

YSZ-W 复合涂层的制备及抗烧蚀性能研究

白懿心, 王全胜, 宁先进

(北京理工大学 材料科学与工程学院, 北京 100081)

摘要: **目的** 在 TC4 表面制备均匀致密的 YSZ-20% (体积分数) W (ZW2) 复合涂层, 以提高其抗烧蚀性能, 并对其在超音速燃流中的烧蚀响应机制进行初步探究。**方法** 以 8YSZ 和 W 粉为原料, 采用喷雾干燥-真空烧结工艺制备喷涂用 ZW2 复合粉末, 利用大气等离子喷涂技术 (APS) 制备 ZW2 复合涂层, 采用超音速火焰冲刷法 (SCF) 测试涂层的抗烧蚀性能。**结果** 在 1500 °C 的真空环境下烧结 2 h 后, ZW2 复合粉末原始颗粒之间的结合方式由 PVA 交联结合转变为冶金结合, 烧结粉末的松装密度和流动性较造粒粉末分别提升 632.3% 和 39.8%。APS 制备的 ZW2 涂层的孔隙率为 9.5%±0.8%, 经 SCF 考核 5 s 后, 500 μm 厚的 ZW2 涂层可以使 TC4 钛合金基体免于烧蚀, 仅在 ZW2 涂层表面形成了厚度约为 30 μm 的 ZrO₂-WO₃ 疏松顶层。**结论** 利用 APS 工艺可以制备均匀致密的 ZW2 复合涂层, 真空烧结处理提高了 ZW2 复合粉末的 APS 工艺适应性。ZW2 涂层有效地提高了 TC4 的抗烧蚀性能, 烧蚀过程中低熔点 WO₃ 的形成缓解了烧蚀过程中涂层内部的热应力, 从而避免了涂层提前剥落失效。

关键词: 抗烧蚀性能; YSZ-20%W; 真空烧结; 大气等离子喷涂; 超音速火焰冲刷

中图分类号: TG174.4

文献标识码: A

文章编号: 1672-9242(2021)02-0083-07

DOI: 10.7643/issn.1672-9242.2021.02.015

Preparation and Ablation Resistance of YSZ-W Composite Coating

BAI Yi-xin, WANG Quan-sheng, NING Xian-jin

(School of Materials Science & Engineering, Beijing Institute of Technology, Beijing 100081, China)

ABSTRACT: This paper aims to improve and preliminarily study the ablation resistance of TC4 alloy in supersonic combustion environment by preparing YSZ-20%W (ZW2) coating on it. ZW2 composite powder for spraying is prepared by spray drying-vacuum sintering method and using 8YSZ and W power as raw materials. ZW2 composite coating is deposited by atmospheric plasma spraying (APS). The ablation resistance is evaluated by supersonic combustion flame (SCF) test. After sintering at 1500 °C for 2 hours, original particles in ZW2 composite powder changed from PVA cross linking to metallurgical bonding, the bulk density and fluidity improved by 632.3% and 39.8%, respectively, compared with the granulating powder. The ZW2 coating deposited by APS was uniform and compact, with a porosity of 9.5%±0.8%. After ablation for 5s in supersonic

收稿日期: 2020-02-17; 修订日期: 2020-03-24

Received: 2020-02-17; Revised: 2020-03-24

作者简介: 白懿心 (1994—), 男, 硕士研究生, 主要研究方向为热喷涂及表面工程。

Biography: BAI Yi-xin (1994—), Male, Master, Research focus: thermal spraying and surface engineering.

通讯作者: 王全胜 (1968—), 男, 博士, 教授, 主要研究方向为热喷涂及表面工程。

Corresponding author: WANG Quan-sheng (1968—), Male, Doctor, Professor, Research focus: thermal spraying and surface engineering.

引文格式: 白懿心, 王全胜, 宁先进. YSZ-W 复合涂层的制备及抗烧蚀性能研究[J]. 装备环境工程, 2021, 18(2): 083-089.

BAI Yixin, WANG Quansheng, NING Xianjin. Preparation and Ablation Resistance of YSZ-W Composite Coating [J]. Equipment environmental engineering, 2021, 18(2): 083-089.

combustion flame, the 500 μm ZW2 coating can prevent the TC4 titanium alloy substrate from ablation, and a $\text{ZrO}_2\text{-WO}_3$ loose top layer with a thickness of about 30 μm is formed on the ZW2 coating. It can be concluded that a uniform and dense ZW2 composite coating is prepared by APS process, and the APS adaptability of ZW2 composite powders is improved through the vacuum sintering treatment. ZW2 coating effectively improves the ablation resistance of TC4 alloy, the low melting point WO_3 formed during the ablation process relieves the thermal stress inside the coating and eventually prevents the coating from peeling off in advance.

