长，γ′相弥散析出且均匀分布于组织中，呈现数量减少、尺寸增大的趋势。γ′相尺寸增大，其晶格错配度随之增大，γ′相周围的弹性应变场增强，强化效果更加明显。高温拉伸性能测试表明：随固溶温度的升高，Inconel 617合金在750 ℃时抗拉强度和屈服强度逐渐降低，而在900 ℃时抗拉强度和屈服强度逐渐提高。在≤750 ℃时Inconel 617合金晶界强度高于晶内强度，而在900 ℃时晶内强度则高于晶界强度。随时效时间的延长，Inconel 617合金在750 ℃时抗拉强度和屈服强度逐渐提高。

关键词：Inconel 617合金；固溶；时效；碳化物；γ′相；力学性能
doi：10.11868/j.issn.1001-4381.2024.000207
中图分类号：TG166.7；TB31 **文献标识码**：A **文章编号**：1001-4381(2025)01-0121-10

Abstract：The effects of solid solution temperature and aging time on the microstructure and mechanical properties of Inconel 617 superalloy are studied by using optical microscope，scanning electron microscope，and transmission electron microscope. The results show that the main precipitated phase in the solid solution microstructure of Inconel 617 superalloy is $M_{23}C_6$ type carbide，and the nucleation growth is

preferentially at the grain boundary. With the increase of solid solution temperature, the grain boundaries and intragranular carbides undergo two processes: first growing and then dissolving, and the average growth rate of the grain size also increases. As the aging time prolongs, the γ′ phase precipitates dispersedly and distributes uniformly in the microstructure, showing a trend of grain quantity decrease and grain size increase. As the size of the γ′ phase increases, its lattice mismatch also increases, and the elastic strain field around the γ′ phase is enhanced, resulting in a more obvious strengthening effect. High-temperature tensile properties testing shows that the tensile strength and yield strength of Inconel 617 alloy gradually decrease at 750 ℃ with the increase of solid solution temperature, while they gradually increase at 900 ℃. The grain boundary strength of Inconel 617 alloy is higher than the inner grain strength at ≤750 ℃, while the inner grain strength is higher than the grain boundary strength at 900 ℃. The tensile strength and yield strength of Inconel 617 alloy at 750 ℃ increase gradually with the aging time.

Key words: Inconel 617 alloy; solid solution; aging; carbide; γ′ phase; mechanical property

Inconel 617合金是Inco合金公司开发的一种固溶强化型高温合金[1],广泛应用于航空航天、能源、化工等领域中。其中Co和Mo元素具有固溶强化作用,Cr和Mo元素形成的碳化物及Al,Ni元素形成的γ′相具有析出强化作用,Al,Cr和Nb元素通过在Ni表面形成保护氧化层可显著提高合金耐点蚀和抵抗多种高温氧化环境的能力[2-3]。Inconel 617合金在649～1093 ℃范围内长时保温无有害相析出,是一种理想的核反应堆容器材料,目前,国内外将Inconel 617合金作为超高温气冷反应堆容器的主要候选材料之一。

国内外针对Inconel 617合金的研究主要集中于蠕变性能[4-5]、疲劳寿命[6]、抗氧化耐腐蚀性能[7]以及析出相的演变规律[8]等,而Inconel 617合金相关热处理研究较少。Inconel 617合金无固态相变,难以通过简单的热处理来细化晶粒,但热处理过程中的相析出行为显著影响合金的综合性能。有研究表明Inconel 617合金经固溶热处理后组织中仍含有$M_{23}C_6$,MC,M_6C型碳化物及Ti(C,N)化合物,在500～950 ℃时效出现γ′相等新相[8]。Mehdizadeh等[9]研究了Inconel 617合金在850 ℃下时效24000 h后的组织演化,结果表明:组织中存在碳化物和Ti(C,N)化合物以及少量的γ′相,提高了合金的强度和硬度。Kaoumi等[10]研究表明:MC型碳化物的溶解和富Cr的$M_{23}C_6$型碳化物的析出是影响Inconel 617合金高温拉伸性能的关键因素。Gao等[11]研究表明铸态Inconel 617B合金经700 ℃/5000 h长时效后,γ′相通过限制碳化物形成元素的扩散来阻碍晶内$M_{23}C_6$的粗化,合金的抗拉强度提高,塑性降低。李其等[12]研究表明锻态改型Inconel 617合金随着固溶温度的升高,平均晶粒尺寸逐渐增大,随着温度的进一步升高,碳化物对晶界的钉扎作用减弱,形成粗晶组织。聂义宏等[13]研究表明时效处理后,Inconel 617合金组织中析出相主要为晶内大量的γ′相和界面处少量$M_{23}C_6$型碳化物。因此,开展热处理工艺研究对Inconel 617合金的国产化应用,尤其是在堆容器等大型高端设备上的应用具有重要意义。

本工作主要研究了固溶和时效热处理对Inconel 617合金组织与力学性能的影响。采用光学显微镜(OM)、扫描电子显微镜(SEM)、能量色散X射线光谱仪(EDS)、电子背散射衍射(EBSD)和透射电子显微镜(TEM)等探究了不同热处理工艺下Inconel 617合金组织演变,并进行了750 ℃和900 ℃高温拉伸测试,对比了不同热处理工艺后合金的力学性能,并系统分析了影响力学性能的关键因素。

1 实验材料与方法

1.1 实验材料

实验材料选取国产的锻态Inconel 617合金,经实测合金化学成分如表1所示。实验用Inconel 617合金为奥氏体等轴晶粒组织,其微观组织中存在大量的孪晶以及严重的混晶现象,经统计Inconel 617合金母材平均晶粒尺寸为22 μm,如图1(a)所示。

表1 实验用Inconel 617合金实测化学成分(质量分数/%)

Table 1 Measured chemical compositions of Inconel 617 alloy for experiment (mass fraction/%)

Cr	Co	Mo	Fe	Al	Ti	C	Si	Mn	Nb	P	Ni
22.0	11.7	8.74	1.29	1.15	0.42	0.065	0.06	0.05	0.013	0.005	Bal.

1.2 实验方法

采用箱式电阻炉对实验材料分别进行固溶和时效热处理,热处理工艺如图1(b)所示。固溶温度为1000,1100,1200 ℃,固溶时间2 h,冷却方式为水冷。

时效温度为 760 ℃，时效时间为 5，30，60 h，水冷。为探究不同固溶温度和不同时效时间对 Inconel 617 合金组织与力学性能的影响，采用 Z100 电子万能试验机进行高温（750，900 ℃）拉伸实验来检测其力学性能，测试样品规格为 Φ5 mm。按照 GB/T 228.2—2015 进行高温拉伸实验。热处理后的金相试样经不同粗糙度 SiC 砂纸由粗到细逐级湿磨并抛光，抛光后的试样采用 25 g $CuCl_2$＋50 mL HCl＋50 mL C_2H_5OH 腐蚀液，腐蚀 13 s，采用 Axio Lab A1 光学显微镜和 MIRA3 型场发射扫描电子显微镜观察合金组织。TEM 样品则是经砂纸打磨至 50 μm，采用 10 mL $HClO_4$＋90 mL CH_3CH_2OH 进行双喷减薄，工艺参数为电压 30 V，温度－20 ℃，感光设置值 9，利用 JEM-2100P 透射电镜观察双喷减薄处理后的样品。采用 Image-Pro Plus 软件对材料的平均晶粒度进行统计。

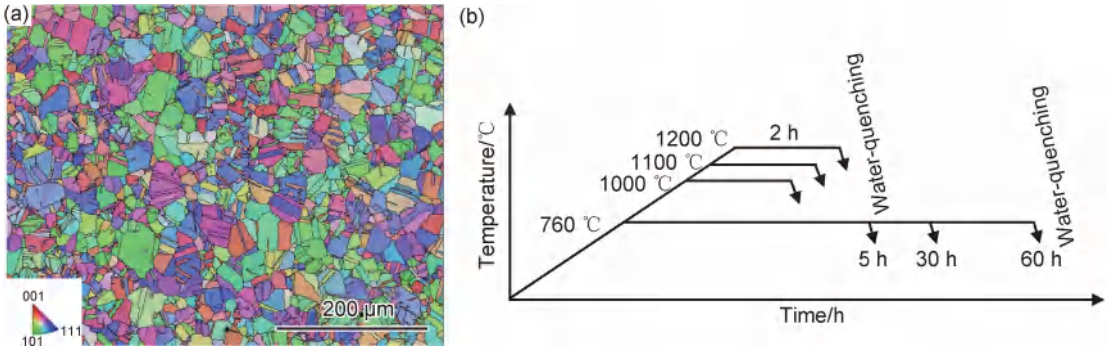


图 1　Inconel 617 高温合金母材显微组织 IPF 图(a)及热处理工艺图(b)

Fig. 1　Microstructure IPF of Inconel 617 superalloy base metal(a) and heat treatment process diagram(b)

2　结果与分析

2.1　不同固溶温度对合金组织的影响

为优化 Inconel 617 合金的锻态组织和力学性能，对其进行了不同固溶温度的热处理实验，其显微组织如图 2 所示。当固溶温度为 1000 ℃时，晶界处几乎完全被连续的链状及颗粒状碳化物占据，晶内分布少量颗粒状碳化物，如图 2(a)所示；当固溶温度升高至 1100 ℃时，晶界处不连续的大颗粒状碳化物取代了连续的链状碳化物，晶界及晶内碳化物尺寸增加，碳化物数量减少，如图 2(b)所示；当固溶温度达到 1200 ℃时，晶界及晶内碳化物消失，碳化物回溶于基体中，如图 2(c)所示。随着固溶温度的升高，晶界及晶内碳化物经历先长大后溶解两个过程。高温导致合金原子加速扩散，而晶界为其提供了扩散通道，碳化物易在晶界处形核长大[14]。

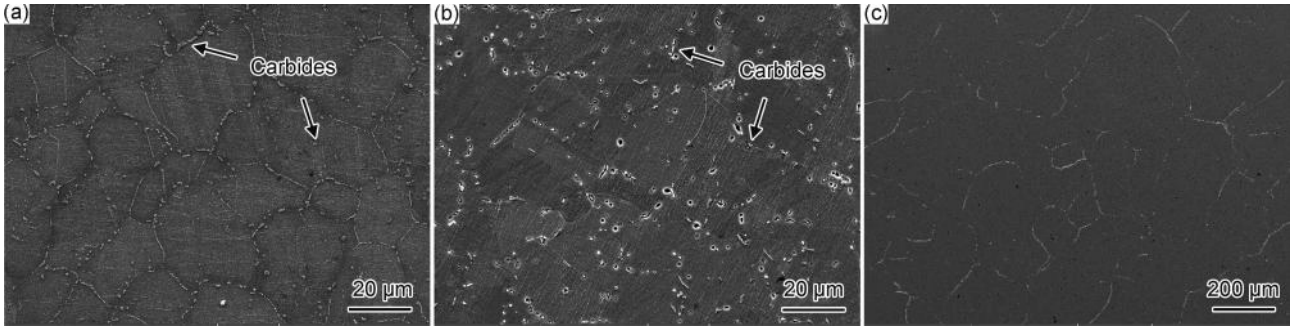


图 2　Inconel 617 合金不同固溶温度热处理后 SEM 图

(a)1000 ℃；(b)1100 ℃；(c)1200 ℃

Fig. 2　SEM images of Inconel 617 alloy after heat treatment at different solid solution temperatures

(a)1000 ℃；(b)1100 ℃；(c)1200 ℃

从图 2(a)，(b)中可观察到晶界及晶内存在大量的碳化物，为了确定碳化物的类型和成分，采用 EDS 进行定性分析，经大量的线扫描表征发现存在于晶界及晶内的碳化物为同种类型碳化物，分析结果如图 3 所示。EDS 结果显示：该碳化物中富集 Cr 元素，其原子分数为 28.3%，而其他元素 C，Mo，Mn 原子分数分别为 26.6%，5% 和 0.1%，初步确定固溶态组织中的碳化物为 $M_{23}C_6$ 型碳化物。

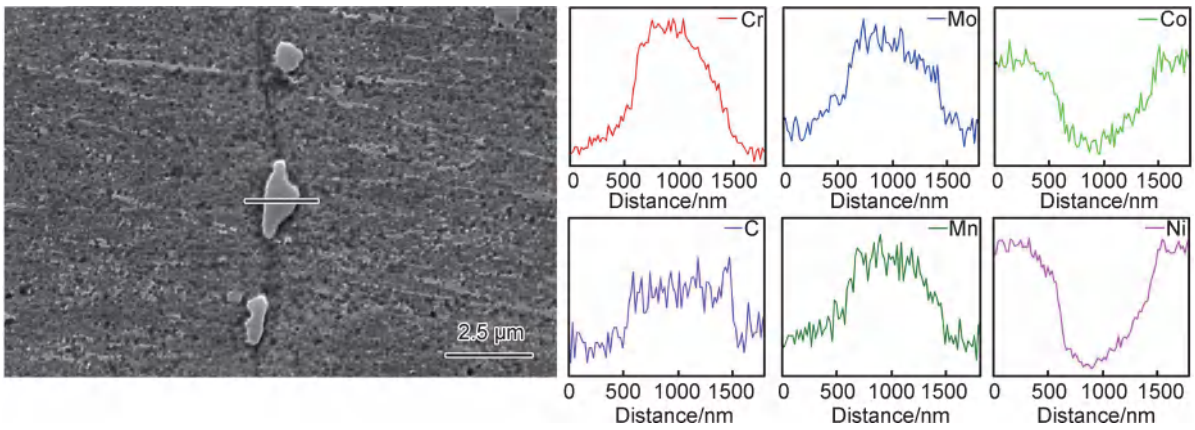


图 3 Inconel 617 合金 1100 ℃固溶热处理后 SEM 图及其 EDS 线扫描结果

Fig. 3 SEM image and EDS line scan results of Inconel 617 alloy after solid solution heat treatment at 1100 ℃

为了准确地分析碳化物及其结构，采用 TEM 对 1100 ℃固溶处理后的试样进行分析，结果如图 4 所示。图 4(a)为晶界处不连续的大颗粒状碳化物，尺寸约为 100～200 nm，晶界处不连续的颗粒状碳化物具有抑制裂纹扩展的作用。图 4(b)为晶界处发现的尺寸约为 600～650 nm 的长棒状碳化物，对图 4(a)，(b)中不同形貌的碳化物衍射斑标定及 EDS 能谱分析，确定大颗粒状碳化物和长棒状碳化物均为面心立方结构(FCC)的 $M_{23}C_6$($Cr_{23}C_6$)型碳化物，暂未发现其他类型的碳化物。

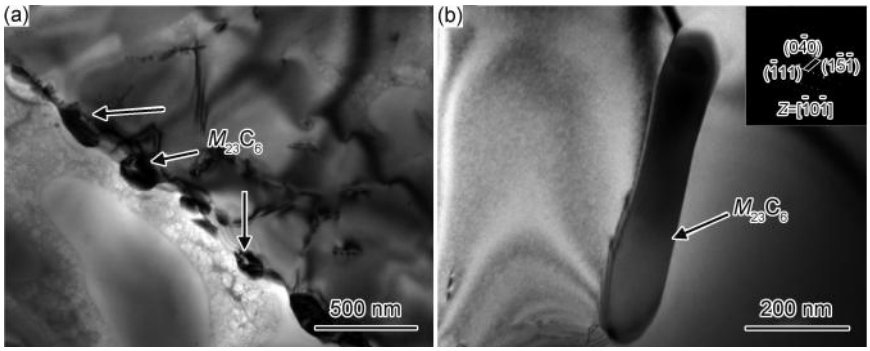


图 4 Inconel 617 合金 1100 ℃固溶处理后碳化物形貌 TEM 图

(a)大颗粒状碳化物形貌；(b)长棒状碳化物形貌及衍射斑标定

Fig. 4 TEM images of carbide morphologies of Inconel 617 alloy after solid solution treatment at 1100 ℃

(a)large granular carbide morphology; (b)long rod carbide morphology and diffraction spot calibration

使用 ThermoCalc 软件进行热力学平衡相图计算，将表 1 中合金实测成分输入 ThermoCalc 软件中，平衡元素为 Ni，计算所得实验合金平衡相图结果如图 5 所示。Inconel 617 合金无固态相变，平衡相图可分析合金在不同温度下析出相的变化情况。由图 5 可知，实验用锻态 Inconel 617 合金主要析出相为 $M_{23}C_6$，M_6C，μ 及 γ′相，其中 $M_{23}C_6$ 型碳化物回溶于基体温度约在 1000～1100 ℃之间，μ 和 γ′相回溶温度约为 800 ℃，M_6C 型碳化物析出温度约为 800 ℃，随着温度的升高难以完全回溶于基体。有研究表明[15]：改型 Inconel 617 合金中的 $M_{23}C_6$ 型碳化物的溶解温度约为 987 ℃，而根据图 5 相图计算结果显示，$M_{23}C_6$ 型碳化物回溶温度区间为 1000～1100 ℃，通过图 2 扫描电镜表征结果显示，$M_{23}C_6$ 型碳化物完全回溶于基体温度在 1100～1200 ℃区间内。造成这一差异的原因在于本实验 Inconel 617 合金成分与改型 Inconel 617 合金成分存在差异，使得析出相的溶解温度不同，而平衡相图计算结果存在误差，因此，本实验 Inconel 617 合金中的 $M_{23}C_6$ 型碳化物完全回溶于基体的温度区间为 1100～1200 ℃。

图 6 为 Inconel 617 合金经 1000，1100，1200 ℃固溶处理 2 h 后的金相组织及其对应的平均晶粒尺寸分布统计图。实验用 Inconel 617 合金母材晶粒尺寸为 22 μm，经 1000 ℃固溶处理后晶粒尺寸较母材缓慢增大(25.36 μm)，随着固溶温度进一步升高至 1100 ℃，晶粒尺寸继续缓慢增大(27.94 μm)，当固溶温度达到

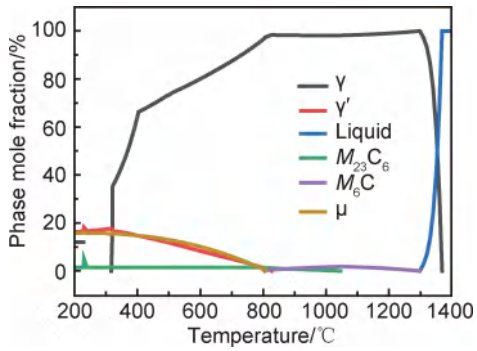


图 5　Inconel 617 合金平衡相图

Fig. 5　Equilibrium phase diagram of Inconel 617 alloy

1200 ℃时，合金晶粒尺寸迅速长大(210.18 μm)。根据晶粒尺寸统计结果可知，当固溶温度≤1100 ℃时，Inconel 617 合金晶粒尺寸随着固溶温度的升高而缓慢增大，而当固溶温度超过 1100 ℃时，晶粒尺寸迅速增大。结合图 2 中不同固溶温度下碳化物形貌分析可知，由于在 1100 ℃以下碳化物大量存在于晶界处，对晶界产生钉扎作用，阻碍晶界迁移，而晶内碳化物的存在通过阻碍位错运动而限制动态回复[16]，因此，在固溶温度≤1100 ℃时，晶粒缓慢增大；当温度＞1100 ℃时由于碳化物完全回溶于基体，失去了碳化物的钉扎作用，晶界迁移加快，晶粒迅速长大形成了混晶。

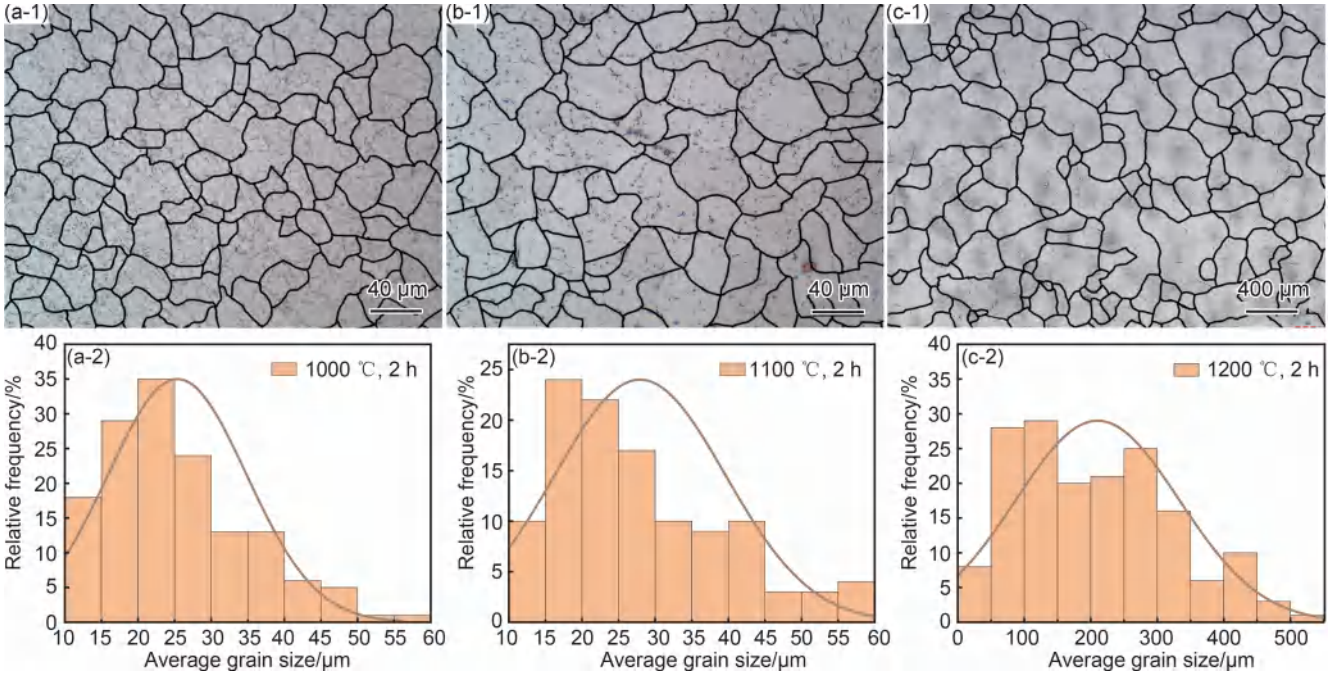


图 6　不同固溶温度热处理后 Inconel 617 合金晶粒形貌(1)及其平均晶粒尺寸分布统计图(2)

(a)1000 ℃；(b)1100 ℃；(c)1200 ℃

Fig. 6　Grain morphologies(1) and average grain size distribution statistics(2) of Inconel 617 alloy after heat treatment at different solid solution temperatures　(a)1000 ℃；(b)1100 ℃；(c)1200 ℃

2.2　不同固溶温度对合金力学性能的影响

图 7 为 Inconel 617 合金在不同固溶温度热处理后的高温拉伸性能，由图 7 可知，Inconel 617 合金 750 ℃拉伸条件下抗拉强度和屈服强度随固溶温度的升高而降低，其中固溶温度≤1100 ℃时，抗拉强度和屈服强度缓慢下降，当固溶温度＞1100 ℃时，抗拉强度和屈服强度迅速下降。

值得注意的是，Inconel 617 合金 900 ℃拉伸条件下抗拉强度和屈服强度随固溶温度的升高而增大，当固溶温度≤1100 ℃时，抗拉强度和屈服强度缓慢提高，当固溶温度＞1100 ℃时，抗拉强度和屈服强度升高趋势更加明显。根据细晶强化理论，晶粒越细小，

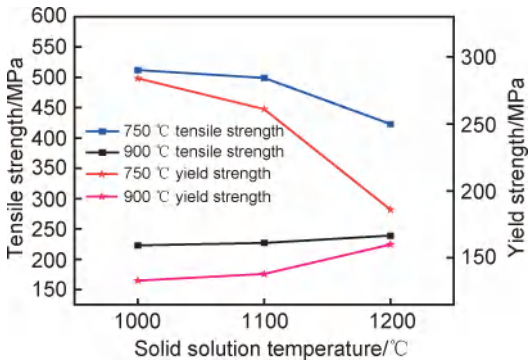


图 7　不同固溶温度热处理后 Inconel 617 合金高温拉伸抗拉强度和屈服强度

Fig. 7　High temperature tensile strength and yield strength of Inconel 617 alloy after heat treatment at different solid solution temperatures

材料的强度越高，但在高温下恰恰相反，高温下晶界处存在较多的缺陷（空穴、杂质原子、位错等），且存在一定的黏滞性，易使相邻晶粒产生相对滑动，高温下晶界为薄弱项，因此，高温下晶粒不宜细小。由于晶界处存在各种晶体缺陷且原子排列不规则，晶界处被塞积的位错易与晶界缺陷产生交互作用而消失，与此同时，晶粒在外界应力的作用下会产生沿晶滑动和迁移，易发生变形[16]。

根据上文分析，由于固溶温度≤1100 ℃时，大量颗粒状的碳化物对晶界的钉扎作用，导致晶粒长大缓慢，此时晶粒较为细小，而当固溶温度＞1100 ℃时，晶粒长大较为显著。因此，Inconel 617 合金 750 ℃拉伸符合细晶强化理论，抗拉强度和屈服强度随着晶粒的长大而降低，当固溶温度＞1100 ℃时，由于缺少碳化物钉扎晶界的作用导致晶粒迅速长大，与之对应的是抗拉强度和屈服强度迅速降低。而 900 ℃高温拉伸条件下，由于晶界是薄弱项，粗晶拉伸强度往往高于细晶，因此，其抗拉强度和屈服强度随着晶粒的长大而提高。一般认为室温下晶界较晶内具有更高的强度，原因在于晶界对位错的运动起到阻碍作用，且根据 Orowan 机制，晶界处的碳化物颗粒阻碍位错的运动，位错无法穿越颗粒而产生绕过行为；此外，晶界处不连续分布的碳化物颗粒在拉伸过程中起到抑制裂纹扩展的作用，从而使晶界强度较高[11]。

Inconel 617 合金在≤750 ℃拉伸条件下晶界强度高于晶内强度，李其等[12]研究表明改型 Inconel 617 合金在 700 ℃拉伸条件下，抗拉强度和屈服强度随着固溶温度的升高而降低，其抗拉强度和屈服强度的变化规律同本研究 750 ℃拉伸结果一致，因此，Inconel 617 合金在≤750 ℃拉伸条件下晶界强度高于晶内强度，这与室温下晶界强度高于晶内强度的结果一致。Inconel 617 合金在 900 ℃拉伸条件下晶内强度高于晶界强度。若将合金的晶界区域和晶内区域视为两种独立的材料，则晶界区域和晶内区域的高温强度存在一个等强温度，等强温度以下，晶界强度高于晶内强度，反之，则是晶内强度高于晶界强度。Inconel 617 合金在≤750 ℃拉伸条件下晶界强度高于晶内强度，当拉伸温度达到 900 ℃时晶内强度高于晶界强度，则 Inconel 617 合金的等强温度应在 750 ℃＜T≤900 ℃区间内。

2.3 不同时效时间对合金组织的影响

γ′相是 Inconel 617 合金重要强化相之一，其析出与回溶温度低于固溶热处理温度，因此，采用 760 ℃时效热处理来优化合金的组织和性能。图 8 为 Inconel 617 合金不同时效时间热处理后的组织 SEM 图，经统计不同时效热处理后合金的晶粒尺寸无明显差异，晶界及晶内碳化物尺寸与数量也未见明显差异，原因在于数量众多的γ′相通过限制 Cr 和 Mo 等碳化物形成元素的扩散，从而抑制了碳化物形成元素的聚集，γ′相在 $M_{23}C_6$ 碳化物周围形成阻隔层，抑制了 $M_{23}C_6$ 等碳化物的粗化[11]。为了研究时效热处理后组织中析出相类型，对 760 ℃/5 h 时效热处理后的组织进行 EDS 能谱分析，如图 9 所示，能谱结果显示图 9(a)中黑色析出相主要富集 Ti 元素，该位置 Ti 元素质量分数为 41.6%，经分析其为基体中存在的 TiC 颗粒。图 9(a)中其他颗粒状碳化物，经 EDS 分析初步确定为富 Cr 的 $M_{23}C_6$（$Cr_{23}C_6$）型碳化物。

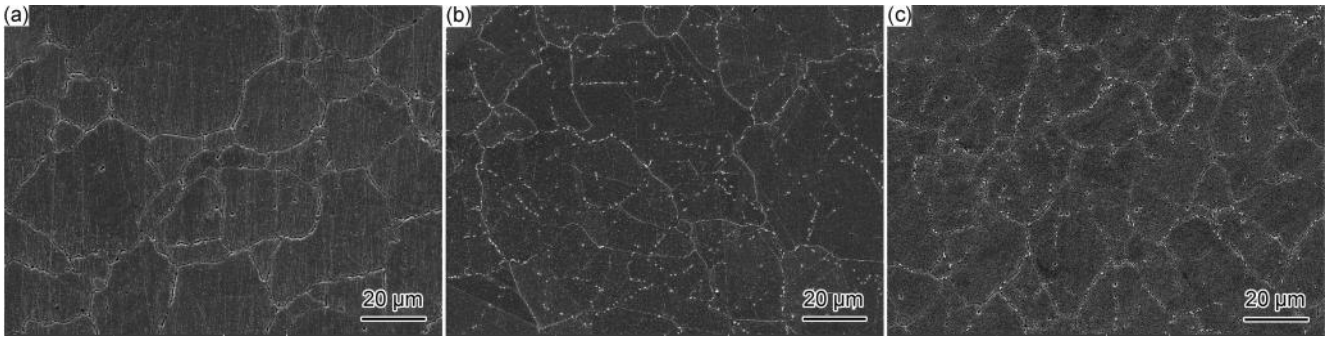


图 8 760 ℃不同时效时间热处理后 Inconel 617 合金 SEM 图

(a)5 h;(b)30 h;(c)60 h

Fig. 8 SEM images of Inconel 617 alloy after heat treatment at 760 ℃ for different aging time

(a)5 h;(b)30 h;(c)60 h

为了进一步确定不同时效时间对 Inconel 617 合金析出相的影响，采用透射电镜对 760 ℃不同时效时间下的组织形貌进行表征，如图 10 所示。通过 760 ℃析出相电子衍射斑标定（图 10(d)），确定时效后组织中球状颗粒为面心立方有序结构的γ′-Ni_3(Al,Ti)，其与基体存在共格关系。图 10 中γ′相呈球状与基体晶

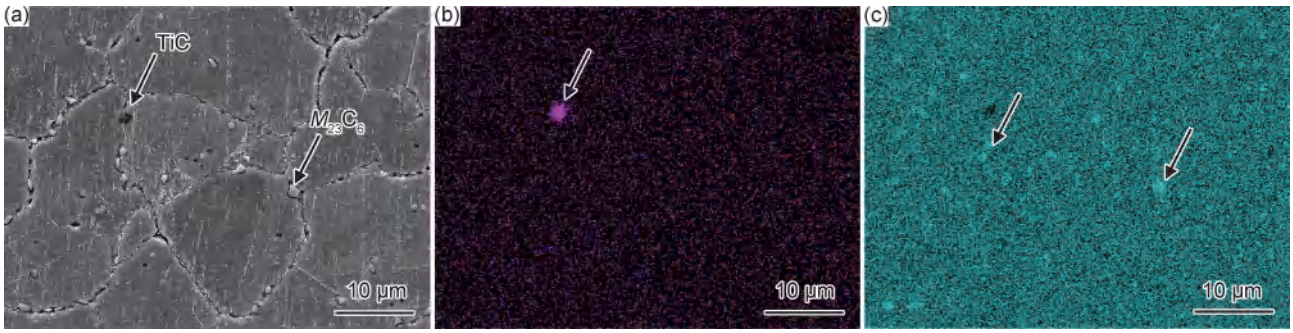


图 9　760 ℃时效热处理 5 h 后 Inconel 617 合金 SEM 图及其 EDS 面扫描结果

(a)SEM 图;(b)Ti 元素 EDS 分析;(c)Cr 元素 EDS 分析

Fig. 9　SEM image and EDS surface scan results of Inconel 617 alloy after heat treatment at 760 ℃ for 5 h

(a)SEM image;(b)EDS analysis of Ti element;(c)EDS analysis of Cr element

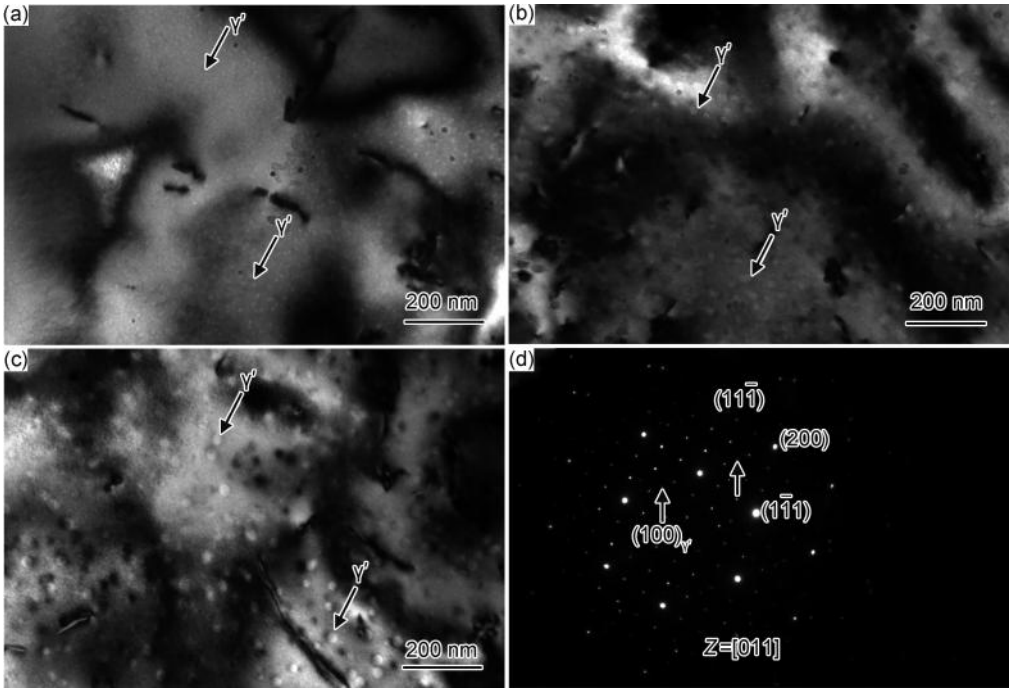


图 10　760 ℃不同时效时间下 Inconel 617 合金 TEM 图

(a)5 h;(b)30 h;(c)60 h;(d)衍射斑标定图

Fig. 10　TEM images of Inconel 617 alloy at 760 ℃ for different aging time

(a)5 h;(b)30 h;(c)60 h;(d)calibration of diffraction spots

格错配度有直接关系,错配度<0.2%时,γ′相呈现图中的球状[17]。图 10(d)中除基体斑及γ′相的衍射斑外还存在其他斑,经标定计算确定其为面心立方结构的 $M_{23}C_6$($Cr_{23}C_6$)型碳化物的衍射斑。如图 10(a)所示,当时效时间为 5 h 时,γ′相在合金组织中呈球状均匀分布,尺寸较小。从图 10(b),(c)可以看出,当时效时间延长至 30,60 h 时,γ′相尺寸显著增大,数量较时效 5 h 时减少。随着时效时间的延长,γ′相呈现尺寸增大、数量减少的趋势,这种γ′相粗化的过程主要受基体元素扩散影响,李力敏等[18]在长时效对镍铁基高温合金组织的影响研究中也发现γ′相粗化现象。

2.4　不同时效时间对合金力学性能的影响

图 11 为 Inconel 617 合金经不同时效时间热处理后的 750 ℃高温拉伸性能。由图 11 可知,随着时效时间的延长,Inconel 617 合金在 750 ℃拉伸条件下抗拉强度和屈服强度逐渐增大。当时效时间由 5 h 延长至 60 h 时,抗拉强度由 589 MPa 增大至 597 MPa,屈服强度由 384 MPa 增大至 394 MPa。合金在时效过程中析出和长大的γ′相是导致其 750 ℃拉伸强度提高的重要因素。γ′相是 Inconel 617 合金的重要强化相,时效过程中析出的γ′相与γ基体共格。在时效时间为 5 h 时,γ′相细小且均匀分布,随着时效时间的延长,γ′相尺

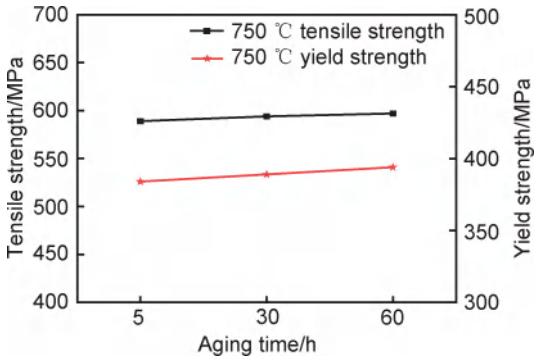


图 11 Inconel 617 合金 750 ℃不同时效时间热处理后的抗拉强度和屈服强度

Fig. 11 Tensile strength and yield strength of Inconel 617 alloy after heat treatment at 750 ℃ for different aging time

寸明显增大，对应图 11 中的抗拉强度和屈服强度随着 γ′相的长大而逐渐增大。γ′强化相的尺寸是高温合金强化中的一个重要参数，He 等[19]研究表明随着 γ′相尺寸的增大，其晶格错配度随之增大。虽然 γ′相与 γ 基体均为面心立方结构，但晶格常数不同，会产生共格应变，从而在 γ′相周围产生较高的弹性应变场，阻碍位错运动。而 γ′相与 γ 基体晶格错配度越大，γ′相周围应力场越强，其造成的强化效果越明显，此时共格应变强化为主要强化机制[16]。

2.5 拉伸断口分析

图 12 为 Inconel 617 合金在不同固溶温度与时效时间热处理后的 750 ℃拉伸断口形貌。当固溶温度为 1000 ℃时，断口由大量的韧窝组成，为典型的韧性穿晶断裂模式，如图 12(a)所示。当固溶温度为 1100 ℃时，拉伸断口宏观形貌中出现撕裂棱，伴随着微孔的形成，这是准解理断裂断口特征[20]，断口仍有大量的韧窝，表明此时断口仍以穿晶塑性断裂为主，如图 12(b)所示。撕裂棱的出现往往发生在脆性转变温度附近，750 ℃拉伸结果显示：当固溶温度为 1000 ℃时，伸长率为 84.5%，而固溶温度为 1100 ℃时，伸长率降低至 79.5%，材料塑性的下降证明断口由塑性断裂向脆性转变。如图 12(c)所示，当固溶温度为 1200 ℃时，断口呈现韧窝与冰糖状花样共存的形貌特征，表明此时为穿晶断裂和沿晶断裂复合模式，穿晶和沿晶断裂共存表明断口进一步向脆性转变，此时伸长率进一步降低至 52.5%，低于未经热处理母材伸长率(60%)。

图 12(d)～(f)为 Inconel 617 合金经不同时效时间热处理后的 750 ℃拉伸断口形貌，由图可知，其断口仍由韧窝组成，为韧性穿晶断裂特征。不同时效时间处理后的宏观断口均无明显颈缩，3 个拉伸断口中除图 12(f)所示出现瞬断区外，其他无明显差异。不同时效时间热处理后的试样伸长率无较大波动，在 760 ℃热处理 5，30，60 h 后伸长率分别为 66.5%，63%，58%。

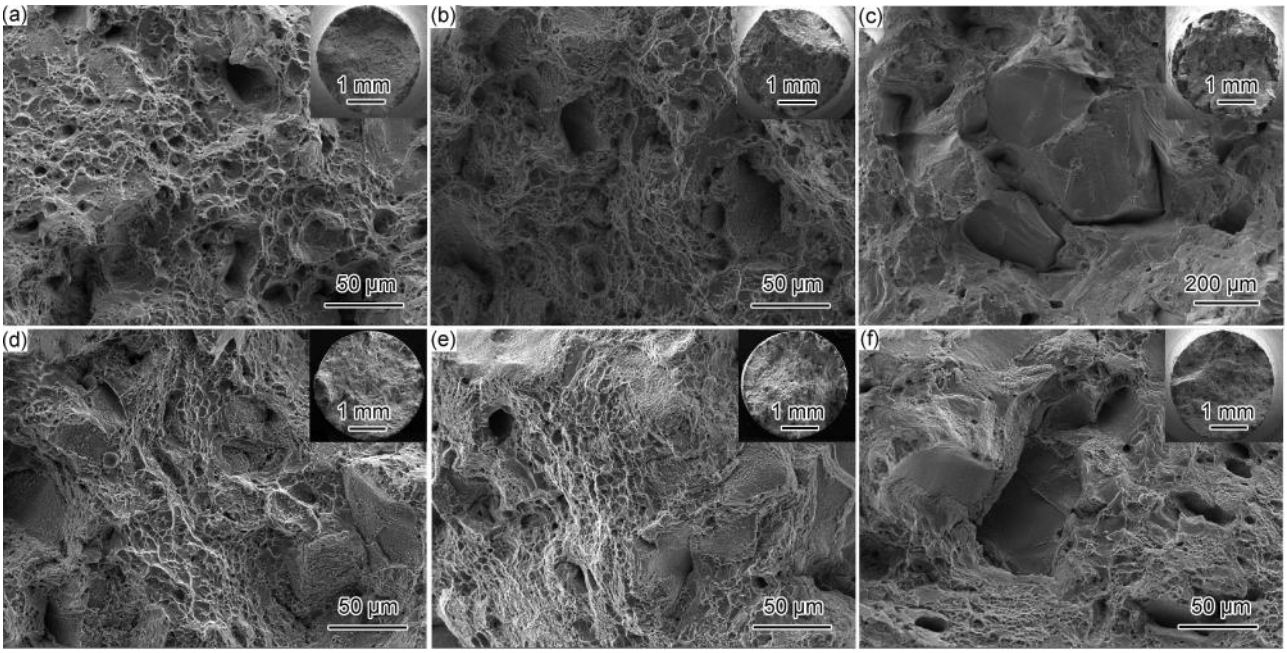


图 12 Inconel 617 合金不同固溶温度与时效时间热处理后的 750 ℃拉伸断口形貌

(a)1000 ℃/2 h；(b)1100 ℃/2 h；(c)1200 ℃/2 h；(d)760 ℃/5 h；(e)760 ℃/30 h；(f)760 ℃/60 h

Fig. 12 Tensile fracture morphologies of Inconel 617 alloy after heat treatment at different solid solution temperatures for different aging time at 750 ℃

(a)1000 ℃/2 h；(b)1100 ℃/2 h；(c)1200 ℃/2 h；(d)760 ℃/5 h；(e)760 ℃/30 h；(f)760 ℃/60 h

3　结论

(1)Inconel 617 合金经 1000～1100 ℃固溶 2 h 处理后，碳化物优先在晶界处形核长大，由连续的链状碳化物向不连续的大颗粒状碳化物转变，随着固溶温度提高到 1200 ℃，晶界及晶内碳化物回溶于基体。固溶态组织中的碳化物类型为面心立方结构的 $M_{23}C_6$($Cr_{23}C_6$)型碳化物。

(2)随着固溶温度的升高，Inconel 617 合金平均晶粒尺寸从缓慢增大到迅速增大，在 1000～1100 ℃固溶热处理后，晶粒尺寸由 25.36 μm 缓慢增大至 27.94 μm，在 1200 ℃固溶热处理后，晶粒尺寸迅速增大至 210.18 μm。其原因为固溶温度≤1100 ℃时大量存在于晶界处的碳化物起到钉扎晶界的作用，阻碍了晶界迁移，而晶内碳化物的存在通过阻碍位错运动而限制动态回复。当固溶温度达到 1200 ℃时，碳化物完全回溶，晶粒尺寸长大速率提高。

(3)Inconel 617 合金在 750 ℃拉伸条件下抗拉强度和屈服强度随固溶温度的升高而减小，在 900 ℃拉伸条件下抗拉强度和屈服强度随固溶温度的升高而增大。Inconel 617 合金在≤750 ℃条件下晶界强度高于晶内强度，符合细晶强化理论。Inconel 617 合金在 900 ℃拉伸条件下晶内强度高于晶界强度，高温下晶界处存在较多的缺陷(空穴、杂质原子、位错等)，易使相邻晶粒产生相对滑动，高温下晶界为薄弱项。

(4)时效时间对合金组织与性能具有重要影响，经 760 ℃/5 h 时效后 γ′相细小且均匀弥散分布于组织中，随着时效时间的延长，γ′相呈现数量减少、尺寸增大的趋势，Inconel 617 合金 750 ℃抗拉强度和屈服强度逐渐提高。随着 γ′相尺寸增大，其晶格错配度随之增大，γ′相周围的弹性应变场增强，造成的强化效果更加明显。

参考文献

[1] 程昊，周炼刚，刘健，等. 热输入对 Inconel 617 镍基高温合金激光焊接接头显微组织与力学性能的影响[J]. 材料工程，2023，51(1)：113-121.
CHENG H，ZHOU L G，LIU J，et al. Effect of heat input on microstructure and mechanical properties of laser welded joint of Inconel 617 nickel-based superalloy[J]. Journal of Materials Engineering，2023，51(1)：113-121.

[2] KUMAR A，GUGULOTH K，PANDEY S M，et al. Study on microstructure-property relationship of Inconel 617 alloy/304L SS steel dissimilar welds joint[J]. Metallurgical and Materials Transactions A，2023，54(10)：3844-3870.

[3] XIANG X M，YAO Z H，DONG J X，et al. Dissolution behavior of intragranular $M_{23}C_6$ carbide in 617B Ni-base superalloy during long-term aging[J]. Journal of Alloys and Compounds，2019，787：216-228.

[4] WANG Y，SHI L，HAN C Y，et al. Creep rupture mechanisms and life prediction of IN617 for VHTR applications[J]. Materials Science and Engineering：A，2021，812：141151.

[5] WANG Y，LI K J，CAI Z P，et al. Creep behavior and microstructure evolution of Ni-based alloy IN617 at 1000 ℃[J]. Materials Characterization，2022，187：111837.

[6] RAO C V，SRINIVAS N C S，SASTRY G V S，et al. Low cycle fatigue，deformation and fracture behaviour of Inconel 617 alloy[J]. Materials Science and Engineering：A，2019，765：138286.

[7] EL-AWADI G A，ABDEL-SAMAD S，ELSHAZLY E S. Hot corrosion behavior of Ni based Inconel 617 and Inconel 738 superalloys[J]. Applied Surface Science，2016，378：224-230.

[8] MEHDIZADEH M，FARHANGI H. Effects of different elevated temperature and long-term exposure on microstructural evolution and mechanical characteristics of IN617 Ni-based superalloy[J]. Materials Science and Engineering：A，2022，841：143025.

[9] MEHDIZADEH M，FARHANGI H. Precipitation behavior and mechanical properties of IN617 superalloy during operating at 850 ℃[J]. International Journal of Pressure Vessels and Piping，2022，198：104674.

[10] KAOUMI D，HRUTKAY K. Tensile deformation behavior and microstructure evolution of Ni-based superalloy 617[J]. Journal of Nuclear Materials，2014，454(1/3)：265-273.

[11] GAO S，HOU J S，GUO Y A，et al. Phase precipitation behavior and tensile properties of as-cast Ni-based superalloy during heat treatment[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China，2018，28(9)：1735-1744.

[12] 李其，陈正宗，蒋新亮，等. 固溶温度对改型 In617 合金组织和性能的影响[J]. 金属热处理，2021，46(8)：109-115.
LI Q，CHEN Z Z，JIANG X L，et al. Effect of solution temperature on microstructure and properties of modified In617 alloy[J]. Heat Treatment of Metals，2021，46(8)：109-115.

[13] 聂义宏，白亚冠，金嘉瑜，等. 时效温度对改进型 Inconel 617 合金的组织与性能的影响[J]. 材料热处理学报，2021，42(2)：52-60.
NIE Y H，BAI Y G，JIN J Y，et al. Effect of aging temperature on microstructure and properties of improved Inconel 617 alloy[J]. Transactions of Materials and Heat Treatment，2021，42(2)：52-60.

[14] 郭岩，侯淑芳，周荣灿. 晶界 $M_{23}C_6$ 碳化物对 IN617 合金力学性能的影响[J]. 动力工程学报，2010，30(10)：804-808.
GUO Y，HOU S F，ZHOU R C. Effect of grain boundary $M_{23}C_6$ carbide on mechanical properties of IN617 alloy[J]. Journal of Chinese Society of Power Engineering，2010，30(10)：804-808.

[15] RAI A K，TRPATHY H，HAJRA R N，et al. Thermophysical properties of Ni based super alloy 617[J]. Journal of Alloys and Compounds，2017，698：442-450.

[16] 郭建亭. 高温合金材料学[M]. 北京：科学出版社，2008.

GUO J T. Materials science and engineering for superalloys [M]. Beijing: Science Press, 2008.

[17] 郭岩, 周荣灿, 侯淑芳, 等. 617合金760 ℃时效组织结构及力学性能分析[J]. 中国电机工程学报, 2010, 30(26): 86-89.
GUO Y, ZHOU R C, HOU S F, et al. Analysis of microstructure and mechanical properties of 617 alloy aged at 760 ℃[J]. Proceedings of the CSEE, 2010, 30(26): 86-89.

[18] 李力敏, 党莹樱, 黄锦阳, 等. 长期时效对镍铁基高温合金组织和冲击韧性的影响[J]. 材料导报, 2024, 38(18): 23050036-6.
LI L M, DANG Y Y, HUANG J Y, et al. Effect of long-term heat treatment on the microstructure and impact toughness of a new Ni-Fe based superalloy[J]. Materials Reports, 2024, 38(18): 23050036-6.

[19] HE X, ZHANG J, PENG Y, et al. Microstructure evolution of primary γ′ phase in Ni_3Al-based superalloy[J]. Acta Metallurgica Sinica (English Letters), 2020, 33(12): 1709-1726.

[20] 赵明汉, 张继, 冯涤. 高温合金断口分析图谱[M]. 北京: 冶金工业出版社, 2006.
ZHAO M H, ZHANG J, FENG D. Fracture analysis diagram of superalloy[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2006.

基金项目: 国家自然科学基金项目(52173305, 52101061, 52233017, 52203384); 中核集团领创科研项目(E241L809, E341L808); 中核集团青年英才项目(E241L807)

收稿日期: 2024-03-19; **修订日期**: 2024-10-17

通讯作者: 贾震(1980—), 男, 教授, 博士, 研究方向为钣金件成形与性能, 联系地址: 辽宁省沈阳市沈北新区道义南大街37号沈阳航空航天大学航空宇航学院(110136), E-mail: jiaz_2006@sina.com

(本文责编: 寇凤梅)

第53卷 第1期 材 料 工 程 Vol. 53 No. 1
2025年1月 第131－142页 Journal of Materials Engineering Jan. 2025 pp. 131－142

引用格式：王祥，张莹，隋大山，等. 熔模精铸K4169合金复杂薄壁件缺陷预测与实验研究[J]. 材料工程，2025，53(1)：131-142.
WANG Xiang，ZHANG Ying，SUI Dashan，et al. Defect prediction and experimental study on investment casting of K4169 superalloy complex thin-walled parts[J]. Journal of Materials Engineering，2025，53(1)：131-142.

熔模精铸K4169合金复杂薄壁件缺陷预测与实验研究

Defect prediction and experimental study on investment casting of K4169 superalloy complex thin-walled parts

王 祥[1]，张 莹[1*]，隋大山[2*]，陈忠奉[2]，董安平[2]，
郭 钊[3]，齐 飞[3]，易出山[3]，桂大兴[4]
（1 上海工程技术大学 材料科学与工程学院，上海 201620；
2 上海交通大学 材料科学与工程学院 上海市先进高温材料与精密成形重点实验室，上海 200240；3 中国航发南方工业有限公司，湖南 株洲 412000；4 上海鑫凝控材料科技有限公司，上海 201306）

WANG Xiang[1]，ZHANG Ying[1*]，SUI Dashan[2*]，CHEN Zhongfeng[2]，
DONG Anping[2]，GUO Zhao[3]，QI Fei[3]，YI Chushan[3]，GUI Daxing[4]
（1 School of Materials Science and Engineering，Shanghai University of Engineering Science，Shanghai 201620，China；2 Shanghai Key Lab of Advanced High-temperature Materials and Precision Forming，School of Materials Science and Engineering，Shanghai Jiao Tong University，Shanghai 200240，China；3 AECC South Industry Co.，Ltd.，Zhuzhou 412000，Hunan，China；4 Shanghai Xinningkong Materials Technology Co.，Ltd.，Shanghai 201306，China）

摘要：采用ProCAST有限元软件对K4169镍基高温合金复杂薄壁类铸件熔模精铸的充型、凝固过程进行数值模拟，分析铸造过程中的温度场，对缺陷的形成进行预测，并使用相同的工艺参数对复杂薄壁铸件进行浇注，对其缩松水平、显微组织和拉伸力学性能进行研究。结果表明：在浇注温度为1530 ℃、模壳预热温度为1000 ℃时，金属液充型平稳，凝固过程符合顺序凝固原则，铸件整体缺陷较少；统计不同部位的显微缩松平均体积分数，最高约为1.01%；薄壁区域的二次枝晶间距最小约为18.4 μm，厚大部位的二次枝晶间距最大为38.8 μm；K4169合金的铸态组织为树枝晶组织，经过标准热处理后枝晶长大、变粗，晶粒内树枝晶形貌已不明显；标准热处理态K4169合金的平均室温抗拉强度为785.0 MPa，平均屈服强度为659.7 MPa，平均断后伸长率为13.9%，缩松水平会显著影响抗拉强度、屈服强度两项指标，但伸长率变化不明显。

关键词：数值模拟；熔模精铸；镍基高温合金；复杂薄壁铸件；显微缩松
doi：10.11868/j.issn.1001-4381.2023.000806
中图分类号：TG249.5；TB31 **文献标识码**：A **文章编号**：1001-4381(2025)01-0131-12

Abstract: The filling and solidification processes in investment casting of typical K4169 nickel-based superalloy complex thin-walled casting are simulated by ProCAST finite element software. The temperature field during the casting process is analysed to predict the formation of defects. The complex thin-walled casting is produced by investment casting with the same process parameters, and its shrinkage level, microstructure, and tensile mechanical properties are studied. The results show that when the pouring temperature is 1530 ℃ and the preheating temperature of the mold shell is 1000 ℃, the filling of the molten metal is stable. The solidification conforms to the principle of sequential solidification. The overall defects

of the casting are less; the micro-shrinkage average volume fraction of different parts is counted, and the highest is only 1.01%; the minimum secondary dendrite arm spacing (SDAS) in the thin-walled region is only 18.4 μm, and the maximum secondary dendrite spacing in the thick part is 38.8 μm; the as-cast microstructure of K4169 alloy is dendritic structure. After standard heat treatment, the dendrites grow and coarsen, and the dendritic morphology in the grains is not obvious. The average room temperature tensile strength of the standard heat-treated K4169 alloy is 785.0 MPa, the average yield strength is 659.7 MPa, and the average elongation is 13.9%. The difference in shrinkage porosity level significantly affects the tensile strength and yield strength, but the elongation change is not obvious.

