

撒砂层尼龙-氧化铝混杂纤维质量比对硅溶胶型壳性能的影响

陈义斯 芦刚 廖倚 毛蒲 陈晓 黄嘉俊 严青松

Effects of stuccoing layer nylon-alumina hybrid fibers mass ratios on the properties for silica sol ceramic shell

CHEN Yisi, LU Gang, LIAO Yi, MAO Pu, CHEN Xiao, HUANG Jiajun, YAN Qingsong

在线阅读 View online: <https://doi.org/10.13801/j.cnki.fhclxb.20220728.001>

您可能感兴趣的其他文章

Articles you may be interested in

复合纤维比对精铸硅溶胶型壳性能的影响

Effects of composite fiber ratio on the properties of silica sol shell for investment casting

复合材料学报. 2018, 35(6): 1535-1541 <https://doi.org/10.13801/j.cnki.fhclxb.20170904.002>

尼龙66纤维混杂刚玉砂对复合纤维型壳性能的影响

Effects of polyamide 66 fibers added to corundum sands on properties of composite shell

复合材料学报. 2020, 37(4): 927-934 <https://doi.org/10.13801/j.cnki.fhclxb.20190529.003>

高温合金GH3039表面 ZrO_2-CeO_2/Al_2O_3 复合陶瓷涂层抗热震性能

Thermal shock resistance of ZrO_2-CeO_2/Al_2O_3 composite ceramic coating on superalloy GH3039 by sol-gel method

复合材料学报. 2018, 35(11): 3122-3129 <https://doi.org/10.13801/j.cnki.fhclxb.20180308.002>

陶瓷纤维长度对复合精铸型壳抗弯强度与透气性的影响及增强行为

Effects and enhanced behavior of ceramic fiber length on bending strength and breathability of composite shell for investment casting

复合材料学报. 2017, 34(4): 865-872 <https://doi.org/10.13801/j.cnki.fhclxb.20160720.001>

混杂纤维增强水泥基复合材料弯曲韧性与纤维增强指数的定量关系

Quantitative relationship between flexural toughness and fiber reinforcing index of hybrid fiber reinforced cementitious composites

复合材料学报. 2018, 35(5): 1349-1353 <https://doi.org/10.13801/j.cnki.fhclxb.20170707.002>

钢纤维-聚丙烯纤维混杂对再生混凝土抗冲击性能的影响

Effect of steel fiber-polypropylene fiber hybrid addition on impact resistance of recycled aggregate concrete

复合材料学报. 2020, 37(7): 1763-1773 <https://doi.org/10.13801/j.cnki.fhclxb.20191106.001>



扫码关注微信公众号，获得更多资讯信息

DOI: 10.13801/j.cnki.fhclxb.20220728.001

撒砂层尼龙-氧化铝混杂纤维质量比对硅溶胶型壳性能的影响



分享本文

陈义斯, 芦刚*, 廖倚, 毛蒲, 陈晓, 黄嘉俊, 严青松

(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: 为优化高温合金精密铸造陶瓷型壳性能, 采用“溶剂法”在刚玉砂中均匀掺入 0.75wt% 混杂纤维, 制备不同质量比的短切尼龙纤维 (Nsf) 和氧化铝纤维 (Asf) 改性硅溶胶型壳。基于 SEM 观察型壳断面组织形貌, 分析纤维分布及裂纹生长特征, 揭示纤维和基体烧结演变及强化机制。结果表明, 撒砂层引入纤维进一步提升了纤维在型壳内体积占比, 型壳性能显著改善。柔性 Nsf 缠绕于刚玉砂粒表面, 通过纤维拔出摩擦耗散载荷能量, 同时 Nsf 烧失后形成原位孔隙增加透气性, 故 Nsf : Asf 为 4 : 1 时型壳最佳湿强度、透气性、开气孔率分别为 5.08 MPa、4.4、20.82%。此外, 煅烧型壳基体易因脱水干燥萌生微裂纹, 但裂纹扩展至 Asf 表面时发生分叉、偏转、增殖, 证实立体互锁 Asf 网络结构减少连续裂纹产生, 并抑制陶瓷颗粒剥离的沿晶断裂倾向。因此, Asf 有效补偿 Nsf 烧失引起的强度损失, Nsf : Asf 为 2 : 3 的样品烧结强度高达 10.51 MPa, 高温自重变形率仅 0.82%。

关键词: 混杂纤维; 陶瓷型壳; 精密铸造; 纤维增强; 高温合金

中图分类号: V25; TG242; TB332 **文献标志码:** A **文章编号:** 1000-3851(2023)06-3449-10

Effects of stuccoing layer nylon-alumina hybrid fibers mass ratios on the properties for silica sol ceramic shell

CHEN Yisi, LU Gang*, LIAO Yi, MAO Pu, CHEN Xiao, HUANG Jiajun, YAN Qingsong

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

Abstract: In order to optimize the properties of ceramic shell for superalloy investment casting, the 0.75wt% hybrid fibers were uniformly mixed in to the corundum sands via solvent method. Then, the short nylon fiber (Nsf) and short alumina fiber (Asf) modified silica sol shell were prepared with different fiber mass ratios. The microstructure of ceramic fracture was observed based on SEM, and the distribution patterns and crack growth characteristics of fibers were analyzed, which revealed the sintering behavior of fibers and matrix and further indicated the reinforcement mechanism. The results present that the properties of ceramic shell are significantly improved by a higher volume proportion of fibers in shell due to the stuccoing layer fiber addition. The flexible Nsf is wound on the surface of corundum sands, which dissipates the load energy by friction during the fiber pull-out process. Meanwhile, the Nsf is burned out and then form the in-situ holes in the matrix, which is beneficial to enhancing the permeability of shell. And the Nsf : Asf=4 : 1 sample shows the highest green strength, permeability and open porosity at 5.08 MPa, 4.4, 20.82%, systematically. In addition, the microcracks are easy to formed in the sintered ceramic shell

收稿日期: 2022-06-06; 修回日期: 2022-06-23; 录用日期: 2022-07-11; 网络首发时间: 2022-07-28 17:27:31

网络首发地址: <https://doi.org/10.13801/j.cnki.fhclxb.20220728.001>

基金项目: 国家自然科学基金 (51861027); 江西省研究生创新专项资金项目 (YC2021-S672); 南昌航空大学博士启动基金项目 (EA202203058); 轻合金加工科学与技术国防重点学科实验室开放基金 (EG202103418)

Natural Science Foundation of China (51861027); Jiangxi Province Graduate Innovation Special Fund Project (YC2021-S672); The Scientifical Research Foundation for Doctors of Nanchang Hangkong University (EA202103180); The National Defense Key Disciplines Laboratory of Light Alloy Processing Science and Technology (EG202103418)

通信作者: 芦刚, 博士, 副教授, 硕士生导师, 研究方向为液态金属精密成形理论及工艺 E-mail: aimulalg@163.com

引用格式: 陈义斯, 芦刚, 廖倚, 等. 撒砂层尼龙-氧化铝混杂纤维质量比对硅溶胶型壳性能的影响 [J]. 复合材料学报, 2023, 40(6): 3449-3458.

CHEN Yisi, LU Gang, LIAO Yi, et al. Effects of stuccoing layer nylon-alumina hybrid fibers mass ratios on the properties for silica sol ceramic shell[J]. Acta Materiae Compositae Sinica, 2023, 40(6): 3449-3458(in Chinese).

because of the dehydration and drying. However, the crack will be bifurcated, proliferated and deflected when it extends to the surface of Asf. The phenomena indicates that the interlock Asf network can effectively decrease the formation of continuous cracks, and further inhibits the ceramic particles stripping and the intergranular fracture tendency for shell. Therefore, the Asf can effectively compensate the strength weaken caused by burned out Nsf. At last, the highest sintering strength of 10.51 MPa is obtained in the Nsf : Asf=4 : 1 sample, simultaneously, the high temperature self-loaded deformation rate of ceramic shell is only 0.82%.

