

激光区熔 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Er}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 共晶自生复合陶瓷的组织与断裂韧性

邓杨芳, 张 军, 苏海军, 宋 衍, 刘 林, 傅恒志

(西北工业大学 凝固技术国家重点实验室, 西安 710072)

摘 要: 采用激光区熔快速定向凝固技术制备出 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Er}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ (EAG)共晶自生复合陶瓷, 研究了不同激光扫描速率下材料的凝固组织特征及其演变规律, 并对其力学性能和增韧机制进行了分析. 结果表明: 激光区熔 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{EAG}$ 由连续的 Al_2O_3 和 EAG 两相组成, 两相相互交错分布, 形成均匀的三维网状结构; 共晶间距细小, 在 $0.2\sim 2.1\mu\text{m}$ 之间, 并随着扫描速率的增加规律性地减小. 在低的扫描速率下, 微观组织呈现典型的层片状非规则共晶组织; 当扫描速率增至 $800\mu\text{m/s}$ 时, 出现了胞状及 EAG 树枝晶. 共晶陶瓷的硬度和断裂韧性分别为 18.7GPa 和 $2.45\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$. 微观组织高度细化以及裂纹扩展过程中沿两相界面偏转、分叉等机制提高了材料的韧性.

关 键 词: 氧化物共晶陶瓷; 激光区熔; 微观组织; 断裂韧性

中图分类号: TB332

文献标识码: A

Microstructure and Fracture Toughness of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Er}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ Eutectic Ceramic Prepared by Laser Zone Remelting

DENG Yang-Fang, ZHANG Jun, SU Hai-Jun, SONG Kan, LIU Lin, FU Heng-Zhi

(State Key Laboratory of Solidification Processing, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China)

Abstract: Directionally solidified $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Er}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ (EAG) eutectic ceramic was prepared by laser zone remelting technique. The eutectic morphology and microstructure evolution investigated as a function of laser scanning rate. Moreover, the mechanical properties and toughening mechanisms were studied. The $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{EAG}$ eutectic ceramic consists of only two continuous phases of Al_2O_3 and EAG which interpenetrates with each other to form well-distributed three-dimensional network. The eutectic spacing is only around $0.2\sim 2.1\mu\text{m}$ and reduces with the increase of scanning rate. At low scanning rate, the typical lamellar irregular eutectic structure is obtained. When the scanning rate reaches $800\mu\text{m/s}$, the cellular or dendrite microstructure appears. The hardness and the fracture toughness at room temperature are measured to be 18.7GPa and $2.45\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, respectively. The refined microstructure, crack deflection at phase interface and crack branching contribute to the improved toughness.

Key words: oxide eutectic ceramic; laser zone remelting; microstructure; fracture toughness

为进一步提高燃气涡轮机的效率以满足新一代 材料力学性能的同时, 对氧化物共晶自生复合陶瓷
航空航天领域的发展, 人们在致力于提高传统金属 大力开展了研究^[1-4]. 氧化物共晶自生复合陶瓷具

收稿日期: 2010-10-03; 收到修改稿日期: 2010-11-20

基金项目: 国家自然科学基金(51002122, 50772090); 陕西省自然科学基金(2010JQ6005); 航空科学基金(2010ZF53064); 西北工业大学基础研究基金(G9KY1016); 西北工业大学材料学院“新人新方向”(09XE0104-5); 凝固技术国家重点实验室自主课题(76-QP-2011)

National Natural Science Foundation of China (51002122, 50772090); Natural Science Foundation of Shaanxi Province (2010JQ6005); Aeronautical Science Foundation of China (2010ZF53064); NPU Foundation for Fundamental Research (NPU-FFR-G9KY1016); New People and New Directions Foundation of School of Materials Science and Engineering in NPU (09XE0104-5); Research Fund of the State Key Laboratory of Solidification Processing in NPU (76-QP-2011)

作者简介: 邓杨芳(1986-), 女, 硕士研究生. E-mail: fang_nwpu@163.com

通讯作者: 张 军, 教授. E-mail: zhjscott@nwpu.edu.cn

有高熔点、高比强度以及抗氧化等优异于金属材料的特性,在定向凝固过程中,基体和第二相从熔体中同时共生复合,有效消除了晶界和无定形相,形成了大面积结合牢固洁净的相界面,具有极好的高温组织稳定性^[3].其中,氧化铝基共晶陶瓷具有高强度、抗蠕变以及从室温到熔点附近(1800℃)的氧化环境中都保持良好的组织和性能稳定性,是最有希望的高温氧化气氛下长期工作的超高温结构材料^[1,3].

