

超温对 DD6 单晶高温合金组织及高周疲劳性能影响

谢洪吉, 李嘉荣, 韩梅, 喻健, 杨亮, 岳晓岱

(北京航空材料研究院 先进高温结构材料重点实验室, 北京 100095)

摘要: 为了研究超温对 DD6 单晶高温合金组织及高周疲劳性能的影响, 对标准热处理的 DD6 合金进行 1200 °C/1 h、1200 °C/50 MPa/1 h 2 种条件高温短时热处理以模拟超温过程。采用 SEM 观察标准热处理、1200 °C/1 h、1200 °C/50 MPa/1 h 条件下的合金组织, 在旋转弯曲疲劳试验机上测试了上述 3 种条件合金的高周疲劳性能。结果表明: 1200 °C/1 h 的超温使 DD6 合金的 γ' 相尺寸稍微增大, 立方化及均匀化程度明显降低, 基体通道区域析出少量细小二次 γ' 相, γ/γ' 相界面出现锯齿化现象; 1200 °C/50 MPa/1 h 的超温使 DD6 合金 γ' 相尺寸增大, 立方化及均化化程度明显降低, 基体通道显著变宽, 基体通道区域析出大量细小二次 γ' 相, γ' 相产生了轻微的定向粗化; 1200 °C/1 h 的超温使合金高周疲劳性能降低, 1200 °C/50 MPa/1 h 的超温的合金高周疲劳性能与标准热处理合金的相当, 合金 800 °C 条件下的疲劳断口呈类解离断裂特征。

关键词: 单晶高温合金; DD6; 超温; 显微组织; 高周疲劳性能

中图法分类号: TG132.3⁺²

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2018)08-2483-06

单晶高温合金已被广泛应用于先进航空发动机和工业燃气轮机涡轮叶片的制造, 由于发动机工作条件非常恶劣, 其失效概率高, 危害性大。据统计, 航空发动机发生的各类断裂失效事件中, 由涡轮叶片断裂导致的失效高达 80%, 除因外物撞击造成的涡轮叶片瞬时过载断裂外, 大多数是各种原因引起的不同类型的疲劳断裂失效^[1]。在发动机正常运行期间, 涡轮叶片经受高温、高应力的综合作用, 显微组织会发生缓慢的变化, 该变化一般不会严重损伤材料的性能, 是允许存在的现象。然而, 当涡轮叶片在非正常工况条件下使用及试验时超过合金规定的使用温度(超温), 则可能严重损害涡轮叶片的组织, 降低合金性能, 进而有可能导致发动机涡轮叶片过早失效, 产生非常严重的后果。国内外对发动机涡轮叶片过早失效的原因进行了系统分析, 认为超温是失效原因之一^[2,3]。

目前, 国内航空发动机超温现象时有发生, 严重影响了单晶高温合金的使用。DD6 作为我国自主研制的低成本二代单晶高温合金具有高温强度高、组织稳定、综合性能优良、铸造工艺性能好的优点^[4], 已应用于我国多种先进航空发动机涡轮工作叶片及导向叶片。为使 DD6 单晶高温合金得到更好的应用, 应开展超温对 DD6 单晶高温合金组织及性能的影响研究。国内外研究超温对单晶高温合金性能影响的公开文献非

常少, 鲜见超温对疲劳性能影响的研究报道。本工作通过高温短时热处理试验模拟 DD6 单晶高温合金的超温状态, 观察超温前后合金显微组织的变化规律, 研究超温对合金高周疲劳性能的影响, 为 DD6 单晶高温合金的广泛应用提供技术支持。

1 实验

选用 DD6 单晶高温合金进行试验研究, 它是我国自主研制的第 2 代单晶高温合金。DD6 单晶高温合金的化学成分如表 1^[5]所示。

DD6 单晶高温合金试棒采用螺旋选晶法在高梯度真空定向凝固炉(HRS)中浇注, 试棒长 170 mm, 直径 15 mm。采用 X 射线法测定单晶高温合金试棒晶体取向, 选取[001]取向偏离主应力轴 8°以内的单晶试棒, DD6 合金标准热处理制度为^[5]:

