

# SiC纤维增强β21S复合材料及蒙皮结构制备技术研究\*

赵冰<sup>1,2,3</sup>, 王晓亮<sup>4</sup>, 曲海涛<sup>1,2,3</sup>, 林松<sup>1</sup>, 辛社伟<sup>5</sup>

- (1. 中国航空制造技术研究院, 北京 100024;
2. 塑性成形技术航空科技重点实验室, 北京 100024;
3. 数字化塑性成形技术与装备北京市重点实验室, 北京 100024;
4. 海军驻北京地区航空军事代表室, 北京 100024;
5. 西北有色金属研究院, 西安 710016)

[摘要] 采用箔-纤维-箔方法制备了SiC纤维增强β21S复合材料(SiC<sub>f</sub>/β21S),其中箔材采用冷轧+退火处理的方法获得,纤维布采用数控纤维缠绕机获得。采用有限元分析软件对纤维布与箔材的复合过程进行了计算,确定了较佳的制备工艺参数。在较佳的工艺参数条件下制备SiC<sub>f</sub>/β21S复合材料,其中热等静压工艺参数为830℃、860℃/120MPa/2h,然后在不同温度条件下,进行0h、9h、25h、49h的真空热处理,对SiC<sub>f</sub>/β21S复合材料的纤维/基体界面和基体微观组织进行了分析,研究了界面反应层的微观组织演变和动力学长大规律。采用箔-纤维-箔方法与热等静压成型工艺相结合的方法,在最佳工艺参数条件下制备了SiC<sub>f</sub>/β21S复合材料蒙皮结构,并对其组织和性能进行了测试分析。

关键词: 钛基复合材料; β21S 钛合金; 界面反应动力学; 蒙皮带筋结构; SiC 纤维

DOI: 10.16080/j.issn1671-833x.2018.20.026



赵冰  
博士、研究员,主要研究方向为金属及金属基复合材料。

随着高超音速飞行器飞行速度不断提高,对蒙皮结构材料提出了越来越高的要求,特别是当飞行速度超过8Ma时,飞行器头锥的温度接近1600℃,其他部位也达到600℃以上。单一的合金材料已经不能满足轻质高强、抗疲劳、抗蠕变和抗高温氧化性的要求<sup>[1]</sup>。连续纤维增强金属基复合材料可以将金属基体的良好塑性、韧性与纤维增强体的高力学性能以及抗氧化性结合在一起,从而成为未来高超音速飞行器候选结构材料<sup>[2-3]</sup>。为此,美国的Timet公司为NASP计划专门开发了亚稳定型钛合金β21S,用作SiC纤维增强

钛基复合材料的基体,β21S合金具有强度高、塑性好、冷加工性能好,抗氧化性是Ti-15-3的100倍。在NASP计划中的X-30机中,最大的SiC<sub>f</sub>/β21S蒙皮零件尺寸达到了2.44m×2.44m×1.22m<sup>[4-6]</sup>。

国外针对SiC<sub>f</sub>/β21S复合材料开展了一些研究,主要是研究了复合材料的制备工艺、界面微观组织、界面力学性能<sup>[7]</sup>等,为了推动SiC<sub>f</sub>/β21S复合材料蒙皮结构材料中的应用,美国NASA针对层合板的静态力学性能、热机械疲劳进行了深入研究,积累了大量性能数据,为其在高超音速飞行器上的应用奠定了基础<sup>[8-15]</sup>。国内针对SiC<sub>f</sub>/β21S复合材料的研究较少,本文采用箔-纤维-箔方法制

\* 基金项目: 中国航空工业集团有限公司联合基金课题。

备复合材料,研究了 SiC<sub>f</sub>/β21S 复合材料的界面反应区域的微观组织及其动力学演变规律,确定了复合材料最佳制备工艺路径和参数,然后将箔-纤维-箔方法与热等静压成型工艺相结合,制备了蒙皮带筋条结构件。

## 材料与试验

### 1 材料

试验用原材料包括 SiC 纤维和 β21S 箔材。图 1 是纤维断口形貌, SiC 纤维采用化学气相沉积法在钨芯上制备而成,钨芯直径约为 12.5μm 左右,沉积后的 SiC 柱状晶粒呈放射状分布。SiC 纤维的拉伸强度达到 3200MPa 以上,弹性模量达到 400GPa。

基体材料选用 β21S 箔材,主要成分为 Ti-15Mo-3Al-2.7Nb-0.2Si,国内对应牌号为 TB8,箔材厚度为 0.1mm 左右。TB8 箔材由西北有色金属研究院钛合金研究所提供,为了获得高质量的箔材,采用了冷扎+退火处理的方法,具体工艺过程如下:(1)将厚度为 0.3~0.5mm 的 TB8 钛合金板进行第一次次密封退火处理;(2)利用冷轧机对 TB8 钛合金板进行轧制,当轧制的变形量达到 25%~30% 时进行第二次次密封退火处理;(3)重复步骤二,最终得到厚度为 0.08~0.2mm 的 TB8 钛合金箔材(图 2)。这种方法工艺简单,产品质量优良,制备的 TB8 箔材表面光洁度高,板形平整度好,同板偏差小,

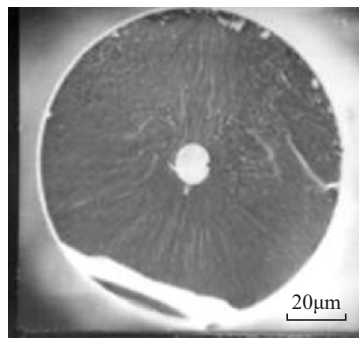


图1 SiC纤维  
Fig.1 SiC fiber

适于大规模工业化生产。

### 2 有限元分析

为了优化制备工艺参数,对箔-纤维-箔(FFF)制备工艺过程进行有限元分析。在复合过程中,基体材料通过大塑性变形挤入纤维的间隙中,然后相互接触并通过扩散连接制备出无缺陷的复合材料。图 3 是复合过程的代表性单元体(RVE),假设热压或热等静压复合过程是平面应变过程,计算模型取二维模型,沿纤维方向长度统一取为 1mm。

在复合过程中,为了减小箔材对纤维表面涂层的影响,减少复合后的复合材料性能下降,一般在基体材料处于超塑性状态下进行复合,超塑性本构关系采用 Backofen 方程:

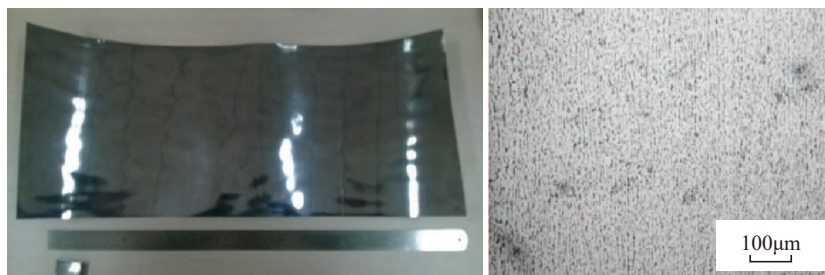
$$\sigma = k\dot{\epsilon}^m \quad (1)$$

式中,  $\sigma$  为流动应力;  $\dot{\epsilon}$  为应变速率,  $m=0.07882$ ,  $k=8.71114$ 。

图 4 是复合过程的边界条件,边界条件 1 是限制纤维、箔材沿水平方向移动,边界条件 2 是对热压或热等静压模具施加向下的运动,边界条件 3 是施加超塑成型气压载荷,可以根据应变速率自适应调整复合压力。

### 3 试验

采用箔-纤维-箔方法制备 SiC<sub>f</sub>/β21S 复合材料,为了获得排布均匀的纤维布,开发了专用数控纤维缠绕设备(图 5(a)),其中缠绕尺寸范围为 Φ650mm × 600mm,纤维间距为 0~0.5mm(图 5(b)),纤维可以自动张紧,可以在缠绕过程中或