Key words: numerical simulation; investment casting; nickel-based superalloy; complex thin-walled casting; micro-shrinkage

随着国产航空发动机制造技术的进步以及国家发展的整体战略需求,对航空类高温合金零部件的技术要求也越来越高。目前,此类零部件的结构正朝着复杂化、薄壁化、精密化的趋势发展,以达到提高整体性能、实现结构减重和高可靠性的目的[1-4]。而镍基高温合金机匣类铸件作为航空发动机的热端类部件,结构复杂多变,工件内外部可能存在多层结构或是布置有纵横交错的加强筋、凸台,制造难度大,但其结构和性能却对发动机性能的提升起到了极为关键的作用。在工业生产中,这类零部件通常采用熔模精密铸造技术成形。作为发动机结构件的主流制造技术,运用此技术生产出来的铸件尺寸精确度高、表面粗糙度低,能够达到近净成形的目标[5-7]。虽然镍基高温合金机匣类零部件的熔模铸造工艺已日益成熟,但其浇注系统设计过程繁琐,在铸造过程中不可避免地产生内部缺陷,例如缩松、缩孔、夹渣等[8]。近年来,针对熔模铸造相关工艺的数值模拟技术得到迅速发展,相关模拟技术和商业软件在实际生产中被广泛应用,其简化了铸造工艺的设计、检验过程,降低了生产成本和周期[9-11]。戚翔等[12]采用 ProCAST 软件对 K4169 高温合金机匣的热控凝固工艺过程进行了数值模拟,发现模壳散热是铸件产生缩松、缩孔的主要原因。郑博远等[13]采用 ProCAST 软件对 K439B 高温合金薄壁机匣实验件的熔模铸造工艺进行了模拟,分析了充型、凝固过程的温度场和固相分数,预测了缺陷的分布,并对其浇注系统进行优化,得到了冶金质量良好的铸件。鄯宇等[14]利用 ProCAST 软件的 CAFE 模块对 K439B 高温合金框型铸件的熔模精铸过程进行了宏观数值模拟,并对实际铸件进行 EBSD 分析,通过对比分析验证了所建宏微观模型的准确性。上述研究结果表明,通过数值模拟手段可以有效预测镍基高温合金熔模铸造缺陷,并可采取数值模拟与实验相结合的方法来指导实际铸造生产。高温合金机匣类铸件常用合金为 K4169,其在 650 ℃下具有优异的综合性能,能够满足铸件易于充型和补焊、高承力的要求,已被广泛应用到各种航空发动机的整体铸造机匣及相配合的零部件上[15]。但关于 K4169 合金复杂薄壁类铸件的缺陷预测与实际铸件的对比研究较少,针对复杂薄壁类铸件的相关铸造工艺还在不断实验和完善中。

本工作采用数值模拟与工艺实验相结合的方法,利用 ProCAST 软件对 K4169 高温合金复杂薄壁类铸件熔模铸造的充型、凝固过程进行模拟,分析铸造过程中流场、温度场等,确定铸件易产生缩孔、缩松缺陷的部位。完成数值模拟后,使用相同的工艺参数对复杂薄壁铸件进行实际铸造生产,通过 X 射线探伤检测评估铸件的成形质量。最终,对铸件的特征部位进行取样,统计铸态试样的显微缩松水平,并对铸态试样进行标准热处理,分析热处理前后的显微组织变化,对比不同状态和不同缩松水平部位的拉伸性能,旨在为 K4169 镍基高温合金复杂薄壁铸件的生产提供技术参考,推动镍基高温合金熔模铸造工艺向高效率、高质量发展。

1 实验

1.1 有限元数值模拟

1.1.1 模型建立

图 1 为铸件的三维模型及网格划分图。该铸件结构较为复杂,属于典型的复杂薄壁类铸件,通过 UG 软件对其进行建模,三维模型如图 1(a)所示。铸件的高度为 150 mm,最大外径为 246 mm,最小外径为 125 mm,典型薄壁区域壁厚为 1.5~3.5 mm。铸件内部为多层结构,每一层均从外侧薄壁进行延伸,存在较多截面积突变的位置,外部还分布着一些由薄壁组成的沟槽以及实心凸台。

综合考虑计算精度及仿真效率等因素,将铸件模型导入 ProCAST 软件 Visual-Mesh 模块中,根据不同的部位划分不同大小的网格。图 1(b)为铸件的网格划分结果,浇注系统部分的网格长度为 3 mm,铸件本体网格尺寸相对细化,网格长度为 1.2 mm。图 1(c)

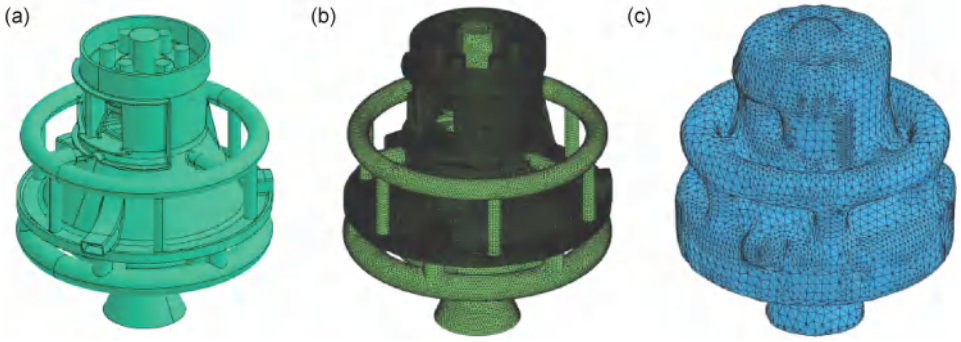


图1　带浇注系统的铸件三维模型及网格划分结果

(a)三维模型;(b)铸件网格;(c)模壳网格

Fig. 1　3D model of castings with pouring system and meshing results

(a)3D model;(b)mesh of casting;(c)mesh of mold shell

为模壳的网格划分结果,设置模壳厚度为10 mm。网格划分完成后,最终生成的面网格数量为596822,体网格数量为3965256。

1.1.2　模拟参数设置

铸件材料采用K4169镍基高温合金,模壳材料为莫来石与熔融石英混合,厚度为10 mm,热物性参数均从ProCAST数据库中选取。根据软件中的边界条件数据库,将铸件与模壳的界面换热系数定义为随温度变化,液相线温度以上换热系数为1500 $W\cdot m^{-2}\cdot K^{-1}$,固相线温度以下换热系数为400 $W\cdot m^{-2}\cdot K^{-1}$,液相线温度和固相线温度之间呈线性变化,如图2所示。模壳与环境对流换热系数为20 $W\cdot m^{-2}\cdot K^{-1}$,模壳与环境的辐射系数为0.8,环境温度为20 ℃。根据经验确定工艺参数的初始值,设置浇注温度为1530 ℃,模壳预热温度为1000 ℃,浇注时间为5 s。

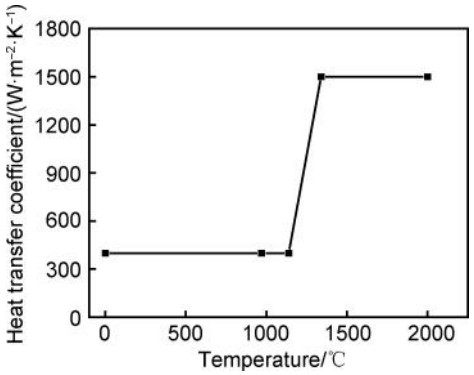


图2　铸件与模壳的界面换热系数

Fig. 2　Interfacial heat transfer coefficient between casting and mold shell

1.2　实验材料及实验过程

完成铸造数值模拟后制备模壳,并进行浇注以获得实际铸件,所采用的K4169合金的化学成分如表1所示。浇注完成后,对铸件进行X射线探伤检测,分析铸件的缩孔、缩松缺陷分布。针对铸件的不同特征位置进行显微缩松、微观组织和拉伸性能分析。根据模拟结果在铸件本体上选取8个特征位置(试样1~8),每个位置取两组坯料,一组为铸态,一组为热处理态,分别对其取组织试样和拉伸试样。选择HB/Z 140—2004中K4169合金的标准热处理工艺规范对合金进行热处理,工艺流程为:1095 ℃/2 h/空冷+955 ℃/1 h/空冷+720 ℃/8 h,以56 ℃/h的速度炉冷至620 ℃/8 h/空冷。

表1　K4169高温合金的化学成分(质量分数/%)

Table 1　Chemical compositions of K4169 superalloy(mass fraction/%)

C	Cr	Ni	Mo	Al	Ti	Nb+Ta
0.02-0.08	17.0-21.0	51.0-55.0	2.85-4.40	0.4-0.7	0.75-1.15	4.4-5.5
Co	B	Zr	Mn	Si	P	S
≤1.0	≤0.006	≤0.05	≤0.35	≤0.35	≤0.015	≤0.015
Sb	Sn	As	Bi	Pb	Cu	Fe
≤0.001	≤0.002	≤0.005	≤0.001	≤0.002	≤0.30	Balance

依次使用240,400,800,1200,2000目水研磨砂纸对组织试样进行研磨,再分别使用1,0.3,0.1 μm的金刚石抛光膏将试样抛光至镜面,使用无水乙醇清洗并干燥,最终将试样放入经过水浴加热的腐蚀液(4 g氯化铜+50 mL浓盐酸+50 mL酒精+45 mL去离子水)中浸蚀,时间40~60 s。使用BX51M型金相显微镜进

行显微组织观察，统计显微缩松体积分数和二次枝晶间距（secondary dendrite arm spacing，SDAS）。显微疏松体积分数统计方法参考 HB 20058—2011，每个试样拍摄 4 张 50 倍 OM 照片，用 Image-Pro Plus 软件统计体积分数并计算平均值。二次枝晶间距采用截线法进行测量，每个部位的金相图片选取 5 个枝晶干（每个枝晶干上应至少包括 20 个二次枝晶），用 Image-Pro Plus 软件测量并计算平均值。使用 FEI Quanta 450 型扫描电镜观察枝晶间的析出相和拉伸断口。根据显微缩松体积分数的统计结果，选取缩松水平最高和最低的部位取拉伸性能试样，力学拉伸实验在 Zwick Z250 拉伸机上进行，拉伸试样参考 GB/T 228—2002，拉伸结果取 3 根试样的平均值。

2 结果与分析

2.1 充型与凝固分析

通过数值模拟获得铸件充型、凝固过程中不同时刻的速度场和温度场。铸件充型过程不同充满度时的速度场模拟结果如图 3 所示，与图 3 相对应的温度场的模拟结果如图 4 所示。可知，当充满度为 12.6% 时，金属液充满下部主浇道，随后分流进入下部浇注

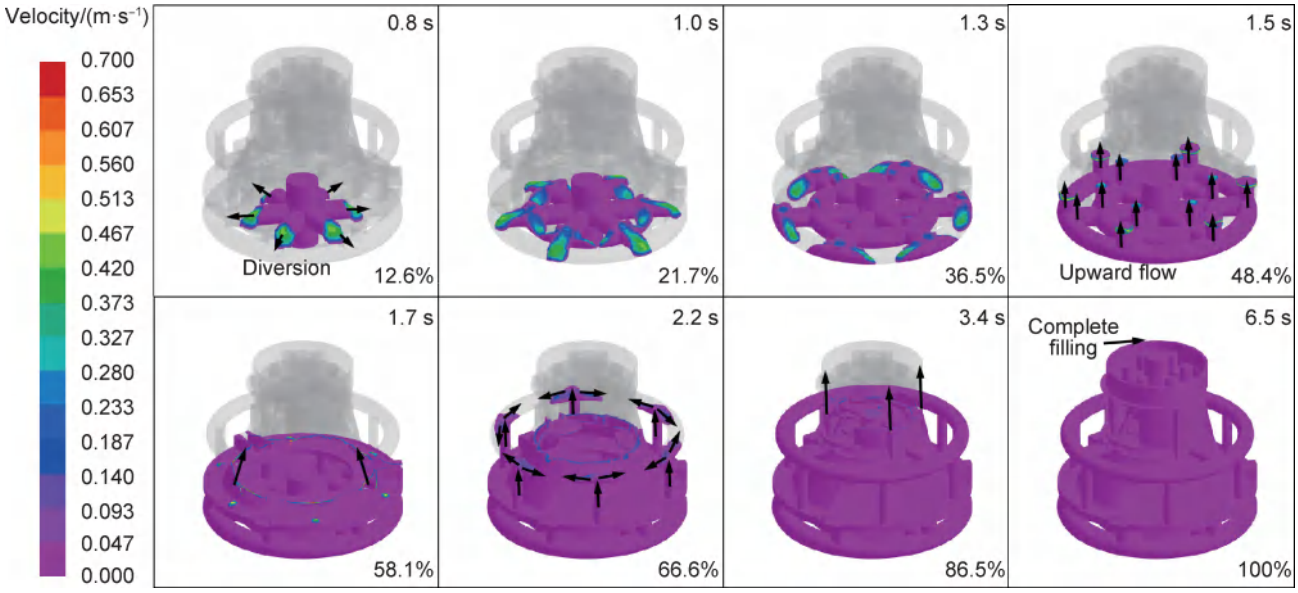


图 3 铸件不同充满度时的速度场

Fig. 3 Velocity field at different fullness of castings

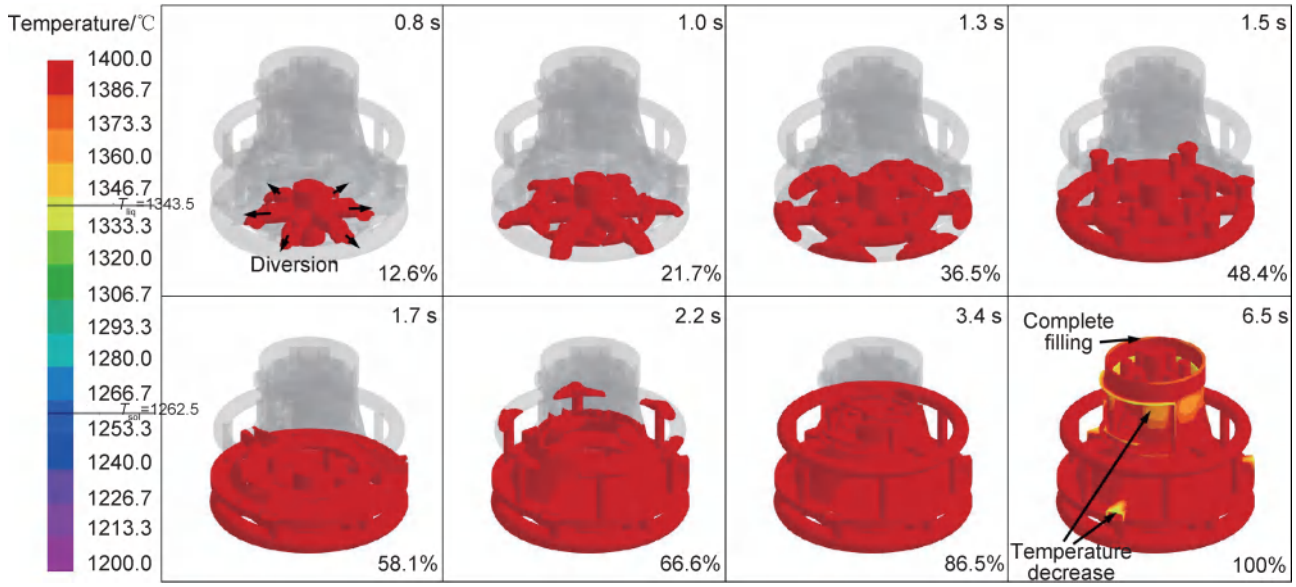


图 4 铸件不同充满度时的温度场

Fig. 4 Temperature field at different fullness of castings

系统。当充满度为 48.4% 时，金属液开始填充铸件，最先进入下法兰，金属液前端的速度为 0.28～0.37 m/s。当充满度为 58.1% 时，下法兰已经完成填充，金属液继续向上流动填充倾斜薄壁区域。当充满度为 66.6% 时，金属液进入中部环形浇道，最终在铸件中部汇流。当充满度为 86.5% 时，金属液平稳向上充型，填充竖直的三层薄壁区域。最后，薄壁区域完成充型，上部浇注系统填充完整，充型结束。铸件整体充型时间为 6.5 s，且充型金属液最低温度均高于液相线温度，这就说明模壳中金属液有较好的流动性，浇注温度及模壳预热温度设置合理。

铸件热模数分布的模拟结果如图 5 所示。可以看出，铸件底部的热模数范围为 0.25～0.35 cm，下部倾斜薄壁和上部竖直薄壁区域的热模数较低，范围在 0.09～0.19 cm 之间。这是由于铸件壁厚的下部和上部壁厚较小，且表面积大，散热较快，中部壁厚最大，散热较慢。对于大型薄壁铸件，由于壁厚小，散热表面积大，使得整体热模数较低，直接影响铸件的凝固过程。

在凝固过程中，金属液由于其特性进行补缩，可能会导致缩松、缩孔等缺陷。铸件存在较多薄壁结构，在充型过程中这些部位由于散热较快，最先开始凝固。图 6 为铸件不同时刻的固相分数分布。可以

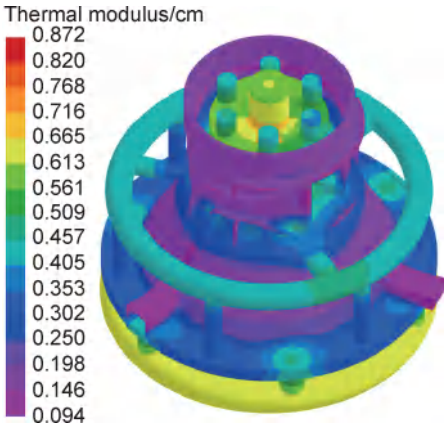


图 5　铸件的热模数分布

Fig. 5　Thermal modulus distribution of castings

看出，铸件整体凝固过程遵循从顶部向下、从外部向内的顺序。充型时间为 28.1 s 时，铸件顶部的两层薄壁最先凝固，在外层薄壁区域添加了补缩冒口，外层薄壁在压力的作用下凝固，冒口也起到一定的补缩效果。随后，铸件按照从顶部向下、由薄壁到厚壁的顺序凝固。当充型时间为 153.1 s 时，铸件的上下薄壁区域基本冷却，中间厚壁部位从外向内逐渐冷却。当充型时间为 340.5 s 时，铸件上部与上部主浇道相连的最内层壁面最后凝固，为铸件本体最后凝固的部位。

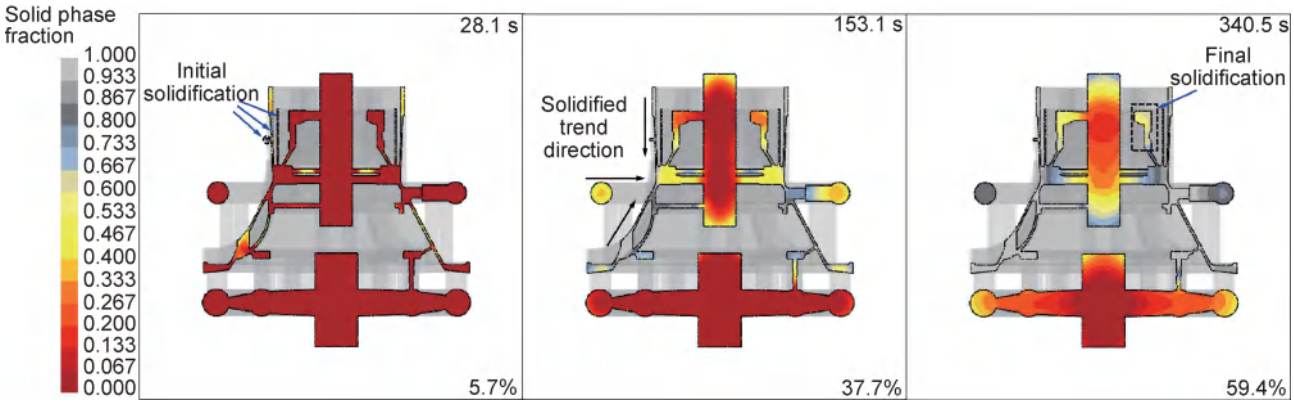


图 6　铸件不同时刻的固相分数分布

Fig. 6　Distributions of solid phase fractions at different moments of castings

2.2　缺陷分析

铸件的缩松缺陷模拟结果如图 7 所示。可知，尺寸较大的缺陷主要分布在上下主浇道和环形浇道中，但也有几个较大的缺陷位于铸件中部的变截面区域。对仿真结果进行分析，缺陷产生的原因主要为：中部变截面区域属于厚大区域，并通过横浇道与下主浇道相连，主浇道有蓄热作用，同时薄壁区域在这里交汇，壁厚薄的区域先凝固，该区域降温速度落后于上下薄壁区域，形成孤立的液相区，金属液补缩不足。铸件下部的法兰结构虽然壁厚也较大，但有浇道与其相连，可以得到有效的补缩，难以形成宏观缩松。铸件顶部内层的厚壁区域是铸件最后凝固的部位，其同样通过横浇道与上主浇道相连，但其位于铸件顶部，得到下主浇道的补缩作用较好，缺陷较少。

使用相同的工艺参数，对复杂薄壁铸件进行实际的铸造生产，并对其进行 X 射线探伤检测以验证工艺

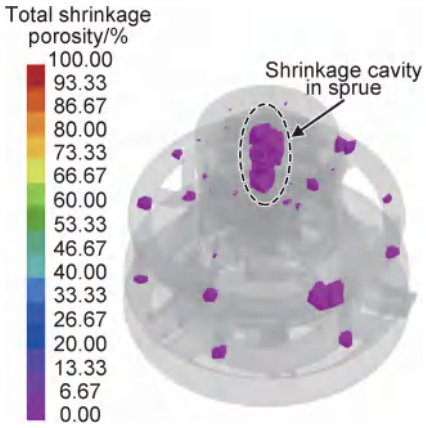


图 7 宏观铸件缺陷分布预测

Fig. 7 Distribution prediction of macroscale defects in castings

设计的合理性。切除浇注系统后，铸件不同部位 X 射线探伤结果如图 8 所示。可以看出，图 8 中未发现明显的裂纹和大的缩孔缺陷，在局部位置有少量缩松存在。X 射线探伤结果与模拟仿真结果吻合，进一步验证参数选择的准确性。

2.3 合金组织及性能分析

2.3.1 金相组织分析

熔模精铸 K4169 高温合金复杂薄壁件试样取样及位置示意图如图 9 所示。铸态试样 1～8 的显微缩松典型 OM 像和缩松水平的对比折线图如图 10 所示。可知，采用定量金相法统计的试样 1～8 的显微缩松平均体积分数分别为 0.17%，0.23%，0.36%，0.86%，1.01%，0.11%，0.15%，0.18%。铸件整体的缩松水平较低，试样 4 属于渐缩的变截面区域，试样 5 属于厚壁区域，在凝固时可能因为金属液来不及补充，最后凝固而产生显微缩松，显微缩松平均体积分数较高，这与数值模拟的趋势相匹配。

图 11 为铸态试样 1～8 的金相组织 OM 像和二次枝晶间距的对比折线图。可以看出，铸态条件下不同特征结构部位均为树枝晶组织，但二次枝晶臂的尺寸发生显著变化，壁厚较小的部位树枝晶较细密。由试样 1～8 对比折线图可知，其 SDAS 分别为 34.1，

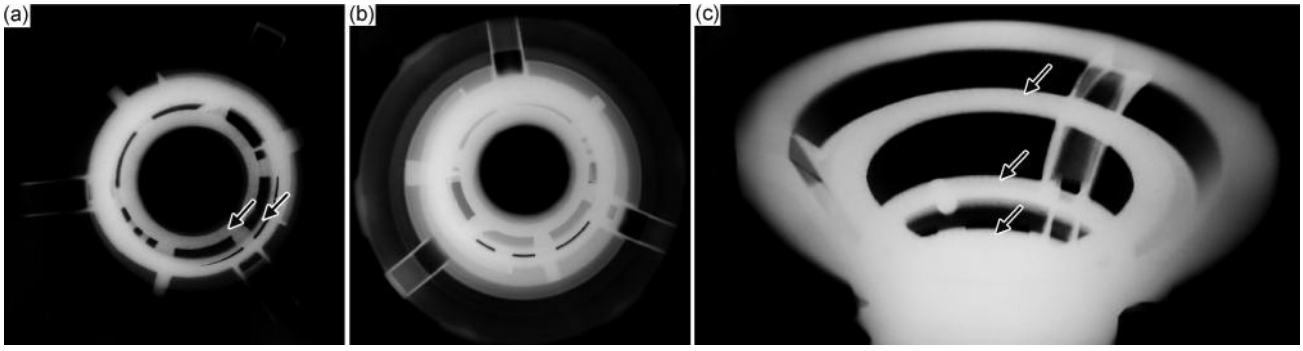


图 8 铸件 X 射线探伤图 (a)底部；(b)顶部；(c)内部

Fig. 8 X-ray flaw detection diagrams of castings (a)bottom；(b)top；(c)inside

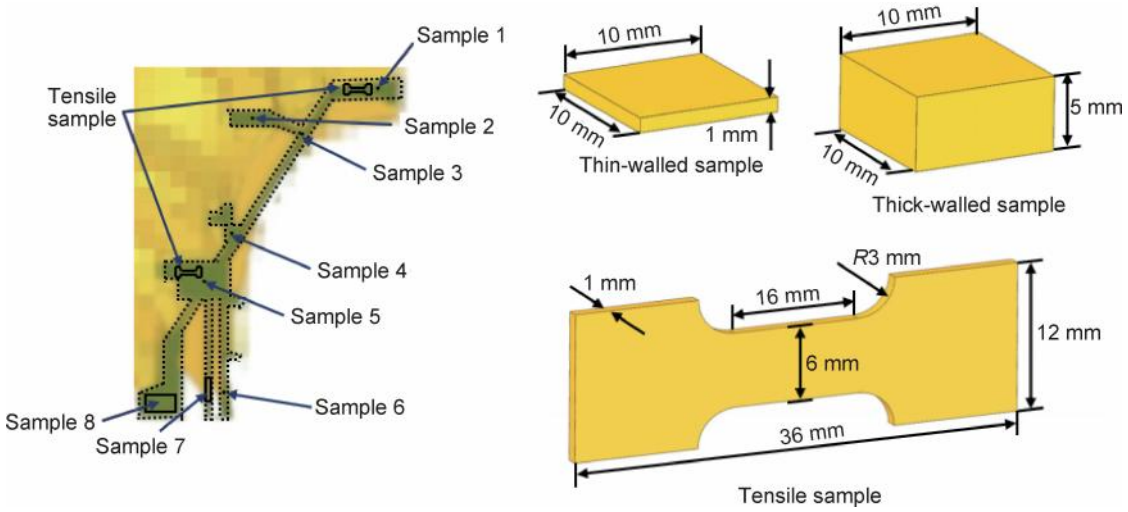


图 9 熔模精铸 K4169 高温合金复杂薄壁件试样示意图及位置分布

Fig. 9 Schematic diagrams and position distributions of complex thin-walled parts of investment casting K4169 superalloy

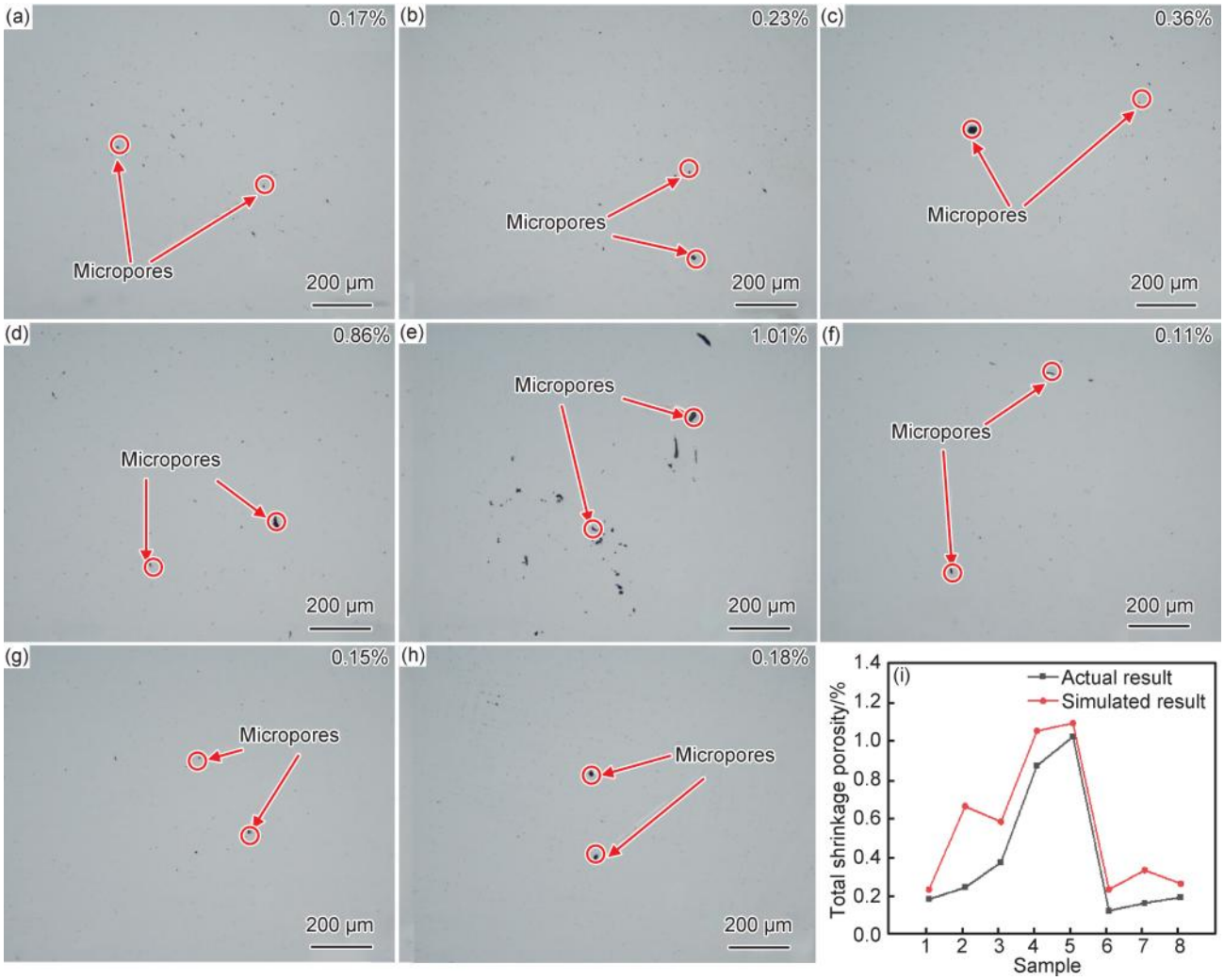


图 10　铸态 K4169 合金不同部位显微缩松典型 OM 像和缩松水平对比折线图

(a)试样 1;(b)试样 2;(c)试样 3;(d)试样 4;(e)试样 5;(f)试样 6;(g)试样 7;(h)试样 8;(i)缩松水平对比折线图

Fig. 10　Typical OM images and horizontal contrast line chart of micro-shrinkage in different parts of as-cast K4169 alloy

(a)sample 1;(b)sample 2;(c)sample 3;(d)sample 4;(e)sample 5;(f)sample 6;(g)sample 7;

(h)sample 8;(i)horizontal contrast line chart of micro-shrinkage

38.7,29.7,31.5,34.6,21.4,18.4,38.8 μm。二次枝晶间距与铸件的冷却速度、局部凝固时间有关[16]。在凝固过程中,试样 3,6,7 属于薄壁区域,其厚度均小于 3 mm,冷却速度快,合金处于固液两相区时间短,二次枝晶间距较小。试样 1,2,4,5,8 属于厚壁区域,厚度大于 5 mm,冷却速度慢,合金处于固液两相区时间长,造成二次枝晶间距的增大。

图 12 为标准热处理试样 1~8 的金相组织 OM 像。与铸态合金相比,可以看到明显的晶界。枝晶开始长大,一次枝晶臂变粗,二次枝晶臂变粗、变短,晶粒内树枝晶形貌已不明显,组织中沿晶界、枝晶间及 *M*C 碳化物周围出现一种针状相[17]。图 13 为不同状态 K4169 合金显微组织的 SEM 像。图 13(a)为铸态 K4169 合金的显微组织,可知枝晶间存在较多的析出相。岛状(内部细网状)、块状的 Laves 脆性相在枝晶间聚集,周围有一些针状的 δ 相和透镜状的 γ″存在。除此之外,还有点条状、块状的 *M*C 碳化物随机分布。图 13(b)为经过标准热处理后的 K4169 合金显微组织,发现分布在枝晶间的 Laves 脆性相基本固溶分解,γ″相经过长期时效转变为 δ 相,出现更多针状分布的 δ 相。

2.3.2　力学性能分析

图 14 为不同状态和不同缩松水平 K4169 合金的拉伸力学性能。由图 14(a)可知,铸态试样的平均屈服强度(yield strength,YS)为 481.4 MPa,平均抗拉强度(tensile strength,TS)为 673.3 MPa,平均断后伸长率(elongation,El)为 23.7%。这是由于铸态 K4169 合

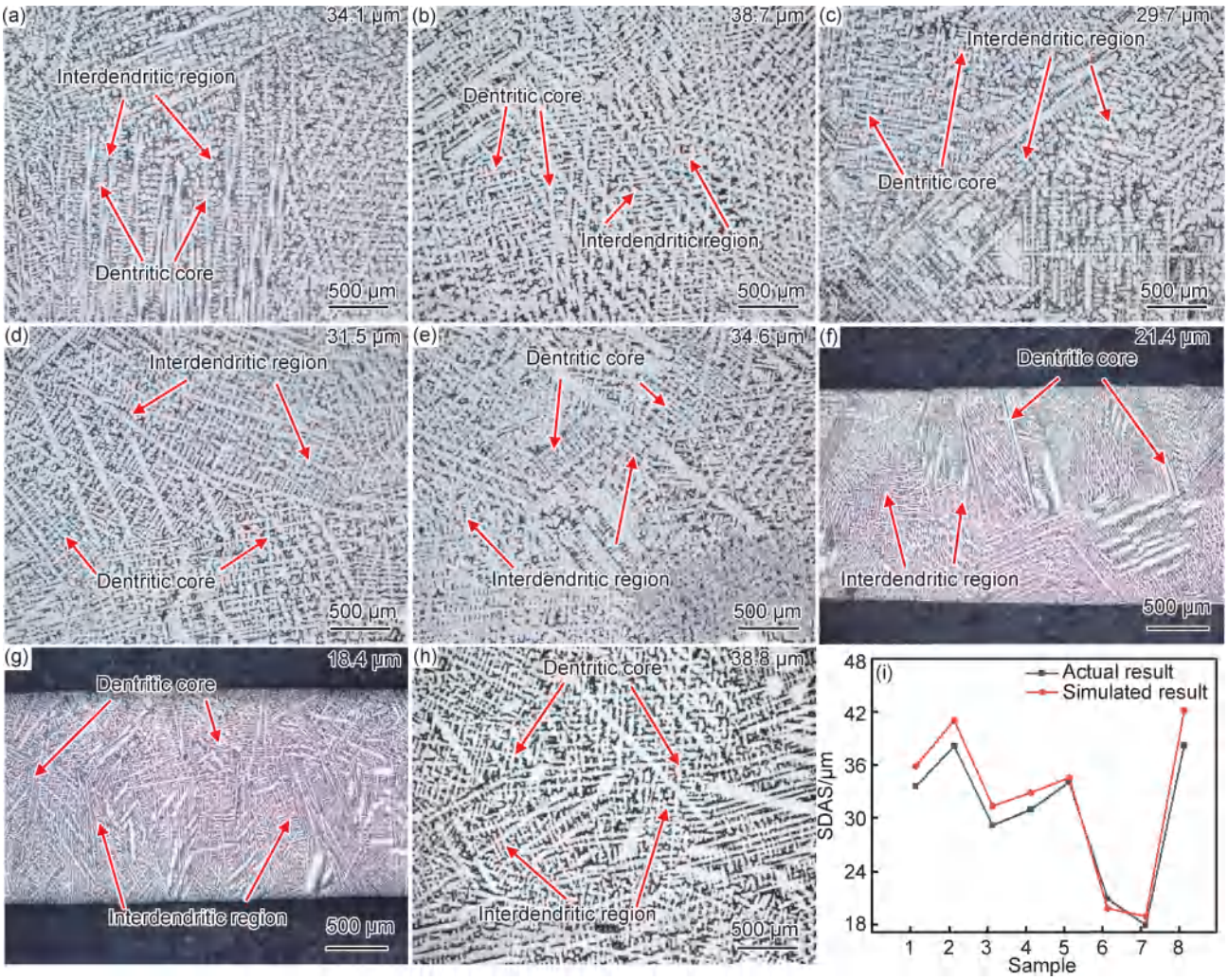


图 11 铸态 K4169 合金不同部位树枝晶组织典型 OM 像和二次枝晶间距对比折线图

(a)试样 1;(b)试样 2;(c)试样 3;(d)试样 4;(e)试样 5;(f)试样 6;(g)试样 7;(h)试样 8;(i)二次枝晶间距对比折线图

Fig. 11 Typical OM images and SDAS comparison line chart of dendrite structure in different parts of as-cast K4169 alloy

(a)sample 1;(b)sample 2;(c)sample 3;(d)sample 4;(e)sample 5;(f)sample 6;(g)sample 7;(h)sample 8;(i)SDAS comparison line chart

金枝晶间存在着大量的 Laves 脆性相,拉伸过程中容易产生大的应力集中,在有应力变化时,Laves 相与基体之间的相界面处产生局部裂纹,裂纹扩展形成断裂[18-20]。经过标准热处理后,合金的抗拉强度和屈服强度大幅提高,塑性下降,平均屈服强度为 659.7 MPa,平均抗拉强度为 785.0 MPa,平均断后伸长率为 13.9%。经过标准热处理后的 K4169 合金元素偏析程度减小,呈岛状析出在枝晶间的 Laves 相几乎固溶消失,强化相的分布更加均匀,数量更多[21]。塑性的大幅度降低是因为,沿晶界密集分布的细长针状 δ 相是有害相,在 δ 相周围会形成 γ″相贫化区,此贫化区非常薄弱,在断裂过程中成为潜在的断裂源,贫化区中 δ 相会逐渐导致微孔的形成,进而使得合金的塑性降低[19]。

由图 14(b)铸件不同缩松水平部位的拉伸性能可知,低缩松水平部位比高缩松水平部位的屈服强度提高了 10.2%,为 506.3 MPa,抗拉强度提高了 11.4%,为 711.2 MPa,断后伸长率差别较小。试样的屈服强度、抗拉强度与缩松水平有着较好的对应关系,这是因为试样在受到应力作用时,缩松、缩孔的存在会减少其有效受力面积,从而在缺陷处产生应力集中现象,发生断裂[22-23]。试样的断后伸长率对缩松水平不敏感,一方面,是因为铸件的缩松水平差别较小,最高和最低仅相差 0.9%;另一方面,断后伸长率与缩松水平的关系不仅取决于缩松面积,还与缩松的分布特性有关,缩松面积越大,缩松分布越集中,断后伸长率越小[24]。

图 15 为不同状态拉伸试样的断口形貌。如图 15(a)所示,铸态 K4169 合金断口形貌宏观上看高低不平,分布着一些孔洞,微观上可以发现有大量圆形等轴韧窝存在,韧窝大而深,边缘有撕裂棱,表

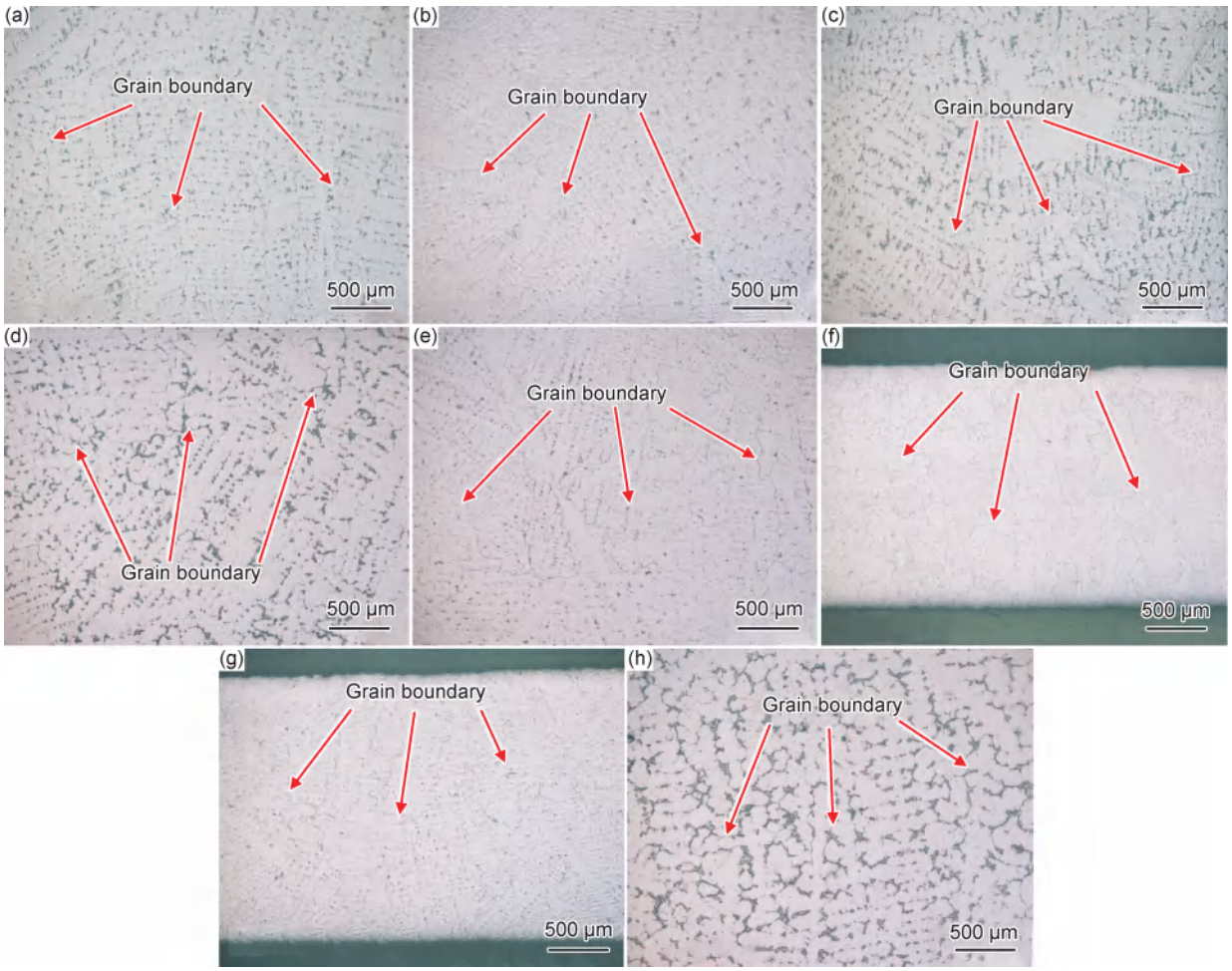


图 12　热处理态 K4169 合金不同部位金相组织典型 OM 像

(a)试样 1;(b)试样 2;(c)试样 3;(d)试样 4;(e)试样 5;(f)试样 6;(g)试样 7;(h)试样 8

Fig. 12　Typical OM images of metallographic structure in different parts of heat-treated K4169 alloy

(a)sample 1;(b)sample 2;(c)sample 3;(d)sample 4;(e)sample 5;(f)sample 6;(g)sample 7;(h)sample 8

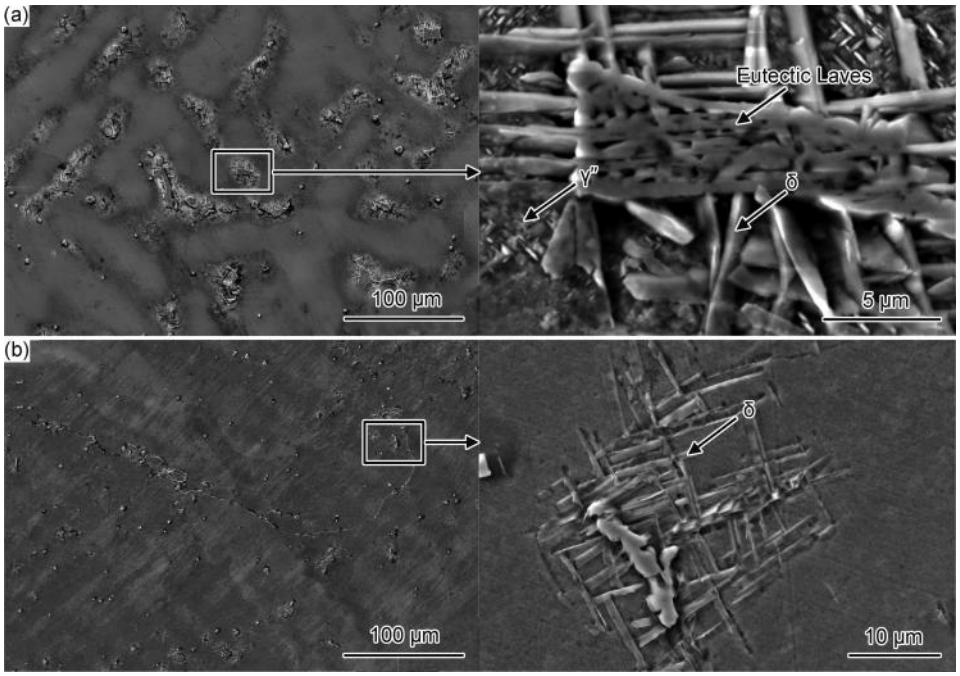


图 13　不同状态 K4169 合金显微组织 SEM 像　(a)铸态;(b)热处理态

Fig. 13　SEM images of microstructure in different states of K4169 alloy　(a)as-cast;(b)heat-treated state

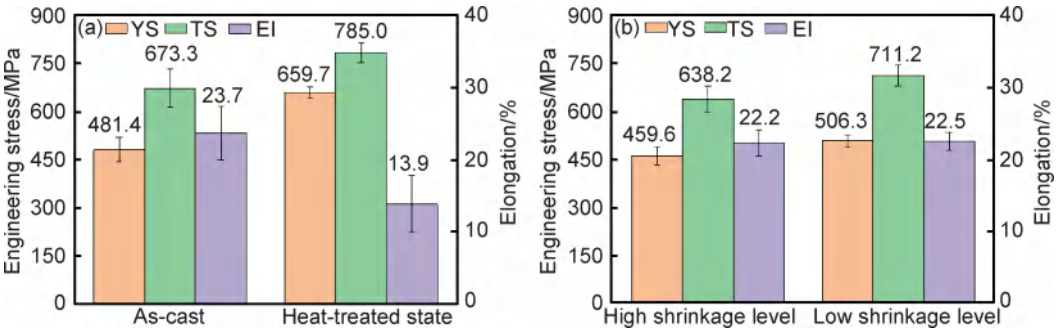


图 14 K4169 合金拉伸力学性能

(a)铸态和热处理态;(b)铸态下高缩松水平和低缩松水平

Fig. 14 Tensile mechanical properties of K4169 alloy

(a)as-cast and heat-treated state;(b)high and low shrinkage levels in as-cast

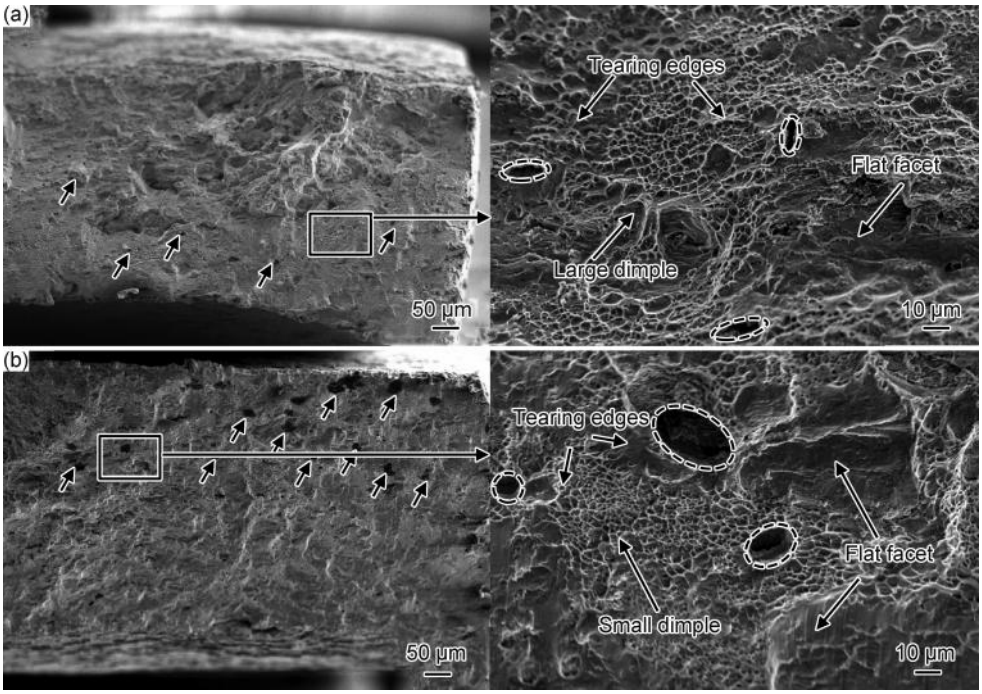


图 15 不同状态 K4169 合金拉伸试样断口形貌

(a)铸态;(b)热处理态

Fig. 15 Fracture morphologies of tensile specimens in different states of K4169 alloy

(a)as-cast;(b)heat-treated state

现为韧性穿晶断裂。热处理态 K4169 合金的断口形貌如图 15(b)所示,断口宏观上较为平整,分布着较多大的孔洞,在高倍下观察发现韧窝明显变浅、变小,断口中还发现一些光滑断面,表现为塑性的降低,总的来说仍为韧性穿晶断裂。K4169 合金变形过程中的孔洞主要形核于碳化物以及热处理过程中析出的 δ 相周围,δ 相对孔洞的形成起到重要作用。

3 结论

(1)利用 ProCAST 有限元软件,通过分析铸造过程中金属液的温度场以及模壳散热情况,对铸件缺陷的形成进行预测。在浇注温度为 1530 ℃、模壳预热温度为 1000 ℃的条件下,铸件凝固过程基本符合从底部向上、从外部向内的顺序,充型平稳。X 射线探伤和定量缩松统计结果显示铸件成形质量较好,整体的缩松水平较低,缩松平均体积分数最高约为 1.01%,缩松水平的分布趋势与数值模拟结果相吻合。

(2)合金的铸态组织均为树枝晶组织,不同区域的组织形态差别不大,但二次枝晶臂的尺寸发生显著改变。冷却速度快的部位二次枝晶间距较小,最小为 18.4 μm,冷却速度慢的部位二次枝晶间距

较大，最大为 38.8 μm。试样经过标准热处理后，枝晶开始长大，枝晶臂变粗，晶粒内树枝晶形貌已不明显。

(3)合金经过标准热处理后，室温力学性能得到提升，平均室温抗拉强度为785 MPa，平均屈服强度为659.7 MPa，平均断后伸长率为13.9%。低缩松水平较高缩松水平试样的屈服强度和抗拉强度均有提高，但断后伸长率几乎没有变化，说明缩松水平显著影响抗拉强度和屈服强度两项指标，但对断后伸长率不敏感。

参考文献

[1] LEI T, ALEXANDERSEN J, LAZAROV B S, et al. Investment casting and experimental testing of heat sinks designed by topology optimization[J]. International Journal of Heat and Mass Transfer, 2018, 127: 396-412.

[2] 孙宝德，王俊，康茂东，等. 高温合金超限构件精密铸造技术及发展趋势[J]. 金属学报，2022，58(4)：412-427.
SUN B D, WANG J, KANG M D, et al. Investment casting technology and development trend of superalloy ultra limit components [J]. Acta Metallurgica Sinica, 2022, 58(4): 412-427.

[3] 张士宏，程明，宋鸿武，等. 航空航天复杂曲面构件精密成形技术的研究进展[J]. 南京航空航天大学学报，2020，52(1)：1-11.
ZHANG S H, CHENG M, SONG H W, et al. Research progress on precision forming technology for complex curved surface components in aerospace[J]. Journal of Nanjing University of Aeronautics & Astronautics, 2020, 52(1): 1-11.

[4] 任占友，吴亚夫，谢秋峰，等. 高温合金某薄壁铸件铸造缺陷工艺控制[J]. 铸造，2015，64(12)：1231-1233.
REN Z Y, WU Y F, XIE Q F, et al. Casting defects control of a thin-walled superalloy castings[J]. Foundry, 2015, 64(12): 1231-1233.

[5] 崔加裕，汪东红，肖程波，等. 航空发动机用高温合金复杂薄壁精密铸件尺寸精度控制技术研究进展[J]. 航空材料学报，2024，44(2)：31-44.
CUI J Y, WANG D H, XIAO C B, et al. Research progress on dimensional accuracy control technologies of complex thin-walled superalloy investment castings for aero-engines[J]. Journal of Aeronautical Materials, 2024, 44(2): 31-44.

[6] 樊振中. 熔模精密铸造在航空航天领域的应用现状与发展趋势[J]. 航空制造技术，2019，62(9)：36-52.
FAN Z Z. Application status and development trend of investment casting in aerospace industry[J]. Aeronautical Manufacturing Technology, 2019, 62(9): 36-52.

[7] 郑行，郝新，闫彬，等. 熔模精铸型壳预热转移过程温度场及换热规律研究[J]. 精密成形工程，2022，14(1)：141-146.
ZHENG H, HAO X, YAN B, et al. Temperature field and heat transfer regularity of investment casting mold shell during preheating and transfer[J]. Journal of Netshape Forming Engineering, 2022, 14(1): 141-146.

[8] 刘林. 高温合金精密铸造技术研究进展[J]. 铸造，2012，61(11)：1273-1285.
LIU L. The progress of investment casting of nickel-based superalloys[J]. Foundry, 2012, 61(11): 1273-1285.

[9] DONG Y, BU K, DOU Y, et al. Determination of interfacial heat-transfer coefficient during investment-casting process of single-crystal blades[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2011, 211(12): 2123-2131.

[10] ANGLADA E, MELÉNDEZ A, MAESTRO L, et al. Adjustment of numerical simulation model to the investment casting process[J]. Procedia Engineering, 2013, 63: 75-83.

[11] SUI D S, SHAN Y, WANG D X, et al. Elastic-viscoplastic constitutive equations of K439B superalloy and thermal stress simulation during casting process[J]. China Foundry, 2023, 20(5): 403-413.

[12] 戚翔，张勇，谷怀鹏，等. K4169高温合金机匣热控凝固工艺的数值模拟及优化[J]. 铸造，2015，64(9)：851-855.
QI X, ZHANG Y, GU H P, et al. Numerical simulation and process optimization of thermally controlled solidification of K4169 superalloy engine case[J]. Foundry, 2015, 64(9): 851-855.

[13] 郑博远，吴一栋，陈晶阳，等. K439B高温合金薄壁机匣试验件熔模精铸缺陷预测与工艺优化研究[J]. 铸造技术，2023，44(2)：147-152.
ZHENG B Y, WU Y D, CHEN J Y, et al. Predication of the defects and optimization of the technology for the investment casting of thin-wall experimental cartridge receiver made of K439B superalloy[J]. Foundry Technology, 2023, 44(2): 147-152.

[14] 鄯宇，隋大山，麻晋源，等. K439B镍基合金精密铸造微观组织模拟与实验验证[J]. 稀有金属，2023，47(7)：923-933.
SHAN Y, SUI D S, MA J Y, et al. Numerical simulation and experimental verification of microstructure evolution for K439B nickel-based superalloy in investment casting process[J]. Chinese Journal of Rare Metals, 2023, 47(7): 923-933.

[15] 钟发勇，张继祥，董安平，等. 基于数值模拟和田口实验的K4169高温合金精密铸造工艺优化[J]. 热加工工艺，2023，52(3)：62-67.
ZHONG F Y, ZHANG J X, DONG A P, et al. Optimization of precision casting process of K4169 superalloy based on numerical simulation and Taguchi experiment[J]. Hot Working Technology, 2023, 52(3): 62-67.

[16] 姜哲. 浇注工艺与热处理调控新型K4169合金组织及力学性能研究[D]. 北京：北京交通大学，2022.
JIANG Z. Research on microstructure and mechanical properties of new K4169 alloy regulated by pouring process and heat treatment[D]. Beijing: Beijing Jiaotong University, 2022.

[17] 孟庆官. 铸型种类及铸件壁厚对K4169合金组织和力学性能的影响[D]. 哈尔滨：哈尔滨工业大学，2011.
MENG Q G. The effect of mould types and wall thickness on the microstructure and properties of K4169 alloy[D]. Harbin: Harbin Institute of Technology, 2011.

[18] MIAO Z J, SHAN A D, LU J, et al. Microstructure and solidification behaviour characterisation of phosphorus and boron doped IN718 superalloy[J]. Materials Science and Technology, 2012, 28(3): 334-341.

[19] 缪竹骏. IN718系列高温合金凝固偏析及均匀化处理工艺研究

[D]. 上海:上海交通大学, 2011.
MIAO Z J. Study on solidification segregation and homogenization treatments of IN718-type superalloys[D]. Shanghai: Shanghai Jiao Tong University, 2011.

[20] 周兰章,郭建亭. 微量硫对K4169合金组织与性能的影响[J]. 金属学报,1995,31(6):261-265.
ZHOU L Z, GUO J T. Effects of sulphur content on microstructure and mechanical properties of alloy K4169[J]. Acta Metallurgica Sinica, 1995, 31(6): 261-265.

[21] WEI X P, ZHENG W J, SONG Z G, et al. Strain-induced precipitation behavior of δ phase in Inconel 718 alloy[J]. Journal of Iron and Steel Research International, 2014, 21(3): 375-381.

[22] YAHUI L, MAODONG K, YUN W, et al. Effects of microporosity and precipitates on the cracking behavior in polycrystalline superalloy Inconel 718 [J]. Materials Characterization, 2017, 132: 175-186.

[23] LUDVÍK K, PETR L, RADOMILA K, et al. Casting defects and high temperature fatigue life of IN 713LC superalloy[J]. International Journal of Fatigue, 2012, 41: 47-51.

[24] 王泽华,梅婉,蔡有伟,等. 缩松对铁素体球墨铸铁QT400-18L力学性能和断裂机理的影响[J]. 铸造,2021,70(8):906-914.
WANG Z H, MEI W, CAI Y W, et al. Effect of shrinkage porosity on mechanical properties and fracture characteristics of ferritic ductile iron EN-GJS-400-18-LT [J]. Foundry, 2021, 70 (8): 906-914.

基金项目:国家科技重大专项(J2019-Ⅵ-0004-0117);上海市Ⅲ类高峰学科—材料科学与工程(高能束智能加工与绿色制造);上海市产业发展项目(HCXBCY-2023-065);上海市产业协同创新项目(XTCX-KJ-2022-41)

收稿日期:2023-12-05;**修订日期**:2024-09-20

通讯作者:张莹(1980—),女,讲师,博士,研究方向为金属精密塑性成形及模具研究,联系地址:上海市松江区上海工程技术大学松江校区(201620),E-mail:jerrinzhang@163.com;隋大山(1972—),男,副教授,博士,研究方向为材料加工CAE技术研究,联系地址:上海市徐汇区上海交通大学徐汇校区(200240),E-mail:dasui@sjtu.edu.cn

(本文责编:王 晶)

引用格式：弭光宝，孙若晨，邱越海，等. 航空发动机压气机钛火包容性评价及机理研究[J]. 材料工程，2025，53(1)：143-153.
MI Guangbao，SUN Ruochen，QIU Yuehai，et al. Evaluation and mechanism investigations of titanium-fire inclusiveness in aeroengine compressor[J]. Journal of Materials Engineering，2025，53(1)：143-153.

航空发动机压气机钛火包容性评价及机理研究

Evaluation and mechanism investigations of titanium-fire inclusiveness in aeroengine compressor

弭光宝[1*]，孙若晨[1]，邱越海[1,2]，董富礼[1]
（1 中国航发北京航空材料研究院 先进钛合金航空科技重点实验室，北京 100095；2 清华大学 新材料国际研发中心，北京 100084）
MI Guangbao[1*]，SUN Ruochen[1]，QIU Yuehai[1,2]，DONG Fuli[1]
（1 Aviation Key Laboratory of Science and Technology on Advanced Titanium Alloys，AECC Beijing Institute of Aeronautical Materials，Beijing 100095，China；2 National Center of Novel Materials for International Research，Tsinghua University，Beijing 100084，China）

摘要：航空发动机压气机钛火燃烧产生的大量熔滴及其产物会造成钛合金机匣烧穿，并致使其非包容失效，危害巨大。基于钛合金熔滴烧蚀机理和激光点火技术探索压气机钛火包容性定量评价方法，建立以TC4钛合金机匣水平扩展、垂直滴落两种构型抗熔滴烧穿能力为特征参数的测试与评价方法，实现了模拟气流环境下钛火扩散传播行为以及失效临界条件的实验验证。结果表明：在垂直滴落构型下，钛合金熔滴烧穿机匣的机理在于滴落接触界面处形成的局部高度热量集中；受传热机制影响，钛合金机匣基底原子动能急速升高，形成贯穿性液相区，最终造成烧穿，即钛火非包容失效；而在水平扩展构型下，熔滴在水平移动时会受到一定的反向气流作用等机制影响，削弱扩展效应。当熔滴在重力或离心力等作用下长期黏附于机匣模拟件表面时，释放的热量足以烧穿钛合金机匣，其临界厚度在1.5～2 mm之间。

关键词：钛合金机匣；钛火包容性；熔滴烧穿；分子动力学；航空发动机
doi：10.11868/j.issn.1001-4381.2024.000595
中图分类号：TG146.2；TQ511　**文献标识码**：A　**文章编号**：1001-4381(2025)01-0143-11

Abstract：A large number of droplets and their products produced by titanium fire combustion in aeroengine compressor will cause burn through and non-inclusiveness failure of titanium alloy casing. This has shown great harm. In this study, a quantitative evaluation method for titanium fire inclusiveness of compressor was explored based on the mechanism of titanium alloy melt drop ablation and laser ignition technology. A test and evaluation method was established with the characteristic parameters of the melt drop penetration resistance of two configurations of TC4 titanium alloy casing, namely horizontal expansion and vertical drip. Meanwhile, the diffusion behavior of titanium fire and the critical failure conditions under simulated airflow environment were varified by experiments as well. Those results show that the mechanism of titanium alloy droplet burning through the casing lies in the local high heat concentration formed at the droplet contact interface. Under the action of heat transfer, the kinetic energy of the atoms in the base of the titanium alloy cartridge increases rapidly, forming a penetrating liquid phase, and finally causing burn-through, that is, titanium non-inclusiveness failure. When the droplet moves horizontally in the process of extended combustion, it will be affected by some mechanism such as reverse airflow, which will weaken

the expansion effect. When the droplet is adhered to the surface of the casing simulation for a long time under the action of gravity or centrifugal force, the heat released is enough to burn through the titanium alloy casing. Its critical thickness is between 1.5-2 mm.