KEY WORDS: ablation resistance; YSZ-20%W; spray drying-vacuum sintering; atmospheric plasma spraying; supersonic combustion flame

近年来,为进一步降低导弹飞行过程中的附加阻力,“消熔舵技术”逐渐进入了人们的视野^[1-3]。消熔舵是一种由特殊材料制成的燃气舵,当完成服役要求后,舵体材料能够在高温下自行熔化,从而达到减重减阻的目的^[4]。其中 TC4 凭借优良的高温力学性能和机械加工性能成为了制备消熔舵的理想材料^[5-6],但由于燃气舵所处的服役环境十分恶劣,需要在服役过程中经受高温(2000~3000 K)、超音速(2~4 Ma)燃流的冲刷^[7-8],因此需要在舵体表面制备性能优良的抗烧蚀涂层以避免其过早烧损失效。

氧化钇部分稳定氧化锆(YSZ)作为传统的热防护材料,具有高熔点(2750 ± 50 °C)、高硬度(12 ± 2 GPa)、低热导率(< 2 W/(m·K))等特点,同时 YSZ 与 TC4 具有良好的热匹配性^[9-12],因此具有成为消熔舵抗烧蚀涂层的潜力。但 YSZ 存在断裂韧性较低($1.13\sim 1.35$ MPa·m^{1/2})的缺点^[13-15],易在燃流的冲刷下剥落失效。研究表明^[16-17],向 ZrC、 Al_2O_3 等陶瓷材料中添加适量的 W、Au 等金属第二相,可有效提升其断裂韧性,从而提升涂层在超音速燃流冲刷下的抗烧蚀性能,但目前国内外关于通过添加第二相的方法提升 YSZ 抗烧蚀性能的报道甚少。文中拟在 TC4 基体表面制备 YSZ-W 复合涂层,并对其抗烧蚀性能进行考核,初步探究 YSZ-W 复合涂层在超音速燃流中的响应机制。

1 实验

1.1 粉末制备

以原始粒径为 1~3 μm 的 8YSZ(纯度为 99.9%,秦皇岛一诺高新材料有限公司)和原始粒径为 0.5~1 μm 的 W(纯度为 99.9%,秦皇岛一诺高新材料有限公司)粉末为原料,将两种粉末按照 8:2 的体积比混合后,加入去离子水和 PVA 粘结剂,在 JM-15L 型行星球磨机中球磨 3 h,获得混合均匀的浆料。然后对浆料进行喷雾干燥及真空烧结处理(1500 °C 保温 2 h),最后通过筛分得到粒径为 20~74 μm 的喷涂用 ZW2 复合粉末。

1.2 涂层制备

根据不同的测试目的,共选用了两种不同规格的 TC4 基体,具体尺寸如图 1 所示。本实验所涉及的涂层均采用美国 Praxair-TAFA 公司生产的 5500 型大气等离子喷涂设备制备,喷枪型号为 SG-100,喷枪移动控制系统为 ABB 公司的 IRB2400 型机械手,喷涂过程中选择 Ar 作为主气和载气,选择 He 作为辅气。具体工艺参数:喷涂电流为 850 A、主气流量为 40.1 L/min、辅气流量为 21.2 L/min、载气流量为 3.8 L/min、喷涂距离为 65 mm,送粉率为 3 r/min。

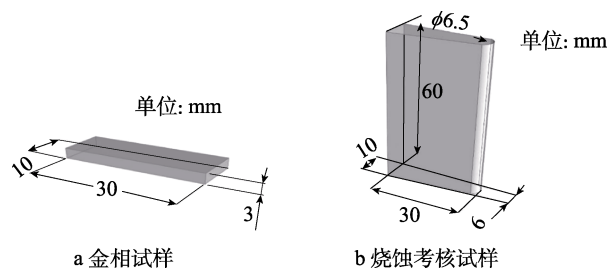


图 1 基体结构

Fig.1 Schematic diagram of TC4 matrix: a) metallographic sample; b) ablation test sample

1.3 涂层抗烧蚀性能考核

SCF 考核采用航天振邦公司生产的 ZB-2000 型 HVOF 设备来产生高温超音速火焰燃流,选择丙烷作为主要燃料,选择氧气和空气混合作为助燃剂。采用美国 Raytex Marathon MR1S 型双色红外测温仪对试样表面的温度进行标定。烧蚀试样选择如图 1b 所示的 TC4 样品,其中无涂层的烧蚀试样记为 TC4,表面制备有 ZW2 涂层的烧蚀试样记为 ZW2,涂层厚度为 500 μm 。SCF 考核过程中,需要控制的具体参数:丙烷流量为 70 NL/min、氧气流量为 240 NL/min、空气流量为 300 NL/min、烧蚀距离为 100 mm,烧蚀时间为 5 s。

1.4 粉末及涂层的性能表征

采用荷兰 PANalytical 公司生产的 X'Pert PRO MPD 型 XRD 多晶衍射分析仪表征粉末及涂层的物相

组成。使用日立 S4800 冷场发射扫描电镜及其配套的 EDS 对粉末和涂层的微观组织和成分进行观察分析,并用 Image Pro Plus 软件计算涂层的孔隙率。利用 Beckman Coulter 公司生产的激光粒度仪对 YSZ-W 真空烧结粉末的粒径分布进行表征。参照 GB/T 1482—2010^[18]和 GB/T 1479.1—2011^[19]的方法,采用钢铁研究总院生产的 FL4-1 型霍尔流量计分别对粉末的流动性和松装密度进行检测。

