

## 振荡压力烧结法制备高致密度细晶粒氧化锆陶瓷

李双<sup>1,2</sup>, 谢志鹏<sup>1</sup>

(1. 清华大学材料学院, 新型陶瓷与精细工艺国家重点实验室, 北京 100084; 2. 山东理工大学资源与环境工程学院, 淄博 255049)

**摘要:** 针对重大工程和关键技术对高强韧性、高可靠性陶瓷部件的迫切需求, 本研究提出了适用于高性能陶瓷制备的振荡压力烧结(Oscillatory Pressure Sintering, OPS)新方法, 并采用此种方法制备了高致密度、细晶粒、高强度和高可靠性的氧化锆陶瓷。作为对比, 在相同的温度条件下分别采用无压烧结(Pressureless Sintering, PS)和热压烧结(Hot Pressing, HP)制备了氧化锆陶瓷。SEM 研究表明振荡压力抑制了高温下氧化锆晶粒的快速生长, 统计表明 OPS 氧化锆的平均晶粒尺寸为 251 nm, 而 PS 氧化锆、HP 氧化锆的平均晶粒尺寸分别为 451 nm 和 298 nm。另外, 振荡压力引发的晶粒塑性变形和晶界滑移促进了晶界处闭气孔的排出, 使 OPS 氧化锆的体积密度提高到 99.7%。氧化锆致密度的提高及晶粒细化使其断裂强度从 1003 MPa 提高到 1572 MPa, Weibull 模数从 13 提高到 32。另外, 低温老化实验表明 OPS 氧化锆的抗老化性能也得到显著提高。

**关键词:** 振荡压力; 晶粒细化; 强度韧性; 致密度

中图分类号: TB332 文献标识码: A

## Preparation of Zirconia Ceramics with High Density and Fine Grains by Oscillatory Pressure Sintering

LI Shuang<sup>1,2</sup>, XIE Zhi-Peng<sup>1</sup>

(1. State Key Laboratory of New Ceramics and Fine Processing, School of Materials Science and Engineering, Tsinghua University, Beijing 100084, China; 2. School of Resources and Environmental Engineering, Shandong University of Technology, Zibo 255049, China)

**Abstract:** To fulfill the demands of ceramic components with high strength, high toughness and high reliability in key projects, a novel oscillatory pressure sintering (OPS) method was proposed in this study. With this new method, zirconia ceramics with high relative density, fine grains, high fracture strength, and excellent reliability, were prepared. As a comparison, zirconia ceramics were sintered by pressure-less sintering (PS) method and hot pressing (HP) method at same temperature. SEM analysis shows that the oscillatory pressure inhibits the rapid grain growth of zirconia at high temperature. Statistic results indicate that the OPS zirconia presents fine grain size at 251 nm, while the average sizes of PS and HP zirconia are 451 and 298 nm, respectively. In addition, the oscillatory pressure induces plastic deformation of grains and sliding of grain boundaries, facilitating elimination of closed pores at grain boundaries. As a result, the relative density of OPS zirconia reaches approximately 99.7%. Due to the refinement of grains and the increase in relative density, the OPS zirconia presents an increase from 1003 MPa to 1572 MPa in flexural strength, and an increase from 13 to 32 in Weibull modulus. Furthermore, its resistance to low temperature degradation is also improved because of the

收稿日期: 2015-08-17; 收到修改稿日期: 2015-09-30

基金项目: 国家自然科学基金项目(51427802) National Natural Science Foundation of China (51427802)

作者简介: 李双(1981-), 男, 博士, 讲师. E-mail: shuangli1981@gmail.com

通讯作者: 谢志鹏, 教授. E-mail: xzp@mail.tsinghua.edu.cn

microstructure evolution.

**Key words:** oscillatory pressure; grain refinement; strength and toughness; relative density

高性能结构陶瓷具有高强度、高硬度、耐磨损、耐腐蚀、耐高温和化学性质稳定等一系列优异性能,在航空宇航、电子电器、机械制造、能源化工和生命科学等领域受到的关注日益增强,应用领域也日益广泛。然而,多样化的应用环境也对陶瓷材料的性能提出了更高的要求<sup>[1-2]</sup>。例如,航天火箭涡轮发动机用的氮化硅陶瓷轴承<sup>[3]</sup>、核聚变工程全超导托卡马克装置中的氧化锆或氧化铝绝缘氦通道管<sup>[4]</sup>、半导体电子封装工业中用的寿命需要达到一百万次的氧化锆陶瓷顶针、超高压活塞泵中的氮化硅陶瓷柱塞等等,都迫切需要有效控制材料的内部缺陷,提高陶瓷材料的断裂强度及可靠性等指标。