(a) 轧制获得的箔材 (b) 箔材的微观组织

图2 轧制的箔材及其微观组织

Fig.2 Rolling foil and the microstructure

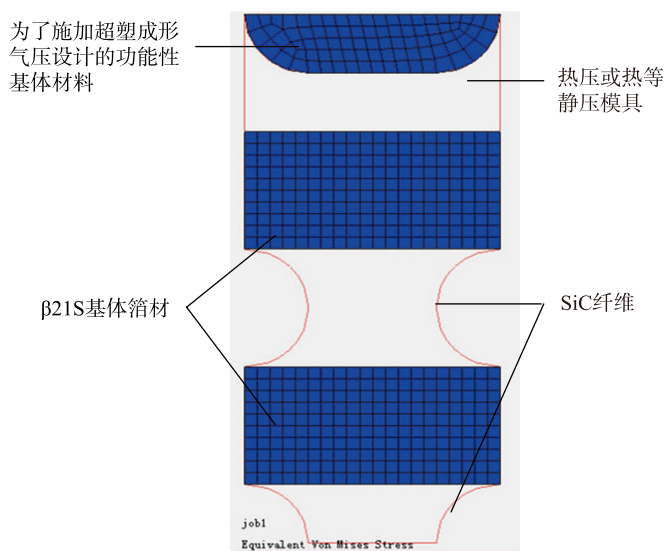


图3 计算模型及其网格划分

Fig.3 Computational model and mesh generation

之后喷胶或刷胶以固定纤维,所用的临时黏接胶为聚甲基丙烯酸甲酯 (PMMA)。图 5 (c) 是制备的纤维布,纤维排布非常均匀,纤维间距为 0.2mm,纤维之间通过临时黏接剂固定,临时黏接剂均匀,无破损。

采用箔-纤维-箔法制备  $\text{SiC}_f/\beta 21\text{S}$  复合材料,制备工艺过程如图 6 所示。将剪裁后的纤维布与箔材叠层,封装入包套后,经过真空除气、真空封装后进行热等静压,获得钛基复合材料,图 7 是工艺过程中的实物。

$\beta 21\text{S}$  钛合金的相变点为 815℃ 左右,考虑到在热等静压过程中,高于相变点过多会导致晶粒长大显著,影响复合材料的性能,因此,热等静压工艺选择为 800~900℃ /120MPa/2.0h, 然后进行不同时间的真空热处理。

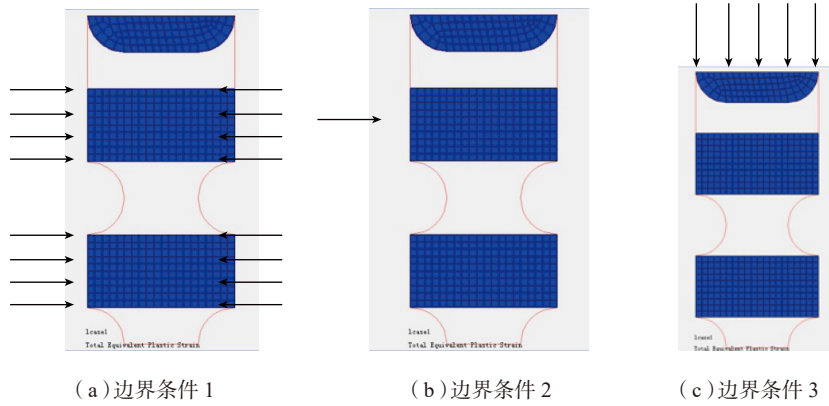


图4 边界条件  
Fig.4 Boundary conditions

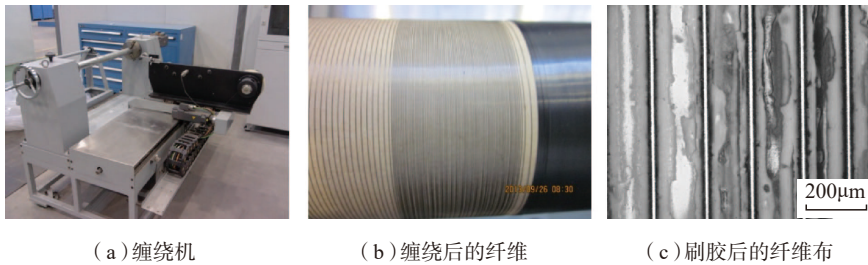


图5 数控纤维缠绕设备及缠绕的 $\text{SiC}$ 纤维布  
Fig.5 Computer numerical control fiber winding machine and the  $\text{SiC}$  fiber mat

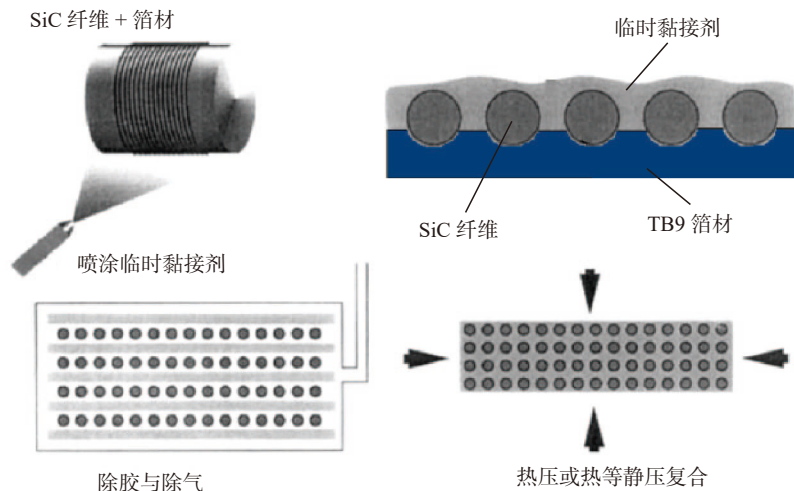
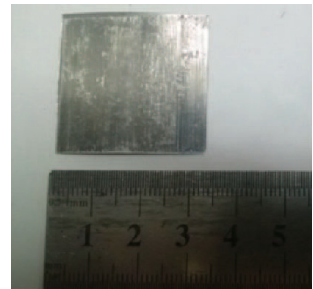


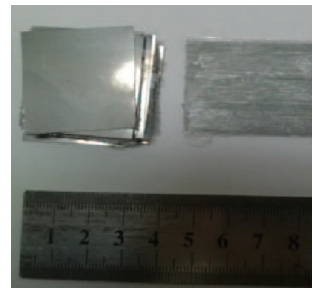
图6  $\text{SiC}_f/\beta 21\text{S}$ 复合材料制备工艺过程  
Fig.6 Consolidation process of  $\text{SiC}_f/\beta 21\text{S}$  composite



(a) 缠绕后纤维布



(b) 裁剪后纤维布



(c) 叠层后的纤维和箔材



(d) HIP 后复合材料

图7  $\text{SiC}_f/\beta 21\text{S}$ 复合材料制备工艺过程的实物  
Fig.7 Substance of  $\text{SiC}_f/\beta 21\text{S}$  composite consolidation process

热等静压的温度分别为 830℃ 和 860℃。

在不同工艺参数条件下制备 SiC<sub>f</sub>/β21S 复合材料面板,在面板上切取试片,分别对试片进行真空热处理,制备工艺参数为 770℃、800℃、830℃、860℃/100~120MPa/1~2h,真空热处理参数为 840℃、880℃、920℃/0~36h。对复合材料试片的纤维/基体界面和基体微观组织进行 OM、SEM 分析,观察不同参数条件下的界面和基体微观组织,分析不同热处理工艺条件下的界面微观组织演变规律。

## 结果与讨论

### 1 箔-纤维-箔复合过程有限元分析

#### 1.1 典型参数条件下的变形

典型复合参数为纤维间距

0.2mm、箔材厚度 0.1mm、纤维直径 0.1mm、应变速率  $2.0 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ 、四方排布、温度为 800℃。在典型参数条件下,复合过程中的应力、应变分布变化情况如图 8、图 9 所示。由图 8 可知,在复合的初始阶段,纤维顶部首先与箔材接触,导致接触位置的应力迅速升高,最高达到 37.85MPa,而箔材内部的应力较小,但是应力最小的位置并不是箔材中心位置,而是中心位置两侧应力值最小,见图 8 在 560s 中的蓝色点的位置。随着箔材不断地压入到纤维中,在箔材中始终存在两个点的位置应力最小,而在箔材的中心点处,其应力随着变形量的增加而不断升高,此时应力最高位置在箔材的两端。当两层箔材之间接触时,接触位置应力提高,应力值较高,而此时箔材两端的位置应力由于应变

量随着变形量的减小而降低,不再是最大应力位置。当基体箔材材料逐渐将纤维之间的间隙充满后,在两层箔材与纤维三相交界处的应力最大,这么高的应力主要是用来弥合纤维与两层箔材的耳形孔洞。

图 9 是复合过程中等效塑性应变的分布图。可知,在变形初始阶段,纤维压入到基体箔材中,在箔材两端与纤维接触位置应变最大。随着基体箔材逐渐挤入到纤维间隙中,与应力分布相对应,最大应变发生在箔材单元体的两端,在基体箔材中,应变分布不是箔材中心位置最小,而是距离中心位置一定距离的两侧具有最小应变,这与箔材中应力最小的位置相对应。从图 9 中还可以看出,在两层箔材中,远离模具箔材的变形量更大,特别是箔材单元体的两端,其变

