

有机-无机混杂纤维改性氧化铝基陶瓷型芯孔隙-强度协同强化机制

芦 刚, 罗龙华, 陈 晓, 严青松, 于 航, 陈义斯, 郭永光

(南昌航空大学, 轻合金加工科学与技术国防重点学科实验室, 南昌 330063)

摘 要:为解决高孔隙铝基陶瓷型芯强度不足的问题,向陶瓷浆料中混杂不同比例的短切尼龙有机纤维(N_{sf})与短切无机氧化铝纤维(A_{sf}),采用热压注成型法制备高孔隙高强度氧化铝基陶瓷型芯。结果表明: N_{sf} 氧化烧失显著增加型芯气孔率。 A_{sf} 通过脱黏、拔出、断裂等机制有效消耗裂纹扩展能,提高型芯抗弯强度。当 N_{sf}/A_{sf} 质量分数(w)比为 6:7($w(N_{sf})=0.90\%$, $w(A_{sf})=1.05\%$)时,氧化铝基陶瓷型芯具备最佳的综合性能,当其抗弯强度为 20.1 MPa,显气孔率达到 43.31%,线收缩仅为 0.2%,可满足精铸需求。因此,调配有机-无机纤维比例,能有效增加型芯孔隙率还可以弥补纤维氧化烧失导致的强度损失,显著降低了型芯收缩,保证型芯尺寸精度和烧结成型率。

关键词:氧化铝;陶瓷型芯;纤维增强;多孔陶瓷

中图分类号: TQ174 文献标志码: A 文章编号: 0454-5648(2024)01-0180-09

网络出版时间: 2023-11-21



随着航空航天发动机性能需求不断提高,涡轮前燃气温度已逐渐接近涡轮叶片用高温合金材料的承温极限^[1-2]。空心叶片冷却技术作为提高涡轮叶片承温能力的重要手段之一,广泛应用于制造先进航空发动机^[3-4]。叶片冷却结构从回流、对流、撞击孔与气膜冷却等方式向更高效散发气冷的方式发展,空心叶片内腔结构不断复杂化、薄壁化和精密化。传统的电化学腐蚀与机械加工等技术难以满足其制造要求^[5-7]。陶瓷型芯作为形成铸件内腔的中间体,可在叶片精密铸造过程辅助形成细小内腔通道和复杂翼型曲面等结构,直接决定了空心叶片内腔结构的尺寸精度和合格率。因此,陶瓷型芯的制备是生产高冷却效率空心叶片的关键技术之一^[8-10]。

目前,空心叶片铸造用陶瓷型芯材料以 SiO_2 (硅基)和 Al_2O_3 (铝基)为主,与硅基陶瓷型芯相比,铝基陶瓷型芯具有优异的化学稳定性和抗高温蠕变性,且与型壳热胀匹配性好,在铸型中有较高的定位精度,适合生产优质涡轮叶片^[11-12]。然而脱芯困难问题,一直制约着氧化铝陶瓷型芯的应用。为此,国内外学者向陶瓷浆料中掺杂易氧化烧失材料作为成孔剂,有效提高型芯孔隙率,强化基体材料与脱

芯溶液间的相互作用,从而改善型芯溶失性能。例如薛祥等^[13]提出以石墨和油酸为添加剂,制备高孔隙率铝基陶瓷型芯,焙烧后型芯气孔率高达 47.8%。芦刚等^[14]对 PA66 纤维改性铝基陶瓷型芯的研究指出,型芯气孔率随纤维含量增多而增大,过量纤维烧失导致型芯内部断裂奇点变多,造成型芯抗弯强度迅速降低,当纤维含量为 0.90%(质量分数)时,型芯综合性能最佳。类似的,李风光等^[15]向陶瓷浆料中添加淀粉作为成孔剂,有效改善了铝基陶瓷型芯孔隙率,当淀粉含量为 8%(质量分数)时,孔隙率最大为 47.98%,但过量淀粉的烧失造成型芯强度降低。上述研究表明,有机成孔剂的烧失可以显著提高型芯孔隙率,然而会引起型芯强度的严重损失。

短切无机氧化铝纤维(A_{sf})是一种多晶陶瓷纤维,与碳纤维、碳化硅纤维等非氧化物纤维相比, A_{sf} 不仅具有高强度、高模量、耐高温等优良性能,而且还有良好的高温抗氧化性^[16-18]。田国强等^[19]制备了 A_{sf} 纤维增强铝基陶瓷型芯,通过纤维脱黏和断裂的共同作用,发现含有 1.5% (质量分数) A_{sf} 的型芯抗弯强度相对于无纤维的型芯提升了 46.91%。黄嘉俊等^[20]在 A_{sf} 纤维增强硅基陶瓷型芯的研究中

收稿日期: 2023-05-31。 修订日期: 2023-06-16。

基金项目: 国家自然科学基金地区科学基金项目(52265051); 江西省教育厅科学技术研究项目(GJJ2201118)。

第一作者: 芦 刚(1982—),男,博士,副教授。

通信作者: 陈 晓(1992—),女,博士,讲师。

Received date: 2023-05-31. Revised date: 2023-06-16.

First author: LU Gang (1982—), male, Ph.D., Associate Professor.

E-mail: lugang@nchu.edu.cn.

Correspondent author: CHEN Xiao (1992—), female, Ph.D., Lecturer.

E-mail: chenxiao@nchu.edu.cn

发现, 纤维经高温焙烧后仍完整地保留在型芯内部并有效强化型芯基体, 含有 1.0% (质量分数) 纤维的型芯抗弯强度获得最大值为 20.48 MPa。上述研究表明纤维-基体界面脱黏、纤维断裂或者纤维桥联等机制可以有效提升陶瓷型芯强度。值得注意的是, 型芯强度与孔隙率是相互对立的一组性能, 长时间高温烧结有利于促进型芯致密化, 从而提高型芯强度, 但降低了型芯孔隙率, 减少溶失过程碱液的浸入效率, 抑制型芯脱芯反应。现阶段对陶瓷型芯孔隙-强度性能的协同强化鲜有研究, 而调控造孔剂与纤维增强体的含量有望满足这一需求。

本工作在 0.90% (质量分数) 短切尼龙有机纤维 (N_{sf}) 为造孔剂的基础上, 添加 A_{sf} 作为增强体, 采用热压注法制备纤维改性铝基陶瓷型芯。研究不同 N_{sf}/A_{sf} 比例对型芯抗弯强度与显气孔率的影响, 基于扫描电子显微镜 (SEM) 分析基体中纤维分布状态及组织形貌, 揭示混杂纤维改性铝基陶瓷型芯孔隙-

