第9卷第4期 复合材料学报 Vol.9 No.4
1992年10月 ACTA MATERIAE COMPOSITAE SINICA October 1992

BN纤维补强Sialon陶瓷材料的研究

隋万美 陈 虹

(国家建材局山东工业陶瓷研究设计院，淄博255031)

摘要 采用高速搅拌、超声分散的湿法分散混合工艺制备出无规则取向BN短纤维复合热压Sialon陶瓷复合材料。对不同BN纤维含量和不同烧结温度条件下，复合材料的强度变化和抗震行为进行了探讨研究，采用TEM、SEM和XRD技术对材料的微观结构、晶相组成及纤维的晶粒长大现象进行了观察分析。

关键词 BN纤维，Sialon，陶瓷基复合材料

1 引言

BN陶瓷纤维作为复合材料中的第二相改性材料，最早是在有机物基体复合材料中得到应用[1]，如在BN纤维/聚乙烯、BN纤维/环氧树脂、BN纤维/酚醛树脂等材料系统中，BN纤维分别起到提高基体材料强度、弹性模量，改善材料的抗烧蚀性能等作用。而BN纤维在金属基复合材料系统中，如BN纤维/铝、BN纤维/铸铁，BN纤维/硬质合金刀具及BN纤维/金属耐磨件等材料中，BN纤维主要用来改善材料的耐磨性，延长材料使用寿命等[1, 2]。近年来，BN陶瓷纤维所具有的高温热稳定性、高温化学惰性和高温抗氧化性等特点，使得它逐渐在陶瓷基复合材料中得到应用[2, 3, 4]。如BN纤维/Al_2O_3复合材料提高了刀具及耐磨件的使用寿命，BN纤维/MgO材料提高了其抗热震性，BN纤维/SiO_2材料系统提高了材料的强度、韧性和断裂功，BN纤维/BN系统提高了材料的使用温度，BN纤维/ZrO_2系统改善了材料的高温性能。

本文对BN纤维/Sialon材料系统的性能及显微结构进行了分析研究。

2 实验程序

所用BN纤维采用前驱体法制得，纤维平均直径为6μ。密度为1.70g/cm³左右，平均抗张强度450MPa，平均弹性模量1.95MPa。Si_3N_4粉末为硅粉氮化法制得，α相>90%，游离硅<1%，微量Na、K、Fe等，平均粒径<1μ，比表面18.0m²/g。形成Sialon相的烧结添加剂镁铝尖晶石，氧化锆适量[5]。

采用纤维短切→有机溶剂分散→高速搅拌→超声分散→与基料混合搅拌→烘干的湿法分

第三届中国青年材料科学研讨会论文

散混合工艺得到原始混合料，BN纤维长度约在300～800μ之间。BN纤维的体积含量分别为8 vol%、15vol%、20vol%。热压烧结工艺温度分别为1450℃、1550℃、1600℃、1650℃、1700℃，并施加250MPa的轴向压力进行热压烧结。

材料的三点弯曲强度采用3×4mm截面试条，跨距为30mm。抗热震性采用声发射法、测定4×4×50mm试条分别在900～1300℃温度下投入室温水中材料强度失效时所能承受的热震循环次数。材料在不同烧结温度下的相组成变化采用XRD技术分析，用TEM、SEM观察分析材料中纤维和基体的显微结构。

3 结果及讨论

3.1 BN纤维含量对复合材料的性能影响

在不同的BN纤维体积含量时，复合材料的强度及抗热震性能变化曲线如图 1 所示。从图 1 可以看出，随着BN纤维含量的增加，材料的强度呈下降趋势，在纤维含量从8vol%加到20vol%时，材料的强度从600MPa下降到400MPa左右。而且在以上任何BN纤维添加量下，材料的强度都比基体的强度(800MPa)为低，说明BN纤维在热压Sialon复合材料体系中不能发挥增强作用。从纤维增强复合材料理论来看，一般也认为当$E_f < E_m$、$\sigma_f < \sigma_m$时，纤维的加入不能给基体材料带来强度的上升，这与实验结果是一致的。