固溶热处理: 1290 °C/1 h+1300 °C/2 h+1315 °C/4 h → 空冷(AC);

时效热处理: 1120 °C/4 h → AC; 870 °C/32 h → AC。

表 1 DD6 合金化学成分

Table 1 Nominal composition of DD6 alloy (ω/%)

C	Cr	Co	Mo	W	Ta	Re	Nb	Al	Hf	Ni
0.006	4.3	9.0	2.0	8.0	7.5	2.0	0.5	5.6	0.1	Bal.

收稿日期: 2017-08-18

作者简介: 谢洪吉, 男, 1984 年生, 博士生, 北京航空材料研究院先进高温结构材料重点实验室, 北京 100095, 电话: 010-62498309, E-mail: xhj911@126.com

为研究超温对 DD6 合金组织及高周疲劳性能的影响, 对标准热处理的 DD6 单晶高温合金试棒进行高温短时热处理, 具体方案见表 2, 其中, B 工艺仅考虑了温度对合金组织影响, C 工艺同时考虑了温度和应力对合金组织的影响, 该过程更接近航空发动机涡轮叶片的实际服役过程。为了实现 C 工艺, 把 DD6 单晶高温合金试棒机械加工成非标准持久性能试样, 在持久性能试验机上进行 1200 °C/50 MPa 条件的测试, 保载 1 h 后空冷。

将 DD6 单晶高温合金试棒机械加工成光滑 ($K_t \approx 1$) 旋转弯曲疲劳试样 (工作部位直径 4 mm、圆锥形), 测试 DD6 合金高周疲劳性能。实验采用旋转弯曲加载, 温度 800 °C, 应力比 $R = \sigma_{\min}/\sigma_{\max} = -1$, 转速 5000 r/min, 实验环境为大气环境。采用 BCPCAS4800 型冷场发射扫描电镜 (FESEM) 观察了超温前后 DD6 合金显微组织, 采 LEO 1450 型扫描电镜观察了疲劳断口附近组织面貌。

2 结果与分析

2.1 疲劳试验前组织

图 1 为 DD6 合金不同热处理工艺后的显微组织。合金在 A 工艺 (标准热处理) 处理后, γ' 相的立方化程度高, 尺寸均匀, 基体通道中无细小二次 γ' 相析出, 如图 1a 所示。相对 A 工艺, 合金在 B 工艺超温处理后, γ' 相尺寸稍微增加, 立方化及均匀化程度明显降低, 基体通道宽度略有增加, 部分基体通道区域析出了少量的细小二次 γ' 相, γ/γ' 相界面出现锯齿化

现象, 如图 1b 所示。Miyazaki 等^[6]指出 γ' 相各向异性的弹性应变能以及界面能使得 γ' 相析出长大具有方向性, 时效过程中沿着 (011) 面析出长大较快, 造成 γ/γ' 相界面易出现锯齿化现象。相对 A 工艺, 合金在 C 工艺超温处理后, γ' 相尺寸增大, 立方化及均匀化程度明显降低, 基体通道宽度显著增加, 全部基体通道区域析出了大量细小的二次 γ' 相; 同时, 由于受到温度和应力的共同作用, γ' 相还发生了轻微的定向粗化现象, 如图 1c 所示。研究表明^[7], DD6 合金在 1200 °C 保温处理时, 温度低于 γ' 相的全部回溶温度, 此时, 保温过程中存在 2 个过程, 一个过程为 γ' 相长大过程, 另一个过程为 γ' 相回溶过程, γ' 相回溶会直接导致基体通道宽度增加。

