

ZTA 复合材料的热等静压研究

唐国宏

(北京航空航天大学 101 教研室,北京,100083)

Telle Rainer

(德国马普金属所)

HOT ISOSTATIC PRESSING OF ZTA COMPOSITES

Tang Guo-hong

(Faculty 101 of Beijing University of Aeronautics and Astronautics, Beijing, 100083)

Telle Rainer

(Max-Planck Institute of Metal Science Germany)

摘要 研究了热等静压对 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ 复合材料机械性能的影响以及热等静压烧结过程中 ZTA 的致密化规律。经实验热等静压烧结的 ZTA 材料与相应的热压试样相比,其强度和韧性提高近一倍 ($\sigma_b=950\text{MPa}$ 、 $K_{IC}=9.5\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$);在不同的烧结温度下,显示了不同的致密化规律,其致密速率分别由晶粒滑动和点阵扩散机制控制。

关键词 热等静压,缺陷尺寸,缺陷尺寸,断裂韧性,致密化

Abstract In this study, the influence of a reduction of both grain size and flaw size by hot isostatic pressing (HIP) on mechanical properties of $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ (ZTA) composites and as well the densification behavior in HIP are investigated. It is shown that the high strength (950MPa) and high toughness ($0.5\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$) could be obtained by a high temperature-short time HIP treatment, and the main effect of HIP is in the elimination of flaws rather than in the reduction of grain size, i.e. defect healing; the densification rate in HIP is controlled by different mechanisms at low and high temperatures(1400°C and 1600°C), i.e. by relative movement of adjacent grains and lattice diffusion.

Key words HIP, grain size, flaw size, toughness, densification rate

$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ (ZTA)陶瓷在过去几年里曾被广泛地研究过,因机械性能的不断改善而应用在一系列工程上。但由于 ZTA 的强度对制备缺陷尺寸极为敏感⁽¹⁾,因此强度的稳定性一直是一个难以克服的问题。至今还没有找到一个可靠的制备工艺以获得较为均匀的坯体密度,并能精确地控制最终的机械性能。本文重点研究热等静压技术对 ZTA 陶瓷机械性能的影响并讨论相应的烧结机制。

1 实验方法

选择两组材料, $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ (15% ZrO_2) 与 Al_2O_3 , 其原始粉末要在粉磨机中继续湿磨, 5h。最终的粉末平均粒径小于 $0.5\mu\text{m}$, 粒度分布较窄。⁽²⁾ 在压力 630MPa 下、湿磨后的粉未经干燥处理后, 冷等静压成形, 成形后的坯体加热到 1400°C 英大进行 40min 预烧结处理, 使其烧结密度接近 90% (理论密度)。最后进行热等静压, 烧结温度分别为

1994年10月 航空学报 13卷10期 1008-1011

1400℃ 和 1600℃, 压力为 100MPa, 烧结 1~30min 时间不等烧结成形的试样进行弯曲强度试验和断裂韧性试验 (ISB 方法)⁽³⁾

2 实验与讨论

ZTA 试样的预烧结密度为 92% (理论密度), 经热等静压烧结后, 其密度已接近理论密度 (99.5%)。热等静压时间对晶粒尺寸, 弯曲强度, 缺陷尺寸及断裂韧性的影响见图 1, 图 2, 图 3 和图 4。

