

# 钛合金熔炼用 $\text{Y}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-MgO-CaO}$ 系耐火材料的设计与制备

刘 坤<sup>1</sup>, 马北越<sup>1</sup>, 周 萍<sup>1</sup>, 咎文字<sup>1</sup>, 余 超<sup>2</sup>, 邓承继<sup>2</sup>, 王周福<sup>2</sup>

(1. 东北大学冶金学院, 沈阳 110819; 2. 武汉科技大学, 省部共建耐火材料与冶金国家重点实验室, 武汉 430081)

**摘 要:** 坩埚耐火材料对钛合金熔炼的质量非常重要, 为开发高性能新型坩埚材料, 以工业  $\text{Y}_2\text{O}_3$  和  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-MgO-CaO}$  系粉末(AMC)为原料, 制备出  $\text{Y}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-MgO-CaO}$  系复合耐火材料, 研究了烧结温度(1500 °C、1600 °C)和 AMC 含量(0、25%、50%、75%和 100%, 质量分数)对所制备耐火材料的物相组成、烧结性能(线收缩率、体积收缩率、显气孔率、体积密度)、常温耐压强度、抗热震性能和显微结构的影响。结果表明: 相对于  $\text{Y}_2\text{O}_3$  和 AMC 材料, 复合材料的性能均有所提高; 提高烧结温度, 其性能更佳; 且随着 AMC 含量的提高, 复合材料的线收缩率、体积收缩率、体积密度和常温耐压强度随之增大, 显气孔率降低; 当 AMC 的质量含量为 75%时, 1500 °C 烧结 3 h 制得复合材料的综合性能最优, 其显气孔率为 4.37%, 常温耐压强度为 274.99 MPa, 3 次水冷热震后残余强度为 161.60 MPa, 残余强度保持率为 58.78%。

**关键词:** 复合耐火材料; 氧化钇; 钙镁铝酸盐; 烧结温度; 原料配比

中图分类号: TQ175 文献标志码: A 文章编号: 0454-5648(2023)03-0628-07

网络出版时间: 2023-02-08



## Design and Preparation of $\text{Y}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-MgO-CaO}$ Refractories for Titanium Alloy Smelting

LIU Kun<sup>1</sup>, MA Beiyue<sup>1</sup>, ZHOU Ping<sup>1</sup>, ZAN Wenyu<sup>1</sup>, YU Chao<sup>2</sup>, DENG Chengji<sup>2</sup>, WANG Zhoufu<sup>2</sup>

(1. School of Metallurgy, Northeastern University, Shenyang 110819, China;

2. The State Key Laboratory of Refractories and Metallurgy, Wuhan University of Science and Technology, Wuhan 430081, China)

**Abstract:** Crucible refractories are very important for the quality of titanium alloy smelting. In order to develop novel crucible material with high performance, in this work,  $\text{Y}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-MgO-CaO}$  composite refractories were prepared with commercial yttrium oxide and  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-MgO-CaO}$  powders (AMC) as raw materials, and the effects of sintering temperature (*i.e.*, 1500 °C, 1600 °C) and AMC contents (*i.e.*, 0, 25%, 50%, 75% and 100%, in mass fraction) on the phase compositions, sintering properties (*i.e.*, linear shrinkage, volumetric shrinkage, apparent porosity, and bulk density), compressive strength at room temperature, thermal shock resistance and microstructures of as-prepared refractories were investigated. The results show that the most properties of the composites are improved, compared with  $\text{Y}_2\text{O}_3$  and AMC. The performance becomes better as the sintering temperature increases. Moreover, the linear shrinkage, volumetric shrinkage, bulk density and compressive strength at room temperature of the composites increase with the increase of AMC contents. At the AMC content of 75%, the composite sintered at 1500 °C for 3 h has the optimum comprehensive performance (*i.e.*, the apparent porosity of 4.37%, the compressive strength at room temperature of 274.99 MPa, the residual strength after three water-cooling and thermal shocks of 161.60 MPa, and the residual strength ratio of 58.78%).

**Keywords:** composite refractories; yttrium oxide; calcium magnesium aluminate; sintering temperature; raw material ratio

钛及钛合金具有比强度高、抗腐蚀性能、生物相容性好、力学性能和加工性能良好等优点, 已广泛用于航空航天、化工和医疗等领域<sup>[1-4]</sup>。目前钛合金生产主要是真空自耗电弧熔炼和冷床炉熔炼<sup>[5]</sup>, 这些技术能源利用率低且制造成本高, 是钛合金未

能进一步普及的主要因素。真空坩埚感应冶炼技术能耗低, 且有助于消除成分偏析, 是合金熔炼的常用技术。但真空感应炉冶炼中钛合金熔体易与坩埚发生反应<sup>[6-7]</sup>。目前, 研究较多的钛合金熔炼用坩埚材料有石墨、W、 $\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3 \text{ 稳定})$ 、BN、MgO、

收稿日期: 2022-10-02。 修订日期: 2022-10-24。

基金项目: 国家自然科学基金区域创新发展联合基金重点项目资助(U21A2057)。

第一作者: 刘 坤(1997—), 男, 硕士研究生。

通信作者: 马北越(1978—), 男, 博士, 教授。

Received date: 2022-10-02. Revised date: 2022-10-24.

First author: LIU Kun (1997—), male, Master candidate.

E-mail: 32471883@qq.com

Correspondent author: MA Beiyue (1978—), male, Ph.D., Professor.

