初始晶粒度对 GH720Li 合金 等温热变形组织演变的影响

于秋颖,兰博,张敏聪,林莺莺,方爽,孙兴

(北京航空材料研究院,北京 100095)

摘 要:对 3 种不同初始晶粒度的锻态 GH720Li 合金的等温热变形组织演变行为进行研究。结果表明,细于 ASTM 6.5 级的晶粒度是最终获得均匀细小热变形晶粒组织的关键临界初始组织条件,而初始 ASTM 10 级以上晶粒度合金具有较宽的热加工窗口。初始晶粒度对流变行为的影响非常明显,晶粒组织越粗大,合金的流变抗力越大。初始 ASTM 3 级合金热变形时不连续和连续动态再结晶都发挥重要作用,初始 ASTM 6.5 级合金热变形时以不连续动态再结晶为主,初始 ASTM 10 级合金热变形时除了动态再结晶,超塑性变形机制也起重要作用。进一步确定了初始 ASTM 6.5 和 ASTM 10 级晶粒度的合金获得均匀细晶组织的热加工区间。

关键词: GH720Li 合金; 晶粒度; 热变形; 显微组织; 再结晶
中图法分类号: TG146.1⁺⁵
文献标识码: A
文章编号: 1002-185X(2020)04-1227-08

GH720Li 合金 (美国牌号 Udimet720Li) 是一种 高强度、耐腐蚀和时效强化的高温合金,广泛用作 650~750 ℃长期使用或 900 ℃短期使用的高性能涡轮 盘材料^[1-4]。作为关键热端部件,要求 GH720Li 合金 涡轮盘锻件晶粒组织均匀,晶粒度细于 ASTM 8 级, 以满足相关性能指标要求。由于该合金涡轮盘锻件采 用低于再结晶温度的亚固溶处理,导致在热处理过程 不能调控盘锻件的晶粒组织,因此,等温锻造是最终 实现盘锻件晶粒组织控制的重要过程。虽然等温锻造 工艺参数对合金锻件晶粒组织控制有重要影响,但当 变形前棒材组织粗大或不均匀时,工艺参数对晶粒均 匀细化的可控程度是有限的,最终很难获得均匀细小 的盘锻件组织。因此,对不同初始晶粒度 GH720Li 合 金等温热变形组织演变规律的研究十分重要。

GH720Li 合金合金化程度和 y'相含量高,可锻温 度范围很窄,热加工难度大,因此,对其热变形行为 的研究已成为难点。目前,国内外已针对该锻态合金 的热变形行为开展了相关的研究工作^[5-16]。Monajati 等^[5]研究了初始 ASTM 0.5 级晶粒度锻态合金的热加 工温度区间; Hyzak 等^[6]探讨了该合金等温变形过程 中的开裂行为; Lindsley 等^[7]研究了不同 y'相特征对 Udimet720Li 合金再结晶行为的影响,但国外并没有 明确针对不同初始晶粒度锻态合金热变形行为的研 究。国内也主要针对单一初始组织条件下锻态 GH720Li合金的热变形行为进行研究^[10-15],虽然目前 有相关针对粗晶(300~500 μm)、细晶(5~10 μm)和混晶 条件下合金热变形行为的研究^[16],但粗晶和细晶之间 以及混晶中大晶粒和小晶粒之间的晶粒度级差很大, 很难为 GH720Li 合金盘锻件等温热变形研究提供依 据。因此,急需开展不同初始晶粒度条件下 GH720Li 合金等温热变形组织演变规律的研究。

本研究针对 3 种不同初始晶粒度的锻态 GH720Li 棒坯合金开展变形温度 1070~1130 ℃,应变速率 0.001~0.5 s⁻¹条件下的热变形行为研究,分析不同初始 晶粒度合金的热变形组织演变规律,以期为合理制定 该合金盘锻件热加工工艺参数、控制锻件产品组织性 能提供依据。

1 实 验

本研究所用 GH720Li 合金采用真空感应+真空自 耗(VIM+VAR)双联工艺冶炼而成,其化学成分(质量分 数,%)为: C 0.018, Cr 16.01, Co 14.9, Ti 5.07, Al 2.64, B 0.015, W 1.28, Mo 2.98, Zr 0.025, Ni 余量。直径 **Φ**305 mm 合金铸锭均匀化扩散退火后,经不同的挤 压工艺开坯后,获得本研究用 3 种不同晶粒度的棒材 组织。