强度的协同强化机制, 为制备出高孔隙高强度铝基陶瓷型芯提供理论依据。

1 实验

1.1 样品制备

以 3 种不同粒度的电熔刚玉粉 [中值颗粒 $D_{50}(1)=19\mu\text{m}$, $D_{50}(2)=47\mu\text{m}$, $D_{50}(3)=75\mu\text{m}$, Al_2O_3 纯度 (质量分数) 为 99%, 淄博卓越耐火材料有限公司] 为基体材料, 以电熔莫来石 ($D_{50}=45\mu\text{m}$, 淄博卓越耐火材料有限公司) 为矿化剂, 以石英玻璃粉 ($D_{50}=32\mu\text{m}$, 辽宁锦州宏泰石英玻璃厂) 为助烧剂, 耐火材料的化学成分及含量如表 1 所示。以 N_{sf} 纤维为造孔剂, A_{sf} 纤维为增强体, 设计了 N_{sf}/A_{sf} 混杂纤维质量比为 6:0、6:4、6:5、6:6、6:7、6:8 的 6 组铝基陶瓷型芯试样, 并分别命名为样品 NA60、样品 NA64、样品 NA65、样品 NA66、样品 NA67 和样品 NA68。纤维主要性能参数如表 2 所示。

表 1 耐火材料化学成分及质量分数

Table 1 Chemical composition and mass fraction (w) of refractories

Crystal structure	w/%						
	Al_2O_3	SiO_2	TiO_2	Fe_2O_3	CaO	MgO	K_2O
Mullite	74.10	26.20	2.05	0.81	0.28	0.25	0.21
Quartz powder	0.07	99.70	0.01	0.03	0.01	0.03	0.01

表 2 纤维的主要性能参数

Table 2 Main performance parameters of fibers

Fiber category	Length/mm	Diameter/ μm	Melting point/ $^{\circ}\text{C}$	Density/($\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$)	Tensile strength/MPa
A_{sf}	4	4-8	1800	1.85	4000
N_{sf}	4	9-13	224	1.16	900

A_{sf} is chopped inorganic alumina fiber; N_{sf} is chopped organic nylon fiber.

采用热压注成型法制备纤维改性铝基陶瓷型芯, 制备流程如图 1 所示, 主要包括纤维分散、原料混合、浆料制备、坯体成型以及型芯烧结。

为了使有机-无机混杂纤维均匀分散在耐火粉料中, 对纤维表面进行改性处理。在偶联剂醇溶液中滴定醋酸溶液, 调节 pH 值至 4.5 提高纤维的水解效率, 机械搅拌 10 min 并浸泡 20 min 后过滤, 用丙酮水溶液清洗、干燥纤维。根据设计的有机-无机混杂纤维实验方案, 称量好 6 组特定比例的 N_{sf} 和 A_{sf} 放于蒸馏水中, 添加 0.3%~0.4% 的羟丙基甲基纤维素 (HPMC) 作为分散剂, 以 200 r/min 的转速连续搅拌 15 min, 获得分散均匀的纤维水溶液。

将 70% (质量分数, 下同) 的电熔刚玉 [$D_{50}(1):D_{50}(2):D_{50}(3)=5:3:2$]、14% (质量分数) 的电熔莫来石、14% 的石英玻璃放入聚氨酯球磨罐中, 以

无水乙醇为介质, 以玛瑙为混料球 (球料质量比为 1:2), 添加含 2% 混杂纤维的水溶液, 混料 8 h 形成悬浮液, 然后将混合体加热蒸干, 对所得粉料过筛、干燥待用。在耐火粉料中添加质量分数为 18% 的增塑剂制备可流动性陶瓷浆料, 增塑剂由 95% 的石蜡和 5% 蜂蜡组成。耐火粉料与增塑剂在 90 $^{\circ}\text{C}$ 连续搅拌 12 h, 搅拌过程中添加 0.25%~0.50% 的油酸提高耐火粉料润湿性。采用双工位压蜡机压制陶瓷型芯坯体, 模具温度 25 $^{\circ}\text{C}$, 浆料温度 90 $^{\circ}\text{C}$, 在 4 MPa 压注压力下压制 60 mm $\times$ 10 mm $\times$ 4 mm、120 mm $\times$ 6 mm $\times$ 4 mm 的长条试样和 ϕ 10 mm $\times$ 50 mm 的圆柱体试样, 保压时间为 10 s。以工业氧化铝 ($D_{50}=96\mu\text{m}$, 淄博卓越耐火材料有限公司) 为填料, 对压制成型的型芯坯体进行埋烧处理, 型芯坯体与坩埚壁的距离不小于 15 mm, 相邻型芯坯体间的距离不小于 10 mm, 烧结制度如图 2 所示。