E-mail: maceramic@126.com

$Al_2O_3$ 、 $BaZrO_3$  和  $Y_2O_3$  等<sup>[8-11]</sup>, 但这些材料存在制得的钛合金氧含量增加和坩埚材料成本高等问题。

$Y_2O_3$  耐热、耐腐蚀、热力学稳定性优异, 被认为是合金熔炼和精密铸造较为理想的耐火材料<sup>[12-13]</sup>。 $Y_2O_3$  在耐火材料中, 可被用作添加剂或者制备涂层、单相材料或复合材料等。作为添加剂应用时,  $Y_2O_3$  只能改善主相材料的某一特性; 作为涂层应用提高了工艺难度, 且难以杜绝对合金的侵蚀<sup>[14]</sup>。目前, 已有研究证实  $Y_2O_3$  材料在钛合金熔炼中抗侵蚀性能优异, 但是其抗热震性差, 难以烧结致密且价格昂贵, 不适宜作为单一材料在钛合金生产中应用<sup>[15-16]</sup>。 $Al_2O_3-MgO-CaO$  系粉末(AMC)为  $MgAl_2O_4$ (MA)、 $CaAl_4O_7$ (CA<sub>2</sub>) 和  $CaAl_2O_4$ (CA) 的固溶体, 具有熔点高、热导率低、抗热震性和抗热还原性好等优点<sup>[17-20]</sup>。将  $Y_2O_3$  与  $Al_2O_3-MgO-CaO$  系粉末(AMC)等材料进行复合, 利用 AMC 具有的良好热震稳定性的优势, 在保证  $Y_2O_3$  优异性能的同时, 改善其缺点, 并降低成本, 是未来的重点研究发展方向。

选用 AMC 与  $Y_2O_3$  在 1500 °C 和 1600 °C 条件下保温 3 h 制备  $Y_2O_3-Al_2O_3-MgO-CaO$  系复合耐火材料, 研究了烧结温度(1500、1600 °C)和原料配比(分别为 AMC 含量 0、25%、50%、75%、100%, 质量分数)对复合材料性能(线收缩率、体积收缩率、显气孔率、体积密度、常温耐压强度、抗热震性)的影响。

## 1 实验

### 1.1 样品制备

主要原料为: 工业  $Y_2O_3$  粉末, 粒度  $\leq 74 \mu m$ ,  $w(Y_2O_3) \geq 99.99\%$ ,  $w$  为质量分数;  $Al_2O_3-MgO-CaO$  系粉末(AMC), XRD 谱见图 1, 粒度  $\leq 74 \mu m$ ,  $w(Al_2O_3)=70.07\%$ ,  $w(MgO)=18.42\%$ ,  $w(CaO)=8.42\%$ ,  $w(SiO_2)=0.45\%$ ,  $w(Fe_2O_3)=0.37\%$ ,  $w(others)=2.27\%$ ; 聚乙烯醇(1799 型)为分析纯。

先将  $Y_2O_3$  粉末与 AMC 粉末分别过 200 目标准筛(筛孔尺寸为  $75 \mu m$ ), 再按照 AMC 质量含量为 25%、50%、75% 的比例与  $Y_2O_3$  配料, 加入适量无水乙醇, 利用行星球磨机(转速为 400 r/min)球磨 2 h, 最后在 100 °C 干燥箱中充分干燥后得到混合粉体, 混合粉体的粒度分布图见图 2。

将干燥后的混合粉体与 90 °C 的聚乙烯醇溶液(8%, 质量分数)按照质量比 5:2 放入玛瑙研钵中研磨均匀; 将其放入压力机中, 于 50 MPa 压力下保压 3 min 制成  $\phi 16 mm \times 16 mm$  的圆柱样坯。最后把样坯

放入高温炉中分别在 1500 °C 和 1600 °C 条件下保温 3 h 制得  $Y_2O_3-Al_2O_3-MgO-CaO$  复合材料样品。

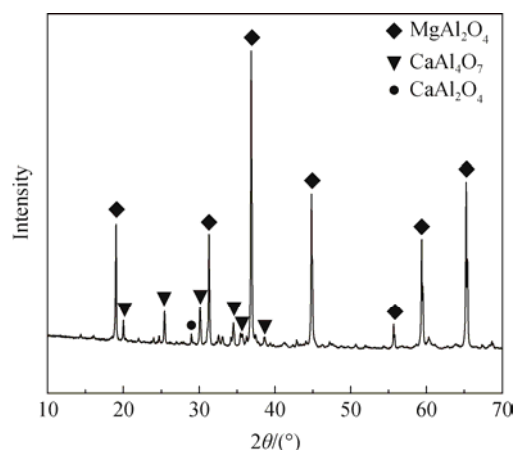


图 1 AMC 原料的 XRD 谱

Fig. 1 XRD pattern of AMC raw material

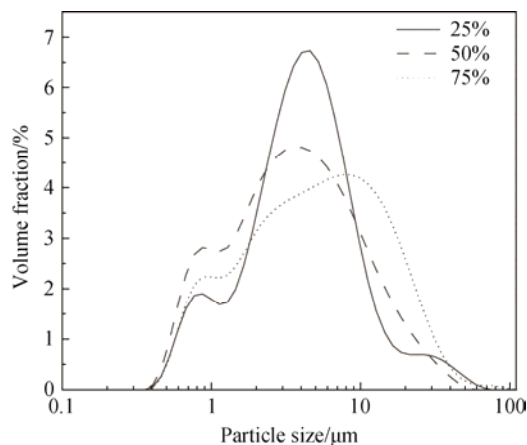


图 2 不同 AMC 含量混合粉体球磨后的粒度分布曲线

Fig. 2 Particle size distribution of mixed powders with different AMC contents after ball milling