基金项目:国家自然科学基金(51404222)

收稿日期: 2019-04-10

作者简介:于秋颖,女,1984 年生,博士,北京航空材料研究院焊接与塑性成形研究所,北京 100095,电话: 010-62496699, E-mail: qiuyingyu@126.com

从3种不同晶粒度的棒材上切取 **Φ**10 mm×15 mm 的热模拟压缩试样。热压缩实验中为保证变形均匀, 在试样两端加高温玻璃润滑剂以减少摩擦对应力状态 的影响,同时在试样表面焊上热电偶以补偿试样表面 温度的变化。热模拟实验在 Thermechmastor-Z 型热模 拟机上进行。变形温度为 1070~1160 ℃,温度间隔为 30 ℃,应变速率为 0.001、0.01、0.1 和 0.5 s⁻¹,变形 量为 10%、30%、50%和 70%。将试样以 10 ℃/s 的速 度加热到变形温度,保温 5 min,然后以不同的应变速 率热压缩至不同的变形量,变形后立即水冷。

将热压缩后的试样沿着平行于压缩轴方向将压缩 试样对半剖开,然后对试样机械磨光,用于后续组织 观察。热模拟试样的晶粒度浸蚀剂是 5 g CuCl₂+100 mL HCl +100 mL C₂H₅OH,晶粒观察采用 LEICA DMR 光学金相显微镜,并根据国标 GB/T6394-2002《金属 平均晶粒度测定方法》,采用直线截点法统计平均晶粒 尺寸。热模拟试样 γ'相组织腐蚀采用电解抛光加电解 侵蚀,其中电解抛光液为 20% H₂SO₄+80% CH₃OH;电 解腐蚀液为 2.5 g CrO₃+10 mL H₂SO₄+80% CH₃OH;电 斯腐蚀液为 2.5 g CrO₃+10 mL H₂SO₄+90 mL H₃PO₄,电 压 5 V,时间 10 s_°y'相形貌的观察,主要借助 SUPRA55 场发射电镜。同时,利用场发射电镜的背散射电子探 头及 Oxford Instrument HKL 公司的 EBSD 系统标定 EBSD 试样,标定结果用 Channel 5 数据处理软件进行 分析。

2.1 初始组织

图 1 为 3 种不同初始晶粒度 GH720Li 合金棒材的 晶粒组织。图 1a 中该合金晶粒组织较为粗大,但局部 晶粒细小,这与合金铸锭挤压过程形成的细小再结晶 晶粒有关;经统计,其平均晶粒度为 ASTM 3 级。图 1b 中晶粒组织较为均匀细小,其平均晶粒度为 ASTM 6.5 级。图 1c 中晶粒组织非常均匀细小,利用 FESEM 可观察到大块状不规则一次 y'相钉扎于晶界,并统计 得到该种状态下的平均晶粒度为 ASTM 10 级。

2.2 流变行为

图 2 为不同初始晶粒度的 GH720Li 合金在变形温 度 1070~1160 ℃, 经不同应变速率热变形后的流变曲 线。可以看出, 晶粒度对流变行为的影响非常明显。 晶粒度 ASTM 3 级时, 合金的流变应力最高, 而晶粒 度 ASTM 10 级时, 流变应力最低, 表明晶粒组织越粗 大, 锻态 GH720Li 合金的流变抗力越大。此外, 当晶 粒度级别一定时, 合金流变应力随变形温度升高和应 变速率降低而降低; 当应变量较小时, 流变应力随着 应变量的增加迅速增加, 当超过一定应变量后, 流变 应力趋于恒定或有所降低。

2.3 热变形组织演变规律

图 3 为初始 ASTM 3 级晶粒度 GH720Li 合金热变 形 70%后的晶粒组织。1070 ℃时,合金已发生明显的 部分动态再结晶,且再结晶程度随应变速率的增大而 增大,再结晶均匀程度随应变速率的减小而增大。1100 ℃时,未再结晶的变形晶粒尺寸明显减小,再结晶程



图 1 不同初始晶粒度的 GH720Li 合金晶粒组织 Fig.1 Microstructures of GH720Li alloy with different initial grain sizes: (a) ASTM 3, (b) ASTM 6.5, and (c, d) ASTM 10