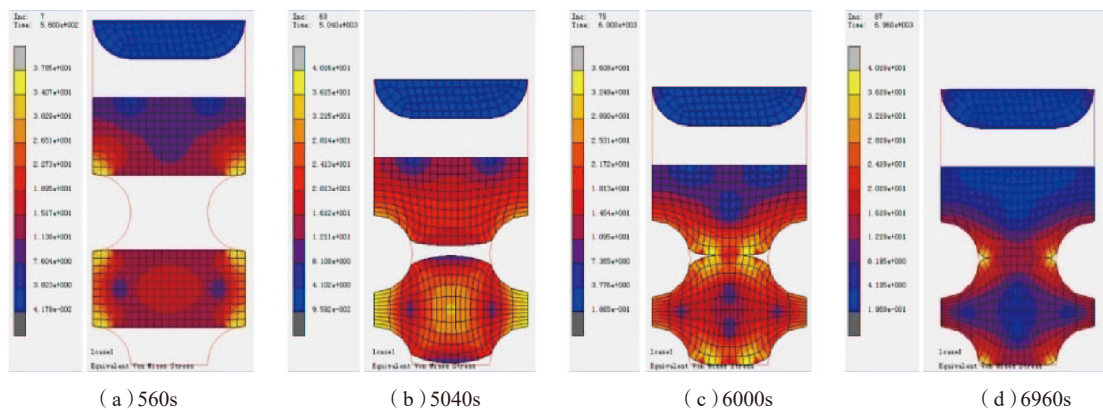


图8 等效米塞斯应力

Fig.8 Equivalent Mises stress

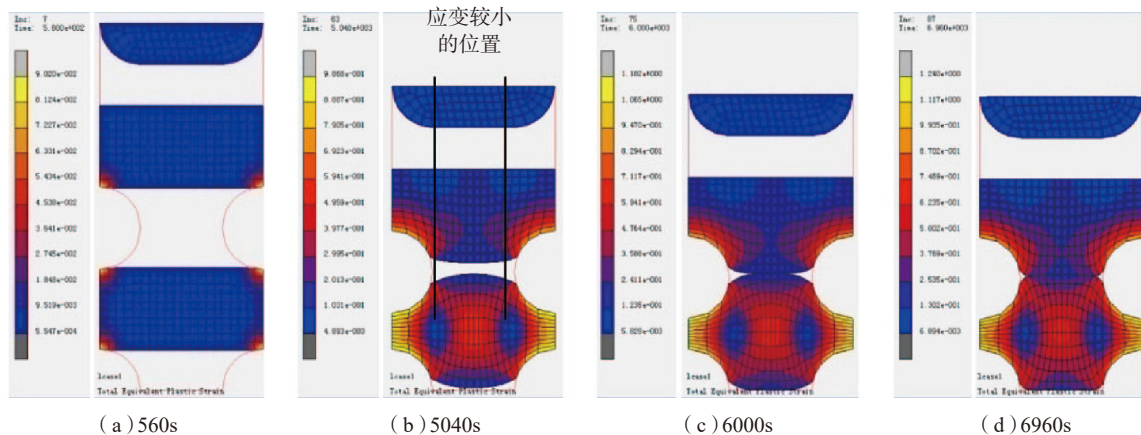


图9 等效塑性应变

Fig.9 Equivalent plastic strain

形量最大,而与模具直接接触的箔材变形量要小很多,只是在与纤维的接触面上有较大的应变。

### 1.2 工艺参数对复合过程的影响

图 10 是箔材厚度对复合压力曲线的影响。可知,除了箔材厚度为 0.05mm 的情况,其他条件下相差较小。在箔材厚度为 0.1mm、0.15mm、0.2mm,时间点为 5000s 时,与两层箔材经过变形后挤入纤维间隙后相互接触相对应,随着时间延长复合压力迅速升高,直至基体箔材将纤维之间的间隙填满,应力达到并保持在—个恒定值,这种保压过程主要是用于弥合箔材与纤维之间的耳形孔洞。由以上分析可知,在纤维间距为 0.2mm,当箔材厚度大于 0.1mm 时,箔材厚度对复合过程加载曲线影响很小。图 11 是纤维间距对复合压力曲线的影响规律。可知,随着纤维间距增加,复合压力迅速下降,当纤维间距增加到 0.5mm 时,其复合压力迅速降低至 7MPa 左右,即使层间箔材接触后,其应力上升也不显著,最高复合压力只有 20MPa 左右。可见增加纤维间距可显著降低复合压力,但是当纤维间距大于 0.2mm 时纤维百分数较低,甚至起不到增强效果,因此纤维间距选择 0.2mm 比较适宜。

图 12 是纤维直径对复合压力曲线的影响规律,可知,随着纤维直径增加,复合压力增加,但不同纤维直径时,基体箔材中的峰值流动应力相差很小,均为 60MPa 左右。图 13 是不同目标应变速率条件下的复合压力曲线。可知,随着目标应变速率提高,复合压力迅速升高。在目标应变速率为  $5.0 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ 、 $1.0 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ 、 $5.0 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$  时,其最大载荷压力是相同的,只有在目标应变速率为  $2.0 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$  时,其最大载荷应力(59MPa)远小于其他应变速率时的载荷。因此,在对复合材料进行复合时,为了减小对纤维的损伤,应选用较低的应变速率,这里选择

$2.0 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ 。

根据以上分析,在温度为  $800^\circ\text{C}$  左右条件下,当箔材厚度 0.1mm、纤维间距 0.2mm、纤维直径 0.1mm 时,可以选用的成型应变速率为  $(2.0 \sim 5.0) \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ ,加载曲线可参考图 13 中的复合压力曲线。

## 2 $\text{SiC}_f/\beta 21\text{S}$ 复合材料分析

### 2.1 制备态的界面与基体微观组织

图 14 是  $\text{SiC}_f/\beta 21\text{S}$  复合材料在不同参数条件下复合后的界面区域,其中热等静压参数分别为  $770^\circ\text{C}$ 、 $800^\circ\text{C}$ 、 $830^\circ\text{C}$ 、 $860^\circ\text{C}/120\text{MPa}/2\text{h}$ 。可知,在 4 种参数条件下,均获得了良好的界面结合,界面反应层厚度均小于  $0.5\mu\text{m}$ 。在工艺参数为  $770^\circ\text{C}/120\text{MPa}/2\text{h}$  时,由于制备温度较低,界面反应不剧烈,界面反应层厚度较薄,约为  $0.13 \sim 0.4\mu\text{m}$ ,有的位置反应层不连续,这种不连续的反应层会影响载荷的传递。另外,在复合温度较低时, $\beta 21\text{S}$  的变形抗力较大(一般在  $80 \sim 100\text{MPa}$  之间),这样在复合过程中容易导致纤维损伤,因此, $770^\circ\text{C}$  并不是最佳的制备温度;在工艺参数为  $860^\circ\text{C}/120\text{MPa}/2\text{h}$  时,界面反应层厚度为  $0.43 \sim 1.2\mu\text{m}$ ,在反应层最厚的位置超过了  $1.0\mu\text{m}$ ;在工艺参数为  $800^\circ\text{C}/120\text{MPa}/2\text{h}$  时,界面反应层厚度为  $0.35 \sim 0.52\mu\text{m}$ ,也存在界面反应层厚度不均匀和不连续现象;在工艺参数为  $830^\circ\text{C}/120\text{MPa}/2\text{h}$  条件时,界面反应层厚度为  $0.41 \sim 0.68\mu\text{m}$ ,界面反应层连续、均匀、厚度适中,获得了较佳的界面结合状态,由于温度条件高于  $\beta 21\text{S}$  的相变点( $815^\circ\text{C}$ ),变形抗力一般为  $70\text{MPa}$  左右,不容易在复合过程中对纤维造成损伤。综上所述,可以确定  $\text{SiC}_f/\beta 21\text{S}$  复合材料的最佳热等静压工艺参数为  $830^\circ\text{C}/120\text{MPa}/2\text{h}$ 。图 15 是在不同复合温度条件下,界面反应层厚度与温度的关系,可知,随着复合温度的提高,界面反应层厚度增加。但随着温度的升高,反应层厚度的增