Key words: titanium alloy casing; titanium fire inclusiveness; droplet burn-through; molecular dynamics; aeroengine

航空发动机压气机结构设计与选材中,一项关键参考指标为机匣包容性,即机匣应具备将大量高能碎片包容在机匣内部的能力,从而防止高能碎片对机舱、油箱、液压管路以及控制线路等关键部位造成二次损伤[1]。在飞行状态下,这些高能碎片的来源较为复杂,受不同载荷与气流工况的影响,当机匣受到冲击、疲劳或自身缺陷作用时,部分轮盘、轮毂、叶片等运动部件便会失效产生高能碎片[2]。

钛合金具有比强度高、使用温度宽等优异特性,当应用于压气机机匣时,则需要同时评价钛火包容性问题[3]。这是因为一旦机匣与叶片发生异常摩擦,产生大量热量并高于临界生热温度时,摩擦界面生热由燃烧反应热主导,释放大量的热能[4],其间形成的熔体将对钛合金机匣产生烧蚀作用,从而造成机匣结构失效。在整个钛火燃烧过程中,熔体及产物主要来源于起燃与扩展燃烧两个阶段,并沿一定路径扩散传播。在钛火起燃阶段,钛合金明显伴随有少量的熔化现象,同时出现熔滴飞溅的现象[5],并且熔体在力的作用下向机匣运动[6]。在扩展燃烧过程中,随着钛火不断蔓延,更多的熔体产生并在气流作用下移动[7],直至大量黏附于机匣表面。

尽管目前有关压气机钛火技术如摩擦[8]与激光[9]点火实验技术已得到开发应用,并取得大量研究成果,但是表征钛合金机匣抵抗熔滴烧蚀机理及其钛火包容性的研究鲜见报道。特别是分子动力学(molecular dynamics, MD)、机器学习(machine learning, ML)等计算技术[10-11]已经应用到现代航空发动机钛合金应用研究中,开展实物实验与模拟计算相结合的典型钛合金机匣钛火包容性研究,更显得尤为重要。因此,本工作在通过MD模拟熔滴滴落机匣瞬间的烧蚀机理分析基础上,结合对高温高速气流因素以及氧浓度等工况的调控,测定不同构型下钛合金机匣抗熔滴烧穿的临界参数,探索压气机机匣钛火包容性分析评价方法,明确不同钛合金配对结构钛火包容性临界参数的影响,从而进一步完善发动机钛火防控技术体系。

1 研究方法

1.1 实验方法

在激光法钛火实验[7,9]装置及点火燃烧机理[4-6]研究基础上,采用 70 mm×30 mm×2 mm 的 TC4(Ti-6Al-4V)钛合金实验件。通过线切割、铣、磨等方法制备的TC4钛合金实验件,表面光洁、成分均匀、形貌平整。如图1所示,对于TC4钛合金的抗熔滴烧穿性能实验采用两种实验构型,即水平扩展构型与垂直滴落构型。首先,在水平扩展构型下,作为熔滴来源的TC4叶片模拟件(试件A)在400 W激光下,连续烧蚀5 s,所产生的熔体在气流温度为450 ℃、气流压力为101 kPa、气流速度为66~127 m/s和氧浓度为21%的空气气流条件下,迅速向TC4机匣模拟件(试件B)扩展,机匣模拟件的厚度分别为2,1.5 mm和1 mm;其次,在垂直滴落构型下,机匣模拟件置于叶片模拟件的正下方,完全平行,使其处于熔滴的滴落范围之内,而在气流环境方面,采用在相同的气流温度、压力和速度条件下,精确调节气流氧浓度参数的实验思路,具体设定氧浓度范围为30%~90%,每个梯度差为10%。

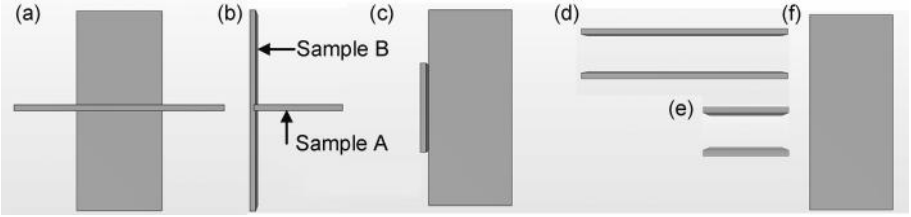


图1 水平扩展与垂直滴落构型的三视图

水平扩展构型(a)正视图;(b)侧视图;(c)俯视图;垂直滴落构型(d)正视图;(e)侧视图;(f)俯视图

Fig. 1 Three views of horizontal expansion and vertical drop configurations horizontal extension configuration (a)frontal view; (b)side view; (c)top view; vertical drop configuration(d)frontal view; (e)side view; (f)top view

1.2　模拟计算方法

首先在钛合金熔滴的形成机制中，采用模拟实际激光点火试样的平板模型，以及模拟微凸体或碎屑的球形颗粒模型。图 2 为 MD 计算模型的三视图，其中平板模型的尺寸为 70 nm×30 nm×2 nm，球形模型的半径为 5 nm。按照同样的规格尺寸，分别构建了 Ti-6Al（质量分数）、Ti-48Al（原子分数）两个 Ti-Al 元素配比的二元合金模型。表 1 统计了相同尺寸下 Ti-6Al 以及 Ti-48Al 合金的 Ti，Al 原子数。根据 Ti-Al 二元合金相图[12]，由于 Ti-6Al 属于固溶型钛合金，而 Ti-48Al 为金属间化合物，因此 Ti-6Al 采用质量分数，而 Ti-48Al 采用原子分数。然后将三个 Ti-Al 合金模型分别放置于 100 nm×100 nm×100 nm 的立方体计算盒子内，计算盒子采用了三维度周期性边界条件，不设置界面反射墙，不设定边界扩展或收缩，恒定环境压强。

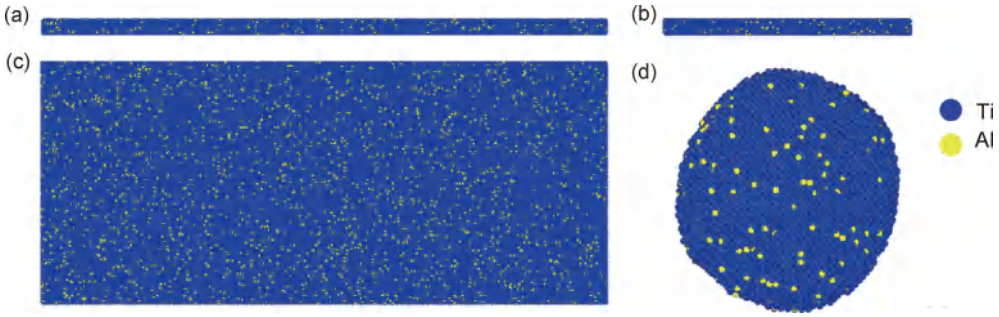


图 2　Ti-6Al 合金平板分子模型图

(a)～(c)正视图、侧视图和俯视图；(d)球形模型

Fig. 2　Ti-6Al alloys plate molecular model

(a)-(c)front view, side view, top view;(d)spherical model

表 1　不同 Ti-Al 合金的平板与球形模型信息

Table 1　Information of plate and spherical models of different Ti-Al alloys

Model type	Composition	Ratio type	Ti atomic number	Al atomic number
Plate	Ti-6Al	Mass fraction	208354	23150
Spherical	Ti-6Al	Mass fraction	26061	2896
Spherical	Ti-48Al	Atom fraction	15058	13899

其次，在滴落过程的 MD 模拟中，粒径 5 nm 的 Ti-6Al 合金颗粒正下方 20 nm 处设置了一个 30 nm×30 nm×3 nm 的长方体 Ti-6Al 平板模型，首先将 Ti-6Al 合金颗粒从 300 K 匀速加热至 2300 K 形成熔滴，然后给予熔滴 0.35 nm/ps 的向下初速度，在零阻力下匀速下降直至滴落至 Ti-6Al 平板模型表面。期间，Ti-6Al 平板与颗粒模型都同时采用 NVE 系综，维持系统总能量恒定，关闭控温算法。

此外，在运行参数方面，在熔滴形成机制的模拟中，采用了全原子匀速升温的加热模式，即针对模型（平板、球体）内的所有原子，采用统一的控温模式，每经过一个温度阻尼系数（时间）区间，修正一次升温速率，保持升温速率恒定。在初始化阶段，平板模型与球形模型的所有原子初始温度为 300 K，原子初始振动方向随机。采用了共轭梯度算法进行模型的能量最小化，设定能量的容差为 0.001，原子受力的容差为 0.01 eV/nm。然后在升温阶段，平板与球形模型的时间步长为 1 fs，模型迭代 1000000 步，即共计 1000 ps。同时设定目标温度为 2000 K，恒定升温速率为 1.7 K/ps。在控温过程中采用了 NVT 系综下的 Nose[13]/Hoover[14] 控温算法，设定温度阻尼系数为 100 fs。而熔滴滴落的参数设置与熔滴形成阶段基本相近，其区别在于熔滴温度进一步升高至 2300 K，并且达到峰值温度后立刻给予熔滴 0.35 nm/ps 的向下初速度，模型迭代 80000 步，即共计 80 ps。以上所有 MD 计算均基于 LAMMPS 程序[15-16]；模型可视化及结构分析由 OVITO 程序[17]完成；Ti-Al 二元原子间势由 Fereidonnejad 等[18]开发。

2　结果与分析

2.1　钛合金熔滴形成及滴落烧蚀的微观机理

钛合金在接近室温（300 K）环境下，经激光烧蚀可以在极短的时间（<1 s）内，熔化形成液相的熔体或者熔滴。图 3 显示了 Ti-6Al 合金平板与球形模型从 300 K 加热至 2000 K 的结构演化过程。首先在模拟片状平面试样的平板模型方面，随着模型温度的升高，模型内原子的动能增加，早期的原子原位振动加剧，导致晶格出现变形。这也进一步导致了晶格间的约束作用减弱。因此从 470 K 开始，温度越高，平板模型

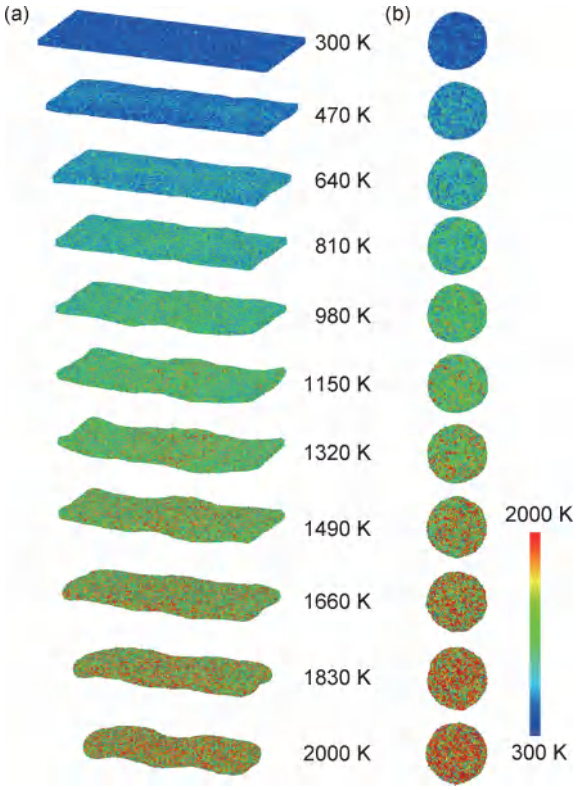


图 3 Ti-6Al平板(a)与球形(b)模型熔化形成熔体/熔滴的过程

Fig. 3 Process of Ti-6Al plate(a) and spherical(b) model melting to form melt/droplet

的结构稳定性越低,模型出现一定的波纹状弯曲。特别是模型边缘处的结构变化最为明显,因为在假设两两原子间配对势能相等的情况下,内部原子受到360°周围原子的势能稳定作用,而边缘的原子仅受到1/2或1/4方向的原子势能作用,因此在相等温度差的情况下,边缘原子会最先脱离晶格束缚。由于在LAMMPS MD模拟中,未设置重力场(G),因此模型总体呈现出,水平面:向中心收缩;垂直面:向外扩展等变化趋势。相较之下,球形Ti-6Al模型从固态到液态的形貌变化较小,基本保持了原始形态,因此球形(微粒)形成熔滴的过程相对较为迅速。

虽然球形Ti-6Al合金模型在形成熔滴过程中,总体形貌变化不明显,但从颗粒表层到内核,存在逐渐演变的液化过程。图4显示了Ti-6Al合金模型从300 K加热至2000 K的截面晶体类型分布,其中晶体类型识别采用了Ackland-Jones晶体识别算法[19]。如图4所示,由于Ti-6Al合金中Al为α稳定元素,所以在300～640 K的温度区间内,合金内部为密排六方(HCP)晶格。在模型内部由于缺乏β稳定元素(如V元素),因此在980～1320 K的高温区间内,未发生α相到β相的转变,而是直接完成了从固相到液相的熔化过程。在980～1660 K的熔化过程中,熔滴形成过程为:首先在合金颗粒的表层形成逐渐加厚的液相区,然后随着温度的增加,液相区逐渐向内核扩散,直至完全熔化形成熔滴。同时在此过程中,原有晶体内部缺陷附近,也会先于其他内核区域形成液相区。

上述熔滴的形成机理,部分原因表现在原子间势能的驱动作用。图5为熔滴的形成过程,如图所示,由于表层Ti, Al原子的总体势能作用较弱,破坏原有原子间相互作用所需的能量较颗粒内部原子更低。因此,即使内部、表层原子同步升温,表层原子也会首先脱离晶格,成为液相组织的原子。与此同时,在弛豫过程中形成的晶体内部缺陷区附近,由于室温下原子动能较低,无法恢复到完美晶格状态实现能量最小化,因此缺陷区的原子间势能要低于非缺陷区,缺陷区也会率先液化。最终在液相区扩散的过程中,完成了熔滴的形成过程。

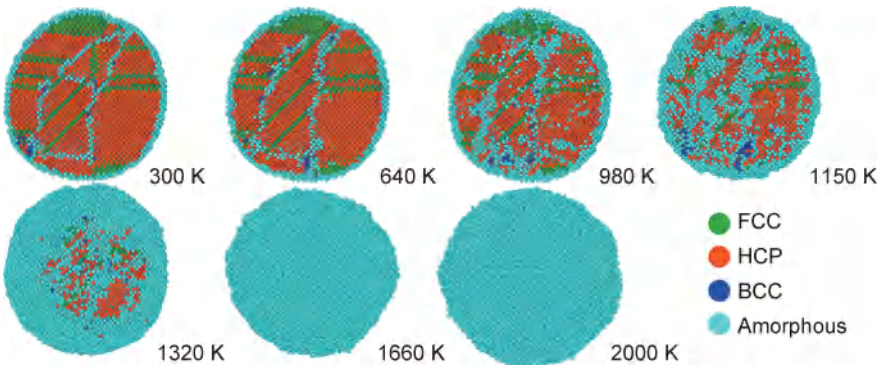


图 4 Ti-6Al球形模型在熔化过程中的晶体状态变化

Fig. 4 Crystal state change of Ti-6Al spherical model during melting

除合金模型的初始形貌(片状平板、球形颗粒)等,Ti-Al合金中Ti-Al元素配比,也是影响熔滴形成过程的潜在因素。图6显示了在相同尺寸条件下,Ti-6Al与Ti-48Al合金模型升温时的均方位移(mean square dis-

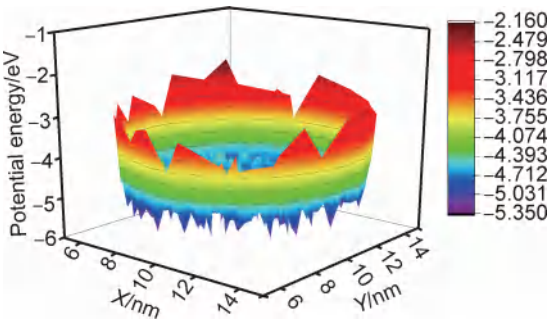


图 5　1150 K 时 Ti-6Al 合金球体模型 XY 截面原子势能分布

Fig. 5　Atomic potential energy distribution in XY section of spherical model of Ti-6Al alloy at 1150 K

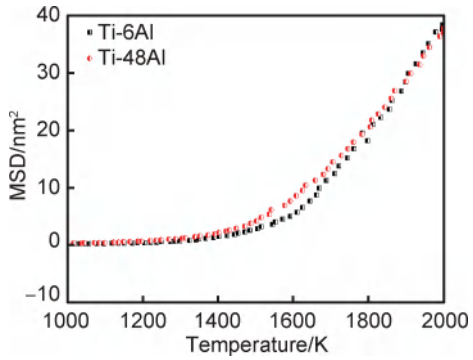


图 6　Ti-6Al 与 Ti-48Al 模型(球形)在升温过程中的 MSD 变化趋势

Fig. 6　Variation trend of MSD in Ti-6Al and Ti-48Al spherical models during temperature rise

placement,MSD)变化趋势。由于 MSD 计算的是每个 Ti/Al 原子随时间移动后的位置相对于参考(初始)位置的偏差的量度,并在 t 时刻统计得到系综平均值[20]。因此当 Ti-6Al 与 Ti-48Al 合金模型未发生相变时,即在固态下的 MSD 值基本呈线性增长趋势。而在熔化形成熔滴过程中,Ti, Al 原子运动状态由原位的热振动,转变为一定范围内的热运动,并且随着动能的增加,原子热运动速度加快,位移变化率增加。如图 6 所示,Ti-48Al 合金的熔点约为 1400 K 左右,而 Ti-6Al 约为 1500 K 左右。由于 Al 元素含量升高导致熔点降低,势能阶跃提前,最终导致 Ti-48Al 合金的熔滴更容易形成。

当对 Ti-6Al 合金熔滴施加一个下坠初速度,并设置一个平面时,如图 7 所示,熔滴在滴落的同时,发生了对平面的烧蚀作用。首先在滴落的瞬间,熔滴底部接触平面,并进行热量传递,使平面产生局部热量集中,并快速升温。随后熔滴在表面张力及熔体黏聚性的作用下,呈椭球状黏附于 Ti-6Al 合金表面。在此过程中,熔体的温度降低,平面局部温度陡升。而在接触界面形成了新的金属键,该过程是在原子热运动下形成的,从而赋予了原子间达到弛豫结构的动能。

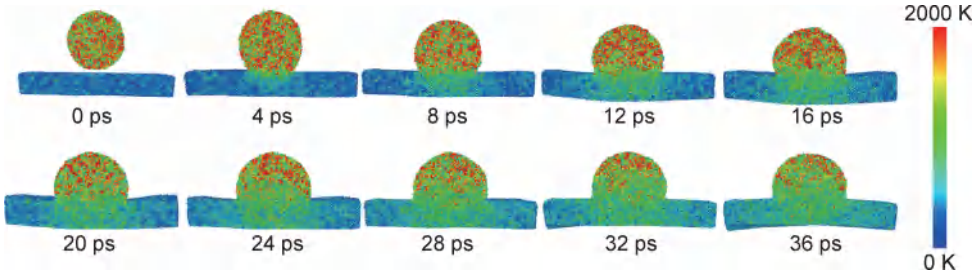


图 7　Ti-6Al 熔滴滴落并烧蚀 Ti-6Al 平板表面的过程演示图

Fig. 7　Demonstration of process of Ti-6Al melting drop and ablation of Ti-6Al plate surface

熔滴烧穿钛合金机匣的机理为:由于熔滴为钛合金燃烧下的产物,本身保持着 2000 ℃左右的高温状态。当其滴落于钛合金表面时,首先在界面处形成快速的热量传递,从而使界面附近形成高度的热量集中,如图 8 所示。在热量集中区内的原子具有较高的动能,当动能达到临界状态时,即脱离晶格位,形成液态的新的熔体。如果熔体达到机匣的底面,形成贯穿性液相区时,即钛合金机匣失效,并判定为烧穿。因此影响熔滴烧穿钛合金的关键性因素包括:

(1)热量来源:一般由熔体的温度、质量、接触面积决定,温度越高、质量越大、接触面越窄,越容易形成局部更高的热量集中。

(2)机匣导热性:导热性越高,越不利于热量集中,在快速散热的同时,也可避免烧穿作用的产生。

(3)机匣厚度:厚度为关键因素,钛合金机匣厚度越大,越不利于形成贯穿性液相区。

2.2　熔滴水平扩展构型下抗烧穿特性分析

当钛合金叶片在局部高温热源作用下形成熔体或者熔滴时,在高温高速气流的共同作用下,熔体/熔滴会沿气流方向快速移动,从而将钛合金叶片烧穿。在钛-钛结构中,扩展移动的熔体,同样也会冲击与之相近的钛合金机匣表面,从而造成机匣二次烧蚀,进而引起包容性失效。基于该背景,本节采用了水平扩

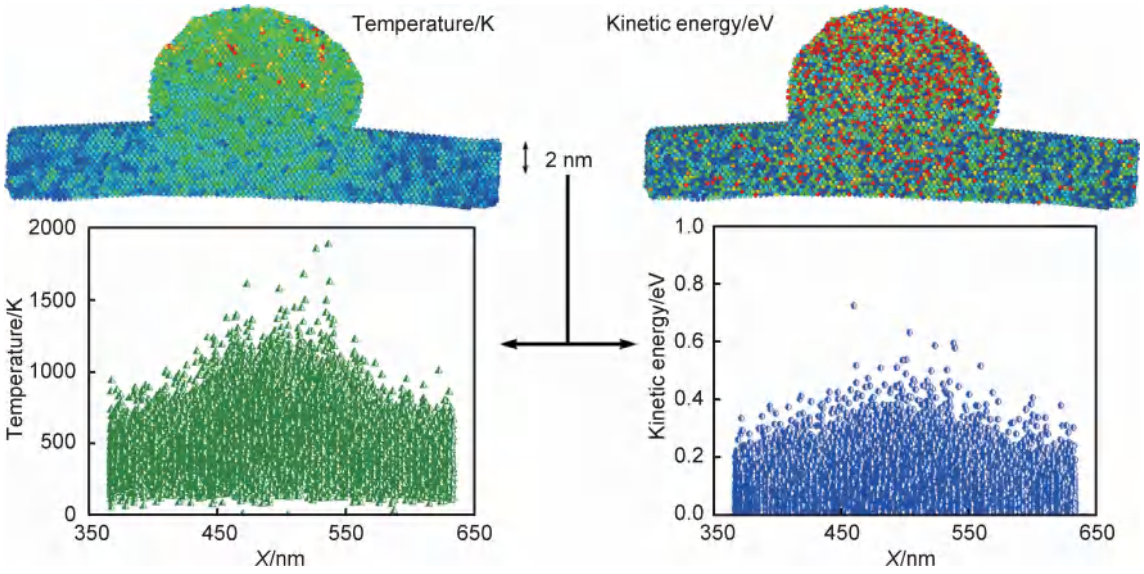


图 8 熔滴烧蚀平板表面造成局部热量集中及原子动能升高的示意图

Fig. 8 Schematic diagrams of local heat concentration and the increase of atomic kinetic energy caused by ablation of droplet on plate surface

展构型(图 9),并且通过控制气流的出口压强,实现了叶片模拟件扩展燃烧特性的调控。

由两个 TC4 钛合金构成钛-钛结构在高温高速气流及激光烧蚀下的扩展燃烧过程如图 10 所示,其中气流条件为:温度 450 ℃,出口压强 0.4 MPa。在叶片模拟件的完整起燃及扩展燃烧过程中,对机匣模拟件造成的熔滴烧蚀作用可分为 2 个阶段。

(1)起燃阶段(0~1 s):在此阶段中,虽然光斑距离机匣模拟件较远,但是起燃所迸发出的大量火花及液态熔滴在高温高速气流作用下,大量飞溅到机匣模拟件表面。

(2)扩展燃烧阶段(2~7 s):在熔体的扩展移动过程中,虽然燃烧界面未直接接触到机匣模拟件表面,但熔体所释放的大量热量,会对机匣模拟件造成一定的烧蚀作用。同时在 3 s 及 7 s 等时间点,熔体迸发出的大量火花及熔滴也会随高温高速气流冲击到机匣模拟件。

另外,通过观察叶片模拟件的扩展燃烧结果发现,采用图 9 所示构型的 TC4 钛-钛结构在同等气流与热源条件下的扩展燃烧特性,较单一 TC4 钛合金试样存

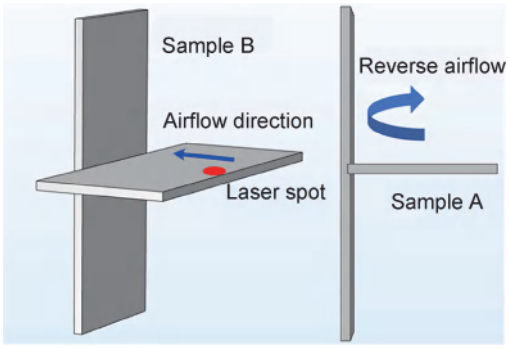


图 9 水平扩展构型原理图

Fig. 9 Schematic diagram of horizontal expansion configuration

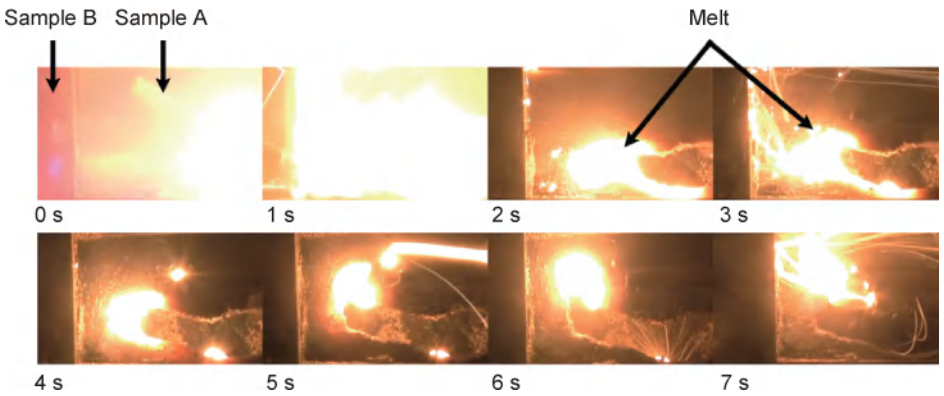


图 10 水平扩展构型下 TC4 钛合金点燃并扩展燃烧产生熔体的过程

Fig. 10 Process of TC4 titanium alloy ignition and expansion combustion to produce melt under horizontal expansion

在较大差异，从而造成燃烧界面的熔体未直接接触到机匣模拟件。单一的TC4钛合金实验件在气流温度为450 ℃，出口压强为0.4 MPa，激光功率为350 W，烧蚀时间5 s的条件下可以实现烧穿，表现出明显的扩展特性，且扩展路径相对较直。但图10中钛-钛结构的TC4叶片模拟件，不仅未烧穿，其燃烧路径发生了偏转。

造成上述差异的主要原因，在于气流方向的改变。如图10所示，高温高速气流在平顺流过叶片模拟件表面之后，受到机匣模拟件的阻挡，因而产生一定的反向气流。由于气流是推动熔体移动的主要因素，所以在反向气流的作用下，熔体越靠近机匣模拟件表面，就越容易偏转，造成扩展路径改变，中断烧穿进程。在这种反向气流作用机制下，如图11所示，冲击到机匣模拟件表面的熔体主要由气流带动的火花以及大量细小熔滴组成，而非燃烧界面的熔体。虽然在反向气流作用机制下，叶片模拟件燃烧时熔体的扩展移动受到限制，但是根据图12所示的不同出口压强下的叶片模拟件扩展路径显示，增加出口压强（或气流流速）仍然有助于叶片模拟件的扩展燃烧和熔体移动。

除了反向气流作用机制之外，另一个制约熔滴烧穿机匣模拟件的条件因素在于熔体与机匣模拟件表面的接触时间较短。如图12所示，当叶片模拟件未烧穿时，熔体的移动大部分都止步于叶片模拟件表面，

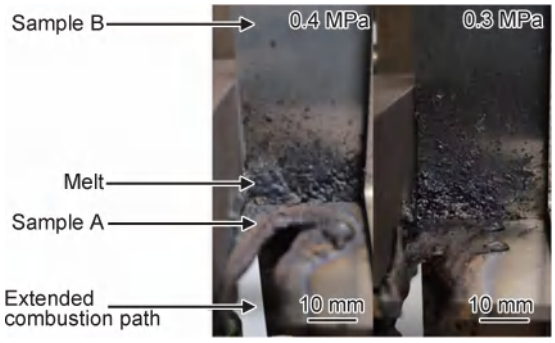


图11　叶片模拟件在扩展燃烧中迸发出火花及熔体至机匣模拟件的原始结果图

Fig. 11　Original results of the blade simulator bursting sparks and melt into the casing simulator during combustion

而未接触到机匣模拟件；当通过预留缝隙的方式，使叶片模拟件烧穿时（图12最右侧一组试样），熔体又会在叶片模拟件烧穿的瞬间，随叶片模拟件共同掉落，从而脱离与机匣模拟件的接触。熔体与机匣模拟件接触的时间较为有限，难以造成有效的烧蚀效应。即使将机匣模拟件的厚度削薄至1.5 mm和1 mm，也无法实现起燃或烧穿。如图13所示，在有限的烧蚀效应下，机匣模拟件的背面仅造成有限的氧化区，随着机匣模拟件厚度的降低，氧化区的面积及氧化程度增大。

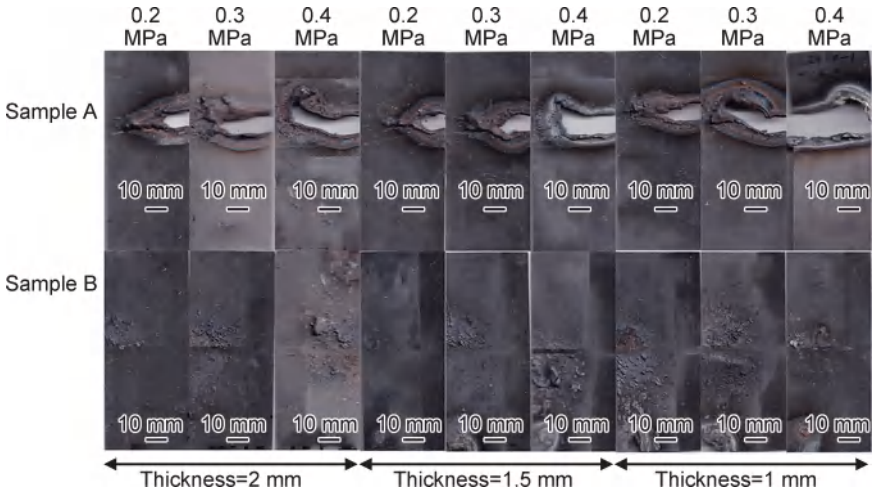


图12　不同机匣模拟件厚度及气流出口压强下的实验结果

Fig. 12　Test results of simulated parts with different cartridge thicknesses and flow outlet pressures

综上所述，采用水平扩展构型的机匣模拟件（厚度分别为2，1.5 mm和1 mm），在气流温度450 ℃、出口压强0.2～0.4 MPa均未起燃或烧穿。造成这一结果的原因主要有两方面，包括反向气流作用机制：由于叶片模拟件与机匣模拟件为垂直接触构型，气流冲击机匣模拟件表面时会受到反作用，造成气流方向发生反转，从而延缓了熔体的扩散和移动；熔体接触时间限制机制：受反向气流作用，熔体移动减缓，冲击到机匣模拟件表面的熔体主要为飞溅的方式，尺寸细小，质量有限，无法长时间且大量黏附于机匣模拟件表面。

2.3　熔滴垂直滴落构型下抗烧穿特性分析

在钛-钛结构的钛火包容性测试中，除了考虑沿高温高速气流方向移动的熔体之外，还有一个很重要的

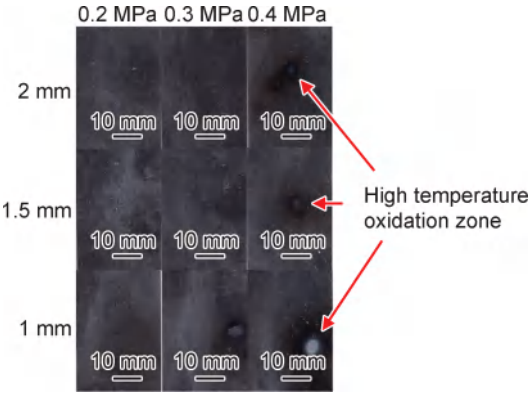


图 13 不同厚度机匣模拟件的背面形貌图及氧化区分布

Fig. 13 Back morphology of the simulated specimen with different thicknesses and distribution of oxidation zone

因素就是在重力及旋转离心力作用下，沿垂直方向滴落的大量熔滴长时间黏附于其他钛合金叶片或机匣表面，同样会造成一定的烧穿效应。基于该工程背景，本节采用了如图 14 所示的垂直滴落构型，并且通过控制环境氧浓度，实现了滴落熔滴质量和持续性高温状态的调控。

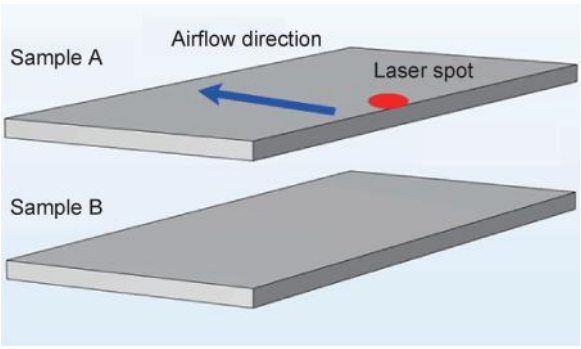


图 14 垂直滴落构型原理图

Fig. 14 Schematic diagram of vertical drip configuration

叶片模拟件在高氧浓度环境下的起燃及熔滴产生过程如图 15 所示，在氧浓度为 30%（质量分数，下同）的条件下，处于上层的 TC4 钛合金实现起燃并扩展，由于氧浓度仅高于空气（9%），因此扩展的面积有限，而且 12～16 s 时产生的熔滴在滴落前即冷却，导致未能滴落至 TC4 钛合金机匣模拟件（16 s 的亮斑区）。当氧浓度增加至 50% 时，燃烧扩展速率大幅度增加，4 s 时即实现横向（气流方向）烧穿，同时燃烧界面沿纵向（垂直气流方向）继续扩展，并持续产生熔滴，在 8～16 s 的图像中，均能看到大量的熔滴滴落于机匣模拟件表面。当氧浓度进一步增加至 80% 时，首先叶片模拟件的扩展燃烧速率和燃烧面积增加，导致熔滴滴落的时间间隔缩短，滴落数量增多。如图 15 所示，在 80% 氧浓度下，4～16 s 时均能看到大面积的亮斑区，这部分就是滴落于机匣模拟件的熔体。另外，熔滴在机匣模拟件表面持续高温的时间也进一步增加。这是因为氧浓度的升高，增加了熔滴发生高温氧化反应的剧烈程度，释放了更多的热量，从而维持熔体处于高温状态。在持续的高温下，熔滴的烧穿作用效应加剧。

外部热源（激光功率：400 W，照射时间 5 s）与 0.2 MPa 气流条件的 TC4-TC4 结构抗熔滴烧穿性能实验结果显示：2 mm 厚度的 TC4 钛合金机匣模拟件，在氧浓度 30%～90% 的条件下，虽然产生了大面积烧蚀氧化区，但均未实现烧穿，结构的包容性完整。图 16 显示了该部分实验的结果（叶片模拟件与机匣模拟件）。如图所示，随着氧浓度的增加作为熔滴来源的叶片模拟件燃烧面积逐渐增加，导致滴落的熔滴增多。如图 17 所示，氧浓度越高，则机匣模拟件的增重越大。除了熔滴滴落增多导致的增重外，还有一部分原因在于氧化面积和氧化程度的增加。在图 16 所示的机匣模拟件表面中，以熔滴为中心，在周围形成了大面积的高温氧化及热影响区。这表明熔滴的烧蚀作用并不局限于熔滴覆盖范围内，在周围一定区域，同样会受到高温氧化烧蚀作用的影响。并且氧浓度越高，高温氧化及热影响区的扩展面积越大。

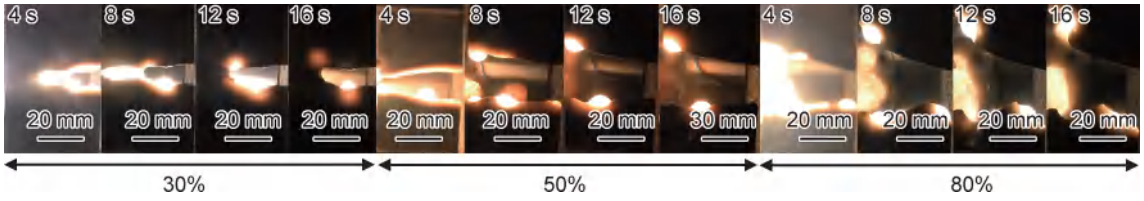


图 15 氧浓度分别为 30%，50% 和 80% 时的叶片模拟件燃烧及熔滴滴落至机匣模拟件过程图

Fig. 15 Process diagram of combustion of blade simulator and melting drop to cartridge simulator at oxygen concentration of 30%, 50% and 80% respectively

如果将 TC4 钛合金试样的厚度削薄至 1.5 mm，则外部热源（激光功率：400 W，照射时间 5 s）与 0.2 MPa 气流条件的 TC4-TC4 结构抗熔滴烧穿性能实验结果显示：1.5 mm 厚度的 TC4 钛合金机匣模拟件，在氧浓

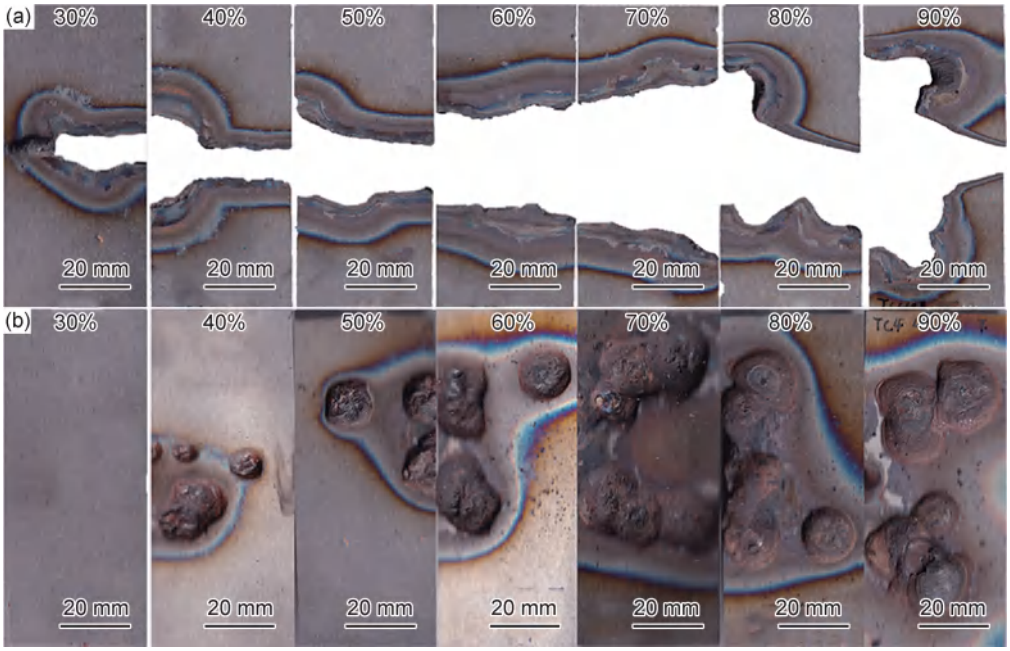


图 16　不同氧浓度下 TC4-TC4(2 mm)垂直滴落构型结果

(a)叶片模拟件;(b)机匣模拟件

Fig. 16　Results of TC4-TC4 (2 mm) vertical drip configuration under different oxygen concentrations

(a)blade simulator;(b)cartridge simulator

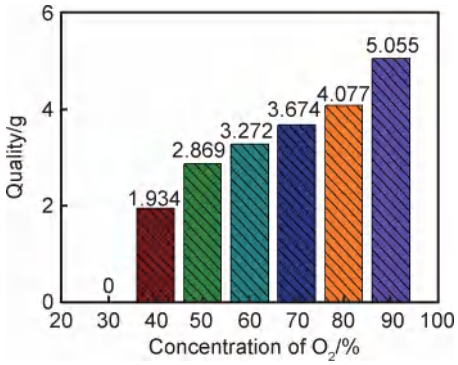


图 17　机匣模拟件(2 mm)表面增重随氧浓度变化关系曲线

Fig. 17　Surface mass gain of the cartridge analog (2 mm) varies with oxygen concentration

度≤50% 的条件下,未实现烧穿,结构的包容性完整;当氧浓度≥60% 时,机匣模拟件被熔滴烧穿,结构包容性失效。如图 18 所示,由于机匣模拟件厚度的减小,同等工况(热源、气流)下机匣模拟件表面熔滴附近高温氧化及热影响区的面积也在扩大,具体表现在氧浓度 60%,80% 下的 1.5 mm 厚机匣模拟件区域面积明显大于 2.0 mm 厚机匣模拟件区域面积。当氧浓度进一步升高至 90% 时,1.5 mm 厚的机匣模拟件从区域性的烧穿,演变为完全熔化。

这种机匣模拟件从烧穿到完全熔化的过程如图 19 所示,总体可分为 3 个阶段。(1)区域性烧穿阶段:在 5～9 s 时,叶片模拟件沿气流方向扩展燃烧产生的熔滴滴落于机匣模拟件表面,使机匣模拟件的边缘区域烧穿;(2)大面积烧穿阶段:在 14～17 s,随着叶片模拟件在扩展烧穿之后,继续扩大燃烧面积,更多的熔滴滴落于机匣模拟件,使得烧穿面积进一步扩大;(3)完

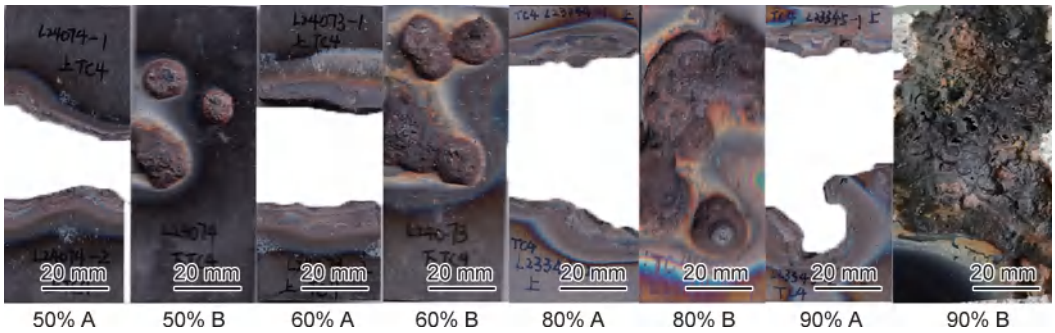


图 18　不同氧浓度下 TC4(A)-TC4(B)(1.5 mm)垂直滴落构型结果

Fig. 18　Results of vertical drip configuration of TC4(A)-TC4(B) (1.5 mm) at different oxygen concentrations

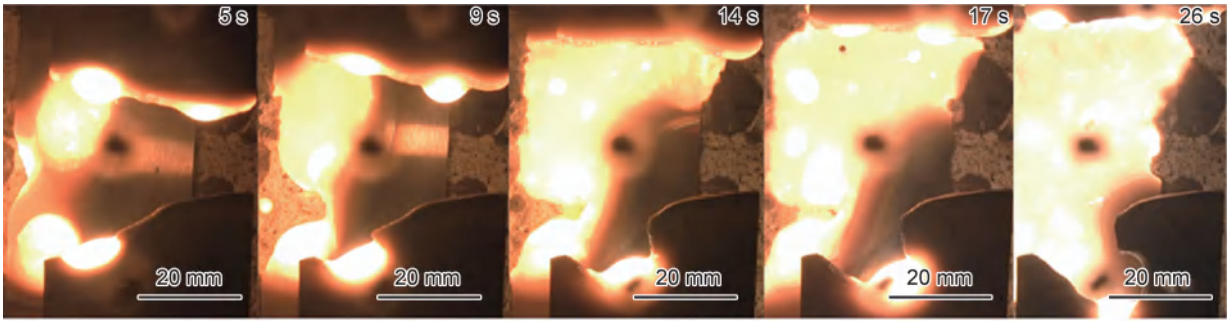


图 19 氧浓度 90% 条件下 TC4 钛合金被熔滴烧穿过程

Fig. 19 Process of TC4 titanium alloy being burned through by molten drops at 90% oxygen concentration

全熔化阶段：在 17～26 s 区间，虽然叶片模拟件的扩展燃烧结束，熔滴不再继续产生，但由于机匣模拟件表面高温氧化反应产热的持续，大面积的熔滴持续保持高温状态，最终使得 1.5 mm 厚的机匣模拟件在热效应下被完全熔化。

综上所述，在垂直滴落构型下，TC4 钛合金机匣模拟件的烧穿机理如图 20 所示：首先处于上层的叶片模拟件在激光连续烧蚀作用下，达到临界起燃温度，并且在扩展燃烧过程中，产生大量的熔滴，随后在重力作用下，熔滴滴落于机匣模拟件表面，并产生一定面积的高温氧化及热影响区。影响熔滴烧穿效果的因素主要有 3 方面。

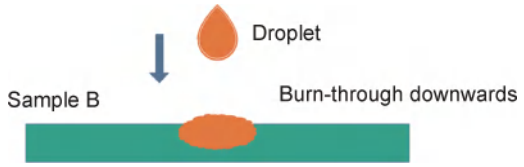


图 20 垂直滴落构型下的烧穿机理示意图

Fig. 20 Schematic diagram of the burn-through mechanism in vertical drip configuration

(1)熔滴滴落数量：在有限的熔滴烧蚀效应下，机匣模拟件能够产生大面积的高温氧化区，甚至在滴落面的背面产生氧化区(图 21)，但如果熔滴的数量有限，则无法实现烧穿，机匣模拟件的背面依然完整。

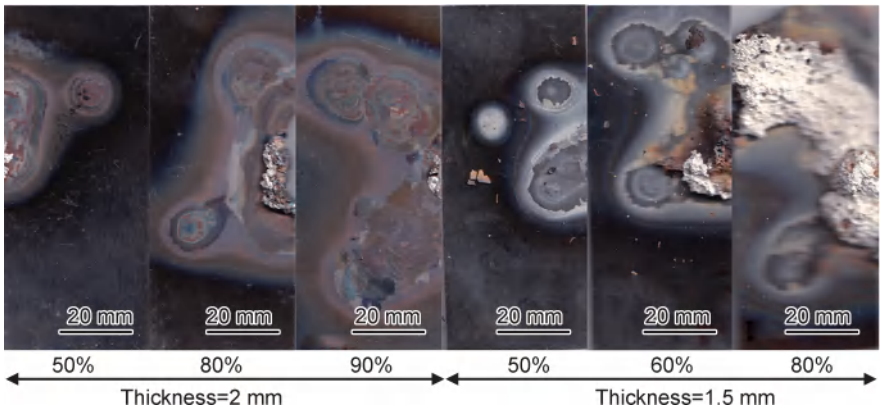


图 21 不同氧浓度和厚度条件下机匣模拟件背面的熔滴烧蚀形貌

Fig. 21 Droplet ablation morphology of the back of the cartridge simulation under different oxygen concentrations and thicknesses

(2)熔滴高温态的持续性：在熔滴烧穿过程中，熔滴的热量持续传导给机匣模拟件表面，增加其温度的同时，降低了稳定性。而增加熔滴持续处于高温状态的时间，则可以增加其对机匣模拟件的烧穿效应，因此增加氧浓度，提高燃烧及氧化持续性，则有助于烧穿。

(3)机匣模拟件的结构厚度：机匣模拟件的厚度越大，则其抗熔滴烧穿特性越强。如图 21 所示，2 mm 厚的机匣模拟件在 90% 氧浓度下仅在背面产生大面积高温氧化区，而 1.5 mm 厚的机匣模拟件在 80% 下即被熔滴烧穿，造成包容性失效。

3 结论

(1)钛合金的熔滴形成过程始于原子间势能作用较弱的表面或缺陷区，随着原子动能的增加，从初始的热振动逐渐转化为热运动并形成液相，随着液相的扩展形成熔滴；当熔滴滴落时，迅速产生局部热量集

中，原子动能剧增，导致相变并烧穿机匣。

（2）建立了以TC4钛合金机匣水平扩展、垂直滴落两种构型抗熔滴烧穿能力为特征参数的钛火包容性测试与评价方法，当熔体以水平扩展的方式向机匣模拟件移动时，受到反向气流作用等机制影响，扩展效应减弱，使熔滴无法直接移动至机匣模拟件表面，熔体主要以细小、分散的熔滴的方式迸射至机匣模拟件表面，因而以水平扩展方式受到熔体烧蚀作用较为有限；当熔体在重力或离心力作用下，长时间黏附于机匣模拟件表面时，熔体对于机匣模拟件的热传导使得机匣模拟件产生大面积的氧化区，随着熔体质量与烧蚀时间的增加，能够将机匣模拟件局部烧穿，甚至大面积熔化，机匣模拟件的厚度越低，抗熔滴烧穿特性越弱。

参考文献

[1] 刘闯，陈国栋，黄福增，等. 航空发动机机匣包容性试验研究[J]. 航空发动机，2020，46(3)：71-76.
LIU C，CHEN G D，HUANG F Z，et al. Study on aeroengine casing containment test[J]. Aeroengines，2020，46(3)：71-76.

[2] 谭毅，杨书仪，左建华，等，面向包容性的航空发动机机匣研究综述[J]. 航空工程进展，2022，13(6)：17-28.
TAN Y，YANG S Y，ZUO J H，et al. Review of aero-engine casings containment research[J]. Advances in Aeronautical Science and Engineering，2022，13(6)：17-28.

[3] 弭光宝，黄旭，曹京霞，等. 航空发动机钛火试验技术研究分析进展[J]. 航空材料学报，2016，36(3)：20-26.
MI G B，HUANG X，CAO J X，et al. Experimental technique of titanium fire in aero-enging[J]. Journal of Aeronautical Materials，2016，36(3)：20-26.

[4] 梁贤烨，弭光宝，李培杰，等. 钛合金高温摩擦着火理论研究[J]. 物理学报，2020，69(21)：343-355.
LIANG X Y，MI G B，LI P J，et al. Theoretical study on ignition of titanium alloy under high temperature friction condition[J]. Acta Physica Sinica，2020，69(21)：343-355.

[5] 吴明宇，弭光宝，李培杰，等. 600℃高温钛合金燃烧组织演变及机理[J]. 物理学报，2023，72(16)：204-222.
WU M Y，MI G B，LI P J，et al. Evolution and mechanism of combustion microstructure of 600℃ high temperature titanium alloy[J]. Acta Physica Sinica，2023，72(16)：204-222.

[6] 邱越海，弭光宝，李培杰，等. 气流速度对Ti_3Al基合金摩擦起燃行为的影响[J]. 材料工程，2024，52(5)：17-25.
QIU Y H，MI G B，LI P J，et al. Influence of airflow velocity on friction ignition behavior of Ti_3Al-based alloy[J]. Journal of Materials Engineering，2024，52(5)：17-25.

[7] 吴明宇，弭光宝，李培杰，等. 钛铝金属间化合物激光点火燃烧行为及机理[J]. 材料工程，2024，52(5)：1-16.
WU M Y，MI G B，LI P J，et al. Laser ignited burning behavior and mechanism of TiAl alloy[J]. Journal of Materials Engineering，2024，52(5)：1-16.

[8] 弭光宝，隋楠. 一种航空发动机钛合金机匣结构防钛火验证试验方法：ZL202111420955.9[P]. 2024-06-21.
MI G B，SUI N. A titanium fire proof verification test method for titanium alloy casing structure of aircraft engine：ZL202111420955.9[P]. 2024-06-21.

[9] 弭光宝，陈航. 一种钛火试验用激光点火燃烧室：ZL201711188505.5[P]. 2017-11-23.
MI G B，CHEN H. A laser ignition combustion chamber for titanium fire test：ZL201711188505.5[P]. 2017-11-23.

[10] 弭光宝，孙圆治，吴明宇，等. 机器学习在航空发动机钛合金研究中的应用进展[J]. 航空制造技术，2024，67(1/2)：66-78.
MI G B，SUN Y Z，WU M Y，et al. Applications of machine learning on aero-engine titanium alloys[J]. Aeronautical Manufacturing Technology，2024，67(1/2)：66-78.

[11] 弭光宝，孙若晨，吴明宇，等. 航空发动机钛合金分子动力学计算技术研究进展[J]. 航空材料学报，2024，44(2)：87-103.
MI G B，SUN R C，WU M Y，et al. Research progress of molecular dynamic calculation on titanium alloys for aero-engine[J]. Journal of Aeronautical Materials，2024，44(2)：87-103.

[12] OHNUMA I，FUJITA Y，MITSUI H，et al. Phase equilibria in the Ti-Al binary system[J]. Acta Materialia，2000，48(12)：3113-3123.

[13] NOSÉ S. A unified formulation of the constant temperature molecular dynamics methods[J]. Journal of Chemical Physics，1984，81：511-519.

[14] WILLIAM G H. Canonical dynamics：equilibrium phase-space distributions[J]. Physical Review A，1985，31(3)：1695.

[15] THOMPSON A P，METIN AKTULGA H，RICHARD B，et al. LAMMPS-a flexible simulation tool for particle-based materials modeling at the atomic，meso，and continuum scales[J]. Computer Physics Communications，2022，271：108171.

[16] STEVE P. Fast parallel algorithms for short-range molecular dynamics[J]. Journal of Computational Physics，1995，117(1)：1-19.

[17] ALEXANDER S. Visualization and analysis of atomistic simulation data with OVITO-the Open Visualization Tool[J]. Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering，2010，18：015012.

[18] FEREIDONNEJAD R，MOGHADDAM A O，MOADDELI M. Modified embedded-atom method interatomic potentials for Al-Ti，Al-Ta，Al-Zr，Al-Nb and Al-Hf binary intermetallic systems[J]. Computational Materials Science，2022，213：111685.

[19] ACKLAND G J，JONES A P. Applications of local crystal structure measures in experiment and simulation[J]. Physical Review B，2006，73：054104.

[20] TRAN T H，DUONG D P，PHAM T M H，et al. Investigation of mean-square displacement and elastic moduli of solid argon up to 85 GPa[J]. Chemical Physics，2020，539：110928.

基金项目：国家自然科学基金“叶企孙”科学基金(U2141222)；国家科技重大专项(J2019-Ⅷ-0003-0165)；中国航发自主创新专项(CXPT-2022-034)

收稿日期：2024-08-23；**修订日期**：2024-11-10

通讯作者：弭光宝(1981—)，男，研究员，博士生导师，研究方向为发动机钛火防控及高温钛合金，联系地址：北京市81信箱15分箱(100095)，E-mail：guangbao.mi@biam.ac.cn

（本文责编：齐书涵）

引用格式：谢韶，刘艳，李俊杰，等. 铜添加对激光熔化沉积TC4钛合金组织及织构的影响[J]. 材料工程，2025，53(1)：154-164.
XIE Shao，LIU Yan，LI Junjie，et al. Effect of copper addition on microstructure and texture of TC4 titanium alloy manufactured by laser melting deposition[J]. Journal of Materials Engineering，2025，53(1)：154-164.

铜添加对激光熔化沉积TC4钛合金组织及织构的影响

Effect of copper addition on microstructure and texture of TC4 titanium alloy manufactured by laser melting deposition

谢 韶，刘 艳，李俊杰，张振林，陈 辉*
（西南交通大学 材料科学与工程学院，成都 610031）
XIE Shao，LIU Yan，LI Junjie，ZHANG Zhenlin，CHEN Hui*
（School of Materials Science and Engineering，Southwest Jiaotong University，Chengdu 610031，China）

摘要：由于存在大的温度梯度，激光熔化沉积过程会沿沉积方向形成具有择优取向的粗大柱状晶，导致材料产生显著的各向异性。拟通过在钛合金中添加Cu以实现改变初生β晶粒形态、细化组织并弱化织构的目的。系统研究了不同含量的Cu添加对激光熔化沉积TC4钛合金组织及织构的影响，结果表明，Cu元素能够显著细化柱状初生β晶粒，并使晶粒尺寸分布更加均匀，Cu元素添加量为4%(质量分数，下同)时能够实现完全的柱状晶向等轴晶转变，平均晶粒尺寸由未添加时的1490 μm降低到385 μm。添加Cu试样的晶粒内部仍为网篮组织，主要由α-Ti、β-Ti和少量Ti_2Cu相组成，其中Ti_2Cu呈短棒状分布在α-Ti板条的边界处，其在组织中的占比随Cu添加量的增大而增加。当添加8% Cu时，α-Ti的平均宽度为0.44 μm，与未添加Cu试样的1.18 μm相比降低了约63%。Cu添加能够显著降低激光熔化沉积钛合金的织构强度，当添加4% Cu时，α-Ti极图均匀分布倍数(multiples of uniform distribution，MUD)的最大值相比TC4降低了约71%。

关键词：激光熔化沉积；TC4钛合金；铜添加；微观组织；织构
doi：10.11868/j.issn.1001-4381.2023.000815
中图分类号：TG146.4 **文献标识码**：A **文章编号**：1001-4381(2025)01-0154-11

Abstract：Due to the large temperature gradient in the laser melting deposition process，the coarse primary β columnar grains with preferred orientation are formed along the deposition direction，resulting in significant anisotropy of materials. This study aims to change the morphology of the primary β grains，refine the microstructure and weaken the texture of titanium alloy by adding Cu element in the materials during the process of laser melting deposition. The effects of Cu content on the microstructure and texture of TC4 titanium alloy manufactured by laser melting deposition are studied systematically. The results show that Cu element addition can refine the columnar primary β grains significantly and make the grain size distribution more uniform. The columnar grains are transformed to fully equiaxed grains when 4% Cu (mass fraction，the same as below) is added into the material，and the average size of primary β grains decreases to 385 μm from 1490 μm of TC4 titanium alloy. Basket-weave microstructure composed of α-Ti，β-Ti，and a small amount of Ti_2Cu is obtained inside primary β grains of the samples with Cu addition. The short rod-like Ti_2Cu distributes at the boundary of the α-Ti lath，and its proportion in the microstructure increases with the increase of Cu addition. The average width of α-Ti is 0.44 μm when 8% Cu is added，which is reduced by about 63% compared with 1.18 μm of the sample without Cu addition. When 4% Cu is added，the maximum multiples of uniform distribution(MUD) value of α-Ti pole figure is reduced by about 71% compared with TC4 titanium alloy，which demonstrates that the addition of Cu can

significantly reduce the texture strength of titanium alloy manufactured by laser melting deposition.

Key words: laser melting deposition; TC4 titanium alloy; copper addition; microstructure; texture

为充分发挥航空发动机钛合金整体叶盘材料的性能潜力，叶片和盘体应分别具有最适合实际使用工况要求的组织状态，促使其由单一合金单一组织向双组织双性能的方向发展[1]。基于同轴送粉的激光熔化沉积(laser melting deposition，LMD)技术具有成形效率高、易于实现多材料复合制造以及可制造大型复杂构件等特点，是目前最常用的金属增材制造技术之一，在航空发动机零部件及飞机机身承力构件制造领域具有巨大的应用前景[2-4]，其有望成为解决双性能整体叶盘制造难题的方法之一。

根据钛合金叶盘工作条件，盘心材料需要具有较高的屈服强度和低周疲劳性能，细晶组织能较好满足上述性能需求，而盘缘和叶片则要求材料具有良好的高温持久、蠕变性能和抗疲劳裂纹扩展能力，较理想的组织为粗晶和定向生长的柱状晶[1,5]。由于激光熔化沉积工艺固有的高冷却速率和高温度梯度特征，一般会使得构件沿沉积方向形成具有择优取向的粗大柱状初生β晶粒，并导致材料呈现较为强烈的各向异性。因此当采用激光熔化沉积方法制备钛合金整体叶盘时，为满足叶盘不同区域对组织和性能的要求，需要对沉积材料的组织进行调控。目前对激光熔化沉积钛合金晶粒形态和尺寸进行调控的手段，主要包括工艺优化、元素添加以及外加能场辅助等。工艺优化是指通过调整激光能量密度、沉积策略等工艺参量进而对凝固过程温度梯度、冷却速度等进行调控，从而实现柱状晶向等轴晶的转变。Zhang 等[6]通过周期性变换激光功率和扫描速度以部分保留每个沉积层顶部形成的等轴晶，同时阻断柱状晶的外延生长，利用新晶粒的竞争生长和后续热循环过程中潜在的粗化效应，获得了 TC4 钛合金全等轴初生β晶粒的微观组织，显著降低了材料的织构强度和各向异性。元素添加是指在材料中加入能够增大成分过冷度，从而促进形核或抑制晶粒长大的合金元素，以达到细化晶粒和改变晶粒形态的目的。Xue 等[7]利用 Ni 元素能够显著增加成分过冷以及微量 B 元素提高晶粒粗化指数与活化能的综合作用，通过上述两种元素的添加制备出了具有良好拉伸性能的全等轴细小β晶粒 Ti6Al4V3Ni0.05B 合金。Zhang 等[8]通过在纯钛中加入 Cu 元素，设计了具有高生长限制因子的合金成分，采用激光熔化沉积方法制备出了由细小等轴初生β晶粒和超细共析层状晶内组织构成，具有良好强塑性匹配的新型钛-铜合金。外加能场辅助，例如超声振动和层间变形等，也是目前激光熔化沉积过程晶粒形态调控常用的方法。Todaro 等[9]在激光熔化沉积 Ti-6Al-4V 合金时，采用高强度超声振动辅助技术，实现了组织由柱状晶向等轴晶的完全转变，与未采用超声辅助的沉积材料相比，晶粒尺寸和织构强度明显减小，同时屈服强度和抗拉强度均提高了 12%。Zhao 等[10]采用横向稳态静磁场辅助激光熔化沉积成形了 Ti-6Al-4V 合金，组织分析表明材料晶粒尺寸减小，织构强度降低，晶界α相变得不连续；力学性能测试表明成形材料各向异性改善，同时塑性得到提高。

对于大多数两相钛合金来说，由于材料的生长限制因子较小，其在凝固时难以形成较大的成分过冷，因此通过单纯的工艺调控获得全等轴晶组织存在较大的困难[11]；此外，外加能场对设备要求较高，对于大型复杂构件成形的适应性较差。因此本工作采用元素添加的方法来实现激光熔化沉积钛合金组织的调控，系统研究不同含量的铜添加对激光熔化沉积 TC4 钛合金组织及织构的影响，探索获得具有不同组织状态及力学性能特征材料的途径，为高性能航空发动机钛合金整体叶盘等构件的制造提供支撑。

1　实验材料与方法

实验采用的 TC4 钛合金粉末由等离子旋转电极雾化法制备，粒径范围为 53～150 μm，采用激光衍射法测得的 D_{50}=106.4 μm，其化学成分如表 1 所示，粉末形貌见图 1(a)。添加的铜为纯度 99.5% 的纯铜粉末，由气雾化方法制备，其粒径范围为 15～53 μm，D_{50}=31.7 μm，粉末形貌如图 1(b)所示。分别将质量分数为 2%，4%，6% 和 8% 的纯 Cu 粉末加入 TC4 钛合金粉末中，并采用 JHT5 台式双运动混粉机进行 2 h 的机械混合。

表 1　TC4 钛合金粉末化学成分(质量分数/%)

Table 1　Chemical compositions of TC4 titanium alloy powder (mass fraction/%)

Al	V	Fe	C	O	N	H	Ti
6.28	4.02	0.212	0.015	0.078	0.008	0.0012	Bal.