陶瓷材料的强度和韧性等力学行为对组织结构具有高度的敏感性,尤其是气孔、微裂纹等各种微观缺陷,导致其实际力学性能远低于理论强度<sup>[5-6]</sup>。因此,提高陶瓷材料的强度和韧性必须努力提高材料的致密度使其达到或接近理论密度,消除材料内部的气孔、团聚体、微裂纹等微缺陷,抑制晶粒生长,使晶粒尺寸和形状均匀化<sup>[7-10]</sup>。在陶瓷材料制备过程中,烧结过程是控制材料微观性能的重要步骤,该过程涉及温度、压力和气氛等因素及其调控,因此产生了常压烧结、真空烧结、压力烧结、气氛烧结及各种各样的场辅助烧结技术<sup>[11-15]</sup>。

通过施加压力提高陶瓷材料致密度的技术主要有热压烧结(HP)、热等静压烧结(HIP)和放电等离子烧结(SPS)三种。上述三种压力烧结方法都是在高温烧结过程中对粉料施加外力,通过这个外力赋予粉料更高的烧结驱动力,促进颗粒滑移、粘性流动等机制,从而制备具有较高力学性能和可靠性的陶瓷构件。然而,目前各种压力烧结技术所施加的轴向压力皆为静态恒定压力。在烧结过程中,静态压力的局限性主要表现在:烧结开始前,恒定压力作用下颗粒无法充满模具、颗粒无法滑移重排、颗粒团聚体无法充分解聚,使得素坯的堆积密度远小于其理论堆积密度;而在烧结后期,静态压力下晶界处残留闭气孔无法得到有效排除,而闭气孔是制约结构陶瓷力学性能提高的重要因素。因此,采用静态恒定压力烧结方法无法充分发挥压力对加速坯体致密化、降低烧结温度、减少保温时间,以及抑制晶粒生长等的作用,难以满足极端应用环境对陶瓷材料的需求。

近几年来,动态压力在粉体制备、材料加工和

部件考核中的应用日益广泛<sup>[16-17]</sup>。Gourdin 等<sup>[18]</sup>明确提出动态压力在促进粉体致密化及提高材料强度方面的作用显著。因此,本研究将振荡压力应用于氧化锆陶瓷的烧结,研究了振荡压力对氧化锆陶瓷微观结构与力学性能的影响;通过对比无压烧结(Pressureless Sintering, PS)氧化锆和热压烧结(Hot pressing, HP)氧化锆的结构与性能,初步阐述了振荡压力烧结(Oscillatory Pressure Sintering, OPS)技术的特点。

## 1 实验方法

### 1.1 实验原料

实验所用的氧化锆粉体为商用氧化锆,采用湿化学法制备,稳定剂选用氧化钇,含量为 3mol%。氧化锆粉体的形貌如图 1 所示,平均粒径为 80 nm,比表面积为 10 m<sup>2</sup>/g。

### 1.2 制备方法

采用自制振荡压力烧结设备制备振荡压力烧结氧化锆,该设备可以对待烧粉体施加振幅与频率可控的振荡压力,从而提供较高的烧结驱动力,促进材料的致密化。振荡压力烧结设备的压力输出装置如图 2(a)所示:压力控制器 I 通过控制伺服阀 I 提供压力  $P_c$ ,  $P_c$  为恒定压力,数值较大;压力控制器 II 通过控制伺服阀 II 提供压力  $P_o$ ,  $P_o$  为振荡压力,数值较小;  $P_c$  与  $P_o$  在压力点处有效耦合,从而提供一个振荡与频率可控的振荡压力。上述压力耦合方法可以提供数值较大、振幅较小的振荡力,避免单一