### 1.2 样品表征

用 ultima IV 型 X 射线衍射仪(XRD)分析烧后样品的物相组成, 测试条件: Cu 靶, 功率 1.6 kW,  $10^\circ \sim 90^\circ$ ,  $5^\circ/\text{min}$ 。将烧后的样品用砂纸打磨平整, 用超声波清洗干净, 使用扫描电子显微镜(SEM)和面扫描(EDS)观察样品的微观形貌和微区成分。用游标卡尺测量样品烧结前后的直径和高度, 计算样品的线收缩率和体积收缩率。根据 GB/T 2997—2015 《致密定形耐火制品体积密度、显气孔率和真气孔率试验方法》检测烧后样品的显气孔率和体积密度。根据 GB/T 5072—2008 《耐火材料常温耐压强度试验方法》检测  $Y_2O_3-Al_2O_3-MgO-CaO$  系耐火材料的常温耐压强度。抗热震性检测方法如下: 将烧后样品放入 1100 °C 的热震实验炉中加热 15 min, 然后放入冷水中冷却 3 min, 取出后空冷 2 min。如此循环

3 次后检测样品的残余耐压强度, 并计算残余强度保持率, 以表征样品的抗热震性。

## 2 结果与讨论

### 2.1 物相组成

图3为不同温度、不同AMC质量含量样品的XRD谱。由图3可见: 不同保温温度下样品物相组成基本相同, 其产物随着AMC质量含量变化而变化。当AMC质量含量为25%时, 晶相组成主要为 $Y_2O_3$ 、 $MgAl_2O_4$ 、 $Al_2Y_4O_9$ 和 $CaAl_2O_4$ ,  $Y_2O_3$ 与 $CaAl_4O_7$ 反应生成了 $Al_2Y_4O_9$ ; 而当AMC质量含量

增加至50%时, 晶相组成主要是 $Y_2O_3$ 、 $MgAl_2O_4$ 、 $YAlO_3$ 、 $CaAl_2O_4$ ,  $Y_2O_3$ 与 $CaAl_4O_7$ 反应生成了 $YAlO_3$ ; 当AMC质量含量为75%时,  $Y_2O_3$ 与 $CaAl_2O_4$ 反应生成了 $Al_5Y_3O_{12}$ , 并进一步生成了新物质 $CaYAlO_4$ , 晶相组成主要是 $MgAl_2O_4$ 、 $Al_5Y_3O_{12}$ 、 $CaYAlO_4$ ; 不同AMC与 $Y_2O_3$ 的配比在反应过后的物相变化较大。

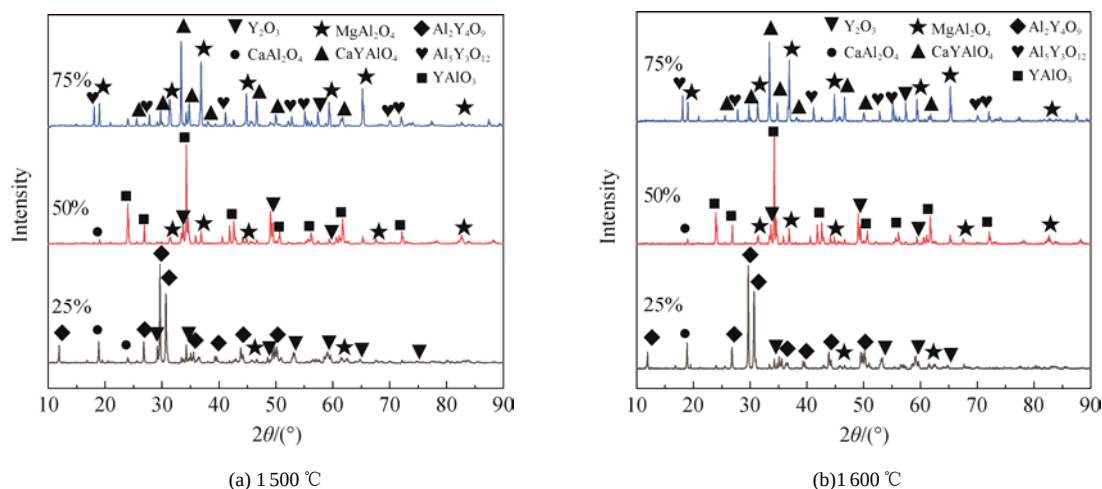
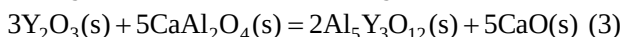
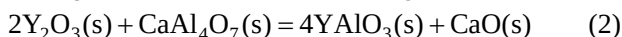
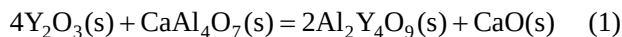


图3 在不同温度下保温3h制得不同AMC含量样品的XRD谱

Fig. 3 XRD patterns of samples with different AMC contents prepared at different temperatures for 3h