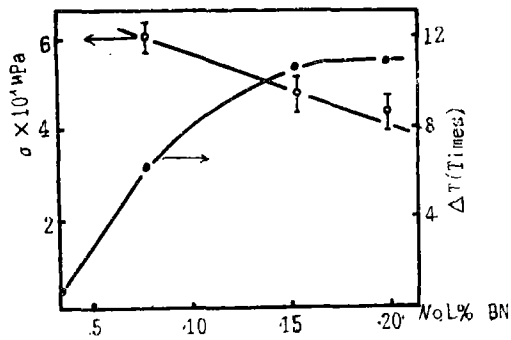

图 1 BN纤维含量对材料的强度及抗热冲击性能的影响

从图 1 还可以看到，随着BN纤维含量的增加，材料的抗热震性也在一定范围内迅速上升。不含BN纤维的Sialon基体材料在900℃至室温水中经一次热震试验便发生脆性破坏，但当Sialon中含有15vol% BN纤维时，其抗热震循环次数可达到11次以上。抗热震性能的提高，一方面与高热导的BN纤维加入后，可以使材料内部的温度场更快地趋向一致提高其抗热震性外，另外一个重要因素是由于纤维和基体材料的热膨胀系数的严重失配($\alpha_{BN}/\alpha_{Sialon}=3.8$)，当材料从高温冷却后，在纤维的长度方向上将产生张应力，而在径向方向上纤维和基体之间将发生部分界面解离现象，因此在相界面周围将产生大量微裂纹及解离面缺陷，这类缺陷的存在将会明显降低材料的机械强度，但是在热震使用条件下，这类材料的裂纹成核已不是热震破坏的主要因素，而能否有效地控制裂纹的扩展将成为改善热震性能的关键因素。事先存在于相界面的大量微裂纹及解离面缺陷，可以在热震裂纹的动态扩展过程中与之相接合，并通过裂纹偏转、分支及增大裂纹长度和增加断裂表面能等机理，使相界面成为热震裂纹扩展的有效缓冲面及裂纹扩展能的吸收面，从而大大提高材料的抗热震性。显然，材料中BN纤维含量与材料的抗热震性在一定范围内成正比关系。

3.2 不同烧结温度对材料性能的影响

图2示出了不同热压温度下，含有8vol% BN纤维的Sialon复合材料强度及抗热震性的关系曲线。从1450℃到1600℃的烧结温度范围内，材料的抗热震循环次数由三次逐渐升高