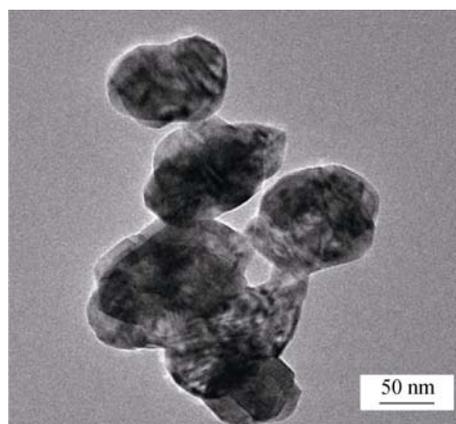


图 1 氧化锆粉体的 TEM 照片

Fig. 1 TEM images of zirconia particles

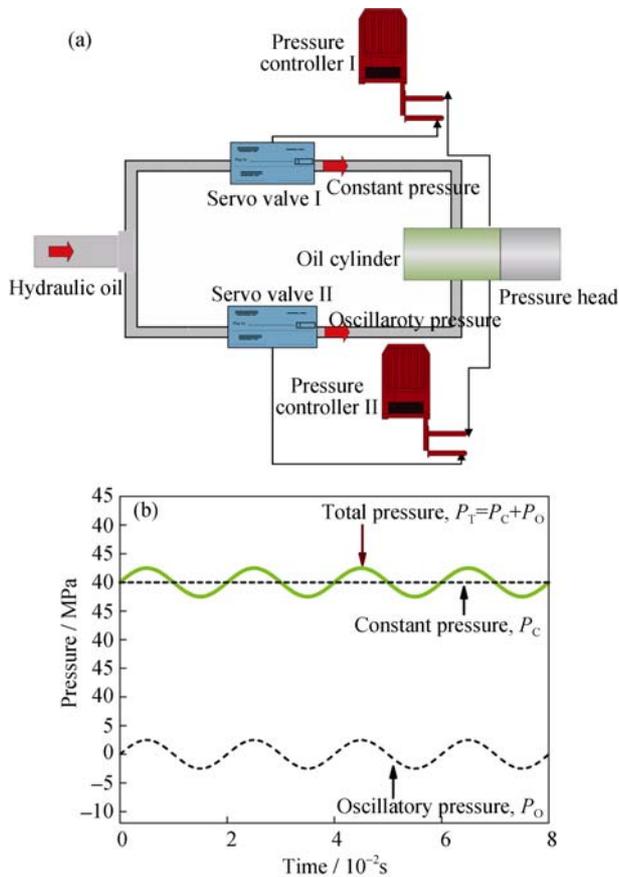


图 2 振荡压力耦合装置示意图(a)振荡压力耦合原理示意图(b)

Fig. 2 Schematic of the coupling apparatus for oscillatory pressure (a) and the coupling mechanism for oscillatory pressure ( $P_T$ )

振荡压力对待烧材料及模具造成的冲击损害。

采用下述工艺过程制备 OPS 氧化锆:

- (1) 将氧化锆粉体装入石墨模具, 模具内径 50 mm;
- (2) 向炉体通入氩气作为保护气体, 施加预压力 5 MPa(恒定压力), 缓慢升温, 升温速率 100 °C/h;
- (3) 当温度达到 800 °C 后保温 30 min, 排除粉体中含有的结合剂等有机质;
- (4) 将轴向压力(恒定压力)增加到 15 MPa, 以 100 °C/h 的升温速率继续升温到 1000 °C, 保温 30 min;
- (5) 将轴向压力(恒定压力)增加到 30 MPa, 升温到 1450 °C, 升温速率 50 °C/min;
- (6) 温度达到 1450 °C 后施加振荡压力, 振荡压力波形如图 2(b) 所示, 压力变化范围为 27.5~32.5 MPa, 频率为 50 Hz, 保温时间为 45 min;
- (7) 保温完成后降温到 900 °C, 降温速率 100 °C/h, 并缓慢卸压;
- (8) 降温到 900 °C 后, 材料随炉自然冷却到室温。

作为对比, 采用相同的氧化锆原料进行无压烧结和热压烧结。HP 氧化锆的制备方法与 OPS 氧化锆相似, 只是在保温阶段一直施加 30 MPa 的恒定压力。PS 氧化锆的制备步骤如下:

- (1) 将氧化锆粉末压坯, 坯体尺寸  $\phi 50$  mm $\times$ 10 mm, 压力 30 MPa;
- (2) 坯体干燥后移入马弗炉, 温度制度与 OPS 氧化锆相同。