### 2.2 物理性能

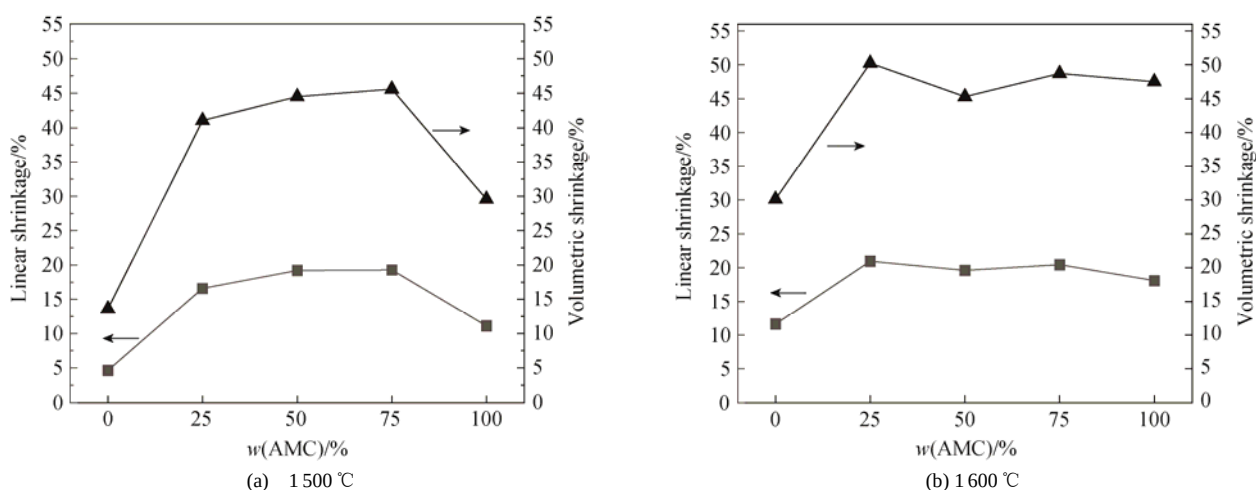
图4为不同保温温度、不同配比烧后样品的线收缩率和体积收缩率。由图4可见: 在保温温度从1500℃升到1600℃后, 制得样品的线收缩率和体积收缩率有小幅提升; 在1500℃的保温温度下, 与 $Y_2O_3$ 和AMC样品相比,  $Y_2O_3$ 与AMC混合制备的复合样品线收缩率和体积收缩率大幅提升, 此时是 $Y_2O_3$ 与AMC混合生成的固溶物使样品在该温度下处于较高的活性, 所以有较高的收缩率; 在1600℃的保温温度下, AMC样品的收缩率相对于1500℃的保温温度有明显提升, 与复合样品的收缩率相当, 表明在1600℃的保温温度下, AMC处于较高的活性状态; 在1600℃的保温温度下, AMC质量含量的变化对复合样品的收缩率影响不大, 此时温度对样品收缩率起主要作用; 在1500℃的保温温度下, 当AMC质量含量为75%时, 制得样品的线收缩率和体积收缩率在3个配比的复合样品中均为最大, 分别为19.28%和45.60%。随着AMC

质量含量的增加; 在1500℃条件下, 样品的线收缩率与体积收缩率的变化趋势保持一致, 即先增加后降低; 加入25%质量含量的AMC后, 样品的线收缩率与体积收缩率明显增加。由图3a可以看出, 样品内部主要发生了 $Y_2O_3$ 与 $CaAl_4O_7$ 之间的固相反应, 生成了 $Al_2Y_4O_9$ , 但同时生成了CaO。反应初期,  $Y_2O_3$ 质量含量较多, 加入25%质量含量的AMC后, XRD谱中依然有少量的 $Y_2O_3$ 未反应完全, 根据反应(1), 说明 $Y_2O_3$ 相对 $CaAl_4O_7$ 是过量的, 此时CaO大量生成, CaO容易与杂质形成低共熔点的液相, 导致样品的线收缩率和体积收缩率均有明显的上升; 随着AMC的质量含量由25%增加75%, 反应(2)继续进行, 过量的 $Y_2O_3$ 与AMC中的 $CaAl_4O_7$ 继续反应生成 $YAlO_3$ , 同时伴随着CaO的生成, 导致低共熔点液相量的增加, 样品收缩率加剧, 但明显较为缓慢; 镁铝尖晶石晶相的衍射峰数量增加且峰强增加, 说明镁铝尖晶石的合成反应伴随的体积膨胀效应抑制了部分烧结收缩; 加入质量

含量为 75% 的 AMC 后,  $YAlO_3$  消失, 出现较多含量的  $CaYAlO_4$ , 说明在此时样品内部发生了反应(4),  $YAlO_3$  逐渐被  $CaO$  反应消耗, 生成  $CaYAlO_4$ , 含  $CaO$  的低共熔点液相由于原子扩散, 随着上述反应(4)的进行, 液相量逐渐降低, 直至 AMC 的质量含量增加到 100% 时, 此时液相量降至最低, 样品的烧结收缩率降低。

温度的升高可以促进原子扩散, 更有利于反应(1)、反应(2)、反应(3)的进行, 导致在 1600 °C 条件下, 样品的线收缩率与体积收缩率均高于 1500 °C。但由图 4b 可以看出: 当 AMC 的质量含量为 25% 时, 样品的线收缩率和体积收缩率最大, 由于温度的升高, 样品内部各物质间的反应速率

加快,  $CaO$  生成速率增加, 随着温度升高, 在相图上更有利于液相的产生, 故样品的线收缩率和体积收缩率最大, 随着镁铝尖晶石的生成, 升高温度有利于镁铝尖晶石的发育, 膨胀作用明显; 温度的升高导致反应(2)、反应(3)的迅速完成, 液相量来不及形成, 导致样品的线收缩率和体积收缩率在 AMC 质量含量为 25%~75% 时, 有较为明显的上下波动。当 AMC 质量含量为 100% 时, 反应(2)、反应(3)得到  $CaO$  依旧来不及形成低共熔点液相, 就逐渐被  $YAlO_3$  消耗完生成  $CaYAlO_4$ , 因此一定程度上抑制了样品液相烧结收缩, 使样品的线收缩率和体积收缩率维持在一个较稳定的变化趋势如图 4b 所示。



w is mass fraction.