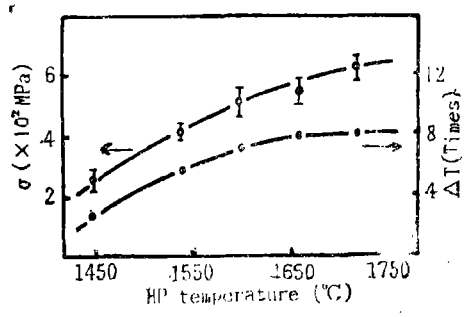

图2　烧结温度与材料强度及抗热震性关系

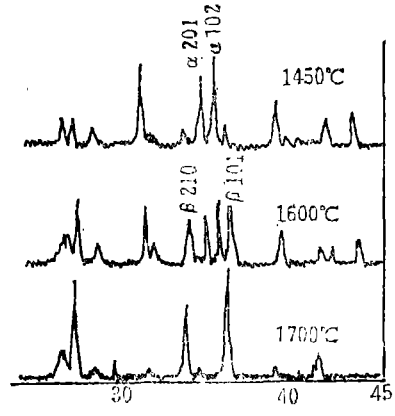

图3　不同烧结温度下材料的XRD图谱

到八次左右，但在1600℃至1700℃之间，则保持在九次左右，究其主要原因是在烧结温度达到1600℃以上时，纤维与基体的相界面状态基本趋于一个稳定状态。

由图2还可以看到，随着烧结温度的上升，材料的强度由1450℃的280MPa升高到1700℃的710MPa，表现出迅速上升的趋势。通过不同温度下材料的XRD相分析发现，在烧结温度升高的过程中，基体中的α-Si_3N_4逐渐向β相转化（见图3）。在1450℃烧结温度下，基本上无α→β相转化，在1600℃时，大约有$\frac{1}{3}$左右的α相转化为β相，到1700℃，则整个α→β相变过程基本上全部完成。此时，基体材料中的β相以六方柱状长晶粒相互交叉重叠的形式存在。图4、图5分别为基体β相晶粒的TEM形貌和β晶粒的电子衍射图。以上结果也再一次说明，该系统材料的机械强度主要依赖于基体材料的强度变化，在材料烧结不断致密化过程中，六方柱状的β相含量越高，复合材料的强度也就越高。

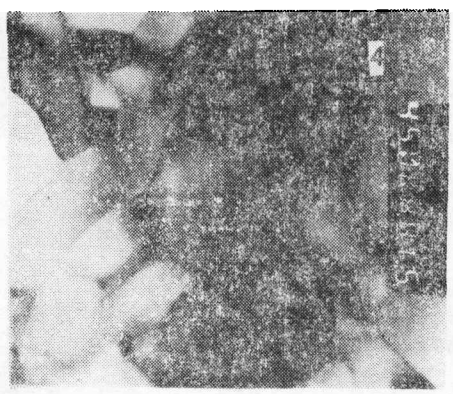

图4　β相晶粒形貌（TEM　45k）

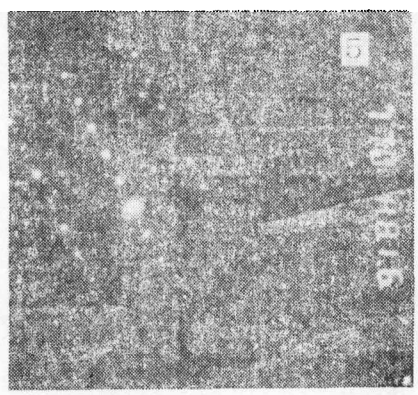

图5　β相晶粒电子衍射图

3.3 烧结前后BN纤维的晶粒长大现象

烧结前后，BN纤维在基体中都是以无规则取向的短纤维状态存在。烧结前，BN纤维是由一种杂乱取向的微晶所组成的多晶体，其晶体结构是由涡轮层状相为主相以及部分三维有序相所组成[2]，其晶粒尺寸一般在50～150 Å左右，晶粒尺寸大于200 Å以上时，晶体中三维有序相增加，晶界的结合力开始降低，晶粒过大，纤维的力学性能也将发生减退现象。通过SEM观察发现，在烧结温度不断升高的过程中，BN纤维的外表层晶粒逐渐长大，烧结温度越高，晶粒长大层越厚（见图6-a,b,c）。在1700℃温度下，BN纤维中的晶体长大为细长状