沉积基板选用 TC4 钛合金锻件，实验前对其表面进行机械打磨并用酒精进行擦拭清洗，以保证表面干净平整。激光熔化沉积工艺实验在配有循环净化系

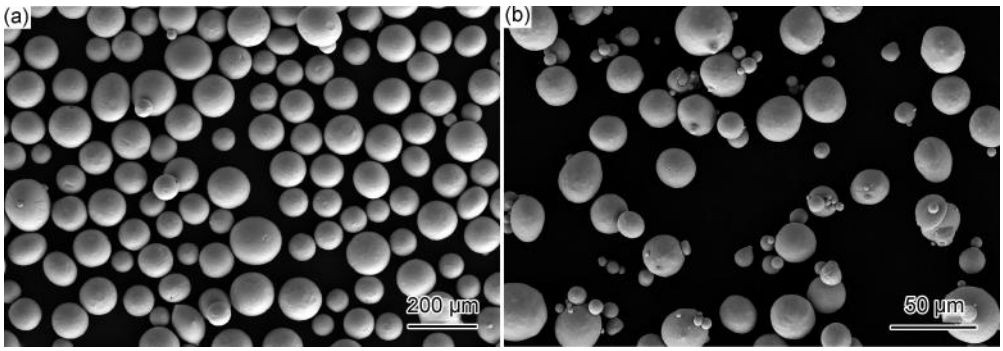


图 1 TC4 钛合金粉末(a)及纯铜粉末(b)的 SEM 形貌

Fig. 1 SEM morphologies of TC4 titanium alloy powder (a) and pure Cu powder (b)

统的成形舱内进行,环境中水、氧含量不高于 50×10^{-6}。成形的主要工艺参数为激光功率 3800 W,扫描速度 1000 mm/min,送粉速率 24 g/min,搭接率 50%,单层沉积厚度为 1 mm。每种成分下沉积成形试块的尺寸均为 45 mm×90 mm×10 mm,如图 2(a)所示,沉积策略采用往复扫描方式,扫描方向与沉积块体周边呈 45°,相邻层沉积路径旋转 90°,如图 2(b)所示。沉积完成后的试样宏观形貌如图 2(c)所示。

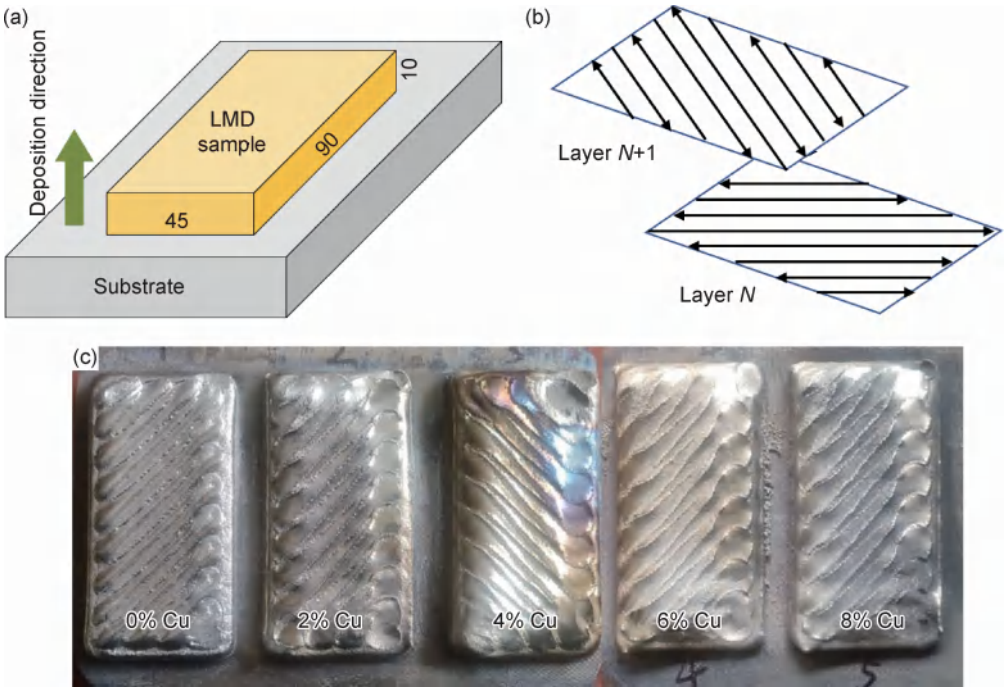


图 2 沉积尺寸示意图(a)、扫描策略(b)及试样实物照片(c)

Fig. 2 Schematic diagram of size (a), scan strategy (b), and photographs (c) of deposited specimens

沉积实验完成后,采用线切割从沉积试样内部切取尺寸为 10 mm×10 mm×15 mm 的金相试样,依次用 240#~3000#砂纸进行打磨,利用二氧化硅抛光液进行抛光处理后使用体积分数配比为 $HF:HNO_3:H_2O=5:12:83$ 的腐蚀液进行腐蚀。晶粒形态采用 ZEISS Stemi 2000-C 型体视显微镜进行观察,使用 ZEISS Gemini 300 型扫描电子显微镜(SEM)及其配套的能谱仪(EDS)对晶粒内部微观组织进行观察并测量特定区域的化学成分,使用 Rigaku Smartlab 型 X 射线衍射仪(XRD)和 FEI Tecnai G2 F20 型透射电子显微镜(TEM)观察和分析沉积材料的物相组成及分布,采用 Oxford C-nano 型电子背散射衍射仪(EBSD)对取向分布及织构强度进行观测。

2 结果与分析

2.1 晶粒形态及尺寸

不同 Cu 添加量下激光熔化沉积钛合金试样沿沉

积方向截面的初生β晶粒形态如图3所示。激光熔化沉积过程中，熔池在凝固时存在两种主要的形核机制，分别是熔池顶部基于部分熔融粉末的异质形核和熔池底部晶粒的外延生长，两种情况各自形成等轴晶和柱状晶，由于等轴晶区域很小，在后续的沉积过程中重熔消失，导致钛合金沉积试样一般由粗大的柱状晶组成[12]。从图3中可以看出随着Cu含量的增加，原本穿过多个沉积层的粗大柱状初生β晶粒逐渐转变为细小的等轴晶粒，当添加Cu的含量为2%（质量分数，下同）时，虽然仍有少量柱状初生β晶粒存在，但其尺寸远小于未添加Cu的沉积试样。在Cu含量超过4%后，柱状晶粒消失，取而代之的是细小的等轴晶粒，且随Cu含量的增加，等轴晶粒的尺寸也进一步减小。

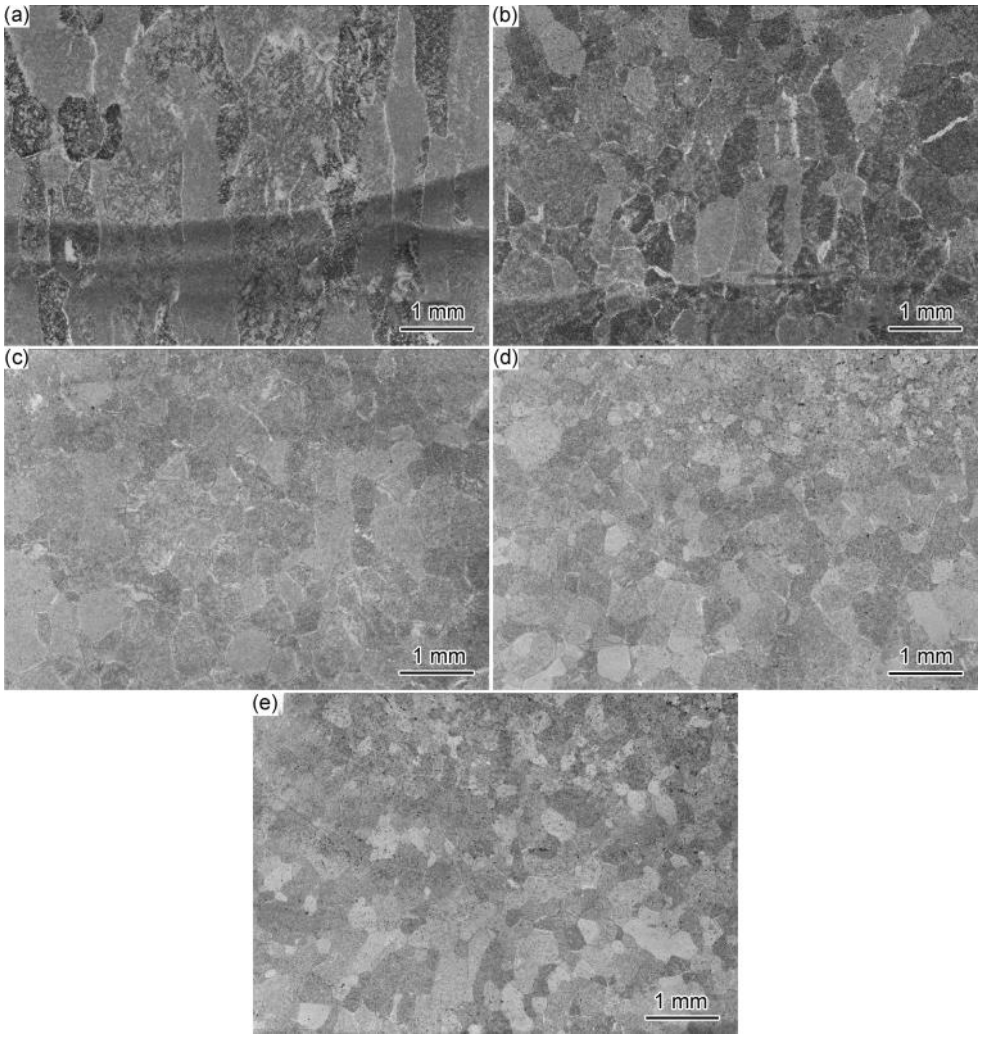


图3　不同Cu添加量下沉积试样晶粒形态
(a)0%;(b)2%;(c)4%;(d)6%;(e)8%

Fig. 3　Grain morphologies of deposited samples under different amounts of Cu addition
(a)0%;(b)2%;(c)4%;(d)6%;(e)8%

图4为重构EBSD测试结果得到的激光熔化沉积TC4和TC4+4% Cu试样的初生β晶粒形貌。由图4可知，TC4试样沿沉积方向呈十分粗大的柱状晶，当添加4% Cu后，晶粒尺寸得到明显细化，且实现了柱状晶向等轴晶的完全转变，沿沉积方向和垂直沉积方向上的晶粒尺寸大致相当。

为了更直观地分析添加量对初生β晶粒尺寸的影响，对每个沉积试样内部区域的晶粒长度进行了统计，结果如图5所示。由图3(a)和图5(a)可知，在未添加Cu的沉积试样中以粗大的柱状晶粒为主，晶粒尺寸主要分布在500～2000 μm区间内，且存在少量尺寸较小的晶粒，其主要是在每个沉积层顶部形成且未被重熔的等轴晶粒，同时存在少量极其粗大的柱状初生β晶粒，其尺寸甚至超过4000 μm。由图5(b)可知，当添

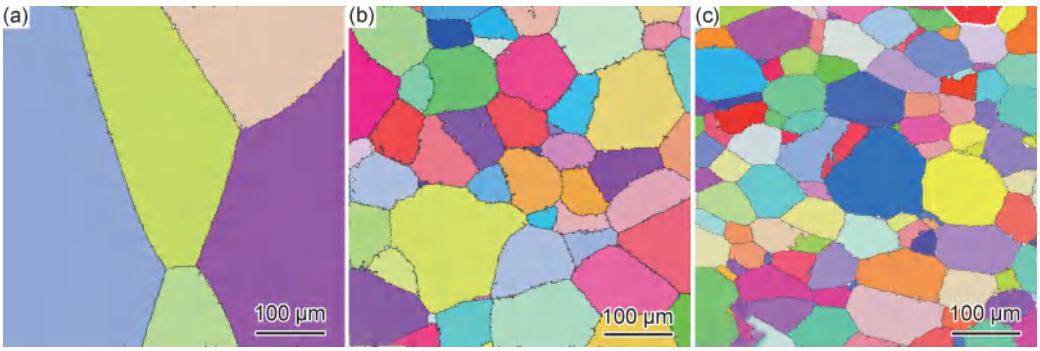


图 4 重构 EBSD 测试结果得到的初生 β 晶粒形貌

(a)TC4 沿沉积方向;(b)TC4+4% Cu 沿沉积方向;(c)TC4+4% Cu 垂直沉积方向

Fig. 4 Morphologies of primary β grains obtained by reconstructing EBSD test results

(a)TC4 parallel to deposited direction;(b)TC4+4% Cu parallel to deposited direction;(c)TC4+4% Cu vertical to deposited direction

加 2% Cu 后,晶粒尺寸分布主要集中在 100~500 μm 区间内,且最大晶粒尺寸降至 1400 μm 以下。当 Cu 添加量为 4% 时,只有少数晶粒尺寸超过 1000 μm,且晶粒尺寸分布更加均匀,如图 5(c)所示。由图 5(d),(e)可知,当 Cu 含量超过 6% 后,晶粒被进一步细化,超过 75% 的晶粒被细化至 100~300 μm,仅有少量晶粒长度超过 600 μm,但当 Cu 含量超过 6% 后,可以观察到 Cu 对晶粒尺寸的影响不再明显。

将测量的初生 β 晶粒尺寸结果进行统计计算可得到不同 Cu 元素含量下初生 β 晶粒的平均尺寸,见图 6。在未添加 Cu 时,平均晶粒尺寸为(1490±894) μm,其标准差值较大是因为组织中存在部分等轴晶,而添加 2% Cu 后平均晶粒尺寸降低了约 70% 至(444±304) μm。当 Cu 添加量提高到 4% 时,平均晶粒尺寸降低至(385±227) μm,但当添加量超过 6% 时,平均晶粒尺寸未再发生明显变化,此与图 5 的统计结果一致,表明此时继续增大 Cu 含量无法进一步细化初生 β 晶粒。

在激光熔化沉积 TC4 钛合金过程中,由于熔池中大的温度梯度使得金属熔液以已沉积层的 β 晶粒作为形核位点,实现晶粒的连续外延生长,导致其凝固组织由贯穿多个沉积层的粗大柱状初生 β 晶粒组成。通过合金化细化金属材料晶粒主要通过以下两种方式

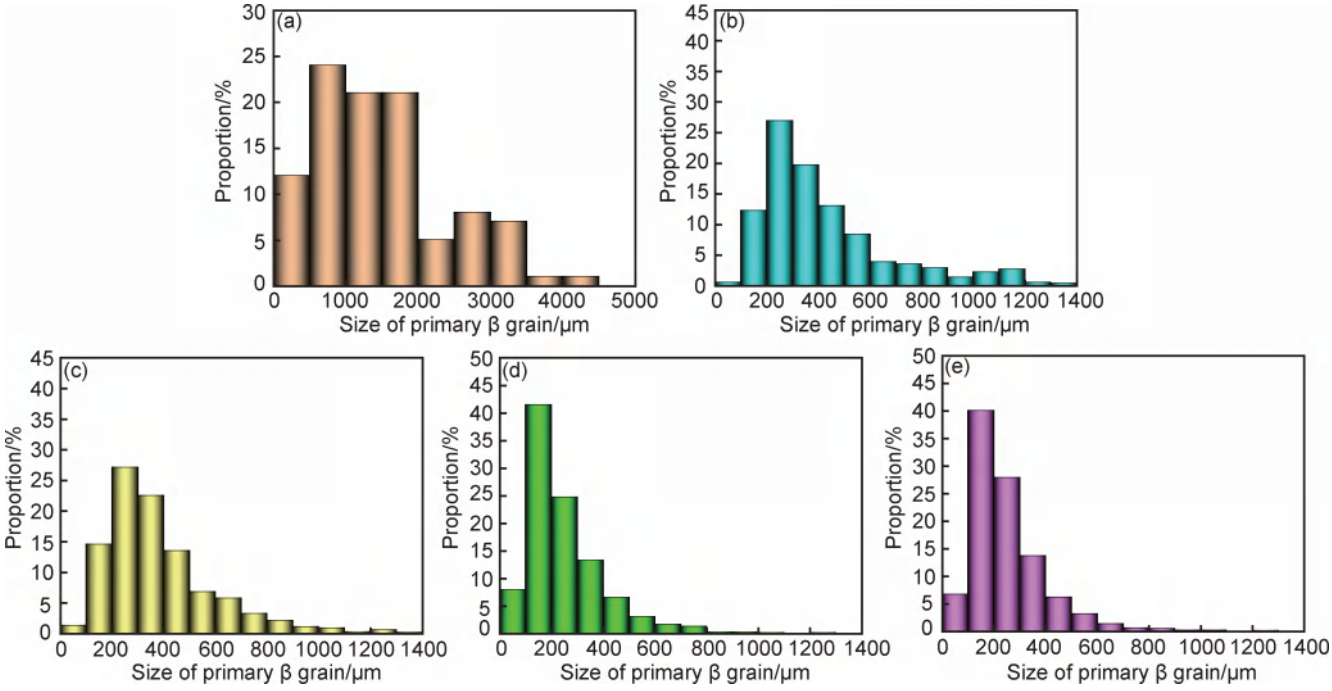


图 5 不同 Cu 添加量下沉积试样晶粒尺寸分布

(a)0%;(b)2%;(c)4%;(d)6%;(e)8%

Fig. 5 Grain size distributions of deposited samples under different amounts of Cu addition

(a)0%;(b)2%;(c)4%;(d)6%;(e)8%

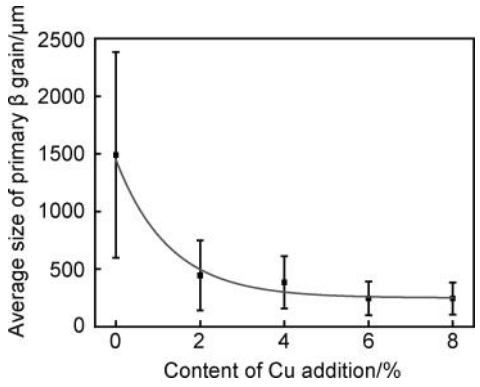


图 6　平均晶粒尺寸随 Cu 添加量的变化趋势

Fig. 6　Trend of average grain size variation with different amounts of Cu addition

实现，一是合金元素偏析引起溶质效应以减缓晶粒的生长速度，二是合金元素促进熔池中的非均匀形核从而提高凝固过程中的形核率[13]。根据 Ti-Cu 二元相图，在凝固过程中液相先是转变为 β-Ti，随后发生共析反应，β-Ti 转变为 α-Ti 和 Ti-Cu 共析产物，Cu 没有优先在液相中析出，无法提供形核质点促进熔池中的非均匀形核，因此 Cu 主要是通过溶质效应降低晶粒的生长速度从而实现晶粒的细化。合金元素引起的溶质效应通常用生长限制因子 Q 进行表示，Q 值越大表明该种元素对于晶粒生长有更强的抑制作用。尽管 TC4 中的合金元素质量分数约为 10%，但 Al 和 V 元素对应的生长限制因子较低，约为 8 K，无法有效地抑制晶粒生长，而 Cu 在 β-Ti 中的溶解度最高可达 17%，其对应的 Q_{max}=110.5 K，能够通过生长限制机制显著促进晶粒细化[8]。通过计算，在 TC4 中加入 2%，4%，6% 和 8% Cu 元素后，对应的生长限制因子 Q 分别提高至 21，34，47 K 和 60 K，因此随着 Cu 含量的增加，初生 β 晶粒的尺寸逐渐减小。

此外，Cu 是一种快速共析元素，Ti-Cu 之间的共析反应即使在极快的冷却速度下也能完成[14]，这使得 Cu 在激光熔化沉积过程中以金属间化合物的形式沉淀析出。由于元素的偏析和扩散，金属间化合物颗粒的形核主要发生在晶界，并对晶界的移动造成阻碍，而且溶质偏析降低了晶界能量，从而降低了晶粒生长的驱动力，这又进一步限制了晶粒的生长，促使晶粒细化[15]。

2.2　晶内 α 板条尺寸

图 7 为不同 Cu 添加量下沉积试样的 SEM 微观组织形貌。由图 7(a-1)，(a-2)可知，激光熔化沉积 TC4 钛合金由细小的网篮组织构成，其中呈针状或板条状的深灰色相为 α-Ti，而 α-Ti 之间的白色组织为 α-Ti 和 β-Ti 两相组成的 β 转变组织。由于激光熔化沉积具有较快的冷却速度，凝固组织主要为细长的针状 α′ 相，在后续的热循环过程中，部分 α′ 相长大并相互截断，从而形成板条状的 α 相。从图 7(b-1)～(e-2)中可以看出，在添加 Cu 元素后沉积试样的微观组织仍由网篮组织构成，但 α-Ti 板条的尺寸和 β 转变组织的比例发生了明显变化。首先，作为 β 共析稳定元素，Cu 元素会降低 β 转变温度，随着 Cu 添加量的增加，α-Ti 的形核率增大，会导致其尺寸减小，此外非平衡凝固过程中 Cu 原子在 Ti 中的固溶会导致晶格发生畸变[16]，也会阻碍 α-Ti 的生长，从而使得针状 α-Ti 长度减小，宽度也有所减小。其次，β 转变温度的降低会使得凝固过程中残余的 β-Ti 含量增加，限制了 α-Ti 的生长，同时也使得 β 转变组织的含量增加。

为进一步分析 Cu 对 α-Ti 板条尺寸的影响，统计了不同 Cu 元素添加量下 α-Ti 板条的宽度分布情况，结果如图 8 和图 9 所示。在添加 2% Cu 后，α-Ti 板条的主要宽度分布区间从 TC4 钛合金的 0.6～1.8 μm 降低至 0.4～1.1 μm，平均宽度相应地从(1.18±0.36) μm 降低至(0.75±0.22) μm，降低了 36.4%；随着 Cu 含量的继续增加，α-Ti 板条的宽度分布区间和平均宽度进一步降低，当添加 8% Cu 后，α-Ti 的主要宽度分布区间在 0.2～0.6 μm，平均宽度为(0.44±0.13) μm，平均宽度与 TC4 试样相比降低了约 63%。此外，Cu 元素的加入不仅降低了 α-Ti 的宽度，同时也改善了 α-Ti 宽度分布的均匀性。

2.3　物相组成

图 10 为根据 EDS 测试结果所绘制的 α 板条和 β 转变组织中的 Al，V 及 Cu 元素的含量随 Cu 添加量的变化曲线。由图 10 可知，Al 元素在不同 Cu 添加量沉积试样 α 板条和 β 转变组织中的含量较为稳定，且在 α 板条中的含量略大于在 β 转变组织中的含量。而对于不同 Cu 添加量的沉积试样，β 转变组织中 V 元素的含量要显著高于 α 板条。Al 元素是 α 稳定元素，虽然它在 α-Ti 和 β-Ti 中都能够大量溶解，但是会优先溶解于 α-Ti 中，使得不同相中 Al 元素的含量存在差距；V 元素的原子半径与 Ti 相近，其晶格类型也与 β-Ti 相一样均为体心立方结构，属于 β 稳定元素，V 元素能无限固溶在 β-Ti 中[17]，而在 α-Ti 中的溶解度较低，导致 β 转变组织中 V 元素的含量更高。

根据图 10 所示的元素含量结果，随沉积试样中 Cu 添加量的增加，α 板条和 β 转变组织中 Cu 的含量均增加，同时 Cu 元素与 V 元素一样，也存在明显的偏聚现象，在 β 转变组织中的含量远高于在 α 板条中的含量，这是因为 Cu 作为 β 共析稳定元素，在 α-Ti 中的溶解度较低，几乎所有的 Cu 都进入到 β-Ti 中，并在冷却

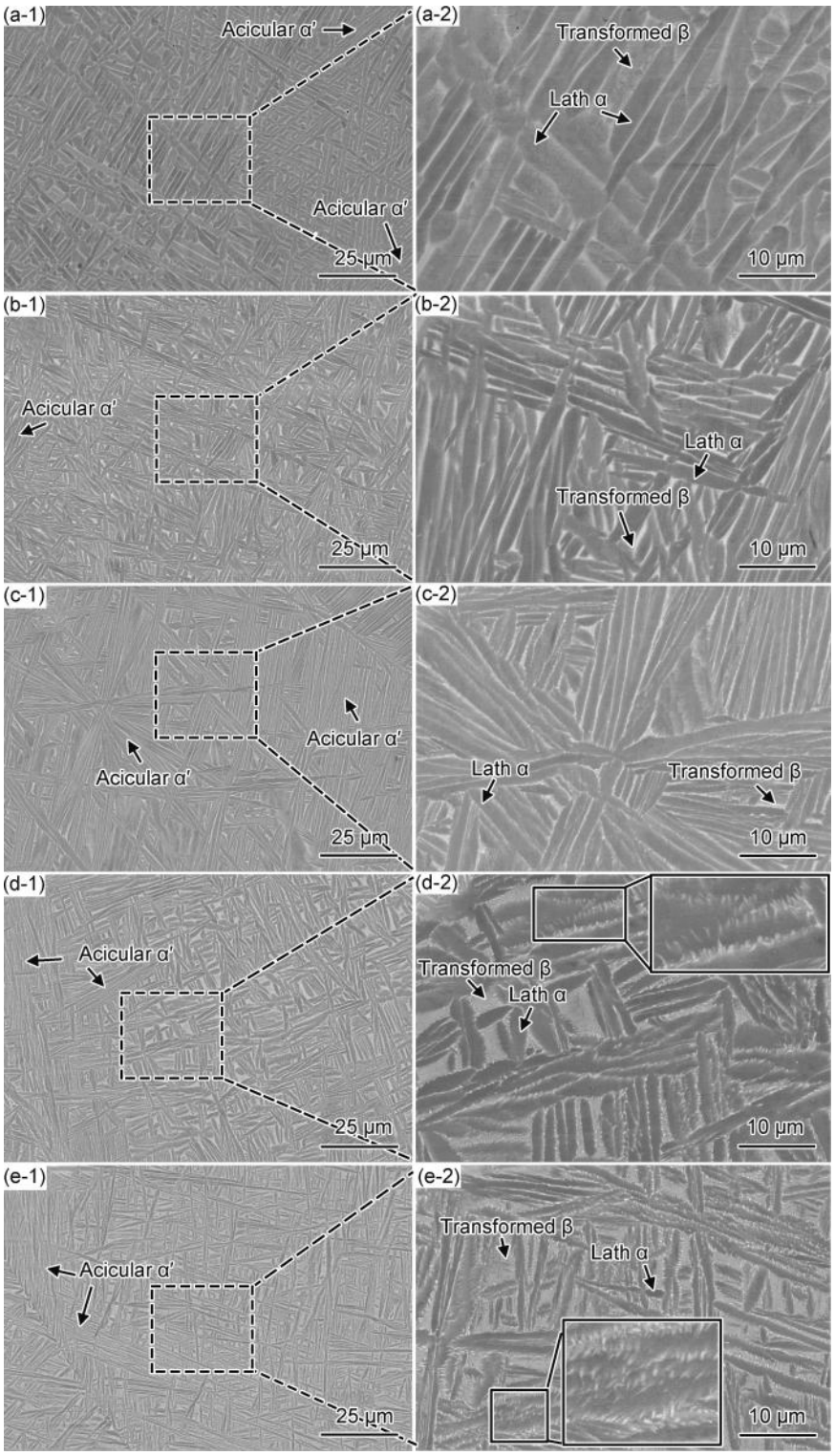


图 7 不同 Cu 添加量下沉积试样的低倍(1)和高倍(2)SEM 微观组织形貌 (a)0%;(b)2%;(c)4%;(d)6%;(e)8%

Fig. 7 Low magnification (1) and high magnification (2) SEM images of deposited samples under different amounts of Cu addition (a)0%;(b)2%;(c)4%;(d)6%;(e)8%

过程中形成 Ti_2Cu[18]。

图 11 为不同 Cu 添加量下沉积试样的 XRD 图谱。由图 11 可知,激光熔化沉积 TC4 试样的主要物相为六方结构的 α/α′相,由于 β-Ti 含量较低,导致图谱中未检测到其衍射峰。在添加 Cu 元素后,除了有 α/α′相外,β-Ti 出现了明显的衍射峰,同时还有新相 Ti_2Cu 生成,且随着 Cu 含量的增加,β-Ti 和 Ti_2Cu 的衍射峰强度逐渐增大,表明其所占的比例越来越大。Cu 作为 β-Ti 稳定元素,其固溶于钛合金中能够降低 β 转变温度使得 β-Ti 的含量增加,同时冷却过程中 β-Ti 发生共

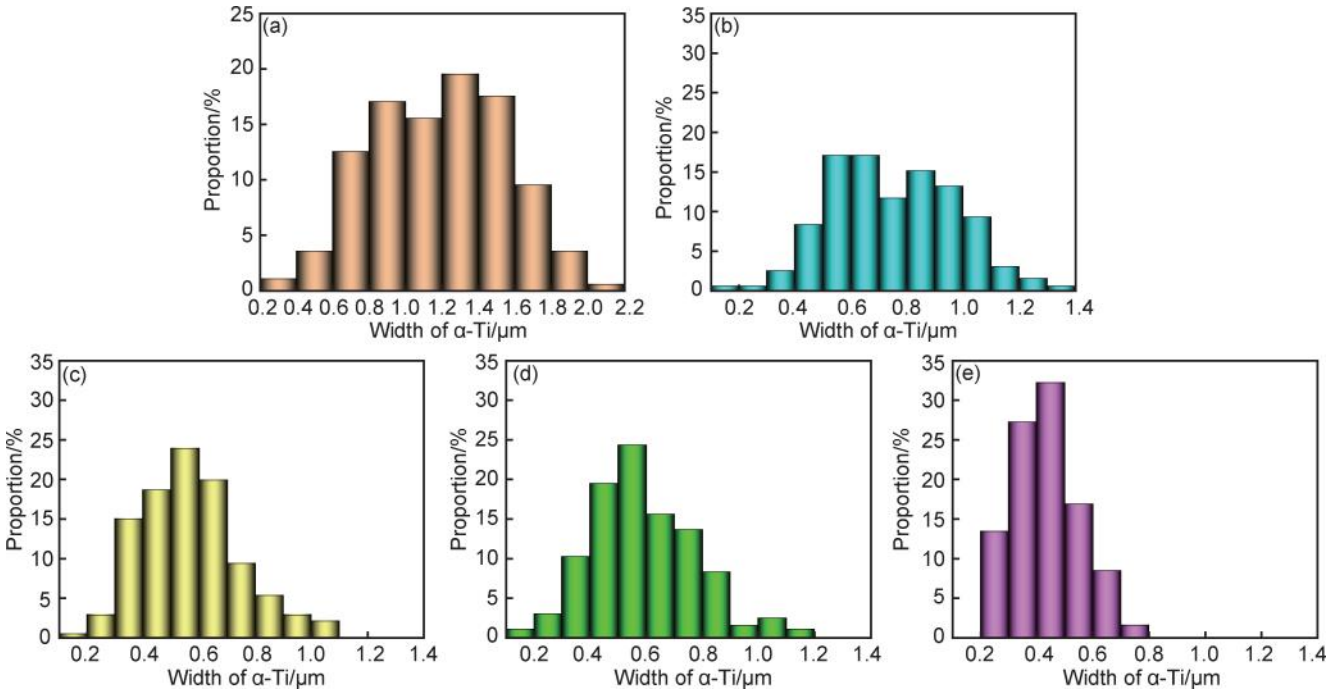


图 8　不同 Cu 添加量下沉积试样 α 板条宽度分布

(a)0%;(b)2%;(c)4%;(d)6%;(e)8%

Fig. 8　Distributions of α lath width in deposited samples under different amounts of Cu addition

(a)0%;(b)2%;(c)4%;(d)6%;(e)8%

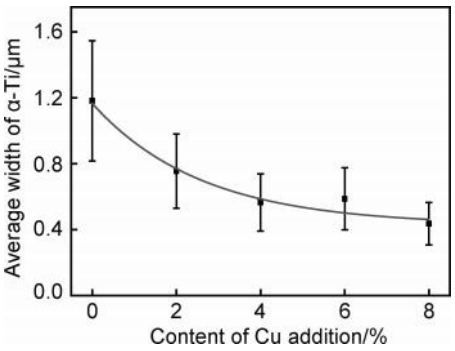


图 9　平均 α 板条宽度随 Cu 添加量的变化趋势

Fig. 9　Trend of average α lath width variation with different amounts of Cu addition

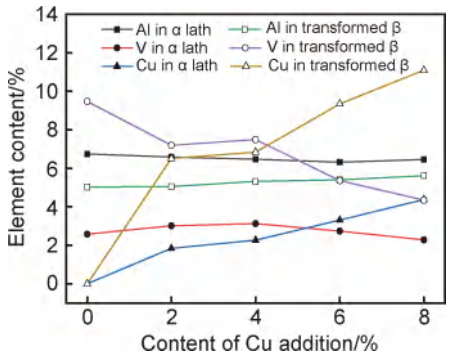


图 10　不同 Cu 添加量沉积试样 α 板条和 β 转变组织中的元素含量

Fig. 10　Element content in α lath and transformed β of deposited samples under different amounts of Cu addition

析反应分解为 α-Ti 和 Ti_2Cu 相。此外，与 TC4 相比，在添加 Cu 后，α/α′ 相的 $(10\bar{1}1)$ 主峰略向右移动，这是因为 Cu 原子的半径约为 0.1278 nm，Ti 原子的半径约为 0.147 nm，Cu 原子固溶在 α/α′ 相和 β-Ti 后会导致晶格畸变，使得晶格常数降低，从而导致晶面间距降低[16]。

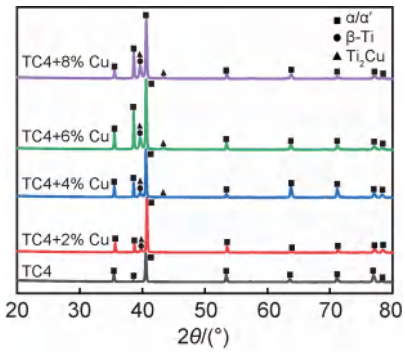


图 11　不同 Cu 添加量下沉积试样的 XRD 图谱

Fig. 11　XRD patterns of deposited samples under different amounts of Cu addition

从 SEM 图像中发现存在第二相颗粒偏聚在 α-Ti 的交界处，但无法根据 SEM 形貌确定该颗粒的具体成分和结构特征，因此为确定第二相颗粒为 Ti_2Cu 相，通过明场透射电子显微镜分析了 TC4+4% Cu 试样的微观区域，测试结果如图 12 所示。由图 12(a) 可知，在 β 晶粒内部 α 板条交错分布，板条和板条交界位置为细长的黑带，在黑带上分布有大量细小的棒状

相。对图 12(b)中位置 1 处的棒状相进行选区电子衍射,获得了其衍射光斑图谱,如图 12(c)所示,经标定验证为[001]晶带轴下的衍射花样,与体心四方的 Ti_2Cu 相的晶面指数相吻合。结合扫描电镜结果,说明激光熔化沉积的 TC4+Cu 材料由 α/α′相、β-Ti 及 Ti_2Cu 组成,且 α/α′相和 β-Ti 的形态与 TC4 试样的形态一致,Ti_2Cu 相则是呈短棒状分布在 α 板条的交界处,其长度可超过 250 nm,宽度一般在 60 nm 内。

2.4 织构强度

图 13 为采用 EBSD 方法测试得到的激光熔化沉

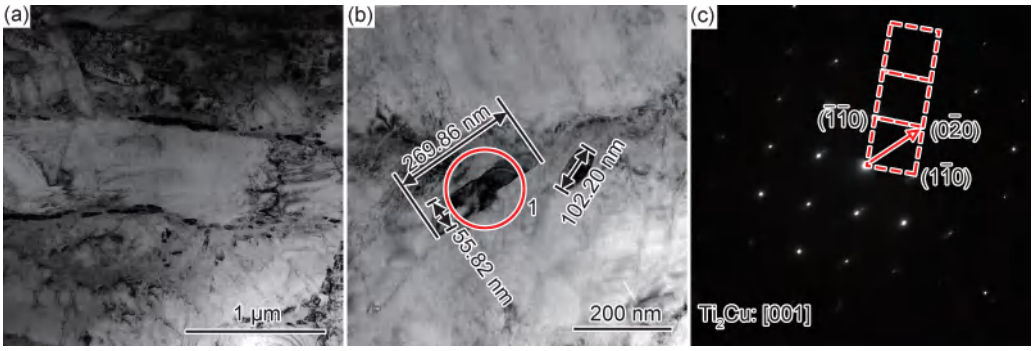


图 12 TC4+4% Cu 沉积试样中的 Ti_2Cu 相 (a)TEM 组织形貌;(b)Ti_2Cu 相形貌及尺寸;(c)Ti_2Cu 相衍射图谱

Fig. 12 Ti_2Cu phase in TC4+4% Cu deposited sample

(a)TEM microstructure;(b)morphology and size of Ti_2Cu phase;(c)diffraction pattern of Ti_2Cu phase

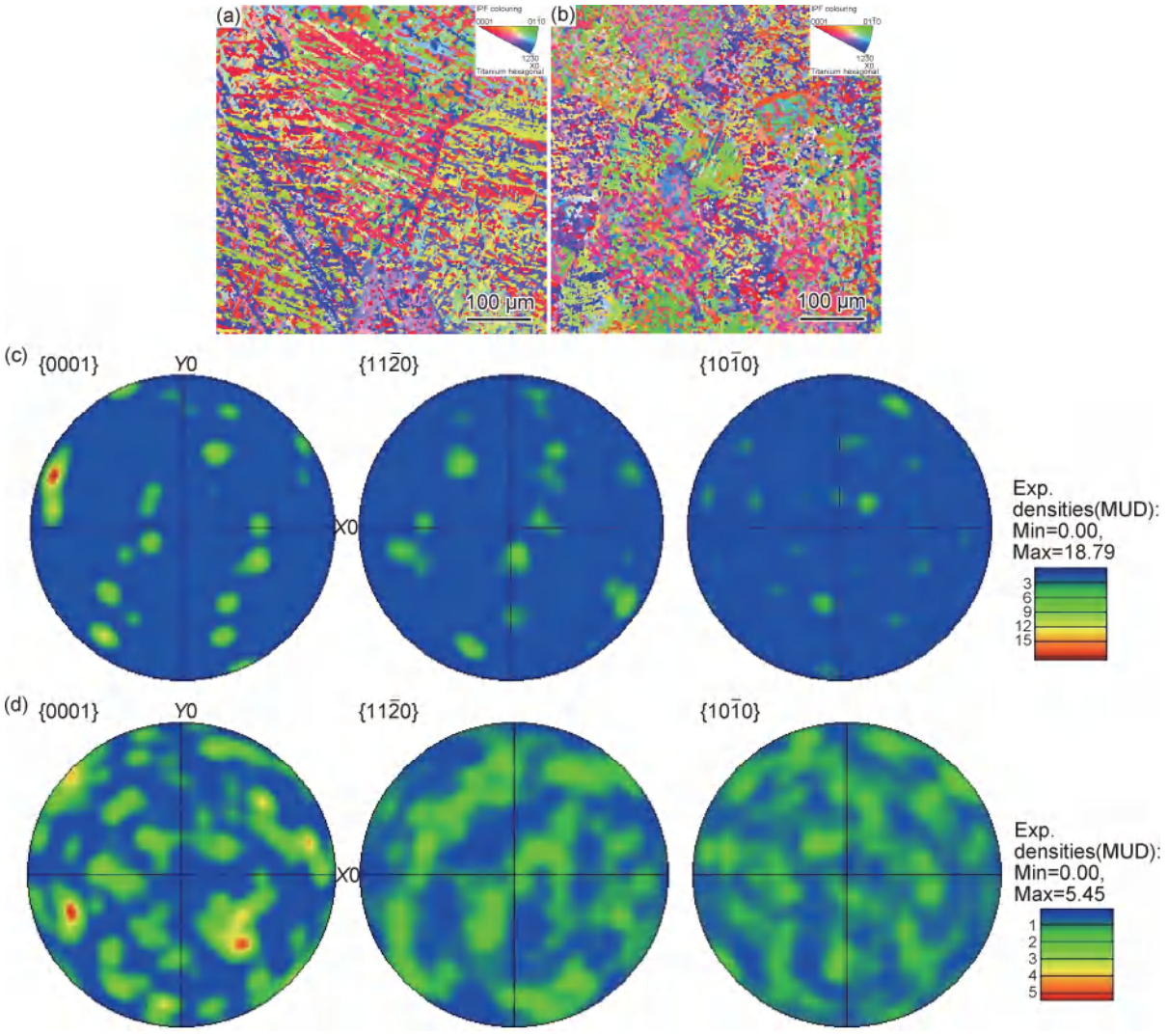


图 13 Cu 添加对 α-Ti 晶体取向的影响 (a)TC4 反极图;(b)TC4+4% Cu 反极图;(c)TC4 极图;(d)TC4+4% Cu 极图

Fig. 13 Influence of Cu addition on α-Ti orientations (a)IPF of TC4;(b)IPF of TC4+4% Cu;(c)PF of TC4;(d)PF of TC4+4% Cu

积 TC4 及 TC4+4% Cu 试样在平行于沉积方向截面上的极图(pole figure,PF)与反极图(inverse pole figure,IPF)结果。反极图中 α-Ti 主要由红色(主色)、绿色和蓝色组成,分别代表 α-Ti 在(0001),(01$\bar{1}$0)和(12$\bar{3}$0)上的不同取向。由图 13(a),(b)可知,沿(0001)取向的 α-Ti 含量最高,这是因为(0001)取向平行于沉积方向,温度梯度最大,有利于晶体的生长。此外,在未添加 Cu 的 TC4 材料中 α-Ti 的取向性明显,存在大量相互平行的板条组织,而 TC4+4% Cu 试样中 α-Ti 的取向更加随机。根据图 13(c),(d)所示的 PF 图,TC4 与 TC4+4% Cu 两种材料在(0001)晶向上的均匀分布倍数(multiples of uniform distribution,MUD)值分别为 18.79 和 5.45,Cu 的加入使得 MUD 值降低了约 71%,可见添加 Cu 能够削弱激光熔化沉积钛合金中的织构强度,从而降低材料的各向异性。

3　结论

(1)Cu 添加能够改变激光熔化沉积 TC4 钛合金中初生 β 晶粒的柱状形态,并显著细化晶粒,当添加量达到 4% 后,能够获得全等轴晶组织,平均晶粒尺寸由未添加时的 1490 μm 降低到 385 μm;当 Cu 添加量超过 6% 后,其对晶粒的细化作用减弱,晶粒尺寸不再发生明显变化;Cu 添加实现柱状晶粒形态转变及晶粒细化的机制,在于其能够增大合金的生长限制因子并对晶界移动产生阻碍作用。

(2)添加 Cu 元素后沉积试样的微观组织仍由网篮组织构成,但会使得 α-Ti 板条尺寸减小和 β 转变组织含量的增加;当添加 8% Cu 后,α-Ti 的平均宽度为 0.44 μm,与 TC4 试样的 1.18 μm 相比降低了约 63%。

(3)添加 Cu 元素后沉积材料中生成纳米尺度的 Ti_2Cu 相,其呈短棒状分布在 α 板条的交界处,随 Cu 添加量的增大 Ti_2Cu 相在组织中占比增加。

(4)当添加 4% Cu 时,组织中 α-Ti 的 MUD 值相比 TC4 降低了约 71%,表明 Cu 添加能够显著降低激光熔化沉积钛合金的织构强度。

参考文献

[1] 蔡建明,田丰,刘东,等. 600 ℃高温钛合金双性能整体叶盘锻件制备技术研究进展[J]. 材料工程, 2018, 46(5): 36-43.
CAI J M, TIAN F, LIU D, et al. Research progress in manufacturing technology of 600 ℃ high temperature titanium alloy dual property blisk forging[J]. Journal of Materials Engineering, 2018, 46(5): 36-43.

[2] TAN C L, WENG F, SUI S, et al. Progress and perspectives in laser additive manufacturing of key aeroengine materials[J]. International Journal of Machine Tools and Manufacture, 2021, 170: 103804.

[3] BLAKEY-MILNER B, GRADL P, SNEDDEN G, et al. Metal additive manufacturing in aerospace: a review[J]. Materials & Design, 2021, 209: 110008.

[4] 王天元,黄帅,周标,等. 航空装备激光增材制造技术发展及路线图[J]. 航空材料学报, 2023, 43(1): 1-17.
WANG T Y, HUANG S, ZHOU B, et al. Development and roadmap of laser additive manufacturing technology for aviation equipment[J]. Journal of Aeronautical Materials, 2023, 43(1): 1-17.

[5] 高峻,罗皎,李森泉. 航空发动机双性能盘制造技术与机理的研究进展[J]. 航空材料学报, 2012, 32(6): 37-43.
GAO J, LUO J, LI M Q. Advance in manufacture technology and mechanism of aero-engine dual property disk[J]. Journal of Aeronautical Materials, 2012, 32(6): 37-43.

[6] ZHANG G H, LU X F, LI J Q, et al. *In-situ* grain structure control in directed energy deposition of Ti6Al4V[J]. Additive Manufacturing, 2022, 55: 102865.

[7] XUE A T, LIN X, WANG L L, et al. Achieving fully-equiaxed fine β-grains in titanium alloy produced by additive manufacturing [J]. Materials Research Letters, 2023, 11(1): 60-68.

[8] ZHANG D Y, QIU D, GIBSON M A, et al. Additive manufacturing of ultrafine-grained high-strength titanium alloys[J]. Nature, 2019, 576(7785): 91-95.

[9] TODARO C J, EASTON M A, QIU D, et al. Grain structure control during metal 3D printing by high-intensity ultrasound[J]. Nature Communications, 2020, 11(1): 142.

[10] ZHAO R X, CHEN C Y, SHUAI S S, et al. Enhanced mechanical properties of Ti6Al4V alloy fabricated by laser additive manufacturing under static magnetic field[J]. Materials Research Letters, 2022, 10(8): 530-538.

[11] ZHANG Q, CHEN J, LIN X, et al. Grain morphology control and texture characterization of laser solid formed Ti6Al2Sn2Zr3Mo1.5Cr2Nb titanium alloy[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2016, 238: 202-211.

[12] WANG T, ZHU Y Y, ZHANG S Q, et al. Grain morphology evolution behavior of titanium alloy components during laser melting deposition additive manufacturing[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2015, 632: 505-513.

[13] EASTON M, STJOHN D. Grain refinement of aluminum alloys: part Ⅰ. the nucleant and solute paradigms—a review of the literature[J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 1999, 30(6): 1613-1623.

[14] HAN J, ZHANG G Y, CHEN X Y, et al. High strength Ti alloy fabricated by directed energy deposition with *in-situ* Cu alloying[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2022, 310:

117759.

[15] WANG H, SONG W, KOENIGSMANN K, et al. The role of prismatic slip dependent dynamic recrystallization in the fabrication of a submicrocrystalline Ti-Cu alloy with high thermostability [J]. Materials & Design, 2020, 188: 108475.

[16] WANG X, ZHANG L J, NING J, et al. Effect of Cu-induced eutectoid transformation on microstructure and mechanical properties of Ti-6Al-4V alloy by laser wire deposition [J]. Materials Science and Engineering: A, 2022, 833: 142316.

[17] 张翥,王群骄,莫畏. 钛的金属学和热处理[M]. 北京:冶金工业出版社, 2009.
ZHANG Z, WANG Q J, MO W. Metallurgy and heat treatment of titanium[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2009.

[18] DONTHULA H, VISHWANADH B, ALAM T, et al. Morphological evolution of transformation products and eutectoid transformation(s) in a hyper-eutectoid Ti-12 at% Cu alloy[J]. Acta Materialia, 2019, 168: 63-75.

基金项目:国家重点研发计划项目(2022YFB4602300);四川省青年科技创新研究团队项目(2024NSFTD0016)

收稿日期:2023-12-05;**修订日期**:2024-10-15

通讯作者:陈辉(1970—),男,教授,博士,主要从事激光焊接、激光增材制造等方面的研究,联系地址:四川省成都市金牛区二环路北一段111号西南交通大学九里校区材料科学与工程学院(610031),E-mail:xnrpt@swjtu.edu.cn

(本文责编:齐书涵)

引用格式：董晓琳，李文渊，谭海兵，等. 冷却介质温度对Ti65合金冷却曲线及显微组织的影响[J]. 材料工程，2025，53(1)：165-174.
DONG Xiaolin，LI Wenyuan，TAN Haibing，et al. Effect of cooling medium temperature on cooling curve and microstructure of Ti65 alloy[J]. Journal of Materials Engineering，2025，53(1)：165-174.

冷却介质温度对Ti65合金冷却曲线及显微组织的影响

Effect of cooling medium temperature on cooling curve and microstructure of Ti65 alloy

董晓琳[1,2]，李文渊[2*]，谭海兵[3]，刘建荣[2]，刘巧沐[3]，
陈玉龙[3]，王 磊[2]，王清江[2]
（1 中国科学技术大学 材料科学与工程学院，沈阳 110016；
2 中国科学院金属研究所 师昌绪先进材料创新中心，沈阳 110016；3 中国航发四川燃气涡轮研究院，成都 610500）
DONG Xiaolin[1,2]，LI Wenyuan[2*]，TAN Haibing[3]，LIU Jianrong[2]，
LIU Qiaomu[3]，CHEN Yulong[3]，WANG Lei[2]，WANG Qingjiang[2]
（1 School of Materials Science and Engineering，University of Science and Technology of China，Shenyang 110016，China；2 Shi-Changxu Innovation Center for Advanced Materials，Institute of Metal Research，Chinese Academy of Sciences，Shenyang 110016，China；3 AECC Sichuan Gas Turbine Establishment，Chengdu 610500，China）

摘要：高温热处理后冷却速率对Ti65合金组织性能影响显著。本工作系统研究了冷却介质温度对Ti65合金高温热处理后冷却曲线及显微组织的影响规律。结果表明，在油和空气两种冷却介质条件下，介质温度变化对冷却速率曲线的影响规律相反：室温条件下，油淬最大冷却速率为73.2 ℃/s，而空冷条件下的最大冷却速率仅为11.2 ℃/s；随着温度升高，油淬冷却速率曲线右移，最大冷却速率和最低膜沸腾温度提高；室温至60 ℃范围内，油淬的冷却速率曲线包含蒸气膜、沸腾和对流三个阶段；油温升至80 ℃时，油淬冷却速率曲线的蒸气膜阶段消失；随油温升高，显微组织呈现α＋β两相组织向马氏体组织转变的趋势。与之相反的是，随温度升高，空冷的冷却速率曲线左移，最大冷却速率减小，沸腾阶段最大冷却速率对应的温度升高；相比于不同温度油淬，不同温度空冷条件下的显微组织为典型的双态组织且未见明显差异。油温对冷却曲线的影响主要归因于油黏度/流动性的变化，而空气温度对冷却曲线的影响主要归因于空气的密度和温度梯度等多个复杂因素。

关键词：Ti65钛合金；介质温度；冷却曲线；显微组织；最低膜沸腾温度
doi：10.11868/j.issn.1001-4381.2024.000315
中图分类号：TB31；TG166.5 **文献标识码**：A **文章编号**：1001-4381(2025)01-0165-10

Abstract：The cooling rate after high-temperature heat treatment has a significant effect on the microstructure and properties of Ti65 alloy. The effect of cooling medium temperature on the cooling curve and microstructure of Ti65 alloy after high-temperature heat treatment has been systematically studied. The results show that the temperature of the oil medium has an opposite effect on the cooling curve to that of the air medium. The maximum cooling rate of oil is 73.2 ℃/s at room temperature, while the maximum cooling rate of air cooling is only 11.2 ℃/s. As the temperature increases, the cooling rate curve for oil quenching condition shifts to the right, and the maximum cooling rate and the minimum film boiling temperature increase. When the oil temperature is in the range of room temperature to 60 ℃, the cooling

rate curve for oil quenching condition includes vapor, boiling, and convection three stages. When the oil temperature rises to 80 ℃, the vapor stage disappears. In addition, the microstructure shows a transition trend from α+β dual-phase microstructure to martensitic microstructure with the increase in oil temperature. Conversely, with the temperature increases, the cooling rate curve for air cooling condition shifts to the left, the maximum cooling rate decreases, and the temperature at the maximum cooling rate in the boiling stage gradually increases. Compared with oil quenching at different temperatures, the microstructure of air cooling under different temperatures shows typical bimodal microstructure with no obvious difference. The effect of oil temperature on the cooling curve is mainly attributed to changes in oil viscosity and fluidity, while the effect of air temperature on the cooling curve is mainly attributed to multiple complex factors such as air density and temperature gradient.

Key words: Ti65 titanium alloy; medium temperature; cooling curve; microstructure; minimum film boiling temperature

近α型钛合金因其高温持久和蠕变性能高等特点，已成为航空发动机用关键高温结构材料[1-2]。Ti65合金是国内自主研发的一种10组元近α型高温钛合金，具有良好的强度-塑性、蠕变-热稳定性匹配，可用于航空发动机转子、静子、复合材料基体及650～750 ℃高温短时结构件[3]。近年来，随着新型航空发动机零部件工作温度的提升，对近α型钛合金的强度、高温蠕变性能和抗氧化性能提出了更高的要求[4-8]。为应对这一挑战，除了优化合金成分和调整热加工参数外，热处理制度也非常关键[9-13]。近α型钛合金主要采用固溶处理和时效处理来提升性能，其中固溶过程的冷却速率显著影响合金的溶质原子扩散、微观组织形态及晶体取向等[11,13-15]，因此精准控制冷却速率对于材料组织性能优化至关重要。

钛合金固溶处理后的冷却方式主要包括水淬、油淬和空冷3种，为深入理解冷却机制并准确评估介质冷却能力，有必要对其进行系统性研究。冷却曲线法由于其直观简便、精确度高且紧密关联实际冷却过程，全面反映冷却过程中温度的动态变化，因此得到了广泛应用。冷却能力作为介质的固有属性，其表现受到多重因素的共同影响，包括介质的比热容、表面张力等物理性质及介质温度、搅拌状态等工作条件[16]。目前，针对以上因素对介质冷却能力的影响，研究者开展了较多研究。Pizetta等[17]采用Inconel 600镍铬合金探头，系统分析了水和多种盐溶液在不同浓度、温度及搅拌转速下的冷却性能，揭示了浓度、温度及搅拌转速速度对水和多种盐溶液蒸气膜稳定性及冷却速率的复杂影响。Chen等[18]研究了甘油溶液浓度对其冷却特性的影响，发现随浓度增大，甘油溶液的冷却速率显著降低；并通过测定45#钢的硬化能力发现质量分数为5%的甘油溶液兼具水和PAG淬火剂的优点，同时具有较高的最大冷却速率和较低的300 ℃对应的冷却速率，从而具备更好的硬化能力和抗裂性能。周澍等[19]采用Inconel 600镍铬合金探头研究了水在不同温度和不同流速下的冷却特性，发现温度和流速对于水的冷却能力影响相反，且温度对水冷却能力的影响更加显著。Mahender等[20]评估了不同介质的冷却速率，并引入新型炉冷方式以弥合空冷和炉冷间的冷却速率差距，同时分析了固溶处理温度和冷却速率对IMI 834合金组织和室温拉伸性能的影响。结果表明，新型炉冷方式有效弥合了冷却速率差距，且在固溶温度为1029 ℃，冷却速率为1769 ℃/min条件下，合金的强度、韧性及延展性均达到最佳状态。

综上所述，目前关于介质冷却速率的研究多集中于水、盐溶液及有机物溶液等介质对高温合金与钢的影响，然而在钛合金领域相关研究较少。近α型钛合金对冷却速率极为敏感，因此本研究选取近α型高温钛合金Ti65作为探头材料，通过热电偶动态实测冷却曲线，系统研究了冷却介质温度对Ti65合金在高温热处理后冷却曲线及显微组织的影响，并揭示了其内在机制。为掌握冷却速率控制方法，深入理解钛合金冷却速率对显微组织的影响提供理论依据。

1 实验材料与方法

1.1 实验材料

实验用原材料为α+β两相区成形的Ti65钛合金锻造棒材，尺寸为Φ300 mm×385 mm，采用β相区和α+β两相区多火次锻造完成。采用金相法测得该合金的β相转变温度为1042 ℃。图1为Ti65合金棒材的显微组织，由等轴α相、变形α板条与少量β相组成，其中等轴α相体积分数超过60%。

实验用Ti65合金探头通过电火花加工方式沿棒材弦向切取，探头为Φ12.5 mm×60 mm的圆柱试样，依据ASTM D6200-01淬火油冷却特性测定标准，沿圆柱试样轴向钻取一个直径Φ3 mm的小孔至圆柱几

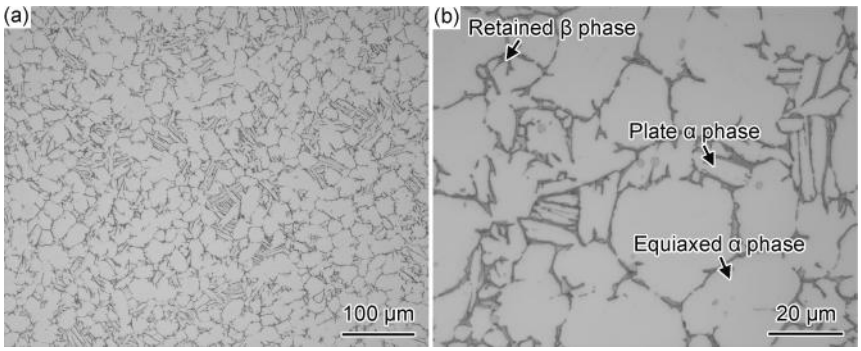


图 1　Ti65 合金的显微组织　(a)低倍;(b)高倍

Fig. 1　Optical microstructure of Ti65 alloy　(a)low magnification;(b)high magnification

何中心,将 K 型热电偶通过 Φ3 mm 孔插入圆柱试样构成探头组件,如图 2 所示。插入热电偶前,放置少量钛合金粉末在小孔中,以保证热电偶和试样接触良好。实验采用尺寸为 Φ3 mm×2500 mm K 型热电偶,经标准热电偶校验在 600～1000 ℃温度区间内最大误差值为 −1.2 ℃。实验采用的油为专业淬火油 Miles-Quench G,由基础油和添加剂构成,其典型理化参数如表 1 所示。

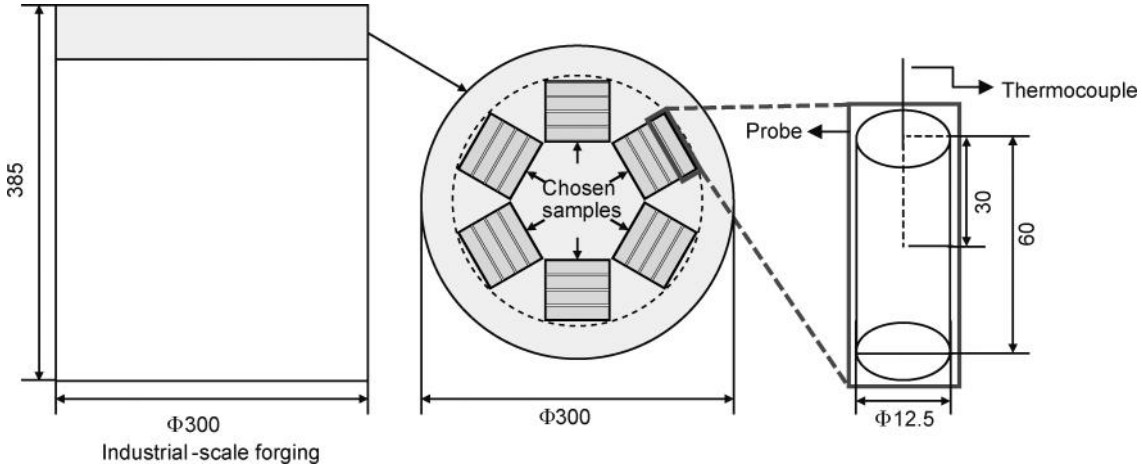


图 2　Ti65 锻造棒材中探头取样位置及探头组件示意图

Fig. 2　Schematic image of probe sampling position and probe assembly in Ti65 forged bars

表 1　淬火油 Miles-Quench G 的理化参数

Table 1　Physicochemical parameters of quenching oil Miles-Quench G

Viscosity at 40 ℃/($mm^2 \cdot s^{-1}$)	Density at 20 ℃/($g \cdot cm^{-3}$)	Flash point (opening)/℃	Ignition point (opening)/℃	Moisture content/%
22-32	0.85	≥182	≥201	0

1.2　实验方法

实验中使用的冷却曲线数据采集装置如图 3 所示,主要由两大部分组成:淬火冷却系统(图 3 左侧虚线框),包括探头组件、管式电阻炉和水槽等辅助热处理设备;数据采集系统(图 3 右侧虚线框),包括 Advantech ADAM-4118 数据采集模块和计算机。Advantech ADAM-4118 数据采集模块为 16 位 A/D、8 通道的热电偶输入模块,最大采样率为 100 样/s,实验中以 100 ms 的速率采集热处理过程中的温度数据。

数据采集过程如下:将管式电阻加热炉以 5 ℃/min 的速率升温到 1012 ℃,然后将探头组件放置到电阻炉中加热至 1012 ℃,并保温 30 min 以确保其达到热平衡。之后迅速对探头组件进行转移,尽可能保证转移过程造成的温降误差较小。利用数据采集模块实时记录探头在冷却介质中的温度,直至冷却到介质温度停止采样。

本实验中使用的冷却介质为不同温度的油和空气,研究了介质温度对其冷却曲线及显微组织的影响,具体热处理制度详见表 2。

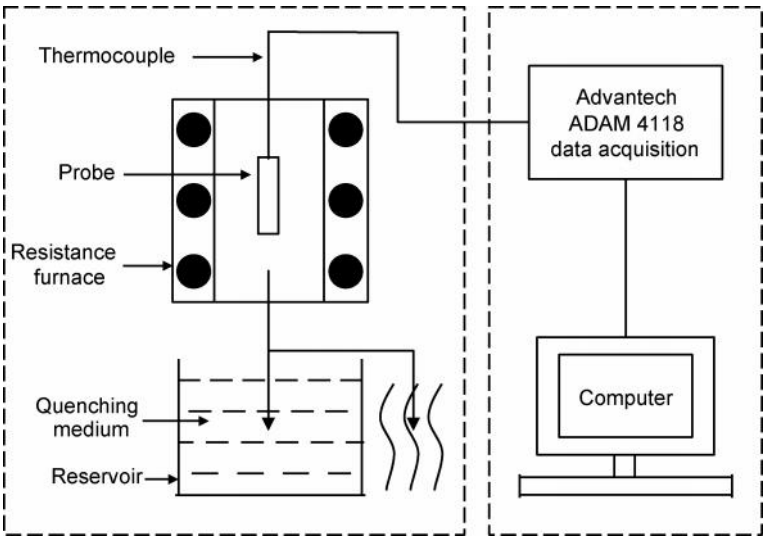


图 3 冷却曲线数据采集装置图

Fig. 3 Cooling curve data acquisition device

表 2 Ti65 合金探头的热处理工艺

Table 2 Heat treatment process of Ti65 alloy probes

Cooling medium	Medium temperature/℃	Heat treatment
Oil	RT	1012 ℃/0.5 h/DT OQ
	40	
	60	
	80	
Air	RT	1012 ℃/0.5 h/DT AC
	100	
	200	
	400	
	600	

Note: OQ is oil quenching, AC is air cooling, RT is room temperature, and DT is different temperatures.