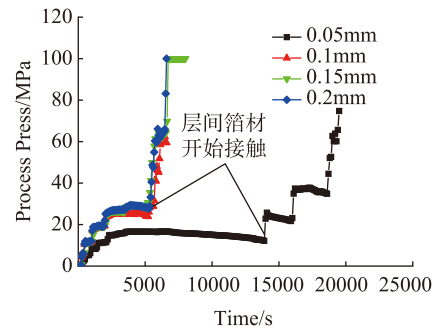


图10 不同箔材厚度的复合压力曲线

Fig.10 Consolidation pressure curve of different foil thickness

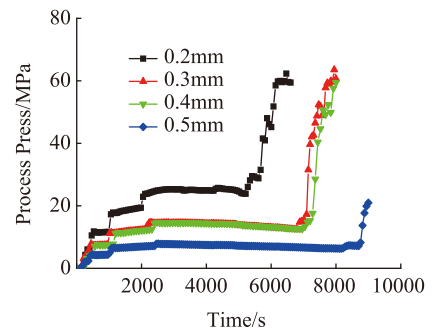


图11 不同纤维间距的复合压力曲线

Fig.11 Consolidation pressure curve of different fiber distances

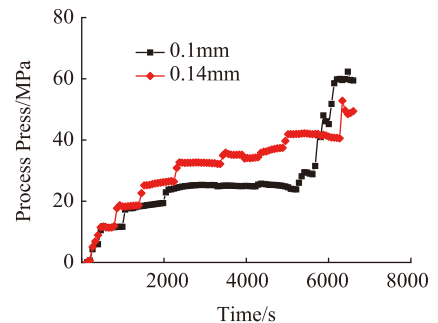


图12 不同纤维直径的复合压力曲线

Fig.12 Consolidation pressure curve of different fiber diameters

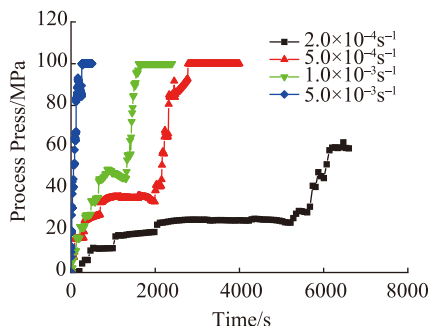


图13 不同目标应变速率的复合压力曲线

Fig.13 Consolidation pressure curve of different target strain rates

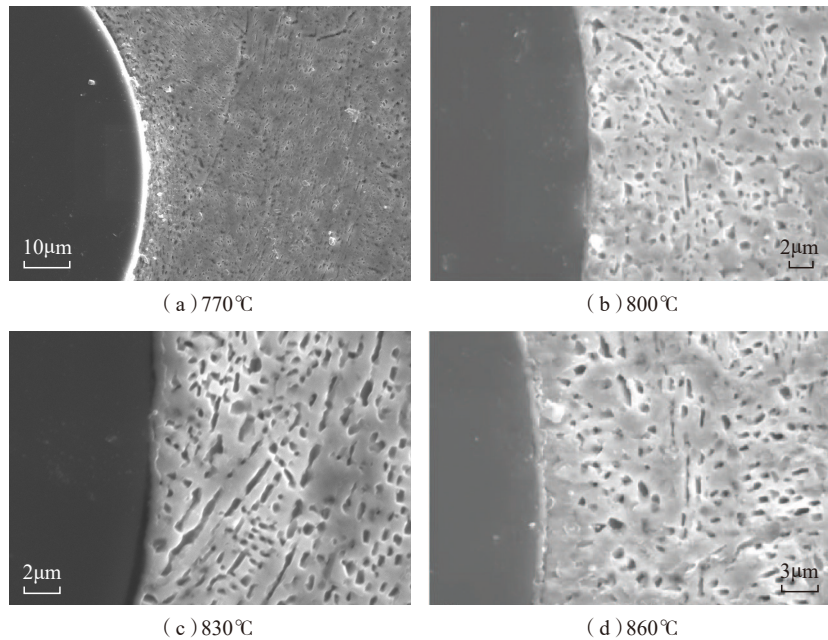


图14 4种工艺参数下的界面微观形貌

Fig.14 Interface microstructure at four consolidation parameters

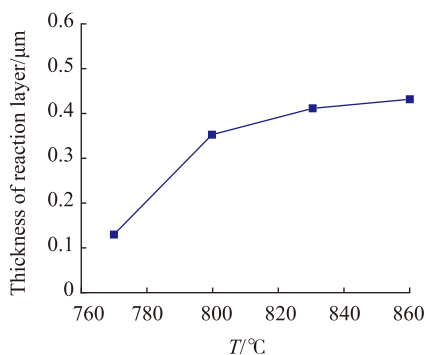


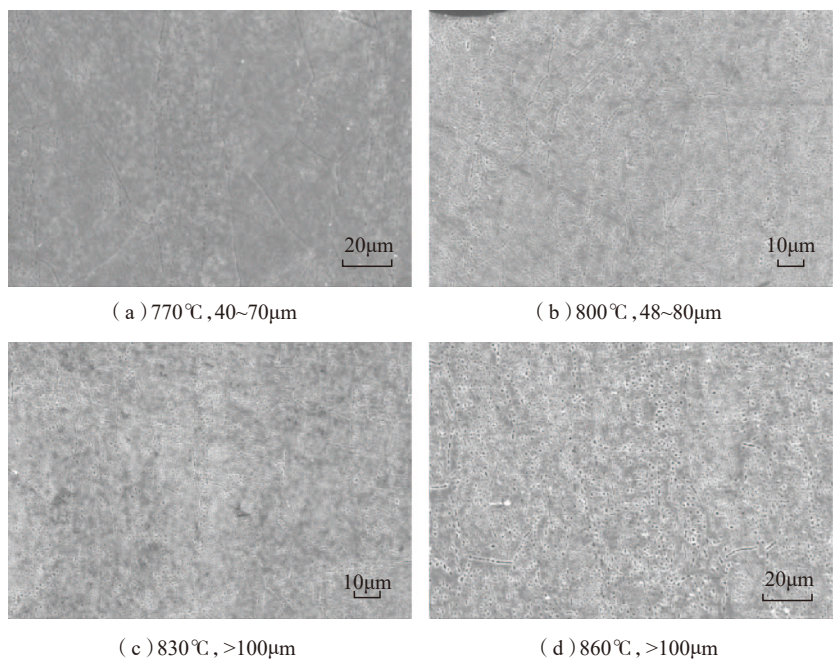
图15 不同制备工艺参数条件下的界面反应层厚度与温度的关系

Fig.15 Relations between interface reaction thickness and temperature at different consolidation parameters

加速度减小。温度从 770℃ 提高到 800℃、830℃ 时,反应层厚度增加显著,这主要是在这个温度区间发生了  $\alpha/\beta$  相变,元素在  $\alpha$  相和  $\beta$  相中的扩散系数差别大(分别为  $8.6 \times 10^{-10}/(\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1})$ 、 $1.9 \times 10^{-7}/(\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1})$ ),导致超过相变点后的界面反应剧烈程度增加。当温度高于 830℃ 时,相组织变化不大,界面反应层厚度增加比较缓慢。

图 16 是在不同参数条件下,复合材料中的基体微观组织。可知在

4 种参数条件下,均获得了良好的扩散连接界面结合。可见只要复合压力足够高(一般大于 100MPa),就可以实现层间箔材的扩散连接。由图 16 可知,在复合温度较低时,基体晶粒尺寸随着温度升高,晶粒尺寸长大,温度为 770℃、800℃ 时,晶

图16 SiC<sub>f</sub>/β21S复合材料基体微观组织(120MPa/2h)Fig.16 Microstructure of SiC<sub>f</sub>/β21S metal matrix (120MPa/2h)

粒尺寸一般小于 100μm;当温度为 830℃、860℃ 时,其晶粒尺寸长大,大的晶粒尺寸超过了 100μm。可见,采用 FFF 法制备 SiC<sub>f</sub>/β21S 复合材料,适宜的扩散连接的温度范围为 800~830℃。

通过对纤维/基体界面和基体/基体界面的分析可知,获得良好的纤维/基体界面结合和基体组织的工艺参数为 800~830℃ / 120MPa/2h。

## 2.2 不同热处理条件下的界面微观组织

图 17~22 是在 800℃、830℃ / 120MPa/2h 条件下制备复合材料后,在不同温度下进行真空热处理后的界面微观组织。可知,随着温度升高,制备态复合材料的界面反应层厚度略有升高。随着热处理温度升高,时间延长,界面反应层厚度均增大。当反应层厚度较小时,反应层的厚度往往不均匀,特别是在热处理温度较低、时间较短时。当界面反应层较厚时,反应层往往比较均匀,界面反应层不存在厚度突变。当反应层较厚时,反应层会出现分层,在整个反应