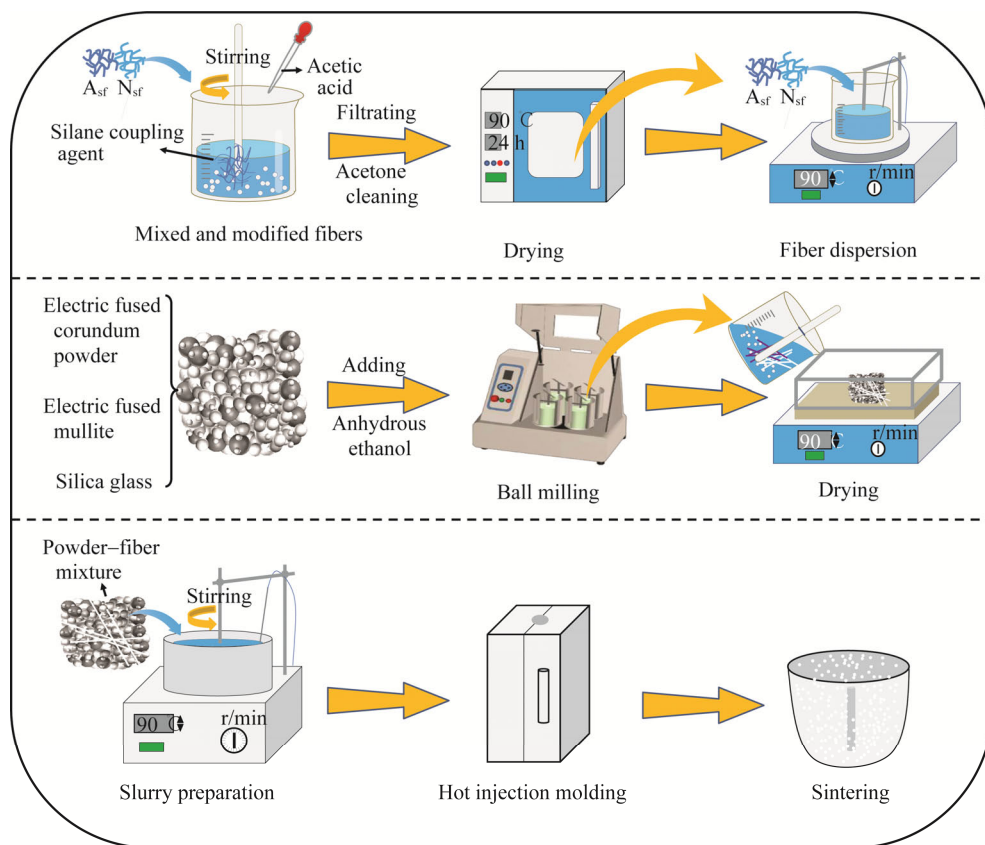


图1 纤维改性铝基陶瓷型芯制备流程

Fig. 1 Preparation process of fiber modified alumina-based ceramic core

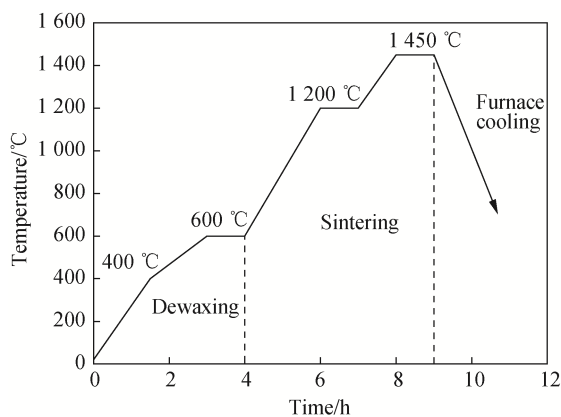


图2 铝基陶瓷型芯坯体烧结制度

Fig. 2 Sintering system of alumina-based ceramic core body

1.2 样品表征

根据航空行业标准 HB 5353.1—2004, 采用 Archimedes 排水法测试铝基陶瓷型芯的显气孔率, 试样尺寸为 $\phi 10\text{ mm} \times 50\text{ mm}$, 采集 5 个有效实验数据取平均值(2 次实验结果之差不超过 0.6%)。使用电子数显卡尺测量型芯生坯烧结前后的长度, 试样尺寸为 $\phi 10\text{ mm} \times 50\text{ mm}$ 。使用微机控制电子万能试验机(济南中特试验机有限公司, WDW-50 型)测试铝基陶瓷型芯的抗弯强度, 试样

尺寸为 $60\text{ mm} \times 10\text{ mm} \times 4\text{ mm}$, 采集 5 个有效实验数据取平均值(与平均值存在 20%偏差的数据视为无效数据), 跨距选用 30 mm, 加载速率 6 mm/min。使用高精度数显天平(北京赛多利斯科学仪器有限公司, BSA223S 型)测量铝基陶瓷型芯烧结前后的质量, 试样尺寸为 $\phi 10\text{ mm} \times 50\text{ mm}$, 计算试样的质量烧损率, 采集 5 个有效实验数据取平均值。使用 SEM(美国 FEI 公司, Quanta 200 型)观察试样的断口形貌、显微结构、气孔特征以及纤维分布, 利用 Image pro 图像分析软件采用最大直径法测定孔径尺寸。

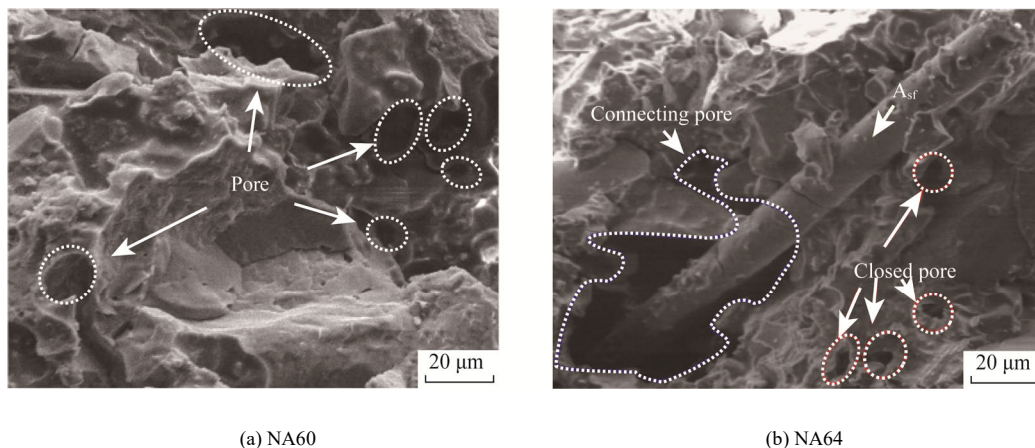
2 结果与讨论

2.1 混杂纤维比例对铝基陶瓷型芯断口形貌的影响

图 3 为添加混杂纤维前后铝基陶瓷型芯的断口形貌 SEM 照片。如图 3a 所示, 未添加 A_{sf} 纤维的铝基陶瓷型芯样品 NA60 中出现 N_{sf} 纤维烧失残留的闭气孔, 烧结颗粒紧密连接, 形成相对致密的堆积状态。如图 3b 所示, 添加混杂纤维的铝基陶瓷型芯样品 NA64 致密化程度显著下降, 陶瓷型芯样品中出现近圆形的闭气孔和较大不规则形状的连通气

孔。近圆形闭气孔的孔径尺寸约为 $9\ \mu\text{m}$, 这与 N_{sf} 纤维氧化烧失有关, 烧结过程中, 相邻的烧结颗粒发生扩散传质, 表面相互黏结并形成烧结颈, 随温度的升高和时间的延长, 颗粒间的烧结颈不断增粗直至形成致密体, N_{sf} 纤维氧化烧失而残留的气孔因

尺寸较大而未能完全闭合, 在陶瓷型芯内部逐渐球化, 形成近圆形闭气孔。连通气孔尺寸超过 $60\ \mu\text{m}$, 这是因为 A_{sf} 纤维长度为 $4\ \text{mm}$, 当 A_{sf} 穿插在多个烧结颗粒之间时, 不能与烧结颗粒实现致密堆积, 残留大量孔隙, 形成连通气孔。



