

放电等离子超快速烧结氧化铝力学性能和显微结构研究*

高 濂 洪金生

(中国科学院上海硅酸盐研究所高性能陶瓷和超微结构国家重点实验室 上海 200050)

宫本大树 DIAZ DE LA TORRE Sebastian

(日本大阪府立产业技术综合研究所 大阪 594-1157 日本)

摘 要

本文介绍用放电等离子超快速烧结方法制备的氧化铝陶瓷的力学性能和显微结构特征. 超快速烧结的升温速率为 $600\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$, 在烧结温度不保温, 迅即在 3min 内冷却至 $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以下. 与保温时间为 2h 的无压烧结相比, 可降低烧结温度和提高样品密度. 力学性能研究结果表明, 用放电等离子超快速烧结方法制备的纯氧化铝陶瓷的抗弯强度高达 800MPa 以上, 比通常氧化铝陶瓷的抗弯强度高出一倍. 用 SEM 研究了在不同温度下超快速烧结的纯氧化铝陶瓷的显微结构特征.

关键词 放电等离子烧结, 超快速烧结, 氧化铝陶瓷

分类号 O 539

1 引言

放电等离子烧结 (Spark Plasma Sintering-SPS) 系统利用脉冲能、放电脉冲压力和焦耳热产生的瞬时高温场来实现烧结过程, 其主要特点是通过瞬时产生的放电等离子使被烧结体内部每个颗粒均匀地自身发热和使颗粒表面活化, 因而具有非常高的热效率, 样品内的传热过程可在瞬时完成, 所以通过适当的工艺可实现陶瓷材料的超快速烧结^[1~3]. 本工作用放电等离子烧结方法, 在不同温度下超快速烧结氧化铝陶瓷, 发现与通常保温时间为 2h 的无压烧结相比, 虽然极大地缩短了烧结时间, 但其相应的烧结温度反而可以降低, 烧结密度得以提高. 在 $1400\sim 1550\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的温度范围内, 放电等离子超快速烧结的氧化铝陶瓷的抗弯强度为 800MPa 左右, 比通常氧化铝陶瓷的抗弯强度高出一倍以上. 在 $1450\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烧结的氧化铝陶瓷的抗弯强度高达 860MPa , 维氏硬度为 18.5GPa .

2 实验

用日本住友石炭矿业株式会社制造的 Spark Plasma Sintering System (Dr SINTER 1020) 进行放电等离子超快速烧结的实验装置如图 1 所示, 十分仔细地将日本昭和电工株式会社出品的纯氧化铝粉体 (UA5105) 装入石墨模具内, 然后将石墨模具仔细地放入到 SPS 系统中进行放电等离子烧结, 要确保粉末的中心位置对准测温点. 升温速率为 $600\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$, 不保

* 1998-04-16 收到初稿, 1998-05-12 收到修改稿

温, 迅即在 3min 内冷却至 600 °C 以下, 即取出石墨模具在室温下继续冷却. 以上述相同的烧结制度分别在 1350、1400、1450、1500、1550、1600、1650 和 1700 °C 等不同烧结温度下进行放电等离子超快速烧结, 所得样品为 $\Phi 20\text{mm} \times 5\text{mm}$ 的圆片.

不同温度下烧结得到的样品, 分别用阿基米德法测定密度; 用 AKASHI AVK-C2 硬度试验机以压痕法测定维氏硬度; 用 SHIMADZU AG-20KNG 试验机以三点弯曲法测定抗弯强度, 样品尺寸为 $18 \times 4 \times 3\text{mm}$, 跨距为 10mm, 试验速度为 0.50mm/min, 样品切割后表面精加工, 尤其是受拉表面经仔细抛光; 并用 PHILIPS XL20 高分辨率扫描电子显微镜观察不同温度烧结样品的断口晶粒形貌.

3 结果与讨论

将日本昭和电工株式会社提供的纯氧化铝粉 (UA5105) 产品无压烧结标准曲线 (保温时间为 2h, PLS 2h) 与我们的放电等离子超快速烧结曲线 (不保温, SPS 0min) 相对照 (图 2), 可以看出, 放电等离子烧结不仅比相同温度下的无压烧结极大地缩短了烧结时间, 而且可以提高烧结样品的密

图 1 放电等离子烧结实验装置

Fig. 1 Schematic of the apparatus used for spark plasma sintering

1-graphite die; 2-graphite plates; 3-ram; 4-graphite punch; 5-sample; 6-vacuum chamber; 7-optical pyrometer

度. 而对于制备相同密度的样品而言, 放电等离子烧结可降低烧结温度.

在不同温度下放电等离子超快速烧结所得到的氧化铝陶瓷样品的维氏硬度与烧结温度的关系示于图 3. 从图中可以看出, 在 1450~1500 °C 范围内烧结的样品的维氏硬度在 18GPa 左右, 与通常氧化铝好的数据差不多. 也就是说, 放电等离子超快速烧结的氧化铝陶瓷的硬度没有比常规烧结的样品降低.

