

晶粒尺寸对常压固相烧结 SiC 陶瓷断裂强度 Weibull 分布的影响

曹 娟^{1,2}, 吴西士^{1,3}, 刘泽华^{1,3}, 裴兵兵^{1,3}, 韩建荣^{1,3},
刘 欢^{1,3}, 杨亦天^{1,3}, 吴海波^{1,3}, 黄政仁^{1,3}

(1. 中国科学院 宁波材料技术与工程研究所, 海洋关键材料全国重点实验室, 宁波 315201; 2. 宁波大学 材料科学与化学工程学院, 宁波 315211; 3. 宁波杭州湾新材料研究院, 宁波 315336)

摘 要: 碳化硅(SiC)陶瓷因其优异的力学性能以及抗高温蠕变、耐酸碱腐蚀、高热导率等优良性能在半导体、核能、航空航天、海洋等领域得到广泛应用。然而, 脆性陶瓷材料的断裂强度通常表现出显著的离散性, 导致可靠性降低, 限制了其在工程结构中的应用。本研究通过调节晶粒尺寸, 提升了常压固相烧结碳化硅(SSiC)陶瓷的断裂强度可靠性。系统研究了晶粒尺寸对 SSiC 陶瓷力学性能、断裂强度 Weibull 分布以及裂纹扩展阻力曲线(R 曲线)特征的影响, 深入分析了 SSiC 陶瓷断裂强度可靠性的调控机理。结果表明: 随着烧结温度从 2100 °C 升高至 2200 °C, SSiC 陶瓷平均晶粒尺寸从 3.01 μm 增大至 8.45 μm , 晶粒尺寸分布均匀性系数从 0.70 减小至 0.62; 同时, 随着平均晶粒尺寸从 8.45 μm 减小至 3.01 μm , SSiC 陶瓷断裂强度 Weibull 模数从 8.5 逐渐增大至 12.2, 增幅达到 44%, 表明晶粒细化对提高断裂强度可靠性具有积极作用。其主要原因在于高密度晶界网络通过裂纹分叉与桥接效应分散应力集中, 同时均匀的晶粒分布和较小的缺陷尺寸提升了裂纹扩展的能量阈值, 从而表现出上升的 R 曲线行为。本研究通过调控晶粒尺寸明显改善 SiC 陶瓷的断裂强度可靠性, 有望推动 SiC 陶瓷材料更广泛的工程化应用。

关 键 词: 碳化硅陶瓷; 晶粒尺寸; 可靠性; Weibull 模数; 缺陷控制

中图分类号: TQ174; TB321 文献标志码: A 文章编号: 1000-324X(2026)02-0217-08

Influence of Grain Size on Weibull Distribution of Fracture Strength in Atmospheric-pressure Solid-phase Sintered SiC Ceramics

CAO Juan^{1,2}, WU Xishi^{1,3}, LIU Zehua^{1,3}, PEI Bingbing^{1,3}, HAN Jianshen^{1,3},
LIU Huan^{1,3}, YANG Yitian^{1,3}, WU Haibo^{1,3}, HUANG Zhengren^{1,3}

(1. State Key Laboratory of Advanced Marine Materials, Ningbo Institute of Materials Technology and Engineering, Chinese Academy of Sciences, Ningbo 315201, China; 2. School of Materials Science and Chemical Engineering, Ningbo University, Ningbo 315211, China; 3. Qianwan Institute of CNITECH, Ningbo 315336, China)

Abstract: Silicon carbide (SiC) ceramics have found extensive application in strategic fields, such as semiconductor technology, nuclear energy, aerospace engineering, and marine engineering, due to their remarkable properties, which encompass excellent mechanical properties, resistance to high-temperature creep, acid and alkali corrosion, and high

收稿日期: 2025-05-14; 收到修改稿日期: 2025-06-27; 网络出版日期: 2025-07-16

基金项目: 国家重点研发计划(2022YFB3706200); 国家自然科学基金(U23A20563)

National Key R&D Program of China (2022YFB3706200); National Natural Science Foundation of China (U23A20563)

作者简介: 曹 娟(2000-), 女, 硕士研究生. E-mail: caojuan@nimte.ac.cn

CAO Juan (2000-), female, Master candidate. E-mail: caojuan@nimte.ac.cn

通信作者: 吴西士, 副研究员. E-mail: wuxishi@nimte.ac.cn; 黄政仁, 研究员. E-mail: zhrhuang@nimte.ac.cn