(a) NA60

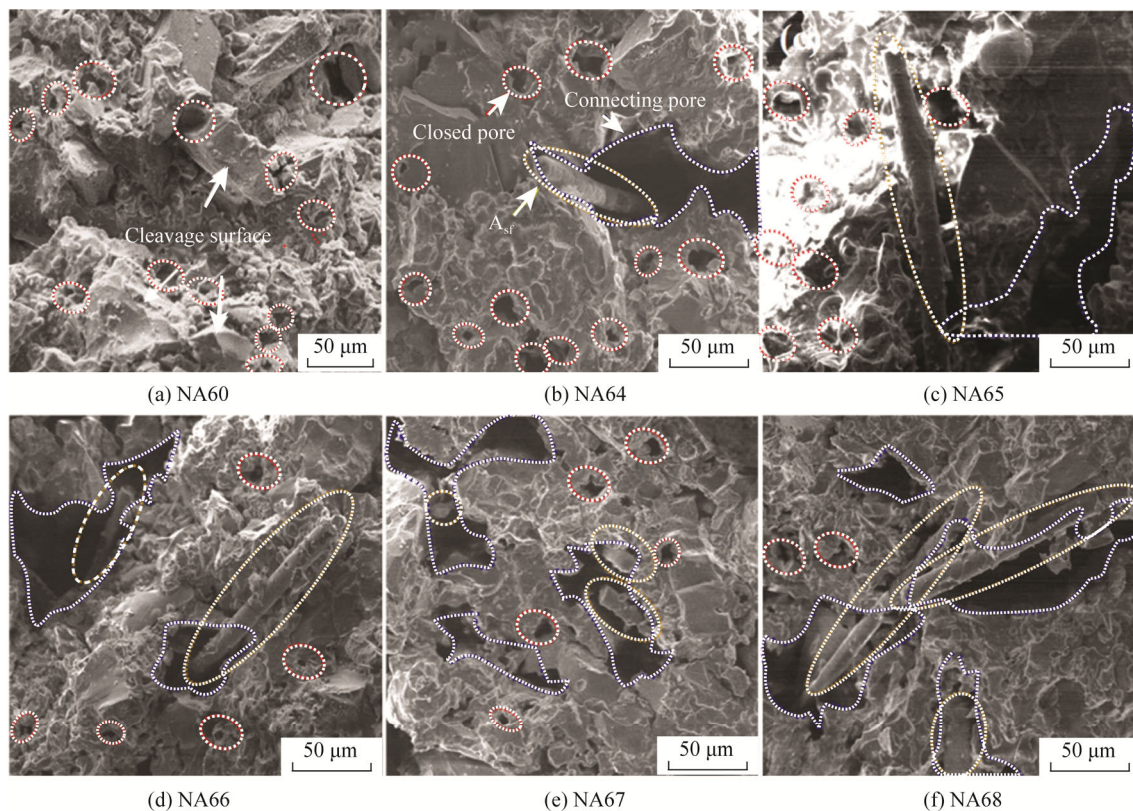
(b) NA64

图 3 铝基陶瓷型芯样品的显微结构

Fig. 3 Microstructures of alumina-based ceramic core samples

图 4 为不同比例混杂纤维的铝基陶瓷型芯断口形貌。由图 4 可见, 随混杂纤维比例的减小, 铝基陶瓷型芯的断裂模式由类似于金属的“穿晶断裂”向“沿晶断裂”发生转变。如图 4a 所示, 铝基陶瓷型芯

样品 NA60 试样断裂面沿着烧结颗粒内部进行延伸, 断口呈现出光滑的解理面。如图 4b~图 4f 所示, 添加混杂纤维的铝基陶瓷型芯样品 NA64~样品 NA68, SEM 视场内纤维数量逐渐增多, 断裂面沿



(a) NA60

(b) NA64

(c) NA65

(d) NA66

(e) NA67

(f) NA68

图 4 不同混杂纤维比例的铝基陶瓷型芯断口形貌

Fig. 4 Fracture morphologies of alumina-based ceramic cores with different hybrid fiber proportions

着烧结颗粒的表面扩展, 将烧结颗粒间黏结的烧结颈裸露出来, 呈现出凹凸不平的颗粒状。随混杂纤维比例的减小, 断口处出现的闭气孔数量减少, 连通气孔数量增多。由于 A_{sf} 纤维的添加, 连通 N_{sf} 氧化烧失残留在基体中的闭气孔, 增加了连通气孔的尺寸和数量(图 6)。

2.2 混杂纤维比例对铝基陶瓷型芯烧结收缩率与质量烧损率的影响

图 5 为不同混杂比例对铝基陶瓷型芯烧结收缩率和质量烧损率的影响。由图 5 可见, 混杂纤维的添加显著降低铝基陶瓷型芯的烧后收缩率。当混杂纤维比例为 6:7 时, 铝基陶瓷型芯样品 NA67 的烧结收缩率达到最小, 仅为 0.2%, 相比不添加混杂纤维的铝基陶瓷型芯样品 NA60 降低了 77.8%。因为无论是 N_{sf} 烧失残留的闭气孔还是 A_{sf} 穿插形成的连通气孔, 都增大了烧结颗粒间的距离, 阻碍陶瓷颗粒的烧结。烧结过程中, 烧结颗粒表面、界面和内部的质点向烧结颗粒颈部进行扩散迁移, 烧结颈部不断变大增粗, 细小颗粒相互烧结融合。该过程因烧结颗粒持续受到烧结收缩应力作用, 导致毗邻颗粒球心间距缩短, 颗粒堆积较为紧密(图 3a)。然而, 据相关报道指出^[19, 21], 高强度 A_{sf} 纤维的引入, 有效增大烧结颗粒中心间距, 阻碍烧结颗粒间物质的扩散迁移, 抵消烧结收缩应力, 型芯堆积密度降低, 从而抑制铝基陶瓷型芯的烧结收缩。因此, 如图 5 所示, 型芯收缩率随 A_{sf} 纤维含量增加而降低。随着 A_{sf} 纤维含量继续增多, A_{sf} 纤维对物质迁移扩散的阻滞作用接近饱和, 型芯烧结程度降低, 且过量 A_{sf} 纤维易割裂基体, 型芯体积密度减小, 表现为大孔径尺寸气孔附着在氧化铝纤维周围(图 4d 和图 4e), 型芯线收缩率逐渐平稳, 为 0.21%。

随 N_{sf}/A_{sf} 比例减小, 铝基陶瓷型芯试样的质量烧损率趋于一致, 均在 19.5% 左右, 这是因为陶瓷

型芯的质量损失主要来源于增塑剂和 N_{sf} 的氧化烧失, 增塑剂质量分数为 18%, N_{sf} 纤维质量分数为 0.9%, 烧结过程中 A_{sf} 纤维对陶瓷型芯内结晶水的迁移产生影响, 导致质量烧损率略有起伏。

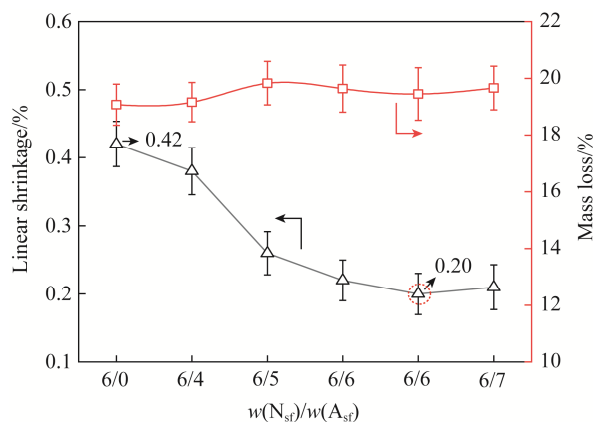


图 5 不同混杂纤维比例下铝基陶瓷型芯线收缩率和质量烧损率

Fig 5 Linear shrinkage rates and mass loss rates of alumina-based ceramic cores under different hybrid fiber ratios