Keywords: hybrid fiber; ceramic shell; investment casting; fiber reinforcement; superalloy

熔模精密铸造广泛应用于航空航天关键零部件生产,特别是在高熔炼温度,高化学活性金属的成形中起着不可替代的作用,如发动机高温合金涡轮叶片、导向叶片、叶轮和机匣等^[1]。一般地,陶瓷型壳由耐火材料和粘结剂逐层覆盖在蜡模表面制备,于脱蜡后形成复杂内腔,用以构建铸件主体与外轮廓^[2]。因此,要求型壳具备良好的湿(生坯)强度防止脱蜡及搬运造成破裂,较高的烧结强度以抵御浇注熔体作用力,足够的透气性便于型腔气体逸出和理想的抗蠕变性确保铸件尺寸精度^[1,3]。但是,型壳的强度和孔隙率之间存在相互制约的关系,通过增加厚度提升型壳承载能力,将引起型壳透气性差、散热困难,致使铸件晶粒粗大、表面缺陷加剧^[4]。为此,国内外学者就耐火材料种类^[5]、粒度级配^[6]、粘结剂^[7]、焙烧制度^[1,8]、矿化剂^[9]等方面进行了深入讨论与研究。然而,高性能熔模精铸陶瓷型壳制备及改性,尤其是上述对立性能的平衡与优化仍然是亟待解决的问题^[1,4]。

Jones等^[10]率先提出以纤维材料改性型壳,在硅溶胶浆料中引入短切尼龙纤维(Nsf)显著增加了单次挂壳厚度,提升了型壳锐边抗裂能力。同期,Yuan等^[11]指出Nsf烧失形成连通孔隙大幅度改善了型壳透气性。类似地,Pattnaik的研究表明0.6wt%植物椰壳纤维改性型壳获得28.43%开气孔率,透气性显著增加^[12]。Lv等^[13]制备了天然香蒲纤维增强锆英石-莫来石硅溶胶型壳,发现含有1.0wt%纤维型壳的湿强度相较于无纤维型壳提升44%,而在纤维含量为0.6wt%时取得烧结强度最大值为4.6 MPa。Huang等^[14]对Nsf增强刚玉系硅溶胶型壳的研究指出型壳烧结强度随纤维含量先增后减少,过量纤维烧失将造成烧结强度的牺牲。文献表明^[14-15],陶瓷纤维和玻璃纤维改性型壳在煅烧后,纤维仍然保留于基体起到强化作用,型壳分别增强至5.08 MPa和5.92 MPa。上述研究基于界面脱粘、应力再分布、纤维拔出等机制证实纤维可有效强化型壳强度^[3,16]。综合两类纤维材

料的应用优势,有机-无机混杂纤维改性型壳的报道相继出现。例如,芦苇-硅酸铝纤维^[17]、尼龙-陶瓷纤维^[18]、聚丙烯-硅酸铝纤维^[16]、尼龙-碳纤维^[3]。混杂纤维引入有效克服了硅溶胶型壳强度和透气性对立性,实现了性能的协同提升。

高极性、低润湿性的短切纤维在溶液均匀分散相当困难,受静电力或范德华力作用的纤维极易发生团聚^[19]。芦刚等^[20]通过超声振荡和机械搅拌的协同处理Nsf改性硅溶胶,羟丙基甲基纤维素(HPMC)加入明显提高纤维分散均匀性。过多HPMC会增加浆料悬浮性和黏度,降低浆料可操作性并减少型壳强度^[21]。为确保型壳内纤维分布均匀性,相关研究^[3,10,12-14,16,21]中纤维加入量一般不超过1.0wt%(纤维与浆料中耐火粉料质量比)。由于型壳是浆料层与撒砂层逐层堆叠构筑,意味着纤维在型壳整体的占比远小于1.0wt%。因此,理论上在撒砂层构筑立体纤维网络是提升强化效果的可行途径。Lv等^[22]采用手工搅拌方法在锆英砂中混入0.5wt%碳纤维制备型壳,但杂乱分布的簇状纤维束易成为断裂源,强度反而低于浆料纤维改性样品。撒砂层纤维改性型壳强化也建立纤维均匀分散基础上,现有搅拌或球磨等混合方法,尚且无法获得理想砂料。

本文采用“溶剂法”将Nsf和短切氧化铝纤维(Asf)均匀掺入刚玉砂,制备撒砂层Nsf-Asf混杂纤维改性硅溶胶型壳。研究Nsf和Asf质量比对型壳性能的影响,基于SEM分析纤维和基体微观结构演变和断裂特征,揭示其强化机制对进一步优化纤维改性精铸型壳性能,发挥纤维在型壳中的应用潜力有一定意义。

1 实验材料及方法

1.1 原材料

主要材料包括进口锆英粉、郑州海旭磨料有限公司刚玉粉/砂,山东济南银丰硅制品有限责任公司硅溶胶。其中硅溶胶含29wt%~31wt% SiO₂,胶体粒径约为78 nm, pH介于9~10。面层浆料采用45 μm 锆英粉,其他层浆料耐火粉料为50 μm

刚玉粉。180 μm 刚玉砂用以面层撒砂, 过渡层撒砂使用 300 μm 刚玉砂, 背层撒砂为 700 μm 刚玉砂。Nsf($\rho=1.16 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$) 及 Asf($\rho=1.85 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$) 长度均为 4 mm 分别由北京融信通科技有限公司和淄博华岩耐火纤维有限公司生产。

1.2 试样制备

市售 Nsf 和 Asf 多次洗涤过滤后备用。配制硅烷偶联剂乙醇溶液并滴入少量醋酸促进水解, 称取不同质量 (Nsf : Asf=4 : 1、3 : 2、1 : 1、2 : 3、1 : 4) 混杂纤维浸入烧杯进行纤维表面处理。处理后混杂纤维经过滤干燥, 加入 0.2wt%~0.3wt% 的 HPMC 乙醇溶液中, 施加超声振荡至均匀分散。少量多次加入刚玉砂, 持续机械搅拌直至砂粒呈悬浊状态。过滤蒸干后获得不同质量比混杂纤维刚玉砂待用, 实物图由图 1 可见, 其制备参数如表 1 所示。采用 Nsf-Asf 混杂纤维改性硅溶胶浆料进行挂壳, 混杂纤维改性硅溶胶浆料制备方法可见于已报道的工作^[3,18], 本研究涉及的浆料参数如表 2 所示, 涂挂后手工撒上混杂纤维刚玉砂。溶剂法制备混杂纤维刚玉砂及撒砂制壳流程图示意图如图 2 所示。型壳干燥温度为 22~26 $^{\circ}\text{C}$, 环境湿度介于 40%~70%, 面层及过渡层干燥 12 h, 其他层

干燥 24 h。采用 DRTF 蒸汽脱蜡釜 (东营市硕纬机械有限公司) 脱除蜡模, 获得生坯型壳, PD-MJ10 马弗炉 (洛阳高新开发区蓬达窑炉厂) 内焙烧型壳, 阶梯式烧成制度如图 3 所示。