### 1.3 表征

采用阿基米德法测量氧化锆的体积密度。采用透射电子显微镜(JEOL-2100F; JEOL, Japan)观察氧化锆粉体形貌及尺寸。采用扫描电子显微镜(LEO-1503; LEO, Oberkochen, Germany)研究材料的微观结构和晶粒尺寸, 同时采用拦截法统计抛光处的晶粒尺寸和晶粒分布。采用三点弯曲法测量材料的抗弯强度, 试样尺寸为 3 mm $\times$ 4 mm $\times$ 36 mm, 跨距为 30 mm, 加载速率为 0.5 mm/min。氧化锆的老化实验执行 ISO13356-2008 标准<sup>[19-20]</sup>: 老化实验在不锈钢高压反应釜中进行, 将抛光后的试条置于反应釜中, 加入蒸馏水, 再将高压釜放入电热干燥箱中, 设定老化温度 134 °C, 老化时间分别为 6、12、18 h。

## 2 结果与讨论

### 2.1 微观结构

实验制备的 PS、HP 和 OPS 三种氧化锆陶瓷的断口形貌如图 3 所示。相同烧结温度下, 无压烧结氧化锆已经具有较高的致密度, 但部分晶粒较为粗大, 因此材料中粗颗粒与细颗粒共存, 断裂模式为穿晶/沿晶混合型, 如图 3(a)所示。在烧结过程中施加 30 MPa 恒定压力后, 粉体的致密化速率明显加大, 晶粒细化, 如图 3(b)所示。统计表明, HP 氧化锆的平均晶粒尺寸为 298 nm, 而 PS 氧化锆的平均晶粒尺寸为 451 nm。对待烧粉体施加 27.5~32.5 MPa 的振荡压力后, 氧化锆晶粒进一步细化, 统计表明 OPS 氧化锆平均晶粒尺寸为 251 nm, 此时断口处颗粒表面比较光滑, 呈现为典型的沿晶断裂, 如图 3(c)所示。同时, OPS 氧化锆晶粒尺寸的均匀性显著提高, 如图 3(d)的抛光面所示。粒径统计分析表明, OPS 氧化锆晶粒分布在 200~350 nm 的较窄尺寸区间内, 而 PS、HP 氧化锆中存在明显的晶粒粗化(部分晶粒尺寸 > 500 nm)。

上述结果表明, 烧结过程中施加振荡压力可以有效抑制氧化锆晶粒生长, 并且将晶粒尺寸控制在较窄的尺寸区间内。根据 Coble 烧结理论, 烧结后

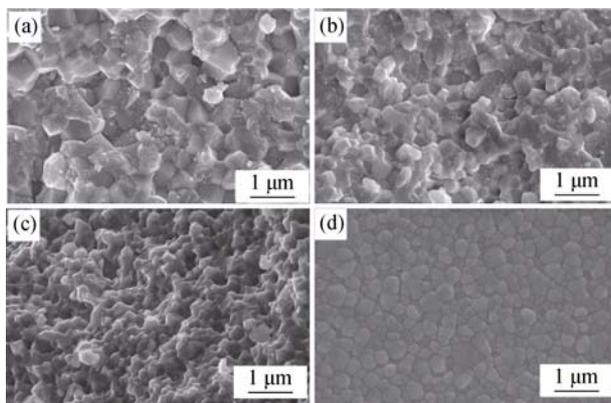


图 3 氧化锆的显微结构照片

Fig. 3 Morphologies of zirconia ceramics

(a) PS zirconia, fracture surface; (b) HP zirconia, fracture surface; (c) OPS zirconia, fracture surface; (d) OPS zirconia, polished surface

期晶粒生长的主要机制为晶界迁移, 控制晶粒生长就需抑制晶界迁移机制, 强化晶界扩散、晶格扩散等致密化机制。分析认为, 振荡压力强化了高温下晶粒的塑性变形和晶界滑移等现象, 抑制了晶界迁移, 从而抑制了氧化锆晶粒的过快生长。

## 2.2 体积密度

除了晶粒尺寸, 材料的致密度也是决定其力学性能的重要参数。烧结过程中, 陶瓷材料晶界处的残余闭气孔往往难以排出, 因此材料无法实现完全致密化。图 4 对比了三种烧结方法所制备氧化锆的相对密度, PS 氧化锆的相对密度仅为 98.2%; 施加 30 MPa 压力后, HP 氧化锆的致密度相比 PS 氧化锆有较大的提高, 但 HP 氧化锆的孔隙率仍有 0.8%, 微观结构分析显示这些气孔主要以晶界处闭气孔的形式存在, 而且难以通过常规参数优化手段加以消除。当施加 30 MPa 振荡压力后, 氧化锆的体积密度达到 99.7%, 表明 OPS 烧结法能够有效促进晶界处闭气孔的排出。