金相试样制备步骤如下：首先采用电火花加工方式在 Ti65 探头测温点下方切取 8 mm×6 mm×4 mm 试样并镶嵌，然后依次使用 150#，800#，2000#，3000#水磨砂纸进行粗磨和细磨，待线切割痕迹完全去除后，采用 SiO_2 悬浊液进行机械抛光至金相观察面光亮无划痕。最终采用配比为 $HF:HNO_3:H_2O=1:3:500$（体积比）的腐蚀液对金相观察面浸泡腐蚀，并在光学显微镜（OM，Axio Observer 3 型）下进行初步组织观察。为了获取更高倍数的显微组织细节，进一步用 SEM（MERLIN Compact 型）进行观察。

选取具有代表性的冷却条件下的金相组织进行统计分析：首先在 200 倍下选择金相样品的 5 个视场进行观察并保存，之后利用 Adobe Photoshop 图像处理软件对统计对象的目标区域进行标识，并引入像素比作为量化指标进行统计分析。

2 结果与分析

2.1 常温介质条件下的冷却曲线

Ti65 合金探头在油和空气两种典型介质中进行冷却实验，通过数据采集系统得到冷却过程曲线（时间-温度），并对其进行微分处理后得到冷却速率曲线（冷却速率-温度），分别如图 4(a)，(b)所示。表 3 中列出的冷却参数，更加精确定义了室温条件下油和空气的冷却能力，最大冷却速率（maximum cooling rate）用 v_{max} 表示，v_{max} 对应的温度为 T_{vmax}。由图 4 和表 3 可见，随着冷却介质由油变为空气，冷却过程曲线右移，冷却时间增加；冷却速率曲线左移，v_{max} 由 73.2 ℃/s 减小到 11.2 ℃/s，表明油的冷却能力远高于空气。

从图 4(b)油的冷却速率曲线中可观察到冷却过程的三个阶段：蒸气膜阶段（A）、沸腾阶段（B）和对流阶段（C），且冷却速率曲线存在两个峰值，即冷却速率先增大后减小再增大再减小。随着热探头浸入油中，冷却速率开始增大，随后减小，表现为典型的蒸气膜阶段，这是因为当热探头浸入油中后，探头周围会迅速形成一层蒸气膜，但由于热探头对油的辐射[21]，传热增加致使冷却速率增加；随着时间增加，蒸气膜逐渐变厚，传热效率降低导致冷却速率减小。随着探头温度降低，不足以支撑蒸气膜的形成，蒸气膜发生破裂并产生沸腾气泡，气泡迅速脱离探头表面带走热量，冷却速率急剧增加，进入沸腾阶段，即所谓的莱顿弗罗斯特现象；沸腾阶段前期，冷却速率较大，然而随着探头温度逐渐降低，沸腾现象趋于减弱，相应地冷却速率也逐渐减小。当探头表面温度进一步降低至

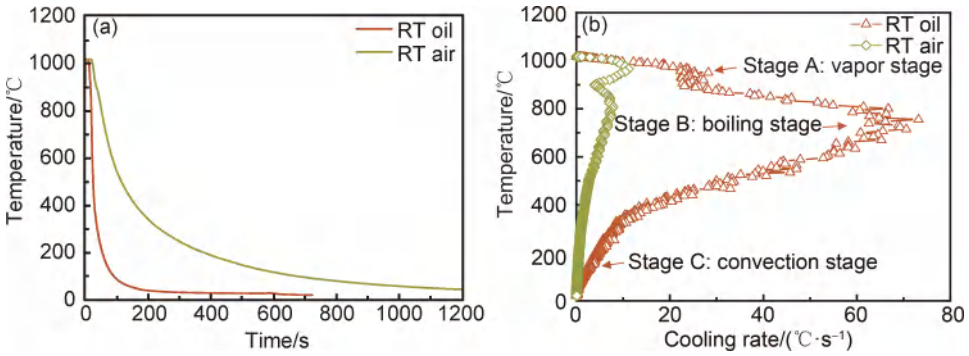


图 4　两种典型介质下 Ti65 合金冷却过程曲线(a)和冷却速率曲线(b)

Fig. 4　Cooling curves(a)and cooling rate curves(b)of Ti65 alloy for two typical cooing media

表 3　油和空气介质室温下的冷却参数

Table 3　Extracted data of oil and air cooling media at RT

Cooling medium	v_{max}/(℃·s^{-1})	T_{vmax}/℃	Cooling time to 800 ℃/s	Cooling time to 600 ℃/s	Cooling time to 400 ℃/s	Cooling time to 300 ℃/s
Oil	73.2	758.1	18.4	21.6	28.3	37.3
Air	11.2	965.5	51.1	85.5	160.6	236.8

油的沸点时，沸腾阶段停止，进入对流阶段，此阶段主要依靠对流换热方式进行冷却，冷却速率进一步减小。

空气在冷却过程中虽不发生物态变化，但也能够观察到类似蒸气膜现象和冷却趋势，与油冷不同的是，空气的 v_{max} 出现在更高的温度区间，这一现象与 Mahender 等[20]的研究结果一致。这是因为空冷过程中，其传热方式除对流换热外，还存在辐射换热，在高温区辐射换热作用大于对流换热，且探头温度越高，辐射换热作用越明显[22]。

2.2　介质温度对冷却曲线及显微组织的影响

2.2.1　油淬曲线及显微组织

图 5 为不同温度淬火油冷却条件下 Ti65 合金的冷却过程曲线和冷却速率曲线。由图可见，随着油温升高，冷却过程曲线左移，冷却时间缩短；冷却速率曲线右移，v_{max} 逐渐增大。这主要是因为实验用淬火油 Miles-Quench G 具有高闪点(≥182 ℃)和较高的运动黏度(22～32 mm^2/s)。

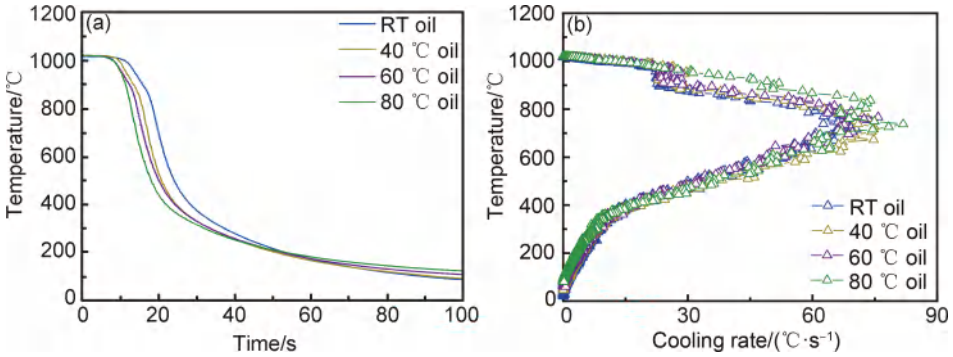


图 5　油在不同温度下的冷却过程曲线(a)和冷却速率曲线(b)

Fig. 5　Cooling curves(a) and cooling rate curves(b) of oil at different temperatures

通常情况下，影响工件在油中冷却速率的因素主要有两个：油的黏度以及工件表面与油的温差。当油温升高时，会使油的黏度减小，流动性提高，这有利于对流换热，进而提高了油的冷却能力，同时会导致工件表面与油的温差减小，降低油的冷却能力，如式(1)[23]所示：

$$\eta = A - B\lg T \tag{1}$$

式中：η 为动力黏度，(N·s)/m^2；T 为绝对温度，K；A 和 B 为相关常数，均大于 1。本工作中，随着淬火油 Miles-Quench G 的温度升高，v_{max} 提高，这说明黏度在高闪点和高黏度淬火油的冷却过程中起主导作用，这一结果与夏立芳[24]给出的结论一致。

从图 5(a)中可得，当 Ti65 合金温度降至 200 ℃左右时，不同油温下的冷却曲线出现了显著的交叉现象，具体表现为，在低温区间(T<200 ℃)，随着油温升

高，冷却速率减小，即低温区间室温油展现出了比80 ℃油更好的冷却能力。这一现象与文献[25]提及的“高黏度基础油的低温区冷却能力差，低黏度基础油的低温区冷却能力好”一致。因此在对流阶段，淬火油的黏度至关重要。

除此之外，根据图5(b)的结果，可以看出室温～60 ℃范围内，油淬的冷却曲线包含完整的冷却三阶段：蒸气膜阶段、沸腾阶段和对流阶段，而80 ℃油的冷却曲线的蒸气膜阶段消失。通常，将发生稳定蒸气膜阶段的最低可持续温度称为最低膜沸腾温度(temperature of minimum film boiling，T_{MFB})，当探头表面温度低于T_{MFB}时，蒸气膜破裂，进入沸腾阶段，换热能力得以提高。由表4可知，随油温升高，T_{MFB}逐渐提高至消失，这意味着蒸气膜的稳定性减弱、破裂时刻提前，因此当温度升高到80 ℃时，蒸气膜阶段消失，直接进入沸腾阶段。

表4 油在不同温度下的冷却曲线参数

Table 4 Parameters used to define the cooling power of oil at different temperatures

Oil temperature/℃	v_{max}/(℃·s^{-1})	T_{vmax}/℃	Cooling time to 800 ℃/s	Cooling time to 600 ℃/s	Cooling time to 400 ℃/s	Cooling time to 300 ℃/s	T_{MFB}/℃
RT	73.2	758.1	18.4	21.6	28.3	37.3	894.9
40	74.8	732.7	15.7	18.5	24.7	33.6	922.6
60	75.8	766.8	14.3	17.5	24.2	33.5	941.6
80	81.8	742.1	12.7	15.7	22.0	32.1	

图6为Ti65合金在不同温度淬火油冷却条件下的金相组织与SEM形貌图。在RT OQ，60 ℃ OQ和80 ℃ OQ冷却条件下，合金组织均为由等轴α相和β转变组织组成的双态组织。随着淬火油温度升高，即油温由室温→60 ℃→80 ℃变化，显微组织中等轴α相的体积分数分别为8.98%，8.52%和8.37%，未见明显差异；但晶界α相受到一定程度的抑制，使晶界两侧次生α片层形貌由平行集束变为编织状。此现象归因于冷却速率增加伴随着析出变体数量的增加，与文献[26-27]的研究结果一致。

由图6(a-2)可知，RT OQ的β转变组织中的片层α相呈现集束和编织两种状态，片层α相界面处存在白色衬度的残余β相[28]。由图6(b-2)，(c-2)可知，60 ℃ OQ和80 ℃ OQ显微组织中β转变组织为针状α′马氏体相[29]，表明随着油温升高，显微组织变化呈现出由

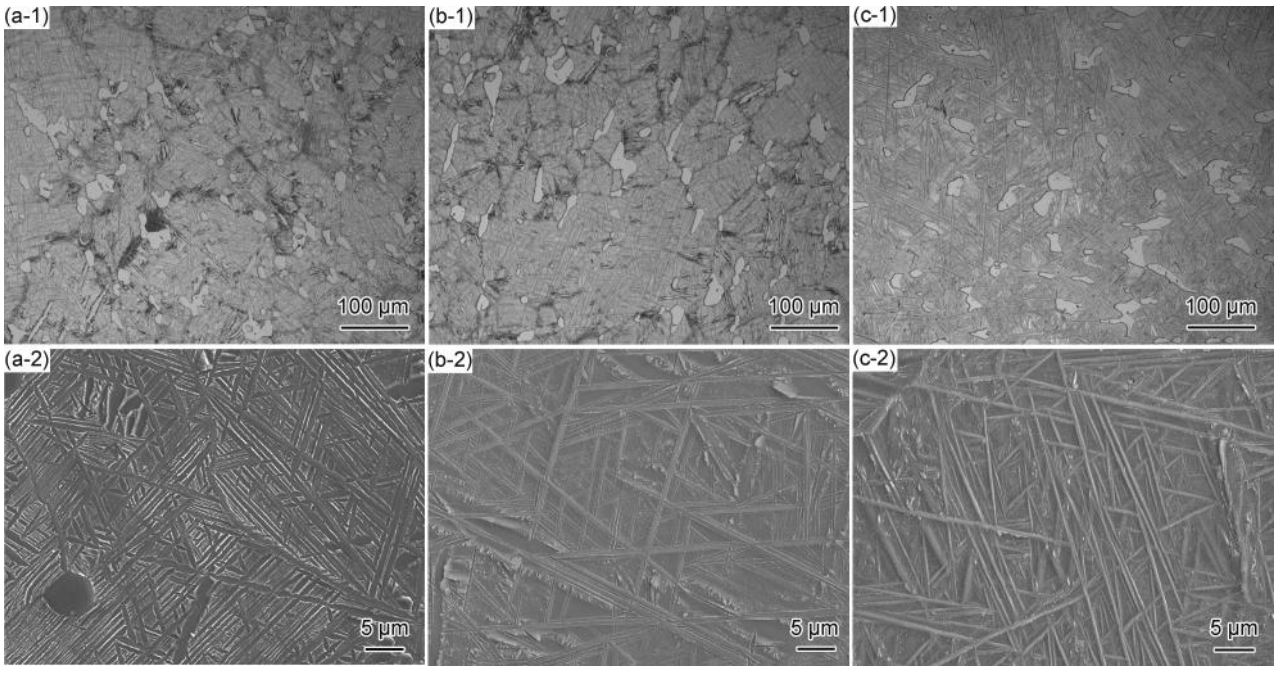


图6 不同温度淬火油冷却条件下Ti65合金显微组织金相(1)和SEM(2)照片

(a)室温；(b)60 ℃；(c)80 ℃

Fig. 6 Metallographic(1) and SEM(2) images of microstructures of Ti65 alloy under cooling conditions with different temperature quenching oils

(a)RT；(b)60 ℃；(c)80 ℃

α+β两相组织向α′马氏体组织变化的趋势，该现象与传统认知不一致。这是因为在低油温条件下，由于淬火油流动性差，在 900～1000 ℃范围内出现了明显的蒸气膜现象，蒸气膜的出现导致淬火油与试样表面的换热效果变差，冷却速率随之降低；而 900～1000 ℃温度区间对应于 Ti65 合金 α+β 两相区，该温度区间冷却速率变化对显微组织影响显著，表明 900～1000 ℃温度区间的冷却速率决定 Ti65 合金最终热处理组织状态。

2.2.2　空冷曲线及显微组织

不同温度空气冷却条件下 Ti65 合金的冷却过程曲线和冷却速率曲线如图 7 所示。由图 7(a)中可知，随着温度升高，冷却过程曲线右移，冷却时间延长。由图 7(b)可知，冷却速率曲线左移，v_{max} 逐渐减小，这与油温升高对冷却曲线的影响规律相反。这是因为空气的冷却能力不仅受其固有的物理性质影响，如密度、导热性、流动性等，而且还和试样与空气间的温度差(ΔT)密切相关，如式(2)，(3)所示：

$$V/T = C \tag{2}$$

$$Q = cm\Delta T \tag{3}$$

式中：V 为气体体积，m^3；T 为热力学温度，K；C 为常数；Q 为试样释放的热量，J；c 为试样的比热容，J/(kg·K)；m 为试样的质量，kg；ΔT 为试样与空气的温度差，K。

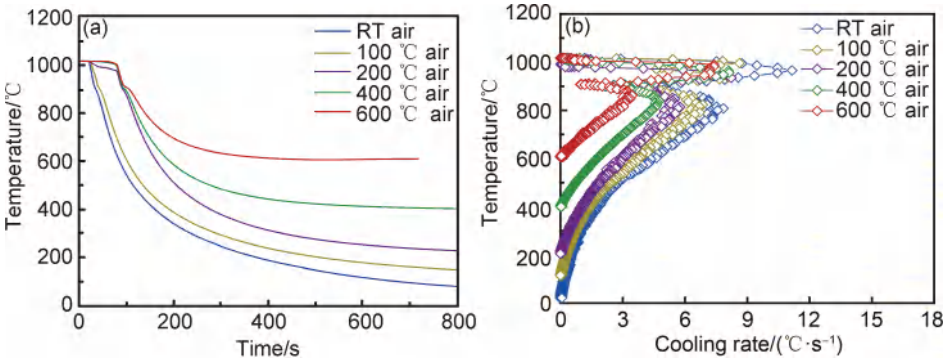


图 7　空气在不同温度下的冷却过程曲线(a)和冷却速率曲线(b)

Fig. 7　Cooling curves(a) and cooling rate curves(b) of air at different temperatures

根据盖·吕萨克定律(式(2))，在压强恒定的条件下，空气的体积会随温度升高而线性增大，导致密度减小；与此同时，根据热量计算方程(式(3))可得，温度的升高使试样与空气间的 ΔT 减小，空气吸收的热量 Q 减少，试样的冷却速率下降。以上两个因素共同作用，即温度升高导致空气密度和试样与空气间温度差的减小，是 v_{max} 显著降低的主要原因。

为了准确描述不同温度下空气的冷却曲线，表 5 中详细列出了空气冷却过程中的参数。随空气温度的升高，v_{max} 和沸腾阶段的最大冷却速率($v_{max\text{-}bs}$)均呈逐渐减小的趋势；v_{max} 对应的温度(T_{vmax})在(965.5±30) ℃范围内，不同温度下对应的 T_{MFB} 在 900 ℃左右，这种现象有可能是转移过程中的误差所致。此外，随温度升高，$v_{max\text{-}bs}$ 对应的温度($T_{vmax\text{-}bs}$)升高。

表 5　空气在不同温度下的冷却曲线参数

Table 5　Parameters of cooling curves for air at different temperatures

Air temperature/℃	v_{max}/(℃·s^{-1})	T_{vmax}/℃	$v_{max\text{-}bs}$/(℃·s^{-1})	$T_{vmax\text{-}bs}$/℃	Cooling time to 800 ℃/s	Cooling time to 600 ℃/s	Cooling time to 400 ℃/s	Cooling time to 300 ℃/s	T_{MFB}/℃
RT	11.2	965.5	7.8	808.2	51.1	85.5	160.6	236.8	899.5
100	8.6	996.1	6.7	817.0	55.7	95.9	185.2	285.4	904.8
200	8.2	935.3	5.6	819.5	114.5	163.9	278.4	431.1	895.0
400	8.1	956.0	4.8	838.8	121.4	192.1	923.0		901.2
600	7.4	982.1	3.5	861.9	139.7	662.0			908.1

图 8 为 Ti65 合金在不同温度空气冷却条件下的金相组织与 SEM 形貌图。在 RT，200 ℃和 600 ℃空气冷却条件下，合金组织均为由等轴 α 相和 β 转变组织组成的双态组织，相比于不同温度的油淬，不同温度空冷条件下的 β 转变组织发生了显著变化，α 片层由编织状变为集束状，厚度明显增加，α 片层界面残余 β 更明显，此现象已在先前的研究工作中有所报道[14,30-31]。

空气在不同温度下的冷却速率曲线存在两个峰值(图 7(b))，即 v_{max} 和 $v_{max\text{-}bs}$，v_{max} 对应的温度 T_{vmax} 在

930～1000 ℃范围内，对应于α＋β两相区；$v_{max\text{-}bs}$对应的温度$T_{vmax\text{-}bs}$在800～860 ℃，低于α＋β两相区的最低温度，$v_{max\text{-}bs}$的变化对显微组织几乎无影响，因此只探讨v_{max}对显微组织的影响。

RT AC，200 ℃ AC和600 ℃ AC三种冷却条件下显微组织中等轴α相的体积分数分别为12.63%，13.49%和14.00%；片层α相厚度未见明显差异（图8(a-2)，(b-2)，(c-2)），表明空气介质温度对显微组织影响不明显。这一现象归因于不同温度下空气的v_{max}值在7.4～11.2 ℃/s之间，仅为表4中不同温度下淬火油v_{max}值（73.2～81.8 ℃/s）的1/7～1/10，这表明7.4～11.2 ℃/s之间的冷速差异对显微组织的影响可以忽略。

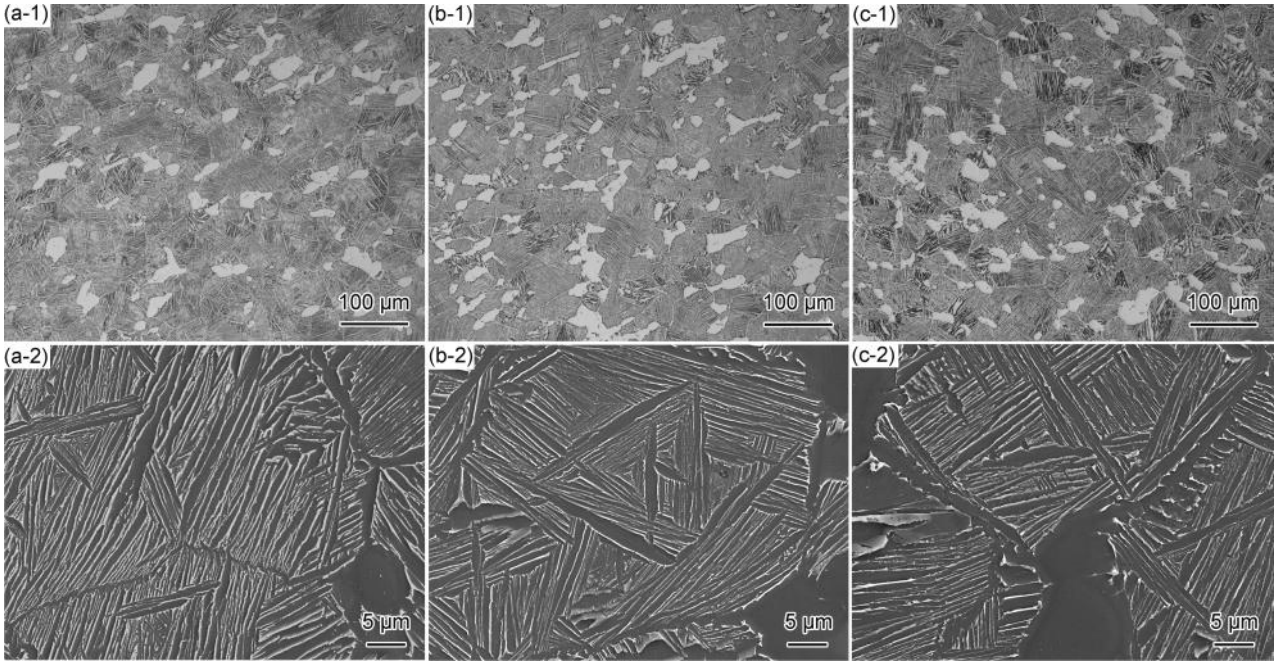


图8 不同温度空气冷却条件下Ti65合金显微组织金相(1)和SEM(2)照片

(a)室温；(b)200 ℃；(c)600 ℃

Fig. 8 Metallographic(1) and SEM(2) images of microstructures of Ti65 alloy under cooling conditions with different temperature airs

(a)RT；(b)200 ℃；(c)600 ℃

3 结论

(1)介质温度为室温时，Ti65合金的冷却曲线均包含蒸气膜、沸腾和对流三个阶段。油淬条件下的最大冷却速率为73.2 ℃/s，而空气的最大冷却速率仅为11.2 ℃/s，空气的最大冷却速率出现在更高的温度区间。

(2)Miles-Quench G淬火油的最大冷却速率和最低膜沸腾温度随油温升高逐渐提高。油温在室温至60 ℃范围内时，冷却速率曲线包含完整的三阶段；油温为80 ℃时冷却速率曲线的蒸气膜阶段消失，直接进入沸腾阶段。

(3)油淬条件下，蒸气膜的存在会显著降低900～1000 ℃高温区间的冷却速率，导致出现了随油温升高，显微组织呈现α＋β两相组织向α′马氏体组织转变的“反常”变化趋势，表明高冷却速率（73.2～81.8 ℃/s）条件下，900～1000 ℃范围内的冷却速率变化对显微组织影响明显。

(4)温度对空气冷却能力的影响与油相反。随空气温度升高，最大冷却速率、沸腾阶段的最大冷却速率均有所减小，沸腾阶段最大冷却速率对应的温度升高。

(5)不同温度空冷条件下的显微组织未见明显差异，均为典型的双态组织。表明低冷却速率（7.4～11.2 ℃/s）条件下冷却速率变化对显微组织无显著影响。

参考文献

[1] WILLIAMS J C，STARKE E A. Progress in structural materials for aerospace[J]. Acta Materialia，2003，51(19)：5775-5799.

[2] DAVIES P，PEDERSON R，COLEMAN M，et al. The hierarchy of microstructure parameters affecting the tensile ductility in centrifugally cast and forged Ti-834 alloy during high temperature exposure in air[J]. Acta Materialia，2016，117：51-67.

[3] 王清江，刘建荣，杨锐. 高温钛合金的现状与前景[J]. 航空材料学报，2014，34(4)：1-26.

WANG Q J, LIU J R, YANG R. High temperature titanium alloys: status and perspective[J]. Journal of Aeronautical Materials, 2014, 34(4): 1-26.

[4] 弭光宝, 谭勇, 陈航, 等. 增材制造600 ℃高温钛合金研究进展[J]. 航空材料学报, 2024, 44(1): 15-30.
MI G B, TAN Y, CHEN H, et al. Progress on additive manufacturing of 600 ℃ high-temperature titanium alloys[J]. Journal of Aeronautical Materials, 2024, 44(1): 15-30.

[5] LI S, DENG T S, ZHANG Y H, et al. Review on the creep resistance of high-temperature titanium alloy[J]. Transactions of the Indian Institute of Metals, 2021, 74(2): 215-222.

[6] SATKO D P, SHAFFER J B, TILEY J S, et al. Effect of microstructure on oxygen rich layer evolution and its impact on fatigue life during high-temperature application of α/β titanium[J]. Acta Materialia, 2016, 107: 377-389.

[7] ES-SOUNI M. Creep deformation behavior of three high-temperature near α-Ti alloys: IMI 834, IMI 829, and IMI 685[J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2001, 32 (2): 285-293.

[8] WANG T B, LI B L, WANG Z Q, et al. A microstructure with improved thermal stability and creep resistance in a novel near-alpha titanium alloy[J]. Materials Science and Engineering: A, 2018, 731: 12-20.

[9] 胡明, 邱建科, 雷晓飞, 等. 高强TB9钛合金次生α相析出行为及力学性能[J]. 航空材料学报, 2024, 44(2): 159-168.
HU M, QIU J K, LEI X F, et al. Precipitation behavior of secondary α phase and mechanical properties of high strength TB9 titanium alloy[J]. Journal of Aeronautical Materials, 2024, 44(2): 159-168.

[10] 刘倩倩, 杨啸雨, 高帆, 等. TiZrAlHf钛基中熵合金热变形及组织演变规律[J]. 材料工程, 2024, 52(1): 128-136.
LIU Q Q, YANG X Y, GAO F, et al. Hot deformation and microstructure evolution of TiZrAlHf Ti-based medium entropy alloy[J]. Journal of Materials Engineering, 2024, 52(1): 128-136.

[11] BALASUNDAR I, RAGHU T, KASHYAP B P. Correlation between microstructural features and creep strain in a near-α titanium alloy processed in the α+β regime[J]. Materials Science and Engineering: A, 2014, 609: 241-249.

[12] LI J, CAI J M, XU Y Q, et al. Influences of thermal exposure on the microstructural evolution and subsequent mechanical properties of a near-α high temperature titanium alloy[J]. Materials Science and Engineering: A, 2020, 774: 138934.

[13] TARZIMOGHADAM Z, SANDLÖBES S, PRADEEP K G, et al. Microstructure design and mechanical properties in a near-α Ti-4Mo alloy[J]. Acta Materialia, 2015, 97: 291-304.

[14] LÜTJERING G. Influence of processing on microstructure and mechanical properties of (α+β) titanium alloys[J]. Materials Science and Engineering: A, 1998, 243(1): 32-45.

[15] HE D, ZHU J C, ZAEFFERER S, et al. Influences of deformation strain, strain rate and cooling rate on the Burgers orientation relationship and variants morphology during β→α phase transformation in a near α titanium alloy[J]. Materials Science and Engineering: A, 2012, 549: 20-29.

[16] 于程歆, 刘林. 淬火冷却技术及淬火介质[M]. 沈阳: 辽宁科学技术出版社, 2010.
YU C X, LIU L. Quench cooling technology and quenching media[M]. Shenyang: Liaoning Science and Technology Publishing House, 2010.

[17] PIZETTA Z L H, OLIVEIRA V A, TOTTEN G E, et al. Quenching power of aqueous salt solution[J]. International Journal of Heat and Mass Transfer, 2019, 140: 807-818.

[18] CHEN X F, ZHANG L Y, JIE X H, et al. Quenching characteristics of glycerol solution as a potential new quenchant[J]. International Journal of Heat and Mass Transfer, 2017, 109: 209-214.

[19] 周澍, 陈乃录, 张伟民, 等. 水在不同温度和流速下冷却能力的测量[J]. 金属热处理, 2008(6): 69-72.
ZHOU S, CHEN N L, ZHANG W M, et al. Cooling power measurement of water at various temperatures and flow rate[J]. Heat Treatment of Metals, 2008(6): 69-72.

[20] MAHENDER T, ANANTHA PADMANABAN M R, BALASUNDAR I, et al. On the optimization of temperature and cooling rate to maximize strength and ductility of near α titanium alloy IMI 834[J]. Materials Science and Engineering: A, 2021, 827: 142052.

[21] MACKENZIE D S. Understanding the cooling curve test[J]. Thermal Processing, 2017: 28-32.

[22] 刘玉, 李玥. 淬火换热系数的计算及实验验证[J]. 材料热处理学报, 2023, 44(11): 192-199.
LIU Y, LI Y. Calculation and experimental verification of heat transfer coefficient during quenching[J]. Transactions of Materials and Heat Treatment, 2023, 44(11): 192-199.

[23] STANCIU I. Rheological properties of mineral oil[J]. Journal of Science and Arts, 2011, 4(17): 161-163.

[24] 夏立芳. 金属热处理工艺学(修订版)[M]. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学出版社, 2008.
XIA L F. Heat treatment technology of metals (revised edition)[M]. Harbin: Harbin Institute of Technology Press, 2008.

[25] 杨桂生, 刘麦秋, 胡绍文. 淬火油的冷却性能[J]. 热处理技术与装备, 2007(3): 29-34.
YANG G S, LIU M Q, HU S W. Cooling characteristics of quenching oils[J]. Heat Treatment Technology and Equipment, 2007(3): 29-34.

[26] 徐建伟, 纪晓宇, 田胜利, 等. TC17钛合金在连续冷却过程中的组织析出特征[J]. 稀有金属, 2024, 48(3): 317-324.
XU J W, JI X Y, TIAN S L, et al. Microstructure precipitation characteristics of TC17 titanium alloy during continuous cooling[J]. Chinese Journal of Rare Metals, 2024, 48(3): 317-324.

[27] SUN F, LI J S, KOU H C, et al. β phase transformation kinetics

in Ti60 alloy during continuous cooling[J]. Journal of Alloys and Compounds,2013,576:108-113.

[28] 谭海兵,臧健,梁弼宁,等. 中温热处理对Ti65合金淬火组织及室温拉伸性能的影响[J]. 材料研究学报,2023,37(12):881-888.
TAN H B,ZANG J,LIANG B N,et al. Effect of medium heat treatment on quenched micro-structure and tensile properties of Ti65 alloy[J]. Chinese Journal of Materials Research,2023,37(12):881-888.

[29] DAVIS R,FLOWER H M,WEST D R F. Martensitic transformations in Ti-Mo alloys[J]. Journal of Materials Science,1979,14(3):712-722.

[30] YUE K,LIU J R,ZHU S X,et al. Origins of different tensile behaviors induced by cooling rate in a near alpha titanium alloy Ti65[J]. Materialia,2018,1:128-138.

[31] SHI X H,ZENG W D,LONG Y,et al. Microstructure evolution and mechanical properties of near-α Ti-8Al-1Mo-1V alloy at different solution temperatures and cooling rates[J]. Journal of Alloys and Compounds,2017,727:555-564.

基金项目:国家科技重大专项项目(J2019-Ⅵ-0012-0126)

收稿日期:2024-04-30;**修订日期**:2024-09-19

通讯作者:李文渊(1989—),男,副研究员,博士,研究方向为高温钛合金,联系地址:辽宁省沈阳市沈河区文化路72号中国科学院金属研究所(110016),E-mail:wyli@imr.ac.cn

(本文责编:齐 新)

引用格式：吴杰，吴小飞，田凯，等. Ti_2AlNb粉末合金制备及力学性能影响[J]. 材料工程，2025，53(1)：175-185.
WU Jie，WU Xiaofei，TIAN Kai，et al. Preparation and mechanical properties influencing of Ti_2AlNb powder alloy[J]. Journal of Materials Engineering，2025，53(1)：175-185.

Ti_2AlNb粉末合金制备及力学性能影响

Preparation and mechanical properties influencing of Ti_2AlNb powder alloy

吴　杰[1]，吴小飞[2]，田　凯[3]，尹一峰[1,4]，崔潇潇[1]，卢正冠[1]，徐　磊[1*]
（1 中国科学院金属研究所，沈阳 110016；2 中国航发四川燃气涡轮研究院，成都 610500；3 中国航发成都发动机有限公司，成都 610503；4 中国科学技术大学 材料科学与工程学院，沈阳 110016）

WU Jie[1]，WU Xiaofei[2]，TIAN Kai[3]，YIN Yifeng[1,4]，CUI Xiaoxiao[1]，LU Zhengguan[1]，XU Lei[1*]
（1 Institute of Metal Research，Chinese Academy of Sciences，Shenyang 110016，China；2 AECC Sichuan Gas Turbine Establishment，Chengdu 610500，China；3 AECC Chengdu Engine Co.，Ltd.，Chengdu 610503，China；4 School of Materials Science and Engineering，University of Science and Technology of China，Shenyang 110016，China）

摘要：热等静压工艺是常见的粉末Ti_2AlNb合金制备方法，为深入研究制粉工艺等因素对粉末Ti_2AlNb合金组织性能的影响，分别采用等离子旋转电极雾化法和无坩埚感应熔炼超声气体雾化法制备Ti_2AlNb洁净预合金粉末，并对2种工艺制备的预合金粉末以及二者的混合粉末进行表征。通过热等静压工艺制备Ti_2AlNb合金，研究制粉工艺、包套泄漏形成的孔隙缺陷及夹杂物对Ti_2AlNb合金显微组织与力学性能的影响，并采用优化的工艺进行多种Ti_2AlNb粉末合金构件的成形。实验结果表明：制粉工艺会影响粉末合金的持久性能，包套泄漏引起的孔隙缺陷会显著降低粉末Ti_2AlNb合金的力学性能，夹杂物会显著影响粉末合金室温拉伸性能的一致性与稳定性。

关键词：Ti_2AlNb合金；粉末冶金；热等静压；近净成形；孔隙缺陷
doi：10.11868/j.issn.1001-4381.2024.000458
中图分类号：TG146.2；TB31　**文献标识码**：A　**文章编号**：1001-4381(2025)01-0175-11

Abstract：The hot isostatic pressing process is a usual powder Ti_2AlNb alloy preparation method to deeply study the influence of factors such as the powder-making process on the properties of Ti_2AlNb powder alloy. Ti_2AlNb pre-alloyed powders are prepared by plasma rotating electrode process and electrode induction melting gas atomization，respectively，and their mixed powders are characterized. Ti_2AlNb alloy is prepared using a hot isostatic pressing process. The effects of the powder-preparing process，porosity，and inclusion on the microstructure and mechanical properties of the Ti_2AlNb alloy are investigated. Optimized processes are employed for the forming of various Ti_2AlNb powder metallurgy components. Experimental results show that the powder-making processes affect the durability of the powder alloy，the pore defects caused by slight capsule gas leakage significantly reduce the mechanical properties of the powder Ti_2AlNb alloy，and the inclusions obviously affect the consistency and stability of the room-

temperature tensile properties of the powder alloy.

Key words: Ti_2AlNb alloy; powder metallurgy; hot isostatic pressing; near-net shape manufacturing; porosity

随着航空工业的创新与进步,对先进航空发动机材料的需求日益增长,着重体现在追求更轻的质量和更高的耐热性能。作为典型的轻质高强 Ti-Al 系金属间化合物,Ti_2AlNb 的密度大约为 5.3 g/cm^3,展现出较高的高温强度、良好的室温延性及断裂韧性,成为制造复杂航空发动机构件的理想候选材料[1-3]。Ti_2AlNb 合金中高熔点的 Nb 元素质量分数约为 40%[4],其熔体活性高且易与多种坩埚材料反应。目前生产中常采用的“锻造+加工+焊接”联合成形工艺面临着材料利用率低和内部焊接瘤难以完全清除的问题,这些问题可能影响部件的气动效率并降低其安全系数[5]。而且,Ti_2AlNb 合金的精密铸造也是一个极具挑战性的任务,因为模壳材料的制备、稳定性控制及导热性需求严苛,造成了高成本和低材料利用率[6]。

粉末冶金近净成形技术自 20 世纪 90 年代起在美欧等发达国家得到快速发展,并已在航空航天等领域得到应用[7-8]。这种技术又称为“粉末铸造”,被视为精密铸造的升级版,能有效解决缩孔、疏松及成分偏析等问题[9-11]。现阶段,对于 Ti_2AlNb 合金的粉末冶金技术研究,主要关注的是热等静压及热处理工艺参数的影响,而对制粉工艺、孔隙缺陷以及夹杂物影响的研究则相对较少[12-14]。

本工作通过 PREP 法与 EIGA 法制备 Ti_2AlNb 预合金粉末,并对其进行表征。通过比较不同制粉工艺对合金性能的影响,并分析热等静压过程中可能出现的问题,如包套泄漏形成的孔隙缺陷以及夹杂物对合金组织性能的影响。这些研究成果不仅丰富粉末冶金和成形技术的理论体系,也为 Ti_2AlNb 合金的工程化应用提供有力支撑,具有重要的理论价值和实践意义。

1 实验材料与方法

采用的 Ti_2AlNb 合金的名义成分为 Ti-22Al-24Nb-0.5Mo(原子分数/%)。Ti_2AlNb 合金的制备涉及多道工序:首先,需要将海绵钛(包含 Ti 箔)、Al-Nb、Ti-Nb 和 Al-Mo 中间合金以特定比例混合均匀,随后在液压机械中压制,形成质量约 4.5 kg 的电极。经组装焊接和多次真空自耗电弧熔炼后,得到 Ti_2AlNb 合金的铸锭。铸锭在 B2 相区开坯后,在(α_2+B2)相区进行锻造;经过精细的机械加工得到制粉电极。分别采用等离子旋转电极雾化法(PREP)和无坩埚感应熔炼超声气体雾化法(EIGA)制备 Ti_2AlNb 预合金粉末,采用 ONH 836 型氧氮氢分析仪测试 Ti_2AlNb 制粉电极和预合金粉末中的 H,O 和 N 含量,见表 1,预合金粉末的杂质元素含量如 O,N,H 元素均控制在较低的水平,属于洁净制粉,且可以看出 PREP 法制备 Ti_2AlNb 预合金粉末过程的氧增量更低。

表 1 Ti_2AlNb 预合金粉末的杂质含量(质量分数/%)

Table 1 Impurity compositions of Ti_2AlNb pre-alloyed powders (mass fraction/%)

Sample	O	N	H
Ti_2AlNb alloy electrode	0.051	0.0084	0.0043
PREP powder	0.053	0.0170	0.0028
EIGA powder	0.062	0.0091	0.0020
PREP+EIGA mixed powder	0.062	0.0088	0.0025

在实验室进行 2 种粉末的混合,将 PREP 法与 EIGA 法制备的 Ti_2AlNb 预合金粉末按照相同速度同时缓慢倒入洁净容器,并充分搅拌均匀,由此得到 Ti_2AlNb 预合金的混合粉末。采用 Partica LA-960V2 激光散射粒径分布分析仪测试 3 种粉末的粒度分布;采用 S-3400N 型扫描电镜(SEM)观察 2 种方法制备的预合金粉末的表面形貌。为了表征 Ti_2AlNb 粉末的氧化膜厚度,采用 Escalab Xi+型多功能表面分析系统通过 X 射线电子能谱分析(XPS)对 Ti_2AlNb 预合金粉末表面以及内部的元素分布进行检测,溅射速率设定为 0.1 nm/s,溅射深度设定为 30 nm。包套在热等静压过程中可能泄漏氩气,因此利用 PMA-2000 型脉冲熔融-飞行时间质谱气体元素分析仪测量粉末合金中的氩含量,并采用 Olympus OLS4000 型激光共聚焦显微镜对漏氩样品与正常样品的显微组织进行表征。

Ti_2AlNb 粉末合金的制备过程涉及多个关键步骤[4],具体为:首先,选取的 Ti_2AlNb 预合金粉末粒度需小于 250 μm,以保证其在大气条件下能够顺利进行填充。然后,将这些粉末装入特制的圆柱形低碳钢包套内。接下来,进行振实处理以确保粉末的紧密堆积,之后通过焊接对包套进行初步固定。为确保合金的纯净度,需进行真空脱气处理,去除其中的气体杂质。完成脱气后,对包套进行封焊,最后,通过热等静压技术,制得所需的热等静压坯料。整个制备流程严格按照规范操作,以确保 Ti_2AlNb 粉末合金的质量。采用的热等静压设备为 RD(Z)-1-850 型热等静压炉,

热等静压制度为：随炉升至1030 ℃，压力大于140 MPa，保温时间2～4 h，炉冷。固溶热处理条件为980 ℃保温2 h，保温结束后随炉冷却。时效热处理条件为890 ℃保温4 h，保温结束后随炉冷却。热等静压成形后，通过机加工和化学铣的方式去除外包套和型芯，可以得到Ti_2AlNb合金构件。

采用CMT5305型电子万能试验机进行650 ℃拉伸性能测试，按照国标要求设定的拉伸速率为：屈服前0.00007·s^{-1}，屈服后3 mm/min；采用RD-100微控电子式蠕变持久试验机进行650 ℃/360 MPa持久寿命检测，实验标准为GB/T 2039—2012《金属材料单轴拉伸蠕变试验方法》，拉伸及持久试样尺寸规格均为直径5 mm，标距长度25 mm。试样形状及尺寸如图1所示，平行试样数量不小于2支。Ti_2AlNb粉末合金的样品经过镶样、磨抛后，通过Kroll试剂（3%HF＋6%HNO_3＋91%H_2O，体积分数）腐蚀，SEM图片的获取使用TESCAN MIRA4型场发射扫描电子显微镜。在装有电子背散射衍射（EBSD）探头的Thermo Quattro S型SEM上进行EBSD分析，数据处理软件为HKL Channel 5。采用Ver-saXRM-500型X射线三维成像系统（X-ray micro computed tomography，micro-CT）通过断层扫描技术对2种Ti_2AlNb预合金粉末的截面进行表征，并对热等静压后的3种粉末制备的Ti_2AlNb合金进行内部显微孔隙的表征。

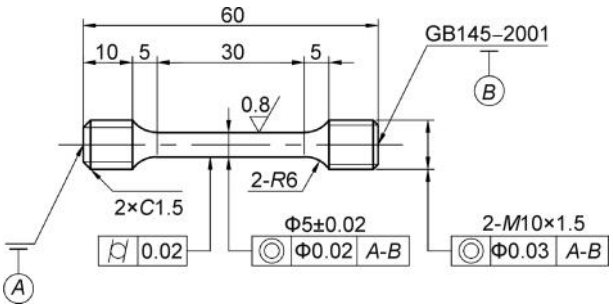


图1　粉末合金拉伸及持久性能试样的形状及尺寸

Fig. 1　Geometries and dimensions of powder metallurgy alloys for tensile and stress rupture life tests

2　结果与分析

2.1　预合金粉末的表征

在探讨粉末冶金Ti_2AlNb合金构件的综合性能时，粉末的冶金质量，特别是形貌、粒度以及气体化学成分，扮演着举足轻重的角色。尽管传统的制备方法，如元素粉末法和水雾化法，因其较低的成本而广受欢迎，但这些方法制备的粉末往往存在显著的不足。具体而言，这些粉末的球形度不够理想，流动性相对较差，这些问题在相关研究中已有所揭示[15]。当涉及到热等静压工艺时，粉末的流动性变得尤为重要。因为在这一工艺中，粉末的流动性不仅直接关系到粉末在模具中的填充均匀性，还影响后续的热等静压致密化过程。填充不均匀或流动性差的粉末可能导致合金内部结构的非均匀性，从而进一步削弱合金的综合力学性能。

鉴于上述分析，传统制备方法所制备的粉末，并不适宜直接作为热等静压工艺中的合金粉末使用。为了提升Ti_2AlNb合金构件的综合性能，需要寻找或开发新的粉末制备技术，以确保粉末具有更好的形貌、粒度以及气体化学成分。为了提高粉末的冶金质量，特别是粉末的球形度和流动性，需要采用更为先进的粉末制备技术。这些技术应能够确保粉末具有优异的球形度和流动性，从而满足热等静压工艺对粉末质量的高要求，并最终提高粉末冶金Ti_2AlNb合金构件的综合性能[16]。制备钛合金预合金粉末的方法主要包括等离子旋转电极雾化法（PREP）和无坩埚感应熔炼超声气体雾化法（EIGA）。

在热等静压加工过程中，粉末的流动性扮演着至关重要的角色。它直接影响到粉末在模具中的填充均匀性，进而对后续的热等静压致密化过程产生深远影响。这种影响不仅仅局限于加工阶段，更是会进一步左右合金的综合力学性能。具体来说，粉末的流动性决定了粉末在模具中的分布状态。如果粉末流动性好，那么粉末就能更均匀地填充到模具的各个部位，形成均匀的初始结构。反之，如果粉末流动性差，就可能导致填充不均匀，出现局部疏松或堆积过密的情况。这种填充均匀性的差异将直接影响热等静压致密化过程。在致密化过程中，粉末颗粒之间会发生相互挤压和融合，从而形成致密的合金结构。如果初始填充不均匀，就可能导致致密化过程中局部区域受到的压力和温度分布不均，进而影响合金的结构和性能。最终，这种由粉末流动性引起的差异会反映在合金的综合力学性能上。流动性好的粉末制备出的合金往往具有更均匀的结构和更优异的力学性能，如更高的强度、更好的韧性和更低的脆性等。因此，在热等静压加工中，优化粉末的流动性是提高合金综合性能的重要途径之一，因此对合金粉末进行了表征。

图2为采用PREP法及EIGA法制备Ti_2AlNb粉末的典型形貌。PREP法制备的粉末颗粒接近球形，表面卫星球极少，主要由胞状晶和树枝晶组成，这反映了快速凝固的典型特征。相较之下，EIGA法制备

的粉末以球形为主，不规则形状较少，表面组织以发达的胞晶结构为主。但EIGA粉末的一个显著特点是存在卫星球，尤其在大颗粒上更为明显。小金属熔滴与大金属熔滴在雾化过程中相撞，之后，小的会优先凝固并依附到大的金属熔滴上，这样就逐渐形成了卫星球[17-18]。

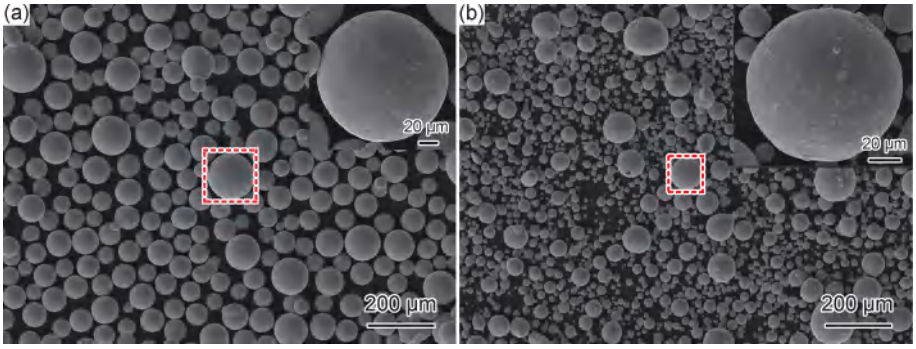


图2 Ti_2AlNb预合金粉末的形貌 (a)PREP;(b)EIGA

Fig. 2 Morphologies of Ti_2AlNb pre-alloyed powders (a)PREP;(b)EIGA

为了表征粉末的微观孔隙，采用X-ray micro CT通过断层扫描技术对2种Ti_2AlNb预合金粉末进行表征。图3为2种Ti_2AlNb球形粉末micro-CT分布情况，通过断层扫描技术的结果可以观测到EIGA法制备的粉末有一定数量的空心粉，而PREP法制备的预合金粉末在保证良好球形度的同时基本没有空心粉的出现。并且通过随机视场观察发现EIGA粉末的粒度分布较为宽泛，相比之下PREP粉末的粒度则较为集中。

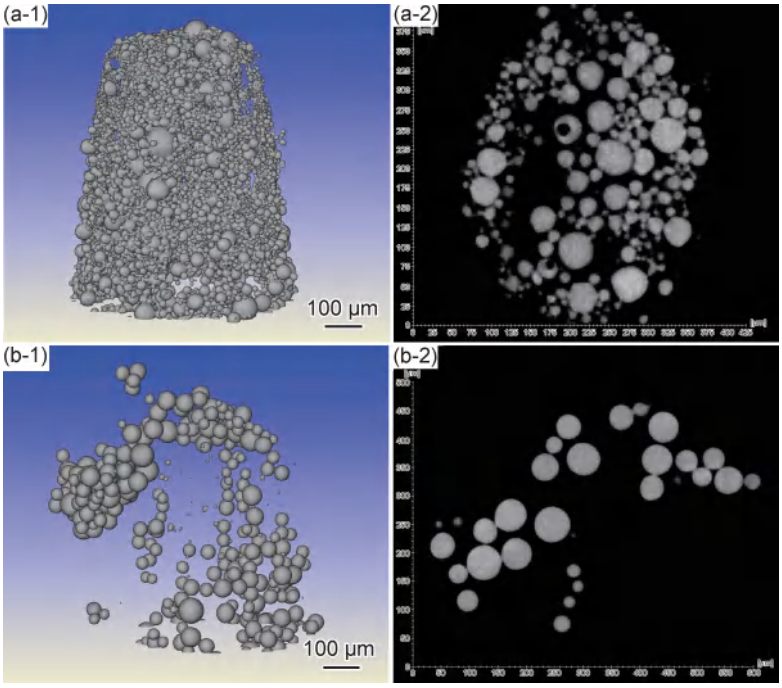


图3 Ti_2AlNb粉末的micro-CT分布(1)与断层扫描照片(2)
(a)EIGA粉末;(b)PREP粉末

Fig. 3 Micro-CT distribution (1) and tomographic images (2) of Ti_2AlNb powders
(a)EIGA powders;(b)PREP powders

采用Partica LA-960V2激光散射粒径分布分析仪测试3种粉末的粒度分布，实验结果见图4所示。可以看出，2种方法制备的Ti_2AlNb粉末均呈近似正态分布，PREP粉末粒度主要集中在50～200 μm；EIGA粉末粒度主要集中在20～300 μm，与PREP法相比，EIGA法制备的粉末粒度分布更为宽泛，有更多小尺寸粉末颗粒分布，细小的粉末颗粒可以充分分布在大尺寸颗粒之间，更有利于后续的粉末填充。2种粉末

的粒度中位数(D_{50})分别为 73.7,77.7 μm,混合粉末的 D_{50}为 73.4 μm,D_{50}是一个常用的粒度参数,它表示在测试的粉末中,有 50% 的颗粒粒径小于该值,同时也有 50% 的颗粒粒径大于该值。该参数常被用来近似描述粉末的平均粒度或中间粒径。3 种粉末的平均粒度接近,但是可以发现混合粉末的 D_{10}与 D_{90}数值位于 EIGA 与 PREP 两种粉末之间,制粉工艺会影响 Ti_2AlNb粉末合金的力学性能。

在利用 EIGA 和 PREP 2 种方法制备预合金粉末时,不可避免地,粉末表面会因物理吸附或化学反应而吸附氧元素,形成一层氧化层。该氧化层对粉末颗粒间的结合强度及合金的整体性能具有显著影响。为了精确测量氧化层的厚度,采用了 XPS 进行测量。该技术以其高灵敏度和高分辨率,能够深入解析粉末表面及其深度方向的元素分布。EIGA 和 PREP 两种预合金粉末表面 Ti3p 的 XPS 深度分析结果如图 5 所示。图 5 中,黑色虚线明确标识了 Ti3p 的金属态峰位置,而红色虚线则代表 Ti3p 的氧化态峰位置。随着溅射时间的延长,可以观察到 Ti3p 的氧化态峰强度逐渐减弱,与此同时,金属态峰强度则逐渐增强。当溅射时间达到某一特定点时,氧化态峰几乎完全消失,而曲线则呈现出明显的金属态峰特征,这标志着溅射深度已经成功穿透并超越氧化层的厚度。

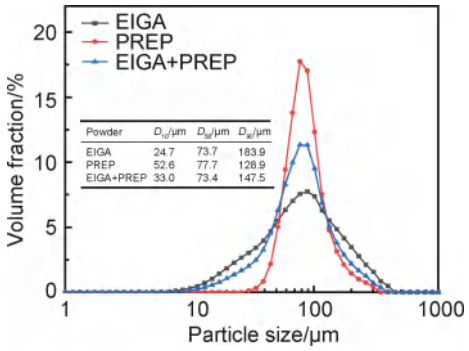


图 4　Ti_2AlNb粉末的粒度分布

Fig. 4　Particle distribution of Ti_2AlNb pre-alloyed powders

具体到 EIGA 法制备的预合金粉末,经过 120 s 的溅射后,检测到了显著的金属钛峰,这一结果明确表明该粉末的氧化层厚度大约为 12 nm。该数据的获得为进一步优化粉末制备工艺、控制氧化层厚度,进而提升合金性能提供宝贵的参考。类似地,从图 5(b)中可以观察到,PREP 法制备的预合金粉末在溅射后,其氧化层厚度约为 6 nm,显示出 PREP 法制备的预合金粉末具有相对较薄的氧化层。

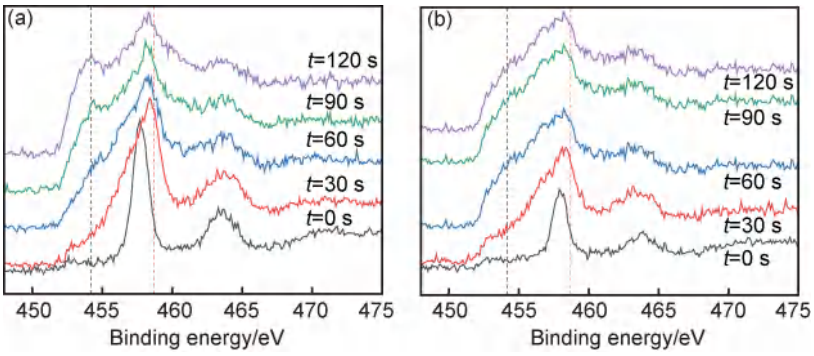


图 5　Ti_2AlNb预合金粉末 XPS 图谱　(a)EIGA 粉末;(b)PREP 粉末

Fig. 5　XPS patterns of Ti_2AlNb pre-alloyed powders　(a)EIGA powders;(b)PREP powders

2.2　制粉工艺对粉末 Ti_2AlNb 合金组织性能的影响

1030 ℃,140 MPa,3 h 条件下采用 EBSD 表征的不同制粉工艺制备的粉末 Ti_2AlNb 合金显微组织如图 6 所示,表 3 揭示了各相的比例,其中 α_2相主要位于晶界,而 O 和 B2 相则以交错的板条状结构出现。从表 3 可以看出三种粉末对应的 Ti_2AlNb 合金相组成较为接近,PREP 粉末对应合金的 α_2相含量最高。相对于 PREP 粉末,EIGA 粉末合金晶粒尺寸分布更均匀,各相也均匀分布。EIGA 粉末对应的 Ti_2AlNb 粉末合金晶粒细小、显微组织均匀,往往具有更为优异的力学性能。

在粉末冶金成形过程中,孔隙显著影响 Ti_2AlNb 合金组织及性能,进而影响实际构件的使役性能,这些孔隙的尺寸通常以微米来衡量,传统的金属材料探伤方法由于其局限性无法探测微米级的缺陷[19-20],金相显微镜或者扫描电镜等表征技术只能对构件的截面进行初步的分析,无法对材料内部的孔隙进行全方位的数量、三维形貌以及位置等信息的表征,于是,运用 micro-CT 技术来详细描述 Ti_2AlNb 合金的微米级孔隙特征[21]。粉末表面吸附和内部残留的气体难以通过真空除气完全去除,同时包套的屏蔽效应影响粉末致密化[16],彻底清除合金中的孔隙缺陷颇具挑战性。因此,探究孔隙对合金冶金质量的影响显得尤为重要。

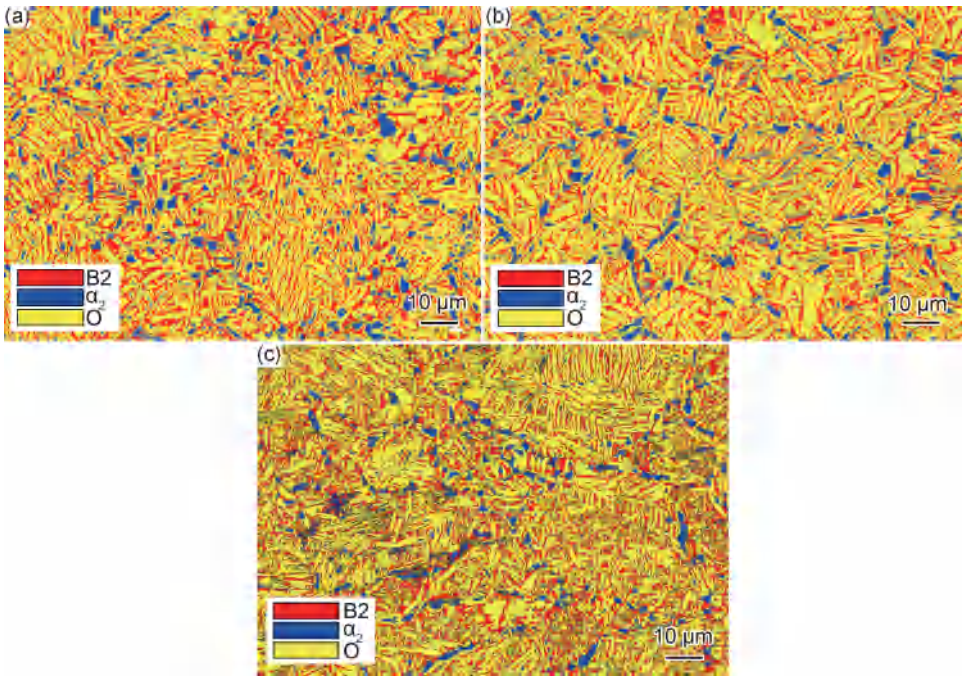


图 6　不同制粉工艺下成形的 Ti_2AlNb 合金显微组织

(a)EIGA 粉末;(b)PREP 粉末;(c)PREP 与 EIGA 混合粉末

Fig. 6　Microstructure of Ti_2AlNb alloy powder formed under different powder process crafts

(a)EIGA powders;(b)PREP powders;(c)EIGA and PREP mixed powders

表 2　不同制粉工艺成形的粉末 Ti_2AlNb 合金组织相比例

Table 2　Phase proportions of Ti_2AlNb alloy formed by different powder making processes

Sample	B2/%	α_2/%	O/%
PREP	28.05	6.93	65.02
EIGA	24.38	6.88	68.75
PREP+EIGA	23.99	5.59	70.43

图 7 为不同制粉工艺下制备的固溶时效态粉末 Ti_2AlNb 合金内部孔隙大小及分布。可以看出：Ti_2AlNb 合金内部存在很少的显微孔隙，孔隙的等效直径分布范围可以从几微米到几十微米，最大尺寸为 70 μm 的孔隙极少，单位体积的孔隙数量低于 10 mm^{-3}，表明合金已达到较高的致密化程度。随机取样范围内 PREP 合金孔隙数量约为 6 个，而 EIGA 合金孔隙数量可达约 50 个，EIGA 与 PREP 的混合粉末对应的合金在观察范围内约有 22 个孔隙，可以推断 PREP 合金的致密程度优于 EIGA 合金。

比较了不同制粉工艺制备的 Ti_2AlNb 合金的拉伸性能，测试温度为 Ti_2AlNb 合金长期服役的工程应用温度 650 ℃，测试结果如表 3 所示。可以看出在 650 ℃ 的实验条件下，PREP 粉末在强度方面略优于 EIGA 粉末。持久性能测试结果如图 8 所示，测试条件为 650 ℃，360 MPa。从图 8 中可见 PREP 法制备的 Ti_2AlNb 合金持久性能略优于 EIGA 法。结合表 3 与图 7 可以看出，不同制粉工艺制备的 Ti_2AlNb 合金的相体积分数接近，但 EIGA 粉末制备的合金组织更均匀；而相较于 PREP 粉末，EIGA 粉末制备合金的孔隙数量略多，推测较多的孔隙数量为 EIGA 粉末制备 Ti_2AlNb 合金持久性能相对较差的原因。

2.3　孔隙缺陷对组织性能的影响

与铸造和锻造相比，粉末冶金工艺步骤相对复杂，且每个步骤都需要严格把控。如果控制不当，包套在热等静压过程中发生泄漏，就可能会对粉末构件的成形造成极大的影响。在热等静压过程中，包套的主要功能是传输气体压力，并且允许粉末体发生形变。但是，封套焊接处在温度和压力提高时，有可能因为氩气漏出而不能正常工作；此外，粉末包套体结构差异导致的振实密度不均，也可能造成局部变形不均匀，进而引发包套撕裂，成为泄漏的主要原因[22]。

氩气雾化粉末中常含有少量空心粉，空心粉颗粒内部还残存微量的氩气。在彻底致密化的粉末合金里，氩气的含量非常微小，一般情况下不会超过 5 μg/g。粉末合金中的氩气含量在受包套泄漏程度影响的同时，也与样品状态密切相关[22]。具体来说，发生泄漏的粉末压坯在长时间放置或热处理后，内部的氩气会逐步向空气散逸并被释放出去。由于氩元素不溶于粉末合金，因此它会以单质形式存在于合金中[22-23]。

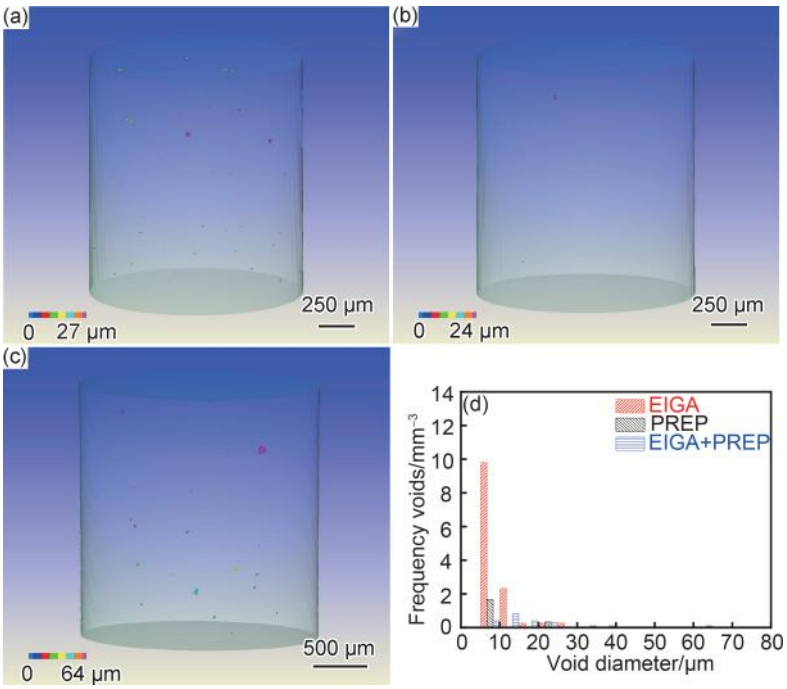


图 7　Ti_2AlNb合金内部显微孔隙大小及分布

(a)EIGA 粉末;(b)PREP 粉末;(c)混合粉末;(d)孔隙分布柱状图

Fig. 7　Internal microporosity size and distribution of Ti_2AlNb alloys

(a)EIGA powders;(b)PREP powders;(c)mixed powders;(d)column chart of pore distribution

表 3　不同制粉工艺成形的 Ti_2AlNb 合金力学性能对比

Table 3　Comparison of mechanical properties of Ti_2AlNb alloy formed by different powder making processes

Powder process	T/℃	$R_{p0.2}$/MPa	R_m/MPa	A/%	Z/%
EIGA	650	551	686	10.5	20
		517	686	10.0	21
		521	683	9.0	20
PREP	650	542	699	7.0	22
		537	696	13.0	25
		544	696	11.0	26
EIGA+PREP	650	519	677	13.0	22
		519	684	11.0	23
		524	685	11.0	20

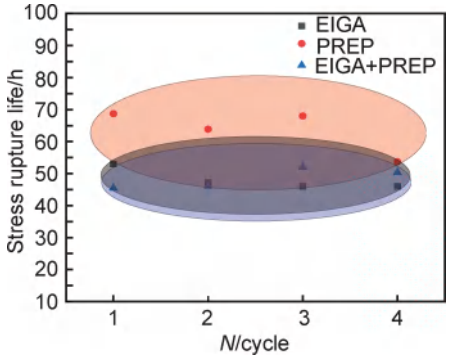


图 8　不同制粉工艺成形的 Ti_2AlNb 合金持久性能对比

Fig. 8　Comparison of stress rupture life of Ti_2AlNb alloy formed by different powder processes

图 9 为完全致密化和包套发生漏氩的固溶态 Ti_2AlNb 粉末合金室温与 450,650 ℃拉伸性能对比,其中完全致密化的样品氩含量为 0.5 μg/g,发生泄漏样品氩含量为 278.2 μg/g。从图 9 可以看出,包套发生漏氩的 Ti_2AlNb 粉末合金,在各个温度下的拉伸强度及伸长率均显著低于完全致密化的 Ti_2AlNb 粉末合金。

图 10 为 2 种粉末 Ti_2AlNb 合金在激光共聚焦显微镜下随机视场观察到的显微组织,可以观察到漏氩样品的基体组织有大量的随机分布的孔隙,而正常样品的基体组织比较均匀。图 11 为完全致密化和包套发生微泄漏的粉末压坯 micro-CT 扫描图,样品尺寸为 Φ2.3 mm×2.5 mm。据观察,完全致密化的粉末合金显现微小的孔隙,相比之下,有微泄漏的粉末显示出内部孔隙数量更多,这些孔隙缺陷分布均匀且尺寸非常小。

2.4　夹杂物对组织性能的影响

随着粉末合金复杂构件考核验证要求的提高,对合金粉末的质量提出了更严格的要求。夹杂物是影响 Ti_2AlNb 粉末合金发展和应用的重要因素,然而目前关于夹杂物对 Ti_2AlNb 粉末合金金属间化合物材料组织性能的研究鲜有报道。在实际雾化制粉过程中电极纯净度、制粉设备洁净程度、粉末生产、转运、筛

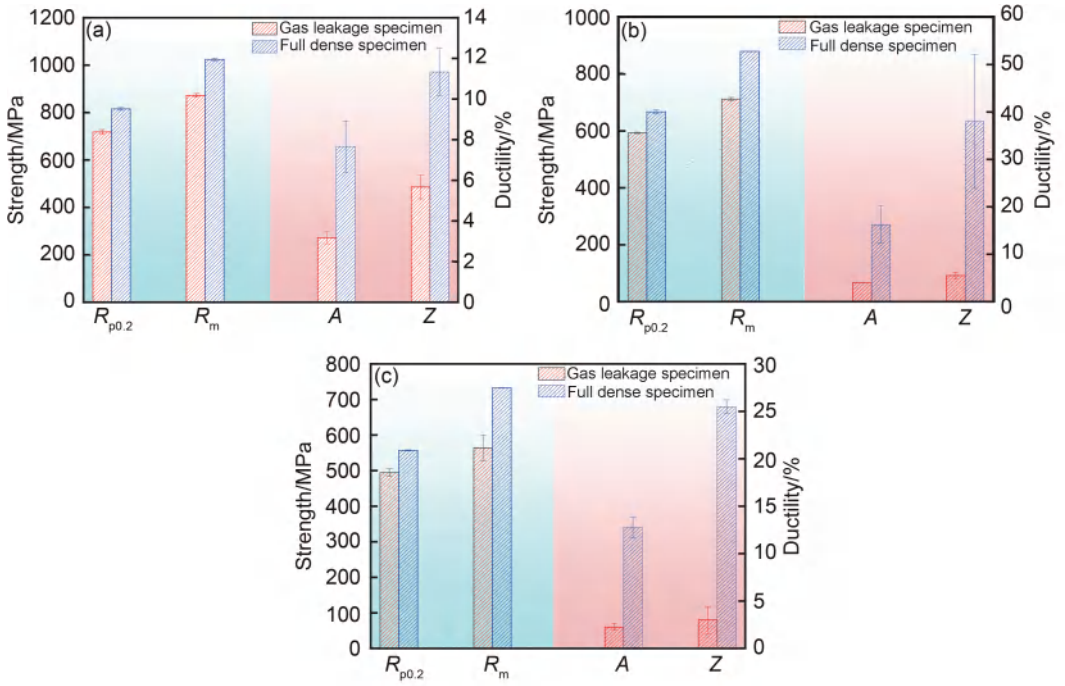


图 9 不同 Ti_2AlNb 合金的拉伸性能比较

(a)23 ℃;(b)450 ℃;(c)650 ℃

Fig. 9 Tensile properties comparison of different Ti_2AlNb alloys

(a)23 ℃;(b)450 ℃;(c)650 ℃

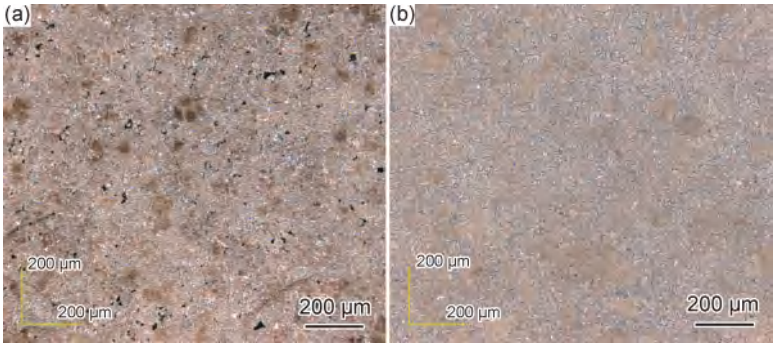


图 10 漏氩(a)与正常(b)Ti_2AlNb 样品的激光共聚焦金相照片

Fig. 10 Laser confocal metallographic photographs of argon leakage (a) and normal (b) Ti_2AlNb specimen

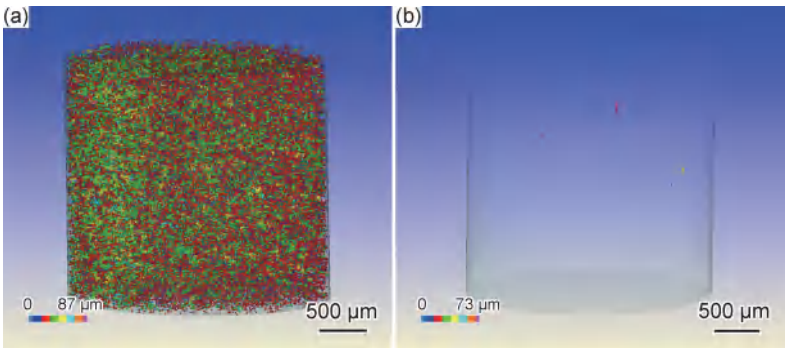


图 11 漏氩(a)与正常(b)Ti_2AlNb 样品内部显微孔隙大小及分布

Fig. 11 Internal microporosity size and distribution of argon leakage (a) and normal (b) Ti_2AlNb specimen

分及封装过程中引入的夹杂都会对材料性能造成影响。

为了对比研究制备了有夹杂与无夹杂两种条件下的粉末,无夹杂的粉末制备过程如下:EIGA 制粉

炉经过清炉和洗炉后开始制备洁净 Ti_2AlNb 粉末。有夹杂的粉末制备过程如下：EIGA 制粉炉在雾化含 Ni 的制粉电极后，未进行清炉和洗炉就制备了 Ti_2AlNb 粉末。通过包套热等静压工艺制备了 Ti_2AlNb 粉末合金，采用数据统计的方法进行粉末合金性能稳定性研究。本实验选用的 Ti_2AlNb 粉末合金试棒状态为典型固溶时效态，对比了两组各 15 只拉伸试样的拉伸结果，并引入了标准差（S）作为分析指标[20]，表示数据的波动状况与数据的稳定性。将数据统计结果绘制成表 4，可以发现，有夹杂与无夹杂 2 种条件下的粉末合金高温拉伸性能无明显差别；无夹杂的粉末合金室温屈服强度、抗拉强度、伸长率平均值均高于含夹杂的粉末合金。进一步统计了含夹杂及无夹杂条件下 Ti_2AlNb 粉末合金室温伸长率分布频数，将数据统计结果绘制成图 12，统计结果表明：含夹杂的粉末合金伸长率在 5% 以下的占比 56%，伸长率在 5%～10% 的占比 44%，伸长率在 10% 以上的为 0%；无夹杂的粉末合金伸长率在 5% 以下的占比 17%，伸长率在 5%～10% 的占比 61%，伸长率在 10% 以上的为 22%；数据统计分析表明，夹杂对 Ti_2AlNb 粉末合金的室温拉伸性能一致性与稳定性有显著影响。

表 4　Ti_2AlNb 粉末合金拉伸力学数据统计分析

Table 4　Statistical analysis of Ti_2AlNb alloys tensile properties testing data

Temperature/℃	Item	$R_{p0.2}$/MPa		R_m/MPa		A/%	
		With inclusions	Without inclusions	With inclusions	Without inclusions	With inclusions	Without inclusions
25	Average	841.0	864.0	987.0	1028.0	5.0	8.3
	S	25.2	27.1	36.2	33.9	1.9	2.8
650	Average	603.0	577.0	702.0	676.0	13.3	11.1
	S	25.1	24.7	24.0	27.9	1.6	1.9

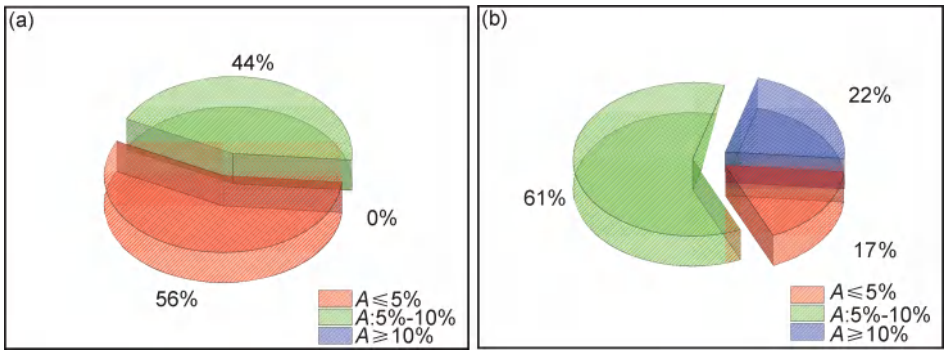


图 12　Ti_2AlNb 粉末合金室温伸长率分布频数

（a）有夹杂；（b）无夹杂

Fig. 12　Room temperature elongation frequency distribution of Ti_2AlNb alloys

(a) with inclusions; (b) without inclusions

为了进一步解释有夹杂的 Ti_2AlNb 粉末合金室温拉伸性能存在散差的原因，观察了上述样品的室温拉伸断口形貌，样品的断口基本都垂直于拉伸轴方向，如图 13 所示。由图 13(a)可以看出，室温拉伸断口表面未见孔隙，裂纹源位于图 13(a)中红色箭头“E”处，为了进一步分析夹杂物的化学成分，将图 13(a)中红色箭头“E”处进行放大，并进行了 SEM-EDS 分析，EDS 测试位置见图 13(b)所示，EDS 结果如表 5 所示。从表 5 可以看出，粉末合金中存在着“Ni”夹杂，“Ni”夹杂不影响 Ti_2AlNb 粉末合金 650 ℃拉伸性能，但是显著影响室温拉伸性能的一致性与稳定性。这是因为 Ti_2AlNb 等金属间化合物室温性能较差，而在高温条件下由于位错及滑移系的开动从而具有优异的力学性能，因此夹杂物主要影响 Ti_2AlNb 合金的室温力学性能。

2.5　Ti_2AlNb 粉末冶金合金复杂构件的成形

包套结构设计在制造粉末冶金构件的过程中起着至关重要的作用。合理的包套设计需兼顾粉末压坯的全面致密化和近净成形[24]。不均匀性会导致构件的致密度和收缩变形产生差异，从而对其力学性能

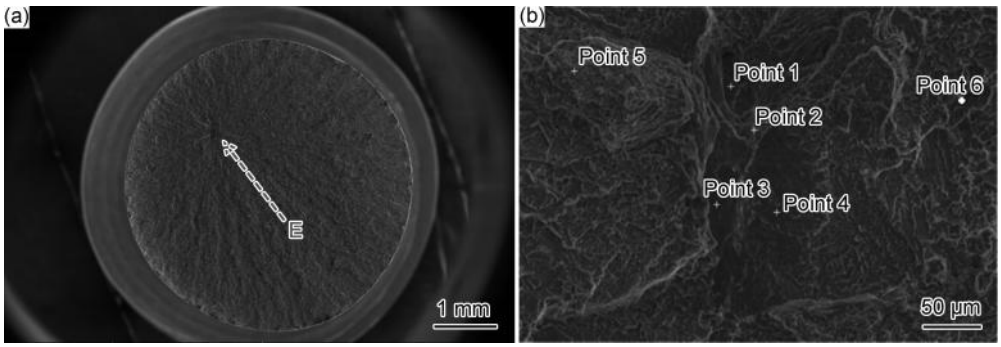


图 13 Ti_2AlNb粉末合金室温拉伸断口形貌(a)及EDS测试位置(b)

Fig. 13 Room temperature tensile fracture surface(a) and EDS testing location(b) of powder metallurgy Ti_2AlNb alloys

表 5 Ti_2AlNb粉末合金室温拉伸断口处的EDS结果(原子分数/%)

Table 5 EDS results at room temperature tensile fracture of powder metallurgy Ti_2AlNb alloy (atomic fraction/%)

Point	Al	Ti	Ni	Nb
1	2.89	57.10	36.71	3.30
2	4.68	66.11	17.55	11.65
3	4.71	61.40	23.01	10.88
4	5.48	53.63	13.52	27.37
5	7.12	55.51	1.79	35.58
6	3.61	66.52	0.8	29.07

产生影响。特别是在制造大尺寸、结构复杂的构件时,包套/模具的复杂性使得从粉末坯体表面到内部的致密化进程差异显著,有时甚至出现“不均匀致密化”的现象[16]。不均匀性会造成构件致密程度和收缩变形的不一致,进而影响其力学性能[25]。本研究选用EIGA粉末,在前文优化后的热等静压制度下,指导了多种类型的Ti_2AlNb粉末冶金部件的成形,如图14所示。经检测,各构件关键部件尺寸偏差低于2%,表面粗糙度优于铸造合金。

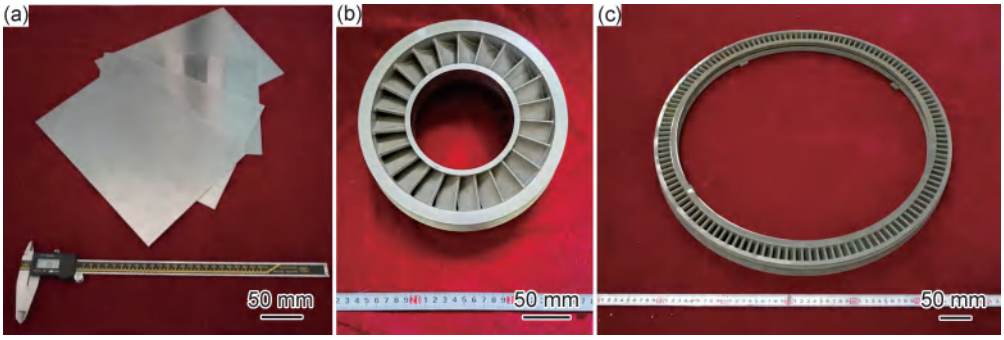


图 14 Ti_2AlNb粉末合金构件 (a)板材;(b)叶轮;(c)叶环

Fig. 14 Ti_2AlNb powder metallurgy alloy (a)sheet;(b)impeller;(c)bling

3 结论

(1)与PREP法相比,采用EIGA法制备的Ti_2AlNb粉末粒度分布更为广泛,但粉末周围有少量卫星球,且包含较多的空心粉;PREP法制备合金持久性能较为优异。

(2)Ti_2AlNb粉末合金在热等静压致密化过程中可能会出现包套泄漏氩气的现象,包套泄漏引起的孔隙缺陷对粉末合金性能危害极大。

(3)夹杂物对Ti_2AlNb粉末合金650 ℃拉伸性能影响不显著,但是对室温拉伸性能的一致性与稳定性影响显著。

参考文献

[1] 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.