2.3 混杂纤维比例对铝基陶瓷型芯显气孔率的影响

图 6a 为不同混杂纤维比例对铝基陶瓷型芯显气孔率和体密度的影响。由图 6a 可见, 铝基陶瓷型芯的显气孔率和体积密度呈现出相反的变化趋势, 随着 A_{sf} 含量比例的增加, 样品 NA60~样品 NA68 型芯试样的显气孔率由 41.14% 增大至 42.22%、42.87%、43.19%、43.31%、43.31%, 体积密度由 1.801、减小至 1.796、1.793、1.788、1.784、1.782。图 6b 为不同混杂纤维比例对铝基陶瓷型芯断口处气孔孔径尺寸的影响, 铝基陶瓷型芯样品 NA60 中主要分布小孔径气孔, 小孔径尺寸主要由 N_{sf} 纤维烧失残留的闭气孔组成, 平均孔径尺寸小于 30 μm 。图 6c 为图 6b 中孔径尺寸小于 30 μm 的放大图。当混杂纤维比例由 6:4 减小到 6:8 时, 小孔径气孔数量逐渐减少, 大孔径气孔数量增多。孔径尺寸

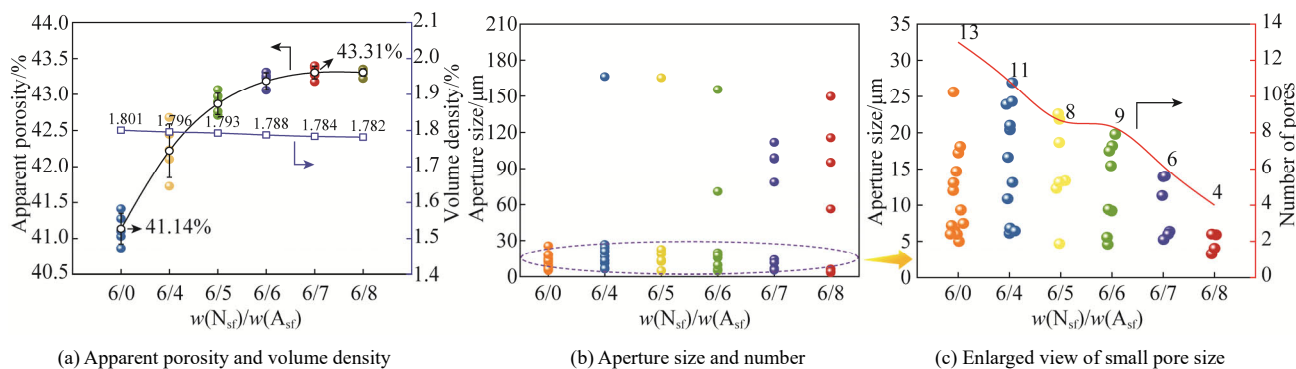


图 6 不同混杂纤维比例对铝基陶瓷型芯气孔的影响

Fig. 6 Porosity of alumina-based ceramic core under different hybrid fiber ratio

小于 $30\text{ }\mu\text{m}$ 的气孔数量减少 50% (图 6c), 孔径尺寸超过 $40\text{ }\mu\text{m}$ 的气孔数量由 1 增加到 4 (图 6b)。小孔径气孔主要由 N_{sf} 纤维烧失残留的闭气孔组成, 大孔径气孔主要由 A_{sf} 纤维交叉形成的连通气孔。一般的, 显气孔率又称为开口气孔率, 是陶瓷型芯中开口气孔的体积与气孔总体积的百分比。随混杂纤维比例减小, 陶瓷型芯中连通气孔数量增多, 开口气孔的体积占比增大, 显气孔率增加, 体积密度减小。当混杂纤维比例小于 6:7 时, 陶瓷型芯的显气孔率趋于稳定达到 43.31%, 文献[21]表明, 适量 A_{sf} 纤维填充在烧结颗粒间隙之间, 显著增大烧结颗粒之间的球心距。因此有效提高连通气孔尺寸, 显气孔率增大(图 6a~图 6c)。当 A_{sf} 纤维含量增多, 相互交叉在一起, 同时积聚在烧结颗粒之间, 如图 4f、图 8c 所示, 此时 A_{sf} 纤维含量增大对烧结颗粒间隙的影响变小, 陶瓷型芯中连通气孔的数量和尺寸几乎不变, 显气孔率趋于稳定。

2.4 混杂纤维比例对铝基陶瓷型芯抗弯强度的影响

图 7 为不同混杂纤维比例对铝基陶瓷型芯抗弯强度的影响。随着混杂纤维比例减小, 铝基陶瓷型芯的抗弯强度呈现先增大后减小的变化趋势。通常陶瓷材料的显气孔率和抗弯强度会呈现出相反的变化趋势, 因为气孔增多会减小承载的有效面积, 降低陶瓷材料的抗弯强度。结合图 6, 当混杂纤维比例为 6:7 时, 铝基陶瓷型芯 NA67 试样的显气孔率和抗弯强度均达到最大值, 分别为 43.31% 和 20.1 MPa, 相比铝基陶瓷型芯样品 NA60 分别提高了 5.27%、31.37%, 说明混杂纤维的添加可以协同提高陶瓷型芯的显气孔率和抗弯强度。这是因为陶瓷型芯在烧结过程中, 气孔率的减小是通过颗粒间的扩散烧结, 减小颗粒间距, 增大烧结颈尺寸共同实现的。但混杂纤维的添加, 同时减少了烧结体中的

小孔径闭气孔和增大了大孔径连通气孔, 并增大了烧结颗粒间距, 阻碍烧结过程中的扩散传质, 减少烧结颈的形成, 抑制气孔的迁移和排除, 因此显气孔率增加。图 8 为 A_{sf} 含量纤维对铝基陶瓷型芯性能影响示意图。一般的, 纤维增强效果与纤维-基体界面结合强度和界面结合面积有关^[22-23]。相关报道指出^[24-25], 纤维改性后与基体材料有较好的结合强度, 高弹性模量 A_{sf} 纤维为陶瓷型芯提供强度增益。如图 4b~图 4e 和图 8b 所示, 适量 A_{sf} 纤维在烧结后陶瓷型芯断面处分布较为均匀, 且未发生明显团聚, 有效增加了纤维-基体界面结合面积, 型芯强度显著增加。如图 4f 和图 8c 所示, 过量 A_{sf} 纤维在型芯基体材料中分散不均匀, 出现错杂交织现象, 导致团聚纤维与型芯基体界面结合面积减小, 即纤维对型芯强化效果减弱。同时团聚态纤维造成大尺寸连通气孔相互贯通, 型芯基体中出现贯穿裂纹并割裂基体。当型芯受到外部载荷作用时, 易促进微裂纹扩展, 削弱纤维强化作用。因此, 当 N_{sf}/A_{sf} 纤维比例减小至 6:8 时, 陶瓷型芯的显气孔率不变, 但抗弯强度略有下降。