目前,关于氧化物共晶自生复合陶瓷的研究与应用主要集中在高温结构材料领域,如:定向凝固 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GdAlO}_3$ 及 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}/\text{ZrO}_2$ 等共晶体系^[5-7].然而在共晶陶瓷中,当不同的第二相与基体相结合而具有某些特殊的物理性能(如光、电、磁、热性能)时,就成为一种结构功能一体化的材料,进一步扩大了共晶陶瓷的应用领域.加入稀土 Er_2O_3 制备的 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Er}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}(\text{EAG})$,由于 Er^{3+} 的作用,材料在 $1.5\mu\text{m}$ 的波长处发射出窄而尖锐的辐射峰,具有优异的选择性辐射功能,可以作为热辐射器使用在高温氧化环境中^[8-9].

氧化物共晶陶瓷的制备方法主要有 Bridgman 法、微抽拉法以及激光区熔法^[10].激光区熔法是制备氧化物共晶陶瓷的一种新途径,具有温度梯度高($10^6\sim 10^7\text{K/m}$),无需使用坩埚、无污染、生长速率快等优点,能够快速熔化高熔点陶瓷并获得超细化的组织,从而提高材料的性能,但是较少应用到 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{EAG}$ 体系中.激光区熔共晶陶瓷的微观结构以及共晶间距都依赖于凝固过程中的激光扫描速率,研究共晶陶瓷在不同扫描速率下的凝固特性,将有助于通过控制微观组织来提高材料的力学性能.本工作采用激光区熔技术制备 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{EAG}$ 共晶陶瓷,研究不同扫描速率下材料的微观组织形态及其演变规律,并在此基础上对其力学性能(硬度和断裂韧性)以及增韧机制进行分析与测试.

1 实验

1.1 激光水平区熔实验

实验采用激光区熔定向凝固法制备 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{EAG}$ 共晶陶瓷.原料采用商售高纯纳米级 Al_2O_3 粉末(99.99%, 150nm)与高纯 Er_2O_3 (99.99%, 50nm)超细粉末.根据 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Er}_2\text{O}_3$ 二元相图^[11]按共晶成分摩尔比 81: 19 混合,加入 5wt%左右的 PVA 粘结剂充分搅拌混合均匀.自然风干 2h 后,将混合好的粉料填入预先设计好的不锈钢模具中,在 100MPa 压制成 $70\text{mm}\times 10\text{mm}\times 5\text{mm}$ 的长方体状预制体.然后再将

预制体试样置于高温烧结炉内,以 600°C/h 升温速率加热至 1500°C ,保温 3h 后随炉冷却,获得具有一定强度和致密度的 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Er}_2\text{O}_3$ 烧结板状试样.

激光水平区熔实验采用 ROFIN-SINAR850 型 5kW CO_2 连续激光器,配备 LMP-408 型五轴四连动四坐标数据工作台.设置激光输出功率和光斑离焦量,获得具有一定直径和功率密度的激光束.实验前,将工作室抽至真空,并充入一定量的氩气保护气氛.实验中激光束以一定的扫描速率定向扫过预制体试样,在激光的高能量密度下试样瞬间熔化,发生共晶反应,并快速凝固生成共晶陶瓷.通过调节扫描速率($20\sim 2000\mu\text{m/s}$)获得了不同尺寸以及不同组织的 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{EAG}$ 共晶陶瓷.

1.2 分析测试

将激光区熔 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{EAG}$ 共晶陶瓷试样进行切割、研磨、抛光等常规晶相处理后,然后用 $70\sim 80^\circ\text{C}$ 的磷酸进行腐蚀,用于研究共晶陶瓷的凝固组织形貌特征及演化规律.使用 Supra 55 型场发射扫描电镜(SEM)对试样在不同扫描速率下的组织进行观察.由于陶瓷导电性差,在进行扫描电镜观察前须在试样表面进行喷金处理.采用 D/MAX-2400 X 型 X 射线衍射仪(XRD)进行组织相组成分析.