图 4 AMC 含量对在不同温度下保温 3h 制备样品的线收缩率和体积收缩率的影响

Fig. 4 Effects of AMC content on the linear shrinkage and volumetric shrinkage of the samples prepared at different temperatures for 3 h

图 5 为不同保温温度下不同配比烧后样品的显气孔率和体积密度。由图 5 可见: 复合样品的性能

相对于  $Y_2O_3$  和 AMC 样品相比性能有大幅的提升, 且随着 AMC 质量含量的增加, 复合样品的显气孔

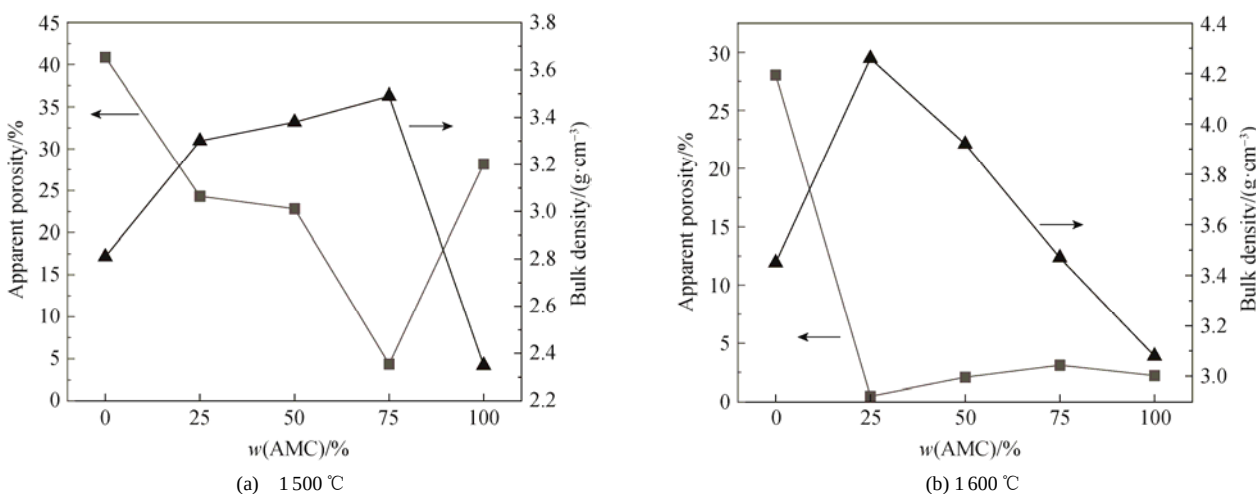


图 5 AMC 含量对在不同温度下保温 3h 制得样品显气孔率和体积密度的影响

Fig. 5 Effects of AMC content on the apparent porosity and bulk density of the samples prepared at different temperatures for 3 h

率减小, 体积密度增大; 当 AMC 质量含量为 75% 时, 制得的样品在 3 个配比的复合样品中显气孔率最低, 为 4.37%, 体积密度最大, 达到了  $3.49 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ ; 在  $1600^\circ\text{C}$  的保温温度下, 复合样品和 AMC 样品的显气孔率均处于较低水平, 体积密度随着 AMC 含量的增大而降低, 样品的致密度相对  $1500^\circ\text{C}$  保温温度下制得样品有明显提升。

图 6 为不同保温温度下烧后样品的常温耐压强度, 热震后残余强度和强度保持率。由图 6 可见: 在  $1500^\circ\text{C}$  的保温温度下, 随着 AMC 质量含量的增加, 复合样品的常温耐压强度随之增大, 且复合材料的强度相对于  $\text{Y}_2\text{O}_3$  和 AMC 样品有大幅的提高;  $\text{Y}_2\text{O}_3$  在  $1500^\circ\text{C}$  烧结 3 h 制得的样品常温耐压强度仅有 18.83 MPa; 当 AMC 的质量含量为 75% 时, 复合样品的常温耐压强度更大, 为 274.99 MPa。在  $1600^\circ\text{C}$  的保温温度下, 样品的常温耐压强度随着 AMC 含量的增加大致呈上升趋势; 但是当 AMC 质量含量为 25% 时, 样品的常温耐压强度、热震后残余强度和强度保持率均有了反常的增大, 这是因为在该配比下,  $\text{Y}_2\text{O}_3$  与 AMC 中的  $\text{CaAl}_4\text{O}_7$  反应生成了  $\text{Al}_2\text{Y}_4\text{O}_9$  新相, 在  $1600^\circ\text{C}$

下发生了促进了烧结, 所以样品的显气孔率和常温耐压强度结果较好, 但是由于形成了表面液相同时内部反应剧烈, 在样品的内部生成了较大的裂纹, 难以进行进一步的研究和应用; 当 AMC 质量含量为 75% 时, 复合样品的常温耐压强度为 299.49 MPa。

样品热震后残余强度与常温耐压强度相对应, 随着 AMC 质量含量的增加, 复合样品的残余强度也随之增高, 其中, AMC 质量含量为 0 时(即纯  $\text{Y}_2\text{O}_3$  制得的样品), 在 2 次水冷热震后就均已破碎, 所以 3 次水冷热震后的残余强度和残余强度保持率均为 0。在  $1500^\circ\text{C}$  的保温温度下, AMC 制得的样品 3 次水冷热震后残余强度保持率达到了 92.69%, 说明 AMC 样品具有较好的抗热震性能。当 AMC 的质量含量为 75% 时, 复合样品的热震后残余强度更大, 为 161.60 MPa, 此时样品的残余强度保持率为 58.78%, 与 AMC 质量含量 50% 时复合材料最高的强度保持率 63.24% 相差不大。在  $1600^\circ\text{C}$  的保温温度下, 当 AMC 的质量含量为 75% 时, 复合样品的热震后残余强度为 182.03 MPa, 残余强度保持率为 60.78%。

