

连续SiC纤维增强钛基复合材料 研制

黄浩,王敏涓,李虎,李四青,张书铭,李臻熙,黄旭,解川

(中国航发北京航空材料研究院,北京 100095)

[摘要] 钛基复合材料由于在中高温环境下具有很高的比强度、比模量以及良好的抗疲劳和抗蠕变特性,受到研究者的广泛关注。回顾了国内外该材料的发展历程,详细介绍了连续 SiC 纤维增强钛基复合材料的研制过程,包括 SiC 纤维制备、涂层制备、复合材料成型及构件制备等工艺过程。概述了研究团队近年来在连续 SiC 纤维增强钛基复合材料研究领域开展的工作及取得的进展,包括成功研制了高性能连续 SiC 纤维并实现小批量试制,设计了适用于不同增强基体合金的界面涂层,研究表明研制的 C 涂层可使复合材料经 1100℃处理后界面涂层保存较好;实现了 20~50μm 性能优异的钛合金、铝合金、高温镍合金先驱丝的沉积;完成了 Φ600mm×160mm 尺寸的复合材料环零件及 Φ50mm×300mm 转动轴部件的试制。最后对该材料未来的发展趋势进行了展望。

关键词: SiC 纤维;涂层;钛基复合材料;成型;制备工艺

DOI: 10.16080/j.issn1671-833x.2018.14.026



黄浩

博士、高级工程师,近年来主要从事 SiC 纤维增强钛基复合材料的研制工作,针对 SiC 纤维、涂层、钛合金沉积工艺、复合材料制备与表征进行了广泛研究。

连续 SiC 纤维增强钛基(SiC_f/Ti)复合材料具有高比强度、高比刚度以及良好的耐高温、抗蠕变及优异的疲劳性能,是适用于 600~800℃轻质结构的理想材料,并可在 1000℃高温下短时使用,因此在航空航天领域得到了广泛的应用。SiC_f/Ti 复合材料和典型航空用材料的比强度-温度关系如图 1^[1]所示。由图 1 可以看出,典型的近 α 钛合金,α₂-Ti₃Al、Ti₂AlNb、γ-TiAl 和 IN718 室温时比强度在 10~30km 范围内,800℃时比强度在 10~15km 范围内;而 SiC_f/Ti 复合材料在室温时比强度高达 40~55km,700℃时为 50km,远高于上述几种合金。

高应力载荷下的疲劳性能是转动部件选材最重要的设计准则之一,图 2^[1]反映了 SiC_f/Timetal 834

与 Timetal 834 两种材料分别在室温和 600℃条件下的疲劳性能(拉拉模式)。由图 2 可以看出,TMCs 不管是低周疲劳还是高周疲劳,均比基体材料提高 100% 以上,在 600℃条件下优势更为明显。600℃基体材料疲劳载荷为 400MPa,而 TMCs 的疲劳载荷超过了 1000MPa。

由于钛基复合材料是由增强体连续钨芯(或碳芯)SiC 纤维和基体钛合金或钛铝系合金复合而成。SiC_f/Ti 复合材料具有各向异性,纵向性能远远高于横向性能,比如纵向拉伸强度比基体强度高 1 倍以上(SiC_f/Timetal 834 室温强度可达 2400MPa^[2]),横向强度只有基体强度的 50%。因此 SiC_f/Ti 复合材料更适用于制备受力特点鲜明的构件,如叶环、涡轮轴、拉伸杆、活塞杆、蒙皮、弹

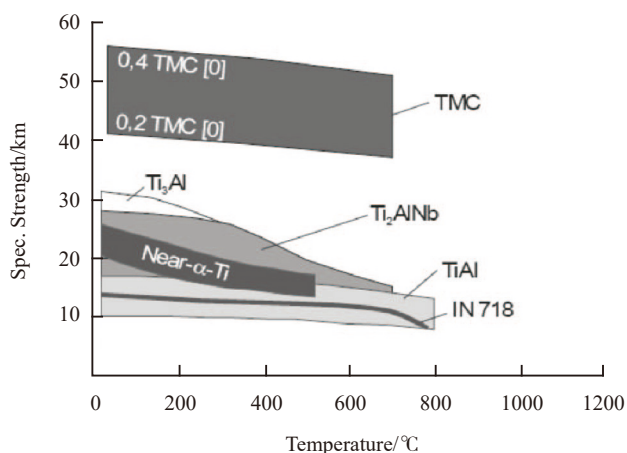


图1 TMCs及其他航空材料比强度与温度的关系

Fig.1 Specific strength and temperature dependence of TMCs and other aerospace materials

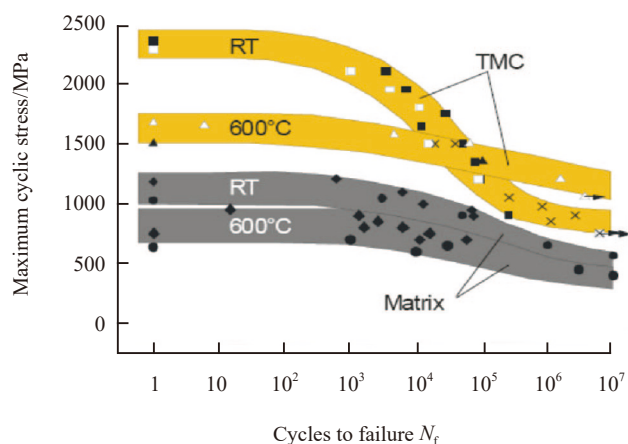


图2 TMCs和未增强基体材料的疲劳强度(拉拉模式)

Fig.2 Fatigue strength of TMCs in comparison to the unreinforced matrix material in the tension-tension mode

翼等^[3-4]。未来航空发动机用材料中,多个部件均可采用 SiC_f/Ti 复合材料制造,钛基复合材料的用量约占整个发动机材料的 30%,钛铝基复合材料约占 15%,如图 3 所示^[1]。

连续 SiC 纤维增强钛基复合材料的制备主要包括如下过程:

(1) 采用化学气相沉积(CVD)方法在直径 12~15 μ m 钨芯或直径 30~33 μ m 碳芯表面沉积 SiC 纤维;

(2) 采用 CVD 或物理气相沉积(PVD)的方法在 SiC 纤维表面沉积界面涂层,涂层主要作用在于阻止过度的界面反应,保护纤维,调节应力并实现载荷传递;

(3) 通过 PVD、电子束蒸镀(EBPVD)或等离子喷涂等方法在带涂层的 SiC 纤维表面涂覆钛合金或钛铝金属间化合物(简称先驱丝);

(4) 将先驱丝以一定方式缠绕或铺放制备成预成型件;

(5) 将毛坯件通过真空热压或热等静压实现毛坯件的成型;