2 结果与讨论

2.1 粉末的物相组成、微观结构及性能

ZW2 造粒粉以及经过真空烧结工艺处理的烧结粉的 XRD 图谱见图 2。从图 2 中可以看出,ZW2 复合粉末的物相在烧结后保持稳定,没有其他杂质的形成,其中 YSZ 均由高温稳定的四方相(t)组成,而 W 则由立方相(c)组成。由于粉末在烧结过程中晶粒发生了一定程度的长大,部分晶界和缺陷消失,材料本身的结晶性有所提高。因此,经过真空烧结处理的 ZW2 粉末中,各衍射峰的半高宽相应减小,峰型变得更加尖锐。

ZW2 复合粉末烧结前后的表面及截面的 BSE 微观形貌如图 3 所示。其中图 3a—c 为未经真空烧结处理的喷雾造粒粉,团聚粉末中亮度较高的部分为 W 相。由图 3a 可知,ZW2 造粒粉基本呈球形,粒径集中于 10~90 μm 。由图 3b 可知,粉末中原始 W 颗

粒分布均匀,但由于原始颗粒间仅由 PVA 粘结,强度较低,浆料小液滴中水分的蒸发冲破了粘结剂的交联,导致了粉末结合较为疏松。图 3d—f 为经过真空烧结处理的 ZW2 复合粉末,可以看出,真空烧结后,粉末仍基本呈球形,但随着温度升高,晶界移动速率加大,粉末内部的原始颗粒尺寸发生了一定程度的长大,颗粒间能够观察到明显的烧结颈,形成了冶金结合,粉末整体更加致密。

表 1 为真空烧结前后 ZW2 复合粉末的平均粒径(D_{50})、松装密度以及流动性测试结果。结果表明,经过真空烧结处理后,复合粉末的 D_{50} 分别下降了 9.6%;松装密度提高了 62.3%;流动性则提高了

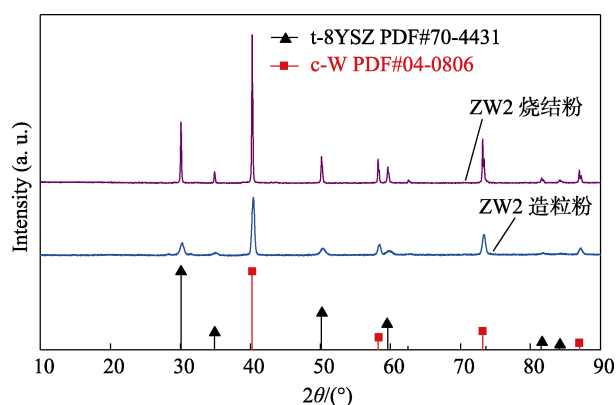


图 2 真空烧结前后 ZW2 复合粉末的 XRD 图谱
Fig.2 XRD patterns of the ZW2 composite powder before and after vacuum sintering