相比 B 工艺, C 工艺超温处理后合金基体通道显著变宽, 二次 γ' 相数量大大增加。二次 γ' 相的析出机理已经在文献[8,9]中指出: 合金在较高温度时效过程中, γ' 相形成元素扩散进入基体通道中, 快速冷却时来不及依附到一次 γ' 相上而在原位形核并长大形成二次 γ' 相, 因此, B、C 2 种工艺超温处理后合金都会产生细小的二次 γ' 相。B、C 2 种工艺的主要差别为 C 工艺存在应力作用, 这与 DD6 合金高温蠕变过程组织变化类似。研究表明^[10], DD6 合金无应力时效过程 (B 工艺) 和应力时效过程 (C 工艺) 中 γ' 相粗化实际都是 γ' 相形成元素 (Ta、Al) 的扩散过程, 两者的区别是元素扩散的驱动力不同; 在无应力时效过程中, 界面能降低是元素扩散的驱动力; 在应力时效过程中, 错配应力和弹性应变能降低是元素扩散的驱动力。相对来说, 应力时效过程元素扩散驱动力更大, 会加速 γ' 相形成元素的扩散; 同时, 显著变宽的基体通道内含有更多的 γ' 相形成元素, 因此, 相同温度、时间内, 应力时效过程 (C 工艺) 中基体通道内的 γ' 相形成元素更多, 在快速冷却时就会析出更多的二次 γ' 相。

表 2 模拟超温的方案

Table 2 Scheme of simulated over-temperature

Heat treatment code	Heat treatment procedure
A	Standard heat treatment
B	Standard heat treatment+1200 °C/1 h, AC
C	Standard heat treatment+1200 °C/50 MPa/1 h, AC

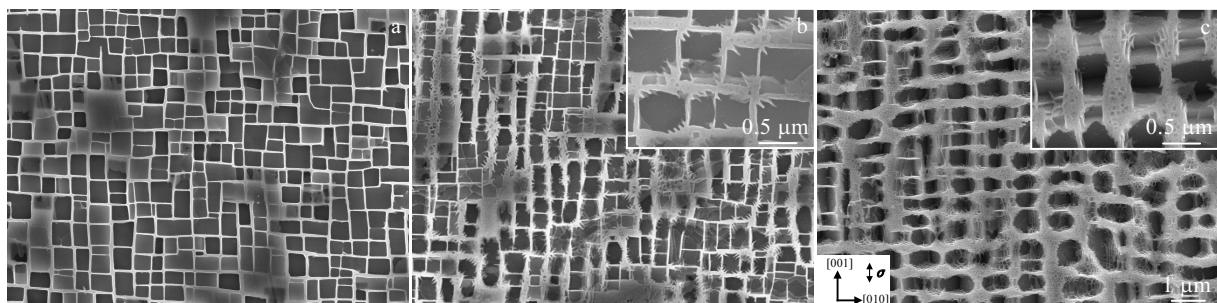


图 1 DD6 合金不同热处理工艺后的显微组织

Fig.1 Microstructures of DD6 alloy after different heat treatment procedure: (a) A procedure, (b) B procedure, and (c) C procedure

2.2 高周疲劳性能

DD6 合金不同热处理工艺后在 800 °C 条件下的应力-寿命关系即 S-N 曲线如图 2 所示。由图 2 可知, 随着应力幅的升高, 不同热处理工艺的 DD6 合金试样的高周疲劳寿命均呈现降低的趋势。相同温度和应力水平下, B 工艺超温处理的合金高周疲劳性能低于标准热处理的合金高周疲劳性能; C 工艺超温处理的合金高周疲劳性能与标准热处理合金的高周疲劳性能相当, 即 C 工艺超温处理没有降低合金的高周疲劳寿命。疲劳极限定义为循环周次为 10^7 时试样未发生断裂的循环应力, 结果表明, A、B、C 3 种工艺的 DD6 合金试样疲劳极限分别为 421.5、399.1 和 421.0 MPa, 说明 B 工艺超温处理使 DD6 合金的疲劳极限降低, 降幅约为 5.2%, C 工艺超温处理没有降低 DD6 合金疲劳极限。