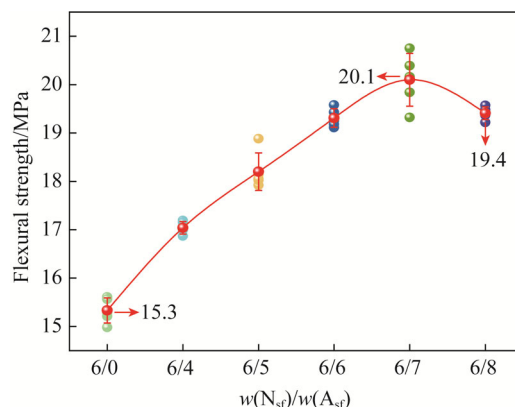


图 7 不同混杂纤维比例下铝基陶瓷型芯的抗弯强度
Fig. 7 Flexural strength of alumina-based ceramic cores under different hybrid fiber ratios

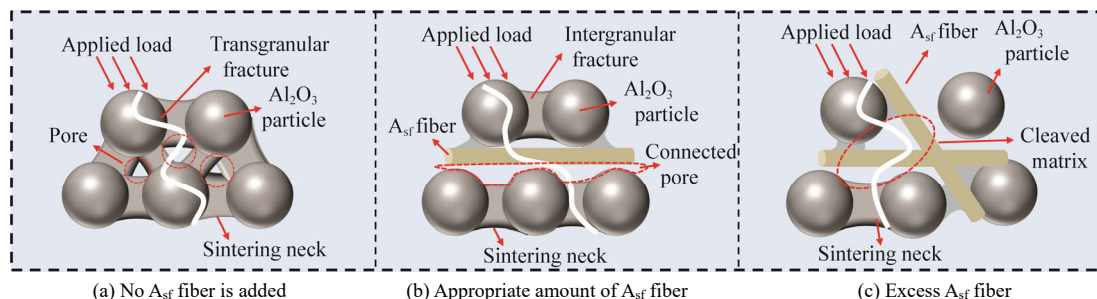


图 8 A_{sf} 含量纤维对铝基陶瓷型芯性能影响示意图

Fig. 8 Schematic diagram of the effect of A_{sf} content on the performance of alumina-based ceramic cores

图 9 为混杂纤维改性铝基陶瓷型芯的断裂机制图。 A_{sf} 纤维在穿插在型芯内部和基体材料构成一个

有机整体。当型芯受到外部载荷作用时, 型芯基体将部分载荷传递到纤维上, 减小陶瓷型芯基体自身

的负荷^[25–26]。类似的, 田国强等^[19]在 A_{sf} 纤维增强铝基陶瓷型芯的研究中指出, 型芯强度提升是纤维–基体界面脱粘与纤维断裂的共同结果。因此, 当断口平行于 A_{sf} , 如果在断裂区的纤维–基体界面结合较弱, 应力超过纤维–基体界面结合强度, 则会发生纤维与基体脱黏, 断口处会呈现出圆柱形的凹

坑, 如图 9a 和图 9d 所示。当断口垂直于 A_{sf} 纤维, 应力超过 A_{sf} 纤维的极限强度, 则会发生纤维断裂和拔出^[27–28], 如图 9b、图 9c、图 9e、图 9f 所示。上述纤维脱黏、断裂和拔出行为将直接导致裂纹偏转, 耗损更多的裂纹扩展能, 提高陶瓷型芯的抗弯强度。

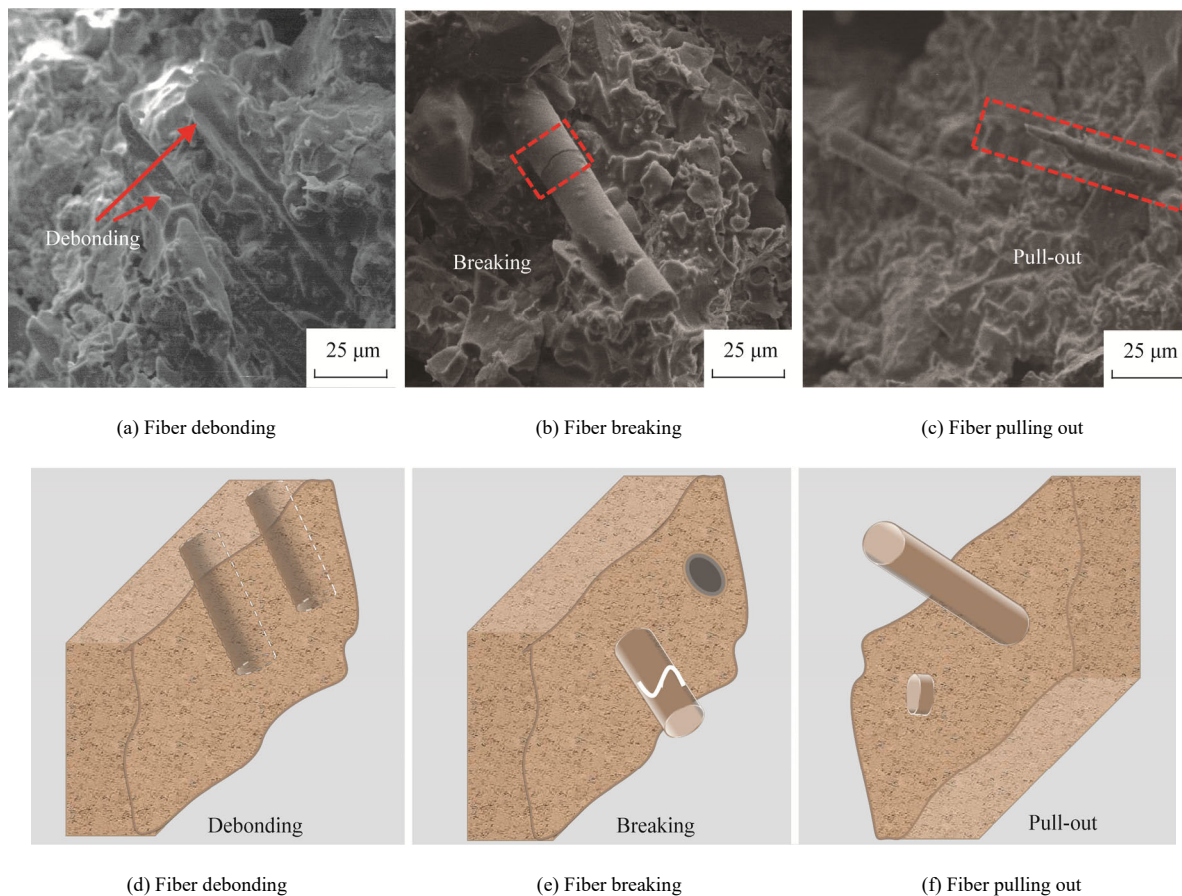


图 9 混杂纤维改性铝基陶瓷型芯断裂机制

Fig. 9 Fracture mechanism of hybrid fiber modified alumina-based ceramic core

3 结论

1) 随混杂 N_{sf}/A_{sf} 纤维比例减小, 铝基陶瓷型芯的烧后收缩率显著降低。 A_{sf} 纤维穿插在型芯基体中, 有效阻碍烧结颗粒间的扩散迁移, 降低型芯致密化。当混杂纤维比例为 6:7 时, 型芯 NA67 试样的烧后收缩率为 0.2%, 与不添加混杂纤维的型芯 NA60 试样相比降低了 77.8%, 表现出良好的尺寸稳定性。