WU Xishi, associate professor. E-mail: wuxishi@nimte.ac.cn; HUANG Zhengren, professor. E-mail: zhrhuang@nimte.ac.cn

thermal conductivity. However, the fracture strength of these brittle ceramic materials typically exhibits significant discreteness, which adversely affects reliability and limits their wider application as engineering structural materials. In this work, reliability of fracture strength in solid-state sintered silicon carbide (SSiC) ceramics was enhanced through regulation of grain size. The influence of grain size on mechanical properties, Weibull distribution of fracture strength, and crack extension resistance curve (R-curve) characteristics of SSiC ceramics was systematically evaluated. Reliability regulatory mechanism for fracture strength of SSiC ceramics was analyzed. The results indicated that, with an increase in sintering temperature from 2100 °C to 2200 °C, average grain size of SSiC ceramics increased from 3.01 μm to 8.45 μm , while coefficient of grain size distribution uniformity dropped from 0.70 to 0.62. As the average grain size was reduced from 8.45 μm to 3.01 μm , Weibull modulus of fracture strength for SSiC ceramics increased gradually from 8.5 to 12.2, representing a 44% increment. This clearly indicates the positive impact of grain refinement on reliability of fracture strength. Enhancement in Weibull modulus of fracture strength as a result of grain refinement can primarily be attributed to high-density grain boundary network, which effectively mitigates stress concentration *via* crack bifurcation and bridging mechanisms. Additionally, uniformity of grain distribution and reduced defect size contribute to an elevated energy threshold for crack propagation, leading to an ascending R-curve behavior. This work achieves a significant improvement in the fracture strength reliability of SiC ceramics through regulating grain size, which is expected to promote the wider engineering application of SiC ceramic materials.

Key words: silicon carbide ceramic; grain size; reliability; Weibull modulus; defect control

SiC 陶瓷因其高硬度、耐酸碱腐蚀、抗高温蠕变、高压强度及高热导率等优良性能,广泛应用于半导体、核能、航空航天、海洋等领域^[1-4]。SiC 陶瓷材料的共价键和离子键结合牢固,裂纹尖端的可塑性相对较差。这导致裂纹扩展的抵抗力弱,裂纹尖端形成显著的应力集中,而裂纹只能在极少能量消耗下扩展,因此显示出固有脆性。这将导致陶瓷材料部件因难以察觉的结构缺陷而产生严重损伤^[5-6]。这种因自身脆性以及微裂纹等缺陷造成的强度离散会引发可靠性问题,限制了其在工程结构中更广泛的应用^[7]。为定量分析陶瓷材料的断裂强度可靠性,基于最弱链模型发展的 Weibull 分布理论,通过 Weibull 模数对断裂强度可靠性进行表征逐渐获得广泛认可^[8-9]。

为提升 SiC 陶瓷的断裂强度可靠性,相关学者从增韧微结构构筑、成型工艺优化及表面后处理等方面进行了诸多探索。Wei 等^[10]以石墨为界面层,利用流延成型制备了断裂韧性高达 9.48 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 的 SiC/石墨仿生层状陶瓷,通过石墨界面层裂纹偏转和石墨片层拉出实现增韧,表现出明显上升的 R 曲线特征,抗损伤性能得到明显改善。Chaugule 等^[11]通过黏结剂喷射 3D 打印成型技术制备了反应烧结 SiC 陶瓷(RBSC),由于 3D 成型过程减少了诱发裂纹萌生和扩展的层间孔隙,其可靠性明显高于

流延成型和干压成型等传统成型方法制备的陶瓷,Weibull 模数达到 10.38,弯曲强度为 208 MPa。Matsunaga 等^[12]通过热处理将 SiC 陶瓷的断裂强度 Weibull 模数从 5.9 提升到 8.3, SiO_2 层的形成有效减小了 SiC 表面附近的断裂源大小和形状因子,从而有效提高了其断裂强度可靠性。但 SiO_2 层厚度难以控制,氧化层过厚会导致界面处形成新的缺陷。实验验证显示,尽管上述改性策略显著提高了 SiC 基陶瓷的断裂强度可靠性,但其本征性能如抗弯强度、弹性模量等却表现出规律性衰减。