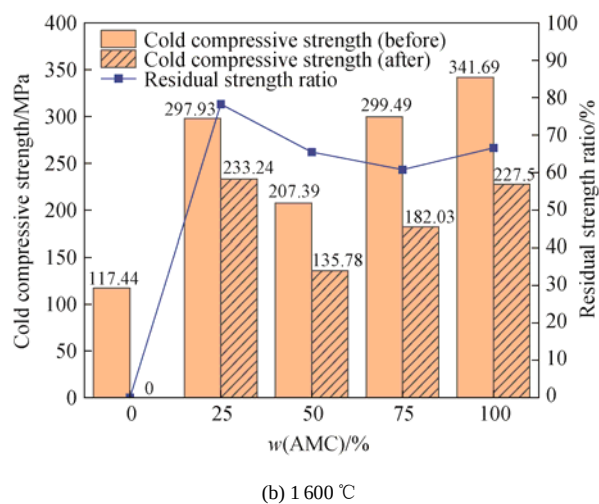
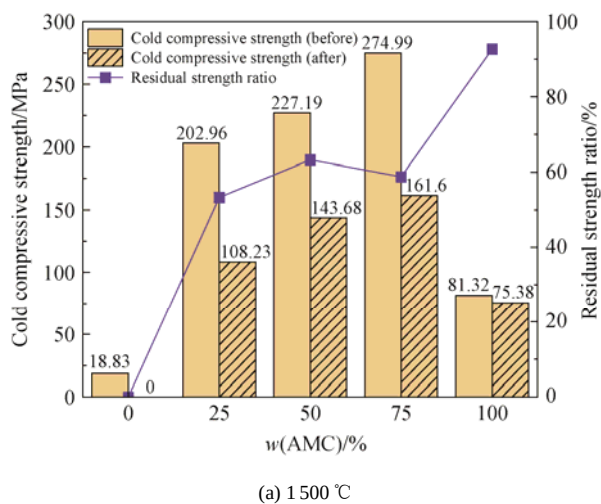


图 6 AMC 含量对在不同温度下保温 3 h 制得样品的常温耐压强度和抗热震性影响

Fig. 6 Effects of AMC content on the cold compressive strength and thermal shock resistance of the samples prepared at different temperatures for 3 h

### 2.3 显微结构

图 7 为 AMC 质量含量为 75% 时在  $1500^\circ\text{C}$  和  $1600^\circ\text{C}$  条件下保温 3 h 制得样品的 SEM 照片及 EDS 能谱。由图 7 可见, 该配比下制得的样品具有较高的致密度, 晶体间结合较为紧密, 气孔较少且很浅, 孔径仅  $2 \mu\text{m}$  左右。在  $1600^\circ\text{C}$  条件下保温 3 h

制得样品的晶粒较  $1500^\circ\text{C}$  烧结 3 h 所制样品的晶粒更大, 界限更加分明, 故升高温度提高了耐火材料的致密度。EDS 元素分布面扫描可知, Ca、Al 元素分布均匀且 Y 与 Ca、Al 分布相一致, 与 Mg 元素交错分布, 说明 Y 与 Mg 分属不同的晶相, 相互掺杂且不发生反应, 与 XRD 分析相对应。

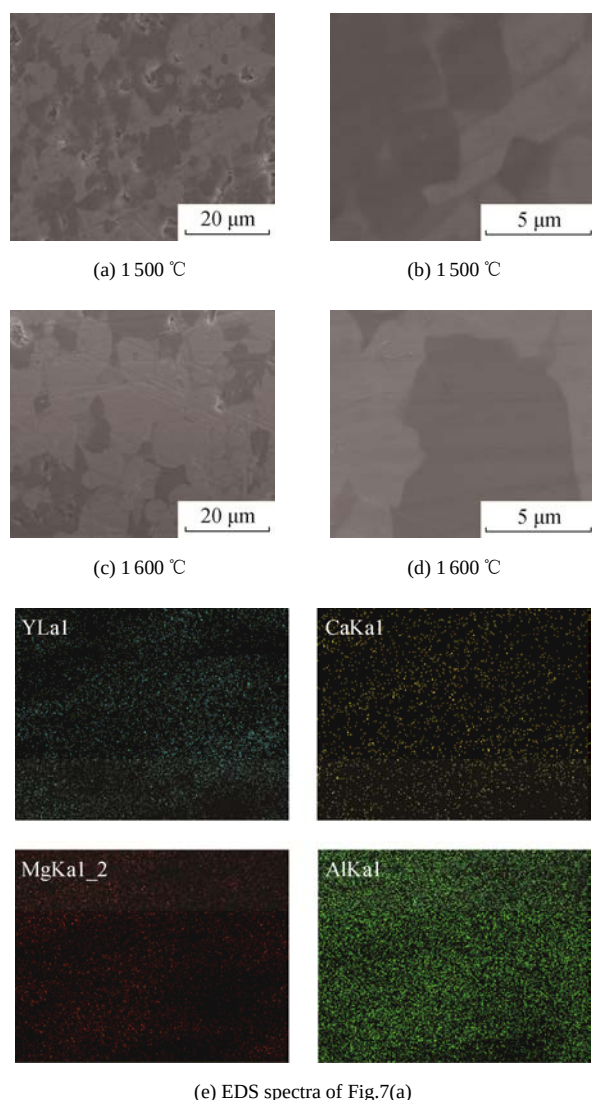
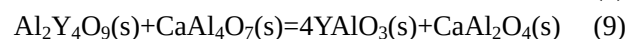
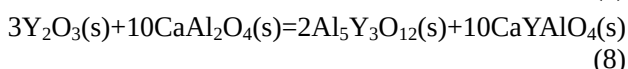
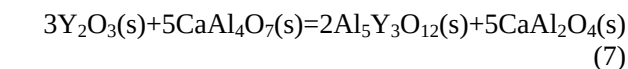
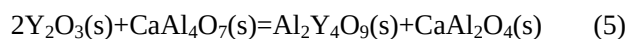