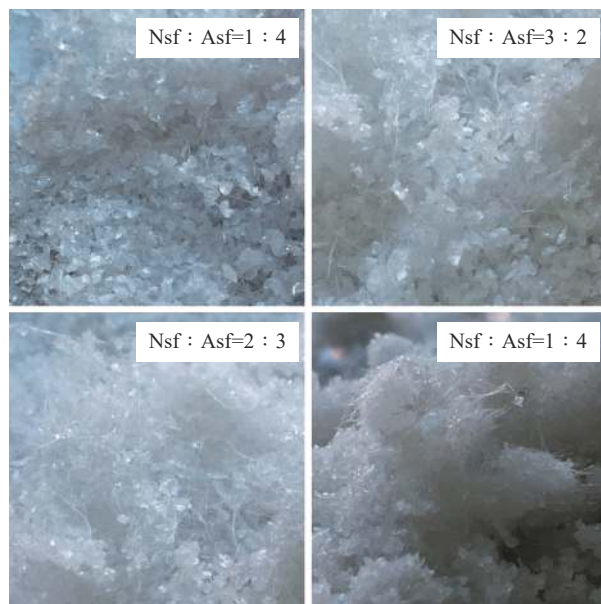


图 1 不同质量比短切尼龙纤维 (Nsf)-氧化铝纤维 (Asf) 混杂纤维刚玉砂实物图

Fig. 1 Real images of corundum sands with hort nylon fiber (Nsf)- short alumina fiber (Asf) hybrid fibers in different fiber mass ratios

表 1 混杂纤维刚玉砂制备参数

Table 1 Preparation details of hybrid fibers modified corundum sands

Stuccoing layers	Corundum size/ μm	Mass ratios (Nsf : Asf)	Hybrid fiber content	String time/h
Primary layer	180			6
Translation layer	300	4 : 1, 3 : 2, 1 : 1, 2 : 3, 1 : 4	0.75wt% of sands	9
Back layer	700			12

表 2 混杂纤维改性硅溶胶型壳浆料制备参数

Table 2 Preparation details of slurry for modified silica sol ceramic shell

Smearing layers	Filler/ μm	Binder	Filler : binder/ ($\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)	Fiber type	Hybrid fiber content	Additive
Primary layer	Zirconium (45)		3.03 : 1	None fiber	None fiber	
Translation layer						
Back layer	Corundum (50)	Silica sol	1.5 : 1	4 mm Nsf and Asf at a mass ratio of 3 : 2	0.6wt% of fillers	JFC wetting agent (0.2wt%-0.3wt%) and antifoaming agent (0.3wt%-0.5wt%)
Seal layer			2.26 : 1			

Note: JFC—fatty alcohol-polyoxyethylene ether.

1.3 测试分析

通过 ZTY 智能型砂型测试仪 (无锡天牧仪器科技有限公司), 测定煅烧型壳透气性^[18], 试样尺寸为直径 $\Phi 50 \text{ mm} \times 5 \text{ mm}$, 以阿基米德排水法测量该样品开气孔率, 计算公式如下:

$$O = \frac{M_3 - M_1}{M_3 - M_2} \times 100\% \quad (1)$$

其中: O 为开气孔率; M_1 为试样质量; M_2 为水中试样质量; M_3 为擦干后试样质量。采用 SWY 液压万能强度试验机 (北京同德创业科技有限公司), 以三点抗弯法获得型壳湿强度及烧结强度, 样品

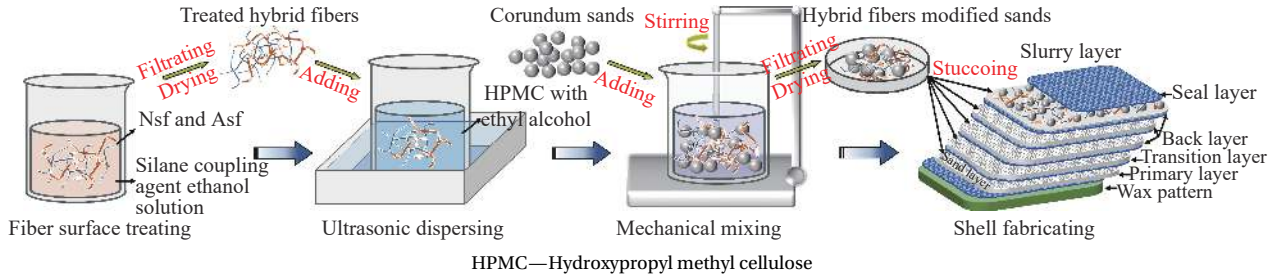


图2 溶剂法获得 Nsf-Asf 混杂纤维刚玉砂并制备改性硅溶胶型壳示意图

Fig. 2 Preparation details of solvent method for Nsf-Asf hybrid fibers corundum sands and the modified silica sol ceramic shell

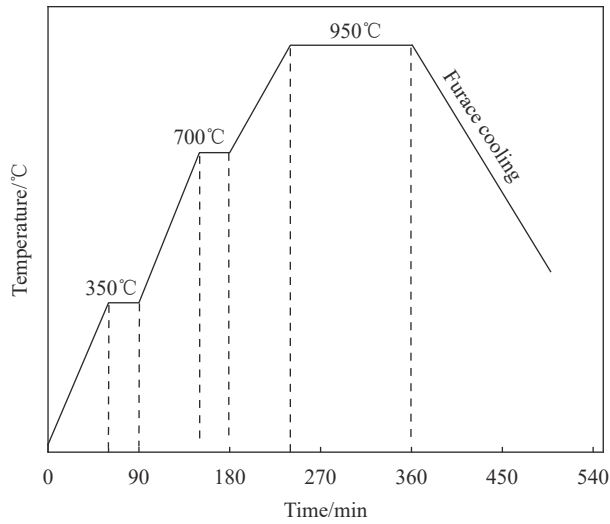


图3 撒砂层 Nsf-Asf 混杂纤维改性硅溶胶型壳烧成温度制度

Fig. 3 Sintering temperature system of stuccoing layer Nsf-Asf hybrid fibers modified silica sol ceramic shell

尺寸为 40 mm×20 mm×6 mm，计算公式如下：

$$\sigma_f = \frac{3PL}{2bW^2} \quad (2)$$

其中： σ_f 为样品抗弯强度 (MPa)； P 为最大应力 (N)； L 、 b 和 W 分别为跨距、样品宽度和高度 (mm)。强度数据取 5 根样品平均值，并计算标准差。高温自重变形率初始样品直径为 100 mm，厚度为 20 mm 的圆环状型壳，放置到 1 350℃ 马弗炉内加热 0.5 h，冷却到 300℃ 时取出测量其尺寸，计算公式如下：

$$\delta_{t-\tau} = \frac{A-B}{B} \times 100\% \quad (3)$$

其中： $\delta_{t-\tau}$ 为高温自重变形率 (%)； A 、 B 分别为加热前后样品直径 (mm)。采用美国 FEI 公司的 Quanta200 型扫描电镜观察试样三点抗弯试验后断口形貌，加速电压为 20 kV。

2 结果与分析

2.1 型壳断口形貌及烧结演变特征

图 4 为 Nsf-Asf 混杂纤维改性型壳生坯断口

SEM 图像。可见，型壳断面凹凸不平，基体组织疏松，细小陶瓷粉料填充粗大刚玉砂粒间隙，部分粉粒因硅溶胶粘结，附着于砂粒表面。随着 Nsf 占比的下降，视场内可视纤维数量逐渐增加。如图 4(a)、图 4(b) 所示，拔出纤维垂直于断面均匀分布，而在图 4(d) 中，纤维明显团聚。簇状纤维取代刚玉砂间陶瓷浆料，降低了纤维与基体实际接触面积，同时，相较于其他样品其纤维拔出长度锐减。

图 5 为煅烧型壳断口形貌。如图 5(a)、图 5(b) 所示，较粗 Nsf 完全烧失形成原位长孔而较细的 Asf 完整保留在型壳基体。焙烧过程中，粘结剂中水分和残余有机物气化脱除，型壳不断干燥，耐火粉体间黏附力下降，陶瓷颗粒持续收缩，张力不足时浆料连接区萌生微裂纹 (图 5(c))。陶瓷材料的煅烧是生坯颗粒比表面积降低的低能晶界代替高能晶界过程 [23]。随温度升高，硅溶胶中 SiO₂ 质点优先受热作用激活发生扩散迁移，构成立体玻璃骨架连接基体陶瓷颗粒。随机附着于刚玉砂表层的高表面能粉体，晶格内原子重排加速并向表层运动，引起粉体体积生长，晶界孔隙缩小。因此，型壳强度主要由颗粒/颗粒或颗粒/Asf 界面连接层提供，故如同图 4(c) 所示，样品呈典型沿晶断裂特征。由于型壳终烧温度仅 950℃，大尺寸刚玉颗粒及残留 Asf 均未发生变形 (图 5(c)、图 5(d))，良好地保证了型壳尺寸稳定。