[2] CHENG X Y, YU Y G, ZHANG D M, et al. Preparation and performance of an abradable NiCrFeAlBN-YSZ-NiCrAl layered seal coating for aircraft engines[J]. Journal of Thermal Spray Technology, 2020, 29(7): 1804-1814.

[3] 冯艾寒, 陈强, 王剑, 等. 低密度Ti_2AlNb基合金热轧板微观组织的热稳定性[J]. 金属学报, 2023, 59(6): 777-786.
FENG A H, CHEN Q, WANG J, et al. Thermal stability of microstructures in low-density Ti_2AlNb-based alloy hot rolled plate[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2023, 59(6): 777-786.

[4] 徐磊, 姚利盼, 卢正冠, 等. 粉末冶金Ti_2AlNb合金研究进展

[J]. 航空制造技术, 2019, 62(22): 14-20.
XU L, YAO L P, LU Z G, et al. Development of powder metallurgy Ti_2AlNb alloys[J]. Aeronautical Manufacturing Technology, 2019, 62(22): 14-20.

[5] 杨锐. 钛铝金属间化合物的进展与挑战[J]. 金属学报, 2015, 51(2): 129-147.
YANG R. Advances and challenges of TiAl base alloys[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2015, 51(2): 129-147.

[6] 朱幼宇, 任德春, 雷波, 等. 激光增材制造高温合金原位增强钛合金复合材料的组织与力学性能[J]. 材料工程, 2024, 52(3): 33-43.
ZHU Y Y, REN D C, LEI B, et al. Microstructure and mechanical properties of superalloy *in-situ* reinforced titanium alloy composites by laser additive manufacturing[J]. Journal of Materials Engineering, 2024, 52(3): 33-43.

[7] 薛松海, 谢嘉琪, 刘时兵, 等. 钛合金粉末冶金热等静压技术及发展现状[J]. 粉末冶金工业, 2021, 31(5): 87-93.
XUE S H, XIE J Q, LIU S B, et al. Research process in powder metallurgy hot isostatic pressing technology of titanium alloy[J]. Powder Metallurgy Industry, 2021, 31(5): 87-93.

[8] 刘石双, 周毅, 李娟, 等. Ti-22Al-23Nb-1Mo-1Zr合金环锻件组织演变及力学行为[J]. 材料工程, 2022, 50(4): 147-155.
LIU S S, ZHOU Y, LI J, et al. Microstructure evolution and mechanical behavior of Ti-22Al-23Nb-1Mo-1Zr alloy ring forging[J]. Journal of Materials Engineering, 2022, 50(4): 147-155.

[9] POLOZOV I, GRACHEVA A, POPOVICH A. Interface characterization of bimetallic Ti-6Al-4V/Ti_2AlNb structures prepared by selective laser melting[J]. Materials, 2022, 15(23): 8508-8516.

[10] JIA J B, LIU H L, YANG Z G, et al. Microstructure, densification and mechanical properties of Ti-22Al-25Nb alloy fabricated by spark plasma sintering[J]. Journal of Materials Engineering and Performance, 2020, 29(2): 1101-1112.

[11] WU J, XU L, LU Z G, et al. Preparation and electron beam welding of hip powder metallurgy Ti-22Al-24Nb-0.5Mo alloys[J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2017, 46: 241-245.

[12] LI Y, ZU Y, CHEN G, et al. Effect of sintering temperature on microstructure and mechanical properties of Ti_2AlNb-based composites[J]. Journal of Materials Research and Technology, 2024, 29: 4854-4862.

[13] BOEHLERT C J, SABIROV I, RUIZ-PALENZUELA B, et al. A comparison of field assisted hot pressing and hot isostatic pressing for gas atomized Ti-22Al-26Nb(at.%) and Ti-22Al-26Nb-5B (at.%) powders[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2021, 852: 156870-156883.

[14] LI Y Y. Microstructural evolution and mechanical properties of the Ti_2AlNb alloy with 3 wt.% W and 0.1 wt.% Y obtained using powder metallurgy technique[J]. Powder Metallurgy and Metal Ceramics, 2023, 62(5/6): 302-311.

[15] SUN P, FANG Z G Z, ZHANG Y, et al. Review of the methods for production of spherical Ti and Ti Alloy powder[J]. JOM, 2017, 69(10): 1853-1860.

[16] GUO R P, XU L, ZONG B Y P, et al. Characterization of pre-alloyed Ti-6Al-4V powders from EIGA and PREP process and mechanical properties of HIPed powder compacts[J]. Acta Metallurgica Sinica-English Letters, 2017, 30(8): 735-744.

[17] CHEN G, ZHAO S Y, TAN P, et al. A comparative study of Ti-6A1-4V powders for additive manufacturing by gas atomization, plasma rotating electrode process and plasma atomization[J]. Powder Technology, 2018, 333: 38-46.

[18] WU J, GUO R P, XU L, et al. 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.

[19] 郭瑞鹏. 钛合金粉末热等静压成型工艺研究[D]. 沈阳: 东北大学, 2018.
GUO R P. Hot isostatic pressing of titanium alloy powders[D]. Shenyang: Northeastern University, 2018.

[20] 吴杰. 粉末冶金 Ti-22Al-24Nb-0.5Mo合金的制备和性能调控[D]. 沈阳: 中国科学院大学, 2016.
WU J. Preparation and mechanical properties optimization of powder metallurgy Ti-22Al-24Nb-0.5Mo alloys[D]. Shenyang: University of Chinese Academy of Sciences, 2016.

[21] YU C, WU S C, HU Y N, et al. Three-dimensional imaging of gas pores in fusion welded al alloys by synchrotron radiation X-ray microtomography[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2015, 51(2): 159-168.

[22] 郭瑞鹏. 粉末冶金钛合金力学性能与热等静压致密化研究[D]. 沈阳: 东北大学, 2014.
GUO R P. Mechanical properties of powder metallurgy titanium alloys and densification of titanium powders during HIPing[D]. Shenyang: Northeastern University, 2014.

[23] 徐磊, 吴杰, 崔潇潇, 等. Ti_2AlNb近净成形部件的热处理开裂分析[J]. 航空制造技术, 2020, 63(16): 14-20.
XU L, WU J, CUI X X, et al. Cracking analysis of powder metallurgy Ti_2AlNb component during heat treatment[J]. Aeronautical Manufacturing Technology, 2020, 63(16): 14-20.

[24] 郭瑞鹏, 徐磊, 柏春光, 等. 包套设计对典型粉末钛合金拉伸性能的影响[J]. 中国有色金属学报, 2014, 24(8): 2050-2056.
GUO R P, XU L, BAI C G, et al. Effects of can design on tensile properties of typical powder metallurgy titanium alloys[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2014, 24(8): 2050-2056.

[25] ATKINSON H V, DAVIES S. Fundamental aspects of hot isostatic pressing: an overview[J]. Metallurgical and Materials Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science, 2000, 31(12): 2981-3000.

基金项目:国家科技重大专项项目(J2019-Ⅶ-0005-0145);中国科学院战略性先导科技专项项目(XDA22010102);稳定支持基础研究领域青年团队计划项目(YSBR-025)

收稿日期:2024-06-25;**修订日期**:2024-09-15

通讯作者:徐磊(1977—),男,研究员,博士,主要从事粉末近净成形技术的研究,联系地址:沈阳市沈河区文化路72号中国科学院金属研究所(110016),E-mail:lxu@imr.ac.cn

(本文责编:张宝玲)

引用格式：茄菊红，谢峰，冯超，等. 高强耐热铸造铝合金及其航空发动机复杂壳体铸件的性能研究[J]. 材料工程，2025，53(1)：186-194.
QIE Juhong，XIE Feng，FENG Chao，et al. Performance of high-strength and heat-resistant cast aluminum alloy and its complex shell castings for aircraft engines[J]. Journal of Materials Engineering，2025，53(1)：186-194.

高强耐热铸造铝合金及其航空发动机复杂壳体铸件的性能研究

Performance of high-strength and heat-resistant cast aluminum alloy and its complex shell castings for aircraft engines

茄菊红[1]，谢　峰[1]，冯　超[1]，王平海[1]，余腾飞[1]，杨朝阳[1]，
郗洪雷[2,3]，肖文龙[2,3*]，马朝利[2,3]
（1 中国航发西安动力控制科技有限公司，西安 710077；
2 天目山实验室，杭州 311115；3 北京航空航天大学
材料科学与工程学院，北京 100191）
QIE Juhong[1]，XIE Feng[1]，FENG Chao[1]，WANG Pinghai[1]，
YU Tengfei[1]，YANG Chaoyang[1]，XI Honglei[2,3]，
XIAO Wenlong[2,3*]，MA Chaoli[2,3]
（1 AECC Xi'an Power Control Technology Co.，Ltd.，Xi'an 710077，China；2 Tianmushan Laboratory，Hangzhou 311115，China；3 School of Materials Science and Engineering，Beihang University，Beijing 100191，China）

摘要：针对先进航空发动机对高强耐热铝合金复杂壳体铸件的应用需求，对比分析一种新型 Al-Si-Cu-Mg-Sc 高强耐热铝合金与 ZL101A，ZL205A 铸造铝合金的工艺性能及力学性能，并采用高强耐热铝合金开展油泵复杂壳体金属型铸造工艺设计和实验验证，对铸件产品的质量进行检测分析。结果表明：新型 Al-Si-Cu-Mg-Sc 高强耐热铝合金的铸造流动性和抗热裂性能优于 ZL205A 高强铸造铝合金，其金属型铸造油泵复杂壳体的合格率与 ZL101A 同类壳体相当。新型合金的单铸试样和铸件本体取样的室温平均抗拉强度均达到 420 MPa 以上，明显高于 ZL101A 合金，250 ℃时其抗拉强度优于 ZL205A 合金。铸件的表面质量、内部质量、气密性和承压性能均满足产品设计要求。

关键词：高强耐热铝合金；Al-Si-Cu-Mg；铸造性能；力学性能；航空发动机油泵壳体
doi：10.11868/j.issn.1001-4381.2024.000284
中图分类号：TG292；TB31　**文献标识码**：A　**文章编号**：1001-4381(2025)01-0186-09

Abstract: To meet the application requirement of advanced aviation engines for complex shell castings of high-strength and heat-resistant aluminum alloys, the process and mechanical properties of a new type of the Al-Si-Cu-Mg-Sc high-strength and heat-resistant aluminum alloy are analysed in comparison with ZL101A and ZL205A cast aluminum alloys. Design and experimental verification of the metal casting process for the complex casing of the oil pump are carried out by using the high-strength and heat-resistant aluminum alloy, and the quality of the casting products is evaluated. The results indicate that the new high-strength and heat-resistant Al-Si-Cu-Mg-Sc alloy shows better casting fluidity and hot cracking resistance than the ZL205A high-strength cast Al alloy. The qualification rate of the complex shell of its metal casting oil pump is comparable to that of the same type of shell ZL101A. The average tensile strengths at room temperature of the separated test bar of casting and test specimen from casting itself of the new alloy are higher than 420 MPa, which are significantly higher than that of ZL101A alloy, while the tensile strengths at 250 ℃ are superior to ZL205A alloy. The surface quality, internal quality, airtightness, and pressure

resistant performance of the casting case all meet the design requirement of the product.

Key words: high-strength and heat-resistant aluminium alloy; Al-Si-Cu-Mg; castability; mechanical property; aeroengine oil pump case

航空发动机油泵壳体铸件外形复杂,内腔异型油路纵横交错布排,只能采用铸造方法来制备,同时要求产品承压强度和气密性高,对铸件质量有着极高的要求,因此,所选用铸造材料不但需要具有较高的强度,还须兼顾良好的铸造工艺性能。随着航空发动机性能的逐渐提升,油泵壳体工作介质和环境温度也在不断提高,对铸件的强度和耐热性提出了更高的要求[1],目前常用的ZL101A铝合金虽然具有优良的铸造工艺性,适宜生产高冶金质量要求的复杂结构壳体,但随着温度升高材料强度损失较快[2-4],难以满足新一代航空发动机的应用需求。ZL205A铝合金在目前铸造铝合金中抗拉强度最高,其力学性能可达到某些黑色金属和锻造铝合金水平,常用于制造承受较大载荷和较高屈服强度的复杂构件,但其存在较大的热裂倾向、疏松倾向以及较差的铸造流动性等缺点,难以适用金属型铸造工艺[5-8],也难以满足产品的高承压强度和高气压条件下不渗油、不漏气的需求。

Al-Si铸造合金由于具有优良的铸造性能和低的热膨胀系数等优点,在航空航天领域获得了广泛应用[9-10]。传统高强Al-Si铸造合金主要包括Al-Si-Mg和Al-Si-Cu体系,这两种体系的合金分别以β′-Mg_2Si和θ′-Al_2Cu为主要的析出强化相,但β′相在150 ℃高温下容易长大,而θ′相在200 ℃以上温度的热稳定性也较低。研究表明[11-17],以一定比例同时添加Cu和Mg两种元素并添加微量的Sc,Ti,Zr等元素,可同时改善合金的室温和高温力学性能。微量Sc元素的加入不仅可以形成高热稳定性Al_3Sc纳米析出相,还能改善θ′-Al_2Cu的热稳定性,从而显著提高铝合金的高温力学性能[18]。本工作基于一种新型Al-Si-Cu-Mg-Sc高强耐热铸造铝合金[19],开展其铸造性能及力学性能评价,并基于该合金特点研究了典型复杂壳体铸件的铸造工艺,并对铸件的质量进行了检测。

1　实验材料与方法

油泵壳体结构复杂,要求铸造材料具有良好的工艺性能,能够适用金属型铸造工艺。实验所用新型耐热铝合金的名义成分为Al-7Si-4Cu-0.35Mg-0.15Sc(质量分数/%,下同),通过直读光谱仪测得合金的实际化学成分如表1所示。为初步评估可否采用表1所列成分的Al-Si-Cu-Mg-Sc新型铸造铝合金进行生产,开展了热裂倾向测试和流动性测试。

表1　Al-Si-Cu-Mg-Sc合金主要元素化学成分(质量分数/%)

Table 1　Chemical compositions of main elements in Al-Si-Cu-Mg-Sc alloy (mass fraction/%)

Si	Cu	Mg	Sc	Al
7.1	3.8	0.32	0.13	Bal.

使用纯铝Al(>99.70%)、纯镁Mg(>99.8%)、AlCu50中间合金、AlSi12中间合金、AlSc2中间合金,按照表1合金实际成分配制300 kg炉料,采用电阻熔化保温炉进行加热,待纯铝熔化后依次加入AlSi12,AlCu50,AlSc2等,合金完全熔化后充分搅拌,再加入纯镁。保温至720 ℃通入高纯氩气,转速设定为400 r/min,进行旋转除气10 min,在740 ℃静置20 min后进行浇铸。合金流动性测试使用金属型棒状试样,模具温度设定为200 ℃。为了与ZL205A高强铸造合金工艺性能进行对比,使用同等模具温度和合金液温度浇铸了ZL205A合金流动性试样。合金热裂倾向性实验使用环形试样进行测试,合金浇铸温度为740 ℃。航空发动机油泵壳体铸造工艺是将金属型模具预热至300 ℃,使用倾转浇注,浇注时间11 s。浇铸铸件10件,同期浇铸金属型单铸拉伸试棒,试样尺寸为直径12 mm,标距60 mm。铸件浇注后切割浇冒口,对铸件进行495 ℃/24 h固溶处理和180 ℃/8 h时效热处理(T6),并吹砂后进行检测。

按照HB 963—2005规定的各项检测要求对复杂壳体进行检测。采用Primotech Mat型光学显微镜(optical microscope,OM)观察合金的金相组织。采用SU3800型扫描电子显微镜(scanning electron microscope,SEM)观察T6态合金的微观组织。采用FEI Tecnai F20型透射电子显微镜(transmission electron microscope,TEM)表征T6态合金的析出相。采用EUT5105型电子万能试验机测试单铸试样和复杂壳体本体取样试样的室温与高温力学性能,拉伸应变速率为$5\times10^{-4}\ s^{-1}$。

2　实验结果与分析

2.1　新型耐热铝合金的铸造性能

采用金属型棒状试样对铸造铝合金的流动性进

行了测试，新型Al-Si-Cu-Mg-Sc耐热铸造铝合金的铸造流动性为400 mm，ZL101A合金流动性大于420 mm，ZL205A合金流动性为245 mm（与文献[2]所述一致），由此可见，新型耐热铝合金的流动性明显优于ZL205A合金，但低于ZL101A合金。图1为铸造铝合金环形试样热裂倾向测试结果。通常认为产生第一个热裂纹的环形试样宽度越小，合金的抗热裂性能越好。由图1(a)可以看出，新型耐热铝合金在7.5 mm宽度时未发生热裂，但在5.0 mm宽度时发生热裂。在相同的工艺参数条件下浇注ZL205A合金，在25.0 mm宽度处就发生了热裂，在15.5 mm时可观察到两处热裂纹存在（图1(b)），而ZL101A合金热裂纹的环形试样没有观察到热裂纹（图1(c)），说明新型耐热铝合金的热裂倾向性低于ZL205A合金，但高于ZL101A合金。

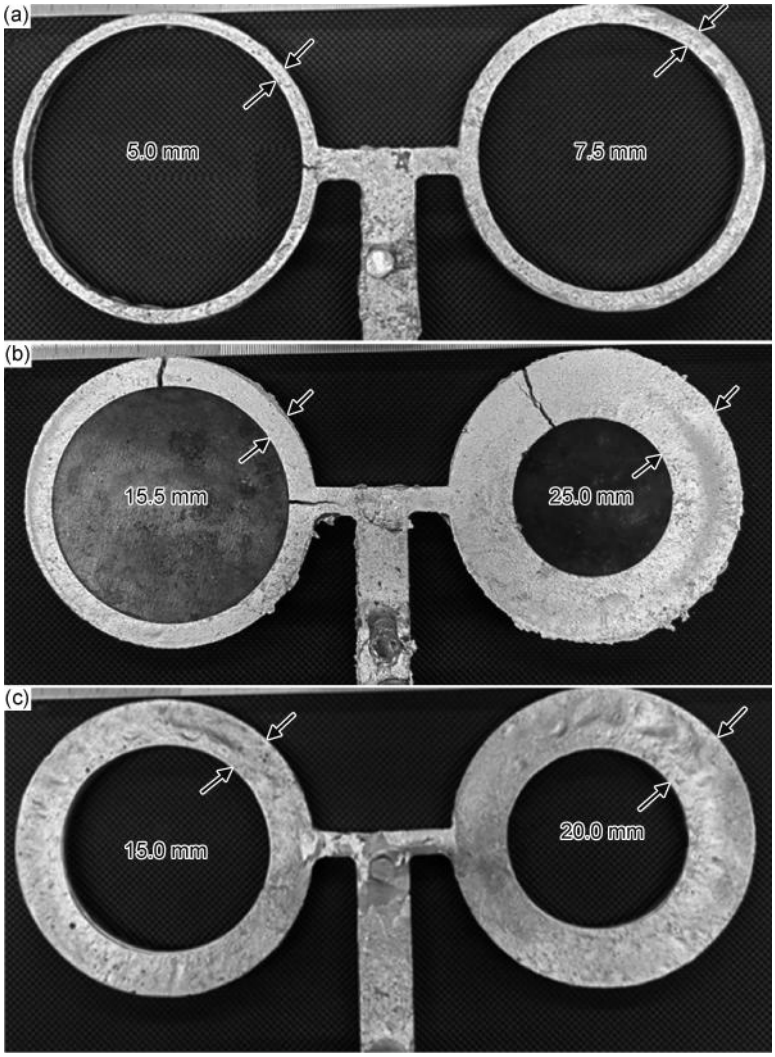


图1 环形试样热裂倾向测试结果

(a)Al-Si-Cu-Mg-Sc耐热铸造铝合金；(b)ZL205A合金；(c)ZL101A合金

Fig. 1 Test results of hot tearing susceptibility of circular specimens

(a)Al-Si-Cu-Mg-Sc heat-resistant cast alloy; (b)ZL205A alloy; (c)ZL101A alloy

铸造铝合金的铸造性能与其凝固特征存在密切关系，采用热力学计算软件Scheil凝固模型对新型耐热铸造铝合金、ZL205A合金以及航空发动机常用ZL101A合金的凝固过程进行了模拟分析。图2为三种合金凝固过程中固相体积分数随温度的变化情况，由此可得，ZL101A合金由于含有较高的Si含量，其液相线温度为612 ℃，固相线温度为567 ℃，凝固结晶温度范围为45 ℃，合金具有良好的铸造流动性，使得铸造疏松倾向低；ZL205A合金的液相线温度为650 ℃，固相线温度为558 ℃，凝固结晶温度范围为92 ℃，铸件呈糊状凝固方式，容易产生疏松类缺陷。本研究中的新型耐热铸造铝合金与ZL101A合金的Si含量相同，且含有较高的Cu含量，其液相线温度（600 ℃）低于ZL101A和ZL205A，固相线降低至522 ℃。可以看

出，新型耐热铸造铝合金的凝固结晶温度范围（78 ℃）低于 ZL205A 合金，并且其液相线温度明显低于 ZL205 合金，凝固过程中具有更大的过热度，因此，其流动性优于 ZL205A 高强铸造铝合金。

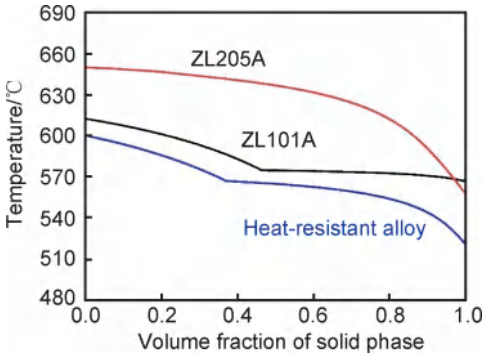


图 2　三种铸造铝合金凝固过程中固相体积分数随温度的变化情况

Fig. 2　Variation of solid phase volume fraction with temperature during solidification process of three types of cast aluminum alloys

铸造铝合金热裂纹的形成与凝固末期剩余液相数量密切相关，受到合金化学成分的影响，当剩余液相数量不足以补充枝晶间的凝固收缩时，会引起晶间分离产生热裂纹。Li 等[20]提出了多种理论模型用以评价合金的热裂倾向性。Kou[21]考虑了凝固末期糊状区的收缩、生长和补缩等影响，提出采用固相体积分数平方根（$f_s^{1/2}$）在 1 附近时的 $|dT/df_s^{1/2}|$ 数值作为热裂评价指标。由于相邻晶粒间较低的生长速率减缓了裂纹连接，且更长的晶间通道阻碍了液相补缩对裂纹的抑制作用，因此，高的 $|dT/df_s^{1/2}|$ 数值反映了热裂倾向性更大。根据图 2 给出的固相体积分数随温度的变化情况，将 ZL101A，ZL205A 和耐热铝合金在 $0.91<f_s^{1/2}<0.95$ 时的 $|dT/df_s^{1/2}|$ 进行了计算，结果分别为 39，436，207，由此可知，三种合金的热裂倾向为 ZL101A 最小，耐热铝合金次之，ZL205A 最大，与实验结果相一致。

2.2　新型耐热铝合金的力学性能

图 3 为铸态及热处理态高强耐热铝合金的微观组织。从图 3(a)，(b)可以看出，新型耐热铝合金铸态的低倍金相组织与 ZL101A 合金较为相似，均为典型的树枝晶组织，在枝晶界处存在大量的共晶 Si 相。此外，在 ZL101A 合金中存在少量 Mg_2Si 相以及针状 Al_5FeSi 相，而在新型耐热铝合金铸态组织中可观察到 Al_2Cu 相和少量 Al(Cu,Sc)相。有研究表明[15]，在 Al-Cu 系铸造合金中添加 Sc 元素，Sc 可以有效地偏聚到 θ′相和基体间的界面处，降低 θ′相和基体间的界面能，提高 θ′相的热稳定性。Sc 元素的界面偏聚，还可以增加 θ′相的形核密度，进一步提高材料性能。因此，Al(Cu,Sc)相的存在可能有利于新型耐热铝合金的高温稳定性。合金在固溶处理过程中 Si 相将发生部分溶解和球化（图 3(c)），与铸态相比降低了硬脆 Si 相对塑性的影响，而且大部分 Al_2Cu 相回溶至基体中，降低了产生应力集中的风险，有利于合金塑性的改善。T6 态 ZL101A 合金主要通过少量的 β′-Mg_2Si 析出相产生沉淀强化作用[2]，而新型耐热铝合金同时添加了较高含量的 Cu 元素和 Mg 元素，除了在 α-Al 基体析出 θ′相外，还可以析出热稳定性更高的 Q′-$Al_5Cu_2Mg_8Si_6$ 相，该现象可以从图 3(d)的 TEM 图中观察到，即经过时效热处理后组织中存在大量的针状 θ′-Al_2Cu 和细小球状 Q′-$Al_5Cu_2Mg_8Si_6$ 相，Q′相可以在 300 ℃时仍具有较高的热稳定性[22-23]，不会发生明显的粗化，有利于改善合金的力学性能，尤其是高温力学性能。

表 2 为三种铸造铝合金的拉伸性能对比。可以看出，新型耐热铝合金 T6 态单铸试样具有较高的抗拉强度（R_m），平均抗拉强度在 420 MPa 以上，明显高于 ZL101A 合金，但伸长率（A）与 ZL101A 合金相比较低。而与 ZL205A 合金[17-18]相比，新型耐热铝合金显示出较低的强度和塑性。

为了评价合金的耐热性能，在 150，180，220，250 ℃对新型耐热铝合金 T6 态单铸试棒进行了高温拉伸性能测试，同时对相同生产条件下 ZL101A 合金 T6 态试棒进行了相同温度的拉伸性能检测，并与 ZL205A 合金[17]数据进行了对比，如表 3 所示。可以看出，新型耐热铝合金具有较高的强度和良好的耐热性能，在不同温度下其抗拉强度均高于 ZL101A 合金 100 MPa 以上。与 ZL205A 合金相比，新型高强耐热铝合金的 Cu 含量相对较低，虽然其室温强度低于 ZL205A，但随温度升高新型耐热铝合金的强度损失较缓，在 250 ℃时优于 ZL205A，这可能归因于 Q′相比 θ′相的热稳定性更高[22]。

由上述可知，新型耐热铸造铝合金的耐热性能要优于 ZL205A 合金以及目前航空发动机常用的 ZL101A 合金，但塑性低于这两种合金。采用扫描电镜对其室温拉伸断口进行了分析。可以看出，断口处局部区域存在直径 0.5～1 mm 的疏松类缺陷，如图 4(a)，(b)所示，主要出现在断口底部即优先萌生裂纹的位置，图 4(c)显示疏松处呈现类似于枝晶界的网络空隙，界面光滑没有发生塑性变形，推测是由于该合金的凝固区间较长（图 2），在凝固后期发生了少量的四元共晶反应，形成 Q-$Al_5Cu_2Mg_8Si_6$ 相[24-25]。由于四元共晶温度较低，且此时液相含量较少，某些局部区域液相不能完全补充凝固收缩，从而形成显微疏松。在无疏松缺陷

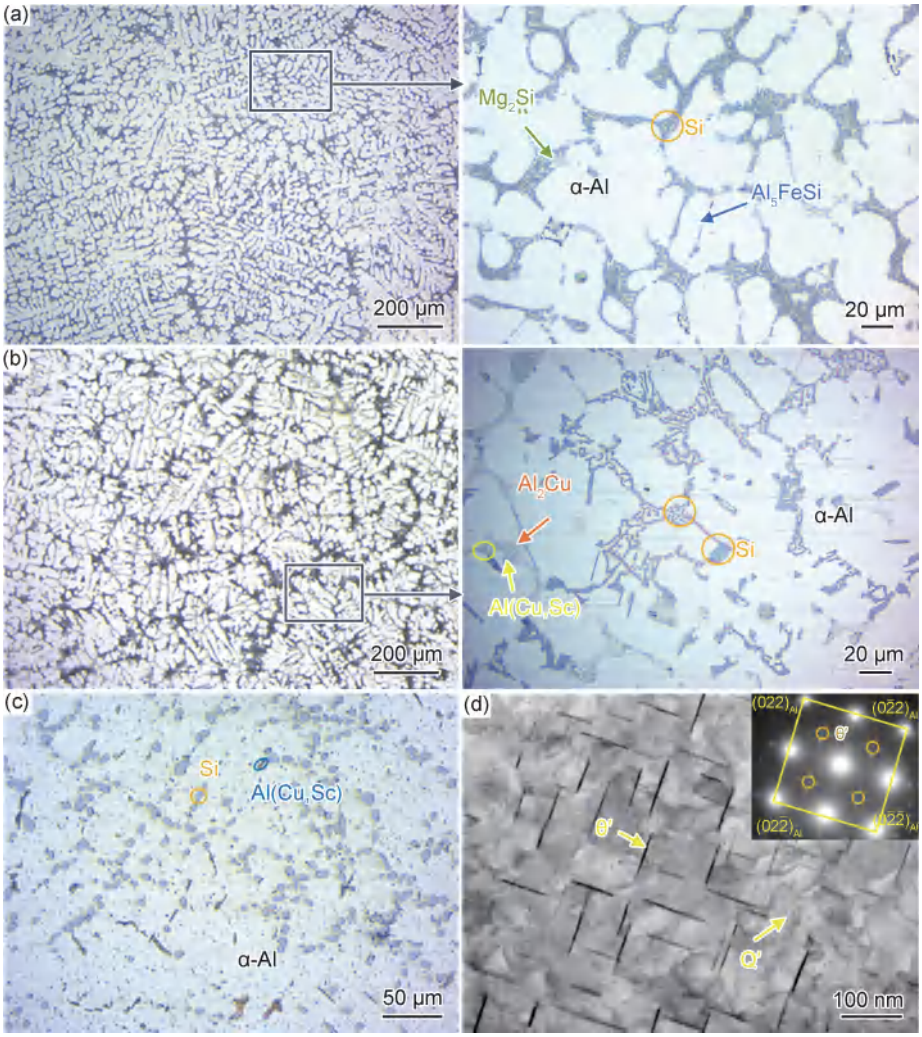


图 3 ZL101A(a)与新型耐热铝合金(b)铸态低倍组织以及新型耐热铝合金固溶态组织(c)与时效态 TEM 图(d)

Fig. 3 As cast low magnification microstructures of ZL101A(a) and new heat-resistant aluminum alloys(b), and solid solution microstructure(c) and aging state TEM image(d) of new heat-resistant aluminum alloys

表 2 三种铸造铝合金的拉伸性能对比

Table 2 Comparison of tensile properties of three types of cast aluminum alloys

Alloy	Separated test bar of casting		Test specimen from casting itself	
	R_m/MPa	A/%	R_m/MPa	A/%
New high-strength and heat-resistant aluminum alloy	425±7	1.2±0.3	448±23	1.3±0.3
ZL101A	310±5	3.3±0.7	241±3	4.8±2
ZL205A[17-18]	484±7	7.2±7.0		

表 3 三种铸造铝合金在不同温度下的拉伸性能

Table 3 Tensile properties of three types of cast aluminum alloys at different temperatures

Temperature/℃	New high-strength and heat-resistant aluminum alloy		ZL101A alloy		ZL205A alloy[17]	
	R_m/MPa	A/%	R_m/MPa	A/%	R_m/MPa	A/%
150	346	1.5	220	8	390	11.5
180	319	1.5	199	7		
220	288	1.5	175	7		10.5
250	242	2.0	140	9	204	19.0

部位呈现尺寸较小的韧窝形貌(图4(d)),表现出良好的塑性变形能力。因此,分析认为显微疏松是导致高强耐热铸造铝合金塑性偏低的主要原因。ZL101A合金是以β′-Mg_2Si为析出强化相的铸造铝合金,β′相在温度高于150 ℃时容易发生粗化长大,导致其高温力学性能较低。由于高强耐热铝合金中θ′-Al_2Cu和Q′-$Al_5Cu_2Mg_8Si_6$相具有比β′相更高的热稳定性[22],因此,在室温至250 ℃测试温度范围内,表现出比ZL101A合金更高的强度。与ZL205A合金相比,高强耐热铸造铝合金组织中形成了比θ′相更高热稳定性的Q′相,虽然组织中仍存在θ′析出相,但微量Sc元素的加入有助于提高θ′析出相的热稳定性[18,26],因此,在250 ℃时高强耐热铝合金的抗拉强度优于ZL205A(表3)。

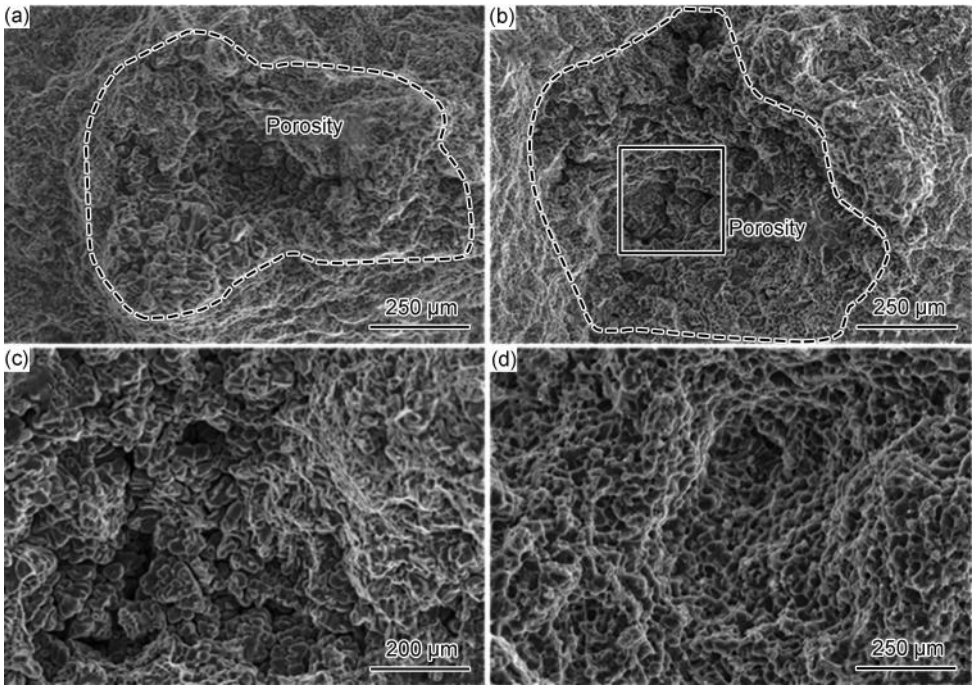


图4　高强耐热铸造铝合金室温拉伸断口形貌

(a),(b)疏松位置的断口形貌;(c)图(b)中疏松处局部放大图;(d)无疏松位置的断口形貌

Fig. 4　Fracture morphologies of high-strength and heat-resistant cast aluminum alloys at room temperature after tensile testing

(a),(b)fracture morphologies in region with porosities;(c)enlarged image of porosities in fig.(b);

(d)fracture morphology in region without porosities

2.3　复杂壳体铸件的铸造工艺及性能评价

鉴于新型高强耐热铸造铝合金优良的铸造性能及耐热性能,本研究以航空发动机复杂壳体为例开展了应用验证。该壳体的轮廓尺寸为260 mm×220 mm×60 mm,外形布排有数条5 mm壁厚加强筋,铸件整体壁厚不均:薄壁处4 mm,厚壁处达25 mm;此外,铸件内腔布排着多条异型弯曲且空间交错的油路,如图5所示。壳体需满足0.5 MPa气密性实验不漏气,33 MPa液压实验不漏油,铸件表面质量、内部质量满足HB 963—2005标准,要求采用金属型铸造成型。

由于铸件整体壁厚不均,内腔油路弯曲且交错排布,在浇铸充型过程中金属熔体流动至薄壁部位容易造成温度损失快、流动速度下降,形成冷隔甚至浇不足缺陷。铸件两侧的安装接口为厚大结构,其与周围结构交叉部位形成较大热节,凝固过程中该热节处于最后凝固部位,如补缩不足易出现疏松缺陷。而金属型模具也无退让性,铸件外形交叉结构在凝固后期体积收缩时易产生热裂缺陷。此外,内腔油路为复杂异型结构,只能使用砂芯成型,纵横交错的砂芯易造成铸件内部补缩通道不畅,同时砂芯发气易导致浇注时形成较多气孔,而复杂的外形及纵横交错的砂芯也影响型腔内气体逃逸,驻留在铸件内部形成气孔缺陷。因此,在铸件浇注方案设计阶段,在保证快速顺序凝固的同时还需考虑避免气孔、厚大热节部位的疏松、加强筋处的浇不足、薄壁油路壁上的冷隔等铸造缺陷,使铸件铸造后具有较好的表面质量和致密的内部质量。

倾转浇注是将金属熔体倒入浇口盆,通过浇注机将模具按照工艺指定速度倾转,这一过程中金属液随重力作用缓慢流入型腔,在不同的角度控制倾转速度可实现不同的充型速度。与普通顶注式相比该工艺

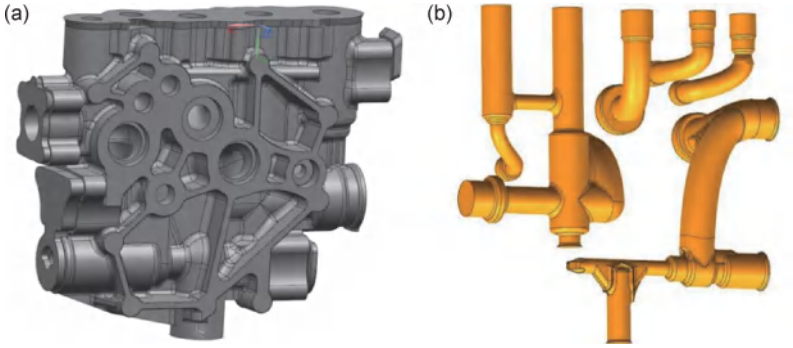


图 5 复杂壳体铸件结构示意图

(a)外形结构;(b)内腔结构

Fig. 5 Schematic diagrams of complex shell casting structure

(a)outline structure;(b)intracavity structure

可避免金属流速过快而产生飞溅和紊流,与底注式相比,其可保证后进入冒口型腔的合金液温度较高,有利于铸件顺序凝固[27-29]。为保证铸件冶金质量,本研究采用倾转浇注工艺进行生产。总体成型方案是使用金属型模具成型铸件复杂外形,使用热固性树脂砂芯成型内腔油路。在该壳体铸件加工面较大的顶部设计明冒口进行集中补缩,对铸件两侧厚大部位设计侧冒口进行补缩。应用 Anycasting 软件[30]对铸件工艺方案进行仿真优化,通过调整局部工艺余量和铸造圆角,迭代仿真后形成铸造工艺方案,如图 6 所示。依据该方案设计制造了 1 套两开型金属型倾转铸造模具和 2 套热固性树脂砂壳芯模具,如图 7 所示。

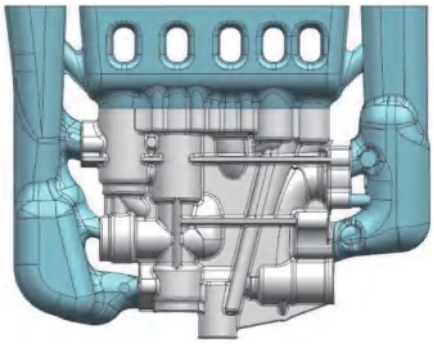


图 6 耐热铸造铝合金壳体浇注方案

Fig. 6 Pouring scheme of heat-resistant cast aluminum alloy

对高强耐热铝合金壳体铸件进行了 T6 态热处理,将其本体取样拉伸性能、低倍等级、内部质量、气密性及耐压性进行了分析,并与本公司相同结构和铸造工艺的 ZL101A 壳体铸件进行对比。从表 2 可以看出,耐热铝合金铸件本体切取试样的抗拉强度明显高于单铸试样,平均值比相同位置 ZL101A 铸件本体切取试样高 200 MPa 以上。铝合金具有较为严重的吸气倾向,在熔炼和铸造过程中吸氢与放氢将难以避免地产生针孔缺陷。从冒口根部靠近铸件部位切取低倍试样,按照 JB/T 7946.3—2017 标准方法进行检测,并按照 HB 963—2005 标准谱图对针孔度进行评级。经检测,铸件针孔达到 1 级水平,等同于 ZL101A 合金金属型铸件同类水平。

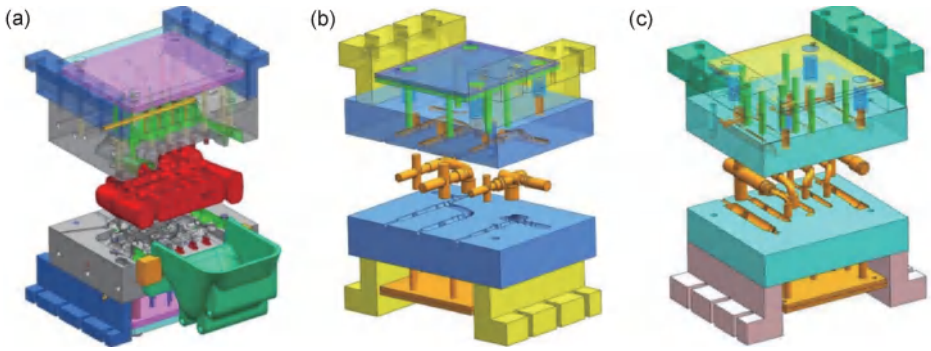


图 7 铸件模具示意图 (a)金属型外形模具;(b),(c)壳芯模具

Fig. 7 Schematic diagrams of casting mould (a)metal outline mould;(b),(c)shell mould

按照 HB/Z 61 标准方法对铸件进行荧光渗透检测,浇注的 10 项铸件均未检出线性缺陷和穿透性缺陷,无冷隔、热裂缺陷,铸件表面质量符合 HB 963—2005 标准要求,进一步说明新型耐热铸造铝合金铸造

流动性优，热裂倾向性低。将铸件按照HB 20160标准方法进行X射线检查，其中一处截面底片如图8所示，可以看出，铸件组织致密。按照HB 963—2005规范中Ⅱ类铸件要求，对10项铸件内部质量进行评定，铸件合格率达80%，与ZL101A同类壳体铸件射线检测合格率水平相当。

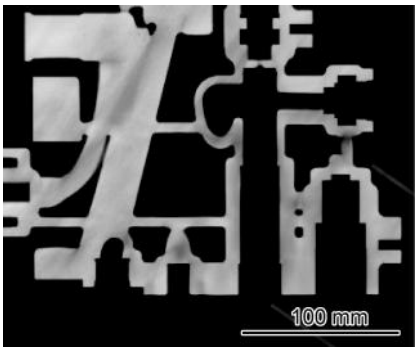


图8　高强耐热铝合金壳体铸件X射线检测底片

Fig. 8　X-ray detection film of high-strength and heat-resistant aluminum alloy shell castings

对铸件进行打压验证气密性，首先在壳体内腔通入0.5 MPa压缩空气，然后将铸件浸没在煤油中检查气密性，经测试10项铸件均未发生漏气；最后在壳体内腔通入33 MPa液压油进行强度打压实验，10项铸件均未破裂且未渗漏，满足产品性能要求。

3　结论

(1)Al-Si-Cu-Mg-Sc高强耐热铸造合金具有良好的铸造流动性，低的热裂倾向性，较高的气密性，其铸造工艺性能优于ZL205A高强铸造铝合金。该合金能够满足金属型铸造工艺的需求，适用于生产高气密性的薄壁多内腔复杂壳体类铸件。

(2)高强耐热铸造铝合金的室温抗拉强度高于ZL101A合金，低于ZL205A合金，随着温度升高强度下降缓慢，在250 ℃时其抗拉强度优于ZL205A合金。单铸试样和壳体铸件本体取样的伸长率处于1%～1.5%水平，存在直径0.5～1 mm的疏松是塑性偏低的主要原因。

(3)基于Al-Si-Cu-Mg-Sc铸造铝合金设计的油泵复杂壳体采用金属型倾转铸造工艺进行制备，生产的铸件质量满足HB 963—2005标准技术要求，铸件冶金质量等同于ZL101A合金同类铸件水平。

参考文献

[1]　吴思，韩定邦，常海，等. 典型工况下飞机液压系统温度特性仿真分析[J]. 液压与气动，2020(4)：170-176.
WU S，HAN D B，CHANG H，et al. Temperature characteristic simulation and analysis of aircraft hydraulic system under typical working conditions[J]. Chinese Hydraulics & Pneumatics，2020(4)：170-176.

[2]　中国航空材料手册委员会. 中国航空材料手册第3卷：铝合金 镁合金[M]. 北京：中国标准出版社，2002：367-375.
China Aeronautical Materials Handbook Committee. China aeronautical materials handbook volume 3：aluminium alloys magnesium alloys[M]. Beijing：China Standard Press，2002：367-375.

[3]　赵玉厚，周敬恩，严文. 增强相Al_3Ti状态对Al_3Ti/ZL101原位复合材料力学性能的影响[J]. 材料工程，2001(5)：3-8.
ZHAO Y H，ZHOU J E，YAN W. Influence of the condition of reinforcing phase Al_3Ti on mechanical properties of Al_3Ti/ZL101 composite[J]. Journal of Materials Engineering，2001(5)：3-8.

[4]　洪润洲，周永江，姚惟斌. 时效工艺对ZL101A合金性能的影响[J]. 材料工程，2004(10)：39-41.
HONG R Z，ZHOU Y J，YAO W B. Effect of aging process on mechanical properties of ZL101A alloy[J]. Journal of Materials Engineering，2004(10)：39-41.

[5]　陈邦峰，贾泮江. ZL205A铝合金铸件偏析缺陷的断口形貌和化学成分[J]. 材料工程，2010(9)：1-6.
CHEN B F，JIA P J. Fracture surface and chemical composition of segregation defect of ZL205A casting aluminum alloy[J]. Journal of Materials Engineering，2010(9)：1-6.

[6]　杜旭初，洪润洲，刘建军，等. 大型复杂高强度ZL205A铝合金骨架铸件的研制[J]. 铸造，2014，63(4)：371-374.
DU X C，HONG R Z，LIU J J，et al. Research on casting technique of large complex high strength ZL205A alloy skeleton casting[J]. China Foundry，2014，63(4)：371-374.

[7]　贾泮江，陈邦峰. ZL205A合金高强优质铸件在大飞机上的应用[J]. 材料工程，2009(1)：77-80.
JIA P J，CHEN B F. Application of ZL205A high strength and high-quality casting in large aircraft[J]. Journal of Materials Engineering，2009(1)：77-80.

[8]　谭芳，陈治海. ZL205A合金熔模铸造工艺研究[J]. 航空材料学报，2003，23(增刊)：113-117.
TAN F，CHEN Z H. Research on investment casting process of ZL205A[J]. Journal of Aeronautical Materials，2003，23(Suppl)：113-117.

[9]　张华炜，刘悦，范同祥. 铸造耐热铝合金的研究进展及展望[J]. 材料导报，2022，36(2)：149-157.
ZHANG H W，LIU Y，FAN T X. Progress and prospect of cast heat-resistant aluminum alloy[J]. Materials Reports，2022，36(2)：149-157.

[10]　张春波，王祝堂. 航空航天器铸造铝合金(1)[J]. 轻合金加工技术，2012，40(11)：5-18.
ZHANG C B，WANG Z T. Casting aluminium alloy used for aircraft and spacecraft (1) [J]. Light Alloy Fabrication Technology，2012，40(11)：5-18.

[11]　RAHIMIAN M，AMIRKHANLOU S，BLAKE P，et al. Nanoscale Zr-containing precipitates；a solution for significant improvement of high-temperature strength in Al-Si-Cu-Mg alloys

[J]. Materials Science and Engineering:A,2018, 721: 328-338.
[12] SHAHA S K, CZERWINSKI F, KASPRZAK W, et al. Ageing characteristics and high-temperature tensile properties of Al-Si-Cu-Mg alloys with micro-additions of Mo and Mn[J]. Materials Science and Engineering: A, 2017, 684:726-736.
[13] XI H L, XIAO W L, LI H, et al. Effects of submicron-sized TiC particles on the microstructure modification and mechanical properties of Al-Si-Mg alloy[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2023, 968: 171963.
[14] YI G, LI H, ZANG C Y, et al. Remarkable improvement in strength and ductility of Al-Cu foundry alloy by submicron-sized TiC particles[J]. Materials Science and Engineering: A, 2022, 855: 143903.
[15] 车欣,陈立佳,李锋. Sc对金属型铸造Al-Si-Cu-Mg合金疲劳行为的影响[J]. 沈阳工业大学学报, 2012, 34(4): 402-406.
CHE X, CHEN L J, LI F. Influence of Sc on fatigue behavior of permanent-mould casting Al-Si-Cu-Mg alloy[J]. Journal of Shenyang University of Technology, 2012, 34(4): 402-406.
[16] 陈大辉,汤进军,郜红岩,等. 发动机缸盖用新型Al-Si-Cu-Mg铝合金材料[J]. 车用发动机,2011(6):85-89.
CHEN D H, TANG J J, TAI H Y, et al. New Al-Si-Cu-Mg aluminum alloy material for engine cylinder head[J]. Vehicle Engine, 2011(6):85-89.
[17] 刘闪光,李国爱,罗传彪,等. Sc元素对ZL205A合金组织和力学性能的影响[J]. 材料工程,2020,48(1):84-91.
LIU S G, LI G A, LUO C B, et al. Effect of Sc on microstructure and mechanical properties of ZL205A alloy[J]. Journal of Materials Engineering, 2020, 48(1):84-91.
[18] 高一涵,刘刚,孙军. 耐热铝基合金研究进展:微观组织设计与析出策略[J]. 金属学报,2021,57(2):129-149.
GAO Y H, LIU G, SUN J. Recent progress in high-temperature resistant aluminum-based alloys: microstructural design and precipitation strategy[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2021, 57(2): 129-149.
[19] 肖文龙,郗洪雷,李恒,等. 一种高强耐热铸造铝合金及其热处理方法: ZL202211162428.7[P]. 2022-12-02.
XIAO W L, XI H L, LI H, et al. A high strength and heat resistance casting aluminum alloy and its heat treatment method: ZL202211162428.7[P]. 2022-12-02.
[20] LI Y, LI H X, KATGERMAN L, et al. Recent advances in hot tearing during casting of aluminium alloys[J]. Progress in Materials Science, 2021, 117: 100741.
[21] KOU S. A criterion for cracking during solidification[J]. Acta Materialia, 2015, 88: 366-374.
[22] 隋育栋. Al-Si-Cu-Ni-Mg系铸造耐热铝合金组织及其高温性能研究[D]. 上海:上海交通大学,2016.
SUI Y D. Study on the microstructural and elevated temperature properties of cast Al-Si-Cu-Ni-Mg alloys[D]. Shanghai: Shanghai Jiao Tong University, 2016.
[23] HU B, LI D J, LI Z X, et al. Hot tearing behavior in double ternary eutectic alloy system: Al-Mg-Si alloys[J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2021, 52(2): 789-805.
[24] WANG R, WANG D, NAGAUMI H, et al. The novel strategy for enhancing mechanical properties and corrosion resistance *via* regulating multi-scale microstructure characteristics in Al-Si-Cu-Mg-Zr cast alloy[J]. Journal of Materials Science & Technology, 2024, 180:102-117.
[25] WEI Z, FANG N, ZOU C, et al. Enhancing mechanical performances by unconventional Si precipitates obtained in pressure-induced Al-Si-Cu-(Mg) solid solutions[J]. Materials Science and Engineering: A, 2023, 877: 145123.
[26] ZHANG M, WANG J, WANG B, et al. Improving mechanical properties of Al-Si-Cu-Mg alloys by microalloying Sc using thermodynamic calculations[J]. Calphad, 2022, 76: 102394.
[27] FARKOOSH A R, JAVIDANI M, HOSEINI M, et al. Phase formation in as-solidified and heat-treated Al-Si-Cu-Mg-Ni alloys: thermodynamic assessment and experimental investigation for alloy design[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2013, 551: 596-606.
[28] 吴士平,王晔,陈立亮,等. 汽车铝合金排水管倾转铸造数值模拟[J]. 特种铸造及有色合金,2011,31(6):514-516.
WU S P, WANG Y, CHEN L L, et al. Numerical simulation of tilting process of automobile drain pipe[J]. Special Casting & Nonferrous Alloys, 2011, 31(6):514-516.
[29] 王娟,韩虎,邵正国. 齿轮箱体气孔的形成原因分析及改善措施[J]. 铸造,2014,63(11):1185-1187.
WANG J, HAN H, SHAO Z G. Cause analysis and improvement measures of gear box body blowhole[J]. China Foundry, 2014, 63(11):1185-1187.
[30] 秦红斌,黄攀,高晓灵,等. 基于数值模拟的卡钳铸造工艺优化设计[J]. 特种铸造及有色合金,2018,38(5):505-508.
QIN H B, HUANG P, GAO X L, et al. Optimization of casting process for caliper based on numerical simulation[J]. Special Casting & Nonferrous Alloys, 2018, 38(5):505-508.

基金项目:国家自然科学基金项目(92360303);中国航发自主创新专项资金项目(ZZCX-2019-024)
收稿日期:2024-04-21;**修订日期**:2024-11-06
通讯作者:肖文龙(1982—),男,副教授,博士,研究方向为轻质高强金属结构/功能材料制备加工技术,联系地址:北京市海淀区学院路37号北京航空航天大学材料科学与工程学院(100191),E-mail:wlxiao@buaa.edu.cn

(本文责编:寇凤梅)

引用格式：张珂，许平，张超，等. 国产Al_2O_{3f}/Al_2O_3复合材料的室温和1000 ℃拉伸性能[J]. 材料工程，2025，53(1)：195-201.
ZHANG Ke，XU Ping，ZHANG Chao，et al. Tensile properties of domestic Al_2O_{3f}/Al_2O_3 composite at room temperature and 1000 ℃[J]. Journal of Materials Engineering，2025，53(1)：195-201.