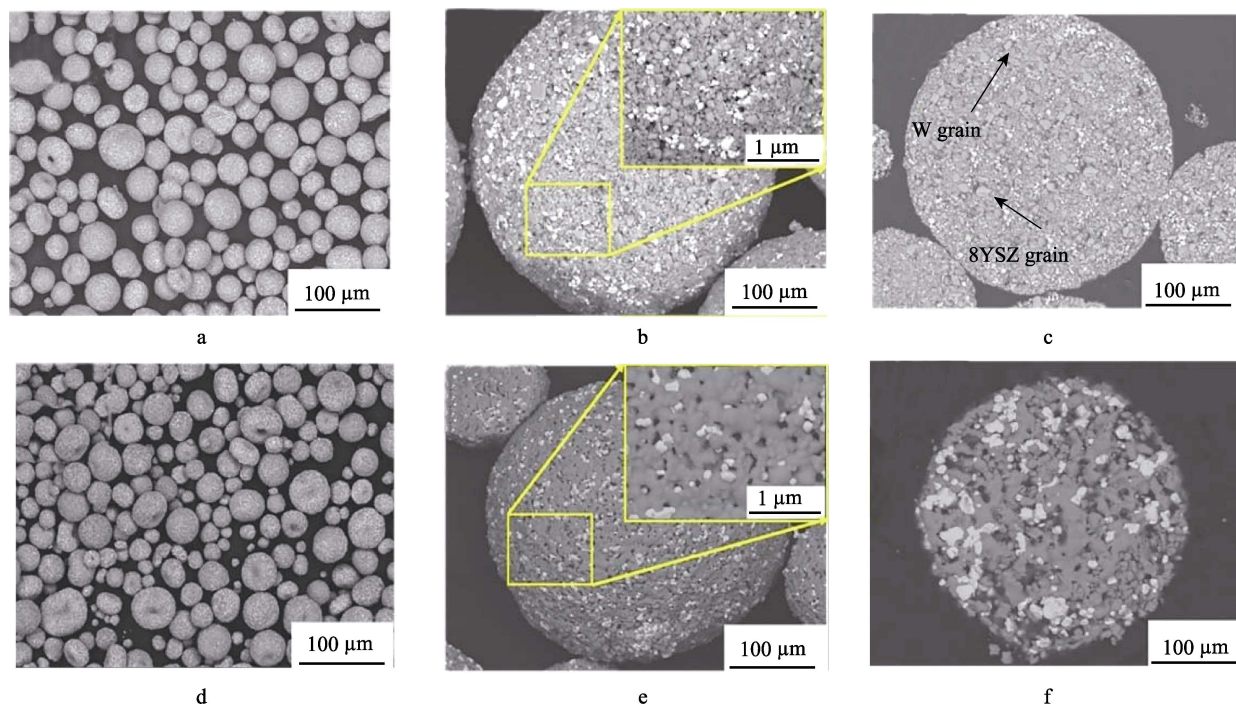


图 3 ZW2 团聚粉末真空烧结前后的 BSE 微观形貌

Fig.3 BSE images of the ZW2 agglomerated powders before and after vacuum sintering: a), b) surface of agglomerated powders; c) cross-sectional of agglomerated powders; d), e) surface of sintered powders; f) cross-sectional of sintered powders

表1 真空烧结前后 ZW2 复合粉末的性能

Tab.1 Properties of ZW2 composite powder before and after vacuum sintering

性能名称	真空烧结前	真空烧结后
$D_{50}/\mu\text{m}$	54.56 ± 3.42	49.32 ± 2.68
松装密度/($\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$)	1.62 ± 0.15	2.63 ± 0.08
流动性/($\text{s}\cdot 50^{-1}\cdot\text{g}^{-1}$)	42.75 ± 0.23	25.75 ± 0.58

39.8%。因此,相比于造粒粉,烧结粉具有更高的致密度和更优的流动性,更加适用于大气等离子喷涂工艺。

2.2 涂层物相组成与微观结构

利用 APS 制备的 ZW2 涂层的 XRD 图谱如图 4 所示,可以发现,ZW2 涂层的物相与粉末基本一致,但在喷涂过程中,由于外界的氧气会不可避免地卷入至等离子体射流中,造成少量 W 氧化生成 WO_3 ,因此,在涂层的 XRD 图谱中出现了微弱的 WO_3 衍射峰。ZW2 涂层表面及截面的 BSE 微观形貌如图 5 所示。由图 5a 可知,喷涂颗粒发生了充分的铺展变形,熔化状态良好。由图 5b 可知,ZW2 涂层的厚度为 $300\mu\text{m}$,与 TC4 基体界面结合良好,复合涂层中 W 相分布均匀。由于变形颗粒之间的搭接,涂层内部均存在少量弥散分布的孔隙。经计算,涂层的孔隙率为 $9.5\%\pm 0.8\%$ 。

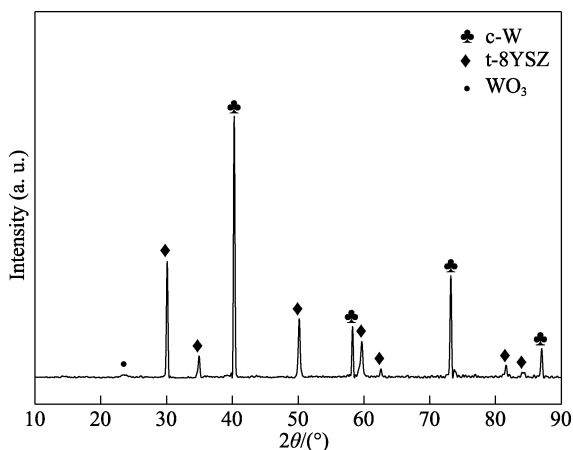
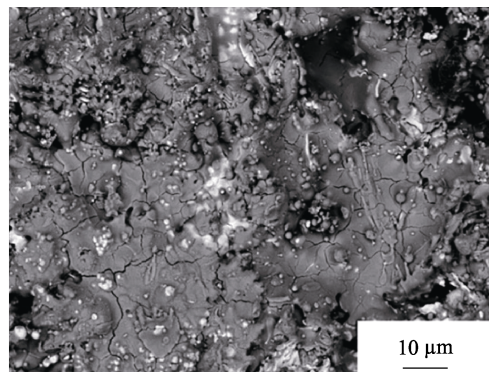