由于三参数幂函数法^[11]同时考虑了材料中寿命区 ($10^4 \sim 10^6$ 循环) 和长寿命区 (10^6 以上循环) 的疲劳性能, 因此本研究的应力-寿命曲线通过三参数幂函数方程(1)进行拟合:

$$\log N = C - m \log(S - S_f) \quad (1)$$

式中, m 、 C 是与材料、应力比、加载方式等有关的参数, N 是疲劳试样发生断裂时的循环周次, S_f 是材料的疲劳极限。

由此, 根据试验数据拟合得到的不同热处理工艺的 DD6 合金的应力-寿命曲线方程如表 3 所示。

2.3 断口形貌

分析 DD6 合金不同热处理工艺后的疲劳试验断口形貌可知, A、B、C 3 种热处理工艺的疲劳断口宏观特征基本一致, 主要由 3 个不同区域组成, 即疲劳源区、裂纹扩展区和瞬断区, 这与多数高温合金的旋转弯曲高周疲劳断口形貌相似^[12-14], 另外, 断口附近没有明显的缩颈。以 A 热处理工艺疲劳断口形貌为例,

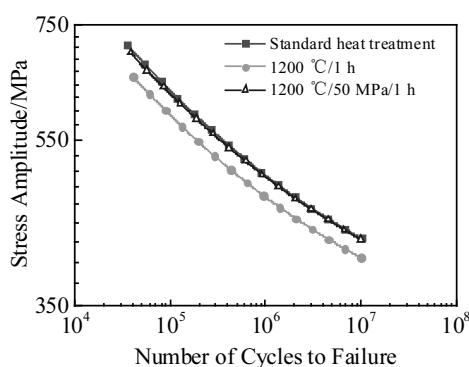


图 2 DD6 合金不同热处理工艺后 800 °C 的 S-N 曲线

Fig.2 Cycles to failure of DD6 alloy at 800 °C as a function of stress amplitude for different heat treatment procedure

表 3 DD6 合金不同热处理工艺后 S-N 曲线方程

Table 3 Equation of S-N function of DD6 alloy after different heat treatment

Heat treatment code	Equation
A	$\log N = 16.618 - 4.6196 \log(S - 300.6)$
B	$\log N = 16.381 - 4.6023 \log(S - 290.4)$
C	$\log N = 16.998 - 4.7709 \log(S - 295.0)$

疲劳源区主要特征如下: 一是疲劳源区平整、光滑, 如图 3a 所示 (白色箭头指示位置), 这主要是由于疲劳源区裂纹扩展速率缓慢, 在加载过程中裂纹反复展开闭合, 引起匹配断口表面的摩擦造成的; 二是疲劳源个数一般为 1 个到 2 个, 低应力幅时只有 1 个疲劳源, 高应力幅时 2 个疲劳源, 如图 3a、图 3b 所示; 三是疲劳源基本萌生于试样表面或亚表面的疏松或缩孔处, 如图 4 所示。具体原因如下: 首先, 合金表面循环滑移的约束少; 其次, 合金表面或亚表面的疏松或缩孔容易产生应力集中; 最后, 实验用的旋转弯曲加载方式使表面承受最大的应力作用。上述原因最终导致疲劳源在试样表面或亚表面萌生。

疲劳源裂纹萌生后, 进入裂纹扩展区。此时, 疲劳裂纹沿某一特定平面扩展, 断口一般由一个平面或多个平面组成, 这主要由于滑移系的开动数量不同造成的。如图 5 所示, 裂纹扩展平面为 {111} 密排面, 而非垂直于应力轴方向的平面, 裂纹扩展平面与〈001〉取向夹角约为 50°。上述特征表明 DD6 合金在 800 °C