需要指出的是，Nsf 与 Asf 长度均为 4 mm，密度比约为 0.627，直径比约 1.776，即等质量 Asf 在数量上约是 Nsf 的两倍。当 Nsf 占比减少，Asf 上升时，溶剂内纤维实际数量增加，纤维缠绕概率增大 [14]。此外，对比图 5(d) 纤维数量可进一步证实图 4(d) 中簇状纤维为分散不足导致。同理，对比图 5(a) 中单丝 Nsf 烧失孔，图 5(d) 中的超尺寸孔隙归因于交织 Nsf。

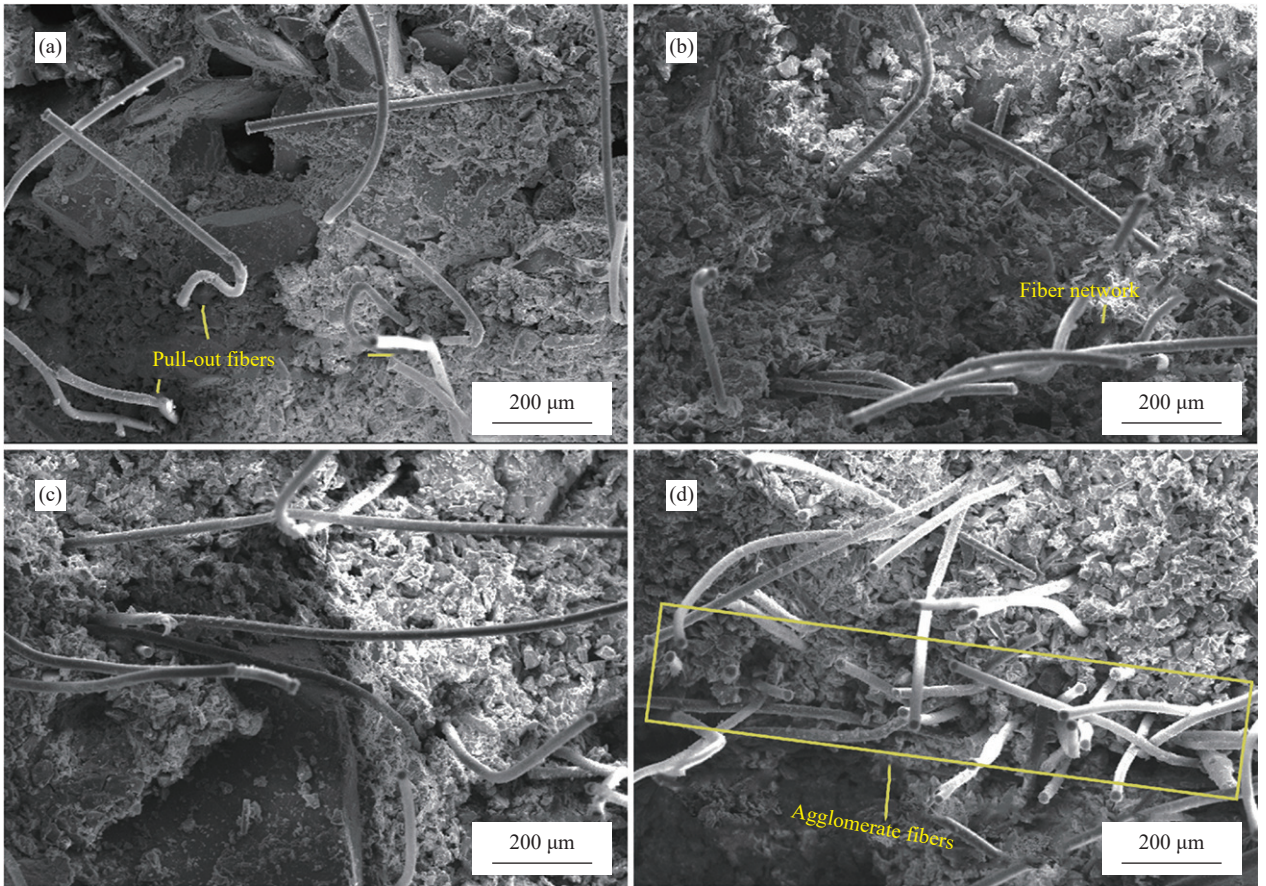


图4 不同质量比撒砂层 Nsf-Asf 混杂纤维改性型壳生坯断面 SEM 图像: (a) 4 : 1; (b) 3 : 2; (c) 2 : 3; (d) 1 : 4

Fig. 4 SEM images of green body for stuccoing layer Nsf-Asf hybrid fibers modified silica sol ceramic shell with different fiber mass ratios: (a) 4 : 1; (b) 3 : 2; (c) 2 : 3; (d) 1 : 4

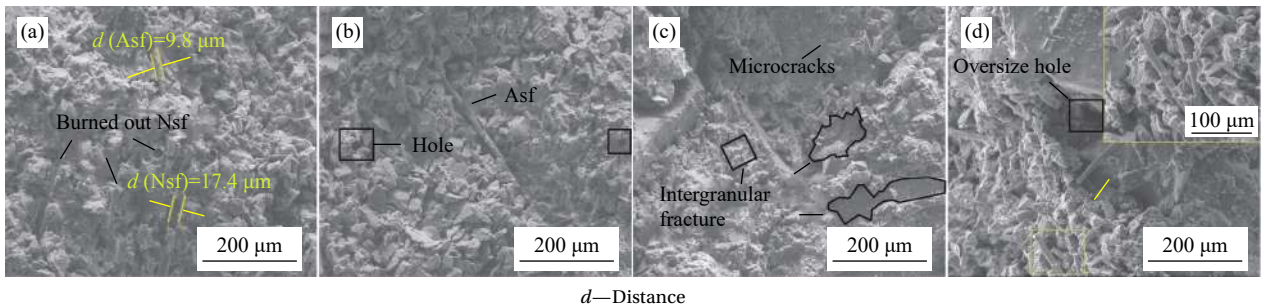


图5 不同质量比撒砂层 Nsf-Asf 混杂纤维改性型壳煅烧样品断面 SEM 图像: (a) 4 : 1; (b) 3 : 2; (c) 2 : 3; (d) 1 : 4

Fig. 5 SEM images of sintering body for stuccoing layer Nsf-Asf hybrid fibers modified ceramic shell with different fiber mass ratios: (a) 4 : 1; (b) 3 : 2; (c) 2 : 3; (d) 1 : 4

2.2 混杂纤维质量比对型壳孔隙和高温变形的影响

图6为撒砂层 Nsf-Asf 混杂纤维质量比对型壳透气性及开气孔率的影响。可知, Nsf : Asf=4 : 1 样品透气性和气孔率最高, 分别为 4.4、20.80%。随着 Nsf 占比下降, 型壳透气性和开气孔率持续减小, 性能最差的 Nsf : Asf=1 : 4 样品为 2.6、18.96%。型壳透气性与开气孔率有直接关联性, 二者保持近似衰减趋势, 但下降幅度差异较大分别约 50%、

8.96%。Nsf 纤维的烧失直接在型壳基体内造孔, Nsf 占比降低是下降的主要原因。此外, 由图5可见, 焙烧后 Asf 纤维并未与型壳基体完全贴合。Asf 表面与刚玉砂粒之间存在界面间隙, 证实 Asf 可连通型壳基体内孤立闭气孔。Nsf 占比下降的同时, 型壳内纤维单丝数量上升, 意味着 Asf/砂粒界面间隙数量增加, 弥补了烧失 Nsf 原位孔隙减少引起的开气孔率降低。交织的烧失 Nsf 孔隙