使用德国 Wolpert 牌 M-Tester 型 Vickers 硬度计,采用显微压痕技术测试室温下材料的硬度和断裂韧性.图 1 是 Vickers 压痕裂纹示意图,实验压制载荷为 4.9N,保载时间 15s,在材料中选取 10 个点进行压痕实验.对于 Median 裂纹,硬度及断裂韧性公式为^[12]:

$$H_V = P/F = 1.8544P/d^2 \quad (1)$$

$$K_{IC} = 0.016(E/H_V)^{1/2}(P/c^{3/2}) \quad (2)$$

式中, P 为压制载荷, F 为压痕凹面面积, E 为弹性模量, c 为裂纹半长, d 为压痕对角线长度的平均值.用光学显微镜观察压痕表面及裂纹扩展情况,并准确测量压痕尺寸及裂纹长度,通过公式进行计算.采用 SEM 观察裂纹增殖行为并分析共晶陶瓷的断裂及增韧机制.

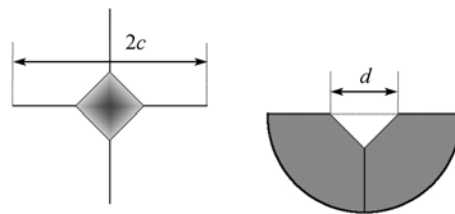


图 1 Vickers 压痕裂纹构型示意图

Fig. 1 Schematic diagram of Vickers microindentation

2 结果与讨论

2.1 微观组织分析

实验表明,调节激光扫描速率在 $20\sim 100\mu\text{m/s}$ 的低速范围时,可以有效消除气孔,获得 $8\text{mm}\times 4\text{mm}$ 表面光滑内部致密的 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{EAG}$ 共晶陶瓷。扫描速率较低时,气泡有充分的时间从熔体中向外扩散并逸出。在激光悬浮区熔中,Olite 等^[13]研究得出生长速率对气孔的产生起着决定性的影响,生长速率增至 500mm/h 时,孔洞就会产生。

图 2(a)和(b)分别是激光区熔 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{EAG}$ 横截面及纵截面的背散射扫描(BSE)照片,结合 XRD 图谱得知:材料的微观组织中含有单晶 Al_2O_3 相以及石榴石结构的 EAG 相,用 EDS 确定出 BSE 照片中黑色区域为 Al_2O_3 相,灰色区域为 EAG 相。两相的标准衍射峰与 XRD 图谱中衍射峰十分吻合,未发

现其它杂质相的衍射峰,符合 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Er}_2\text{O}_3$ 二元体系相图^[11]。从纵、横截面的 BSE 照片中可以推出 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{EAG}$ 的微观组织是一种由 Al_2O_3 和 EAG 两相互贯穿而形成的三维网状结构,是典型的非规则共晶组织,与其它方法定向凝固制备的 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{EAG}$ 二元共晶陶瓷一致^[14-15]。在纵截面上可以看出, $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{EAG}$ 的微观组织与横截面组织差异不大,没有明显的定向特征,但整体上表现出一定的方向性,如图 2(b)中的箭头所指。在激光区熔过程中,定向凝固的实现是从熔池底部到顶部表面的定向凝固,凝固方向在熔池底部到中心部位再到表面是呈弧形曲线逐渐变化的,从垂直于熔池底部转变为基本沿表面水平方向^[16]。此外,熔池不同部位的温度梯度也不同,从表面到底部的温度梯度逐渐增大,因此微观结构也存在差异,组织从底部到表面逐渐发生细化^[10]。

由于 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{EAG}$ 具有非规则的共晶组织,两相交错分布,使得共晶间距的测量较为复杂。为此采用单位面积 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{EAG}$ 两相的界面长度来表示组织的平均共晶间距。具体公式为:

$$\lambda = 2d^2/l \quad (3)$$

d 为选取 SEM 正方形图像的长度, l 为两相界面的总长度。此方法对于测量组织的平均间距具有很强的客观性, Mizutani 等^[17]也采用此方法测量了 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$ 非规则共晶的相间距,认为测试结果与用传统方法计算的共晶间距是一致的。

图 3(a)~(c)是不同扫描速率下 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{EAG}$ 的微观组织, 3(d)是各扫描速率下组织的共晶间距,可以看出, $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{EAG}$ 的共晶间距细小,在 $0.2\sim 2.1\mu\text{m}$ 之间,比 Nakagawa 等^[15]使用改进的 Bridgman 法制备的 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{EAG}$ 共晶间距($20\sim 30\mu\text{m}$)小一个数量级。微观组织高度细化的原因主要是:激光区熔制备过程中,液固界面前沿温度梯度大大提高以及凝固速率显著加快。温度梯度和凝固速率是影响微观组织的两个重要因素^[18],激光区熔定向凝固无论是温度梯度还是凝固速率都要比传统的定向凝固高 1~2 个数量级,从而产生极快的冷却速率,最终形成近于亚微米级的凝固组织。从图 3 中还可以得知:共晶间距随扫描速率的增大逐渐减小,主要因为扫描速率增大的同时提高了温度梯度及凝固速率,形核率随之增加,从而致使微观组织得到细化。扫描速率为 $2000\mu\text{m/s}$ 时,共晶间距减小到 $0.2\mu\text{m}$ 。