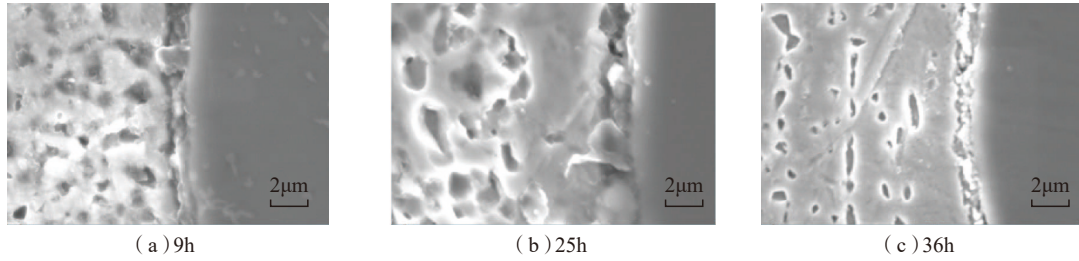


图17 800°C/120MPa/2h, 840°C热处理后微观组织  
Fig.17 Microstructure after 800°C/120MPa/2h, heat treatment at 840°C

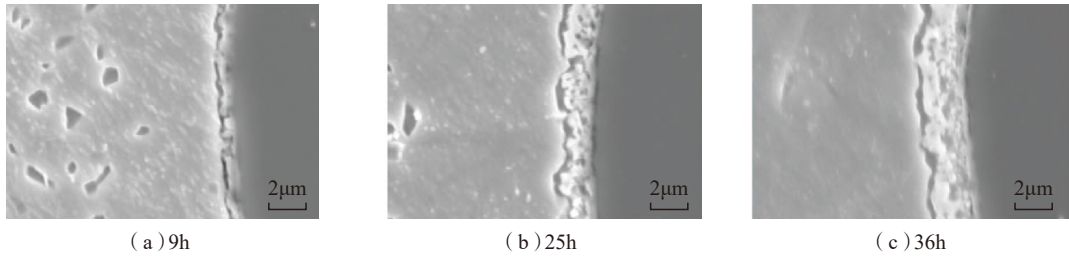


图18 800°C/120MPa/2h, 880°C热处理后微观组织  
Fig.18 Microstructure after 800°C/120MPa/2h, heat treatment at 880°C

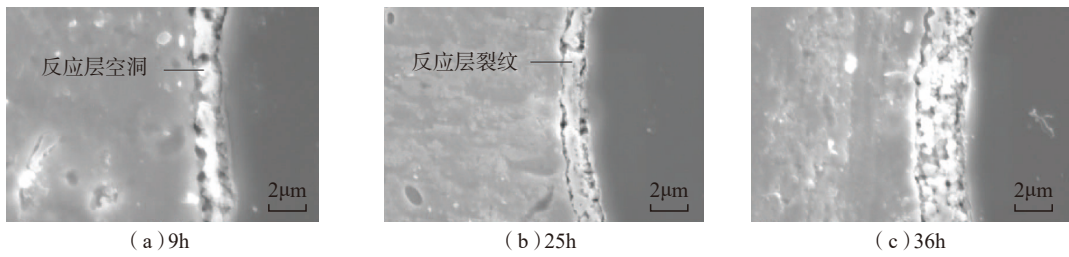


图19 800°C/120MPa/2h, 920°C热处理后微观组织  
Fig.19 Microstructure after 800°C/120MPa/2h, heat treatment at 920°C

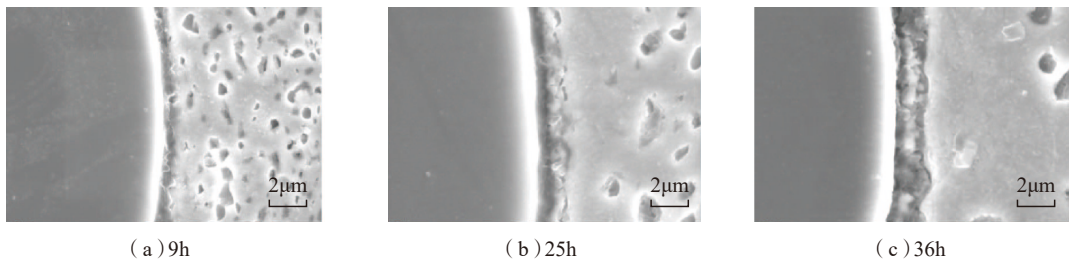


图20 830°C/120MPa/2h, 840°C热处理后微观组织  
Fig.20 Microstructure after 830°C/120MPa/2h, heat treatment at 840°C

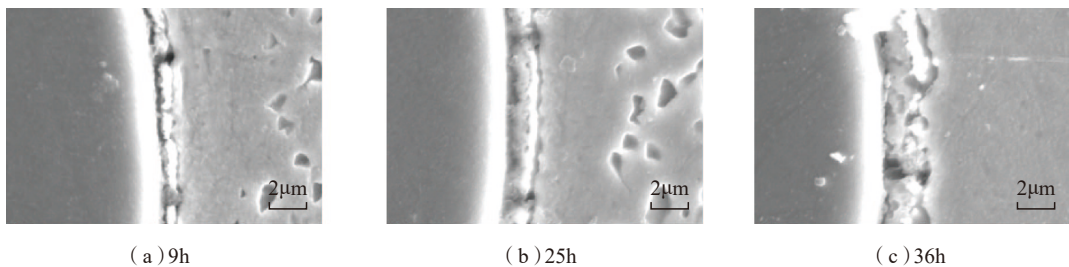


图21 830°C/120MPa/2h, 880°C热处理后微观组织  
Fig.21 Microstructure after 830°C/120MPa/2h, heat treatment at 880°C

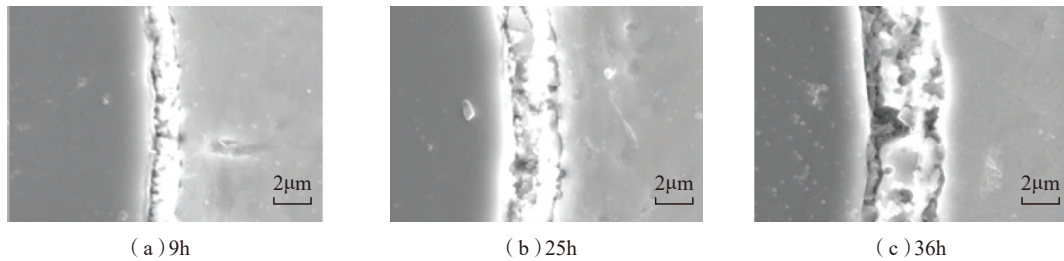


图22 830°C/120MPa/2h, 920°C热处理后微观组织

Fig.22 Microstructure after 830°C/120MPa/2h, heat treatment at 920°C

层厚度上有很多微小的层及细小的颗粒。在有的界面反应层中往往会存在裂纹、空洞两种缺陷,其中裂纹是由于热残余应力所导致,当脆性反应层受到环向拉伸应力的作用时,很容易产生径向裂纹。界面反应层的空洞则是由界面反应本身所导致,主要是由于界面反应过程是一个体积缩小的过程,导致反应层中形成空洞。

一般界面反应层长大规律符合抛物线规律(表1):

$$x=kt^{\frac{1}{2}}-b \quad (2)$$

表2给出了两个工艺参数条件下制备的复合材料,经不同热处理后,界面反应层动力学长大方程的系数。图23是界面反应层-时间平方根的曲线。由表2和图23对照可知,随着热处理温度提高、时间延长,界面反应层增加。当热处理温度从840°C提升到880°C时,反应速率常数迅速升高,可见在高于880°C后,界面反应剧烈程度迅速增加。而从880°C提高到920°C时,反应速率常数提高不显著。在两种参数条件下进行复合,在随后的热处理过程中,在复合温度为830°C时,界面反应层的动力学长大系数一般会高于800°C,但是热处理温度越高,这种差别越小。

图24~26是两种制备工艺参数条件下,经过不同时间热处理后,元素沿着界面的扩散分布情况。在830°C/120MPa/2h条件下制备后,纤维/基体界面的界面反应层厚度较薄,反应层中的Ti、Si、C、Al等元素

表1 不同温度热处理后的界面反应层厚度

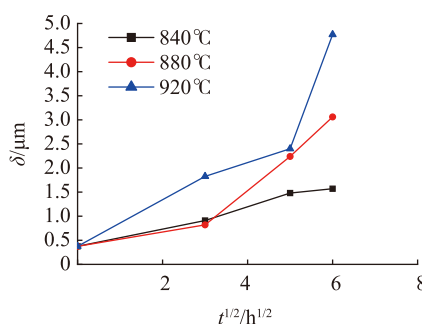
Table 1 Interfacial reaction layer thickness after heat treatment at different temperatures