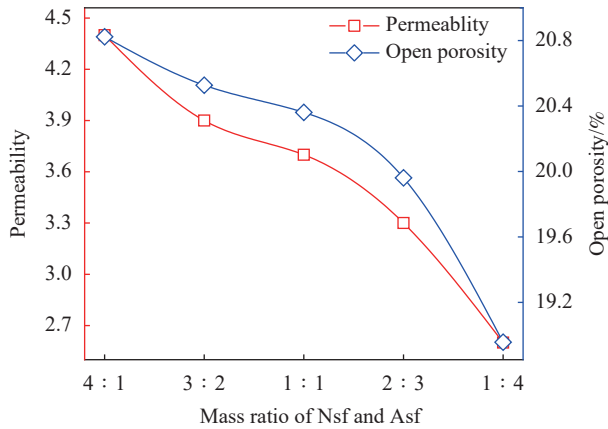


图6 撒砂层 Nsf-Asf 混杂纤维质量比对型壳透气性及开气孔率的影响
Fig. 6 Effects of fiber mass ratios on the permeability and open porosity for stuccoing layer Nsf-Asf hybrid fibers modified ceramic shell

网络(图 5(a)) 允许加压气体直接透过型壳。然而, Asf/砂粒界面间隙分布弥散、尺寸较小, 故气体传输路径长, 阻力也更大, 因此 Asf 对型壳透气性的增益相对微弱。

图 7 为撒砂层 Nsf-Asf 混杂纤维质量比对型壳高温自重变形率的影响。该性能指标即型壳高温下的蠕变特性。可以看出, 随 Nsf 占比下降, 蠕变程度先减小后增大, Nsf : Asf=2 : 3 样品高温自重变形率最低为 0.81%, 增幅达 35.2%。陶瓷坯体的蠕变破坏受基体孔洞扩展连通控制, 流入孔洞或晶界间的黏滞相将引起材料整体尺寸变化^[24]。因此过多烧失 Nsf 孔隙对型壳高温变形是有害的。Jones^[25] 研究指出, 高温下 SiO₂ 玻璃相黏性流动是导致型壳高温蠕变的主要原因。文献 [26-27] 表

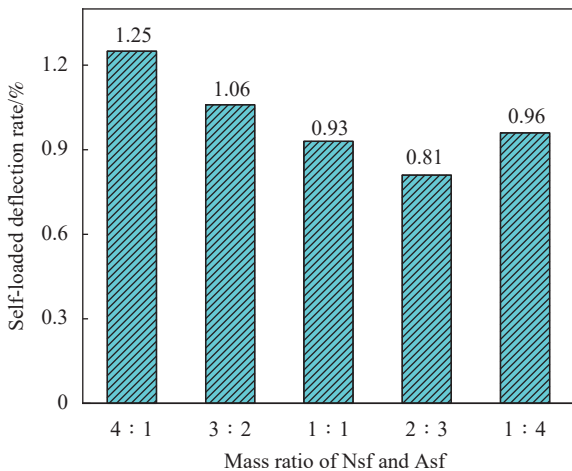


图7 撒砂层 Nsf-Asf 混杂纤维质量比对型壳高温自重变形率的影响
Fig. 7 Effects of fiber mass ratios on the high temperature self-loaded deflection rate for stuccoing layer Nsf-Asf hybrid fibers modified ceramic shell

明, 无定形非晶相黏性流动易被高熔点高荷重软化点物质扰乱。Asf 熔点远高于 1 300℃, 故基体内立体互锁 Asf 网络有效抑制了型壳玻璃相骨架软化, 阻碍 SiO₂ 黏滞相向大尺寸烧失 Nsf 孔隙填充。然而, 刚玉砂粒间的局部簇状 Nsf 或 Asf 会割裂型壳, 这些不均匀结构对型壳高温下的尺寸稳定性是不利的。因此, Nsf : Asf=1 : 4 样品蠕变加剧, 下降 18.52%。

2.3 混杂纤维质量比对型壳强度的影响及其强化机制

图 8 为撒砂层 Nsf-Asf 混杂纤维质量比对型壳湿强度和烧结强度的影响。随 Nsf 占比下降, 湿强度由 5.08 MPa 下降至 4.31 MPa, 烧结强度先增加后降低, Nsf : Asf=2 : 3 样品最高烧结强度达 10.54 MPa。图 9 为浆料层、撒砂层纤维改性及典型硅溶胶型壳湿强度及烧结强度性能对比图(焙烧温度约为 950℃)。如图 9 所示, 有机纤维改性硅溶胶型壳湿强度显著提升^[12, 14, 28], 而无机纤维对型壳的烧结强度增强效果明显^[14, 29-30]。由于有机纤维造孔有利于型壳透气, 混杂纤维改性型壳被开发出以补偿焙烧后强度的损失, 样品强度介于两类单一纤维改性型壳之间^[3, 16-18, 31]。值得注意的是, 上述改性型壳中, 纤维引入均通过浆料的涂挂, 而纤维含量则依据纤维与填料质量比或纤维质量与硅溶胶体积比。通过纤维混合硅溶胶浆料制备型壳, 纤维不可避免地集中在浆料层, 未能实现对型壳整体强化。因此, 本文中撒砂层引入纤维并结合纤维混合硅溶胶浆料制备型壳, 纤维实际体积占比增加, 其烧结强度提升近一倍于浆料涂挂^[32-36](图 9)。

图 10 为撒砂层 Nsf-Asf 混杂纤维改性型壳生

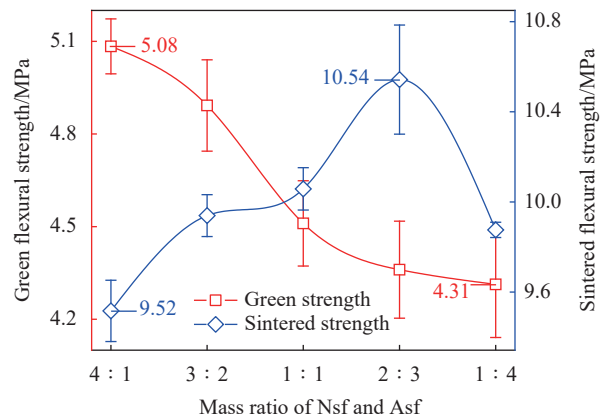


图8 撒砂层 Nsf-Asf 混杂纤维质量比对型壳湿强度及烧结强度的影响
Fig. 8 Effects of fiber mass ratios on the green and sintering strength for stuccoing layer Nsf-Asf hybrid fibers modified ceramic shell