(6) 将毛坯件经热处理和加工,最终实现典型件的制备。具体研制过程如图 4 所示。

本文将综述 SiC 纤维增强钛基复合材料的主要制备工艺过程,包括 SiC 纤维沉积、涂层研制、先驱丝制

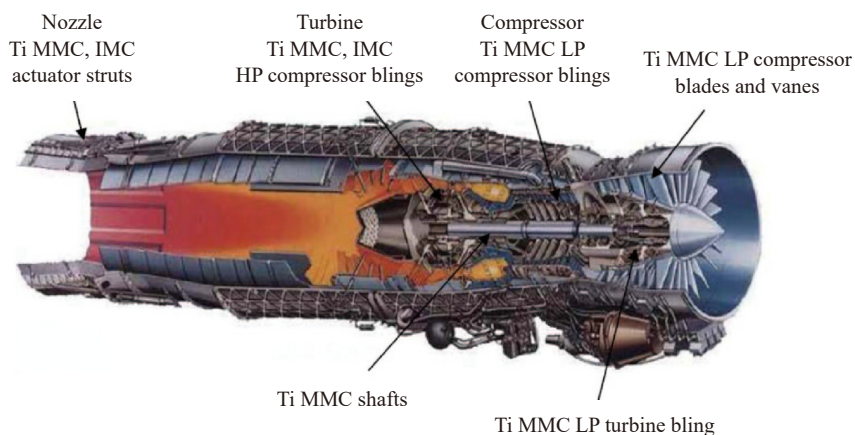


图3 TMCs在未来发动机上的应用

Fig.3 Potential application of titanium matrices composites for aero-engine

备及复合材料成型,并对钛基复合材料未来的发展进行展望。

高性能 SiC 纤维的研制

连续 SiC 纤维作为增强体,其性能和稳定性是影响 SiC_f/Ti 复合材料最终性能的关键因素之一。采用常压 CVD 方法制备 SiC 纤维时,通过水银封在 W 芯(C 芯)两端通电流加热到所需温度,通入原料气体并使其高温裂解后在载体上沉积 SiC 纤维。由于整个 CVD 过程只有大约 20~40s,且受沉积温度、沉积压力、各路气体流量、配比和张力的影响,因此对沉积过程的控制尤为重要^[5]。

其中温度是影响 SiC 纤维沉积最重要的因素,会对 SiC 纤维表面形貌、晶粒尺寸、应力和 Si/C 成分比均造成影响^[6-7]。

国际上制备 SiC 纤维的公司主要有美国 Textron 公司(SCS 系列)和英国 DERA 公司(Sigma 系列),其分别采用 C 芯和 W 芯作为载体沉积 SiC 纤维,拉伸强度均高于 3.6GPa。纤维主要以 SCS-6、Ultra SCS、SM1140+ 和 SM2156 为代表。SCS-6 与 SM1140+ 均由靠近芯材的细小晶粒与外部粗大晶粒构成, Ultra SCS 与 SM2156 的 SiC 层均为细小晶粒^[8-15]。目前

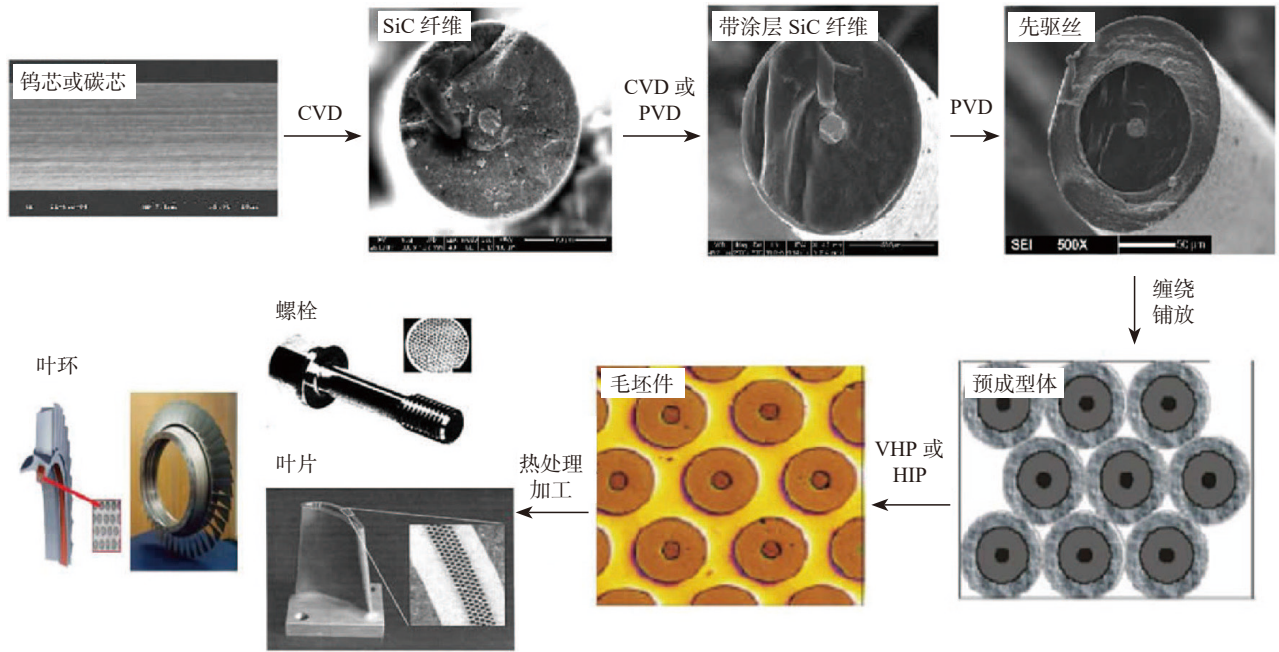


图4 连续SiC纤维增强钛基复合材料制备过程
Fig.4 Manufacturing route of continuous SiC fiber reinforced titanium matrix composites

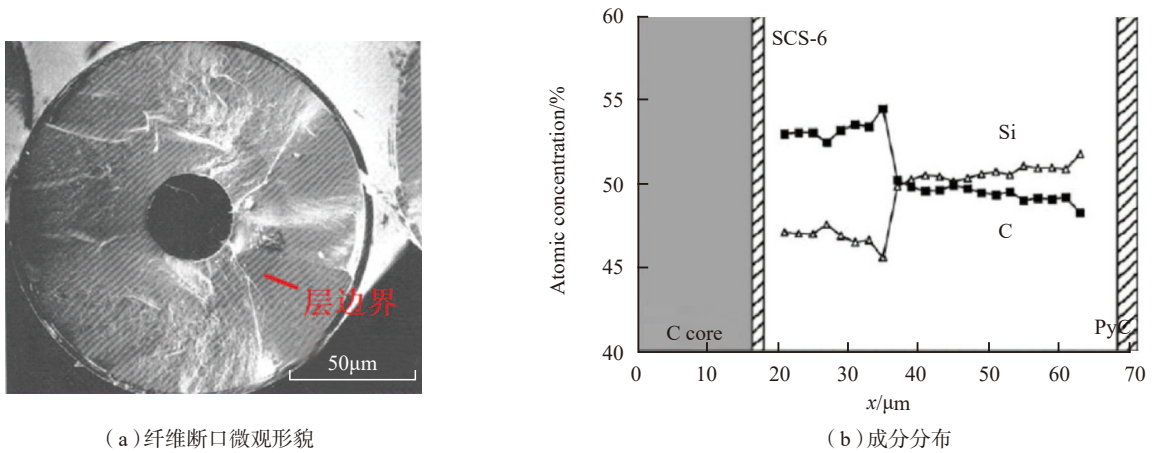


图5 SCS-6 纤维断口照片及成分分布
Fig.5 Fracture morphology and element distribution of SCS-6 fiber

国际上常用 SCS-6 纤维增强钛基复合材料,其微观形貌照片及成分分布如图 5 所示。

北京航空材料研究院和中科院金属所“九五”期间开始研制 SiC 纤维,目前室温抗拉强度均稳定在 3800MPa 以上且已实现小批量试制,最大拉伸强度为 5500MPa 的 SiC 纤维还处于实验室研究阶段。