图4 ZW2 涂层的 XRD 图谱
Fig.4 XRD pattern of the ZW2 coating

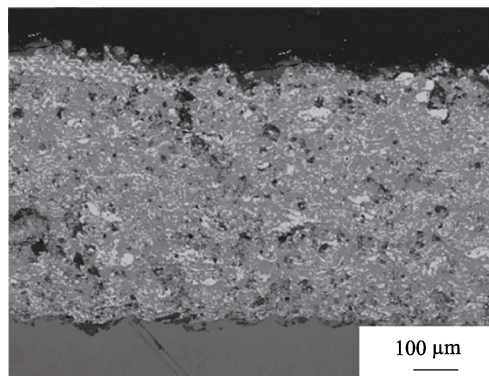
2.3 涂层的抗烧蚀性能

两种试样烧蚀前后的宏观形貌如图 6 所示。由图 6a、b 可知,TC4 试样经高温超音速燃流冲刷 5 s 后,发生了严重的烧损,烧蚀中心 A 区域形成了宽 6 mm、深 1.2 mm 的弧形烧蚀缺口,缺口下方 C 处可以观察到大量的熔融重凝物,烧蚀边缘 B 处则由于温度的差异形成了三种不同颜色的氧化皮^[20]。由图 6c、d 可知,ZW2 试样烧蚀中心 A 处涂层表面由灰黑色变为白色,

烧蚀边缘 B 处则形成少量粉末状物质,但在燃流的冲刷下,ZW2 试样仍保持形状完整,涂层表面无肉眼可见的烧损和裂纹等缺陷。由此可见,ZW2 涂层为 TC4 基体提供了有效的保护。



a 表面



b 截面

图5 ZW2 涂层表面及截面 BSE 微观形貌

Fig.5 Surface and cross-sectional BSE images of ZW2 coating: a) surface morphology; b) cross-section morphology

烧蚀过程中试样表面的温升曲线如图 7 所示,在高温超音速燃流的冲刷下,两种试样表面温度均迅速上升。当烧蚀时间为 0.4 s 时,ZW2 试样表面温度达到 $1101\text{ }^{\circ}\text{C}$,红外测温仪开始显示温度,烧蚀 5 s 后,其表面最高温度达到了 $1742\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。TC4 试样凭借着表面氧化放出的热量,当烧蚀时间为 0.38 s 时,表面温度即达到了 $1188\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。随着烧蚀的进行,TC4 试样的烧蚀中心处开始融化,从而吸收了大量的热量,因此 TC4 表面的最高温度为 $1698\text{ }^{\circ}\text{C}$,略低于 ZW2。

ZW2 试样烧蚀边缘及烧蚀中心表面的 XRD 图谱见图 8。由图 8 可知,在烧蚀边缘处,ZW2 涂层发生了剧烈的反应,其中 W 被空气中的 O_2 、 CO_2 等剧烈氧化,氧化产物又与 YSZ 反应,生成了 $\text{Zr}(\text{WO}_4)_2$ 和 $\text{Y}_2(\text{WO}_4)_3$,破坏了 YSZ 的稳定结构,部分 t-ZrO_2 在冷却过程中发生相变,形成了单斜相 m-ZrO_2 。因此烧蚀边缘涂层表面主要由 WO_3 、 m-ZrO_2 、残留的 c-W 和 t-YSZ 以及少量的 c 相 $\text{Zr}(\text{WO}_4)_2$ 和 $\text{Y}_2(\text{WO}_4)_3$ 所组成,具体反应方程式为:

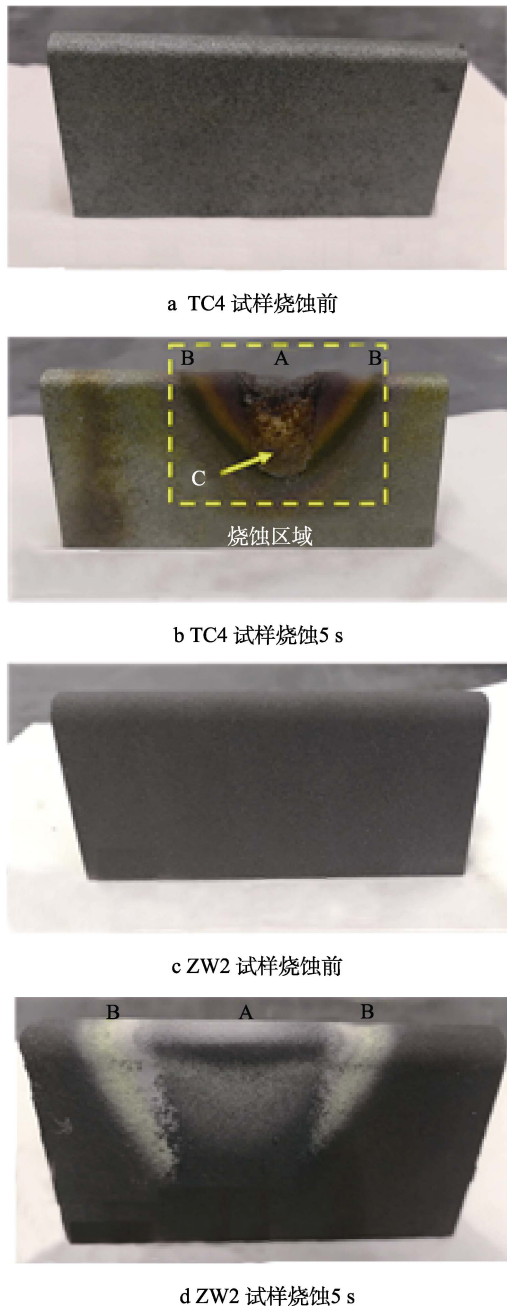
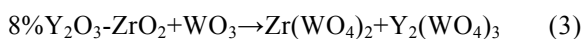