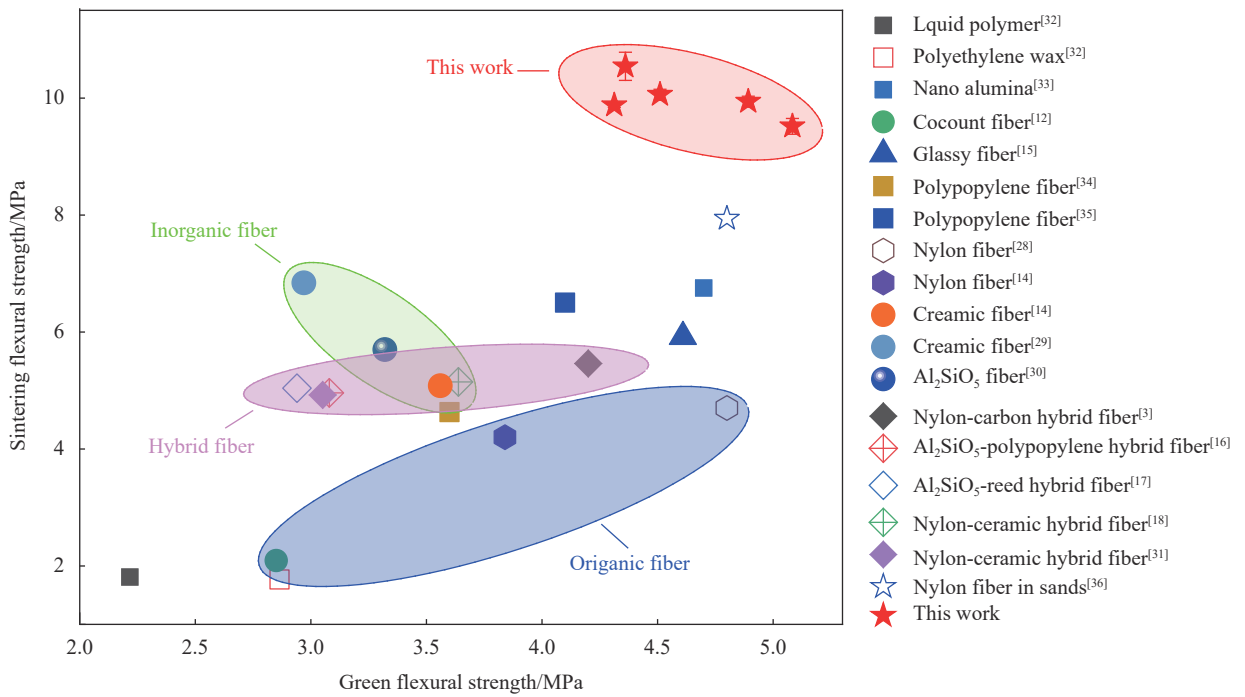


图9 浆料层、撒砂层纤维改性及典型硅溶胶型壳湿强度及烧结强度性能对比图

Fig. 9 Comparison charts of green and sintering strength between stuccoing layer fiber modified silica sol ceramic shell in the current study and typical shell as well as slurry layer fiber modified shell

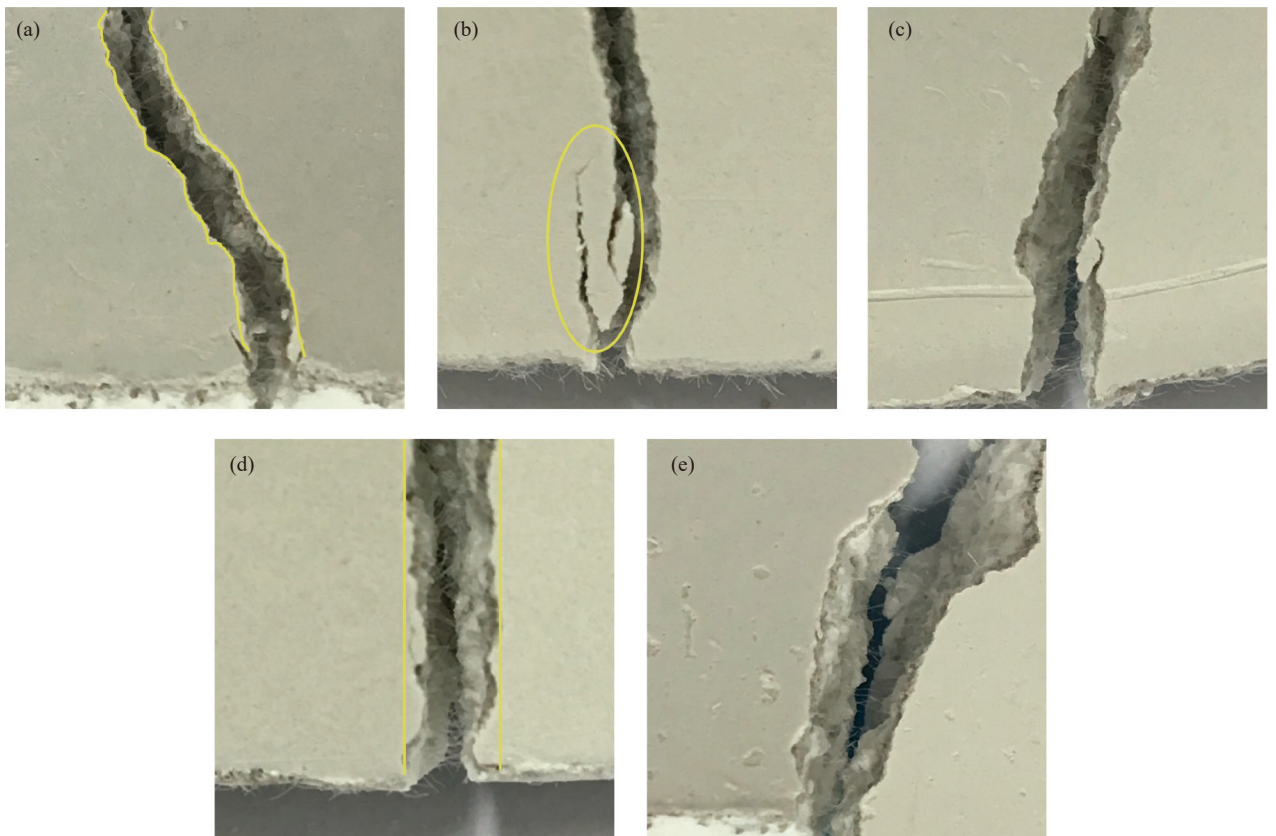


图10 不同质量比撒砂层 Nsf-Asf 混杂纤维改性型壳生坯三点抗弯断裂实物图: (a) 4 : 1; (b) 3 : 2; (c) 1 : 1; (d) 2 : 3; (e) 1 : 4

Fig. 10 Real fracture images of green body for stuccoing layer Nsf-Asf hybrid fibers modified ceramic shell with different fiber mass ratios after three-point bending test: (a) 4 : 1; (b) 3 : 2; (c) 1 : 1; (d) 2 : 3; (e) 1 : 4

坯断裂实物图。可知,型壳断面上存在大量拔出纤维, Nsf : Asf=4 : 1 样品裂纹呈曲线形, 而 Nsf : Asf=3 : 2 样品中出现宏观裂纹分支(图 10(b)), 但随着 Nsf 占比下降, 裂纹逐渐平直化。众所周知, 纤维增强复合材料强化效果与纤维/基体界面结合强度及接触面积有关。早期纤维改性型壳研究中观察到, 较短的陶瓷纤维(长度约 1~2 mm)与硅溶胶凝胶界面及耐火材料接触较小时, 纤维易与基体脱粘, 裂纹向周围损伤区扩展^[29]。类似地, Lv 等^[22]在碳纤维改性型壳研究中也指出, 因纤维拔出摩擦路径延长, 型壳湿强度随纤维长度增加而上升。

本文中, Nsf 占比下降意味刚玉砂中纤维单丝数量上升, 纤维/基体理论界面面积增加。但型壳断口纤维数量及湿强度均呈下降趋势, 说明撒砂层 Asf 对型壳湿强度的影响极其微弱。由于型壳耐火材料附着依赖重力堆积和硅溶胶黏附, 撒砂层内刚玉砂粒粒径较大, 故型壳撒砂层是天然疏松的。刚性纤维 Asf 主要分布在陶瓷颗粒间隙, 与基体界面结合较弱, Asf 不能以纤维拔出的方式强化生坯型壳。而 Nsf 具有一定柔韧性, 易缠绕附着在砂粒表面, 在型壳承载断裂过程, Nsf