2 结果及分析



图 2 不同初始晶粒度的合金流变曲线随变形条件的变化规律

Fig.2 Variations of flow curves of alloys with different initial grain sizes with hot deformation variables: (a) 0.5 s⁻¹ and (b) 0.01 s⁻¹

度加大,但该温度下合金仍发生不完全动态再结晶, 很难获得均匀细小的晶粒组织。进一步对比图 3c、3f、 3h 和 3i 可知,变形温度升高可明显促进合金再结晶, 尤其在 1130 ℃时,初始粗大晶粒得到有效破碎,晶粒 细化较为明显,但即便经 70%的大变形量,也不能获 得均匀细小的再结晶组织; 1160 ℃时,再结晶完全, 但晶粒明显粗化。因此,该初始晶粒度 GH720Li 合金, 无论如何调控变形参数,也很难通过热变形获得均匀 细小的晶粒组织。

图 4 为初始 ASTM 6.5 级晶粒度的 GH720Li 合金 热变形 70%后的晶粒组织。1070 和 1100 ℃时,提高 应变速率,可有效促进动态再结晶,当应变速率不低 于 0.01 s⁻¹时,可完全再结晶;由于 1100 ℃以下 y'相 回溶不明显,再结晶晶粒尺寸较小,且随变形温度变 化不明显。在 1130 ℃和高于 0.01 s⁻¹时,晶粒组织随 应变速率降低而逐渐细化,而在 0.01 和 0.001 s⁻¹时, 随变形量增大, y'相部分回溶明显,晶粒组织会出现 局部粗化现象,如图 4h 所示;1160 ℃时合金完全再 结晶,但由于 y'相几乎完全回溶^[17,18],再结晶晶粒尺 寸明显粗化。因此,该初始晶粒度合金热变形温度应 不高于 1130 ℃,应变速率不应低于 0.01 s⁻¹。 图 5 为初始 ASTM 10级 GH720Li 合金热变形 70% 后的晶粒组织。可以看出,该初始晶粒度条件下,热 变形组织表现出对热变形参数不太"敏感"的特征, 与变形温度、应变速率和变形量关系不大的现象。1070 和 1100 ℃时,变形组织仍然保持均匀细小。1130 ℃ 时,由于 y'相发生部分回溶,使得变形晶粒有一定程 度的长大,同时低应变速率下会出现 y'相局部回溶不 均所导致的局部晶粒粗大的热变形组织,但大部分晶 粒组织受到 y'相的钉扎作用,晶粒度仍细于 ASTM 8 级。1160 ℃时,合金虽然发生完全再结晶,但晶粒粗 化明显。因此,该晶粒度合金具有较宽的热加工窗口, 当变形温度低于 1130 ℃时,均可获得均匀细小晶粒。

综上可见,初始 ASTM 3 级晶粒度的合金无法获 得细于 ASTM 8 级的均匀细晶组织;初始 ASTM 6.5 级晶粒度的合金可通过严格控制热变形参数,获得所 需的均匀细晶组织;初始 ASTM 10 级以上晶粒度的合 金具有较宽的热加工窗口。因此,细于 ASTM 6.5 级 的初始晶粒度是最终获得均匀细小热变形晶粒组织的 关键临界初始组织条件。

2.4 再结晶行为分析

图 6 为初始 ASTM 3 级和 ASTM 6.5 级晶粒度



图 3 初始 ASTM 3 级合金经不同变形条件热变形 70%后的组织

Fig.3 Microstructures of the initial ASTM 3 GH720Li alloy after 70% deformation with different temperatures and strain rates: (a) 1070 °C, 0.5 s⁻¹; (b) 1070 °C, 0.1 s⁻¹; (c) 1070 °C, 0.01 s⁻¹; (d) 1070 °C, 0.001 s⁻¹; (e) 1100 °C, 0.1 s⁻¹; (f) 1100 °C, 0.01 s⁻¹; (g) 1100 °C, 0.001 s⁻¹; (h) 1130 °C, 0.01 s⁻¹; (i) 1160 °C, 0.01 s⁻¹