国外 SCS 系列和 SM 系列 SiC 纤维均采用双层 SiC 结构,即接近芯材的富碳 SiC 层与外侧具有 1:1 Si/C 比

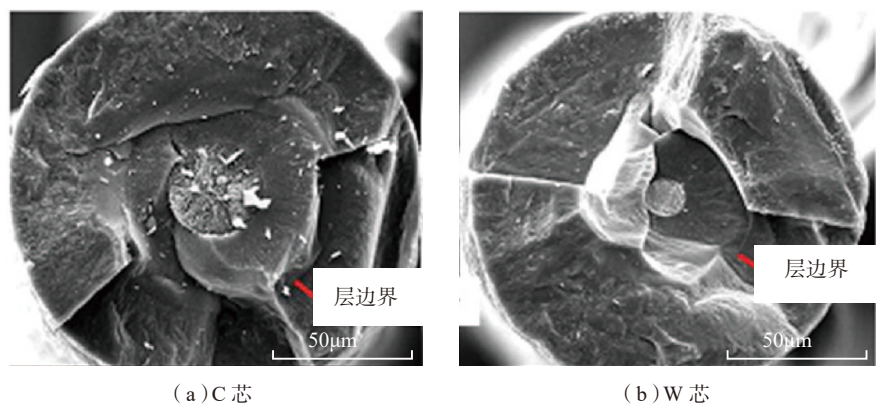


图6 双层C芯及W芯SiC纤维断口形貌
Fig.6 Fracture morphology for double-coating SiC fiber with C core and W core

的 SiC 层。北京航空材料研究院通过多沉积室的设计,分别制备了双层 C 芯 SiC 纤维及双层 W 芯 SiC 纤维,其断口形貌及 Si/C 比分别如图 6 和图 7 所示。

界面涂层研制

纤维表面涂层能有效地改善纤维与基体之间的浸润性,阻止过度的界面反应,提高复合材料的强度。表面涂层在复合材料界面起反应层、阻挡层和缓冲等作用,即表面涂层与基体发生适当的反应,提高界面的结合强度;同时也要阻止界面的过度反应以保护纤维,改善纤维与基体的化学相容性。另外,涂层在界面处作为过渡层,以缓解纤维与基体热膨胀系数和弹性模量不同而产生的界面应力,改善纤维与基体的物理相容性。表面涂层的选择要从材料的物理特性以及反应热力学和动力学等角度综合考虑。涂层既不能降低纤维的强度,又要在高温和长时间工作条件下保持界面的稳定。

界面反应涂层是影响复合材料性能的关键因素之一。研究表明采用无涂层及 2 μm 碳涂层的 SiC 纤维分别制备钛基复合材料性能差异较大。无涂层的钛基复合材料室温抗拉强度为 500MPa,具有 2 μm 碳涂层的钛基复合材料室温抗拉强度达到 1850MPa。理想的涂层不仅可以保护纤维,也可阻止界面反应并实现载荷传递,使复合材料的力学性能得到优化并提高^[16-18]。

国际上主要采用富碳涂层、C/Si 梯度涂层和 TiB₂ 涂层增强金属基复合材料。例如,英国 DERA 公司的 SM-1140+ 纤维和 SM2156 纤维涂层为富碳涂层,而 SM-1240 纤维涂层具有碳和 TiB_x 双结构;美国 Textron 公司的 SCS-2 纤维为具有 1 μm 厚的富碳涂层并在涂层外表面富硅,该纤维适用于 Al 基复合材料;SCS-6 纤维涂层表面有 3 μm 厚的富碳涂层,

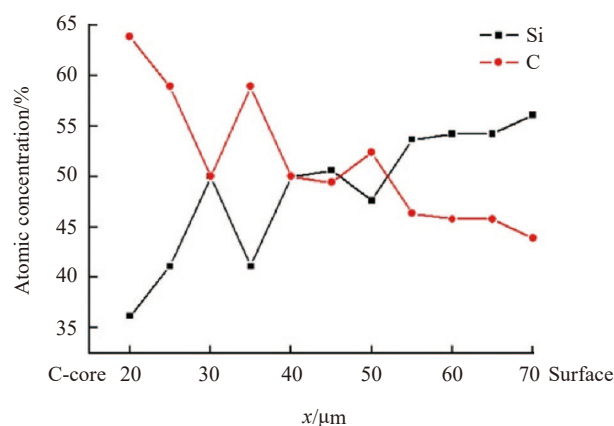
涂层外表面富硅,在距外表面 1.5 μm 厚处 Si 含量达到最高值,这种纤维适用于增强钛合金及陶瓷;SCS-8 纤维涂层表面有 6 μm 厚的微晶 β -SiC 和 1 μm 厚的富碳涂层,外表面同样富硅,这种纤维适用于制备形状较为复杂的铝基及镁基复合材料^[19-26]。此外,国外在 SiC 纤维表面也开发了 TiC、TiB₂、TiN、BN 等涂层^[27-31],但只是作为探索性研究并未实际应用。

北京航空材料研究院针对铝合金、钛合金、钛铝金属间化合物分别研发了 B₄C 涂层、C 涂层、TiC 涂层,3 种涂层的断口形貌如图 8 所示。目前研制的 3 种涂层中,TiC 涂层模量最高且硬度大,因此具有较大的应力,在制备过程中容易造成开裂等现

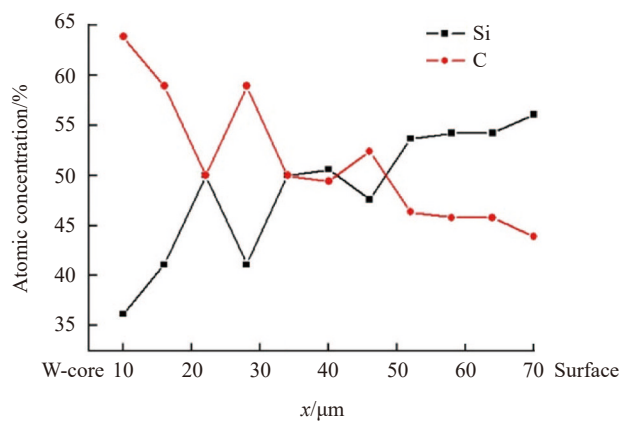
象,研制难度较大。通过调整涂层中 Ti/C 的比例,改善应力状态,解决了 TiC 涂层剥落和开裂等问题,实现了涂层的连续制备。TiC 涂层的高分辨 TEM 如图 9 所示。

从图 9 可以看出,TiC 由两种结构组成,一是晶粒尺寸大约为 5nm 的结晶相,二是大量的非晶相。非晶相包裹了结晶相,形成复合膜结构。X 射线衍射分析结果表明结晶相为 TiC,XPS 结果表明非晶相为 α -C:H。通过调整 C 含量,涂层由完全结晶的 TiC 变成了非晶 α -C:H 包裹纳米晶 TiC 的复合结构,优化后的涂层结构更有利于阻止过度界面反应的发生^[32-33]。

自行研制的涂层在保护纤维和



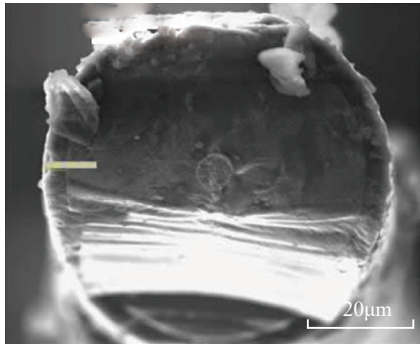
(a) C 芯



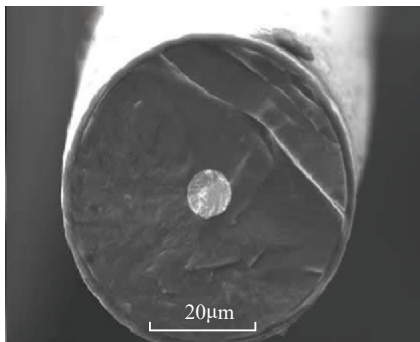
(b) W 芯

图7 双层C芯SiC纤维及双层W芯SiC纤维成分

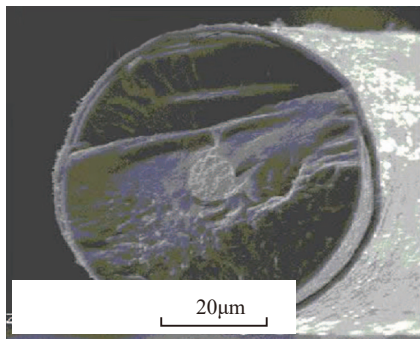
Fig.7 Element distribution of C-core and W-core SiC fiber