图 4 示出不同温度下放电等离子超快速烧结所得到的氧化铝陶瓷样品的抗弯强度与烧结温度的关系. 如图所示, 在 1400~1550 °C 这样宽的温度范围内, 用放电等离子超快速烧结方法制备的氧化铝陶瓷的抗弯强度高达 800MPa 左右, 在 1450 °C

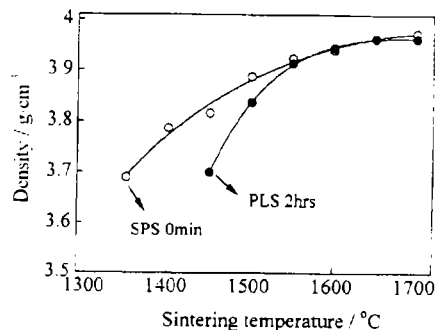


图 2 纯氧化铝陶瓷无压烧结曲线 (PLS 2hrs) 和放电等离子超快速烧结曲线 (SPS 0min)

Fig. 2 Densities as functions of pressureless sintering and SPS temperatures, respectively, for pure Al_2O_3

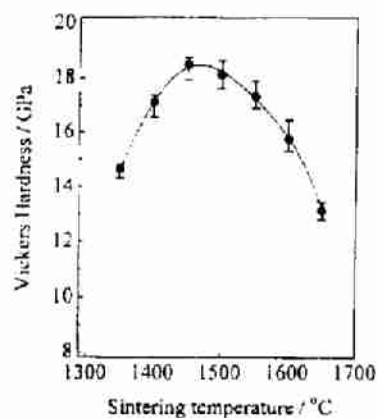


图 3 放电等离子超快速烧结纯氧化铝陶瓷的硬度与烧结温度的关系

Fig. 3 Vickers hardness of pure Al_2O_3 as a function of SPS temperature

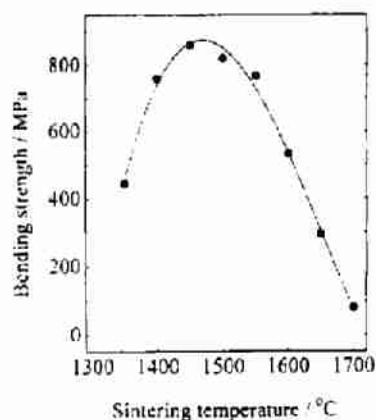


图 4 放电等离子超快速烧结纯氧化铝陶瓷的抗弯强度与烧结温度的关系

Fig. 4 Bending strength of pure Al_2O_3 as a function of SPS temperature

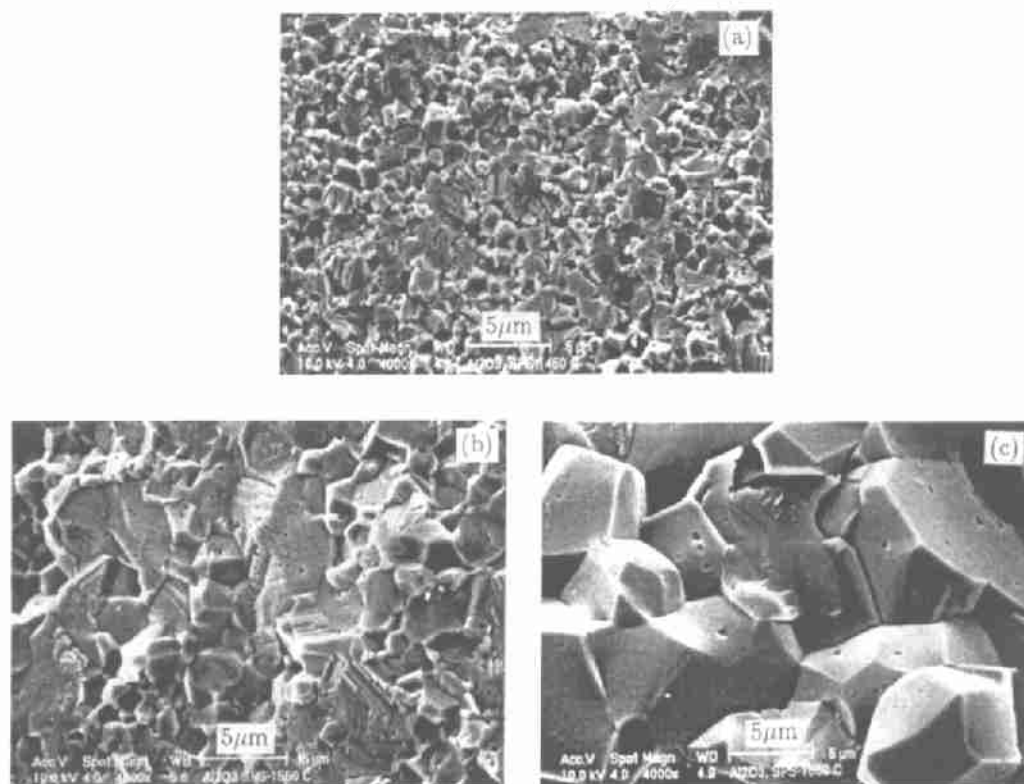


图 5 (a) 1450 °C、(b) 1550 °C 和 (c) 1650 °C 放电等离子超快速烧结纯氧化铝陶瓷的断口扫描电子显微像

Fig. 5 SEM photographs of the fracture surfaces of pure Al_2O_3 samples superfast sintered by SPS at (a) 1450°C, (b) 1550°C and (c) 1650°C, respectively

烧结的氧化铝陶瓷的抗弯强度为 860MPa, 比通常氧化铝陶瓷的抗弯强度 (400MPa) 高出一倍以上. 这个结果是非常有意义的, 表明放电等离子超快速烧结可以大幅度地提高氧化铝陶瓷的抗弯强度. 对于结构陶瓷来说, 抗弯强度无疑是一项非常重要的力学性能, 而氧化铝作为一种廉价的结构材料, 正是由于其抗弯强度不够高而限制了更广泛的应用. 这个结果也给了我们一个重要的启示和信心, 这就是如果我们采用恰当的工艺改善氧化铝的显微结构, 如能增加氧化铝陶瓷的晶界强度, 那么即使用无压烧结, 也有望大幅度地提高其抗弯强度.

对照图 2~4 所示曲线, 可以看到, 对应力学性能最高的烧结温度 1450°C 所对应的密度比较低, 而通常应该是密度比较高的陶瓷材料所对应的力学性能也比较高. 图 5 是分别在 (a) 1450°C、(b) 1550°C 和 (c) 1650°C 放电等离子超快速烧结的氧化铝陶瓷样品断口的高分辨扫描电子显微照片. 从图 5(a) 可见, 样品所含的气孔主要被包在氧化铝晶粒内, 而该样品的断裂中, 穿晶断裂占了很大的比重, 这就是该样品含有这么多气孔而抗弯强度又这么高的主要原因. 而从图 5(c) 可见, 虽然样品的致密度高, 所含的气孔极少, 但氧化铝晶粒尺寸大, 沿晶断裂为主要断裂模式, 因此抗弯强度和硬度都很低.

4 结论

用放电等离子烧结方法, 采用特定的工艺和烧结制度, 可实现陶瓷烧结的超快速致密化, 用该方法制备出抗弯强度比通常氧化铝性能提高一倍以上的氧化铝陶瓷样品, 具有重要的理论和实用意义. 与其他致密化方法相比, 放电等离子烧结不仅可以节约时间、节约能源、提高设备利用率, 而且所得烧结样品晶粒均匀、致密度高、力学性能好, 是一项极有实用价值和广阔应用前景的现代烧结新技术.

参 考 文 献