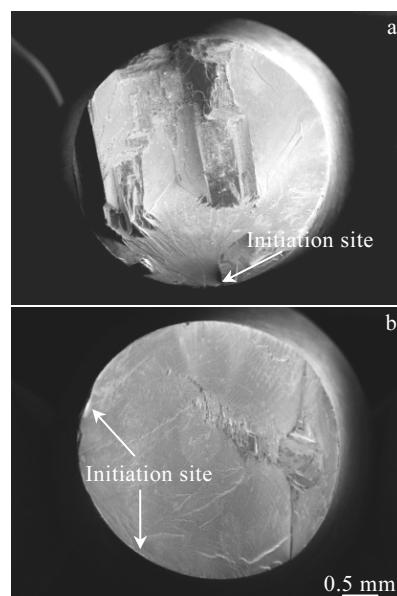


图 3 DD6 合金 A 热处理工艺后疲劳断口形貌

Fig.3 Fracture surfaces of DD6 alloy after A heat treatment procedure: (a) $\sigma_a=440$ MPa, $N_f=1.93 \times 10^6$ and (b) $\sigma_a=700$ MPa, $N_f=3.62 \times 10^5$

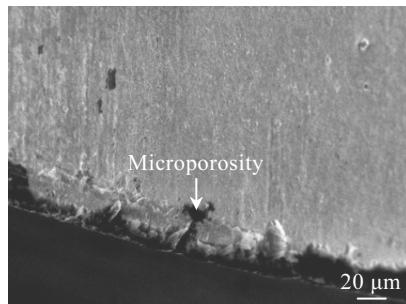


图 4 疲劳源萌生于试样表面的显微疏松

Fig.4 Crack initiation at microporosity of surface

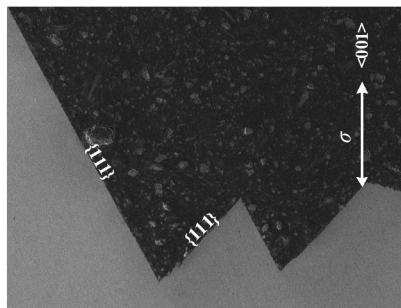


图 5 平行于应力轴的断口形貌

Fig.5 Cross-section morphology of a failed specimen

条件下旋转弯曲高周疲劳断裂为类解离断裂，并可确定合金失效模型为八面体滑移，滑移系为 $\{111\}\langle110\rangle$ ，这与文献中的结论一致^[15-17]。

疲劳断口上可清晰地观察到河流花样，这是疲劳裂纹稳定扩展的第 I 阶段，河流花样从支流汇合成主流，河流的流向与裂纹扩展方向一致，因此，逆流而上就能找到疲劳源。疲劳条带是疲劳裂纹稳定扩展第 II 阶段的典型微观形貌特征，是判断疲劳断裂的基本依据，条带相互平行并且方向与局部裂纹扩展方向垂直，疲劳条带间距增加方向即为裂纹扩展方向，同时裂纹扩展速率增加。由于疲劳断口的河流花样和疲劳条带都能表征裂纹扩展方向，因此综合考虑二者可以更准确地判定疲劳源位置和裂纹扩展方向，如图 6 所示。

裂纹扩展最后阶段出现了明显的类似解理台阶的结构，这些台阶结构是 2 个不同高度的滑移面相交形成的；随着台阶结构宽度增大，裂纹扩展速率增加，由此根据台阶宽度变化也可判断疲劳裂纹扩展方向（CPD），即图 7 中白色箭头方向。

2.4 疲劳试验后组织

为了研究 DD6 合金旋转弯曲高周疲劳断裂后的显微组织，在断口附近沿试样纵向方向剖切制备金相

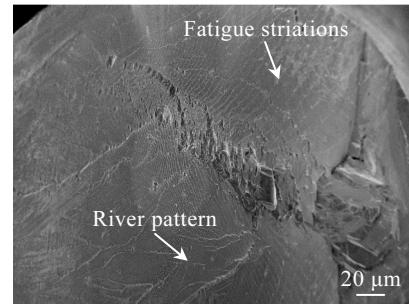


图 6 疲劳断口的河流花样及疲劳条带

Fig.6 River pattern and fatigue striations on fracture surfaces

($\sigma_a=700$ MPa, $N_f=3.62 \times 10^5$)