(a) B₄C 涂层



(b) C 涂层



(c) TiC 涂层

图8 SiC纤维表面断口形貌

Fig.8 Fracture morphology of SiC fibers surface

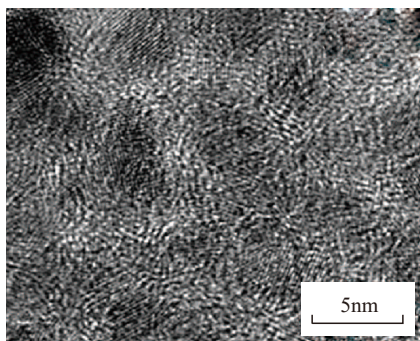


图9 TiC涂层高分辨TEM

Fig.9 High resolution transmission electron microscopy (HRTEM) for TiC coating

阻止过度界面反应方面均取得了良好的效果^[34-35]。分别将带C涂层的SiC纤维以及带TiC涂层的SiC纤维制备成复合材料,并分别进行920℃保温10h和1100℃保温5h的热处理。热处理后复合材料截面的WDS结果(图10)表明,单一碳涂层的钛基复合材料在920℃热处理后,C涂层保留完好,但是随着热处理温度提高到1100℃,C涂层遭到

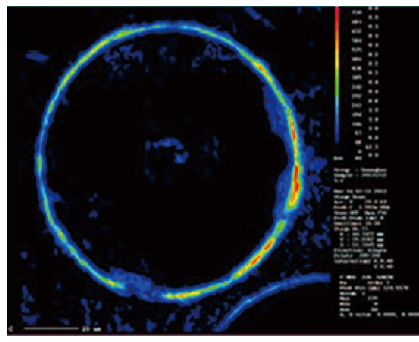
了严重的破坏,复合材料性能急剧下降;采用TiC涂层的钛基复合材料在1100℃/5h热处理后,TiC涂层依然保存较完整,有效阻止了钛合金基体与SiC纤维的界面反应。

SiC 纤维增强钛基复合材料的研制

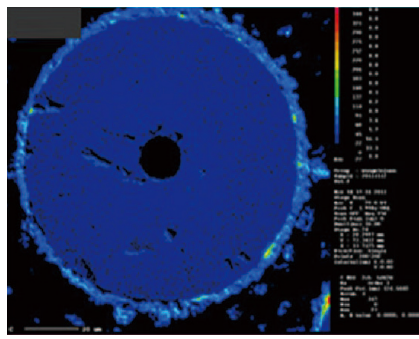
目前SiC_f/Ti的制备方法主要有:箔压法、粉末浆料法、等离子喷涂法和基体涂覆PVD法。箔压法技术成熟,但箔材成本高,纤维间距难以控制^[36-37],适用于做板材类构件,如叶片。粉末浆料法是将钛合金粉末与黏结剂混合成浆料涂抹在纤维表面或铸造成复合材料,该方法工艺复杂且污染大,基体致密困难。等离子喷涂法是在SiC-Ti箔上采用等离子喷涂法涂覆基体,该方法工艺简单但喷涂冲击力会造成纤维的损伤,体积分数较低,限制了其发展。基体涂覆PVD法采用磁控溅射PVD或EBPVD在SiC纤维表面涂覆基体钛合金,该方法纤维分布均匀,适用于制备复杂部件,综合性能最好但是成本较高^[38-40]。这几种方法的纤维间距分布频率如图11^[41]。

由图11可以看出,基体涂覆法所制备的钛基复合材料具有很窄的纤维间距分布区间,即复合材料中纤维排布较均匀^[42-43],间距在40~80μm之间。纤维间距分布频率过大或间距过小均会导致微裂纹的产生^[44],如图12所示。

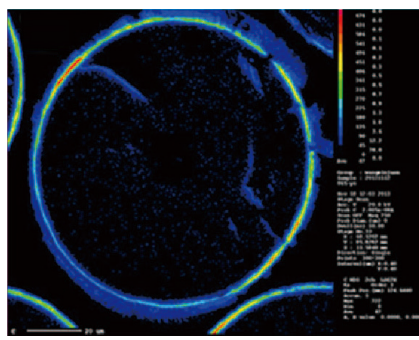
目前国内普遍采用直流磁控PVD工艺将合金涂覆在SiC纤维表面制备先驱丝,合金涂层的厚度决定了复合材料的纤维体积分数。先驱丝钛合金涂层的成分组元、相组成、晶粒度、表面形貌和应力状态等都对后续的成型以及复合材料的性能有重要影响。在磁控溅射过程中,可以通过调整沉积工艺如靶基距、溅射电流、沉积温度、溅射压强、基材偏压等来控制涂层性能^[45-46]。PVD法制得



(a)带C涂层SiC_f/Ti复合材料热处理920℃/10h



(b)带C涂层SiC_f/Ti复合材料热处理1100℃/10h



(c)带TiC涂层SiC_f/Ti复合材料热处理1100℃/10h

图10 不同涂层高温热处理后碳元素分布
Fig.10 WDS result of C element for various coatings after heat treatment at high temperature

的先驱丝形貌如图 13 所示,通常为 V 型柱状晶、等轴柱状晶和致密的等轴柱状晶。

在 SEM 下观察可知晶粒尺寸为微米级,但通过 XRD 衍射峰半高宽

晶粒尺寸为 30~150nm。采用原子力显微镜 (AFM) 进一步分析先驱丝表面形貌观察得出,SEM 中观察到的宏观柱状晶是由很多单晶柱聚集而成的,见图 14。每个柱的顶端是由

很多更细小的柱晶聚集而成。这样的纳米晶喷射涂层有利于后续热压工艺的优化。在压制的过程中,可以利用涂层的超塑性流动,从而降低成型温度和减小压力,避免界面过度反应和纤维损伤。

针对不同的基体材料,如铝合金、钛合金以及镍合金,调整合金涂层组织、应力状态等方式,制备了 20~50 μm 厚的各类先驱丝涂层,用于后续复材及构件的制备,见图 15。

钛基复合材料成型主要有真空热压 (VHP) 以及热等静压 (HIP) 两种方法。真空热压适用于制备板材构件,而复杂构件常采用热等静压制备。成型过程中要控制升温升压速率,保温保压时间以及降温降压速率,满足复合材料致密化的同时也要有效控制界面反应^[47-50]和残余应力。钛基复合材料中不同材料的热膨胀系数不匹配引起了成型后的残余应力。此外,纤维体积分数及排布方式对复合材料内应力有明显影响,图 16 给出了六边形及四边形的纤维排布方式下,钛合金基体内部最大主应力的分布。可以看出对于两种纤维排布方式的 SiC/Ti 复合材料,最大主应力在 400~600MPa 之间。在纤维和基体的界面处,最

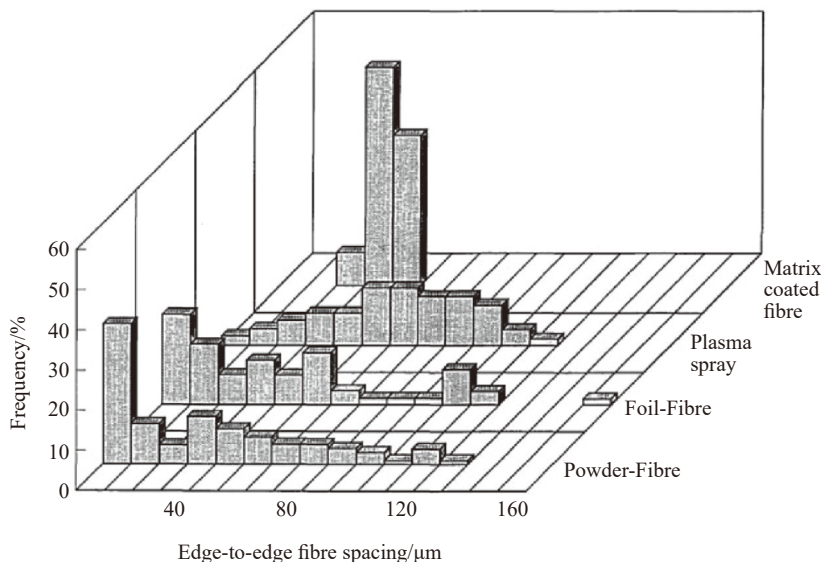


图 11 不同制备方法中 SiC 纤维间距分布频率

Fig.11 Distribution frequency of edge-to-edge inter-SiC fiber spacing for composites made by different routes