制备工艺参数	热处理温度 /°C	反应层厚度 $\delta/\mu\text{m}$			
		0h	9h	25h	36h
800°C /120MPa/2h	840	0.375	0.91	1.48	1.57
	880	0.375	0.82	2.24	3.06
	920	0.375	1.826	2.4	4.77
830°C /120MPa/2h	840	0.44	0.955	1.91	2.2
	880	0.44	1.043	2.17	3.043
	920	0.44	1.739	3.13	4.455

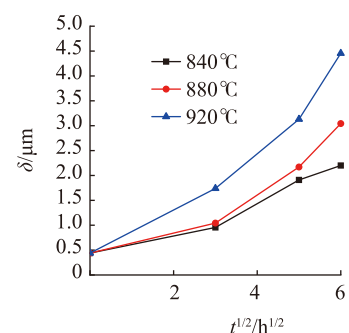
表2 界面反应长大系数

Table 2 Interfacial reaction growth factor

复合温度 /°C	热处理温度 /°C	$k/(1.0 \times 10^{-6} \text{m} \cdot \text{h}^{1/2})$	$b/(1.0 \times 10^{-6} \text{m})$
800	840	0.2085	0.3542
	880	0.4423	0.0758
	920	0.6333	0.1262
830	840	0.2992	0.3227
	880	0.4194	0.2072
	920	0.6392	0.2038



(a) 800°C /120MPa/2h



(b) 830°C /120MPa/2h

图23 不同温度下复合后的界面反应层长大动力学曲线

Fig.23 Interface reaction kinetics growth curve after consolidation of different temperature

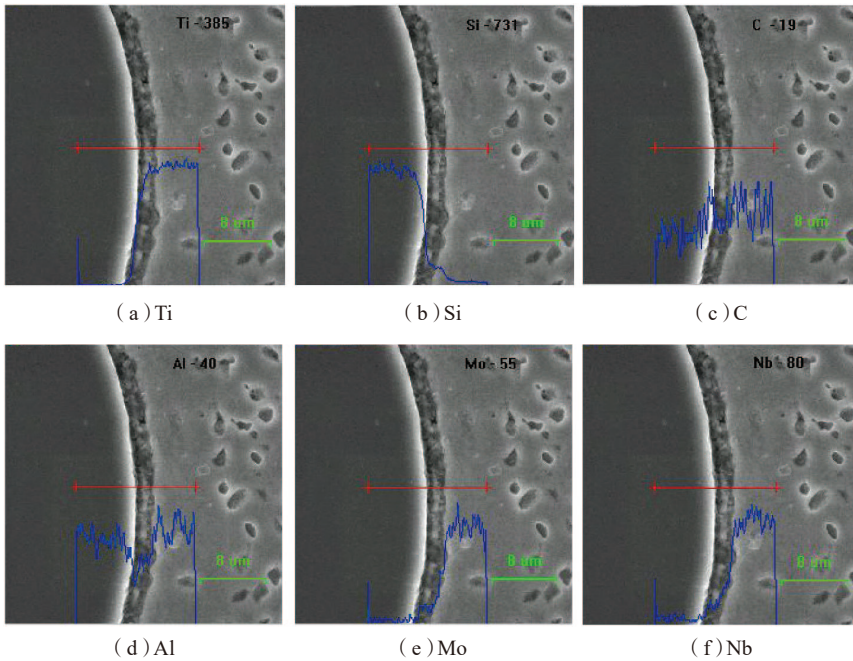


图24 830°C/120MPa/2h, 840°C/36h元素分布  
Fig.24 830°C/120MPa/2h, 840°C/36h elements distribution

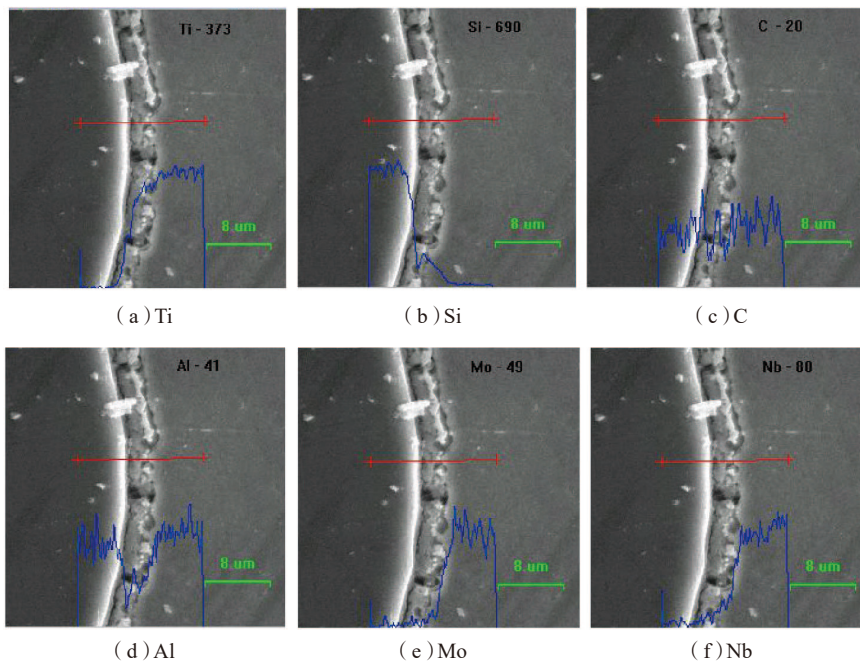


图25 830°C/120MPa/2h, 880°C/36h元素分布  
Fig.25 830°C/120MPa/2h, 880°C/36h elements distribution

的含量较多,而 Mo、Nb 等原子半径较大的元素含量较低。与界面成分线扫描相对应,随着热处理延长,界面反应层厚度增加,与此同时,往往会观察到反应层中的 C 元素含量存

在一个波峰值,而 Al 元素则存在一个明显的波谷,与此相对应反应层中的 Mo、Nb 元素的含量均较高。这可能与界面反应生成的高稳定性的碳化物、硅化物等化合物有关。

### 2.3 不同热处理条件下的基体组织

图 27 是经过不同热处理后复合材料的基体组织,β21S 钛合金属于时效硬化型亚稳 β 钛合金,经过固溶处理+时效处理,获得的组织是原始 β 相组织+在晶界和晶内时效析出的细小的 α 相钛合金,通过调整固溶处理和时效处理的工艺参数,可以获得最佳的微观组织,从而使基体材料具有较佳的力学性能。由图 27 可知,基体组织为在 β 相基体上析出的细小 α 相。随着热处理时间延长,基体的晶粒尺寸长大,特别是当热处理时间从 0h 增至 9h 时,晶粒尺寸长大显著,达到了 100μm 以上。当热处理时间超过 36h,随着时间延长,晶粒尺寸长大不显著。

### 3 蒙皮带筋条结构件制备与分析

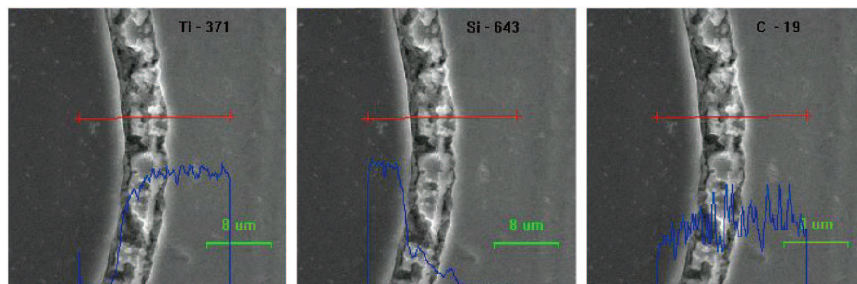
为了提高飞机结构的刚度,一般采用带筋壁板结构,带筋壁板是典型的飞机蒙皮结构,同样, SiC<sub>f</sub>/β21S 复合材料制备蒙皮结构一般也设计成蒙皮带筋条结构。为了避免带筋壁板在成型过程中造成纤维损伤,一般采用直接热等静压成型(HIP Forming Process)的方法,即将零件按照几何形状分解为多个组元,分别加工后组合在一起,然后通过一个热等静压工艺循环,制备出近终尺寸的结构件,只需要少量的数控加工可获得最终尺寸零件。其中组元可以是零维(粉末)、一维(丝材)、二维(箔材或丝材)、三维(块材),材料可以是金属及金属基、陶瓷或陶瓷基复合材料等。实际上,热等静压成型过程类似于增材制造的过程,与传统增材制造的区别在于,传统的增材制造技术无论是采用丝材、粉末、带材等原材料形式,都是将原材料按照轨迹进行排布,然后在排布的同时立刻实现材料之间的连接,即材料的排布和连接在一个工艺过程中实现。热等静压成型技术则是先将不同形式的材料按照轨迹排布,然后包覆包套,在另一