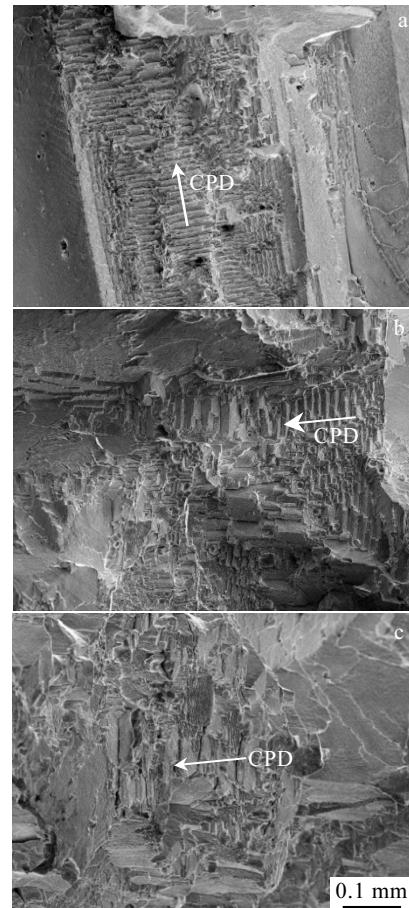


图 7 疲劳断口的台阶结构

Fig.7 Step-like feature on fracture surface: (a) A procedure, $\sigma_a=440$ MPa, $N_f=1.93 \times 10^6$; (b) B procedure, $\sigma_a=460$ MPa, $N_f=9.07 \times 10^5$; (c) C procedure, $\sigma_a=500$ MPa, $N_f=9.29 \times 10^5$

试样，进行扫描电镜分析（SEM），观察不同热处理工艺后 DD6 合金的疲劳断口组织，如图 8 所示。

分别对比分析不同热处理工艺的疲劳试验前后 DD6 合金的显微组织可知，A、B 工艺 DD6 合金疲劳

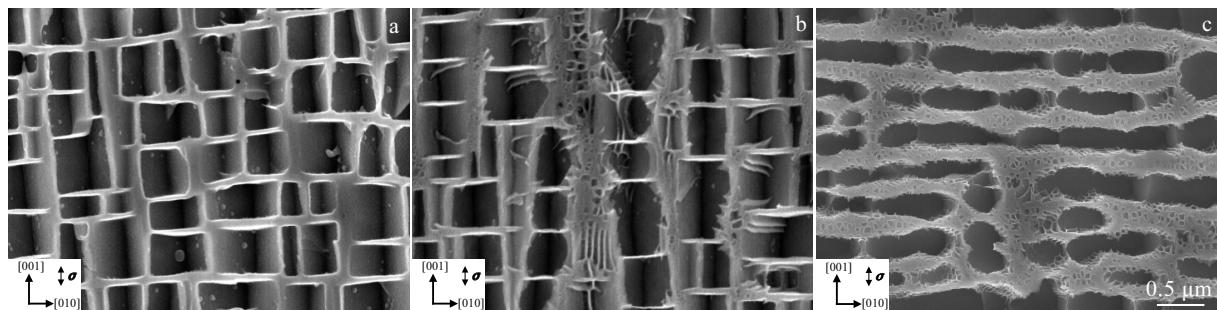


图 8 疲劳断口附近纵向剖面的显微组织

Fig.8 Microstructures of longitudinal sections near the fracture surface of fatigue-ruptured specimens: (a) A procedure, $\sigma_a=540$ MPa, $N_f=6.97\times 10^5$; (b) B procedure, $\sigma_a=540$ MPa, $N_f=2.33\times 10^5$; (c) C procedure, $\sigma_a=540$ MPa, $N_f=4.88\times 10^5$