2) 混杂纤维增强铝基陶瓷型芯显气孔率的提高, 主要来源于 N_{sf} 纤维高温氧化烧失残留闭气孔、 A_{sf} 纤维穿插基体形成连通气孔。随混杂纤维比例减小, 铝基陶瓷型芯中连通气孔数量增多, 开口气孔的体积占比增大, 显气孔率增加, 体积密度减小。

3) 适量 A_{sf} 纤维通过脱黏、拔出、断裂等机制消耗裂纹扩展能, 提高铝基陶瓷型芯抗弯强度, 有效弥补 N_{sf} 原位烧失带来的强度损失。当混杂纤维质量比为 6:7 时, 铝基陶瓷型芯的抗弯强度达到最大为 20.1 MPa。但混杂纤维比例继续减少时, A_{sf} 纤维的团聚交叉会在型芯基体中形成贯穿裂纹并割裂基体, 限制纤维的强化作用。

参考文献:

- [1] 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 Daxiang. J Mater Eng, 2017, 45(10): 1–5.
- [2] 董志国, 王鸣, 李晓欣, 等. 航空发动机涡轮叶片材料的应用与发展[J]. 钢铁研究学报, 2011, 23(增刊 2): 455–457.
DONG Zhiguo, WANG Ming, LI Xiaoxin, et al. J Iron Steel Res, 2011,

- 23(Suppl 2): 455–457.
- [3] 朱莉娅, 徐国强. 涡轮冷却技术对航空发动机性能的影响[J]. 推进技术, 2014, 35(6): 793–798.
ZHU Liya, XU Guoqiang. J Propuls Technol, 2014, 35(6): 793–798.
- [4] 孙方成, 于群, 石宏. 航空发动机叶片及其发展趋势[J]. 山东工业技术, 2018(3): 51.
SUN Fangcheng, YU Qun, SHI Hong. Shandong Ind Technol, 2018(3): 51.
- [5] 梁春华, 王鸣, 刘殿春. 战斗机发动机涡轮叶片层板发散冷却技术的发展[J]. 航空制造技术, 2013, 56(9): 90–93.
LIANG Chunhua, WANG Ming, LIU Dianchun. Aeronaut Manuf Technol, 2013, 56(9): 90–93.
- [6] WANG T, GADDIS J L, LI X C. Mist/steam heat transfer of multiple rows of impinging jets[J]. Int J Heat Mass Transf, 2005, 48(25–26): 5179–5191.
- [7] 郭文, 王鹏飞. 涡轮叶片冷却技术分析[J]. 航空动力, 2020(6): 55–58.
GUO Wen, WANG Pengfei. Aerosp Power, 2020(6): 55–58.
- [8] 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): 38–52.
FAN Zhenzhong. Aeronaut Manuf Technol, 2019, 62(9): 38–52.
- [9] 顾国红, 曹腊梅. 熔模铸造空心叶片用陶瓷型芯的发展[J]. 铸造技术, 2002, 23(2): 80–83.
GU Guohong, CAO Lamei. Foundry Technol, 2002, 23(2): 80–83.
- [10] 梁启如, 吴玉胜, 刘孝福, 等. 航空发动机涡轮叶片铸造用陶瓷型芯研究进展[J]. 铸造, 2018, 67(9): 790–793.
LIANG Qiru, WU Yusheng, LIU Xiaofu, et al. Foundry, 2018, 67(9): 790–793.
- [11] JOHNSON W C, STEIN D F. Additive and impurity distributions at grain boundaries in sintered alumina[J]. J Am Ceram Soc, 1975, 58(11–12): 485–489.
- [12] 赵效忠. 陶瓷型芯的制备与使用[M]. 北京: 科学出版社, 2013.
- [13] 薛祥, 尹逊同. 一种改进的氧化铝陶瓷型芯及其制备方法[P]. CN104788082A. 2015–07–22.
- [14] 芦刚, 查军辉, 严青松, 等. PA66 纤维含量对多孔铝基陶瓷型芯气孔率的影响[J]. 材料工程, 2020, 48(7): 170–175.
LU Gang, ZHA Junhui, YAN Qingsong, et al. J Mater Eng, 2020, 48(7): 170–175.
- [15] 李风光, 唐世艳, 刘富初, 等. 淀粉对氧化铝基陶瓷型芯性能的影响[J]. 航空材料学报, 2016, 36(6): 86–91.
LI Fengguang, TANG Shiyun, LIU Fuchu, et al. J Aeronaut Mater, 2016, 36(6): 86–91.
- [16] YALAMAÇ E, SUTCU M, BASTURK S B. Ceramic fibers[M]//Fiber Technology for Fiber-Reinforced Composites. Amsterdam: Elsevier, 2017: 187–207.
- [17] ISHIKAWA T. Ceramic fibers and their applications[M]. Jenny Stanford Publishing, 2019.
- [18] 景茂祥, 沈湘黔. 氧化铝纤维的研究现状与发展趋势[J]. 矿冶工程, 2004, 24(2): 69–71.
JING Maoxiang, SHEN Xiangqian. Min Metall Eng, 2004, 24(2): 69–71.
- [19] 田国强, 闫学伟. Al_2O_3 纤维改善 Al_2O_3 基陶瓷型芯高温强度和烧结收缩[J]. 中国陶瓷, 2021, 57(3): 18–23.
TIAN Guoqiang, YAN Xuewei. China Ceram, 2021, 57(3): 18–23.
- [20] 黄嘉俊, 严青松, 芦刚, 等. Al_2O_3 纤维含量对硅基陶瓷型芯性能的影响及增强机制[J]. 特种铸造及有色合金, 2018, 38(11): 1234–1238.
HUANG Jiajun, YAN Qingsong, LU Gang, et al. Spec Cast Nonferrous Alloys, 2018, 38(11): 1234–1238.
- [21] 张睿, 覃业霞, 杜爱兵, 等. Al_2O_3 纤维对 Al_2O_3 基陶瓷型芯材料性能的影响[J]. 稀有金属材料与工程, 2007, 36(增刊 1): 675–677.
ZHANG Rui, QIN Yexia, DU Aibing, et al. Rare Met Mater Eng, 2007, 36(Suppl 1): 675–677.
- [22] XIONG B W, PENG F, WANG C W, et al. Strengthening mechanisms in short carbon fiber reinforced Nb/Nb₅Si₃ composites with interfacial reaction[J]. Mater Sci Eng A, 2021, 825: 141884.
- [23] JIA J G, LIU D Q, GAO C Q, et al. Preparation and mechanical properties of short carbon fibers reinforced $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ -based composites[J]. Ceram Int, 2018, 44(16): 19345–19351.
- [24] 芦刚, 于航, 严青松, 等. Al_2O_3 纤维对 SiO_2 基陶瓷型芯的烧缩阻滞[J]. 复合材料学报, 2018, 35(1): 168–172.
LU Gang, YU Hang, YAN Qingsong, et al. Acta Mater Compos Sin, 2018, 35(1): 168–172.
- [25] GOUSHEGIR S M, GUGLIELMI P O, DA SILVA J G P, et al. Fiber-matrix compatibility in an all-oxide ceramic composite with RBAO matrix[J]. J Am Ceram Soc, 2012, 95(1): 159–164.
- [26] DANG W, WANG W H, WU P F, et al. Freeze-cast porous Al_2O_3 ceramics strengthened by up to 80% ceramics fibers[J]. Ceram Int, 2022, 48(7): 9835–9841.
- [27] LANG Y, WANG C G. Al_2O_3 -fiber-reinforced porous YSZ ceramics with high mechanical strength[J]. Ceram Int, 2014, 40(7): 10329–10335.
- [28] RAJU A, SHANMUGARAJA M. Recent researches in fiber reinforced composite materials: A review[J]. Mater Today Proc, 2021, 46: 9291–9296.