图 6 试样烧蚀前后的宏观形貌

Fig.6 Macro structure of the samples before and after ablation: a) TC4 sample before ablation; b) TC4 sample after ablation for 5 s; c) ZW2 sample before ablation; d) ZW2 sample after ablation for 5 s



由于烧蚀中心处 ZW2 试样表面温度达到了 1742 °C, 表层的 WO_3 迅速熔融, 并剧烈挥发, 因此烧蚀中心处的 WO_3 衍射峰强度大幅度下降, $\text{Y}_2(\text{WO}_4)_3$ 和 $\text{Zr}(\text{WO}_4)_2$ 衍射峰消失, 大部分 ZrO_2 仍以高温稳定的四方相存在。

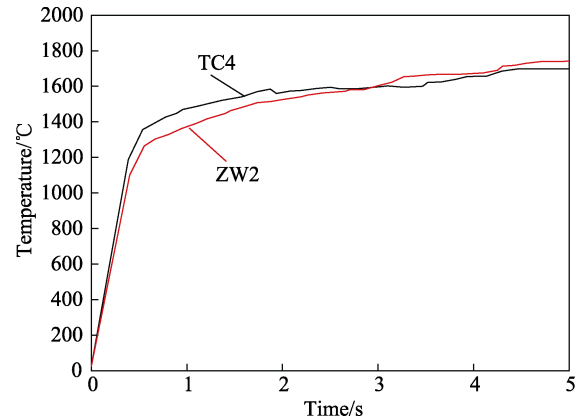


图 7 烧蚀试样表面温度曲线

Fig.7 Surface temperature curves of the ablation samples

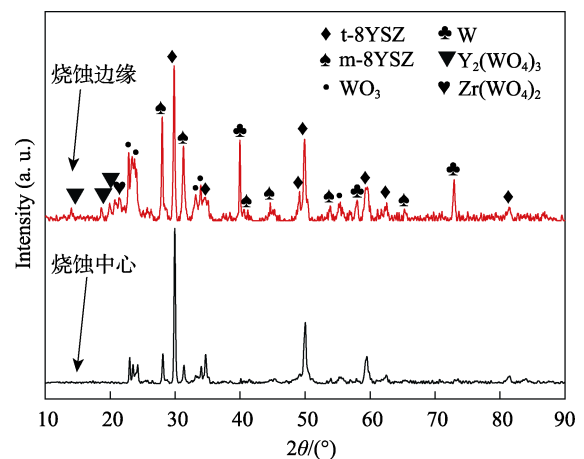


图 8 烧蚀后 ZW2 试样表面 XRD 图谱

Fig.8 XRD pattern of the ZW2 sample after ablation

ZW2 试样烧蚀表面及烧蚀边缘的截面 BSE 微观形貌如图 9 所示。从图 9a 可以看出, 经过超音速燃流冲刷 5 s 后, 烧蚀中心处的 ZW2 涂层整体结构保持完整, 无贯穿性裂纹, 表面形成了一种疏松的顶层。如图 9b 所示, 疏松顶层与 ZW2 层之间无明显的界面, 厚度约为 30 μm 。结合图 9e 可以发现, O_2 的渗入导致 ZW2 涂层中的 W 被氧化为 WO_3 , 由于 WO_3 的熔点仅为 1473 °C, 因此烧蚀中心处的 WO_3 在高温燃流的作用下熔化, 并迅速挥发, 从而形成了由 YSZ 和少量未挥发 WO_3 组成的顶层。其中表层低熔点 WO_3 的挥发可以起到“发汗冷却”的作用^[21], 进一步降低涂层表面的温度; 而 WO_3 挥发留下的空位以及内部熔融的 WO_3 则可以有效缓解烧蚀过程中涂层内部的热应力, 进而避免了涂层整体发生剥落失效。如图 9b 所示, 烧蚀边缘处 ZW2 表面同样形成了 YSZ- WO_3 顶层, 但由于烧蚀边缘处的 t- ZrO_2 在冷却过程中发生了相变, 相变伴随着 4%~6% 的体积膨胀^[8], 导致了顶层局部区域发生剥落。因此, 相比于烧蚀中心, 烧蚀边缘处的 YSZ- WO_3 顶层更加疏松。