能产生有效摩擦耗能作用。

为进一步揭示焙烧后撒砂层 Nsf-Asf 混杂纤维改性型壳断裂机制, 含典型断裂特征 SEM 如图 11 所示。如图 11(a) 所示, 型壳制备过程基体中已形成的微裂纹在承载时不断生长, 在无纤维区域形成连续裂纹, 并朝向刚玉砂粒扩展, 引起砂粒的整体剥离, 最终导致型壳断裂。然而, 煅烧过程刚玉砂间隙粉体颗粒生长与晶界孔隙缩小, 如图 5(b)、5(c) 可见, Asf 与基体结合不断紧密化。当裂纹尖端生长至纤维表面时, 由于纤维本身强度较高, 裂纹无法直接破坏纤维。首先, 受 Asf 阻碍, 裂纹尖端的应力分叉, 随后裂纹在纤维表面沿轴向偏转, 同时伴随纤维-基体界面脱粘及微裂纹增殖(图 11(b))。对于某 Asf 单丝, 当裂纹扩展至纤维末端时, 界面结合较弱的一侧纤维完全与基体脱粘, 发生纤维拔出直至脱离型壳断面。然而, 当该 Asf 两端均形存在较强的结合界面, 即便型壳发生宏观断裂, 仍可以纤维桥接的方式连接两侧断裂型壳(图 11(c))。互锁 Asf 网络结构有效抑制大范围的刚玉砂粒剥离, 型壳由原先沿晶断裂转为包含裂纹分叉、偏转、增殖及纤维拔出和桥连的混合断裂模式。

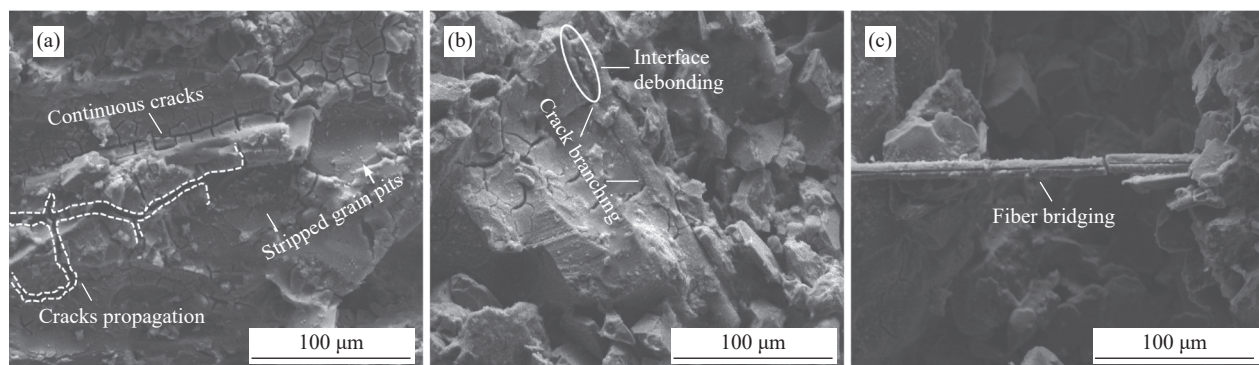


图 11 含典型断裂特征的撒砂层 Nsf-Asf 混杂纤维改性型壳焙烧样品高倍 SEM 图像

Fig. 11 High magnification SEM images of sintering body for stuccoing layer Nsf-Asf hybrid fibers modified ceramic shell with type fracture characteristics

3 结论

(1) 型壳透气性主要依赖烧失短切尼龙纤维(Nsf)连通孔隙, 氧化铝纤维(Asf)/基体界面间隙有利于补偿开气孔率损失, 但对透气性影响不大。质量比 Nsf : Asf=4 : 1 的样品获得最佳透气性和开气孔率, 分别为 4.4、20.80%。立体互锁 Asf 网络抑制型壳玻璃相骨架软化, 阻碍 SiO₂ 黏滞相向烧失 Nsf 孔隙填充。Nsf : Asf=2 : 3 样品高温自重变

形率仅 0.81%。

(2) 生坯型壳撒砂层堆积疏松, 纤维/基体界面结合弱, 刚性 Asf 对型壳湿强度影响较小, 而柔性 Nsf 可缠绕刚玉砂通过纤维拔出摩擦耗散载荷能量, 强化生坯型壳, Nsf : Asf=4 : 1 样品宏观裂纹呈曲线形, 湿强度达 5.08 MPa。

(3) 大尺寸孔隙或团聚簇状纤维易成为煅烧型壳断裂源。型壳基体内 Asf 有效抑制连续裂纹生

长, 阻碍基体刚玉砂粒剥离, 原沿晶断裂型壳呈裂纹分叉、偏转、增殖及纤维拔出和桥连的混合断裂特征。当 $N_{sf} : A_{sf} = 2 : 3$ 时, 撒砂层混杂纤维改性型壳烧结强度高达 10.54 MPa。

参考文献:

- [1] KANYO J E, SCHAFFNER S, UWANYUZE R S, et al. An overview of ceramic molds for investment casting of nickel superalloys[J]. *Journal of the European Ceramic Society*, 2020, 40(15): 4955-4973.
- [2] DEL VECCHIO C, FENU G, PELLEGRINO F A, et al. Support vector representation machine for superalloy investment casting optimization[J]. *Applied Mathematical Modelling*, 2019, 72: 324-336.
- [3] LU G, CHEN Y, YAN Q, et al. Carbon-nylon hybrid fibers modified silica sol shell with enhanced flexural strength and heat transfer for investment casting[J]. *Journal of the European Ceramic Society*, 2022, 42(8): 3624-3633.
- [4] PATTNAIK S, KARUNAKAR D B, JHA P K. Developments in investment casting process—A review[J]. *Journal of Materials Processing Technology*, 2012, 212(11): 2332-2348.
- [5] 谭科杰, 张炫, 李文, 等. 两种高岭土的相组成及其对型壳抗弯强度的影响[J]. *铸造*, 2016, 65(3): 267-270.
TAN Kejie, ZHANG Xuan, LI Wen, et al. Phase composition of two kinds of kaolin and their influence on the flexural strength of the shell[J]. *Foundry*, 2016, 65(3): 267-270(in Chinese).
- [6] 朱丽娟, 张玉海, 李润华, 等. 粉料粒度优化级配降低精铸件表面粗糙度的机制及应用[J]. *铸造*, 1996(5): 6-9.
ZHU Lijuan, ZHANG Yuhai, LI Runhua, et al. Mechanism and application on optimization match of powder particle reducing the roughness of casting surface in precision casting[J]. *Foundry*, 1996(5): 6-9(in Chinese).
- [7] VENKAT Y, CHOUDARY K R, DAS D K, et al. Ceramic shell moulds with zircon filler and colloidal silica binder for investment casting of shrouded low-pressure turbine blades[J]. *Ceramics International*, 2020, 46(17): 26572-26580.
- [8] 赵泽宇, 吕凯, 刘向东, 等. 焙烧温度及保温时间对硅酸铝纤维复合硅溶胶型壳强度的影响[J]. *铸造技术*, 2016, 37(6): 1176-1178.
ZHAO Zeyu, LV Kai, LIU Xiangdong, et al. Effects of fired temperature and heat preservation time on fired strength of fiber reinforced shell for investment casting[J]. *Foundry Technology*, 2016, 37(6): 1176-1178(in Chinese).
- [9] 郭振, 赵玉涛, 马德新, 等. Y_2O_3 和Al-Si-Mg系矿化剂复合改性陶瓷型壳的高温抗变形性研究[J]. *材料工程*, 2018, 46(11): 96-101.
- GUO Zheng, ZHAO Yutao, MA Dexing, et al. High temperature anti-deformability of composite modified ceramic shell with Y_2O_3 and Al-Si-Mg series mineralizer[J]. *Journal of Materials Engineering*, 2018, 46(11): 96-101(in Chinese).
- [10] JONES S, YUAN C, LEWIS K. Organic fibre modified ceramic shell moulding for investment casting[J]. *Materials Science and Technology*, 2013, 18(12): 1565-1573.
- [11] YUAN C, JONES S. Investigation of fibre modified ceramic moulds for investment casting[J]. *Journal of the European Ceramic Society*, 2003, 23: 399-407.
- [12] PATTNAIK S. An investigation on enhancing ceramic shell properties using naturally available additives[J]. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2017, 91(9-12): 3061-3078.
- [13] LV K, LIU X D, DU Z X, et al. Bending strength and fracture surface topography of natural fiber-reinforced shell for investment casting process[J]. *China Foundry*, 2016, 13(3): 211-216.
- [14] HUANG P, LU G, YAN Q, et al. Effect of ceramic and nylon fiber content on composite silica sol slurry properties and bending strength of investment casting shell[J]. *Materials (Basel)*, 2019, 12(17): 2788-2797.
- [15] 吕凯, 刘向东, 王浩, 等. 玻璃纤维增强硅溶胶型壳的强度及高温自重变形[J]. *特种铸造及有色合金*, 2014, 34(9): 958-962.
LV Kai, LIU Xiangdong, WANG Hao, et al. Strength and high-temperature self-loaded deformation of glass fiber-reinforced shell for investment casting[J]. *Special Casting and Nonferrous Alloy*, 2014, 34(9): 958-962(in Chinese).
- [16] LU K, LIU X, DU Z, et al. Properties of hybrid fibre reinforced shell for investment casting[J]. *Ceramics International*, 2016, 42(14): 15397-15404.
- [17] 吕凯, 刘向东, 李艳芬, 等. 纤维增强熔模铸造复合型壳的性能及断口形貌[J]. *北京航空航天大学学报*, 2014, 40(10): 1361-1365.
LV Kai, LIU Xiangdong, LI Yanfang, et al. Properties and fracture surface morphology of fiber-reinforced shell for investment casting[J]. *Journal of Beijing University of Aeronautics and Astronautics*, 2014, 40(10): 1361-1365(in Chinese).
- [18] 芦刚, 毛蒲, 严青松, 等. 复合纤维含量对精铸硅溶胶型壳强度及透气性的影响[J]. *中国有色金属学报*, 2015, 25(11): 3164-3170.
LU Gang, MAO Pu, YAN Qingsong, et al. Effect of composite fiber content on strength and breathability of silica sol shell for investment casting[J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2015, 25(11): 3164-3170(in Chinese).
- [19] LIN S D, LI L. Surface modification on dispersion and enhancement of PVA fibers in fiber-reinforced cementitious