个热循环过程中,实现不同组元之间的连接,即材料的排布和连接在两个工艺过程中实现。

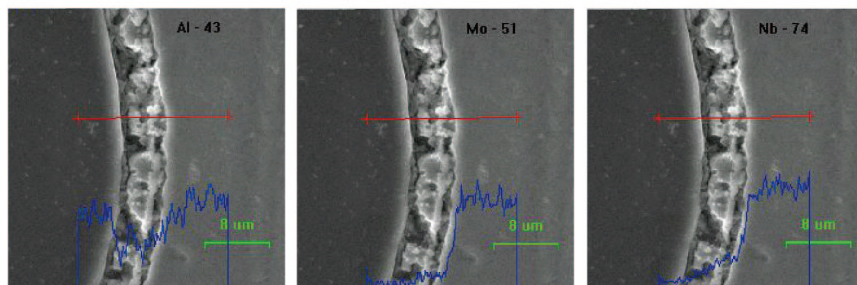
图 28 是带筋蒙皮的横截面结构尺寸,其长度为 200mm,图 29 是带筋蒙皮的组合关系。采用箔-纤维-箔工艺制备出  $\text{SiC}_f/$

$\beta 21\text{S}$  复合材料蒙皮,复合工艺为  $830^\circ\text{C}/120\text{MPa}/2\text{h}$ ,采用数控加工的方法加工出  $\beta 21\text{S}$  钛合金筋条和填块,以及热等静压钢包套,其中填块是为了防止热等静压过程中结构件变形,并可以增加筋条与复合材料蒙皮之间的扩散连接面积,提高

扩散连接质量。然后将复合材料蒙皮、筋条、填块组合后放入到热等静压包套中(图 30),经过封焊、真空除气、真空封装、热等静压后,制备出预制坯(图 31),热等静压工艺为  $860^\circ\text{C}/200\text{MPa}/4\text{h}$ 。将热等静压后的预制坯经过数控加工后,加工出



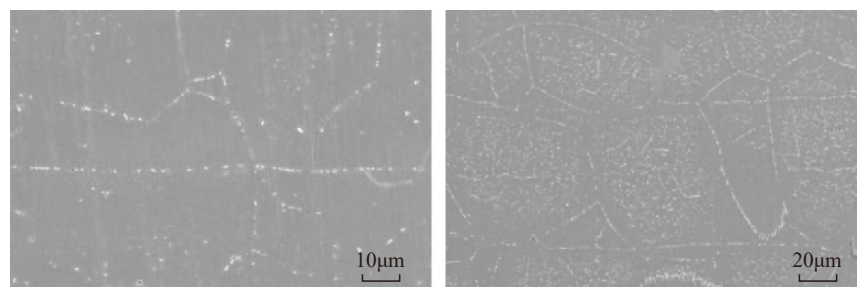
(a) Ti (b) Si (c) C



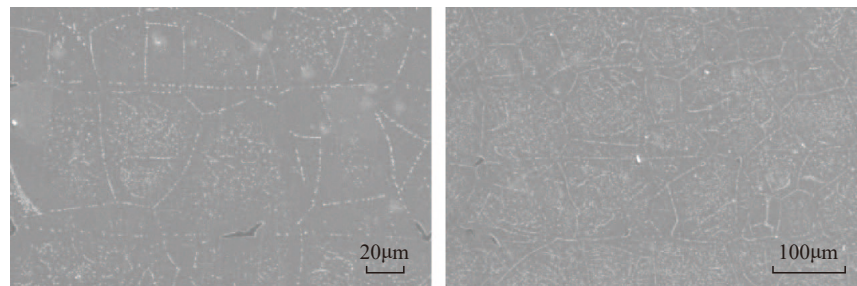
(d) Al (e) Mo (f) Nb

图26  $830^\circ\text{C}/120\text{MPa}/2\text{h}$ ,  $920^\circ\text{C}/36\text{h}$ 元素分布

Fig.26  $830^\circ\text{C}/120\text{MPa}/2\text{h}$ ,  $920^\circ\text{C}/36\text{h}$  elements distribution



(a) 0h (b) 9h



(c) 25h (d) 49h

图27  $830^\circ\text{C}/120\text{MPa}/2\text{h}$ 热等静压,经 $920^\circ\text{C}$ 热处理后的基体组织  
Fig.27 Microstructure after  $830^\circ\text{C}/120\text{MPa}/2\text{h}$ ,  $920^\circ\text{C}$  heat treatment

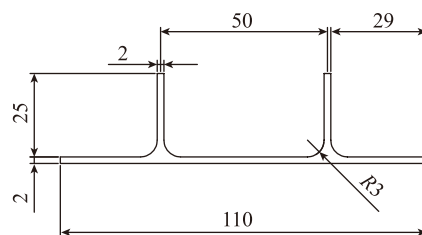


图28 蒙皮带筋条结构外形尺寸

Fig.28 Dimensions of ribbed skinning structure

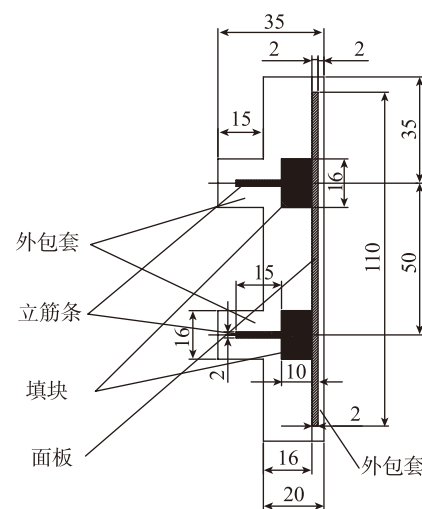


图29 组装后的筋条、填块、蒙皮及包套

Fig.29 Combined position relationship of ribs, filled blocks, skin and package

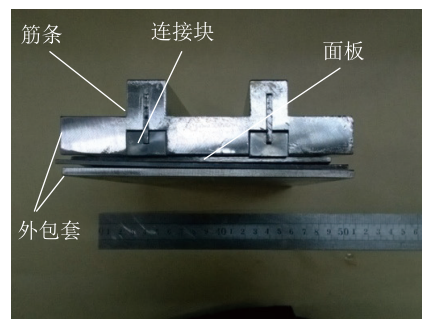


图30 连接块及筋条、蒙皮组装后的外形

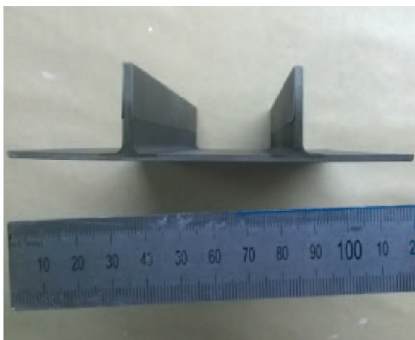
Fig.30 Assembled preform of ribs, filled blocks, skin and package



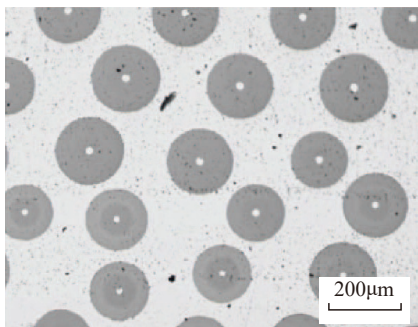
图31 热等静压后的预制坯  
Fig.31 Preform after HIP



(a) 结构件俯视图



(b) 结构件左视图



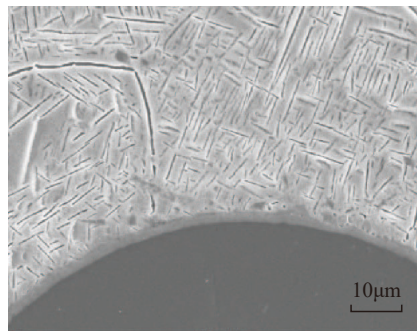
(c) 复合材料横断面

图32 带筋蒙皮及其微观组织  
Fig.32 Ribbed skinning part and its microstructure

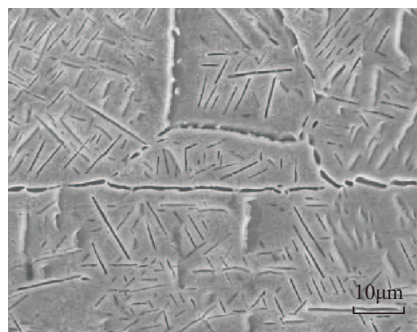
蒙皮带筋条结构,如图 32 (a)、(b) 所示。

图 32 (a)、(b)是数控加工后的蒙皮带筋条结构件,制备出的薄壁蒙皮带筋条结构件外形尺寸无缺陷,几何尺寸与设计外形相符合。图 32(c)是结构件横断面微观组织,制备面板中的复合材料具有良好的纤维排布,层间结合良好。