此外,研究发现在低的扫描速率下,随扫描速率的增大,组织发生细化,但共晶形貌特征并没有发生明显的变化, Al_2O_3 和 EAG 两相相互交织,均匀

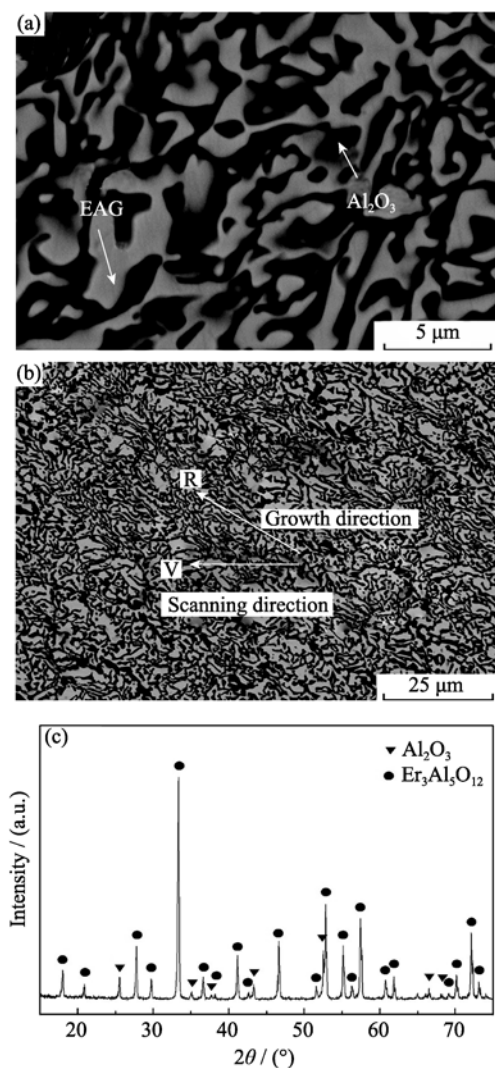


图2 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{EAG}$ 共晶陶瓷典型的显微组织和 XRD 图谱
Fig. 2 Typical microstructures and XRD pattern of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{EAG}$ eutectic ceramic
(a) Cross section; (b) Longitudinal section; (c) XRD pattern of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{EAG}$ eutectic ceramic

分布, 呈典型的非规则共晶组织, 如图 3 所示. 而当扫描速率增大到 $800\mu\text{m/s}$ 以上时, 试样中出现了明显的胞状和树枝状组织, 如图 4 所示共晶形态的转变可结合 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Er}_2\text{O}_3$ 二元相图^[11]与不对称共晶共生区^[19](由于两相的生长动力学不同, 材料的共生共晶区将偏向高熔点的 Al_2O_3 相, 共晶生长区为不对称分布) 来说明, 如图 4(c). 在凝固过程中, 随着凝固速率的加快, 使得 $G/V < \Delta T/D$ (G 为温度梯度, V 为凝固速率, ΔT 为成分过冷度, D : 溶质分配系数), 产生成分过冷, 导致共晶平面状的固/液界面失稳. 图 4(a)即为 EAG 相转变为椭圆形的胞状结构, 最后生成了条带状的组织. 激光功率的波动或激光工作台的振动也会给凝固界面产生扰动, 对胞状组织的形成也产生一定的影响^[20]. 随着扫描速率进一步增大, 成分过冷加剧, 胞状组织向树枝晶转变, 生成

粗大的 EAG 枝晶, 如图 4(b). 所以, 即使是共晶成分点的材料在快速凝固过程中也能得到具有初生树枝晶的共晶组织. 此外, 在大块的树枝晶周围发现了部分规则的层片组织, 如图 4(b)中的放大图, Yoshikawa 等^[21]也报道了此类非规则共晶向规则共晶转变的现象, 说明了小平面向高速生长过程中有弱化的趋势, 小平面向非小平面向转变的行为影响了共晶形貌的类型^[22], 生成了规则的层片共晶组织.