对于晶界处尤其是三角晶界处的闭气孔, 常规压力烧结方法往往难以排除, 因此采用 HP、SPS 烧结材料的致密度一般小于 99%。而在 OPS 烧结过程中, 振荡压力不仅诱发高频压力, 而且对粒子表面局部加热(临近、相互接触的粒子间的摩擦作用)。由于纳米粉体尺寸较小, 粉体表面热量能够迅速传递到粒子中心, 在这样的高温下, 许多材料具有一定的塑性, 所以粒子在振荡压力下会发生明显的塑性变形。振荡压力下晶粒的塑性变形及晶界滑移, 加速了晶界处气孔的运动及合并, 从而使闭气孔加速排出, OPS 氧化锆具有较高的致密度。

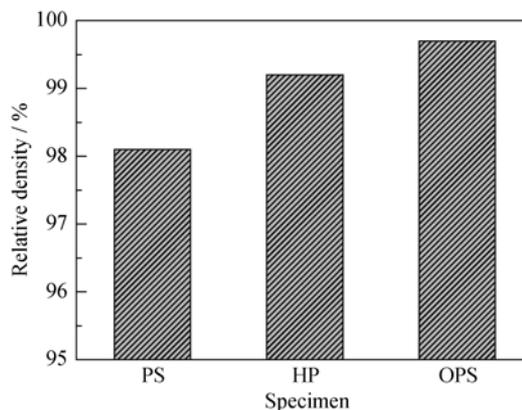


图 4 不同烧结方法所制备氧化锆陶瓷的相对密度变化

Fig. 4 Variation of relative density of zirconia sintered by different methods

## 2.3 力学性能

图 5 对比了三种烧结方式制备氧化锆陶瓷的断裂强度, 三种材料的强度分别为 1003、1234 和 1572 MPa, 表明 OPS 法是制备高强度氧化锆陶瓷的有效方法。结合前述分析, OPS 氧化锆的高强度源于微观结构的变化: 一方面, OPS 氧化锆烧结过程中有效排出了晶界处的闭气孔, 材料的体积密度提高到 99.7%, 如图 4 所示; 另一方面, OPS 氧化锆烧结过程中振荡压力抑制晶粒的过快生长, 同时将晶粒尺寸抑制在较窄的尺寸区间内, 如图 3 所示。根据 Hall-Petch 关系式的描述, 陶瓷中晶粒尺寸与强度  $\sigma$  间存在如下关系<sup>[10]</sup>:

$$\sigma = \sigma_0 + Kd^{-0.5} \quad (1)$$

其中  $\sigma_0$ 、 $K$  为常数,  $d$  为晶粒尺寸。由于振荡压力产生的缺陷消除和晶粒细化效应, OPS 氧化锆的断裂强度较相同压力的 HP 氧化锆提高了 27.4%, 可以满足诸多极端环境对高强度陶瓷材料的需求。

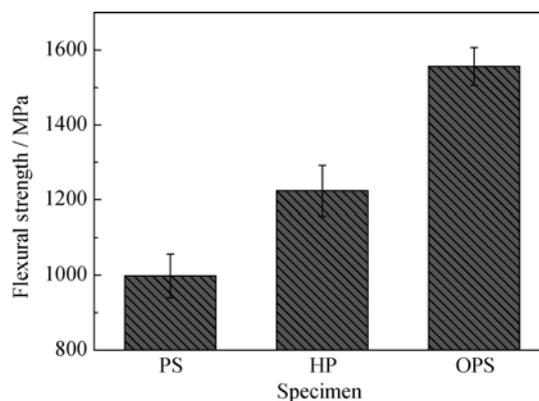


图 5 不同烧结方法制备氧化锆的抗弯强度变化

Fig. 5 Variation of flexural strength of zirconia by different sintering methods

为了进一步研究烧结技术对氧化锆陶瓷断裂强度可靠性的影响, 对三种氧化锆的断裂强度进行了韦伯(Weibull)分布统计分析, 计算公式如下<sup>[21,4]</sup>:

$$\ln \ln \left[ \frac{1}{1-P_n} \right] = m \ln \sigma^n - m \ln \sigma^0 \quad (2)$$