图 4 初始 ASTM 6.5 级合金经不同变形条件热变形 70%后的组织

Fig.4 Microstructures of the initial ASTM 6.5 GH720Li alloy after 70% deformation with different temperatures and strain rates: (a) 1070 °C, 0.5 s⁻¹; (b) 1070 °C, 0.1 s⁻¹; (c) 1070 °C, 0.01 s⁻¹; (d) 1070 °C, 0.001 s⁻¹; (e) 1100 °C, 0.1 s⁻¹; (f) 1100 °C, 0.01 s⁻¹; (g) 1100 °C, 0.001 s⁻¹; (h) 1130 °C, 0.01 s⁻¹; (i) 1160 °C, 0.01 s⁻¹



图 5 初始 ASTM 10 级合金经不同变形条件热变形 70%后的组织

Fig.5 Microstructures of the initial ASTM 10 GH720Li alloy after 70% deformation with different temperatures and strain rates: (a) 1070 °C, 0.5 s⁻¹; (b) 1070 °C, 0.1 s⁻¹; (c) 1070 °C, 0.01 s⁻¹; (d) 1070 °C, 0.001 s⁻¹; (e) 1100 °C, 0.1 s⁻¹; (f) 1100 °C, 0.01 s⁻¹; (g) 1100 °C, 0.001 s⁻¹; (h) 1130 °C, 0.01 s⁻¹; (i) 1160 °C, 0.01 s⁻¹



图 6 不同初始晶粒度合金经 1100 ℃、0.5 s⁻¹ 热变形的 OIM 图

Fig.6 OIM maps for GH720Li alloy samples with different initial grain sizes hot deformed at 1100 °C and 0.5 s⁻¹: (a) ASTM 3, 30%; (b) ASTM 3, 50%; (c) ASTM 6.5, 10%; (d) ASTM 6.5, 30%

GH720Li 合金在 1100 ℃、0.5 s⁻¹条件下热变形后的 OIM 图。其中, OIM 图中蓝线表示 3°~5°的亚晶界, 绿线表示 5°~10°的小角度晶界,紫线表示 10°~15°的 小角度晶界,黑线表示>15°的大角度晶界,加粗红线 表示孪晶界。初始 ASTM 3 级合金原始晶界处已有动 态再结晶项链状组织存在(见图 6a),也可以看出邻近 晶粒应变不协调引起的局部取向的强烈变化,以及晶粒 内部的碎化现象和形变带等(见图 6b);由于动态再结晶 主要在大取向梯度和高位错密度的局部区域产生[19-21], 因而该初始晶粒度合金原始晶界和变形带等处主要以 不连续动态再结晶机制产生再结晶晶粒。进一步统计 了初始 ASTM 3 级合金在 1100 ℃、0.5 s⁻¹ 热变形时不 同取向差角度随变形量的变化关系,如图7所示。可 以看出,10%变形量下,连续动态再结晶形核所需的 10°~15°取向差出现得较少,说明变形初期主要形成亚 晶;随变形量增加,10°~15°取向差角度稍有增加,这 主要与连续动态再结晶有关。因此,初始 ASTM 3 级 合金热变形时不连续动态再结晶和连续动态再结晶都 发挥着重要作用。而初始 ASTM 6.5 级合金邻近晶粒之 间以及晶粒内部的局部取向差变化相对缓和,说明该初 始晶粒度合金晶粒之间的变形协调性提高,主要观察



- 图 7 初始 ASTM 3 级合金在 1100 ℃、0.5 s⁻¹ 热变形时取向差 角度分布随变形量的变化关系
- Fig.7 Misorientation angle distribution with deformation for GH720Li alloy samples with initial ASTM 3 grain size hot deformed at 1100 °C and 0.5 s⁻¹

到原始晶界弯弓导致产生的动态再结晶(见图 6d),而晶 粒内部无明显的动态再结晶产生,这说明初始 ASTM 6.5级晶粒度合金以原始晶界处的不连续动态再结晶机 制产生再结晶核心。因此,粗于 ASTM 6.5级晶粒度合 金热变形时以不连续动态再结晶为主。