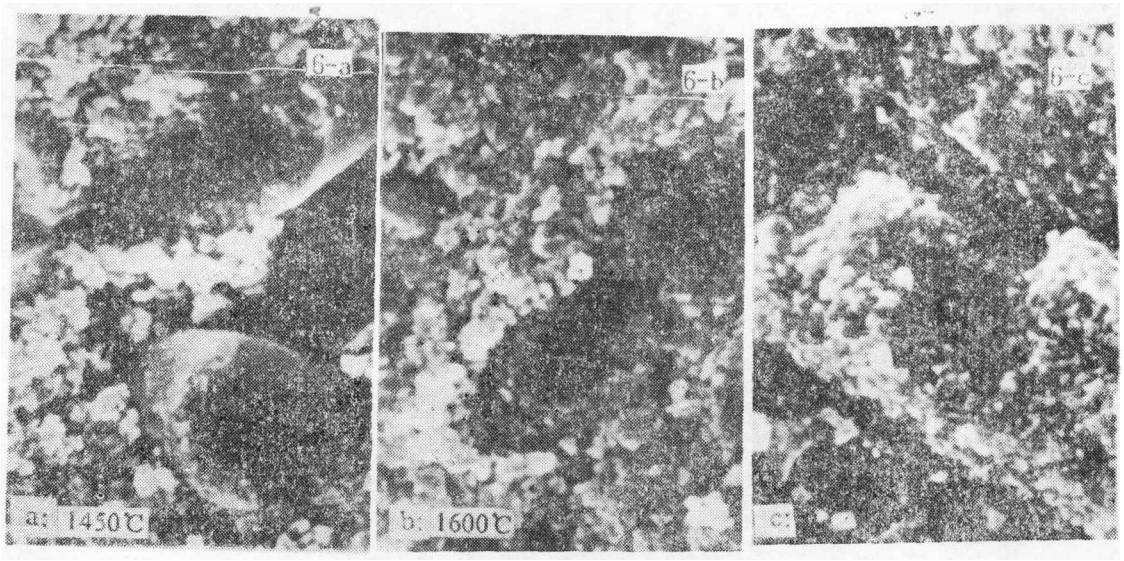

图6 不同烧结温度下BN纤维的晶粒长大层形貌（SEM 5k）

晶粒，其晶粒尺寸由烧结前的50～150 Å长大到0.5μ左右（见图7，图8）。这种现象导致BN纤维力学性能的严重退化。但晶粒长大后的BN纤维外表层与基体所形成的较宽相界面却起到了改善材料抗热震性的作用。

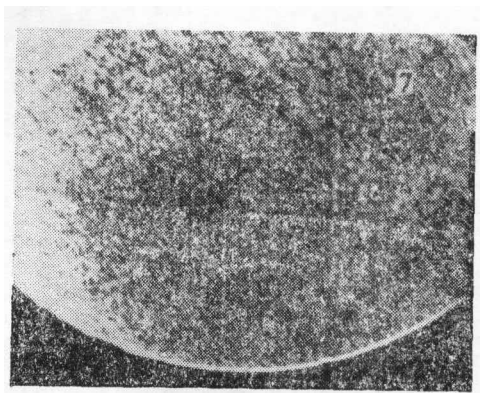

图7 烧结前BN纤维的微晶形貌
(TEM 22k)

图8 1700℃烧结后BN纤维晶粒长大形貌
(TEM 45k)

4 结论

1．无规则取向BN陶瓷纤维补强热压Sialon陶瓷极大地提高了材料的抗热震性，抗热震性的提高取决于高热导BN纤维的加入可使材料内部的温度更快地趋于一致以及大量相界面缺陷形成的双重作用。

2．BN纤维在复合热压Sialon材料中不能发挥增强作用。

3．BN纤维在烧结温度不断升高的过程中，从纤维表面开始发生晶粒长大现象。到1700℃时，纤维微晶尺寸从50～150Å左右长大为0.5μ左右的长柱状晶粒。

致谢：感谢本院性能组、电镜组、X-射线分析组的大力支持。

参 考 文 献

1 Economy J,Anderson R V.Advance Fibrous Reinforced Composites, SAMPE,1966, 49～60
2 定长BN纤维扩大试验研制报告. 山东工业陶瓷研究院. 1986, 9
3 Mazdiyasi K S. J Am Ceram Soc. 1981,64(9): 415
4 马利泰等. 材料科学进展. 1990, (4): 374
5 Sailon工程陶瓷的研究. 山东工业陶瓷研究院. 1985, 12
6 Hasselman D P H. J Am Ceram Soc. 1969, 52(11): 600

STUDY OF BN FIBER-REINFORCED SIALON CERAMICS

Sui Wanmei　　Chen Hong

(Shandong Institute of Industrial Ceramics)

Abstract Non-orientation short BN fiber-reinforced HP Sialon Ceramic material was investigated by high speed blend. Ultrasonic disperse and HP sintering processes. Bending strengh and thermal shock resistance behavior of the composites with different contents of BN fiber and different HP sintering temperatures were studied and discussed, the microstructure and crystal phase composition of the composites and the grain growth phenomena of the BN fiber before and after HP sintering were researched by TEM, SEM and XRD techniques.

Key words BN fiber, Sialon, ceramic-based composites