国产Al_2O_{3f}/Al_2O_3复合材料的室温和1000 ℃拉伸性能

Tensile properties of domestic Al_2O_{3f}/Al_2O_3 composite at room temperature and 1000 ℃

张　珂[1]，许　平[2]，张　超[3]，李陈晨[2]，应雯清[1]，
邢　宁[1]，李　玫[1]，张程煜[1*]
（1 西北工业大学 超高温结构复合材料重点实验室，西安 710072；
2 中国航空工业集团公司 沈阳飞机设计研究所，沈阳 110035；
3 西北工业大学 航空学院 极端力学研究院，西安 710072）
ZHANG Ke[1]，XU Ping[2]，ZHANG Chao[3]，LI Chenchen[2]，
YING Wenqing[1]，XING Ning[1]，LI Mei[1]，ZHANG Chengyu[1*]
（1 Science and Technology on Thermostructural Composite Materials Laboratory，Northwestern Polytechnical University，Xi'an 710072，China；2 Shenyang Aircraft Design and Research Institute，Aviation Industry Corporation of China，Shenyang 110035，China；3 Institute of Extreme Mechanics，School of Aeronautics，Northwestern Polytechnical University，Xi'an 710072，China）

摘要：连续氧化铝纤维增强氧化铝复合材料（Al_2O_{3f}/Al_2O_3）是发展高性能航空发动机热端部件的理想材料。本工作研究了国产Al_2O_{3f}/Al_2O_3复合材料的室温和1000 ℃拉伸力学性能，使用SEM观察拉伸试样的微观形貌和断口形貌，使用TEM观察纤维的微观结构，采用Weibull分布统计分析抗拉强度，利用纤维推入法得到纤维/基体界面剪切强度。结果表明，国产Al_2O_{3f}/Al_2O_3复合材料室温抗拉强度为（257±31）MPa，1000 ℃的抗拉强度为室温的78%，已达到国际Nextel610/Al_2O_3水平。研究发现，界面结合强度是影响抗拉强度的主要因素。界面结合强度较低，纤维拔出长且分散，抗拉强度高；界面结合强度较高，发生纤维束断裂，且纤维拔出变短，抗拉强度低。

关键词：氧化铝纤维；Al_2O_{3f}/Al_2O_3复合材料；拉伸性能；强度分散性；界面结合强度
doi：10.11868/j.issn.1001-4381.2024.000420
中图分类号：TB33；V257　**文献标识码**：A　**文章编号**：1001-4381(2025)01-0195-07

Abstract：Continuous alumina fiber reinforced alumina composite (Al_2O_{3f}/Al_2O_3) is an ideal material for developing high-performance aero-engine hot section components. In this study, the room-temperature and 1000 ℃ tensile mechanical properties of domestic Al_2O_{3f}/Al_2O_3 are investigated. The microscopic morphology and fracture morphology of tensile specimens are observed by SEM. The microstructure is observed by TEM. The tensile strength is analyzed using the Weibull distribution, and the fiber/matrix interfacial shear strength is obtained by the fiber push-in method. The results show that the room-temperature tensile strength of domestic Al_2O_{3f}/Al_2O_3 is (257±31) MPa while the tensile strength at 1000 ℃ is 78% of room temperature strength, reaching the level of foreign Nextel610/Al_2O_3. The interfacial bonding is the main factor affecting the tensile strength. High tensile strength with low interfacial bonding strength, results in long and dispersed fiber pull-out. Low tensile strength with high interfacial bonding strength, results in fiber bundle breakage and shorter fiber pull-out.

Key words：alumina fiber；Al_2O_{3f}/Al_2O_3 composite；tensile property；strength dispersion；interfacial bonding strength

连续氧化铝纤维增强氧化铝复合材料(Al_2O_{3f}/Al_2O_3)由主要成分为氧化铝的连续纤维和基体组成，克服了氧化铝陶瓷脆性大的问题，具有低密度、抗氧化、耐高温、耐水汽腐蚀等优异性能[1]，是发展航空发动机热端部件的关键材料之一[2]。

美、日等国已研发出多种氧化铝纤维，如美国3M公司的Nextel系列、日本住友公司的Altex系列等[3]。并进一步发展出成熟的Al_2O_{3f}/Al_2O_3制备工艺，其中多孔基体被广泛使用，该基体能够实现弱界面结合使得裂纹偏转，从而提高材料的损伤容限[4]，充分发挥纤维的增强作用。Nextel610纤维中Al_2O_3含量超过99%，是氧化铝纤维中抗拉强度最高的纤维。Nextel610纤维为增强体制备的Al_2O_{3f}/Al_2O_3具有优异的室温拉伸性能[5]，并成功应用于航空发动机中心锥和喷管部件。Nextel720纤维中加入莫来石，提高了纤维的高温热稳定性。Nextel720纤维作为增强体制备的Al_2O_{3f}/Al_2O_3具有优异的高温性能[6]，已应用于燃气轮机燃烧室外衬等。国内对Al_2O_{3f}/Al_2O_3的研究起步较晚，但近年来也取得很大进展，使用Nextel系列氧化铝纤维，制备出多种Al_2O_{3f}/Al_2O_3，其抗拉强度等基本性能达到了国外同类材料水平[7-8]。多家单位已制备出连续氧化铝纤维[9]，深入研究国产纤维增强的Al_2O_{3f}/Al_2O_3的力学性能，实现国产氧化铝纤维替代Nextel系列氧化铝纤维，满足我国航空发动机等对Al_2O_{3f}/Al_2O_3的迫切需求。

为此，本工作研究了国产Al_2O_{3f}/Al_2O_3的室温和1000 ℃拉伸性能，采用Weibull分布对抗拉强度进行统计分析。使用TEM观察纤维的微观结构。使用SEM观察断口形貌，利用纤维推入实验表征材料的界面力学性能，探究影响Al_2O_{3f}/Al_2O_3拉伸性能的因素，为提高国产Al_2O_{3f}/Al_2O_3的性能提供参考。

1 实验材料与方法

1.1 实验材料

研究材料为山东大学生产的氧化铝纤维增强氧化铝复合材料(Al_2O_{3f}/Al_2O_3)，增强体为缎纹编织Al_2O_3纤维布，并在Z向穿刺纤维束，单根纤维直径10～12 μm。采用浆料浸渍烧结和溶胶浸渍烧结制备基体，基体主要是由氧化铝颗粒构成。Al_2O_{3f}/Al_2O_3的纤维体积分数为51%，密度为2.7 g·cm^{-3}，孔隙率为23%。

1.2 实验方法

在电子万能试验机(DDL-100)上进行室温(room temperature，RT)和1000 ℃拉伸实验，试样如图1所示。在室温试件标距段粘贴应变片记录拉伸应变，试样两端粘贴加强片。使用高温引伸计(MTS632.51F-04)测量高温应变，将试样放置于高温环境箱内加热，升温速率为30 ℃/min，达到实验温度后保温30 min。实验采用1 mm·min^{-1}的加载速率加载至试样失效。由拉伸应力-应变曲线得到抗拉强度和断裂应变。平行试样数量为15。

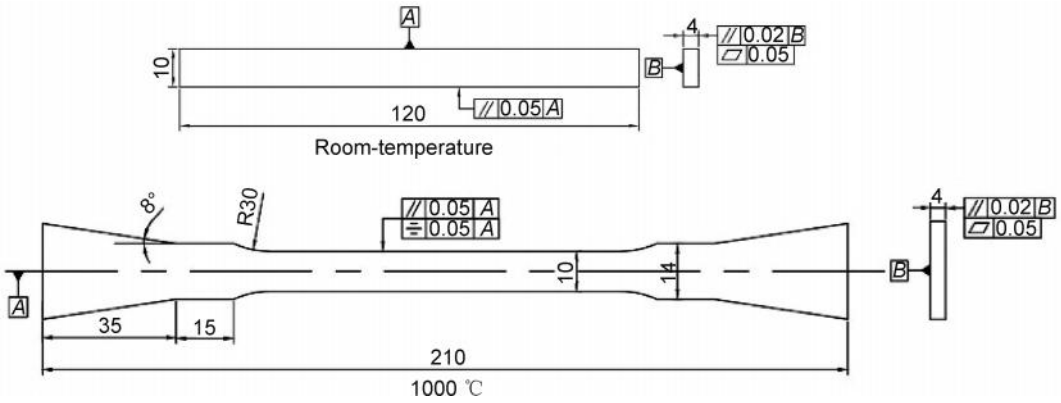


图1 Al_2O_{3f}/Al_2O_3拉伸试样的形状和尺寸

Fig. 1 Shape and dimensions of Al_2O_{3f}/Al_2O_3 tensile specimens

1.3 原位性能实验

将拉伸试样截面抛光，保证上下表面平行，在纳米压痕仪(Hysitron Ti950)上进行微纳力学测试。通过纳米压痕测试纤维和基体模量，采用Berkovich压头，压入载荷为10 mN，加载和卸载速率为2 mN·s^{-1}，保载时间为2 s。通过纤维推入测试界面力学性能，采用直径为10 μm的平压头，推入速率30 nm·s^{-1}，最大深度为1500 nm。每个试样选取至少9根0°纤维进行推入实验，计算界面力学性能并取平均值。

1.4 微观分析

使用SEM(Clara GMH型)观察拉伸试样的断口

形貌和微观形貌，使用聚焦离子/电子双束电镜（Helios G4 CX型）制备透射电镜样品，利用TEM（F30 G2型）观察原始试样纤维的微观结构。

2　结果与分析

2.1　微观形貌与结构

图2为 Al_2O_{3f}/Al_2O_3 试样的微观形貌。图2(a)为原始 Al_2O_{3f}/Al_2O_3 的SEM照片，可见纤维束内存在小孔洞，基体有微裂纹和少量孔洞。*Z*向纤维束贯穿整个试样厚度，纤维束附近有大孔洞和大量裂纹（图2(b)）。图2(c)，(d)分别为国产氧化铝纤维的TEM的明场像和SAED图谱，可以看出国产 Al_2O_3 纤维为多晶纤维，选区电子衍射图谱分别对应于 α-Al_2O_3 的(012)，(014)，(006)晶面。因此国产氧化铝纤维主要由 α-Al_2O_3 纳米晶构成，纤维单丝直径10～12 μm，与美国3M公司的Nextel610纤维[10]相似。图2(e)，(f)为室温和1000 ℃拉伸试样标距段的截面SEM照片，高倍下观察基体主要由纳米级氧化铝颗粒构成，纤维和基体之间无界面相。室温下多孔基体的颗粒分明，颗粒间结合不紧密，呈现典型的多孔基体特征，纤维/基体界面清晰（图2(e)）。高温下部分基体颗粒相连，且纤维/基体界面结合增大，界面变得模糊（图2(f)）。

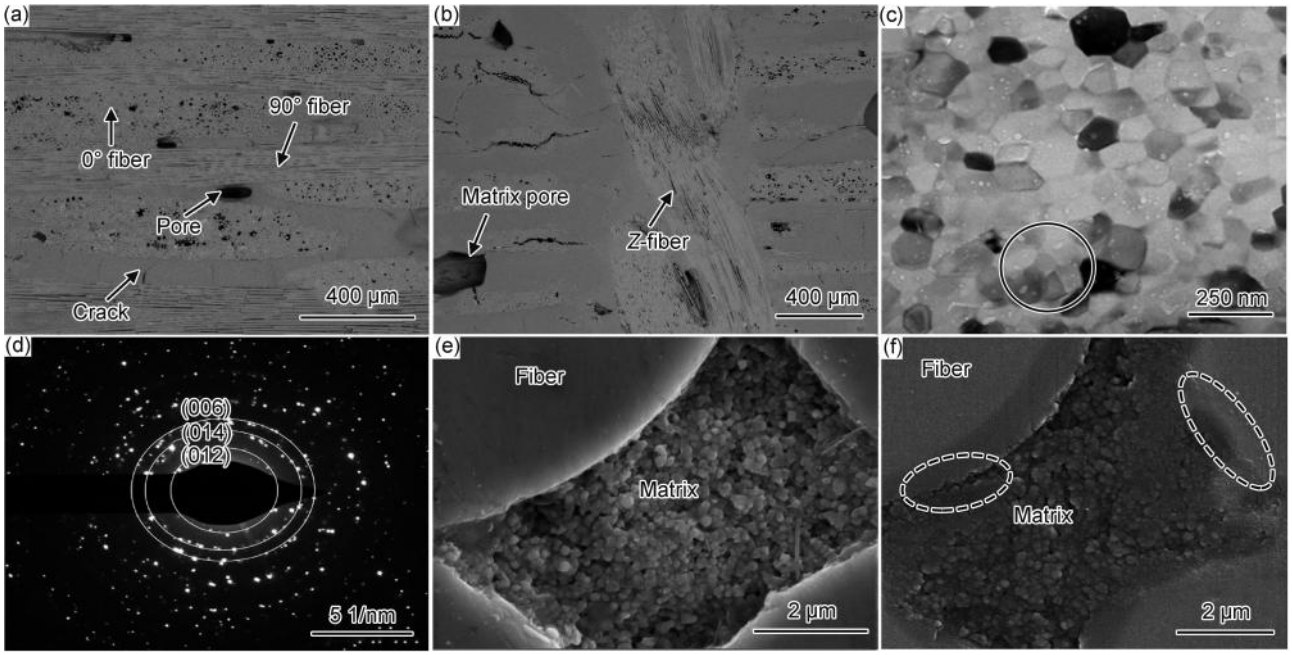


图2　Al_2O_{3f}/Al_2O_3 试样的微观形貌

(a)原始试样横截面；(b)含有*Z*纤维束横截面；(c)原始试样的纤维TEM照片；(d)SAED图谱；(e)室温拉伸后试样截面的SEM照片；(f)1000 ℃拉伸后试样截面的SEM照片；

Fig. 2　Micromorphology of Al_2O_{3f}/Al_2O_3 as-received specimens

(a)cross-section of the as-received specimen; (b)cross-section of *Z*-fiber bundle containing; (c)TEM images of fibers in the as-received specimens; (d)SAED images; (e)SEM image of the cross-section of a room temperature tensile specimen; (f)SEM image of the cross-section of 1000 ℃ tensile specimen

2.2　拉伸性能

图3为 Al_2O_{3f}/Al_2O_3 在室温和1000 ℃拉伸性能。图3(a)为 Al_2O_{3f}/Al_2O_3 在室温和1000 ℃下的拉伸应力-应变曲线。室温拉伸应力-应变曲线呈近线性变化，在1000 ℃下拉伸应力-应变曲线与室温高度相似，曲线初始阶段几乎重合，模量基本保持不变，抗拉强度和断裂应变减小。表1为本工作研究材料和国内外 Al_2O_{3f}/Al_2O_3 的拉伸性能[5-8,11-16]。国产 Al_2O_{3f}/Al_2O_3 与Pritzkow采用相同制备工艺，两者抗拉强度基本一致。GE采用前驱体浸渍-裂解法制备了 Al_2O_{3f}/Al_2O_3，其强度低于国产 Al_2O_{3f}/Al_2O_3 抗拉强度，而采用胶体新工艺和溶胶-凝胶法制备的 Al_2O_{3f}/Al_2O_3 强度优于国产 Al_2O_{3f}/Al_2O_3。对比不同纤维增强的 Al_2O_{3f}/Al_2O_3 性能可知，Nextel720-Al_2O_{3f}/Al_2O_3 的强度低于国产和Nextel610-Al_2O_{3f}/Al_2O_3，但是其高温强度保持率显著高于后者，其中Nextel610纤维增强的复合材料室温抗拉强度均大于200 MPa，1000 ℃抗拉强度保留率为78%～88%。Nextel720纤维增强的复合材料室温抗

拉强度范围为 169～204 MPa，1000 ℃抗拉强度保留率为 95%～108%。结果表明，国产 Al_2O_{3f}/Al_2O_3 抗拉强度达到了 Nextel610 纤维增强的 Al_2O_{3f}/Al_2O_3 的平均水平。

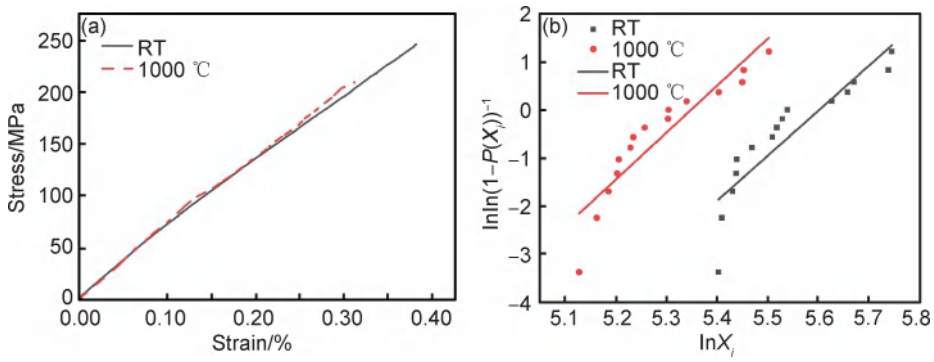


图 3 Al_2O_{3f}/Al_2O_3 在室温和 1000 ℃拉伸性能

(a)拉伸应力-应变曲线；(b)抗拉强度 Weibull 分布曲线

Fig. 3 Tensile properties of Al_2O_{3f}/Al_2O_3 at room-temperature and 1000 ℃

(a)tensile stress-strain curves; (b)Weibull distribution curves of tensile strength

表 1 Al_2O_{3f}/Al_2O_3 的拉伸性能对比

Table 1 Tensile properties comparison of Al_2O_{3f}/Al_2O_3

Producer	Fiber	Matrix	Manufacturing	V_f/%	Tensile strength/MPa		Strength retention/%	Ref.
					RT	1000 ℃		
This work	Al_2O_3	Al_2O_3	Slurry sol-gel	51	257±31	200±24	78	
Pritzkow	Nextel610	Al_2O_3-3YSZ	Slurry sol-gel	42	258	216	84	[8]
Débarre		Al_2O_3	Slurry	50	257±13	225±8	88	[11]
UCSB		Al_2O_3-SiO_2	Slurry	39	230			[12]
GE		Al_2O_3-SiO_2	Pip	30	205	173	84	[13]
Simon		Mullite	Colloidal	48	290-310			[5]
COIC		Al_2O_3-SiO_2	Sol-gel	51	366			[6]
COIC	Nextel720	Al_2O_3	Sol-gel	44	169	183	108	[14]
COIC		Al_2O_3-Mullite	Sol-gel	40	165	166	101	[15]
COIC		Al_2O_3-SiO_2	Sol-gel	48	179	170	95	[6]
GE		Al_2O_3-SiO_2		37	173			[16]
Yang		Al_2O_3	Slurry		204			[7]

将室温抗拉强度数据按照从小到大的顺序排列，分别是 $X_1<X_2<\cdots<X_{15}$，计算抗拉强度为 X_i 的概率 $P=F(X_i)=(i-0.5)/15$。对 Weibull 分布函数进行两次对数变换得到：$\ln\ln(1-P(X_i))^{-1}=\beta\ln X_i-\beta\ln\alpha$。以 $\ln X_i$ 为横坐标，$\ln\ln(1-P(X_i))^{-1}$ 为纵坐标，绘制如图 3(b)的 Weibull 分布曲线，确定 Weibull 模量 β 为 9.39。利用相同的方法计算出高温抗拉强度的 Weibull 模量 β 为 9.79。可见国产 Al_2O_{3f}/Al_2O_3 的室温和高温抗拉强度分散程度相差不大。

2.3 断口形貌

由上可知，室温和高温抗拉强度均具有一定的分散性，为了理解不同抗拉强度 Al_2O_{3f}/Al_2O_3 的强度分散性，这里观察了具有不同强度的材料的典型断口形貌。图 4 显示了 Al_2O_{3f}/Al_2O_3 的室温拉伸断口形貌。图 4(a)为抗拉强度 313 MPa 的试样拉伸断口，可见纤维拔出较长，且以单根纤维的形式断裂，纤维之间较分散。当抗拉强度较低时，拉伸断口处纤维拔出长度变短，纤维以纤维束的形式断裂，见图 4(b)。图 5 为 Al_2O_{3f}/Al_2O_3 的高温拉伸断口形貌。对于强度较高的高温拉伸试样，其断口出现明显的分层现象，纤维周围有大量基体，纤维拔出较短，如图 5(a)所示。对于强度较低的高温拉伸试样，断裂发生在 Z 向纤维束附近，纤维拔出不明显，见图 5(b)。对比可知，室温拉伸试样断口参差不齐，纤维拔出较长，而高温断口纤维拔出较短，纤维周围有大量基体，纤维/基体界面结合增大。

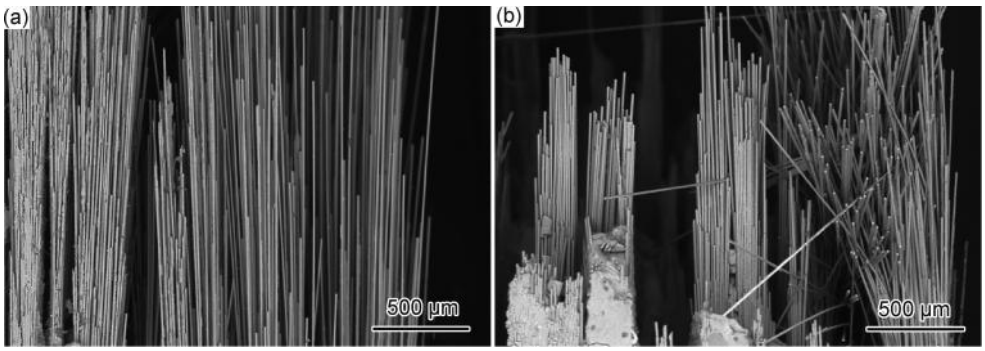


图 4　室温下不同抗拉强度的 Al_2O_{3f}/Al_2O_3 断口形貌

(a)313 MPa;(b)237 MPa

Fig. 4　Fracture morphology of Al_2O_{3f}/Al_2O_3 for different tensile strengths at room-temperature

(a)313 MPa;(b)237 MPa

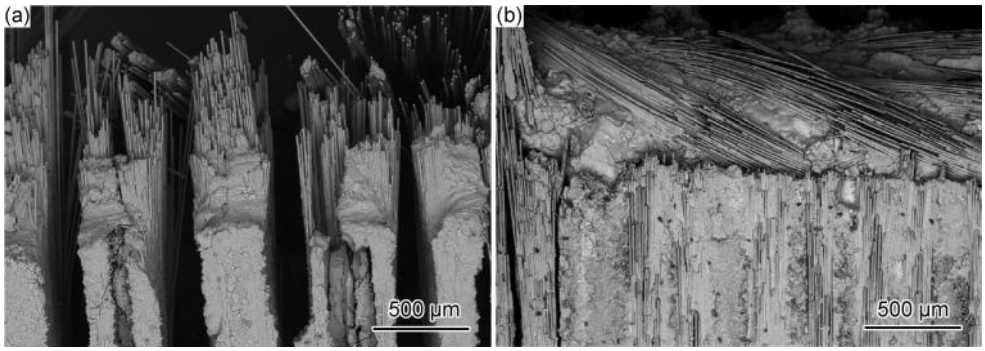


图 5　1000 ℃下不同抗拉强度的 Al_2O_{3f}/Al_2O_3 断口形貌

(a)233 MPa;(b)182 MPa

Fig. 5　Fracture morphology of Al_2O_{3f}/Al_2O_3 for different tensile strengths at 1000 ℃

(a)233 MPa;(b)182 MPa

2.4　各组元原位性能

结合上述Weibull分布和断口形貌,国产 Al_2O_{3f}/Al_2O_3 的室温和高温抗拉强度分散程度基本一致,但是纤维拔出程度不同,说明纤维/基体界面对材料的抗拉强度起重要影响。为此,本工作选取具有代表性的室温拉伸试样进行原位性能测试,各组元弹性模量计算由式(1)所示:

$$\frac{1}{E_r}=\frac{1-\nu_i^2}{E_i}+\frac{1-\nu^2}{E} \tag{1}$$

式中:E_r 为测试的剪松模量;E,ν 分别为材料的弹性模量和泊松比,本材料的泊松比为 0.2[17];E_i,ν_i 分别为压头的弹性模量和泊松比,分别取 1147 GPa 和 0.07。不同强度 Al_2O_{3f}/Al_2O_3 各组元的弹性模量如表 2 所示。可见,纤维模量远高于基体模量,不同室温拉伸试样的纤维模量基本一致,而基体模量不同。抗拉强度为 313 MPa 的室温试样的基体模量小于抗拉强度为 237 MPa 的试样基体模量。说明基体影响材料的抗拉强度。

表 2　不同室温抗拉强度的 Al_2O_{3f}/Al_2O_3 界面性能和 He-Hutchinson 相关参数

Table 2　Interface performance and He-Hutchinson correlation parameters of Al_2O_{3f}/Al_2O_3 with different room-temperature tensile strengths

Tensile strengths/MPa	E_f/GPa	E_m/GPa	τ/MPa	G_i/(J·m^{-2})	Γ_f/(J·m^{-2})	Γ_i/Γ_f	α
313	200	43	14	3.6	20	0.18	0.62
237	199	48	21	4.1	20	0.21	0.61

进一步采用纤维推入实验,测试了 Al_2O_{3f}/Al_2O_3 的纤维/基体界面性能。图 6 为 Al_2O_{3f}/Al_2O_3 纤维推入实验典型的载荷-位移曲线,初始阶段为纤维和压头逐渐接触过程,随着载荷的增大,纤维和基体产生弹性变形,对应于斜率为 S_0 的线性阶段,当载荷达到临界载荷 P_c 时界面开始脱粘,界面剪切强度和界面脱粘能

计算入式(2),(3)所示:

$$\tau=\frac{S_0P_c}{2\pi^2R^3E_f} \tag{2}$$

$$G_i=\frac{P_c^{\ 2}}{8\pi^2R^3E_f} \tag{3}$$

式中:S_0为载荷-位移曲线线性阶段的斜率;P_c为临界脱粘载荷;R为纤维半径;E_f为纤维的杨氏模量。如表2所示。对于室温强度高的试样,其界面剪切强度和界面脱粘能较低。

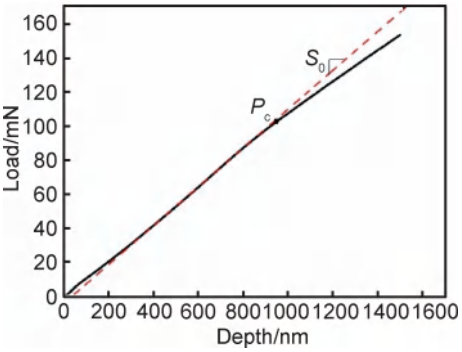


图6 Al_2O_{3f}/Al_2O_3纤维推入的载荷-位移曲线

Fig. 6 Load-displacement curve during push-in test of Al_2O_{3f}/Al_2O_3

为进一步判断Al_2O_{3f}/Al_2O_3在拉伸断裂过程中是否在界面处发生裂纹偏转,根据He-Hutchinson(H-H)模型计算,如式(4)~(6)所示:

$$\alpha=\frac{E_f-E_m}{E_f+E_m} \tag{4}$$

$$\frac{G_d}{G_p}=\frac{1}{4(1-\alpha)^{0.9}} \tag{5}$$

$$\frac{\Gamma_i}{\Gamma_f}<\frac{G_d}{G_p} \tag{6}$$

式中:α为弹性失配系数;E_f和E_m分别为纤维和基体的弹性模量;Γ_i和Γ_f分别为界面脱粘能和纤维断裂能,将纤维断裂能近似为20 J·m^{-2}[18];G_d和G_p分别为裂纹偏转和贯穿时的能量释放速率。相关计算参数见表2,当满足式(6)时,在界面处裂纹偏转。相比于高强度试样,低强度试样的α减小,Γ_i/Γ_f增大,在H-H模型图中,会向左上方区域移动,见图7。可见本工作中,试样在断裂过程中均发生裂纹偏转,这也与图4显示的断口上的纤维拔出特征相符。

由实验结果可知,国产Al_2O_3纤维的结构与成分与Nextel610纤维相当,国产Al_2O_{3f}/Al_2O_3的抗拉强度达到了Nextel610纤维增强的Al_2O_{3f}/Al_2O_3的平均水平。国产Al_2O_{3f}/Al_2O_3的室温拉伸应力-应变曲线呈线性变化,这是由于多孔基体的模量较低,拉伸载荷下Al_2O_3纤维为主要承载组元,多孔基体可实现纤维/基体界面的弱结合,有利于裂纹偏转,避免裂纹直接贯穿纤维,从而发挥纤维的增强作用。国产Al_2O_{3f}/Al_2O_3的室温拉伸断口的大量纤维拔出也能说明该现象。

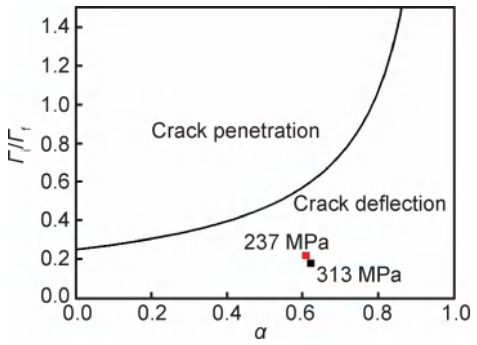


图7 基于H-H模型的Al_2O_{3f}/Al_2O_3室温拉伸试样的界面裂纹偏转/贯穿路径

Fig. 7 Interface crack deflection/penetration paths of Al_2O_{3f}/Al_2O_3 tensile specimens at room temperature based on H-H modeling

由Weibull分布分析可知,国产Al_2O_{3f}/Al_2O_3的室温和高温抗拉强度分散程度基本一致。将室温抗拉强度差异较大的试样进行对比可知,不同室温抗拉强度的试样纤维模量基本一致,而纤维/基体界面的剪切强度却不同,见表2。当纤维/基体界面结合强度较低时,纤维与基体之间形成弱界面,界面脱粘,断口处纤维以单根纤维拔出,且纤维拔出较长,因此抗拉强度较高。而纤维/基体界面结合强度增大时,纤维拔出阻力增大,断口处纤维拔出变短,抗拉强度减小。由于多孔基体的层间结合较弱,当纤维/基体界面结合增大时,界面不易脱粘,纤维以纤维束的形式断裂。通过H-H模型[19]可知,虽然室温拉伸试样的抗拉强度不同,但是在界面处均可实现裂纹偏转,表明可通过多孔氧化铝基体实现复合材料的增韧。然而,多孔基体在高温环境下不稳定,如图2(f)可看出,国产Al_2O_{3f}/Al_2O_3在1000 ℃时部分基体致密,纤维/基体界面结合更加紧密,在界面处裂纹不易偏转。相较于室温断口,高温拉伸试样断口较平整,纤维拔出短,抗拉强度下降。综上,界面结合强度是影响国产Al_2O_{3f}/Al_2O_3抗拉强度的一个因素。因此,为了提升Al_2O_{3f}/Al_2O_3的拉伸力学性能,可通过改进制备工艺参数提高基体稳定性来控制界面结合强度。如在氧化铝基体中加入莫来石[17],因为莫来石可抑制氧化铝的烧结,使得莫来石/氧化铝基体的孔隙率在高温下保持稳定,进而控制界面结合强度。此外还应选择合适的制备温度、浆料固含量以及浸渍次数[20-21]等。

3　结论

（1）国产 Al_2O_{3f}/Al_2O_3 在室温和 1000 ℃时拉伸应力-应变曲线呈线性变化，拉伸载荷下 Al_2O_{3f}/Al_2O_3 主要以纤维承载。室温抗拉强度为（257±31）MPa，1000 ℃时抗拉强度为（200±24）MPa，拉伸性能达到国外 Nextel610 纤维增强的 Al_2O_{3f}/Al_2O_3 的水平。

（2）根据 Weibull 模数可知，国产 Al_2O_{3f}/Al_2O_3 的室温和高温抗拉强度分散程度基本一致。国产 Al_2O_{3f}/Al_2O_3 的抗拉强度分散性主要与界面结合强度有关。界面结合强度较低时，室温拉伸断口处大量单丝纤维拔出，纤维拔出较长，抗拉强度较高。界面结合强度较高时，室温拉伸断口处纤维以纤维束的形式断裂，纤维拔出变短，抗拉强度下降。

（3）随着温度的升高，国产 Al_2O_{3f}/Al_2O_3 的抗拉强度呈下降趋势。在 1000 ℃拉伸载荷下，纤维/基体界面结合增加，断口处纤维拔出变短，抗拉强度减小。因此，为发挥纤维的承载能力，提高材料的抗拉强度，纤维/基体界面结合强度是关键。

参考文献

[1] RAMACHANDRAN K, LEELAVINODHAN S, ANTAO C, et al. Analysis of failure mechanisms of oxide-oxide ceramic matrix composites[J]. Journal of the European Ceramic Society, 2022, 42(4): 1626-1634.

[2] SZWEDA A, BUTNER S, RUFFONI J, et al. Development and evaluation of hybrid oxide/oxide ceramic matrix composite combustor liners[C]//ASME Turbo Expo 2005: Power for Land, Sea, and Air. Reno: ASME, 2005.

[3] BERGER M H, BUNSELL A R. Oxide fibers[M]. Comprehensive Composite Materials Ⅱ. Amsterdam: Elsevier, 2018.

[4] ZOK F W, LEVI C G. Mechanical properties of porous matrix ceramic composites [J]. Advanced Engineering Materials, 2001, 3(1/2): 15-23.

[5] SIMON R A. Progress in processing and performance of porous-matrix oxide/oxide composites[J]. International Journal of Applied Ceramic Technology, 2005, 2(2): 141-149.

[6] JURF R A, BUTNER S C. Advances in oxide-oxide CMC[J]. Journal of Engineering for Gas Turbines and Power, 2000, 122(2): 202-205.

[7] 杨瑞，陈易诚，邓杨芳，等. 高温热暴露对 Al_2O_3/Al_2O_3 陶瓷基复合材料性能影响[J]. 航空材料学报，2023，43(2)：1-8.
YANG R. CHEN Y C. DENG Y F. Effect of high temperature thermal exposure on properties of Al_2O_3/Al_2O_3 ceramic matrix composites. [J]. Journal of Aeronautical Materials, 2023, 43(2): 1-8.

[8] 刘海韬，姜如，孙逊，等. 连续氧化铝纤维增韧陶瓷基复合材料[M]. 北京：科学出版社，2022：212-214.
LIU H T, JIANG R, SUN X, et al. Continuous alumina fiber reinforced ceramic matrix composites [M]. Beijing: Science Press, 2022: 212-214.

[9] YAN J, JIANG D, WANG X, et al. High temperature tensile property of domestic 550-grade continuous alumina ceramic fiber[J]. Journal of Inorganic Materials, 2022, 37(6): 629.

[10] SCHMVCKER M, FLUCHT F, MECHNICH P. Degradation of oxide fibers by thermal overload and environmental effects[J]. Materials Science amd Engineering: A, 2012, 557(2): 10-16.

[11] DÉBARRE A, JULIAN-JANKOWIAK A, PARLIER M, et al. Effect of temperature on the mechanical behaviour of an oxide/oxide composite[J]. Journal of the European Ceramic Society, 2022, 42(15): 7149-7156.

[12] LEVI C G, YANG J Y, DALGLEISH B J, et al. Processing and performance of an all-oxide ceramic composite[J]. Journal of the American Ceramic Society, 1998, 81(8): 2077-2086.

[13] ZAWADA L P, HAY R S, LEE S S, et al. Characterization and high temperature mechanical behavior of an oxide/oxide composite[J]. Journal of the American Ceramic Society, 2003, 86(6): 981-990.

[14] RUGGLES-WRENN M B, BRAUN J C. Effects of steam environment on creep behavior of Nexte720/alumina ceramic composite at elevated temperature[J]. Materials Science and Engineering: A, 2008, 497(1/2): 101-110.

[15] RUGGLES-WRENN M B, KUTSAL T. Effects of steam environment on creep behavior of Nexte720/alumina-mullite ceramic composite at elevated temperature[J]. Composites Part A, 2010, 41(12): 1807-1816.

[16] STAEHLER J M, ZAWADA L P. Performance of four ceramic-matrix composite divergent flap inserts following ground testing on an F110 turbofan engine[J]. Journal of the American Ceramic Society, 2000, 83(7): 1727-1738.

[17] CARELLI E A V, FUJITA H, YANG J Y, et al. Effects of thermal aging on the mechanical properties of a porous matrix ceramic composite[J]. Journal of the American Ceramic Society, 2002, 85(3): 595-602.

[18] CHAWLA K K, COFFIN C, XU Z R. Interface engineering in oxide fibre/oxide matrix composites [J]. International Materials Reviews, 2000, 45(5): 165-189.

[19] HE M Y, HUTCHINSON J W. Crack deflection at an interface between dissimilar elastic materials [J]. International Journal of Solids and Structures, 1989, 25(9): 1053-1067.

[20] WANG Y, ZHANG A, LI G D, et al. Sintering temperature and interphase effects on mechanical properties of an oxide fiber-reinforced Al_2O_3-SiO_2 composite fabricated by sol-gel method [J]. Applied Composite Materials, 2021, 28(2): 321-339.

[21] SHI Y, HÖNIG S, FRIEß M, et al. Manufacture and characterization of oxide ceramic matrix composites out of commercial pre-impregnated fabrics [J]. Ceramics International, 2018, 44(2): 2320-2327.

基金项目：国家自然科学基金项目（U2241239）

收稿日期：2024-06-12；**修订日期**：2024-09-05

通讯作者：张程煜（1974—），男，教授，博士，研究方向为陶瓷基复合材料的超高温力学性能，联系地址：陕西省西安市友谊西路 127 号西北工业大学材料学院（710072），E-mail：cyzhang@nwpu.edu.cn

（本文责编：齐　新）

引用格式：张昂，郭孟秋，王长亮，等. 大气等离子喷涂 NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo 高温耐磨涂层组织和性能[J]. 材料工程，2025，53(1)：202-210.
ZHANG Ang, GUO Mengqiu, WANG Changliang, et al. Microstructure and properties of NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo high-temperature wear-resistant coating prepared by APS[J]. Journal of Materials Engineering, 2025, 53(1): 202-210.

大气等离子喷涂 NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo 高温耐磨涂层组织和性能

Microstructure and properties of NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo high-temperature wear-resistant coating prepared by APS

张　昂[1]，郭孟秋[1]，王长亮[1*]，张　梅[2]，岳　震[1]，
王天颖[1]，聂梓杏[1]，高　燊[1]
（1 中国航发北京航空材料研究院 航空材料先进腐蚀与防护重点实验室，北京 100095；2 北京航空航天大学 材料科学与工程学院，北京 100191）
ZHANG Ang[1], GUO Mengqiu[1], WANG Changliang[1*], ZHANG Mei[2], YUE Zhen[1], WANG Tianying[1], NIE Zixing[1], GAO Shen[1]
（1 Key Laboratory of Advanced Corrosion and Protection for Aviation Materials, AECC Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China; 2 School of Materials Science and Engineering, Beihang University, Beijing 100191, China）

摘要：为了探究工艺参数对 NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo 高温耐磨涂层性能的影响规律，基于正交实验，采用大气等离子喷涂（atmospheric plasma spray，APS）工艺制备 NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo 涂层，应用极差分析法研究工艺参数对 NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo 涂层显微组织、硬度和结合强度性能影响的主次关系，完成喷涂工艺参数优化。优化后的工艺参数为氩气流量为 50 L/min，氢气流量为 12 L/min，电流为 500 A，喷涂距离为 100 mm。结果表明：采用优化后的工艺参数喷涂的 NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo 涂层显微组织均匀致密，涂层孔隙率小于 1%，结合强度平均值为 70.7 MPa，硬度平均值为 543.7HV，900 ℃温度下 50～100 h 平均氧化速率为 0.07302 g/(m^2·h)，达到完全抗氧化级别，在 800 ℃表现出良好的摩擦磨损性能，平均摩擦因数为 0.248，磨损率为 2.12×10^{-6} mm^3/(N·m)。

关键词：NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo 涂层；大气等离子喷涂；高温耐磨；正交实验；抗氧化；显微组织
doi：10.11868/j.issn.1001-4381.2024.000118
中图分类号：TG174.442　**文献标识码**：A　**文章编号**：1001-4381(2025)01-0202-09

Abstract: To investigate the effect of the spraying process parameters on the properties of NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo high-temperature wear-resistant coating, the coating is prepared by atmospheric plasma spray (APS) process based on the orthogonal experiment. The range analysis method is used to study the primary and secondary relationships of the process parameters on the microstructure, hardness, and bonding strength of the NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo coating, and the spraying process parameters are optimized. The optimized process parameters are that the argon flow rate is 50 L/min, the hydrogen flow rate is 12 L/min, the current is 500 A, and the spraying distance is 100 mm. With the optimized spraying process parameters, the microstructure of the coating is very dense, the porosity is lower than 1%, and the average bonding strength, hardness, and average oxidation speed during 50-100 h at 900 ℃ are 70.7 MPa,

543.7 HV, and 0.07302 g/(m^2·h), respectively. In addition, the friction coefficient and wear rate of NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo coating are 0.248 and 2.12×10^{-6} mm^3/(N·m) at 800 ℃, exhibiting good friction and wear properties.

Key words: NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo coating; atmospheric plasma spray; high-temperature wear-resistant; orthogonal experiment; oxidation resistance; microstructure

航空发动机和燃气轮机转动结构与非转动结构之间广泛使用封严技术减少气流损失,提升发动机工作效率和性能[1-3]。刷式封严是一种接触式零间隙封严技术,可极大减少气流泄漏量,增大发动机推力和效率,主要部件刷丝为一束捆扎在一起的高度密集、按一定角度规则排列的圆界面弹性金属细丝[3-4]。在高温燃气条件下刷丝与跑道表面接触,为了降低刷丝与跑道表面的接触磨损,通常利用热喷涂技术在跑道表面制备一层高温耐磨涂层[5-7]。

目前,国内已广泛采用 NiCr-Cr_3C_2,NiCr-Cr_3C_2-BaF_2·CaF_2涂层作为刷丝密封跑道耐磨涂层,使用温度大约 650 ℃,制备工艺有激光熔覆、等离子喷涂、爆炸喷涂和超音速火焰喷涂等,研究单位有中国航发北京航空材料研究院、沈阳黎明、广东省科学院、中科院过程所等[7-14]。国外报道了 PS(PS200,PS212,PS300,PS400)系列的高温耐磨自润滑涂层,其以 NiCo,NiCr 或 NiMoAl 为粘结相,选择 Cr_3C_2 或 Cr_2O_3 为耐磨相,并复配 Ag 与 BaF_2·CaF_2 共晶为润滑相形成复合耐磨自润滑复合涂层,在 800 ℃以下具有较好的高温润滑效果[15-18]。

随着发动机性能的提升,燃气温度也不断提高,服役工况也越发苛刻,亟需更高服役温度和更好耐磨性能的涂层[19-21]。*M*CrAlY 黏接相+氧化物硬质相+润滑相复合涂层在高温工况下具有优异的耐磨性,受到了广泛的关注与研究[22-27]。*M*CrAlY(*M*=Ni,Co 或其组合)具有良好的抗高温氧化和耐热腐蚀性能[28-31],在涂层体系中可起支撑负荷和黏结作用,作为基础相可赋予涂层在高温工况下良好的使役性能,其耐磨性差,需要加入硬质相和润滑相改善其高温耐磨性能;硬质相如 TiO_2,ZnO,Cr_2O_3,Al_2O_3,ZrO_2,Y_2O_3 等具有良好的耐磨性和高温稳定性[32-34],可以明显改善涂层的高温耐磨性[27];润滑相如 Ag,Cu,Mo,BaF_2·CaF_2 等进一步减少摩擦副的磨擦系数,减缓磨损[35-37]。

为了满足航发动机刷式封严涂层高温耐磨性能的要求,本工作采用大气等离子喷涂工艺制备 NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo 高温耐磨涂层,基于正交实验研究工艺参数对涂层组织与性能的影响,完成喷涂参数的优化,然后根据优化的实验参数制备 NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo 涂层,测试涂层的金相、结合强度、抗氧化性能和 800 ℃的高温摩擦磨损性能。

1　实验材料与方法

1.1　涂层制备

喷涂原材料为 NiCoCrAlYTa,Cr_2O_3,Cu 和 Mo 粉末混合再造粒制备的 NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo 粉末,采用 X 射线荧光光谱分析粉末的化学成分,其主要化学成分见表 1。粉末形貌如图 1 所示,粉末的颗粒形貌为近似球形,粉末粒径分布在 10～100 μm 之间,D_{50} 为 32.4 μm。通过能谱(图 2)可知在单个颗粒粉末中包含有 NiCoCrAlYTa,Cr_2O_3 和 Mo,球形的亮的区域(selected area 1,4 与 5)为 NiCoCrAlYTa,灰色(selected area 2)部分为 Cr_2O_3,由纳米颗粒组成的亮白色(selected area 3)的部分为 Mo。Cu 与 NiCoCrAlYTa 衬度接近且含量较少,通过选区能谱分析未选择到铜。

表 1　NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo 粉末化学成分(质量分数/%)

Table 1　Chemical composition of NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo powder (mass fraction/%)

Ni	Co	Cr	Al	Y	Ta	Cu	Mo	O
18.14	21.63	35.05	1.79	0.35	1.59	4.36	4.15	Bal.

采用 IRB4600 六轴机械手控制 Multicoat 等离子喷涂系统(F4-MB 喷枪)制备 NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo 复合涂层,氢气为主气,氩气为辅气与送粉气体。试样基体材料选用高温合金,喷涂前对基体表面采用丙酮或酒精清洗去油、除污,随后进行喷砂粗化处理,喷砂选用 46 目白刚玉,喷砂压力为 0.3～0.5 MPa。设计四因素三水平正交实验,采用不同喷涂参数制备 NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo 复合高温耐磨涂层,表 2 为 NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo 涂层喷涂工艺参数。应用极差分析法来确定工艺参数对显微组织、孔隙率、硬度和结合强度性能影响的主次关系以及最佳的工艺参数。除了正交表中选取的 4 种因素外,其他固定不变的工艺参数分别为送粉

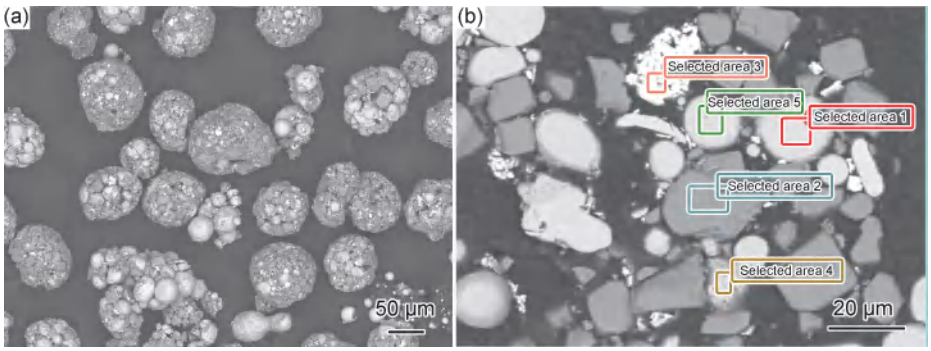


图 1 NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo 粉末表面(a)和截面(b)形貌

Fig. 1 Surface(a) and cross-section (b) morphology of NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo powder

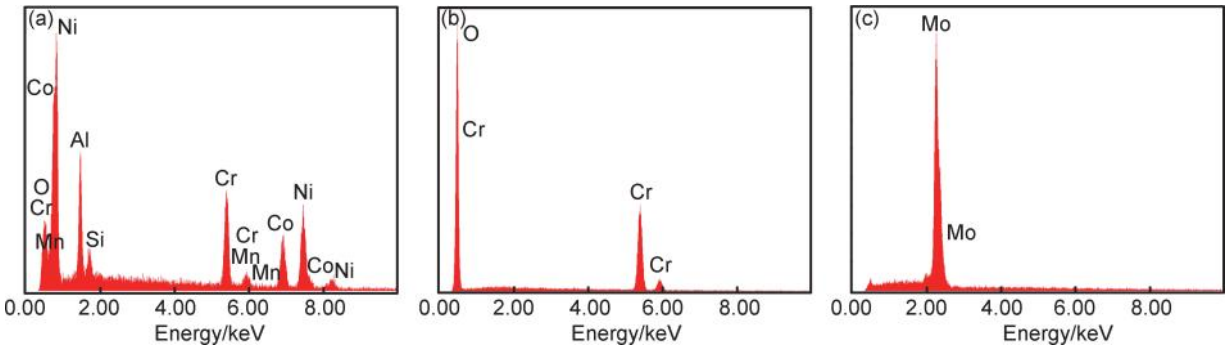


图 2 图 1(b)粉末不同区域的元素

(a)selected area 1;(b)selected area 2;(c)selected area 3

Fig. 2 Elements of fig. 1(b) powder in different regions

(a)selected area 1;(b)selected area 2;(c)selected area 3

速率为 50 g/min,载气流量为 2.5 L/min,喷涂角度为 90°。

表 2 NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo 涂层喷涂工艺参数

Table 2 Spraying process parameters of NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo coating

Sample	Ar flow/($L\cdot min^{-1}$)	H_2 flow/($L\cdot min^{-1}$)	I/A	Spray distance/mm
1	40	6	450	100
2	50	9	500	100
3	60	12	550	100
4	40	9	550	130
5	50	12	450	130
6	60	6	500	130
7	40	12	500	160
8	50	6	550	160
9	60	9	450	160

1.2 涂层性能表征

采用扫描电镜(SEM)分析粉末形貌及涂层截面组织形貌,能谱仪分析涂层的化学成分,孔隙率分析软件测试涂层孔隙率。通过涂层硬度计测量硬度,每个试样测 10 个测试点。根据航标 HB 5476—1991 在 Instron 5882 型拉伸机上测试涂层与基体的结合强度,每个试样测试 3 个值,取其平均值。参照 HB 5258—2000 采用马弗炉测试涂层在 900 ℃的抗氧化性能,计算氧化增加质量,绘制氧化曲线。

采用球-盘式高温摩擦磨损试验机测试涂层在高温下的磨损性能。磨球直径为 5 mm 的 Si_3N_4 球,盘为带喷涂涂层的高温合金,旋转半径为 7 mm,转速为 1000 r/min,载荷为 10 N,测试时间为 60 min。采用白光干涉仪分析磨痕形貌和磨损率。

2 结果与分析

2.1 工艺参数优化

2.1.1 工艺参数对涂层显微组织的影响

图 3 为不同喷涂工艺参数制备的 NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo 涂层的截面微观组织。涂层显微组织均匀,主要由扁平粒子堆叠而成,是典型的热喷涂涂层形貌。涂层由两层组成,底层为 NiCoCrAlYTa 黏结层,面层为 NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo 面层,底层和基体与面层和底层结合良好,没有明显的孔隙,无裂纹等缺陷。面层主要由三部分组成,灰色区域、浅黑

色区域和亮白部分，通过能谱分析可知灰色区域主要为NiCoCrAlYTa，浅黑色区域由Cr_2O_3组成，亮白部分为Mo（图3(b)与表3）。通过面扫，可以发现Cu在涂层中的存在，Cu的衬度与黏结相NiCoCrAlYTa的衬度相差不大且含量低，导致铜在扫描电镜图中不明显。

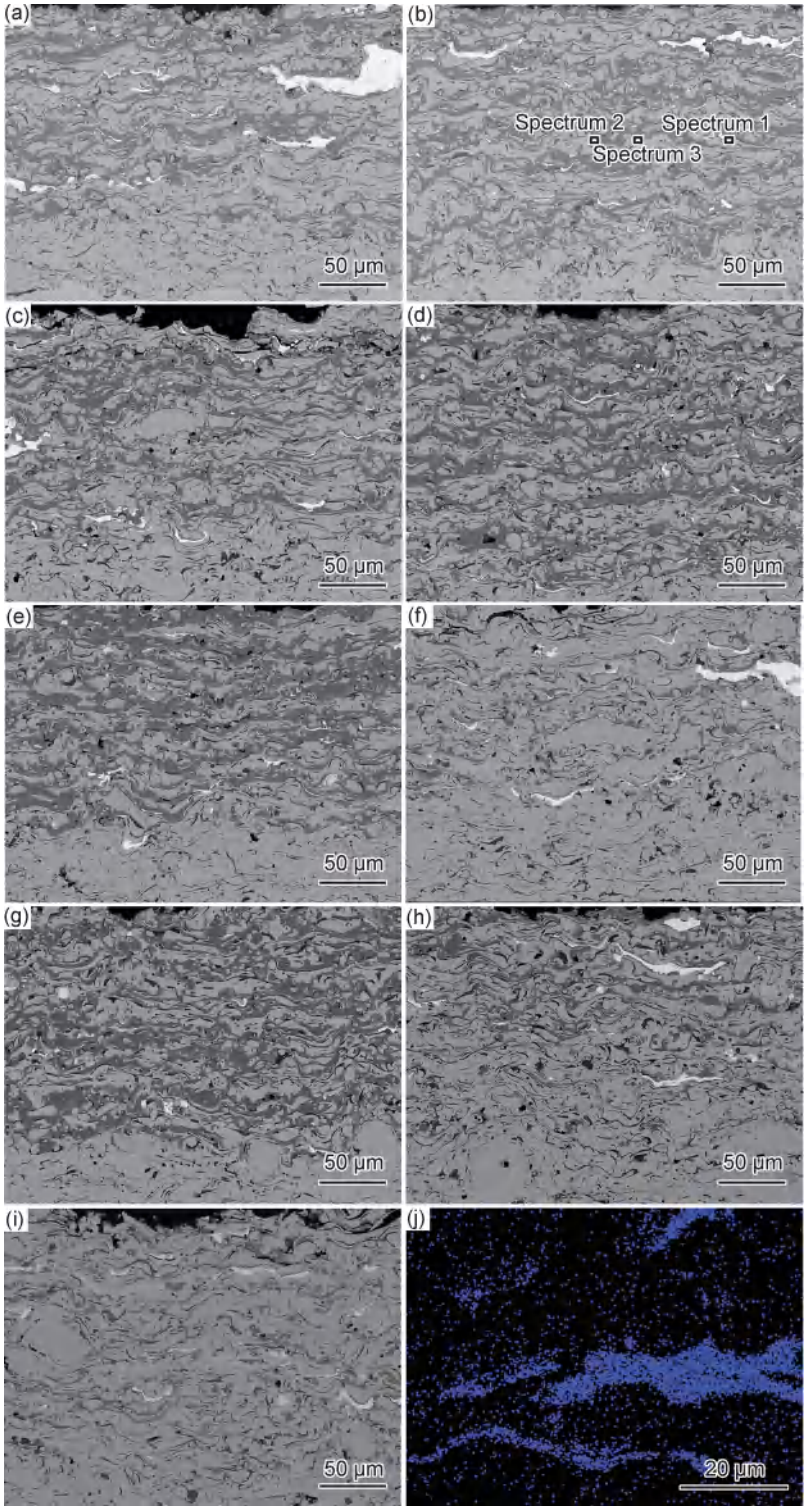


图3　不同喷涂参数下NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo涂层截面显微组织

(a)样品1；(b)样品2；(c)样品3；(d)样品4；(e)样品5；(f)样品6；(g)样品7；

(h)样品8；(i)样品9；(j)样品9能谱面扫Cu元素的分布

Fig. 3　Cross section microstructure of NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo coatings with different spraying parameters

(a)sample 1；(b)sample 2；(c)sample 3；(d)sample 4；(e)sample 5；(f)sample 6；(g)sample 7；

(h)sample 8；(i)sample 9；(j)distribution of Cu element in sample 9

表 3 能谱分析得到图 3(b)样品 NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo 涂层不同衬度的元素组成(质量分数/%)

Table 3 Element composition of fig. 3(b) coating with different contrast by EDS analysis (mass fraction/%)

Spectrum	Ni	Co	Cr	Al	Ta	Cu	Mo	O
1	1.05	0.53	2.74				95.68	
2	40.82	24.34	21.63	8.54	4.66			
3	3.79	2.70	56.98	2.64	1.54	0.58	2.92	28.85

不同工艺参数制备的涂层显微组织具有较明显的差别,尤其是氧化铬在涂层中的含量。采用 Image J 软件分析不同工艺参数制备的涂层孔隙率和 Cr_2O_3 含量,结果如表 4 所示。使用极差分析法分析各因素对涂层孔隙率和 Cr_2O_3 含量的影响,具体结果如表 5 所示。

从表 5 中可见,四种因素对涂层孔隙率影响的主次关系为电流≈喷涂距离>氢气流量>氩气流量。

表 4 NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo 涂层孔隙率和 Cr_2O_3 含量

Table 4 Porosity and Cr_2O_3 content of NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo coatings prepared

Sample	Porosity/%	Content of Cr_2O_3/%
1	0.96	35.84
2	1.22	37.33
3	2.50	29.74
4	2.33	34.48
5	2.29	36.56
6	2.09	12.88
7	2.85	34.16
8	3.55	18.48
9	1.54	12.79

电流对涂层孔隙率影响最为显著,喷涂距离对涂层孔隙率影响也较大。随着电流和喷涂距离的增加,涂层孔隙率增大,可能过大的电流导致涂层中部分材料被烧蚀,影响涂层的孔隙率。随着喷涂距离的增加,涂层孔隙率增大。氩气流量和氢气流量对涂层孔隙率影响较小,随氢气流量增加,涂层孔隙率先减小后增大,随氩气流量增加,涂层孔隙率先增加后减小。从孔隙率单一结果考虑,涂层参数建议电流为 450 A,喷涂距离为 100 mm,氢气流量为 9 L/min,氩气流量为 40 L/min 或 60 L/min。

四种因素对涂层中氧化铬含量影响的主次关系为氩气流量>喷涂距离≈氢气流量>电流。氩气流量对涂层氧化铬含量影响最为显著。从表 5 中可以得出随着氩气流量增加,涂层中氧化铬含量降低,氩气流量增加会降低等离子焰流的温度,氧化铬熔化程度降低,从而导致氧化铬在涂层中的沉积率下降。随着喷涂距离的增加,涂层中氧化铬含量下降。随着氢气流量的增加,涂层中氧化铬含量增加。电流对涂层中氧化铬含量影响极小。从涂层氧化铬含量单一结果考虑,涂层参数建议氩气流量为 40 L/min 或 50 L/min,喷涂距离为 100 mm 或 130 mm,氢气流量为 9 L/min 或 12 L/min。

表 5 NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo 涂层孔隙率和 Cr_2O_3 含量的极差分析

Table 5 Range analysis of porosity and Cr_2O_3 content of NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo coatings

Value	Porosity/%				Content of Cr_2O_3/%			
	Ar flow	H_2 flow	*I*	Spray distance	Ar flow	H_2 flow	*I*	Spray distance
Average value 1	2.047	2.200	1.597	1.560	34.827	22.400	28.397	34.303
Average value 2	2.353	1.697	2.053	2.237	30.790	28.200	28.123	27.973
Average value 3	2.043	2.547	2.793	2.647	18.470	33.487	27.567	21.810
Range	0.310	0.850	1.196	1.087	16.357	11.087	0.830	12.493

2.1.2 工艺参数对涂层硬度的影响

不同工艺参数喷涂 NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo 涂层硬度平均值见表 6。使用极差分析法分析各因素对涂层硬度的影响,具体结果如表 7 所示。

从表 7 中可见,四种因素对涂层硬度影响的主次关系为氢气流量>氩气流量>电流≈喷涂距离。氢气流量对涂层硬度影响最为显著,从表中可以得出随着氢气流量增加,涂层硬度增高。由于氢气流量高,能量高,更有利于粉末熔化,涂层中氧化铬含量更高,硬度高。随着氩气流量增加,涂层硬度先稍微升高,然后迅速降低。电流和喷涂距离对涂层硬度影响较小,随电流升高,能量提高,涂层熔化充分,涂层硬度提高;随喷涂距离增加,涂层硬度缓慢下降。从涂层硬度单一结果考虑,涂层参数建议氢气流量为 12 L/min,

表 6　NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo 涂层显微硬度测试结果

Table 6　Hardness of NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo coating

Sample	Microhardness(HV)
1	380.4
2	560.9
3	521.8
4	532.2
5	534.9
6	323.7
7	540
8	396.8
9	320.9

表 7　NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo 涂层显微硬度的极差分析

Table 7　Range analysis of microhardness of NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo coatings

Value	Microhardness(HV)			
	Ar flow	H_2 flow	I	Spray distance
Average value 1	484.200	366.967	412.067	487.7
Average value 2	497.533	471.333	474.867	463.6
Average value 3	388.800	532.233	483.600	419.233
Range	108.733	165.266	71.533	68.467

氩气流量为 40 L/min 或 50 L/min，电流为 500 A 或 550 A，喷涂距离为 100 mm 或 130 mm。

2.1.3　工艺参数对涂层结合强度的影响

为了优化 NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo 的工艺参数，结合强度试样只喷涂 NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo 单层。不同工艺参数喷涂 NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo 涂层结合强度平均值见表 8。使用极差分析法分析各因素对涂层结合强度的影响，具体结果如表 9 所示。

从表 9 中可见，四种因素对涂层结合强度影响的主次关系为喷涂距离＞氢气流量＞电流＞氩气流量。

表 8　NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo 涂层结合强度实验结果

Table 8　Bond strength of NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo coating

Sample	Bond strength/MPa
1	56.0
2	67.3
3	73.9
4	67.1
5	60.1
6	47.2
7	46.0
8	39.5
9	59.4

表 9　NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo 涂层结合强度的极差分析

Table 9　Range analysis of bond strength of NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo coatings

Value	Bond strength/MPa			
	Ar flow	H_2 flow	I	Spray distance
Average value 1	56.417	47.580	58.533	66.757
Average value 2	55.633	64.617	53.510	58.153
Average value 3	60.167	61.020	61.173	48.300
Range	5.534	17.037	7.663	18.457

喷涂距离和氢气流量对结合强度影响最为显著。从表 9 中可以得出随着喷涂距离的增加，涂层结合强度逐渐降低；随着氢气流量增加，涂层结合强度先升高后降低。喷涂粉末在到达基体表面的过程中速度和温度的变化都是先增加后减少，随着喷涂距离的增加，当距离超过 100 mm 时，可能喷涂粉末速度和温度降低，使涂层结合强度降低。从涂层结合强度单一结果考虑，涂层参数建议喷涂距离为 100 mm，氢气流量为 9 L/min。

涂层中孔隙率较小，采用面积法统计孔隙率时误差较大，因此主要考虑氩气流量、氢气流量、电流和喷涂距离对涂层氧化铬含量、硬度和结合强度性能影响的程度进行参数优化，优化的喷涂参数氩气流量为 50 L/min，氢气流量为 12 L/min，电流为 550 A，喷涂距离为 100 mm。

采用优化后的参数喷涂了涂层，进行涂层基本性能、900 ℃抗氧化性能和摩擦磨损性能测试。

2.2　涂层基本性能

2.2.1　涂层显微组织

图 4 为采用优化后的喷涂参数制备的 NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo 涂层的表面和截面微观组织。从表面形貌来看，粉末粒子熔融充分，撞击表面后充分变形扁平化，铺展充分，堆积紧密(图 4(a))。涂层截面显微组织均匀致密，由扁平粒子堆叠而成，是典型的热喷涂涂层形貌，涂层孔隙率小于 1%。

2.2.2　涂层硬度及结合强度

选择 10 个典型区域测试 NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo 涂层的硬度，实测值为 539.3，501.1，445.4，572.4，453.3，581.5，674.2，612.7，521.7，536.0$HV_{0.3}$，涂层硬度平均值为 543.7$HV_{0.3}$。

制备 3 个样品，测试了 NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo 涂层结合强度，实测值分别为 71.8，72.5，67.9 MPa，结合强度平均值为 70.7 MPa。

2.3　涂层抗氧化性能

按 HB 5258—2000 在 900 ℃进行 NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo 复合涂层的氧化性能测试，氧化质量增加曲线如图 5 所示，可以看出涂层在前 10 h 内氧化质

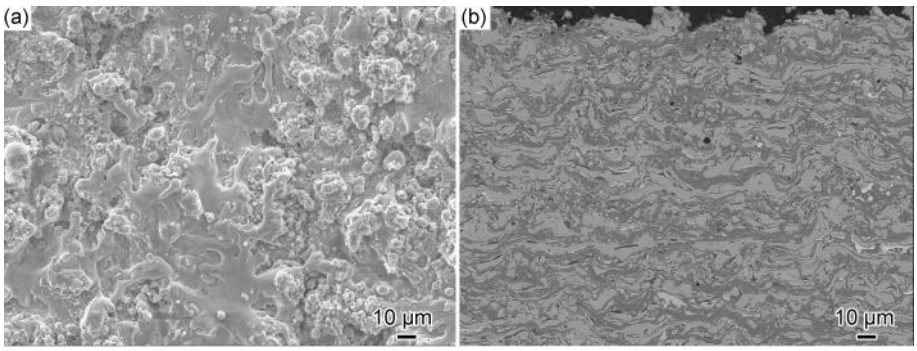


图 4 NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo涂层表面(a)和截面(b)显微组织

Fig. 4 Surface(a) and cross section(b) microstructure of NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo coating

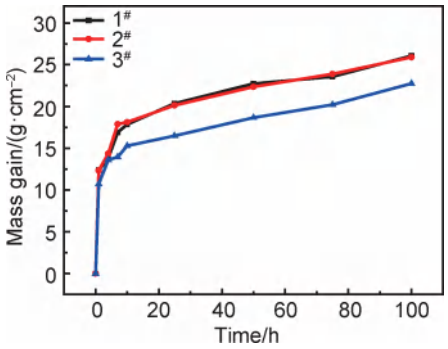


图 5 NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo涂层在 900 ℃氧化质量增加曲线

Fig. 5 Oxidation mass gain curves of NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo coating at 900 ℃

量迅速增加,10 h后氧化质量缓慢增加,涂层氧化质量增加与时间符合抛物线规律,说明涂层具有良好的抗氧化性。经过计算后得出1#,2#,3#试片在0～100 h的氧化速率分别为0.26058,0.25887,0.22744 g/(m^2·h),在50～100 h的氧化速率分别为0.06663,0.07060,0.08183 g/(m^2·h),涂层达到完全抗氧化级别。

从氧化后涂层的金相截面可以看出,涂层表面生成了一层致密的氧化物阻止氧气进入涂层内部,从而保证涂层具有优异的抗氧化性能,从面扫的结果可以看出氧化后涂层表面生产的氧化产物主要为Cr_2O_3,同时有少量的Al_2O_3,NiO(图6)。

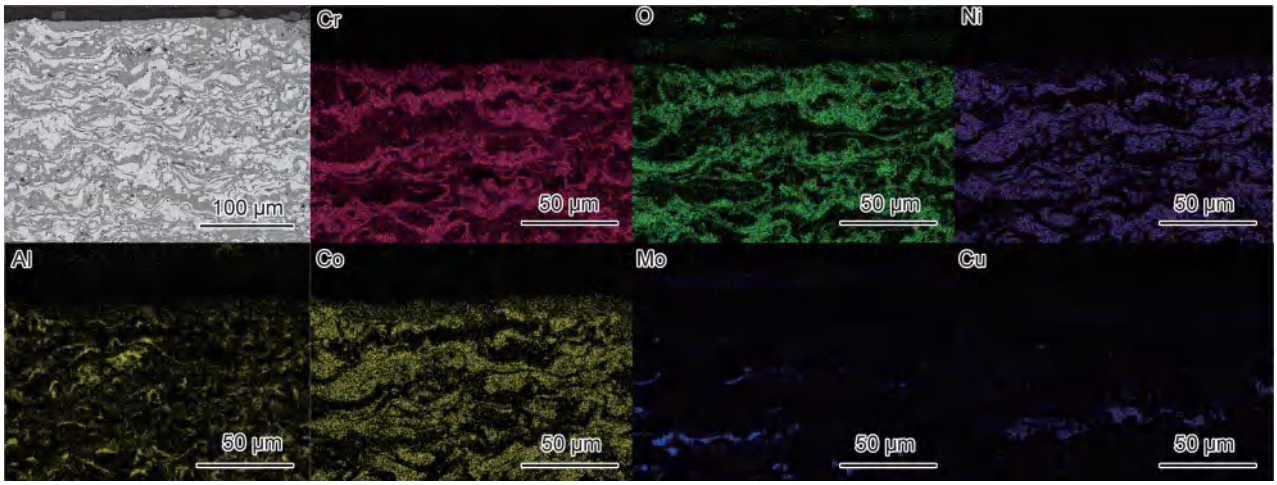


图 6 900 ℃氧化100 h后NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo涂层截面的显微形貌和面扫元素分布

Fig. 6 Cross section morphology and elemental mapping of NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo coating after oxidation for 100 h at 900 ℃

2.4 涂层摩擦磨损性能

NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo涂层在800 ℃的摩擦磨损曲线如图7(a)所示,摩擦因数为(0.248±0.023),磨痕形貌如图7(b)所示,涂层磨损体积为0.056 mm^3,经计算涂层在800 ℃,磨损率为2.12×10^{-6} mm^3/(N·m)。涂层在800 ℃具有良好的摩擦磨损性能。

3 结论

(1)基于正交实验法优化的NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo涂层喷涂参数为氩气流量为50 L/min,氢气流为量为12 L/min,电流为500 A,喷涂距离为100 mm。

(2)NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo涂层孔隙率小

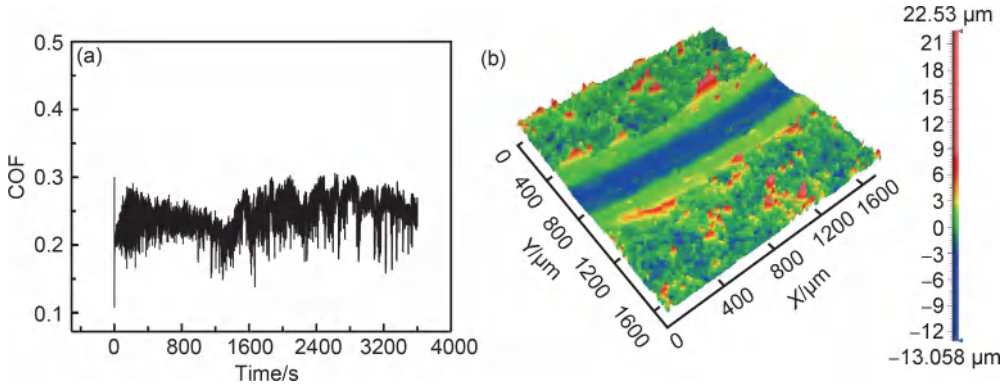


图 7　NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo 涂层摩擦因数(a)和磨痕 3D 形貌(b)

Fig. 7　Friction coefficient(a) and 3D surface profilometry of worn surface(b) of NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo coating

于 1%，结合强度平均值为 70.7 MPa，硬度平均值为 543.7HV。

(3) NiCoCrAlYTa-Cr_2O_3-Cu-Mo 涂层 900 ℃在 50～100 h 的氧化速率平均值为 0.07302 g/(m^2·h)，达到完全抗氧化级别，在 800 ℃具有良好的摩擦磨损性能，摩擦因数平均值为 0.248，磨损率为 2.12×10^{-6} mm^3/(N·m)。

参考文献

[1] CHUPP R E, HENDRICKS R C, LATTIME S B, et al. Sealing in turbomachinery[J]. Journal of Propulsion and Power, 2006, 22(2):313-349.