图 8 为初始 ASTM 10 级合金在 1100 ℃, 0.01 s⁻¹ 经不同变形量后的 OIM 图及不同取向差范围晶界出

现频率的直方图。可以看出,热变形初期出现大量亚 晶界或小角度晶界(见图 8a),说明新晶界先以亚晶界 或取向差很小的小角度晶界出现。变形量 30%时,小 角度晶界数量已经减少,大角度晶界明显增加,说明 变形量增加时小角度晶界已向大角度晶界转换。变形 量 50%时,小角度晶界数量进一步减少,大角度晶界 含量更高。这说明该初始晶粒度的合金在热变形过程 中存在着动态再结晶,但由于大角度晶界出现的频率 在整个变形过程中都占主要地位,因此,除了动态再 结晶外,与晶界行为有关的超塑性变形机制也在热变 形过程中起重要作用^[12]。

2.5 均匀细晶组织控制图

图 9 为初始 ASTM 6.5 级晶粒度合金热加工变形 组织控制图。其中,符号〇表示 1130 ℃以上的变形 区间内发生部分再结晶,●表示 1130 ℃以下的变形 区间内发生完全再结晶,□表示 1130 ℃以下的变形 区间内发生完全再结晶,□表示 1130 ℃以上的变形 区间内发生完全再结晶,图中用虚线区分部分再结晶 区间和完全再结晶区间。该晶粒度的合金要满足获得 均匀细晶组织的要求,需对热加工工艺严格控制,确 定了热加工范围为:1070~1100 ℃、0.5 s⁻¹、50%~70%, 1070~1100 ℃、0.1 s⁻¹、70%以及 1100 ℃、0.01 s⁻¹、 70%的变形区间。

图 10 为初始 ASTM 10 级晶粒度合金的热加工变



图 8 初始 ASTM 10 级晶粒度合金在 1100 ℃、0.01 s⁻¹条件下经不同变形量后的 EBSD 组织及统计结果 Fig.8 EBSD observation and statistical results for GH720Li alloy samples with initial ASTM 10 grain size hot deformed at 1100 ℃ and 0.01 s⁻¹ after 10% (a), 30% (b), and 50% (c) deformation; (d) misorientation angle distribution with deformation



图 9 初始 ASTM 6.5 级 GH720Li 合金热加工变形组织控制示意图

Fig.9 Schematic diagrams of microstructure control of GH720Li alloy with initial ASTM 6.5 grain size during hot deformation: (a) 0.5 s⁻¹, (b) 0.1 s⁻¹, (c) 0.01 s⁻¹, and (d) 0.001 s⁻¹



图 10 初始 ASTM 10 级晶粒度的合金热加工变形组织控制示意图

Fig.10 Schematic diagram of microstructure control of GH720Li alloy with initial ASTM 10 grain size during hot deformation

形组织控制图。其中,符号■表示获得均匀细晶组织 的可进行热加工的变形参数,×表示不适于热加工的 变形参数。该初始晶粒度合金在任何变形量下获得均 匀细晶组织的热加工范围为: 1070~1100 ℃、0.001~ 0.5 s⁻¹的变形区间以及 1130 ℃、0.01~0.5 s⁻¹的变形 区间。

3 结 论

1) 细于 ASTM 6.5 级的晶粒度是最终获得均匀细 小热变形晶粒组织的关键临界初始组织条件,而初始 ASTM 10 级以上晶粒度合金具有较宽的热加工窗口。

2) 初始晶粒度对流变行为的影响非常明显, 晶粒 组织越粗大, 锻态 GH720Li 合金的流变抗力越大。

3) 初始 ASTM 3 级合金热变形时不连续和连续 动态再结晶都发挥重要作用,初始 ASTM 6.5 级晶粒 度的合金热变形时以不连续动态再结晶为主,而初始 ASTM 10 级晶粒度的合金热变形时除了动态再结晶, 超塑性变形机制也起重要作用。

4) 初始 ASTM 6.5 级晶粒度合金获得均匀细晶组 织的热加工范围: 1070~1100 ℃、0.5 s⁻¹、50%~70%, 1070~1100 ℃、0.1 s⁻¹、70%以及 1100 ℃、0.01 s⁻¹、 70%的变形区间; 初始 ASTM 10 级晶粒度合金在任何 变形量下获得均匀细晶组织的热加工范围: 1070~ 1100 ℃、0.001~0.5 s⁻¹以及 1130 ℃、0.01~0.5 s⁻¹的变 形区间。

参考文献 References

[1] Vaunois J R, Cormier J, Villechanise P et al. Proceedings of

the 7th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives[C]. Pittsburgh: TMS, 2010: 199