2.2 硬度和断裂韧性

图 5(a)是 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{EAG}$ 共晶陶瓷的显微压痕形貌, 判断得出压痕裂纹属于 Median 裂纹 ($c/a > 2.5$), 满足公式(2). 取 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{EAG}$ 共晶陶瓷的弹性模量为 311GPa ^[23], 图 5(b)为材料的平均硬度与断裂韧性随激光扫描速率增大的变化曲线. 材料的硬度范围高达 $16.1\sim 18.7\text{GPa}$, 高于 Mesa 等^[23]报道的 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{EAG}$

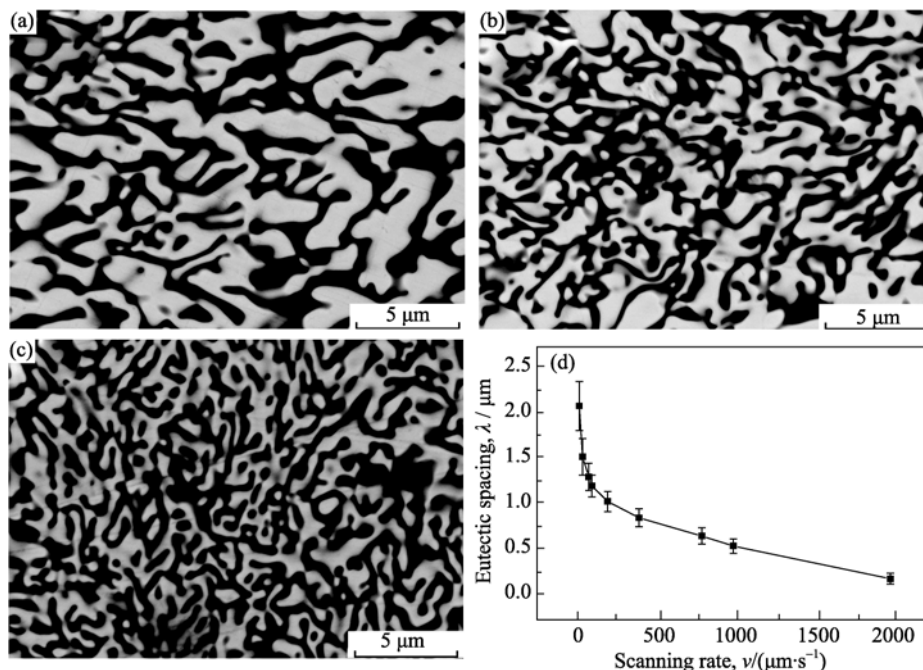


图 3 不同扫描速率下试样的微观组织

Fig. 3 Microstructures of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{EAG}$ eutectic ceramic grown at different scanning rates (a) $10\mu\text{m/s}$, (b) $100\mu\text{m/s}$, (c) $200\mu\text{m/s}$, and (d) relationship between the interphase spacing and scanning rate

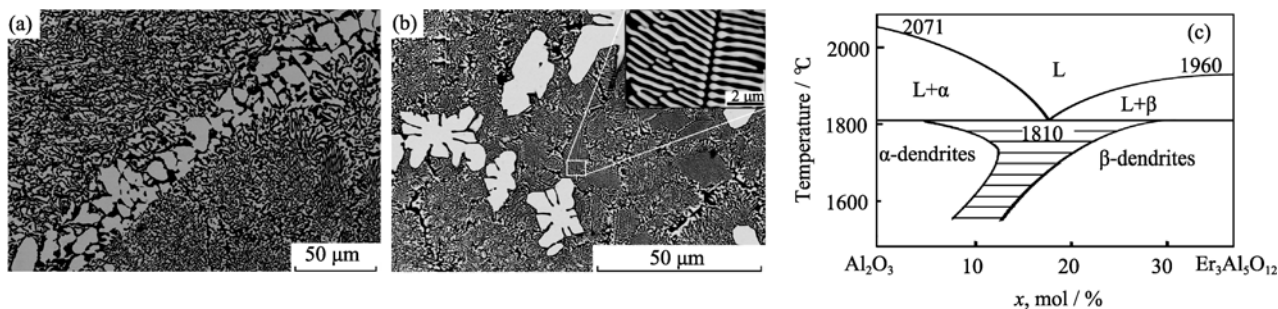


图 4 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{EAG}$ 的胞状及树枝状组织

Fig. 4 Cellular and dendritic structures in the $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{EAG}$ eutectic ceramic Scanning rates of (a) $800\mu\text{m/s}$; (b) $1000\mu\text{m/s}$, and (c) unsymmetrical coupled eutectic growth zone associated with irregular binary eutectics^[11, 19]