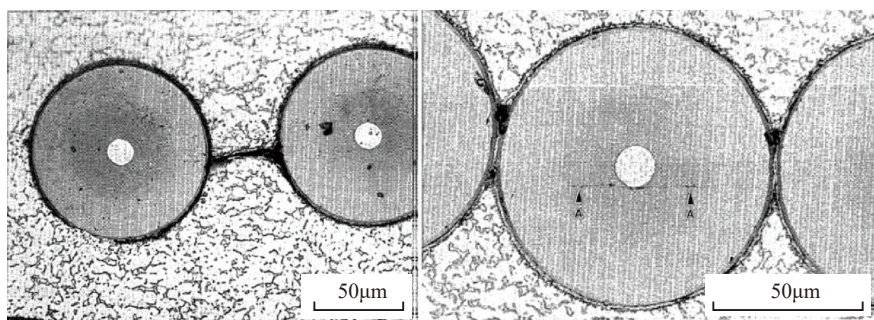
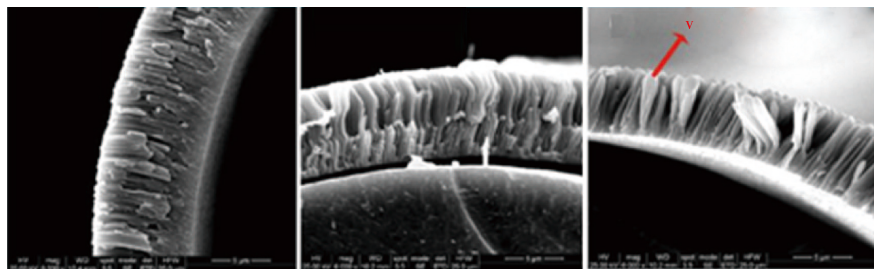


图 12 纤维分布差的条件下产生的缺陷裂纹

Fig.12 Manufacturing defects resulted from poor fiber distribution



(a) 致密柱状晶

(b) 等轴柱状晶

(c) V 型柱状晶

图 13 先驱丝涂层的不同形貌

Fig.13 Morphology for various precursor coating

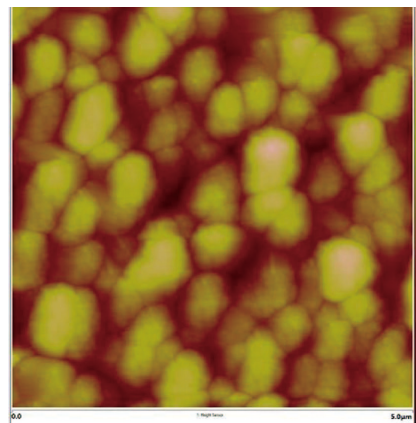


图 14 先驱丝涂层二维 AFM

Fig.14 Two-dimensional AFM for precursor coatings

大主应力方向和环向应力方向一致;在其他区域,则和轴向应力一致。由于最大主应力方向往往和裂纹的扩展方向垂直,因此,该裂纹的出现位置通常在纤维间距离最小位置。

图 17 中给出了不同纤维体积分数的正六边形和正四边形纤维排布的残余 Von-Mises 应力。从结果中可以看出,随着纤维体积分数的增加,热等静压残余热应力会显著增加;在纤维体积分数相同的情况下,采用正六边形纤维排布会显著降低

Von-Mises 应力值。

通过控制先驱丝涂层厚度、先驱丝排布以及热等静压成型工艺,实现了 35%~50% 体积分数的具有六边形排布钛基复合材料的研制,其中 40% 体积分数的复合材料截面如图 18 所示。

钛基复合材料构件制备

在 SiC_f/Ti 应用方面,国外目前多为仅完成地面测试。Rolls-Royce 公司制备的 SiC_f/Ti 叶环(图 19)减

重 37%,使用温度提高 10%,且转速提高 15%^[51-54]。ARC 公司采用纤维/金属丝编织条带与 Ti 粉热压复合工艺制作了直径 17.8cm 的模拟叶环和长 35.6cm 发动机矢量喷管驱动器传

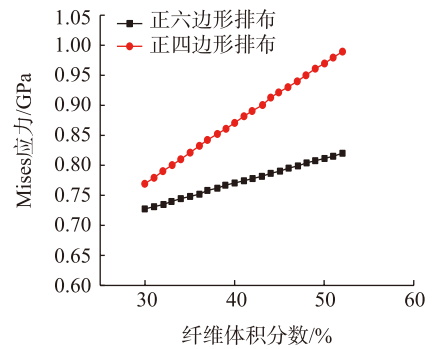


图17 两种排布方式下最大残余Von-Mises 应力和纤维体积分数关系

Fig.17 Distribution curve for the maximum residual Von-Mises stress and the fiber volume fraction