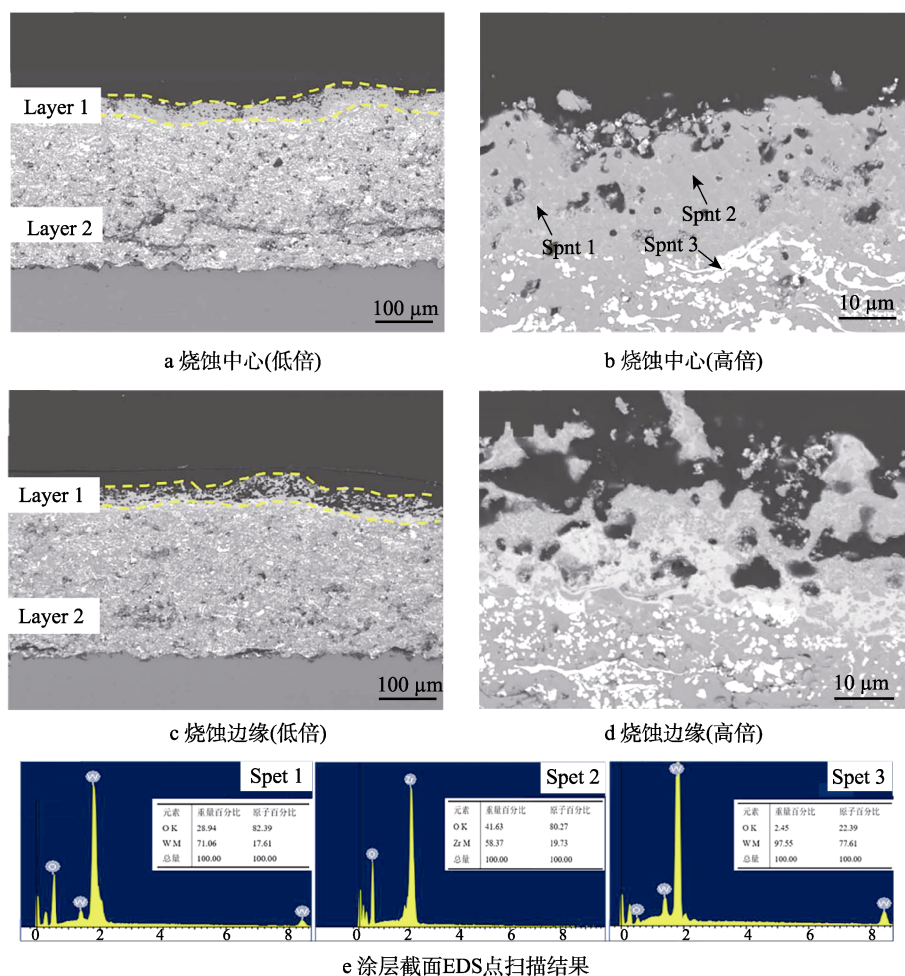


图9 烧蚀后 ZW2 试样截面 BSE 微观形貌

Fig.9 Cross-sectional BSE images of ZW2 sample after ablation: a) central area $\times 100$; b) central area $\times 1000$; c) rim area $\times 100$; d) rim area $\times 1000$; e) cross-sectional EDS results of ZW2 coating

3 结论

1) 采用喷雾干燥工艺制备的 ZW2 团聚粉末成分分布均匀, 具有良好的球形度及流动性。经过 1500 °C 保温 2 h 的真空烧结处理后, ZW2 复合粉末物相保持稳定, 粉末的松装密度提高了 62.3%, 流动性则提高了 39.8%, 原始颗粒间从 PVA 交联转变为冶金结合, 更加满足等离子喷涂工艺对粉末的性能要求。

2) 采用 APS 技术制备的 ZW2 涂层物相稳定, 致密均匀, 喷涂粉末的熔化状态良好, 涂层的孔隙率为 9.5% $\pm$ 0.8%。

3) 在 TC4 表面制备 ZW2 涂层有效地提高了其抗烧蚀性能, 经 SCF 考核 5 s, 烧蚀中心表面温度达到 1742 °C, ZW2 涂层表面形成了厚度约为 30 μm 的 YSZ-WO₃ 疏松顶层。低熔点 WO₃ 的产生和挥发在缓解涂层内部热应力的同时, 还起到了“发汗冷却”的作用, 从而避免了涂层整体发生剥落失效。

4) 烧蚀结束后, t-ZrO₂ 的相变导致了烧蚀边缘处的 YSZ-WO₃ 顶层发生了局部剥落。

参考文献:

- [1] 张巨成. 燃气舵非定常流动的建模与数值分析[D]. 南京: 南京理工大学, 2005.
ZHANG J C. Modeling and numerical analysis of unsteady flow of gas rudder[D]. Nanjing: Nanjing University of Science and Technology, 2005.
- [2] 薛凯, 刘鹏飞. 超声速导弹燃气舵系统设计研究[J]. 战术导弹技术, 2008(6): 65-68.
XUE K, LIU P F. Investigation into the jet vane system of supersonic missile[J]. Tactical missile technology, 2008(6): 65-68.
- [3] 李起培. 固体战术导弹燃气舵新材料研究[J]. 宇航材料工艺, 1992(4): 73-73.
LI Q P. Study on new materials for gas rudder of solid tactical missile[J]. Aerospace materials & technology, 1992(4): 73-73.
- [4] 曹奔, 黄贞益, 牛亚然, 等. 燃气舵表面 ZrO₂ 涂层热-结构耦合分析[J]. 火箭与制导学报, 2016, 36(2): 147-150.
CAO B, HUANG Z Y, NIU Y R, et al. Coupled thermal and structural analysis of gas vane with plasma-sprayed ZrO₂ coating[J]. Journal of projectiles, rocket, missiles