- [2] Wang T, Fu S H, Li Z et al. Mater Sci Forum[J], 2013, 747-748: 703
- [3] Jackson M P, Reed R C. Mater Sci Eng A[J], 1999, 259(1): 85
- [4] Yu Q Y, Yao Z H, Dong J X. Mater Charact[J], 2015, 107: 398
- [5] Monajati H, Taheri A K, Jahazi M et al. Metall Mater Trans A[J], 2005, 36: 895
- [6] Hyzak J M, Singh R P, Morra J E. Superalloy 1992[C]. Warrendale: TMS, 1992: 63
- [7] Lindsley B, Pierron X. Superalloy 2000[C]. Warrendale: TMS, 2000: 59
- [8] Matsui T, Takizawa H, Kikuchi H. Superalloy 2000[C]. Warrendale: TMS, 2000: 127
- [9] Charpagne M A, Billot T, Franchet J M et al. Superalloy 2016[C]. Warrendale: TMS, 2016: 417
- [10] Yu Q Y, Yao Z H, Dong J X. Int J Miner Metall Mater[J], 2016, 23(1): 83
- [11] Sun Yaru(孙雅茹), Sun Wenru(孙文儒), Guo Shouren(郭守 仁) et al. Transactions of Materials and Heat Treatment(材料 热处理学报)[J], 2013, 34(3): 50
- [12] Yu Qiuying(于秋颖), Yao Zhihao(姚志浩), Dong Jianxin(董

建新) et al. Transactions of Materials and Heat Treatment (材料热处理学报)[J], 2015, 36(7): 30

- [13] Chen J Y, Dong J X, Zhang M C et al. Mater Sci Eng A[J], 2016, 673: 122
- [14] Zhou Ge(周 舸), Ding Hua(丁 桦), Han Yinben(韩寅奔) et al. Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与 工程)[J], 2014, 43(1): 72
- [15] Qu J L, Bi Z N, Du J H et al. J Iron Steel Res Int[J], 2011, 18(10): 59
- [16] Liu F F, Chen J Y, Dong J X et al. Mater Sci Eng A[J], 2016, 651: 102
- [17] Yu Qiuying(于秋颖), Dong Jianxin(董建新), Zhang Maicang (张麦仓) et al. Rare Metal Materials and Engineering(稀有 金属材料与工程) [J], 2010, 39(5): 857
- [18] Mao J, Chang K M, Keefer V L et al. J Mater Eng Perform[J], 2000, 9(2): 204
- [19] Miura H, Sakai T, Hamaji H et al. Scripta Mater[J], 2004, 50(1): 65
- [20] Wang X, Brünger E, Gottstein G. Scripta Mater[J], 2002, 46(12): 875
- [21] Beladi H, Cizek P, Hodgson P D. Acta Metall[J], 2010, 58(9): 3531

Influence of Initial Grain Size on Microstructure Evolution During Hot Deformation for GH720Li Superalloy

Yu Qiuying, Lan Bo, Zhang Mincong, Lin Yingying, Fang Shuang, Sun Xing (Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China)

Abstract: The microstructure evolution of wrought GH720Li alloy with three different initial grain sizes during isothermal hot deformation was studied. The results show that grain size finer than ASTM 6.5 is considered to be the key critical initial condition for the final fine-grain structure, and a wider hot deformation window is found for the alloy with the initial grain size of ASTM 10 or higher. The obvious effect of initial grain size on hot flow behavior is observed. The coarser the grain structure, the greater the hot flow behavior of the alloy. Discontinuous and continuous dynamic recrystallizations play important roles for the alloy with the initial ASTM 3 grain size. The alloy with the initial grain size of ASTM 6.5 is mainly subjected to discontinuous dynamic recrystallization. Dynamic recrystallization and superplastic deformation mechanism play important roles for the alloy with the initial ASTM 10 grain size. The hot working window of GH720Li alloys with ASTM 6.5 and ASTM 10 grain size was further determined for the final uniform fine grain structure. **Key words:** GH720Li alloy; grain size; hot deformation; microstructure; recrystallization

Corresponding author: Yu Qiuying, Ph. D., Laboratory of Welding and Forging, Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, P. R. China, Tel: 0086-10-62496699, E-mail: qiuyingyu@126.com