图 7 AMC 质量含量为 75% 时在 1500 °C 和 1600 °C 保温 3 h 制得样品的 SEM 照片及 EDS 能谱  
Fig. 7 SEM photographs and EDS spectrums of the samples prepared at 1500 °C and 1600 °C for 3 h when the AMC mass content was 75%

## 2.4 复合耐火材料的形成过程分析

在  $Y_2O_3$  和 AMC 制备  $Y_2O_3-Al_2O_3-MgO-CaO$  系耐火材料的过程中, 随着 AMC 含量的变化, 制得样品的物相也随之发生改变, 其涉及的化学反应如式(5)~式(10)所示:



结合 XRD 谱与 SEM 照片可知: 当 AMC 的质量

含量为 25% 时, 晶相组成主要为  $Y_2O_3$ 、 $MgAl_2O_4$ 、 $Al_2Y_4O_9$  和  $CaAl_2O_4$ , 样品中发生了反应(5),  $Y_2O_3$  与 AMC 中的  $CaAl_4O_7$  反应生成  $Al_2Y_4O_9$  和  $CaAl_2O_4$ ,  $Al_2Y_4O_9$  能够起到烧结助剂的作用, 在 1600 °C 下较多的  $Al_2Y_4O_9$  在样品表面形成致密层, 限制了样品内部的进一步反应, 从而生成了缺陷; 当 AMC 的质量含量为 50% 时, 晶相组成主要是  $Y_2O_3$ 、 $MgAl_2O_4$ 、 $YAlO_3$ 、 $CaAl_2O_4$ , 样品中在发生了反应(5)后, 由于  $CaAl_4O_7$  的含量较多进一步发生了反应(6)和反应(9), 生成的  $Al_2Y_4O_9$  进一步与  $CaAl_4O_7$  反应生成了  $YAlO_3$ ; 当 AMC 的质量含量为 75% 时, 晶相组成主要是  $MgAl_2O_4$ 、 $Al_5Y_3O_{12}$ 、 $CaYAlO_4$ , 样品中发生了反应(7)、反应(8)和反应(10), 此时  $Y_2O_3$  与 AMC 中的  $CaAl_4O_7$  和  $CaAl_2O_4$  发生了完全反应。不同保温温度下相同配比的样品物相组成差别不大, 表明烧结温度变化对制备复合耐火材料的物相组成影响较小,  $Y_2O_3$  与 AMC 复合在 1500 °C 下也能制得性能较好的耐火材料。

## 3 结论

以  $Y_2O_3$  粉末、 $Al_2O_3-MgO-CaO$  系粉末为主要原料, 在 50 MPa 下成型, 分别在 1500 °C 和 1600 °C 下保温 3 h 均成功制备了  $Y_2O_3-Al_2O_3-MgO-CaO$  系耐火材料。

不同配比的  $Y_2O_3$  和 AMC 会随着 AMC 含量的增加逐步生成不同的新物相, 相对于  $Y_2O_3$  和 AMC 材料在物理性能方面均有较大幅度的提升, 且在  $Y_2O_3-Al_2O_3-MgO-CaO$  系耐火材料的 3 个配比中, 随着 AMC 含量的增加, 耐火材料的性能随之提升。提高烧结温度, 样品的性能也会提升, 但并不明显, 当 AMC 的质量含量为 75% 时, 在 1500 °C 烧结 3 h 制得耐火材料的线收缩率为 19.28%, 体积收缩率为 45.60%, 显气孔率为 4.37%, 体积密度为  $3.49 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$ , 常温耐压强度为 274.99 MPa, 3 次水冷热震后残余强度仍有 161.60 MPa, 残余强度保持率为 58.78%, 性能较优。

## 参考文献:

- [1] ZHANG Bowen, MA Beiyue, ZHANG Xinyue, et al. Effects of  $YSZ$  and nano- $ZrO_2$  contents on the properties of  $Ti2448-ZrO_2$  biomedical composites fabricated by SPS[J]. Ceram Int, 2018, 44(11): 13293-13302.
- [2] 任鑫明, 马北越, 张博文, 等. 多孔钛及钛合金的研究进展[J]. 稀有金属与硬质合金, 2018, 46(1): 61-64, 75.  
REN Xinming, MA Beiyue, ZHANG Bowen, et al. Rare Met Cem Carbides (in Chinese), 2018, 46(1): 61-64, 75.