- composites[J]. *Science and Engineering of Composite Materials*, 2017, 24(6): 901-907.
- [20] 芦刚, 毛蒲, 严青松, 等. 超声振荡和羟丙基甲基纤维素对短切纤维在精铸硅溶胶浆料中分散性能的影响[J]. *材料工程*, 2016, 44(1): 71-76.
- LU Gang, MAO Pu, YAN Qingsong, et al. Effect of ultrasonic vibration and hydroxypropyl methyl cellulose on deispersion of short fiber in silica sol slurry for investment casting[J]. *Journal of Materials Engineering*, 2016, 44(1): 71-76(in Chinese).
- [21] LU K, DUAN Z, LIU X, et al. Effect of dispersant on fiber-reinforced shell for investment casting[J]. *International Journal of Metalcasting*, 2020, 14(4): 1005-1012.
- [22] LV K, DUAN Z, LIU X, et al. Effects of fibre length and mixing routes on fibre reinforced shell for investment casting[J]. *Ceramics International*, 2019, 45(6): 6925-6930.
- [23] WANG X, ZHOU Y, ZHOU L, et al. Microstructure and properties evolution of silicon-based ceramic cores fabricated by 3D printing with stair-stepping effect control[J]. *Journal of the European Ceramic Society*, 2021, 41(8): 4650-4657.
- [24] 刘洋, 梁军. 陶瓷材料高温蠕变行为研究[J]. *哈尔滨理工大学学报*, 2012, 17(2): 105-109.
- LIU Yang, LIANG Jun. Investigation on high temperature creep behavior of ceramics[J]. *Journal of Harbin University of Science and Technology*, 2012, 17(2): 105-109(in Chinese).
- [25] JONES S. Improved sol based ceramic moulds for use in investment casting[D]. Birmingham: University of Birmingham, 1993.
- [26] WERESZCZAK A A, BREDER K, FERBER M K, et al. Dimensional changes and creep of silica core ceramics used in investment casting of superalloys[J]. *Journal of Materials Science*, 2002(37): 4235-4245.
- [27] 陈义斯, 芦刚, 严青松, 等. 气氛煅烧短切碳纤维增强硅基陶瓷型芯的致密化行为[J]. *复合材料学报*, 2022, 39(5): 2412-2420.
- CHEN Yisi, LU Gang, YAN Qingsong, et al. Densification behavior in short carbon fiber reinforced silica-based ceramic cores via atmosphere sintering[J]. *Acta Materiae Compositae Sinica*, 2022, 39(5): 2412-2420(in Chinese).
- [28] YUAN C, JONES S, BLACKBURN S. The influence of autoclave steam on polymer and organic fibre modified ceramic shells[J]. *Journal of the European Ceramic Society*, 2005, 25(7): 1081-1087.
- [29] 芦刚, 纪超众, 严青松, 等. 陶瓷纤维长度对复合精铸型壳抗弯强度与透气性的影响及增强行为[J]. *复合材料学报*, 2017, 34(4): 637-644.
- LU Gang, JI Chaozhong, YAN Qingsong, et al. Effects and enhanced behavior of cermic fiber length on bending strength and breathability of composite shell for investment casting[J]. *Acta Materiae Compositae Sinica*, 2017, 34(4): 637-644(in Chinese).
- [30] 吕凯, 刘向东, 王浩, 等. 短切硅酸铝纤维增强硅溶胶型壳的抗弯强度及高温自重变形[J]. *材料工程*, 2015, 43(7): 56-61.
- LV Kai, LIU Xiangdong, WANG Hao, et al. Bending strength and high-temperature self-loaded deformation of short aluminum silicate fiber-reinforced silicon sol shell[J]. *Journal of Materials Engineering*, 2015, 43(7): 56-61(in Chinese).
- [31] 芦刚, 郭振华, 严青松, 等. 复合纤维配比对精铸硅溶胶型壳性能的影响[J]. *复合材料学报*, 2018, 35(6): 1535-1541.
- LU Gang, GUO Zhenghua, YAN Qingsong, et al. Effects of composite fiber ration on the propertoes of silica sol shell for investment casting[J]. *Acta Materiae Compositae Sinica*, 2018, 35(6): 1535-1541(in Chinese).
- [32] PATTNAIK S, SUTAR M K. Investigation on the influence of polyethylene wax powder on the characteristics of ceramic shells used for investment casting[J]. *Silicon*, 2021, 14(11): 6089-6096.
- [33] O'SULLIVAN N, MOONEY J, TANNER D. Enhancing permeability and porosity of ceramic shells for investment casting through pre-wetting[J]. *Journal of the European Ceramic Society*, 2021, 41(16): 411-422.
- [34] 胡蓉. 聚丙烯纤维的加入量对精铸型壳性能的影响[J]. *当代化工研究*, 2021(19): 27-28.
- HU Rong. Effect of polypropylene fiber addition on properties of precision casting shell[J]. *Modern Chemical Research*, 2021(19): 27-28(in Chinese).
- [35] LI Y, LIU X, LU K, et al. Exploration on preparation process of high-strength fiber-reinforced shell for investment casting[J]. *International Journal of Metalcasting*, 2020, 15(2): 692-699.
- [36] 芦刚, 宋方睿, 严青松, 等. 尼龙66纤维混杂刚玉砂对复合纤维型壳性能的影响[J]. *复合材料学报*, 2020, 37(4): 927-934.
- LU Gang, SONG Fangrui, YAN Qingsong, et al. Effects of polyamide fibers added to corundum sands on properties of composite shell[J]. *Acta Materiae Compositae Sinica*, 2020, 37(4): 927-934(in Chinese).