- and guidance, 2016, 36(2): 147-150.
- [5] PETERS M, KUMPFERT J, WARD C H, et al. Titanium alloys for aerospace applications[J]. *Advanced engineering materials*, 2003, 5(6): 419-427.
- [6] 赵永庆, 奚正平, 曲恒磊. 我国航空用钛合金材料研究现状[J]. *航空材料学报*, 2003, 23(z1): 215-219.
ZHAO Y Q, XI Z P, QU H L. Current situation of titanium alloy materials used for national aviation[J]. *Journal of aeronautical materials*, 2003, 23(z1): 215-219.
- [7] PEREIRA N H C, BORGES J E. Study of the nozzle flow in a cross-flow turbine[J]. *International journal of mechanical sciences*, 1996, 38(3): 283-302.
- [8] ALLAN R W. Experimental study of shock wave interference heating on a cylindrical leading edge[R]. NASA TM-2100484, 1987.
- [9] 徐惠彬, 宫声凯, 刘福顺. 航空发动机热障涂层材料体系研究[J]. *航空学报*, 2000, 21(1): 7-12.
XU H B, GONG S K, LIU F S. Recent development in materials design of thermal barrier coatings for gas turbine[J]. *Acta aeronautica ET astronautica sinica*. 2000, 21(1): 7-12.
- [10] CAO X Q, VASSEN R, STOEVEER D. Ceramic materials for thermal barrier coatings[J]. *Journal of the European Ceramic Society*, 2004, 24(1): 1-10.
- [11] JIN L, LI P Z, ZHOU H B, et al. Improving thermal insulation of TC4 using YSZ-based coating and SiO₂ aerogel[J]. *Progress in natural science: Materials international*, 2015, 25(2): 141-146.
- [12] 房永强, 杨军红, 郑晓斐. 温度对 TC4 钛合金的组织性能的影响[J]. *有色设备*, 2018, 184(5): 28-31.
FANG Y Q, YANG H J, ZHENG X F. Effect of temperature on the microstructure and properties of TC4 titanium alloy[J]. *Nonferrous metallurgical equipment*, 2018, 184(5): 28-31.
- [13] 马榕彬, 程旭东, 邹隼, 等. SiC 纤维/YSZ 复合热障涂层韧性及热震性能研究[J]. *无机材料学报*, 2016, 31(2): 190-194.
MA R B, CHENG X D, ZOU J, et al. Toughness and thermal shock of sic fiber/yttria-stabilized-zirconia composite thick thermal barrier coatings[J]. *Journal of inorganic materials*, 2016, 31(2): 190-194.
- [14] WANG X, WANG C J, ALAN A. Interface fracture toughness in thermal barrier coatings by cross-sectional indentation[J]. *Acta materialia*, 2012, 60(17): 6152-6163.
- [15] SCHWINGEL D, TAYLOR R, HAUBOLD T, et al. Mechanical and thermophysical properties of thick PYSZ thermal barrier coatings: correlation with microstructure and spraying parameters[J]. *Surface and coatings technology*, 1998, 108-109: 99-106.
- [16] LU D, NIU Y R, GE X L, et al. Fabrication and ablation behavior of plasma sprayed ZrC-W composite coatings[J]. *Key engineering materials*, 2014, 602-603: 552-555.
- [17] MA X, HE Y, WANG D. Preparation and high-temperature properties of Au nano-particles doped α -Al₂O₃ composite coating on TiAl-based alloy[J]. *Applied surface science*, 2011, 257(23): 10273-10281.
- [18] GB/T 1482—2010, 金属粉末流动性的测定-标准漏斗法(霍尔流速计)[S].
GB/T 1482—2010, Metallic powders-determination of flow time by means of a calibrated funnel (Hall flow-meter)[S].
- [19] GB/T 1479.1—2011, 金属粉末松装密度的测定-第1部分:漏斗法[S].
GB/T 1479.1—2011, Metallic powders-determination of apparent density-Part 1: Funnel method[S].
- [20] 曾尚武, 江海涛, 赵爱民. TC4 钛合金高温氧化行为[J]. *稀有金属材料与工程*, 2015, 44 (11): 2812-2816.
ZENG S W, JIANG H T, ZHAO A M. High temperature oxidation behavior of TC4 alloy [J]. *Rare metal materials and engineering*, 2015, 44(11): 2812-2816.
- [21] 吉洪亮, 张长瑞, 曹英斌. 发汗冷却材料研究进展[J]. *材料导报*, 2008, 22(1): 1-3.
JI H L, ZHANG C R, CAO Y B. Research development of transpiration cooling materials[J]. *Materials review*, 2008, 22(1): 1-3.