- [3] 任鑫明, 马北越, 于景坤, 等. 钛-陶复合材料的研究进展[J]. 耐火材料, 2018, 52(1): 68–74.  
REN Xinming, MA Beiyue, YU Jingkun, et al. Refractories (in Chinese), 2018, 52(1): 68–74.
- [4] 熊富豪, 陈光耀, 段保华, 等. BaZrO<sub>3</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 复合模壳水化损毁机理及其对定向凝固 TiAl 合金的影响[J]. 硅酸盐学报, 2022, 50(3): 819–827.  
XIONG Fuhao, CHEN Guangyao, DUAN Baohua, et al. J Chin Ceram Soc, 2022, 50(3): 819–827.
- [5] 雷文光, 赵永庆, 韩栋, 等. 钛及钛合金熔炼技术发展现状[J]. 材料导报, 2016, 30(5): 101–106, 124.  
LEI Wenguang, ZHAO Yongqing, HAN Dong, et al. Mater Rep (in Chinese), 2016, 30(5): 101–106, 124.
- [6] 赵超, 王如愿, 潘科嘉, 等. 钛合金感应熔炼用陶瓷坩埚研究现状与展望[J]. 科学通报, 2022, 67(11): 1155–1166.  
ZHAO Chao, WANG Ruyuan, PAN Kejia, et al. Chin Sci Bull (in Chinese), 2022, 67(11): 1155–1166.
- [7] 李浩然, 刘岩, 袁明, 等. TiAl 合金熔炼用 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 掺杂 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 陶瓷坩埚材料的制备与性能[J]. 机械工程材料, 2022, 46(6): 1–6.  
LI Haoran, LIU Yan, YUAN Ming, et al. Mater Mech Eng (in Chinese), 2022, 46(6): 1–6.
- [8] 罗文忠, 沈军, 闵志先, 等. TiAl 合金定向凝固过程中与坩埚材料的界面反应研究[J]. 稀有金属材料与工程, 2009, 38(8): 1441–1445.  
LUO Wenzhong, SHEN Jun, MIN Zhixian, et al. Rare Met Mater Eng (in Chinese), 2009, 38(8): 1441–1445.
- [9] 陈光耀, 李宝同, 张浩, 等. BaZrO<sub>3</sub> 耐火材料在富钛熔体中的侵蚀机理[J]. 中国有色金属学报, 2017, 27(5): 947–952.  
CHEN Guangyao, LI Baotong, ZHANG Hao, et al. Chin J Nonferrous Met (in Chinese), 2017, 27(5): 947–952.
- [10] 张钊, 朱凯亮, 刘岚洁, 等. BaZrO<sub>3</sub> 坩埚的制备及与钛合金熔体的界面反应[J]. 硅酸盐学报, 2013, 41(9): 1278–1283.  
ZHANG Zhao, ZHU Kailiang, LIU Lanjie, et al. J Chin Ceram Soc, 2013, 41(9): 1278–1283.
- [11] CHEN Guangyao, YU Feihai, HUO Xiao, et al. Performance of BaZrO<sub>3</sub>/Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dual-phase refractory applied to TiAl alloy melting[J]. Ceram Int. 2022, 48(15): 20158–20167.
- [12] YU Jingkun, CUI Chengwan, TIAN Xinzong, et al. Fabrication of coarse grain yttria composite and its corrosion resistance to molten titanium[J]. J Ceram Proc Res, 2016, 17(10): 1042–1045.
- [13] 鲁飞, 刘树峰, 孙良成, 等. 氧化钇陶瓷的热压烧结和耐蚀行为[J]. 稀土, 2016, 37(5): 142–146.  
LU Fei, LIU Shufeng, SHUN Liangcheng, et al. Chin Rare Earths (in Chinese), 2016, 37(5): 142–146.
- [14] 李宝同, 李柱, 康菊芸, 等. Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 耐火材料的制备及其与 Zr 合金界面反应研究[J]. 稀有金属, 2018, 42(7): 722–729.  
LI Baotong, LI Zhu, KANG Juyun, et al. Chin J Rare Met (in Chinese), 2018, 42(7): 722–729.
- [15] 张胤, 冯齐胜, 陈光耀, 等. BaZrO<sub>3</sub>/Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 复合耐火材料制备及其与 TiAl 合金界面反应研究[J]. 稀有金属材料与工程, 2021, 50(3): 988–994.  
ZHANG Yin, FENG Qisheng, CEHN Guangyao, et al. Rare Met Mater Eng (in Chinese), 2021, 50(3): 988–994.
- [16] ZHU Linlin, PARK Youngjo, GAN Lin, et al. Fabrication of transparent Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ceramics with record-high thermal shock resistance[J]. J Eur Ceram Soc, 2018, 38(11): 4050–4056.
- [17] 罗琼, 顾华志, 黄奥, 等. MnO 对 Ca<sub>2</sub>Mg<sub>2</sub>Al<sub>28</sub>O<sub>46</sub> 材料结构和性能的影响[J]. 硅酸盐学报, 2019, 47(5): 679–684.  
LUO Qiong, GU Huazhi, HUANG Ao, et al. J Chin Ceram Soc, 2019, 47(5): 679–684.
- [18] CHEN Junhong, YAN Mingwei, SU Jindong, et al. Controllable preparation of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-MgO·Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-CaO·6Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (AMC) composite with improved slag penetration resistance[J]. Inter J Appl Ceram Technol, 2016, 13(1): 33–40.
- [19] CHEN Junhong, CHEN Haiyang, MI Wenjun, et al. Synthesis of CaO·2MgO·8Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (CM<sub>2</sub>A<sub>8</sub>) and its slag resistance mechanism[J]. J Eur Ceram Soc, 2017, 37(4): 1799–1804.
- [20] LI Bin, LI Guangqi, CHEN Haiyang, et al. Physical and mechanical properties of hot-press sintering ternary CM<sub>2</sub>A<sub>8</sub>(CaMg<sub>2</sub>Al<sub>16</sub>O<sub>27</sub>) and C<sub>2</sub>M<sub>2</sub>A<sub>14</sub>(Ca<sub>2</sub>Mg<sub>2</sub>Al<sub>28</sub>O<sub>46</sub>) ceramics[J]. J Adv Ceram, 2018, 7(3): 229–236.