图 33 (a)是复合材料蒙皮中的纤维/基体界面,可知经过两个热循环工艺 830 °C /120MPa/2h、860 °C /200MPa/4h 后,界面反应层厚度均匀,厚度达到了 1.67µm,无裂纹、孔洞等缺陷,在基体钛合金 β 晶粒的内部,析出了大量细小的针状 α 相。图 33 (b)是扩散连接后的界面微观组织,经过两个热循环工艺,获得了良好的基体/基体扩散连接界面,界面完全融合为一体,实现了冶金熔合。



(a) 复合材料蒙皮中纤维/基体界面



(b) 基体/基体扩散连接界面

图33 带筋蒙皮结构中材料的微观组织  
Fig.33 Microstructure in ribbed skinning part

## 结论

(1) 采用数控缠绕纤维后喷胶的方法可以制备出纤维排布均匀的纤维布,满足了箔-纤维-箔制备工艺的要求。采用 840 ~ 900 °C /20 ~ 40min 处理后快速冷却,再经过冷轧的方法制备出厚度为 0.1mm 的箔材,箔材表面光亮、平整,满足了箔-纤维-箔制备工艺的要求。

(2) 对 SiC<sub>f</sub>/β21S 复合材料采用箔-纤维-箔复合过程进行有限元分析,结果表明,加载过程分为两个阶段,在层间基体未接触时,压力随着时间缓慢增加,在层间基体接触后,压力随着时间迅速升高达到峰值载荷。纤维间距、目标应变速率对加载曲线有显著影响,而箔材厚度、纤维直径对加载曲线的影响不显著。

(3) 当 SiC<sub>f</sub>/β21S 复合材料采用箔-纤维-箔制备,较佳的工艺参数区间为 800~830 °C /120MPa/2h,可获得良好的界面结合和基体扩散连接界面结合。经过长时间热处理, SiC<sub>f</sub>/β21S 复合材料界面表现出良好的界面稳定性。

(4) 采用热等静压成型技术与箔-纤维-箔制备方法相结合,可以制备 SiC<sub>f</sub>/β21S 复合材料高筋条蒙皮结构,其工艺参数为 830 °C /120MPa/2h+860 °C /200MPa/4h。

## 参考文献

- [1] 李清源, 史俊红. 高超音速技术发展概述 [J]. 强度与环境, 2012, 39(5): 55-64.
- LI Qingyuan, SHI Junhong. Recent developments of hypersonic technology[J]. Structure & Environment Engineering, 2012, 39(5): 55-64.
- [2] 周义刚, 杨延清. 碳化硅连续纤维增强钛基复合材料的研究进展 [J]. 金属学报, 2002, 38(S1), 461-465.
- ZHOU Yigang, YANG Yanqing. Progress in the study of titanium matrix composites reinforced by SiC fibers[J]. Acta Metallurgica

Sinica 2002, 38(S1): 461–465.

[3] MALL S, NICHOLAS T. Titanium matrix composites: mechanical behavior[M]. Florida: CRC Press, 1997.

[4] 陈玉文.  $\beta$ 21S 钛合金的组织 and 性能研究 [J]. 材料工程, 1998(1): 11–14.

CHEN Yuwen. The research on microstructure and mechanical properties of  $\beta$ 21S titanium alloy[J]. Journal of Materials Engineering, 1998(1): 11–14.

[5] 朱知寿, 钟鸣, 储俊鹏, 等.  $\beta$ 21S 钛合金板材的静态再结晶规律研究 [J]. 材料工程, 1999(5): 16–19.

ZHU Zhishou, ZHONG Ming, CHU Junpeng, et al. Static recrystallization behaviors of cold rolled  $\beta$ 21S titanium sheet[J]. Journal of Materials Engineering, 1999(5): 16–19.

[6] 彭益群, 周光爵, 于启山, 等. 新一代  $\beta$  钛合金— $\beta$ 21S 合金 [J]. 稀有金属, 1994, 18(3): 187–189.

PENG Yiqun, ZHOU Guangjue, YU Qishan, et al. New  $\beta$  titanium alloy— $\beta$ 21S[J].

Chinese Journal of Rare Metals, 1994, 18(3): 187–189.

[7] OSBORNE D, CHANDRA N, GHONEM H. Interphase behavior of titanium matrix composites at elevated temperature[J]. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 2001, 32(3/4): 545–553.

[8] BAKUCKAS J G, JOHNSON W S. Modeling fatigue crack growth in cross ply titanium matrix composites[R]. Hampton: NASA Technical Memorandum, 1993.

[9] WARD G T, HERRMANN D J, HILLBERRY B M. Fatigue life behavior and matrix fatigue crack spacing in unnotched SCS–6/timetal 21S metal matrix composites[R]. Hampton: NASA Contractor Report, 1993.

[10] MIRDAMADI M, JOHNSON W S. Prediction of stress–strain response of SCS–6/timetal–21S subjected to a hypersonic flight profile[R]. Hampton: NASA Technical Memorandum, 1994.

[11] CASTELLI M G. Thermomechanical and isothermally fatigue behavior of a [90]8

titanium matrix composite[R]. Hampton: NASA Contractor Report, 1993.

[12] MIRDAMADI M, JOHNSON W S. Modeling and life prediction methodology for titanium matrix composites subjected to mission profiles[R]. Hampton: NASA Technical Memorandum, 1993.

[13] CASTELLI M G. Thermomechanical fatigue damage/failure mechanisms in SCS–6/timetal 21S [0/90]s composite[R]. Hampton: NASA Contractor Report, 1994.

[14] CASTELLI M G. Characterization of damage progression in SCS–6/timetal 21S [0] {sub 4} under thermomechanical fatigue loadings[R]. Hampton: NASA Contractor Report, 1997.

[15] MILLER J L, PORTANOVA M A, JOHNSON W S. Impact damage resistance and residual property assessment of [0/+45/90]s SCS–6/timetal 21S[R]. Hampton: NASA Technical Memorandum, 1995.

通讯作者: 赵冰, E-mail: zhao6833@163.com。

## Fabrication of SiC Fiber Reinforced $\beta$ 21S Alloy Composites and Its Skin Structures

ZHAO Bing<sup>1,2,3</sup>, WANG Xiaoliang<sup>4</sup>, QU Haitao<sup>1,2,3</sup>, LIN Song<sup>1</sup>, XIN Shewei<sup>5</sup>

(1. AVIC Manufacturing Technology Institute, Beijing 100024, China;

2. Aviation Key Laboratory of Science and Technology on Plastic Forming, Beijing 100024, China;

3. Beijing Key Laboratory on Digital Plastic Forming and Equipment, Beijing 100024, China;

4. Naval Representative Office in Beijing, Beijing 100024, China;

5. Northwest Institute for Non-Ferrous Metal Research, Xi'an 710016, China)

**[ABSTRACT]** The SiC fiber reinforced  $\beta$ 21S composites (SiC<sub>f</sub>/ $\beta$ 21S) were prepared by foil–fiber–foil (FFF) method. The foils were obtained by cold rolling and annealing treatment, and the fiber cloth was obtained by computer controlled filament winding machine. The consolidation process of FFF was calculated by finite element analysis software, and the optimum process parameters were determined. SiC<sub>f</sub>/ $\beta$ 21S composites were prepared under the optimum conditions, the hot isostatic pressing process parameters were 830°C, 860°C /120MPa/2h, and then heat treated in vacuum environment at varied temperature for 0h, 9h, 25h, 49h. The microstructure of SiC<sub>f</sub>/ $\beta$ 21S composites and metal matrix were analyzed after the vacuum heat treatment, the microstructure evolution and kinetics of interfacial reaction layer were investigated. The ribbed skinning part of SiC<sub>f</sub>/ $\beta$ 21S composite was fabricated by the combination of foil–fiber–foil method and hot isostatic pressing process. The microstructure and properties of SiC<sub>f</sub>/ $\beta$ 21S composite part were tested and analyzed.

**Keywords:** Titanium matrix composites;  $\beta$ 21S titanium alloy; Interfacial reaction kinetics; Ribbed skinning structure; SiC fiber (责编 李丹)