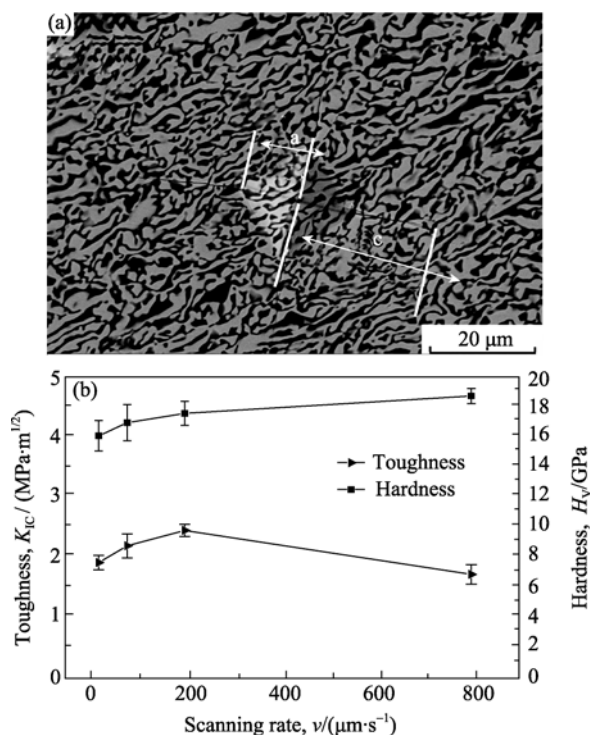


图5 (a) 激光区熔 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{EAG}$ 的 Vickers 压痕形貌; (b) 不同扫描速率下试样的硬度以及断裂韧性

Fig. 5 (a) Vickers indentation morphology of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{EAG}$; (b) Hardness and fracture toughness of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{EAG}$ grown at different laser scanning rates

的硬度, 接近于定向凝固 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$ 的硬度^[10]. 图5(b)中还可以看出材料的硬度随扫描速率的增大而增加. 扫描速率的增加致使共晶间距快速减小, 进一步增强了 Al_2O_3 和 EAG 的界面结合, 有效限制了压痕附近的微观塑性变形.

激光区熔 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{EAG}$ 的室温断裂韧性值达到 $2.45\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, 比激光悬浮区熔 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{EAG}$ ^[23]提高了近 30%, 与 Pastor 等^[24]采用激光区熔制备的 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$ 共晶陶瓷的测试结果基本一致. 此外, Pastor 等研究表明: 二元共晶陶瓷由于残余应力较小, 断裂韧性从室温到 1500K 基本保持不变, 但高于 1500K 后, 材料发生明显的塑性变形, 断裂韧性能够提高至 $4\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$. 材料的断裂韧性随扫描速率的增大呈现先增大后减少的趋势, 主要是在低的扫描速率下, 随着扫描速率的增大, 微观组织逐渐细化. 微观组织的细化通常能有效提高材料的韧性, 因此断裂韧性随扫描速率的增大而增大. 而当扫描速率增大到一定程度时, 微观组织将出现包状组织甚至树枝状组织, 如图 4. 这些组织对材料的性能极其有害, 导致韧性的下降, 在制备过程中应避免这类组织的出现.

2.3 增韧机制

采用压痕法预制裂纹并对裂纹扩展路径进行显微观察(如图 6), 发现裂纹扩展最基本的方式是穿晶裂纹扩展, 同时伴随其它模式出现. 裂纹穿晶扩展时, 可通过细化组织来提高陶瓷材料的韧性. 激光区熔快速凝固使得相间距大幅度减小, 相的小尺寸效应致使共晶相间以及裂纹之间相互作用增强, 有效阻止了裂纹的产生与扩展. 在(图 6(a))的裂纹扩展照片中观察到裂纹沿界面偏转现象, 当裂纹扩展到两相的界面处时, 由于界面应力的作用, 在沿晶界处可能形成微裂纹, 使得主裂纹尖端的应力集中分散^[25], 造成裂纹的偏转(如箭头所指), 与 Mesa 等^[23]报道的激光悬浮区熔 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{EAG}$ 的裂纹仅沿穿晶方式扩展不同. 虽然只观察到小部分裂纹偏转, 但已偏移了主裂纹生长的方向, 削弱了裂纹扩展的能量, 从而提高了材料的断裂韧性. 此外, 在激光区熔 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{EAG}$ 中, 部分裂纹还存在分叉现象如图 6(b), 分叉导致了裂纹尖端能量减弱并快速消失. 因此, 裂纹沿共晶两相界面偏转及分叉增大了裂纹扩展的阻力, 有效消耗了裂纹扩展的能量, 并与高度细化的凝固组织相互作用, 最终消弱的裂纹被捕获, 达到了增韧的效果.