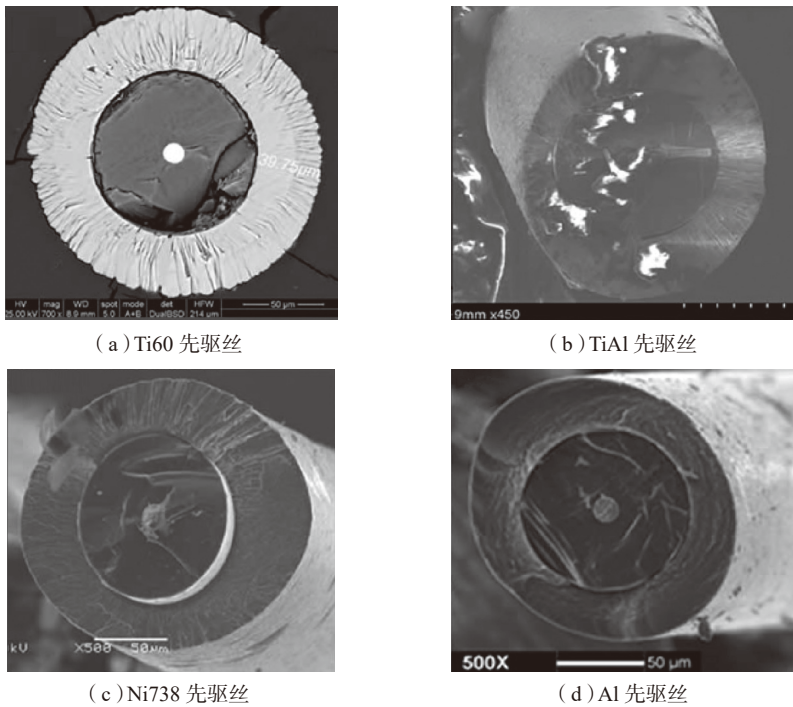


图15 不同合金先驱丝断口形貌

Fig.15 Appearance of precursor fracture with various kinds of alloy

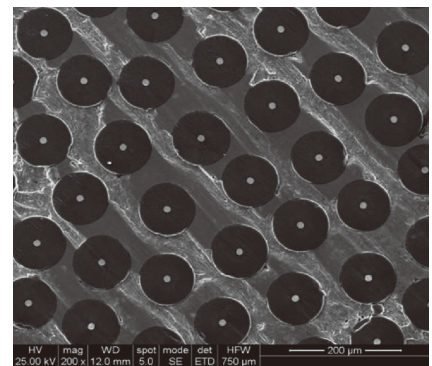


图18 体积分数为40%的SiC_f/Ti截面形貌

Fig.18 Cross morphology for SiC_f/Ti composite with 40% fiber volume fraction

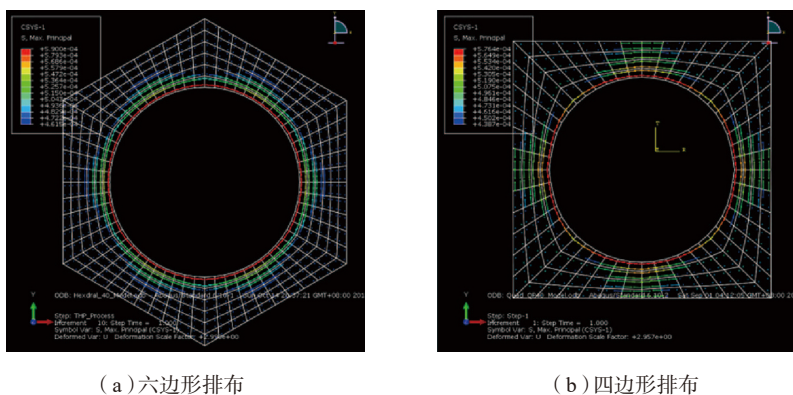


图16 不同排布方式基体的最大主应力

Fig.16 Maximum primary stress for matrix in different fiber configuration



图19 Rolls-Royce公司TMCs叶环

Fig.19 TMCs bling fabricated by Rolls-Royce

动活塞杆,并用于F-22飞机上F119发动机^[55](图20)。普惠公司制备了PW4084 SiC_f/Ti风扇叶片,见图21^[56-57]。用与轴向成 $\pm(15^\circ\sim 45^\circ)$ 的纤维感应等离子体沉积(IPD)条带叠层热压复合制成长127cm、直径12.1cm的GE XTE-45试验发动机的涡轮传动轴构件,减重30%的同时提高刚度40%^[58-61],见图22。用等离子喷涂条带热压复合成F-16战



图20 F119发动机矢量喷管驱动器传动活塞杆
Fig.20 Transmission piston rod of vector nozzle driver of F119 engine

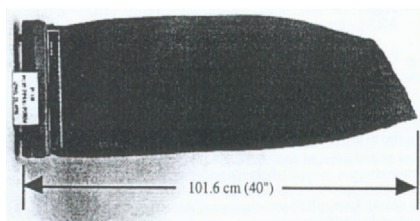


图21 PW4084风扇叶片
Fig.21 PW4084 fan blade

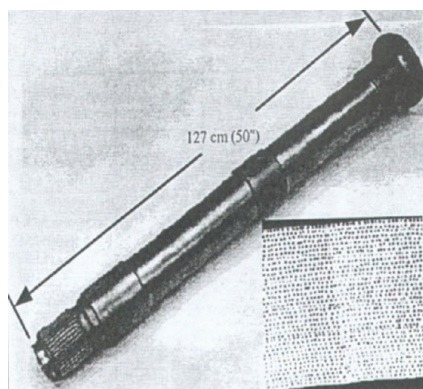


图22 GE XTE-45低压风扇轴
Fig.22 GE XTE-45 low pressure fan shaft

斗机上F110发动机的风扇叶片及尾喷部分的一些压缩连杆可以减重43%,并已在F-16上成功试验^[62-63],见图23。2003年,荷兰飞机起落架开发公司SP宣称,荷兰皇家空军试飞了装有该公司制造的SiC_f/Ti主起落架下部后撑杆的F-16。与原用的300M钢相比,新材料可减重40%,成本也接近战斗机设计认可指标^[64],见图24。

国内钛基复合材料的应用研究相对开展较晚,“十五”期间开始小型环零件的研制,应用研究进展缓慢。从“十二五”开始,国家对钛基复合材料的应用研究大力投入,北京航空材料院和中科院金

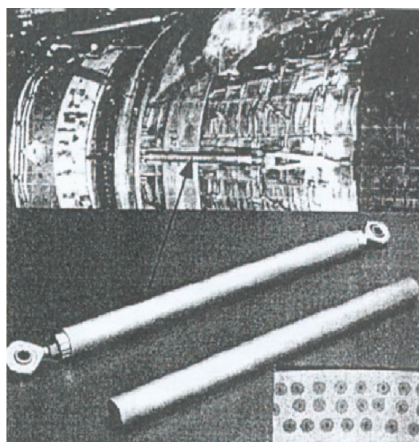


图23 F110连杆
Fig.23 Connecting rod of F110

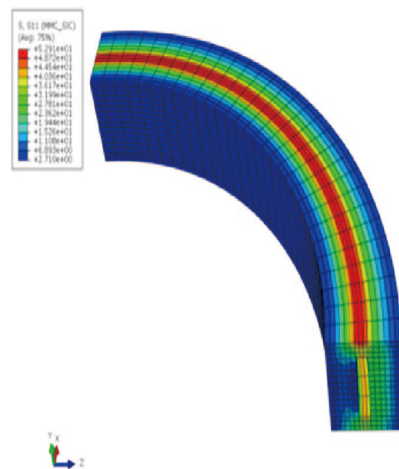


图24 F-16主起落架下部支撑杆
Fig.24 Lower-after poles of main landing gears of F-16 fighter

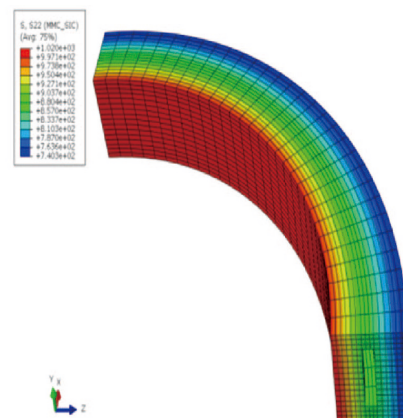
属研究所开展了多个试验件的研制工作。

钛基复合材料在制备构件时具有较强的可设计性,根据构件的使用和受力特点,对纤维的排布方式和位置进行设计,从而使构件的优势部位承受应力载荷。

叶环部件作为高推重比航空发动机的标志性部件,受力特点鲜明,如图25所示。可以看出,环形部件高速旋转过程中,环内壁主要受周向应力,环中间部位主要受径向应力。根据该特点,应将复合材料尽量靠近环内壁。



(a) 径向受力分布



(b) 周向受力分布

图25 环形部件受力特点
Fig.25 Force analysis for ring-like component

转动轴部件在使用过程中同时受到拉伸、扭转和弯曲3个力,应考虑纤维与轴向呈一定角度排列,以提高转动轴抗拉、抗扭和抗弯的性能。

结论

连续 SiC 纤维增强钛基复合材料具有优异的力学性能,尤其在高温服役温区有着传统钛合金不可比拟的优势,将在航空航天领域获得重要应用。本文采用自行研制的高性能 SiC 纤维,针对不同的被增强基体沉积相应的界面保护涂层,并采用 PVD 工艺制备钛合金先驱丝,然后通过热等静压工艺制备钛基复合材料环形构件及转动轴部件。

未来限制 SiC/Ti 复合材料获得广泛应用的最主要因素是生产成本,成熟的纤维增强钛基复合材料的低成本技术尚待进一步研究,是很大一项挑战。

国内外钛基复合材料研制差距巨大,为缩短差距,未来的研究工作主要针对钛基复合材料无损检测技术、失效分析与寿命预测、低成本钛基复合材料制备技术、应力检测与调控技术、复合材料成型技术以及构件制备和设计考核验证技术进行展开,优化并提高钛基复合材料的各项综合性能,尽早实现连续 SiC 纤维增强钛基复合材料的应用。