Organic-Inorganic Hybrid Fibers Modified Alumina-Based Ceramic Core with Synergistic Enhancing Porosity and Strength

LU Gang, LUO Longhua, CHEN Xiao, YAN Qingsong, YU Hang, CHEN Yisi, GUO Yongguang

(National Defense Key Disciplines Laboratory of Light Alloy Processing Science and Technology, Nanchang Hangkong University, Nanchang 330063, China)

Extended Abstract

Introduction With the increasing demand for turbine engine performance, turbine blade structure becomes increasingly complex. The investment of precision casting ceramic core is a serious challenge. The existing solubility is the most important issue restricting the application of alumina-based ceramic cores. Increasing the porosity can enhance the substrate material and the interaction of chemical solutions. The main research direction is to improve the corrosion performance of alumina-based ceramic core. However,

the increase of porosity will cause the core strength to plummet, affecting the performance of alumina-based ceramic core. To meet the requirements of investment casting, the organic–inorganic hybrid fiber can improve the porosity and strength of alumina-based ceramic core system. The synergic strengthening mechanism of hybrid fiber modified aluminum ceramic cores pore-system was investigated.

Methods Capacitive corundum powder, fused mullite, and quartz glass powder were used as matrix material, mineralizer, and firing aid, respectively. Meanwhile, organic short-cut fiber as a pore-making agent, inorganic short-cut alumina fiber as reinforcement, coupling agent solution, and hydroxypropyl methylcellulose modified fiber were used to prepare alumina ceramic cores with different hybrid fiber ratios *via* hot pressing injection. According to aviation industry standard HB 5353.1-3—2004, the key performance parameters of each core sample were obtained. A scanning electron microscope was used to observe the pore characteristics, fracture morphology, and fiber distribution of the core, and analyze the fiber fracture mode. The synergic strengthening mechanism and the pore strength of the hybrid fiber-modified alumina-based ceramic core were investigated.

Results and discussion The introduction of hybrid fibers changes the pore characteristics of the alumina-based ceramic core, and irregularly connected pores and nearly circular closed pores appear in the ceramic core. The fracture mode of the alumina-based ceramic core changes from "transcrystalline fracture" of like-metal to "intergranular fracture" as the proportion of hybrid fibers decreases.

The addition of hybrid fiber reduces the sintering shrinkage rate of the alumina-based ceramic core, the shrinkage rate of the sample NA67 is only 0.2%. For the comparison, the rate is reduced by 77.8% for the sample NA60 without alumina fibers, which may be since an appropriate amount of alumina fiber can effectively increase the center separation of sintered particles, hinder the migration and diffusion of substances, offset the sintering shrinkage stress, and inhibit the sintering shrinkage of the core. The mass-burn loss of alumina-based ceramic core is 19.5% as the proportion of hybrid fibers decreases. As the mass loss mainly comes from the oxidation burn loss of plasticizer and nylon fiber, the alumina fiber has an impact on the migration of crystal water in the sintering process, so the mass-burn loss rate fluctuates slightly.

The number of large pores in the aluminum ceramic core increases, the number of small pores decreases, and the apparent pores in the ceramic core firstly increase and then become stable with the decrease in the proportion of hybrid fibers. Small-aperture pores are mainly composed of closed pores lost by chopped organic nylon fiber (N_{sf}) fiber, while large-aperture pores are mainly connected pores formed by chopped inorganic alumina fiber (A_{sf}) crossing closed pores when the hybrid fiber ratio is less than 6:7. The apparent porosity of the core tends to be stable at 43.31% because the intersected A_{sf} fibers are clustered among the sintered particles. The effect of A_{sf} fibers on the increase of the distance between the sintered particles becomes slight, the number and size of connected pores in the ceramic core almost unchanged, and the apparent porosity tends to be stable.

The bending strength of the alumina-based ceramic core increases firstly and then decreases as the proportion of hybrid fiber decreases. This is because the appropriate amount of A_{sf} fiber effectively increases the fiber-matrix interface bonding area. When the core is subjected to external loads, A_{sf} fiber consumes the more crack propagation energy through the behavior of debonding, fracture, and pull-out, and the bending strength of cores increases significantly. The excessive A_{sf} fiber is unevenly dispersed in the matrix material, dividing the matrix, reducing the interface bonding area between the agglomerated fiber and the core matrix, weakening the strengthening effect of the fiber on the core, and leading to a slight decline in the bending strength of the core.

Conclusions The shrinkage rate of the alumina-based ceramic core decreased after firing as the hybrid N_{sf}/A_{sf} fiber ratio decreased. The A_{sf} fibers interspersed in the core matrix effectively hindered the diffusion and migration of sintered particles and reduced the core densification. The shrinkage rate of the sample NA67 after firing was 0.2% when the hybrid fiber ratio was 6:7, which was 77.8% lower than that of the sample NA60 without hybrid fiber, showing a good dimensional stability.

The increase of apparent porosity of hybrid fiber reinforced alumina-based ceramic core was mainly due to the loss of residual closed porosity by oxidation of N_{sf} fiber at a high temperature and the formation of connected porosity by A_{sf} fiber interpenetrating matrix. The number of connected pores, the volume proportion of open pores and the apparent porosity increased, while the volume density decreased as the hybrid fiber proportion decreased.

An appropriate amount of A_{sf} fiber consumed the crack propagation energy through the mechanism of de-bonding, pulling out, and breaking, and improved the bending strength of alumina-based ceramic core, effectively making up for the strength loss caused by *in-situ* burning of N_{sf} . The bending strength of the alumina-based ceramic core reached a maximum value of 20.1 MPa when the hybrid fiber ratio was 6:7. However, the agglomeration and cross of A_{sf} fibers could form some penetrating cracks in the core matrix and cut the matrix, affecting the strengthening effect of the fibers when the proportion of hybrid fibers further decreased.

Keywords alumina; ceramic core; fiber reinforcement; porous ceramic