$P_n$  为断裂强度概率因子, 计算公式如下:

$$P_n = (n - 0.5) / N \quad (3)$$

其中,  $n$  为排列序号,  $N$  为总测量样本数,  $\sigma^n$  为排在第  $n$  位的样品的断裂强度,  $m$  为韦伯模数。图 6 为三种氧化锆断裂强度的 Weibull 模数分布图, 研究的样本数为 15。PS 氧化锆的致密度较低, 材料中闭气孔和微裂纹等缺陷浓度较高, 因此材料的可靠性较低, Weibull 模数为 13.03。在烧结过程中施加外力可以提高粉体扩散的烧结驱动力, 因此 HP 氧化锆和 OPS 氧化锆断裂强度的 Weibull 模数分别达到 20.84 和 32.59, 表明其可靠性显著提高。

### 2.4 低温老化性能

所谓低温老化(Low Temperature Degradation, LTD)是指 Y-TZP 陶瓷长时间处于 100~400℃ 的水热环境下力学性能会发生严重下降的现象。低温老化现象严重限制了 Y-TZP 材料在中低温的使用, 尤其是在潮湿和有水存在条件下的使用<sup>[22]</sup>。按照 ISO13356-2008 标准, 实验开展了氧化锆在 134℃、0.2 MPa 的水热环境中的老化行为研究, 老化时间分别为 6、12 和 18 h。图 7 为 HP、OPS 两种压力烧结氧化锆断裂强度随老化时间的变化。老化前, HP 氧化锆和 OPS 氧化锆的断裂强度分别为 1234 和 1572 MPa; 随着老化时间的延长, 两种氧化锆的强度逐渐降低, 当老化时间为 18 h 时, HP 氧化锆和

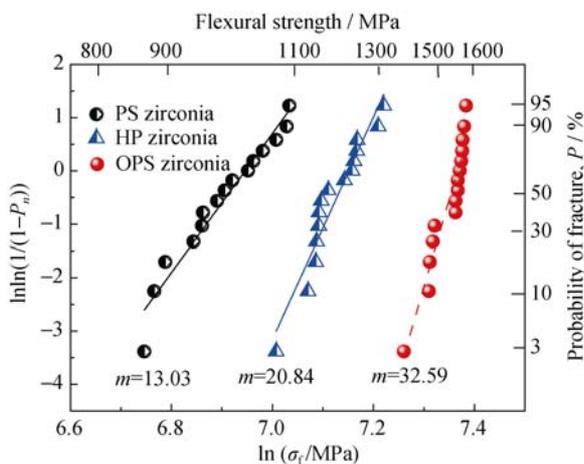


图 6 不同烧结方法制备氧化锆的 Weibull 模数变化  
Fig. 6 Variation of Weibull modulus of zirconia by different sintering methods

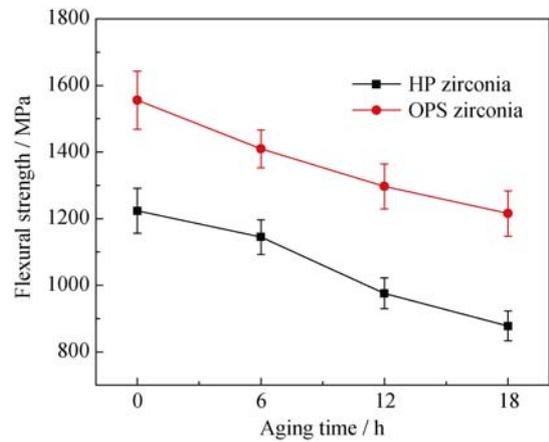


图 7 HP 氧化锆和 OPS 氧化锆的断裂强度随老化时间的变化  
Fig. 7 Variation of flexural strength with increase of aging time of zirconia by different sintering methods

OPS 氧化锆的断裂强度分别为 878 和 1106 MPa。在老化过程中, 尽管 OPS 氧化锆的强度出现了明显的降低, 但其强度始终高于 HP 氧化锆的强度。

### 2.5 烧结机理

综合上述研究, 无压烧结过程的驱动力是粉体表面能的降低, 坯体致密化的烧结机理主要为蒸发-凝聚、晶格扩散和晶界扩散等。热压烧结过程的驱动力除了系统表面能外, 还有外加压力的作用, 其烧结机理包括粘性流动、塑性形变、晶界扩散和颗粒重排等。与传统热压烧结法的恒定压力“死力”不同, 振荡压力烧结过程中施加的是振幅与频率可控的“活力”, 赋予了材料多种全新的烧结机制。