断口附近的 γ' 相形态几乎没有明显变化, 基体通道宽度也没有明显改变; C 工艺的 DD6 合金疲劳断口附近的 γ' 相沿与主应力轴垂直方向的[100]和[010]方向生长并粗化, 形成片层状筏排结构。

在疲劳试验过程中, 组织的演变在合金疲劳性能中扮演者重要的角色, γ' 相作为单晶高温合金最主要的强化相, 其形态和尺寸将强烈的影响合金疲劳性能。B 工艺超温处理后, DD6 合金的 γ' 相形态发生了显著的变化, 几乎全部的 γ/γ' 相界面出现锯齿状界面, 使得 γ/γ' 界面处于半共格状态, 而在非共格界面上容易产生位错源^[18], 进而为微裂纹的萌生提供有利位置, 对合金性能产生不利影响, 降低合金的疲劳性能。C 工艺超温处理后, DD6 合金显著变宽的基体通道中含有大量的细小的二次 γ' 相。在中温条件下, 位错主要以切割 γ' 相的方式越过 γ' 相, γ/γ' 相界面成为有效障碍, 由于 C 工艺后析出了大量的细小二次 γ' 相, 且在中温条件下二次 γ' 相不会溶解, 这种大-小强化相匹配的结构能够有效的阻碍位错运动; 同时, 合金在 C 工艺的影响下, γ' 相会很快形成连续均匀分布并且完整的筏形组织, 也能有效地阻止位错的运动^[19], 这种组织使得裂纹只能在较小的区域内扩展。因此, 相对 B 工艺, C 工艺得到的显微组织能有效抑制疲劳裂纹的扩展, 提高了合金疲劳性能, 使得 C 工艺超温处理后合金的中温疲劳性能高于 B 工艺的。另外, C 工艺使得合金 γ' 相的尺寸和形态发生了变化, 不利于合金性能, 综合考虑下, C 工艺后合金的疲劳性能与标准热处理后合金的疲劳性能相当。

3 结 论

1) DD6 合金经 1200 °C/1 h 的超温处理后, γ' 相尺寸稍微增大, 立方化及均匀化程度明显降低, 基体通道宽度略有增加, 部分基体通道区域析出了少量细

小二次 γ' 相, γ'/γ 相界面出现锯齿化现象。

2) DD6 合金经 1200 °C/50 MPa/1 h 的超温处理后, γ' 相尺寸增大, 立方化及均匀化程度显著降低, 发生了轻微的定向粗化现象, 基体通道宽度显著增加, 全部基体通道区域析出了大量细小的二次 γ' 相。

3) DD6 合金经 1200 °C/1 h 的超温处理后, 合金 800 °C 的高周疲劳性能低于标准热处理合金的高周疲劳性能。

4) DD6 合金经 1200 °C/50 MPa/1 h 的超温处理后, 合金 800 °C 的高周疲劳性能与标准热处理合金的高周疲劳性能相当。

5) DD6 合金 800 °C 旋转弯曲疲劳断口呈明显的类解理断裂特征, 与合金是否经过超温无关。

参 考 文 献 References

- [1] Cowles B A. *International Journal of Fracture*[J], 1996, 80(2-3): 147
- [2] Tao Chunhu(陶春虎), Zhong Peidao(钟培道), Wang Renzhi(王仁智) et al. *Failure Analysis and Prevention for Rotor in Aero-Engine*(航空发动机转动部件的失效与预防)[M]. Beijing: National Defence Industry Press, 2000: 6
- [3] Lu Wenhui(卢文海), Liu Liyu(刘丽玉), Bai Mingyuan(白明远). *Failure Analysis and Prevention*(失效分析与预防)[J], 2010, 5(4): 252
- [4] Li J R, Zhong Z G, Tang D Z et al. *Superalloys 2000*[C]. Warrendale: TMS, 2000: 777
- [5] Li J R, Zhao J Q, Liu S Z et al. *Superalloys 2008*[C]. Warrendale: TMS, 2008: 443
- [6] Miyazaki T, Koyama T, Doi M. *Acta Metallurgica et Materialia*[J], 1994, 42(10): 3417
- [7] Shi Zhenxue(史振学), Liu Shizhong(刘世忠), Xiong Jichun(熊继春) et al. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中