[2] LI G Q, ZHANG S, KANG Z, et al. Leakage and wear characteristics of carbon seals for aero-engines[J]. Chinese Journal of Aeronautics, 2022,35(11):389-400.

[3] 李军,李志刚,张元桥,等. 刷式密封技术的研究进展[J]. 航空发动机,2019,45(2):74-84.
LI J, LI Z G, ZHANG Y Q, et al. Research progress of brush seal technology[J]. Aeroengine, 2019,45(2):74-84.

[4] FAN J, JI H, WANG Q, et al. Combined theoretical and experimental study of wear model of brush seal[J]. Tribology International, 2021,154:106696.

[5] THAKARE M R, MASON J F, OWEN A K, et al. Effect of sliding speed and counterface properties on the tribo-oxidation of brush seal material under dry sliding conditions[J]. Tribology International, 2016,96:373-381.

[6] 刘笑笑,任先京,章德铭,等. 刷式密封转子涂层材料研究[J]. 热喷涂技术,2011,3(4):49-52.
LIU X X, REN X J, ZHANG D M, et al. Research of the coating maerial on brush seal rotor surface[J]. Thermal Spray Technology, 2011,3(4):49-52.

[7] 徐乙人,祁志浩,李永健,等. 刷式密封高温摩擦磨损行为[J]. 中国表面工程,2022,35(3):114-121.
XU Y R, QI Z H, LI Y J, et al. Friction and wear behaviors of brush seal under high temperature[J]. China Surface Engineering, 2022,35(3):114-121.

[8] DU L Z, HUANG C B, ZHANG W G, et al. Effect of NiCr Clad BaF_2·CaF_2 addition on wear performance of plasma sprayed chromium carbide-nichrome coating[J]. Journal of Thermal Spray Technology, 2010,19(3):551-557.

[9] HUANG C B, DU L Z, ZHANG W G. Friction and wear characteristics of plasma-sprayed self-lubrication coating with clad powder at elevated temperatures up to 800 ℃[J]. Journal of Thermal Spray Technology, 2013,23(3):463-469.

[10] 张佳平,王璐,杨中元,等. 超音速火焰喷涂含氟化物的碳化铬/镍铬涂层结构及性能[J]. 中国表面工程, 2011,24(2):46-50.
ZHANG J P, WANG L, YANG Z Y, et al. Microstructure and properties of fluoride coonatining Cr_3C_2/NiCr coating sprayed by HVOF technique[J]. China Surface Engineering, 2011,24(2):46-50.

[11] 王长亮,崔永静,汤智慧,等. 超级爆炸喷涂镍基钴基涂层高温氧化及摩擦磨损性能[J]. 装备环境工程,2020,17(1):90-96.
WANG C L, CUI Y J, TANG Z H, et al. High temperature oxidation and friction behavior of nickel based and cobalt based coating depositd by supre detonation spray[J]. Equipment Enviromental Engineering, 2020,17(1):90-96.

[12] 崔永静,孙晓萍,陈斌,等. 爆炸喷涂 Cr_3C_2-35NiCr 涂层的组织及性能研究[J]. 热喷涂技术,2014,6(1):31-34.
CUI Y J, SUN X P, CHEN B, et al. Characteristic of Cr_3C_2-35NiCr coating farbicated by detonation gun spray[J]. Thermal Spray Technology, 2014,6(1): 31-34.

[13] 苏威铭,张佳平,李浩宇,等. 掺杂银对超音速火焰喷涂 NiCr/Cr_3C_2-BaF_2·CaF_2 涂层的影响[J]. 材料研究与应用,2020,14(2):102-108.
SU W M, ZHANG J P, LI H Y, et al. Effect of doped silver on HVOF-sprayed NiCr/Cr_3C_2-BaF_2·CaF_2-Ag coating[J]. Materials Research and Application, 2020,14(2):102-108.

[14] 王长亮,李伟光,陆峰,等. 爆炸喷涂制备 BaF_2+CaF_2+Cr_3C_2/Ni-Cr 涂层的组织及性能[J]. 装备环境工程,2008(5):25-28.
WANG C L, LI W G, LU F, et al. Microsturcture and properties of BaF_2+CaF_2+Cr_3C_2/Ni-Cr coating prepared by detonation gun spraying[J]. Equipment Enviromental Engineering, 2008(5):25-28.

[15] SLINEY H E. Wide temperature spectrum self-lubricating coatings prepared by plasma spraying[J]. Thin Solid Films, 1979,

64:211-217.

[16] CORTE C D, SLINEY H E. Composition optimization of self-lubricating chromium-carbide-based composite coatings for use to 760 ℃[J]. ASLE Transactions, 1987,30(1):77-83.

[17] DELLACORTE C, FELLENSTEIN J A. The effect of compositional tailoring on the thermal expansion and tribological properties of PS300: a solid lubricant composite coating[J]. Tribology Transactions, 1997,40(4):639-642.

[18] DELLACORTE C, EDNONDS B J. PS400: a new high temperature solid lubricant coating for high temperature wear applications[R]. NASA-2009-215678.

[19] 刘大响. 一代新材料,一代新型发动机:航空发动机的发展趋势及其对材料的需求[J]. 材料工程,2017,45(10):1-5.
LIU D X. One generaion of new material, one generaiton of new type engien: development trend of aero-engine and its requirements for materials[J]. Journal of Materials Engineering, 2017, 45(10):1-5.

[20] 崔慧然,李宏然,崔启政,等. 航空发动机及燃气轮机叶片涂层概述[J]. 热喷涂技术,2019,11(1):82-94.
CUI H R, LI H R, CUI Q Z, et al. Summary of blade coatings for aero-engine and gas turbine[J]. Thermal Spray Technology, 2019,11(1) :82-94.

[21] RAJENDRAN R. Gas turbine coatings-an overview[J]. Engineering Failure Analysis. 2012,26:355-369.

[22] 郝恩康,安宇龙,赵晓琴,等. 热喷涂高温自润滑涂层研究现状[J]. 表面技术,2018,47(6):104-111.
HAO E K, AN Y L, ZHAO X Q, et al. High temperature self-lubricating coatings prepared by thermal spraying [J]. Surface Technology, 2018,47(6):104-111.

[23] DU L Z, ZHANG W T, ZHANG W G, et al. Tribological and oxidation behaviors of the plasma sprayed NiCoCrAlY-Cr_2O_3-$AgVO_3$ coating [J]. Surface and Coatings Technology, 2016, 298:7-14.

[24] ZHANG T T, LAN H, HUANG C B, et al. Formation mechanism of the lubrication film on the plasma sprayed NiCoCrAlY-Cr_2O_3 -AgMo coating at high temperatures[J]. Surface and Coatings Technology, 2017,319:47-54.

[25] 王长亮,陈皓晖,张梅,等. 激光辅助热喷涂 NiCoCrAlYTa/ZrO_2/BaF_2·CaF_2涂层的组织及性能[J]. 中国表面工程,2022, 35(3):84-95.
WANG C L, CHEN H H, ZHANG M, et al. Microstructure and properties of laser-assisted thermal spraying NiCoCrAlYTa/ZrO_2/BaF_2·CaF_2 coating[J]. China Surface Engineering, 2022, 35(3):84-95.

[26] BOTTO D, LAVELLA M. High temperature tribological study of cobalt-based coatings reinforced with different percentages of alumina[J]. Wear, 2014,318:89-97.

[27] ZAKERI A, BAHMANI E, RAMAZANI A. A review on the enhancement of mechanical and tribological properties of *M*CrAlY coatings reinforced by dispersed micro and nanoparticles [J]. Energies, 2022,15(5):1914.

[28] ZHANG P M, YUAN K, PENG R L, et al. Long-term oxidation of MCrAlY coatings at 1000 ℃ and an Al-activity based coating life criterion[J]. Surface and Coatings Technology, 2017, 332:12-21.

[29] PAHLAVANYALI S, SABOUR A, HIRBOD M. The hot corrosion behaviour of HVOF sprayed *M*CrAlX coatings under Na_2SO_4 (+NaCl) salt films[J]. Materials and Corrosion, 2003, 54(9):687-693.

[30] YANG H Z, ZOU J P, SHI Q, et al. Analysis of the microstructural evolution and interface diffusion behavior of NiCoCrAlYTa coating in high temperature oxidation [J]. Corrosion Science, 2019,153:162-169.

[31] WANG J H , LI D G, SHAO T M. Hot corrosion and electrochemical behavior of NiCrAlY, NiCoCrAlY and NiCoCrAlYTa coatings in molten NaCl-Na_2SO_4 at 800 ℃[J]. Surface & Coatings Technology, 2022,440:128503.

[32] LIU E Y, WANG F R, DU S M, et al. Effect of Cr_2O_3 on the microstructure and tribological performance of sprayed Fe-based coating on cylinder liner[J]. Proc IMechE Part J: J Engineering Tribology. 2020,234(3):435-447.

[33] SHI P Y, WANG W Z, WAN S H, et al. Tribological performance and high temperature oxidation behaviour of thermal sprayed Ni- and NiCrAlY-based composite coatings[J]. Surface & Coatings Technology, 2021,405:126615.

[34] 祁斌,于海博,梁帅帅,等. NiCr-Cr_3C_2-ZrO_2-BaF_2·CaF_2涂层高温摩擦磨损性能[J]. 中国表面工程,2022,35(3):104-113.
QI B,YU H B,LIANG S S, et al. High temperature tribological properties of NiCr-Cr_3C_2-ZrO_2-BaF_2·CaF_2 coating [J]. China Surface Engineering, 2022,35(3):104-113.

[35] HECTOR T, MANEL R R, BRAHAM P. Tribological behaviour of self-lubricating materials at high temperatures[J]. International Materials Reviews, 2017,63(5):309-340.

[36] MAZUMDER S, MESTELAAR H S C, SUKIMAN N L, et al. An overview of fluoride-based solid lubricants in sliding contacts [J]. Journal of the European Ceramic Society, 2020, 40: 4974-4996.

[37] YANG J F, JIANG Y, HARDELL J , et al. Influence of service temperature on tribological characteristics of self-lubricant coatings: a review[J]. Front Mater Sci,2013,7(1):28-39.

基金项目:耐磨涂层技术项目(50904010601);国家科技重大专项(2017-Ⅶ-0013-0110)

收稿日期:2024-02-05;**修订日期**:2024-10-14

通讯作者:王长亮(1981—),男,研究员,主要从事热喷涂材料和工艺研究,联系地址:北京市 81 信箱 5 分箱(100095), E-mail:cliangwang@126.com

(本文责编:张宝玲)

引用格式：孙洋，黄建，赵振强，等. 二维三轴编织碳纤维复合材料的冲击响应及冲击后压缩行为[J]. 材料工程，2025，53(1)：211-218.
SUN Yang, HUANG Jian, ZHAO Zhenqiang, et al. Impact response and post-impact compression behavior of two-dimensional triaxially braided carbon fiber composites[J]. Journal of Materials Engineering, 2025, 53(1): 211-218.

二维三轴编织碳纤维复合材料的冲击响应及冲击后压缩行为

Impact response and post-impact compression behavior of two-dimensional triaxially braided carbon fiber composites

孙　洋[1]，黄　建[1*]，赵振强[2]，周海丽[1]，李　超[1]，张立泉[1]，张　超[2,3]
（1 南京玻璃纤维研究设计院有限公司，南京 210012；2 西北工业大学航空学院，西安 710072；3 西北工业大学 民航学院，西安 710072）
SUN Yang[1], HUANG Jian[1*], ZHAO Zhenqiang[2], ZHOU Haili[1], LI Chao[1], ZHANG Liquan[1], ZHANG Chao[2,3]
(1 Nanjing Fiberglass Research and Design Institute Co., Ltd., Nanjing 210012, China; 2 School of Aeronautics, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China; 3 School of Civil Aviation, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China)

摘要：采用树脂传递塑膜工艺制备碳纤维二维三轴编织复合材料，分别通过空气炮系统和落锤冲击实验系统开展了二维三轴编织复合材料在不同冲击能量下的高、低速冲击实验，并通过超声C扫描获取了不同冲击能量下的分层损伤情况，分析了二维三轴编织复合材料的高、低速冲击响应及损伤失效特性。然后，对低速冲击试样开展压缩实验，结合数字图像同步测试技术，阐明了不同冲击能量下二维三轴编织复合材料的冲击后压缩性能。结果表明，在低速冲击载荷下，随着冲击能量的增加，二维三轴编织复合材料的损伤面积等比例增大，但能量吸收增大了近2倍，在6.7 J/mm的冲击能量下，材料内部产生严重的损伤，导致其剩余强度大幅下降。二维三轴编织复合材料的弹道极限速度约为138.5 m/s，当弹体入射速度大于弹道极限速度时，其损伤面积随弹体入射速度的增大而降低。

关键词：二维三轴编织；碳纤维复合材料；高速冲击；低速冲击；冲击后压缩
doi：10.11868/j.issn.1001-4381.2023.000867
中图分类号：TB33；V258　**文献标识码**：A　**文章编号**：1001-4381(2025)01-0211-08

Abstract: The two-dimensional triaxially braided composites are prepared by the resin transfer molding process. The mechanical response of two-dimensional triaxially braided composite under high and low velocity impact are investigated through the air gun system and drop hammer impact test system with different energies. The delamination damage under different impact energies are obtained by ultrasonic C-scan to analyze the damaged failure characteristics. The behaviors of compression after impact are studied in combination with digital image correlation. It is shown that the damaged area of the two-dimensional triaxially braided composite increases proportionally with the low velocity impact energy, but the energy absorption increases almost 2 times. Severe damage occurs and extends along the axial fiber under impact with an energy of 6.7 J/mm, leading to a significant reduction in its residual strength. The ballistic limit velocity of the two-dimensional triaxial braided composite is about 138.5 m/s. The projectile is embedded in the plate. When the impact velocity is greater than the ballistic limit velocity, a rectangular hole is formed on the impact surface, and a tearing fracture can be observed on the back surface. The damage area decreases with the increase of the incident velocity.

Key words: two-dimensional triaxially braid; carbon fiber composite; high velocity impact; low velocity impact; compression after impact

在冰雹、砂石、飞鸟的撞击作用下，高速旋转的航空发动机风扇叶片很可能断裂飞出，穿透机体危及飞行安全，因此发动机机匣必须具有一定的包容能力[1]。在燃油效率和推重比不断提高的驱动下，航空发动机风扇机匣先后经历了全金属结构机匣、金属与复合材料组合机匣、全复合材料结构机匣3个阶段。全复合材料硬壁包容机匣首次在美国GE公司的GEnx涡扇发动机上得到应用，由碳纤维二维三轴编织物经环氧树脂增韧制备，成功使包容效率提升了约30%，单台发动机减重160 kg[2-4]。

作为航空发动机中尺寸最大的静止结构件，复合材料机匣在成型、装配和服役过程中不可避免地遭受冲击载荷的作用，其中低速冲击会造成材料内部分层失效，严重削弱其承载能力，而抗高速冲击性能是评估复合材料风扇机匣包容性的重要指标。因此，开展高、低速冲击和冲击后压缩（compression after impact，CAI）性能的研究对提高复合材料构件可靠性和包容性具有重要意义。大量的研究表明，复合材料平板的高速冲击响应和损伤过程受冲击速度[5]、冲头质量及形状[6]、平板铺层方案[7-8]等因素的影响。Villanueva等[7]和Kim等[8]的研究均表明，相比于单向铺层复合材料，二维织物铺层复合材料在高速冲击载荷下的分层损伤面积更小，抗冲击能力更好。二维三轴编织复合材料由两根纤维束分别以±60°的方向绕0°的轴向纤维束周期性交织穿插而成，复杂的编织结构给材料的冲击性能研究带来了困难，目前针对二维三轴编织复合材料冲击性能的研究主要来自美国A&P技术公司、NASA格林研究中心和美国Arkon大学。Griffiths[9]的研究结果表明，二维三轴编织复合材料有效抵抗了层间分层，限制了损伤的大面积扩展。Roberts等[10]采用明胶弹对二维三轴编织复合材料平板进行了高速冲击实验，发现初始损伤是靶板背弹面中心区域的纤维拉伸断裂，随后裂纹沿±60°方向快速扩展，冲击造成的损伤面积仅稍大于初始撞击区域面积。随后，Cheng[11]通过实验研究了编织角对二维三轴编织复合材料软体冲击临界穿透速度的影响。在国内，赵振强[12]的研究表明，二维三轴编织复合材料同样对硬物的高速冲击表现出了良好的抗冲击和止裂特性，破坏区域集中在撞击点周围。Liu等[13]采用钛合金圆柱弹体冲击二维三轴编织复合材料平板，分析了其在高速冲击载荷下的破坏模式。

区别于高速冲击，低速冲击造成的损伤通常难以发现，目视不可见的损伤可能导致复合材料突然和灾难性的失效。在低速冲击中复合材料板的损伤形态随着冲击能量的提升而改变，沈真等[14-15]的研究发现冲击凹坑深度和冲击能量之间的关系曲线有明显的拐点，并提出用拐点附近的剩余压缩强度值表征复合材料的损伤容限。王心淼等[16]通过落锤冲击实验研究了多轴向机织复合材料的低速冲击损伤特性，发现斜向纱的引入可增强其承载能力和能量吸收。Yu等[17]的实验结果同样表明，纤维束在空间中的交织提升了机织复合材料的损伤阻抗。刘鹏等[18]基于红外热成像技术研究了二维三轴编织复合材料的抗低速冲击性能和剩余压缩强度。

作为一种具有潜力、易于实现自动化的编织复合材料，二维三轴复合材料因其良好的止裂能力在航空发动机上得到了应用，但复杂的编织结构给其性能的研究带来了挑战，开展高、低速冲击性能的综合研究对提高航空发动机构件的可靠性和包容性具有重要意义。本工作分别开展二维三轴编织碳纤维复合材料在不同冲击能量下的高、低速冲击实验，采用超声C扫描表征和对比分析分层损伤情况。然后，对低速冲击后的试样开展CAI实验，结合数字图像相关技术（digital image correlation，DIC）采集试样表面的应变分布。

1 实验材料与方法

1.1 实验材料制备

二维三轴编织结构由两根偏轴纤维束分别沿±60°方向绕轴向纤维束周期性交织穿插而成，如图1所示，其中轴向纤维束沿0°方向，对应编织复合材料的轴向方向，将面内垂直于轴向的方向定义为横向方向。本实验中的二维三轴编织复合材料由10层二维三轴织物堆叠而成，厚度为5 mm，编织物预制体采用T700碳纤维束（购自威海拓展纤维有限公司）编织而成，采用树脂传递模塑（resin transfer moulding，RTM）工艺增韧固化，将碳纤维预制体铺敷在模具中，在模具温度达到50 ℃左右时，将环氧树脂LT5078（购自惠柏新材料科技（上海）股份有限公司）以0.1 MPa的压力注入闭合模具，完成充模，80 ℃下固化2 h。固化结束后待温度降至室温脱模，得到二维三轴编织碳纤维复合材料平板，碳纤维体积分数为58.37%。

1.2 实验方法

1.2.1 低速冲击实验

低速冲击实验和冲击后压缩实验分别参照标准ASTM D7136和ASTM D7137进行。低速冲击实验在Instron 9250HN试验机上进行，采用直径为16 mm、质量为5.6 kg的半球形钢头对试样施加冲击载荷，冲击试样由尺寸为100 mm×150 mm的矩形夹具夹持边

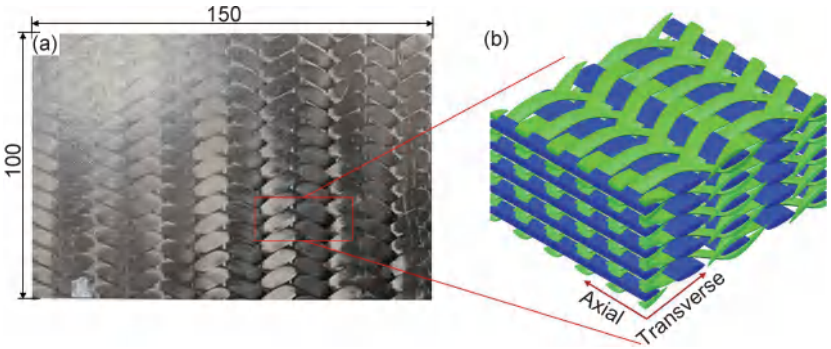


图 1　二维三轴编织碳纤维复合材料低速冲击平板试样(a)及编织结构(b)

Fig. 1　Two-dimensional triaxially braided carbon fiber composite specimen(a) and its braided architecture(b)

缘,有效冲击区域为 75 mm×125 mm,实验设置如图 2 所示。本工作选取的冲击能量为 3.3 J/mm 和 6.7 J/mm,实验过程中分别采用载荷传感器和位移传感器记录冲击力和时间、位移的关系等数据。

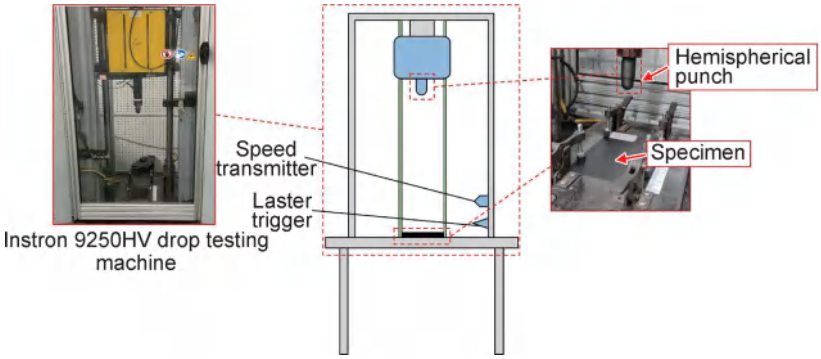


图 2　低速冲击实验装置

Fig. 2　Low-velocity impact test machine

1.2.2　冲击后压缩实验

低速冲击实验结束后,采用超声 C 扫描仪对冲击后试样进行无损检测。随后,采用 ASTM D7137 标准推荐的夹具约束冲击后的试样,在 PLD/250 kN 电液伺服动静实验机上进行压缩实验,加载速率为 2.5 mm/min。采用 DIC 技术采集试样冲击背面的位移场和应变场,在试样表面喷涂白色底漆和黑色散斑,结合大恒工业相机拍摄试样表面,采集频率为 2 Hz,相关实验装置如图 3 所示。由于二维三轴编织复合材料机匣在制造时,首先在编织机上将碳纤维束编织成 0°与±60°结构的编制筒,然后通过芯轴的转动将编织筒缠绕在预设的机匣形状上,材料的轴向(0°纤维方向)为机匣的周向,横向为机匣的轴向。在服役过程中,机匣的轴向为主要承载方向,因此本文中的冲击后压缩载荷沿二维三轴编织复合材料的横向引入。为了对比冲击后的剩余压缩强度,本工作参照标准

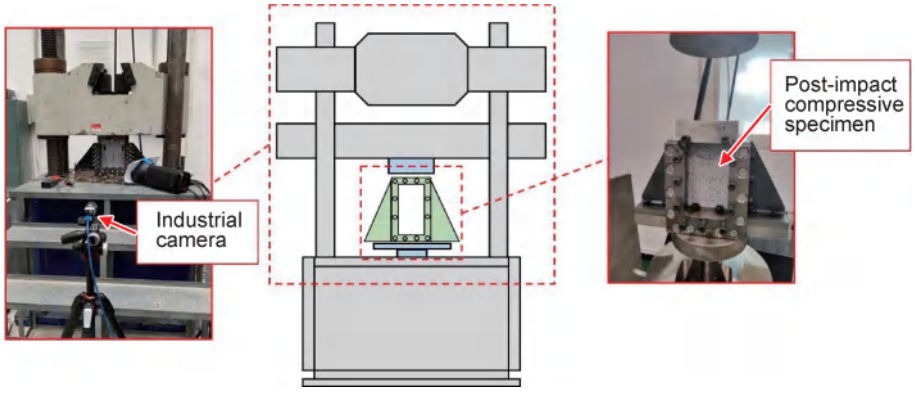


图 3　冲击后压缩实验装置

Fig. 3　Compression-after-impact test machine

ASTM D6641 对二维三轴编织复合材料开展了压缩实验，得到其横向平均压缩模量为 39.74 GPa，平均压缩强度为 325.78 MPa。

1.2.3 高速冲击实验

为研究二维三轴编织复合材料的包容性，采用空气炮系统进行弹道冲击实验，如图 4 所示。复合材料平板通过四周固支的方式夹持，有效冲击区域为 200 mm×200 mm，为保持弹体冲击姿态，靶板与出弹口距离约为 205 mm。采用尺寸为 50 mm×50 mm×6 mm，质量约为(65±1) g 的长方体钛合金弹片冲击复合材料平板，并通过 3D 打印弹托固定。在航空发动机机匣的包容性问题中，考虑到飞断叶片的质心速度，本工作在 130～200 m/s 范围内选取 3 种不同的冲击速度进行实验，为了记录弹片在实验过程中的冲击姿态和冲击速度，在平板的前方、侧方各放置一台高速摄像机，拍摄频率为 30000 帧/s。高速冲击实验结束后，采用超声 C 扫描对复合材料平板进行检测，获取 3 种冲击速度下平板的损伤形态和面积。

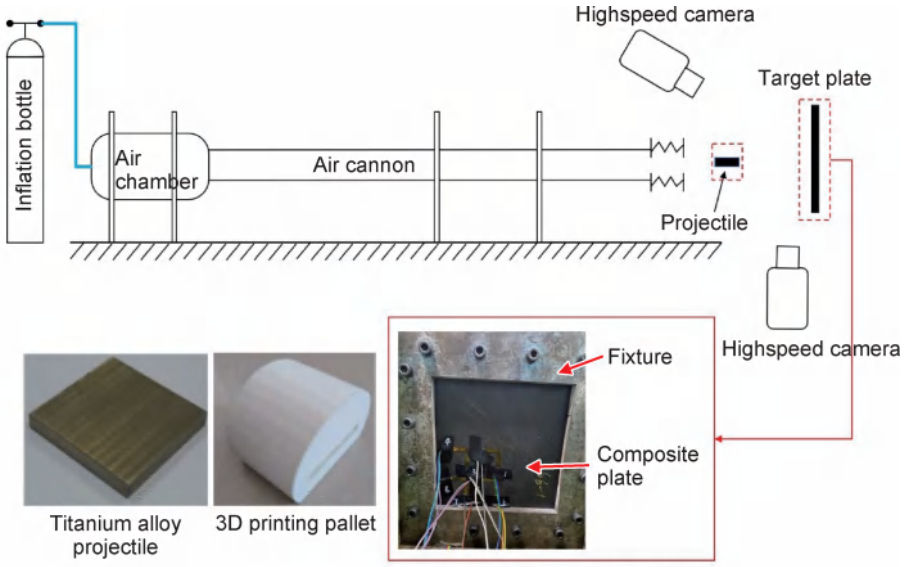


图 4 高速冲击实验系统

Fig. 4 High-velocity impact test system

2 结果与分析

2.1 低速冲击特性

图 5(a)所示为 3.3 J/mm 和 6.7 J/mm 冲击能量下二维三轴编织复合材料的冲击力-时间曲线，材料在两种冲击能量下的反作用力峰值分别为 9.90 kN 和 14.33 kN。整个冲击过程大致可以分为 3 个阶段，在初始加载阶段，冲头与试样接触，载荷随时间的增加而增大，试样处于弹性变形阶段；随着冲击时间增加，载荷上升趋势变缓，在这一阶段，二维三轴编织复合材料出

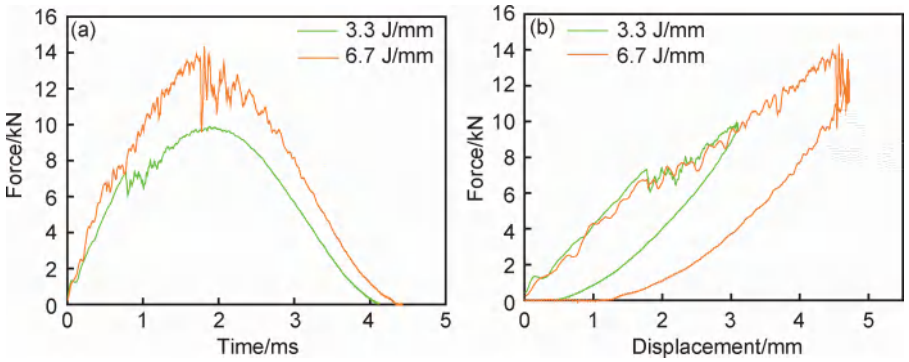


图 5 低速冲击力学响应

(a)载荷-时间曲线；(b)载荷-位移曲线

Fig. 5 Mechanical responses under low-velocity impact

(a)force-time curves; (b)force-displacement curves

现第一次载荷骤降，表明复合材料内部产生纤维/基体界面开裂、层间开裂等初始损伤，之后载荷以波动形式继续增大，在 6.7 J/mm 的冲击能量下，二维三轴编织复合材料在冲击接触时间为 1.75 ms 时，载荷达到峰值，随后骤降至 9.58 kN，此时材料内部结构产生基体开裂、纤维断裂，分层损伤急剧扩展；然后进入卸载阶段，冲击力-时间曲线平稳下降，直至冲头与试样完全分离。

图 5(b)为两种冲击能量下二维三轴编织复合材料的冲击力-位移曲线。两条曲线在加载阶段斜率非常接近，随着试样损伤的萌生，载荷波动达到峰值后开始下降，在两种能量下试样加载点位移的峰值分别为 3.09 mm 和 4.71 mm，且在卸载段都产生了不同程度的残余变形。

分别对两种能量冲击后的试样进行超声 C 扫描检测，得到的损伤分布如图 6(a)所示。在 3.3 J/mm 的冲击能量下，x 轴向和横向分布相对均匀，损伤区域沿轴向和横向的尺寸相差不大；在 6.7 J/mm 的冲击能量下，材料的损伤明显向轴向扩展。由图 6(b)可知，当冲击能量由 3.3 J/mm 增大至 6.7 J/mm 时，损伤面积接近等比例增大，但能量吸收量增大了约 2 倍。在较低的冲击能量下，复合材料的损伤以分层为主，随着冲击能量提升，复合材料内部出现大量的纤维断裂损伤，相比于分层，这种损伤失效模式吸收的能量更多。

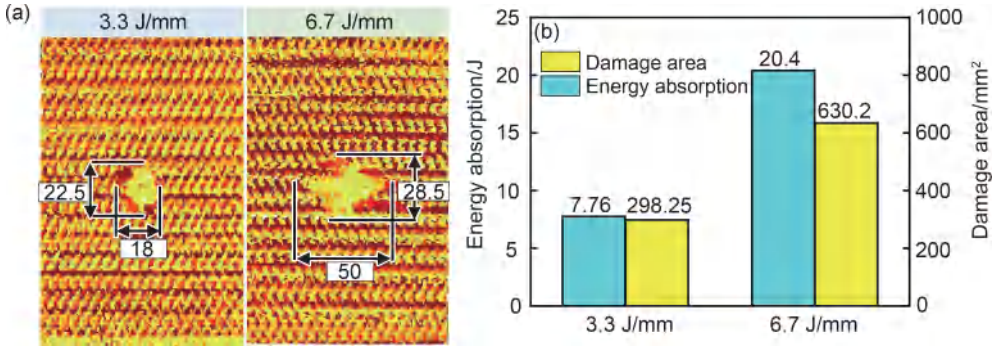


图 6　二维三轴编织复合材料抗低速冲击性能

(a)分层损伤；(b)损伤面积和能量吸收

Fig. 6　Impact resistance of two-dimensional triaxially braided composites

(a)delamination damage; (b)damage area and energy absorption

2.2　冲击后压缩强度(CAI)

二维三轴编织复合材料在 3.3 J/mm 和 6.7 J/mm 两种冲击能量下的冲击后压缩应力-应变曲线和破坏前的压缩应变云图分别如图 7 所示，两种能量冲击后试样的压缩应力-应变曲线总体仍旧呈现线弹性和脆性断裂的特征。由表 1 可知，在 3.3 J/mm 的冲击能量下，复合材料的强度损失了约 18.91%，当能量增大至 6.7 J/mm 时，材料的剩余强度仅为无损压缩试样的一半。倾斜的斜向纱在压缩载荷的作用下产生了附加弯矩，挤压纤维束交织区域的树脂，在试样表面形成了沿轴向分布的高应变带。如图 7(b-1)所示，在 3.3 J/mm 的冲击能量下，冲击点周围的树脂开裂、分层，冲击试样表面形成了局部的应变集中。如图 7(b-2)所示，在 6.7 J/mm 的冲击能量下，试样表面没有产生规律的应变带，冲击点周围区域的应变集中现象更加显著，这主要是由于材料内部产生了纤维断裂等严重的损伤失效，同时分层失效区域增大，破坏了应力在编织结构中的传递路径，大幅度降低了材料的承载能力。

图 8 为二维三轴编织复合材料在 3.3 J/mm 和 6.7 J/mm 两种冲击能量下的冲击后压缩失效形貌。两种试样的断裂形貌基本一致，以斜向纤维束的断裂和开裂为主要失效模式，两根斜向纱交织区域的树脂在附加弯矩的作用下开裂损伤，导致斜向纱失去支撑发生断裂，因此试样的断口沿斜向纱的交织区分布。

2.3　高速冲击特性

钛合金弹体分别以 138.5，153.4，176.3 m/s 的速度入射二维三轴编织复合材料平板，其冲击后试样的照片如图 9 所示。在 138.5 m/s 的入射速度下，弹体刚好嵌入平板，平板背面的纤维在拉伸和弹体冲击剪切作用下断裂失效，因此可以认为 138.5 m/s 基本接近二维三轴编织复合材料的弹道极限；当入射速度超过弹道极限时，平板在应力波的作用下分层开裂，层内纤维和基体在弹体的冲击剪切作用下断裂挤出，导致背弹面的纤维受拉伸作用产生断裂失效，随后弹体穿透平板形成撕裂断口；随着入射速度进一步增大，靠近背弹面且已经变成薄层的材料在弹体的带动下以一定的速度向后运动，最终部分铺层在分层根部区域

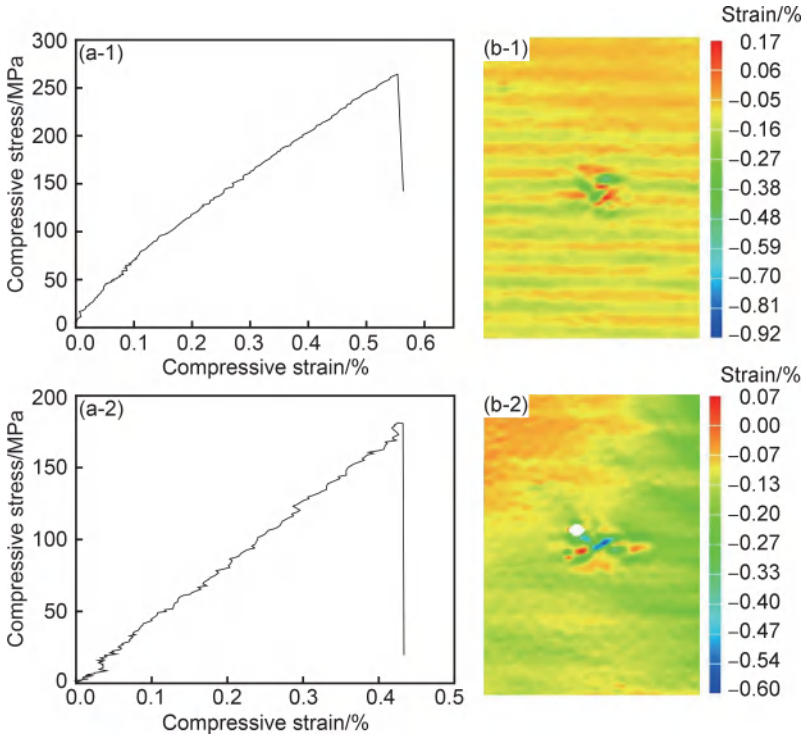


图 7　3.3 J/mm(1)和 6.7 J/mm(2)冲击能量下压缩应力-应变曲线和破坏前 DIC 应变分布

(a)压缩应力-应变曲线;(b)破坏前 DIC 应变分布

Fig. 7　Compressive stress-strain curve and DIC strain distribution under impact energy of 3.3 J/mm(1) and 6.7 J/mm(2)

(a)compressive stress-strain curve;(b)DIC strain distribution before fracture

表 1　二维三轴编织复合材料剩余强度

Table 1　Residual strength of two-dimensional triaxially braided composites

Compressive strength/MPa	Residual strength/MPa		Ratio of residual strength/%	
	3.3 J/mm	6.7 J/mm	3.3 J/mm	6.7 J/mm
325.78	264.17	165.67	81.09	50.85

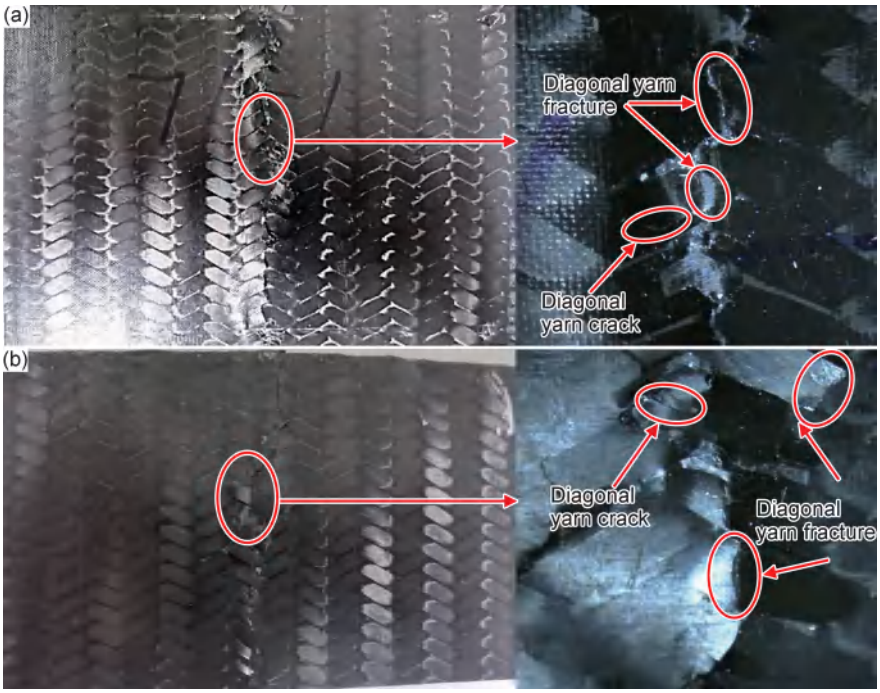


图 8　样品在不同冲击能量下的压缩失效形貌　(a)3.3 J/mm;(b)6.7 J/mm

Fig. 8　Compressive failure morphology of specimen under different impact energies　(a)3.3 J/mm;(b)6.7 J/mm

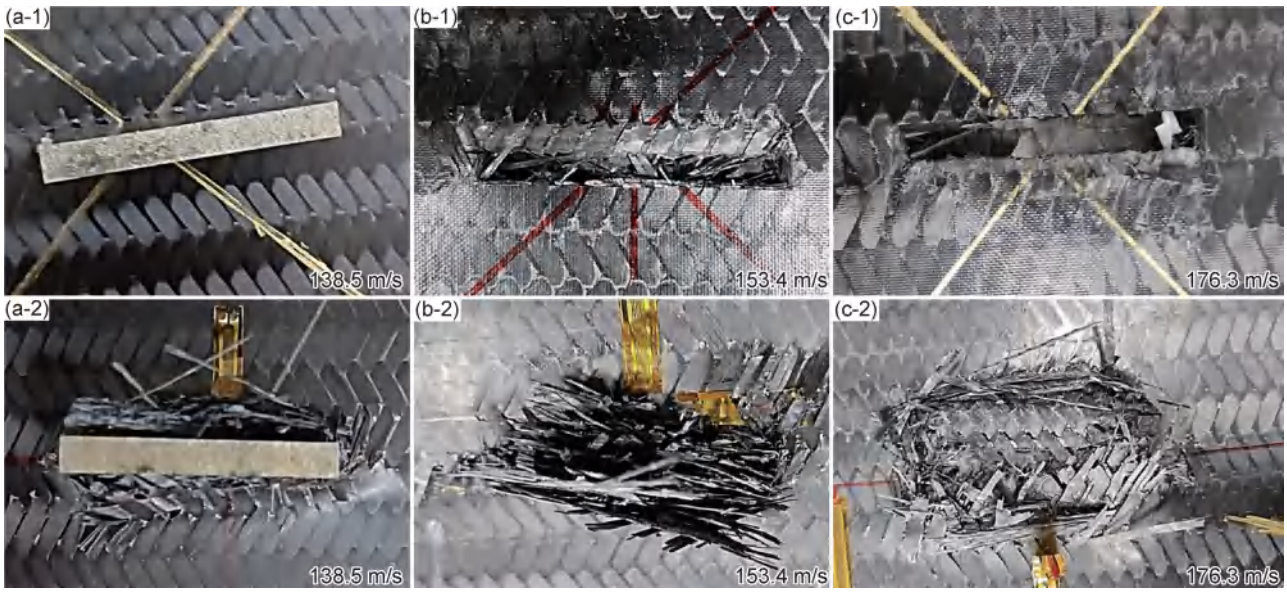


图 9　不同入射速度下复合材料平板的正面(1)和背面(2)损伤形貌

(a)138.5 m/s;(b)153.4 m/s;(c)176.3 m/s

Fig. 9　Impact surface(1) and back surface(2) damage morphology of composite plate under different impact velocity

(a)138.5 m/s;(b)153.4 m/s;(c)176.3 m/s

折断脱落,形成炸裂形的损伤,同时,从根部折断飞出的平板冲击产物也会带走相应的动能。

图 10 所示为 3 种入射速度下二维三轴编织复合材料平板的超声 C 扫描图像。平板内部出现大面积分层损伤,损伤区域面积在弹道极限速度下最大,当弹体的入射速度超过弹道极限时,损伤区域面积随速度增大而减小,如图 11 所示。在弹道极限速度下,弹体刚好嵌入平板,冲击能量几乎全部被二维三轴编织复合材料吸收,转化为纤维束断裂、分层等损伤和平板的塑性变形,因此损伤区域的面积最大。分层损伤由冲击应力波在平板中的传播导致,是二维三轴编织复合材料的主要吸能方式,随着入射速度的增大,弹体的冲击速度与应力波的传播速度间的相对关系发生转变,应力波还没有传递到距离冲击点较远的区域冲击过程就已经结束,因此弹体的剩余动能更高,复合材料平板的损伤区域变小。

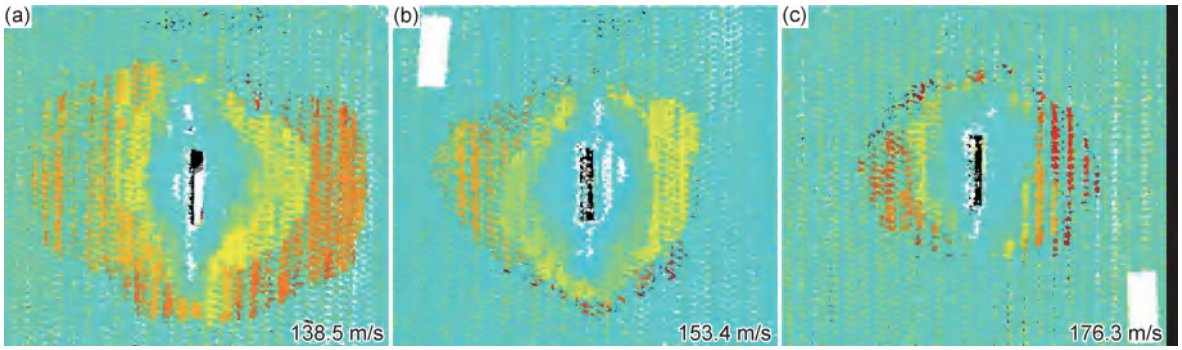


图 10　不同入射速度下复合材料平板的超声 C 扫描图

(a)138.5 m/s;(b)153.4 m/s;(c)176.3 m/s

Fig. 10　Ultrasonic C-scan images of composite plates under different impact velocity

(a)138.5 m/s;(b)153.4 m/s;(c)176.3 m/s

3　结论

(1)分层是二维三轴编织复合材料的主要吸能方式,在低速冲击载荷下,损伤面积随冲击能量等比例增大,但能量吸收增大了近 2 倍。

(2)二维三轴编织复合材料的冲击后压缩应力-应变曲线呈线弹性和脆性断裂特征,倾斜的斜向纱在压缩载荷的作用下产生附加弯矩,导致了以斜向纤维束的断裂和开裂为主的失效模式。在 6.7 J/mm 的冲击能量下,材料损伤明显向轴向扩展,内部产生了纤

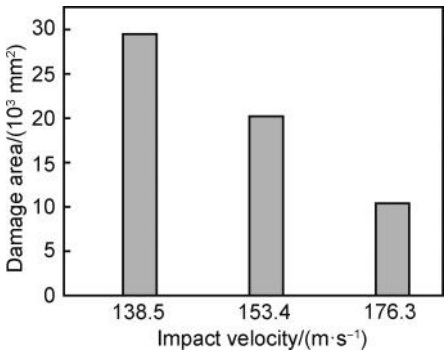


图 11 不同入射速度下复合材料平板的损伤面积

Fig. 11 Damage area of composite plates under different impact velocity

维断裂等严重损伤,大幅度降低了材料的承载能力。

(3) 二维三轴编织复合材料的临界穿透速度约为 138.5 m/s,其高速冲击破坏模式与冲击速度有关,在较低的冲击速度下,复合材料背弹面的纤维在拉伸作用下断裂,形成撕裂断口,随着冲击速度的增大,背弹面的纤维随弹体运动折断脱落,形成炸裂断口。

参考文献

[1] BUCHROITHNER A, HAIDL P, BIRGEL C, et al. Design and experimental evaluation of a low-cost test rig for flywheel energy storage burst containment investigation[J]. Applied Science, 2018, 8(2): 2622.

[2] 李军, 刘燕峰, 倪洪江, 等. 航空发动机用树脂基复合材料应用进展与发展趋势[J]. 材料工程, 2022, 50(6): 49-60.
LI J, LIU Y F, NI H J, et al. Application progress and development trend[J]. Journal of Materials Engineering, 2022, 50(6): 49-60.

[3] 顾善群, 张代军, 付善龙,等. 碳纤维/双马树脂复合材料抗高速冲击性能[J]. 材料工程, 2021, 49(11): 73-82.
GU S Q, ZHANG D J, FU S L, et al. Anti-high speed impact properties of carbon fiber/bismaleimide resin composites[J]. Journal of Materials Engineering, 2021, 49(11): 73-82.

[4] 冯振宇, 迟琪琳, 崔怀天等. 平纹机织与 2.5D 机织复合材料平板弹道冲击特性对比[J]. 航空学报, 2022, 43(5): 425116.
FENG Z Y, CHI Q L, CUI H T, et al. Comparison of ballistic impact behaviors between plain woven and 2.5D woven fabric composite plates[J]. Acta Aeronautica et Astronautica Sinica, 2022, 43(5): 425116.

[5] ZABALA H, ARETXABALETA L, CASTILLO G, et al. Impact velocity effect on the delamination of woven carbon-epoxy plates subjected to low-velocity equienergetic impact loads[J]. Composite Science of Technology, 2014,94: 48-53.

[6] ICTEN B, KIRAL B, DENIZ M. Impactor diameter effect on low velocity impact response of woven glass epoxy composite plates[J]. Composites Part B: Engineering, 2013, 50: 325-332.

[7] VILLANUEVA G, CANTWELL W. The high velocity impact response of composite and FML-reinforced sandwich structures [J]. Composite Science and Technology, 2004, 64(1): 35-54.

[8] KIM J, SHAM M. Impact and delamination failure of woven-fabric composites[J]. Composite Science and Technology, 2000, 60(5): 745-761.

[9] GRIFFITHS B. Composite fan blade containment case[J]. High-performance Composites, 2005(5): 76-78.

[10] ROBERTS G D, PEREIRA J M, REVILOCK D M, et al. Ballistic impact of braided composites with a soft projectile[J]. Journal of Aerospace Engineering, 2002, 18(1): 3-7.

[11] CHENG J. Material modeling of strain rate dependent polymer and 2D triaxially braided composites[D]. Akron: University of Akron, 2006.

[12] 赵振强. 二维三轴编织复合材料的动态力学行为与失效机理[D]. 西安: 西北工业大学, 2019.
ZHAO Z Q. Dynamic mechanical behavior and failure mechanism of two-dimensional triaxially braided composites[D]. Xi'an: Northwestern Polytechnical University, 2019.

[13] LIU L, XUAN H, CHEN G, et al. Ballistic impact testing and analysis of triaxial braided composite fan case material[J]. Advanced Materials Research, 2012, 535/537: 121-132.

[14] 沈真, 杨胜春, 陈普会. 复合材料抗冲击性能和结构压缩设计许用值[J]. 航空学报, 2007, 28(3): 561-566.
SHEN Z, YANG S C, CHEN P H. Behaviors of composite materials to withstand impact and structural compressive design allowableness[J]. Acta Aeronautica et Astronautica Sinica, 2007, 28(3): 561-566.

[15] 沈真, 张子龙, 王进, 等. 复合材料损伤阻抗和损伤容限的性能表征[J]. 复合材料学报, 2004, 21(5): 140-145.
SHEN Z, ZHANG Z L, WANG J, et al. Characterization of damage resistance and damage tolerance behaviour of composite laminates[J]. Acta Materiae Compositae Sinica, 2004, 21(5): 140-145.

[16] 王心淼, 陈利, 焦伟, 等. 多轴向三维机织复合材料的低速冲击力学性能[J]. 材料导报, 2020, 34(7): 14191-14197.
WANG X M, CHEN L, JIAO W, et al. Low-velocity impact properties of multiaxial 3D woven composites[J]. Materials Reports, 2020, 34(7): 14191-14197.

[17] YU L, JIN L, NIU Z, et al. Experimental investigation on the low-velocity impact damage of 3D angle-interlock woven composites[J]. Advanced Materials Research, 2012, 487: 793-797.

[18] 刘鹏, 蔡应龙, 顾佳辉, 等. 基于红外热成像的编织复合材料低速冲击和冲击后压缩试验研究[J]. 爆炸与冲击, 2022, 42(6): 063101.
LIU P, CAI Y L, GU J H, et al. Experimental research on low-velocity impact and compression after impact of braided composites based on infrared thermal imaging[J]. Explosion and Shock Waves, 2022, 42(6): 063101.

基金项目:江苏省自然科学基金资助项目(BK20220165,BK20222017)
收稿日期:2023-12-26;**修订日期**:2024-09-19

通讯作者:黄建(1989—),男,高级工程师,博士,研究方向为复合材料强度及损伤,联系地址:江苏省南京市江宁区彤天路99号南京玻璃纤维研究设计院有限公司(210012),E-mail:huangjian201305@163.com

(本文责编:齐 新)

一代材料 一代装备

北京航空材料研究院股份有限公司
BAIMTEC MATERIAL CO.,LTD.

About us 公司简介

北京航空材料研究院股份有限公司（简称：航材股份；股票代码：688563）由中国航发北京航空材料研究院控股，是中国航空发动机集团有限公司下属航空新材料综合性上市公司。公司位于中关村高新技术园区，是一家主要从事航空、航天用部件及材料研发、生产和销售的高新技术企业，公司首批入选国资委“科改示范行动”，通过AS9100宇航质量体系认证。

公司业务面向钛合金精密铸造、橡胶与密封材料、飞机座舱透明件和高温合金母合金等领域。掌握钛合金薄壁复杂结构件精密铸造技术，承担国际知名民用航空发动机钛合金机匣以及国内大部分航空发动机用钛合金机匣等构件的研制生产；掌握橡胶密封型材、弹性元件核心技术，并进行氟醚橡胶、全氟橡胶、改性聚硫低密度密封剂、防火密封剂、导电密封剂、高强度高硬度密封剂的批生产；掌握大曲率复杂外形有机玻璃透明件的结构、外形、电磁屏蔽等功能的设计制造技术和超轻薄型无机风挡玻璃成型技术，并可批量生产。拥有完整的铸造、粉末高温合金母合金制备技术体系，生产的高温合金母合金产品批量用于在役、在研的航空发动机高/低压工作叶片、导向叶片、结构件、涡轮盘等多种关键件、重要件。

公司始终面向航空航天新材料市场需求，持续推进自主创新，逐年加大研发投入，多年来形成一批高质量成果，在多个领域完成从无到有、从有到优的跨越，有力支撑航空、航天新材料研制。“一代材料、一代装备”，公司紧密聚焦国内飞机、直升机、航空发动机领域，深度融入国际宇航产业链，成为中国航发、航空工业和赛峰、GE航空、罗罗、空客等国际知名民用航空制造企业的重要供应商。

航空飞机领域	中国商飞 COMAC　AIRBUS　中国航空工业集团公司 AVIATION INDUSTRY CORPORATION OF CHINA
航空发动机领域	中国航空发动机集团 AERO ENGINE CORPORATION OF CHINA　中国航发商用航空发动机有限责任公司 AECC COMMERCIAL AIRCRAFT ENGINE CO., LTD　SAFRAN　GE Aerospace　Honeywell　ROLLS-ROYCE
航天领域	CASIC 中国航天科工集团有限公司　中国航天
其他领域	中国兵器工业集团有限公司　中国兵器装备集团有限公司　CSSC 中国船舶集团有限公司　无锡范尼韦尔工程有限公司　CASTPRO 卡仕精密科技　中国核工业集团有限公司 China National Nuclear Corporation　中兴通集团

www.baimtec.com.cn

股票代码：688563

《材料工程》编辑委员会

名 誉 主 任　陈祥宝

主　　任　杨　晖

副 主 任　李园春　陈　刚　吴文生

顾 问 委 员　（以姓氏笔画为序）

才鸿年　王玉忠　尹泽勇　邢丽英　向　巧　刘大响

刘正东　刘忠范　孙晋良　杜善义　李　卫　冷劲松

张平祥　张立同　张联盟　陈　光　周　廉　单忠德

赵振业　黄伯云　韩杰才　潘复生　薛其坤　魏炳波

委　　员　（以姓氏笔画为序）

马朝利　卢一平　朱怡超　刘兴江　刘雪峰　李　红

李　垚　李海涛　张少平　张代军　张国庆　张宝艳

张政军　张新全　陈张伟　郑玉峰　赵志国　祝世哲

姚俊臣　骆宇时　徐友良　徐樑华　郭广平　黄　旭

黄清江　曹文斌　梁秀兵　董世运　熊华平

主　　编　戴圣龙

副 主 编　李兴无　陆　峰

执行副主编　王俊丽　赵　淼

编辑部成员　解　宏　寇凤梅　王　晶　齐书涵　高　磊　辛玉婷

张宝玲　齐　新　张　琴　陈　卉

材料工程

（月刊）　（1956 年创刊）

2025 年1月　第53卷　第1期

JOURNAL OF MATERIALS ENGINEERING

（Monthly）　（Since 1956）

Vol. 53　No. 1　January 2025

主　　管　中国航空发动机集团有限公司

主　　办　中国航发北京航空材料研究院

编辑出版　《材料工程》编辑部

主　　编　戴圣龙

发　　行　《材料工程》编辑部

地　　址　北京 81 信箱 44 分箱(100095)

电　　话　010－62496276

传　　真　010－62496289

电子信箱　matereng@biam.ac.cn

网　　址　http://jme.biam.ac.cn

印　　刷　北京科信印刷有限公司

Competent Authority: Aero Engine Corporation of China

Sponsor: AECC Beijing Institute of Aeronautical Materials

Editor & Publisher: Journal of Materials Engineering

Editor-in-Chief: DAI Shenglong

Address: P. O. Box 81-44, Beijing 100095, China

Tel: +8610－62496276

Fax: +8610－62496289

E-mail: matereng@biam.ac.cn

Website: http://jme.biam.ac.cn

Printery: Beijing Kexin Printing Co., Ltd.

公开发行　**ISSN 1001-4381**　**CN 11-1800/TB**　本期2025 年1 月20 日出版　定价：80.00 元