图 8 为热压烧结与振荡压力烧结条件下材料致密化与晶粒生长过程对比图。振荡压力烧结过程中, 烧结开始前(Stage I), 振荡压力可以通过颗粒滑移、旋转、破碎等机制促进颗粒重排和消除颗粒团聚, 因此提高了素坯的堆积密度, 缩短了原子/离子扩散路径; 烧结过程的前期和中期(Stage II), 振荡压力可以加速粘性流动和扩散蠕变, 激发晶界滑移、塑性形变等机制, 从而加速材料的致密化; 烧结后期(Stage III), 振荡压力引起的塑性形变促进了晶界处气孔的合并和排出, 特别是排出了三角和四角晶界处闭气孔, 因此能够制备接近理论密度的陶瓷材料。简而言之, 振荡压力烧结过程中材料的致密化主要源于如下两方面的机制: 一是表面能作用下的晶界扩散、晶格扩散和蒸发-凝聚等传统机制; 二是振荡压力赋予的新机制, 包括颗粒重排、晶界滑移、塑性形变以及形变引起的晶粒移动、气孔排出等。

随着纳米技术的发展, 纳米粉体被认为是提高

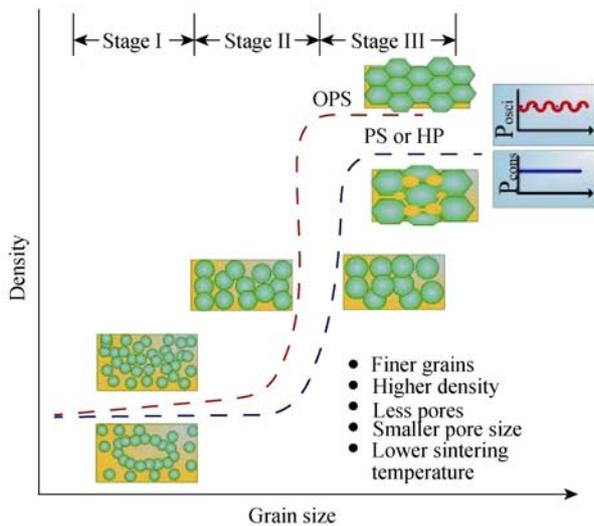


图 8 恒定压力与振荡压力下陶瓷材料烧结路径示意图

Fig. 8 Schematic of sintering routes of ceramics under constant pressure and oscillatory pressure

结构陶瓷强度和可靠性的有效方法，但是纳米粉体粒径小、体系表面能较大，颗粒极易发生团聚。采用恒定压力烧结方法制备纳米材料时，高温下晶粒迅速生长而粉体团聚无法及时消除，团聚体中的气孔封闭后就无法排除。而采用振荡压力烧结技术，动态载荷下团聚粉体极易打碎，能够有效消除闭气孔，有望制备性能优异的纳米陶瓷材料。

### 3 结论

采用振荡压力烧结法，通过对待烧氧化锆粉料施加 27.5~32.5 MPa 的振荡压力制备了高致密度、细晶粒、高强度的氧化锆陶瓷。

1) 振荡压力加速了晶粒塑性形变和晶界滑移，抑制了氧化锆晶粒的生长。统计表明 PS、HP 和 OPS 氧化锆的平均晶粒尺寸分别为 451、298 和 251 nm。

2) 振荡压力为粉体致密化提供较高的驱动力，通过重排、扩散和迁移等机制加速了坯体的致密化进程；同时，振荡压力加速了烧结后期晶界处闭气孔的排出。因此，OPS 氧化锆的相对密度达到 99.7%。

3) OPS 氧化锆致密度提高和晶粒细化提高了其断裂强度和抗老化性能。与 PS 氧化锆相比，OPS 氧化锆的断裂强度从 1003 MPa 提高到 1572 MPa，Weibull 模数从 13.03 提高到 32.59。

### 参考文献:

[1] KERN F. Ytterbia-neodymia-costabilized TZP-breaking the

limits of strength toughness correlations for zirconia. *J. Eur. Ceram. Soc.*, 2013, **33**(5): 965–973.