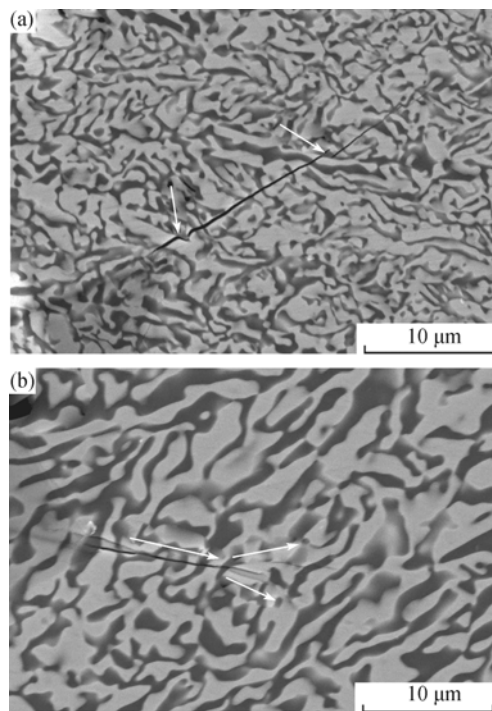


图6 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{EAG}$ 共晶陶瓷中压痕裂纹的扩展方式
Fig. 6 Crack propagation in the $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{EAG}$ eutectic ceramic
(a) Crack deflection along the interface; (b) Crack branching

3 结论

1) 激光区熔 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{EAG}$ 共晶陶瓷由 Al_2O_3 和 EAG 两相组成, 两相相互贯穿形成连续的三维网状结构. 共晶相界面结合牢固, 组织致密, 有效消除了晶界. 共晶间距细小, 在 $0.2\sim 2.1\mu\text{m}$ 之间, 并且随着扫描速率的增大逐渐减小.

2) 在低扫描速率下, $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{EAG}$ 的微观组织属典型的非规则层片共晶组织; 当扫描速率达到 $800\mu\text{m/s}$ 时, 出现了胞状组织和初生 EAG 相树枝晶.

3) 共晶陶瓷的硬度高达 18.7GPa , 断裂韧性随扫描速率的增大呈现先增大后减少的趋势, 最高为 $2.45\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$. 共晶组织的细化以及裂纹扩展过程中的沿相界面偏转、分叉是主要增韧机制.

参考文献:

- [1] Waku Y, Nakagawa N, Wakamoto T, *et al.* A ductile ceramic eutectic composite with high strength at 1873 K. *Nature*, 1997, **389**(6646): 49–52.
- [2] 潘振魁, 张惠丰, 郭景坤(PAN Zhen-Su, *et al.*). 定向凝固共晶多相复合陶瓷的研究现状. 无机材料学报(Journal of Inorganic Materials), 1999, **14**(4): 513–519.
- [3] LLorca J, Orera V M. Directionally solidified eutectic ceramic oxides. *Prog. Mater. Sci.*, 2006, **51**(6): 711–809.
- [4] Su H J, Zhang J, Deng Y F, *et al.* A modified preparation technique and characterization of directionally solidified $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ eutectic *in situ* composites. *Scr. Mater.*, 2009, **60**(6): 362–365.
- [5] Waku Y, Nakagawa N, Ohtsubo H, *et al.* Fracture and deformation behavior of melt growth composites at very high temperatures. *J. Mater. Sci.*, 2001, **36**(7): 1585–1594.
- [6] Gouadec G, Colombari P H, Piquet N, *et al.* Raman/ Cr^{3+} fluorescence mapping of a melt-grown $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GdAlO}_3$ eutectic. *J. Eur. Ceram. Soc.*, 2005, **25**(8): 1447–1453.
- [7] Lee J H, Yoshikawa A, Murayama Y, *et al.* Microstructure and mechanical properties of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{ZrO}_2$ ternary eutectic materials. *J. Eur. Ceram. Soc.*, 2005, **25**(8): 1411–1417.
- [8] Sai H, Yugami H, Nakamura K, *et al.* Selective emission of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Er}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ eutectic composite for thermophotovoltaic generation of electricity. *Jpn. J. Appl. Phys.*, 2000, **39**: 1957–1961.
- [9] Adachi Y, Yugami H, Shibata K, *et al.* Compact TPV Generation System Using $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Er}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ Eutectic Ceramics Selective Emitters. Thermophotovoltaic Generation of Electricity: Sixth Conference on Thermophotovoltaic Generation of Electricity, Freiburg, Germany, 2004: 198–205.
- [10] 苏海军. 超高温氧化铝基共晶自生复合陶瓷的凝固组织与性能. 西安: 西北工业大学博士论文, 2009.
- [11] Waku Y, Nakagawa N, Ohtsubo H, *et al.* High temperature properties and thermal stability of a unidirectionally solidified $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Er}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ eutectic composites. *J. Jpn. Inst. Met.*, 2000, **64**(2): 101–107.
- [12] Anstis G R, Chantikul P, Lawn B R, *et al.* A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: I, direct crack measurements. *J. Am. Ceram. Soc.*, 1981, **64**(9): 533–538.
- [13] Oliete P B, Peña J I. Study of the gas inclusions in $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ and $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{ZrO}_2$ eutectic fibers grown by laser floating zone. *J. Cryst. Growth*, 2007, **304**(2): 514–519.
- [14] Fernandez J M, Sayir A, Farmer S C, *et al.* High temperature creep deformation of directionally solidified $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Er}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$. *Acta Mater.*, 2003, **51**(6): 1705–1720.
- [15] Nakagawa N, Ohtsubo H, Waku Y, *et al.* Thermal emission properties of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Er}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ eutectic ceramics. *J. Eur. Ceram. Soc.*, 2005, **25**(8): 1285–1291.
- [16] Su H J, Zhang J, LIU L, *et al.* Effects of laser processing parameters on solidification microstructures of ternary $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}/\text{ZrO}_2$ eutectic *in situ* composite and its thermal property. *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, 2009, **19**(6): 1533–1538.
- [17] Mizutani Y, Yasuda H, Ohnaka I, *et al.* Coupled growth of unidirectionally solidified Al_2O_3 -YAG eutectic ceramics. *J. Cryst. Growth*, 2002, **244**(3/4): 384–392.
- [18] 崔春娟, 张军, 苏海军, 等. (CUI Chun-Juan, *et al.*). 共晶自生复合场发射材料的定向凝固组织特征. 无机材料学报(Journal of Inorganic Materials), 2007, **22**(5): 1019–1024.
- [19] Kurz W, Fisher D J. Fundamentals of Solidification, the first edition. Lausanne: Trans Tech Publications. 1984: 110–112.
- [20] 苏海军, 张军, 刘林, 等(SU Hai-Jun, *et al.*). 定向凝固 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$ 共晶自生复合材料的组织形态及非规则共晶生长. 金属学报(Acta Metall. Sin.), 2008, **44**(4): 457–462.
- [21] Yoshikawa A, Epelbaum B M, Hasegawa K, *et al.* Microstructures in oxide eutectic fibers grown by a modified micro-pulling-down method. *J. Cryst. Growth*, 1999, **205**(3): 305–316.
- [22] Yoshikawa A, Hasegawa K, Lee J H, *et al.* Phase identification of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{RE}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ and $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{REAlO}_3$ (RE=Sm-Lu, Y) eutectics. *J. Cryst. Growth*, 2000, **218**(1): 67–73.
- [23] Mesa M C, Oliete P B, Orera V M, *et al.* Microstructure and mechanical properties of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Er}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ eutectic rods grown by the laser-heated floating zone method. *J. Eur. Ceram. Soc.*, 2010, **31**(7): 1241–1250.
- [24] Pastor J Y, LLorca J, Martín A, *et al.* Fracture toughness and strength of Al_2O_3 - $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ and Al_2O_3 - $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ - ZrO_2 directionally solidified eutectic oxides up to 1900K. *J. Eur. Ceram. Soc.*, 2008, **28**(12): 2345–2351.
- [25] 郭景坤(GUO Jing-Kun). 陶瓷材料的强化与增韧新途径的探索. 无机材料学报(Journal of Inorganic Materials), 1998, **13**(1): 23–26.