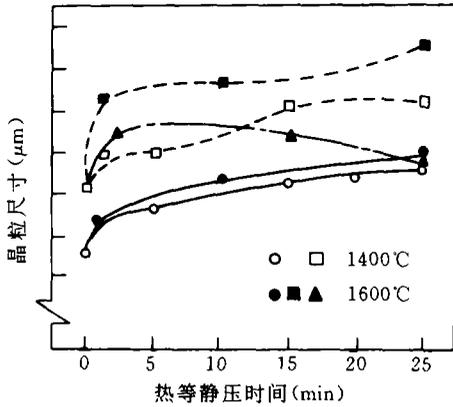


图 1 晶粒尺寸与热等静压时间的关系

▲Al₂O₃, □■ZTA 中 Al₂O₃
●○ZTA 中 ZrO₂

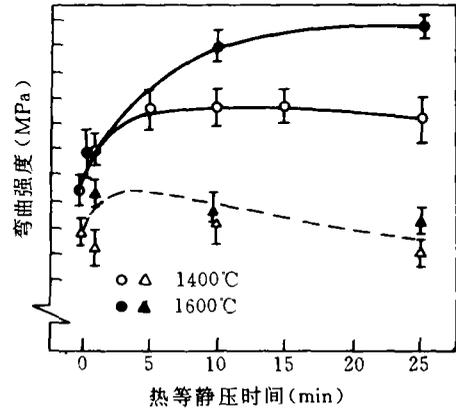


图 2 弯曲强度与热等静压时间关系

●○—ZTA △▲—Al₂O₃

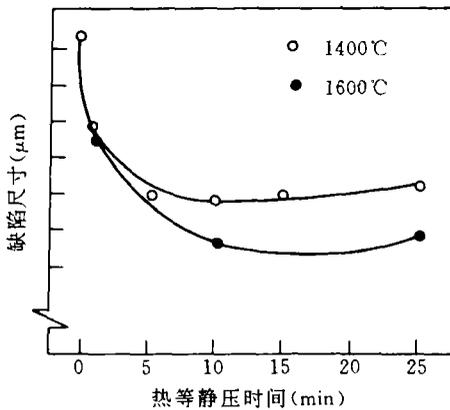


图 3 缺陷尺寸与热等静压时间关系

●○—ZTA

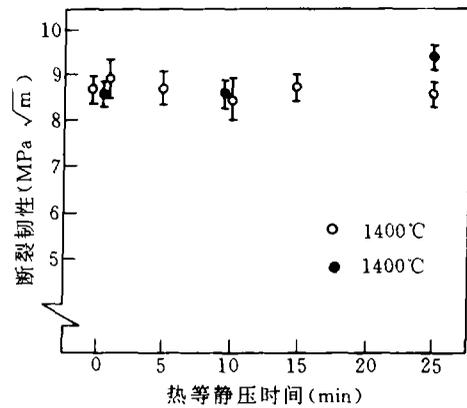


图 4 断裂韧性与热等静压时间的关系

●○—ZTA

2.1 实验结果

热等静压时间对晶粒尺寸的影响不显著 (见图 1); 断裂韧性与热等静压时间的关系不受热等静压条件的影响 (见图 4)。按相变韧化过程区模型⁽⁴⁾, 在晶粒尺寸恒定的条件下, 相变过程区尺寸也随之恒定、从而能量消耗的韧化效果恒定。

值得提出的是: 当烧结温度较高时 (1600℃), 试样的强度随热等静压时间的增加较大幅度地提高; 而在 1400℃, 当烧结时间超过 5min 后, 试样的强度保持不变或略呈下降趋势。在韧性基本保持恒定的情况下, 强度大幅度的提高其原因来自于缺陷愈合效应, 即缺陷尺寸的减小。对比图 2 和图 3 不难看出, 强度和缺陷尺寸的严格对应本质上反映了

两者之间的内在联系和因果关系。

与热压试验相比(450~550MPa, 4.5~6MPa√m)⁽²⁾ 经热等静压处理的 ZTA 的强度和断裂韧性均获得显著的改善 (950MPa, 9.5MPa√m) 这和热等静压 ZTA 试样的高致密度、较小的晶粒尺寸及缺陷尺寸有直接的关系。

2.2 ZTA 试样致密化行为

用致密化速率与晶粒尺寸的对数关系满足稳态蠕变方程

$$\dot{\epsilon} = KG^{-m}$$

K 为常数, $\dot{\epsilon}$ 为致密化速率, G 为晶粒尺寸, m 为指数, 其取值决定于控制速率致密化机制 $m = 1$ 时晶粒滑动^[5]; $m = 2$ 时 Nabarro - Herring 蠕变^[6]; $m = 3$ 时 Coble 蠕变^[7]。

实验表明当烧结温度为 1400℃, m 取值为 1, 则晶粒滑动为主要致密化机制; 而在 1600℃, m 取值为 2, 则 N-H 机制是致密化的主要原因。显然在只有较高的烧结温度(如 1600℃) 并满足 N-H 致密化机制时, 才能减小缺陷尺寸, 增加强度。

3 结论

(1) 经热等静压处理后, ZTA 的强度和韧性可获得显著的改善, 其中以强度增加最为显著(950MPa, 9.5MPa√m)。

(2), 热等静压的主要作用是减小缺陷尺寸, 即缺陷愈合效应, 在烧结温度较高时尤为突出。

(3) ZTA 试样在不同的烧结温度下显示了不同的致密化规律,

如 $\dot{\epsilon} \sim G^{-1}$ (1400℃), $\dot{\epsilon} \sim G^{-2}$ (1600℃)。

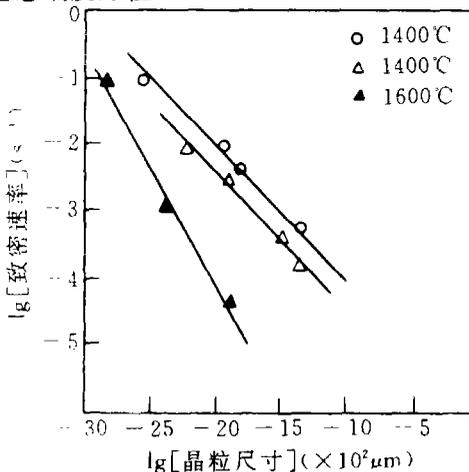


图 5 致密化速率与晶粒尺寸的关系
○ Al₂O₃, △▲ ZTA

参 考 文 献

- 1 Lange F F. Observation in Sintered and Isostatically Hot-pressed AL₂O₃ / ZrO₂ Composites. J Am Ceram soc, 1983, 66: (6), 396 ~ 398
- 2 Chantikul P. et al. A Critical Evaluation of Indentation Techniques for measuring Fracture Toughness. T Am Ceram Soc 1981; 64: (9) 539 ~ 543
- 3 Tang G. Hot pressing of ZTA composites. Jahrbuch von Max-planck Institut for Metallforschung, 1988, stuttgart BRO
- 4 EVans A G. Toughening mechanisms in Zirconia Alloys. The American ceramic Society, 1984, USA columbus, 132
- 5 Roger C W. Foster W. creep Behaviour and Grain-Boundary Sliding in polycrystalline Solid. Am Ceram Soc Bull, 1977; 55: (1.2) 44 ~ 77
- 6 Herring C. diffusional Viscosity of a polycrystalline Solid, Appl phys 1950; 21: (2) 437 ~ 45
- 7 Coble R L. Diffusion models for Hot-pressing with surface Energy and pressure Effects as Driving Forces. J Appl Phys, 1970; 41: (2) 4798 ~ 4807