- [2] SHERMAN D, SCHLUMM D. Thickness effect in thermal shock of alumina ceramics. *Scripta Material.*, 2000, **42**(8): 819–825.
- [3] XUE W J, XIE Z P, LIU G W, *et al.* R-curve behavior of 3Y-TZP at cryogenic temperatures. *J. Am. Ceram. Soc.*, 2011, **94**(9): 2775–2778.
- [4] XUE W J, YI J, XIE Z P, *et al.* Enhanced fracture toughness of silicon nitride ceramics at cryogenic temperatures. *Scripta Mater.*, 2012, **66**(11): 891–894.
- [5] RICHERSON D W. *Modern Ceramic Engineering*. New York: Marcel Dekker Inc, 1992: 130–150.
- [6] 王磊, 涂善东. 材料强韧学基础. 上海: 上海交通大学出版社, 2012: 105–156.
- [7] BERNARD G, GUIZARD C. New relationships between relative density and grain size during solid-state sintering of ceramic powders. *Acta Mater.*, 2008, **56**(20): 6273–6282.
- [8] OLEVSKY E A, TIKARA V, GRINO T. Multi-scale study of sintering: a review. *J. Am. Ceram. Soc.*, 2006, **89**(6): 1914–1922.
- [9] LO WT, NAYAK P K, LU H H, *et al.* Evolution of binary phase TiC/Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub> composites from TiC/Ti/Si by hot-pressed reactive sintering. *Mater. Sci. Eng: B-Adv.*, 2010, **172**(1): 18–23.
- [10] 谢志鹏. 结构陶瓷. 北京: 清华大学出版社, 2011: 213–223.
- [11] SONG X C, LU J, ZHANG T S, *et al.* Two-stage master sintering curve approach to sintering kinetics of undoped and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-doped 8mol% yttria-stabilized cubic zirconia. *J. Am. Ceram. Soc.*, 2011, **94**(4): 1053–1059.
- [12] BERNARD G, ADDAD A, FANTOZZI G, *et al.* Spark plasma sintering of a commercially available granulated zirconia powder: comparison with hot-pressing. *Acta Mater.*, 2010, **58**(9): 3390–3399.
- [13] EHRE D, GUTMANAS E Y, CHAIM R, *et al.* Densification of nanocrystalline MgO ceramics by hot-pressing. *J. Eur. Ceram. Soc.*, 2005, **25**(16): 3579–3585.
- [14] XUE J X, LIU J X, XIE B H, *et al.* Pressure-induced preferential grain growth, texture development and anisotropic properties of hot pressed hexagonal boron nitride ceramics. *Scripta Material.*, 2011, **65**(11): 966–969.
- [15] JINKA A G K, LEWIS R W. Finite element simulation of hot isostatic pressing of metal powders. *Comput. Method. Appl. M.*, 1994, **114**(3/4): 249–272.
- [16] WANG C, WANG X, ZHAO Z, *et al.* Microstructure homogeneity control in spark plasma sintering of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ceramics. *J. Eur. Ceram. Soc.*, 2011, **31**(1/2): 231–235.
- [17] XIE Z P, LI S, AN L N. A novel Oscillatory pressure-assisted hot pressing for preparation of high performance ceramics. *J. Am. Ceram. Soc.*, 2014, **97**(4): 1012–1015.
- [18] ACQUIER P, LEMONINIER S, ALLAIN B N, *et al.* Development of the dynamic compaction resistance sintering (DCRS): a new process for powder consolidation combining electric current and dynamic loading. *J. Mater. Process Tech.*, 2015, **216**: 447–454.
- [19] CHEVALIER J, CALES B, DROUIN J M. Low-temperature aging of Y-TZP ceramics. *J. Am. Ceram. Soc.*, 1999, **82**(8): 2150–2154.
- [20] DEVILLE S, GREMILLARD L, CHEVALIER J, *et al.* A critical comparison of methods for the determination of the aging sensitivity in biomedical grade yttria-stabilized zirconia. *J. Biomed. Mater. Res. B*, 2005, **72B**(2): 239–245.
- [21] YI J, XUE W J, XIE Z P, *et al.* Enhanced toughness and hardness at cryogenic temperature of silicon carbide sintered by SPS. *Mat. Sci. Eng. A*, 2013, **569**: 13–17.
- [22] ZINELIS S, THOMAS A, SYRES K, *et al.* Surface characterization of zirconia dental implants. *Dent. Mater.*, 2010, **26**(4): 295–305.