- 国有色金属学报)[J], 2015, 25(11): 3077
- [8] Yu Jian(喻 健), Li Jiarong(李嘉荣), Shi Zhenxue(史振学) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2013, 42(8): 1654
- [9] Liu Lirong(刘丽荣), Jin Tao(金 涛), Zhao Nairen(赵乃仁) et al. *Journal of Materials Engineering*(材料工程)[J], 2002(S1): 112
- [10] Wang Kaiguo(王开国). *Thesis for doctorate*(博士论文)[D]. Beijing: Beijing Institute of Aeronautical Materials, 2004
- [11] Fu Huimin(付惠民). *Journal of Aerospace Power*(航空动力学报)[J], 1994, 9(2): 186
- [12] Liu Enze(刘恩泽), Zheng Zhi(郑 志), Tong Jian(佟 健) et al. *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2010, 46(6): 708
- [13] Lamm M, Singer R F. *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2007, 38(6): 1177
- [14] Zhu X, Shyam A, Jones J W et al. *International Journal of Fatigue*[J], 2006, 28(11): 1566
- [15] Yi J Z, Torbet C J, Feng Q et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2007, 443(1-2): 142
- [16] Müller S, Rösler J, Sommer C et al. *Superalloys 2000*[C]. Warrendale: TMS, 2000: 347
- [17] Liu Y, Yu J J, Xu Y et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2007, 454-455: 357
- [18] Murakumo T, Kobayashi T, Koizumi Y et al. *Acta Materialia*[J], 2004, 52(12): 3737
- [19] Liu lirong(刘丽荣), Jin Tao(金 涛), Zhao Nairen(赵乃仁) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2006, 35(5): 711

Effect of Over-Temperature on Microstructure and High Cycle Fatigue Properties of DD6 Single Crystal Superalloy

Xie Hongji, Li Jiarong, Han Mei, Yu Jian, Yang Liang, Yue Xiaodai
(Science and Technology on Advanced High Temperature Structural Materials Laboratory,
Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China)

Abstract: In order to study the effect of the over-temperature on the microstructure and high cycle fatigue properties of DD6 single crystal superalloy, the alloy after standard heat treatment was held at 1200 °C and 1200 °C/50 MPa for 1 h, which simulated different over-temperature processes, and was then air cooled. The microstructure and high cycle fatigue properties of DD6 alloy with standard heat treatment, 1200 °C/1 h, 1200 °C/50 MPa/1 h at 800 °C were investigated by SEM and rotary bending fatigue testing machine, respectively. The results show that after heat-treatment at 1200 °C for 1 h, the γ' particles become larger slightly in size and quite nonuniform, serrated γ/γ' interface appears and a small number of fine secondary γ' -particles precipitate in the γ matrix channels. After heat-treatment at 1200 °C/50 MPa for 1 h, the γ' particles also become larger in size while also quite nonuniform; a large number of fine secondary γ' particles precipitate in the γ matrix channels which have become wider significantly and the directional coarsening of γ' particles occurs. In addition, the rafting of the sheet-like morphology of γ' particles is formed along the [100] and [010] directions after fatigue test. The high cycle fatigue properties of DD6 alloy by standard heat treatment are higher than those of the alloy by 1200 °C/1 h, but are similar to those of the alloy by 1200 °C/50 MPa/1 h. Analysis on fracture surfaces of three heat treatment processes at 800 °C demonstrates that quasi-cleavage mode is observed.

Key words: single crystal superalloy; DD6; over-temperature; microstructure; high cycle fatigue property

Corresponding author: Xie Hongji, Candidate for Ph. D., Science and Technology on Advanced High Temperature Structural Materials Laboratory, Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, P. R. China, Tel: 0086-10-62498309, E-mail: xhj911@126.com