参考文献

- [1] SMARSLY W. Coatings for advanced aero engine materials coatings required for aero engines[R]. München: MTU Aero Engines GmbH, 2009.
- [2] KAMPERSCHROER J H, GRISHAM L R, DUDEK L E, et al. TFTR neutral beam injected power measurement[J]. Review of Scientific Instruments, 1989, 60(11): 3377-3385.
- [3] 黄旭,李臻熙,黄浩.高推重比航空发动机用新型高温钛合金研究进展[J].中国材料进展,2011,30(6):21-27.
- [4] HUANG Xu, LI Zhenxi, HUANG Hao. Recent development of new high-temperature titanium alloys for high thrust-weight ratio aero-engines [J]. Materials China, 2011, 30(6): 21-27.
- [5] SMARSLY W. Aero engine materials[R]. Carcow: Faculty of Mechanical Engineering, Cracow University of Technology, 2008.
- [6] FÉRON O, CHOLLON G, DARTIGUES F, et al. In situ kinetic analysis of SiC filaments CVD[J]. Diamond & Related Materials, 2002, 11(3-6): 1234-1238.
- [7] HUANG H, CHEN D M, LI Z X, et al. Study on the influence of reaction temperature on the preparation of C-core SiC filaments[J]. Procedia Engineering, 2012, 27: 1347-1353.
- [8] 黄浩,闫曦,陈大明,等. C 芯 SiC 纤维制备技术研究[J].稀有金属材料与工程,2011,40(S1):562-566.
- [9] HUANG Hao, YAN Xi, CHEN Daming, et al. Study on preparation of C-core SiC filaments by CVD process[J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2011, 40(S1): 562-566.
- [10] NING X J, PIROUZ P. The microstructure of SCS-6 SiC fiber[J]. Journal of Materials Research, 1991, 6(10): 2234-2248.
- [11] NING X J, PIROUZ P, LAGERLOF K P D, et al. The structure of carbon in chemically vapor deposited SiC monofilaments[J]. Journal of Materials Research, 1990, 5(12): 2865-2876.
- [12] CHENG T T, JONES I P, SHATWELL R A, et al. The microstructure of Sigma 1140 + SiC fibres[J]. Materials Science & Engineering A, 1999, 260(1/2): 139-145.
- [13] SMITH P R, GAMBONE M L, WILLIAMS D S, et al. Heat treatment effects on SiC fiber[J]. Journal of Materials Science, 1998, 33(24): 5855-5872.
- [14] KIM J, TLALI S, JACKSON H E, et al. A micro-Raman investigation of the SCS-6 SiC fiber[J]. Journal of Applied Physics, 1997, 82(1): 407-412.
- [15] WARD Y, YOUNG R J, SHATWELL R A. A microstructural study of silicon carbide fibres through the use of Raman microscopy[J]. Journal of Materials Science, 2001, 36(1): 55-66.
- [16] TUINSTRA F F, KOENIG J L. Raman spectra of graphite[J]. Journal of Chemical Physics, 1970, 53(3): 1126-1130.
- [17] CUESTAA, DAHMELINCOURT P, LAUREYNS J, et al. Raman microprobe study on carbon materials[J]. Carbon, 1994, 32(8): 1523-1532.
- [18] ARVIEU C, MANAUD J P, CHADEYRON P, et al. The design of an ephemeral interfacial zone for titanium matrix composites[J]. Composites Part A: Applied Science & Manufacturing, 1998, 29(9/10): 1193-1201.
- [19] UPADHYAYA D, SANDHU S, TSAKIROPOULOS P, et al. Interfacial reactions in Ti-6Al-4V/ σ (SM1240) fibre metal matrix composite[J]. Materials Science & Technology, 1995, 11(11): 1156-1160.
- [20] DAS G. A study of the reaction zone in an SiC fiber-reinforced titanium alloy composite[J]. Metallurgical Transactions A, 1990, 21(6): 1571-1578.
- [21] CARTER C B. Structure & microstructure of interfaces in ceramic materials[M]//Surfaces and interfaces of ceramic materials. Berlin: Springer Netherlands, 1989: 29-55.
- [22] WAWNER F W, TENG A Y, NUTT S R. Microstructural characterization of SiC (SCS) filaments[R]. NASA Technical Reports Server, 1983.
- [23] NUTT S R, WAWNER F E. Silicon carbide filaments: microstructure[J]. Journal of Materials Science, 1985, 20(6): 1953-1960.
- [24] LEMKEY F D, FISHMAN S G, EVANS A G, et al. High temperature—high performance composites[J]. Materials & Manufacturing Processes, 1988, 6(4): 727-729.
- [25] LANCIN M, BOUR J S, THIBAUT-DESSEAUX J, et al. Microstructure and phase composition of the interface in SiC/Ti[C]//Proceedings of an International Workshop, Metal-Ceramic Interfaces. California, 1990: 121-128.
- [26] CHUNG S S. Anti-tamper databases:

querying encrypted databases[D]. Cleveland: Case Western Reserve University, 2006.

[25] BHATT R T. Mechanical properties of SiC fiber-reinforced reaction-bonded Si₃N₄ composites[M]//Tailoring multiphase and composite ceramics. New York: Springer US, 1986: 675-686.

[26] LANCIN M, THIBAUT-DESSEAUX J, BOUR J S. Structure of the interface in a SCS-6 fibers/Ti-6 Al-4V composite[J]. Journal de Microscopie et de Spectroscopie Électroniques, 1988, 13(6): 503-510.

[27] CHOY K L, DERBY B. The CVD of ceramic protective coatings on SiC monofilaments for use in titanium based composites[J]. Materials & Manufacturing Processes, 1994, 9(5): 885-900.

[28] PIPPEL E, WOLTERS DORF J, DIETRICH D, et al. CVD-coated boron nitride on continuous silicon carbide fibres: structure and nanocomposition[J]. Journal of the European Ceramic Society, 2000, 20(11): 1837-1844.

[29] PAILLER R, MARTINEAU P, LAHAYE M, et al. Fiber-matrix chemical interactions at high-temperature and composite strength in B (or SiC) filament-Ti base matrix composite[J]. Revue de Chimie Minerale, 1981, 18(5): 520-543.

[30] VINSON J R, TAYA M. Recent advances in composites in the United States and Japan: a symposium[C]//Proceedings of the ASTM Committees D-30 on High Modulus Fibers and Their Composites and E-9 on Fatigue. Hampton, 1985.

[31] SUNDGREN J E, HENTZELL H T G. A review of the present state of art in hard coatings grown from the vapor phase[J]. Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films, 1986, 4(5): 2259-2279.

[32] AKBARI A, RIVIERE J P, TEMPLIER C, et al. Structural and mechanical properties of IBAD deposited nanocomposite Ti-Ni-N coatings[J]. Surface & Coatings Technology, 2006, 200(22/23): 6298-6302.

[33] AKBARI A, RIVIERE J P, TEMPLIER C, et al. Hardness and residual

stresses in TiN-Ni nanocomposite coatings deposited by reactive dual ion beam sputtering[J]. Reviews on Advanced Materials Science, 2007, 15(2): 111-117.

[34] HAUSER J M, PAUTONNIER F, RABINOVITCH M. Method and an apparatus for manufacturing metallic composite material bars by unidirectional solidification: US4307769[P]. 1981-12-29.

[35] MARUYAMA B, MAJUMDAR B S, MIRACLE D B. Behavior of several interfaces during fatigue crack growth in SiC/Ti-6Al-4V composites[J]. Materials Science & Engineering A, 1999, 259(2): 189-200.