- 1 Tokita M. J. *Society Powder Technology Japan*, 1993, **30**: 790-804
- 2 高 濂, 宫本大树 (GAO Lian *et al*), 无机材料学报 (Journal of Inorganic Materials), 1997, **12** (2): 129-133
- 3 高 濂, 洪金生, 宫本大树, Sebastian D. De la T (GAO Lian *et al*). 无机材料学报 (Journal of Inorganic Materials), 1998, **13** (1): 18-22

Mechanical Properties and Microstructure of Al_2O_3 Ceramics Superfast Densified by SPS

GAO Lian HONG Jin-Sheng

*(State Key Lab of High Performance Ceramics and Superfine Microstructure, Shanghai Institute of
Ceramics, Chinese Academy of Sciences Shanghai 200050 China)*

MIYAMOTO Hiroki DIAZ DE LA TORRE Sebastian

(Technology Research Institute of Osaka Prefecture Osaka 594-1157 Japan)

Abstract

Al_2O_3 ceramics were successfully superfast densified by spark plasma sintering (SPS) under the conditions of heating rate as high as $600\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$, no holding time at the sintering temperature from 1350 to $1700\text{ }^\circ\text{C}$ and then fast cooling to $600\text{ }^\circ\text{C}$ within 3 minutes. It showed that Al_2O_3 ceramics could reach to a higher density at a lower sintering temperature by SPS, as compared with by normal pressureless sintering. The bending strength of pure Al_2O_3 ceramics superfast densified by SPS at the temperature range of $1400\sim 1550\text{ }^\circ\text{C}$ was as high as about 800 MPa , which is an excellent datum being of more than a double of the bending strength for normal pure Al_2O_3 ceramics. SEM micrographs showed that the intragranular fracture was a preponderant fracture mode in these Al_2O_3 ceramics being of very high bending strength.

Key words superfast densification, spark plasma sintering, Al_2O_3 ceramics