[36] XUN Y W, TAN M J, ZHOU J T. Processing and interface stability of SiC fiber reinforced Ti-15V-3Cr matrix composites[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2000, 102(1-3): 215-220.

[37] NASEEM K, YANG Y, LUO X, et al. SEM in situ study on the mechanical behavior of SiC_r/Ti composite subjected to axial tensile load[J]. Materials Science & Engineering A, 2011, 528(13/14): 4507-4515.

[38] MOGILEVSKY P, WERNER A, DUDEK H J. Application of diffusion barriers in composite materials[J]. Materials Science & Engineering A, 1998, 242(1/2): 235-247.

[39] WARD-CLOSE C M, CHANDRASEKARAN L, ROBERTSON J G, et al. Advances in the fabrication of titanium metal matrix composite[J]. Materials Science & Engineering A, 1999, 263(2): 314-318.

[40] WARD-CLOSE C M, LOADER C. PVD processing of fiber reinforced composites[M]//Recent advances in titanium metal matrix composites. Pittsburgh: TMS, 1994.

[41] PARTRIDGE P G, WARD-CLOSE C M. Processing of advanced continuous fibre composites: current practice and potential developments[J]. International Materials Reviews, 1993, 38(1): 1-24.

[42] MACKAY R A, BRINDLEY P K, FROES F H. Continuous fiber-reinforced titanium aluminide composites[J]. JOM, 1991, 43(5): 23-29.

[43] TOMPKINS S S, DRIES G A.

Thermal expansion measurements of metal matrix composites[C]//Proceedings of Advances in Composite Materials Conference. Hampton, 1988: 1140-1152.

[44] UCHIYAMA Y, HASAKA M, KOGA H. Fibre spreading and bonding of metal matrix during hot pressing of SiC fibre/superplastic zinc alloy composites[J]. Materials Transactions, JIM, 1990, 31(2): 158-161.

[45] HUANG H, WEN M, WANG M J, et al. Effect of sputtering current on growth and microstructure for titanium alloy coatings onto SiC[J]. Materials Science Forum, 2013, 748: 866-871.

[46] 黄浩, 文懋, 陈大明, 等. 靶基距对 SiC 纤维表面钛合金涂层微结构和生长的影响[J]. 航空材料学报, 2011, 31(S1): 135-139.

HUANG Hao, WEN Mao, CHEN Daming, et al. Effect of distance between target and substrate on growth and microstructure for titanium alloy coatings onto SiC fiber[J]. Journal of Aeronautical Materials, 2011, 31(S1): 135-139.

[47] 黄浩. CVD-SiC 纤维及钛基复合材料制备和性能研究[D]. 北京: 中国航空研究院, 2011.

HUANG Hao, Preparation and properties research of CVD-SiC fibers and titanium matrix composites[D]. Beijing: Chinese Aeronautical Establishment, 2011.

[48] DUDEK H J, LARSON L A, BROWNING R. Study of the fiber/matrix interface in a SiC reinforced titanium alloy using a high resolution field emission Auger microprobe[J]. Surface & Interface Analysis, 1984, 6(6): 274-278.

[49] DUDEK H J, LEUCHT R, ZIEGLER G. SiC-fibre reinforced titanium alloys: processing, interfaces and mechanical properties[M]//Developments in the science and technology of composite materials. Berlin: Springer Netherlands, 1990: 339-344.

[50] WARD-CLOSE C M, PARTRIDGE P G. A fibre coating process for advanced metal-matrix composites[J]. Journal of Materials Science, 1990, 25(10): 4315-4323.

[51] HAHN H T, KIM R Y. Proof testing of composite materials[J]. Journal of Composite

Materials, 1975, 9(3): 297–311.

[52] KOUL A K, BELLINGER N C, GOULD G. Damage-tolerance-based life prediction of aeroengine compressor discs: II. A probabilistic fracture mechanics approach[J]. International Journal of Fatigue, 1990, 12(5): 388–396.

[53] TANGLER J, SMITH B, KELLEY N, et al. Measured and predicted rotor performance for the SERI advanced wind turbine blades[C]//Presented at the Windpower '91: 21st American Wind Energy Association (AWEA) Conference. Palm Springs, 1992.

[54] ALDERMAN M H. Uric acid and cardiovascular risk[J]. Current Opinion in Pharmacology, 2002, 2(2): 126–130.

[55] MARGOLIN J. System and method for safely flying unmanned aerial vehicles in civilian airspace: US20080033604[P]. 2008–02–07.

[56] KIM Y W. Ordered intermetallic

alloys, part III: Gamma titanium aluminides[J]. JOM, 1994, 46(7): 30–39.

[57] SIPPEL G R, STUSRUD R W, HERMAN M. Beryllium reinforced titanium matrix composite blade for turbine fans and compressors[R]. General Motors Corp., 1974.

[58] SUTTON R S. Adapting bias by gradient descent: an incremental version of delta-bar-delta[C]//AAAI'92 proceedings of 10th National Conference on Artificial Intelligence. San Jose, 1992: 171–176.

[59] SINGERMAN S, JACKSON J, LYNN M. Titanium metal matrix composites for aerospace applications[C]//Superalloys 1996, Proceedings of Eighth International Symposium on Superalloys. Chatsworth, 1996.

[60] CHANG F K, SCOTT R A, SPRINGER G S. Failure of composite laminates containing pin loaded holes—method of solution[J]. Journal of Composite Materials,

1984, 18(3): 255–278.

[61] MCNAMARA J O. Cellular and molecular basis of epilepsy[J]. Journal of Neuroscience: the Official Journal of the Society for Neuroscience, 1994, 14(6): 3413–25.

[62] RAVENHALL R, WOJCIECHOWSKI C R, MITCHELL S C, et al. Titanium metal matrix composite inserts for stiffening turbine engine components[J]. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 1996, 27(1): 85.

[63] PANK D R, JACKSON J J. Metal-matrix composite processing technologies for aircraft engine applications[J]. Journal of Materials Engineering & Performance, 1993, 2(3): 341–346.

[64] RAWAL S P. Metal-matrix composites for space applications[J]. JOM, 2001, 53(4): 14–17.

通讯作者: 黄浩, E-mail: huanghaoxj@126.com。

Preparation of SiC Fibers Reinforced Titanium Matrix Composites

HUANG Hao, WANG Minjuan, LI Hu, LI Siqing, ZHANG Shuming, LI Zhenxi,

HUANG Xu, XIE Chuan

(AECC Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China)

[ABSTRACT] Due to the high specific strength and modulus, as well as excellent anti-fatigue and creep resistance properties in the high temperature, continuous SiC fibers reinforced titanium matrix composite (SiC_f/Ti) has attracted extensive attention. In the paper, we overviewed the manufacture techniques in the fabrication processing of SiC_f/Ti composites, including the SiC fiber and coating deposition technique, hot isostatic press (HIP) consolidation technique and component manufacturing. Besides, our study and progress carried out in this area in recent years were summarized. We successfully can make a small bath trial for SiC fiber and also prepare SiC_f/Ti composite with brilliant property. In addition, the interfacial reaction investigation in different matrix system consists of Ti alloy, Ti-Al, Al alloy have been performed. The experiments showed that the interface of SiC_f/Ti composites can be retained intact with the help of protective coating (C coating) under heat treatment at 1100 °C /10h. Moreover, SiC fiber precursor wires of titanium alloy, aluminum alloy, and nickel-based super alloy have been explored through physical vapor deposition technique (PVD), respectively. The most important is that we had a successful tempt to fabricate ring-like component with the size of $\Phi 600\text{mm} \times 160\text{mm}$ at 1 : 1 ratio and roll shaft with the size of $\Phi 50\text{mm} \times 300\text{mm}$ were fabricated successfully.

Keywords: SiC fiber; Coating; Titanium matrix composites; Fabrication processing; Manufacture techniques

(责编 李丹)