通过调控本征微观结构,改善其断裂强度可靠性而不降低材料本征性能,更符合 SiC 陶瓷材料工程化应用的目标。研究表明,陶瓷材料的力学性能与其显微组织结构特征显著相关,其中调控晶粒尺寸是提升材料力学性能稳定性的关键因素。陶瓷材料一般遵循 Hall-Petch 细晶强化理论,即晶粒越细,晶界越短,晶界缺陷密度越低,在相同的裂纹扩展因子下,裂纹越难扩展,从而提高了材料的强度^[13]。谢志鹏团队^[14]利用振荡压力烧结(OPS)技术制备了平均晶粒尺寸为 251 nm 的氧化锆(ZrO_2)陶瓷,其断裂强度 Weibull 模数达到 32,断裂强度达到 1572 MPa。而相同温度条件下制备的无压烧结(PS) ZrO_2 陶瓷,其平均晶粒尺寸为 451 nm,这导致断裂强度降低至 1003 MPa,Weibull 模数仅为 13.03。

Kumar 团队^[15]通过优化压力曲线,成功制备出具有亚微米级晶粒($<0.1\ \mu\text{m}$)的氮化硅(Si_3N_4)陶瓷,断裂强度 Weibull 模数提升了 129%。这些研究验证了晶粒细化在其他陶瓷体系中对提高断裂强度可靠性的积极作用。但晶粒细化对 SiC 陶瓷体系断裂强度 Weibull 分布的影响规律和机制尚不明确。基于此,本研究拟通过调控烧结工艺获得不同晶粒尺寸的 SSiC 陶瓷,系统研究晶粒尺寸对 SSiC 陶瓷力学性能、断裂强度 Weibull 分布以及 R 曲线特征的影响规律,深入分析 SSiC 陶瓷断裂强度可靠性的调控机理,为推动 SiC 陶瓷材料更广泛的工程化应用提供理论指导。

1 实验方法

1.1 原料与制备过程

本研究选用原料包括碳化硅粉末($\alpha\text{-SiC}$, SIKa, 平均粒径为 $0.5\ \mu\text{m}$, 纯度 $\geq 99\%$)、碳化硼(B_4C , Aladdin, 平均粒径为 $1.5\ \mu\text{m}$, 纯度 $\geq 98\%$)、热固性酚醛树脂(PF, 工业级, 纯度 $\geq 97\%$)和乙醇(ET, 分析纯, 平均分子量 46.07)。碳化硅和碳化硼原料的微观形貌如图 1 所示。将 SiC、 B_4C 、PF、ET 按质量比 50.0 : 0.4 : 3.0 : 46.6 球磨混合 10 h, 烘干、过筛并压制成型。然后,将样品置于高温烧结炉中,在氩气环境下以 $5\ ^\circ\text{C}/\text{min}$ 的升温速率加热至 $2000\sim 2200\ ^\circ\text{C}$ 并保温 2 h。制备的样品以“SSiC+温度”方式命名,如 $2100\ ^\circ\text{C}$ 烧结样品命名为 SSiC-2100。

1.2 测试与表征

采用阿基米德排水法测定烧结体相对密度。采用三点弯曲法(Instron-5566 型万能材料试验机,美国)测试样品抗弯强度,试样尺寸为 $3\ \text{mm}\times 4\ \text{mm}\times 36\ \text{mm}$,跨距为 $30\ \text{mm}$,加载速率为 $0.5\ \text{mm}/\text{min}$ 。通过压痕法(VH3300 型维氏硬度计, Wilson, 美国)测定维氏硬度,加载载荷为 $9.8\ \text{N}$,保压时间为 $10\ \text{s}$ 。使用场发射扫描电子显微镜(SEM, SU-8220, Hitachi, 日本)分析样品微观结构。为了观察晶粒形貌,使用熔融的氢氧化钠(NaOH)刻蚀样品表面。通过 SEM 观察

并应用 Nanomeasure 软件对至少 400 个晶粒的尺寸进行统计,以便定量分析晶粒尺寸及分布。熔融 NaOH 刻蚀过程如下:在马弗炉中将 NaOH 加热至熔融,然后将样品置于熔融 NaOH 中,通过多次取-放循环直至样品表面刻蚀完成。采用晶粒尺寸分布均匀性系数(UC)对晶粒尺寸均匀性进行定量评价,计算公式如下^[16]:

$$\text{UC} = 1 - \sum_{i=1}^{n_{\text{grain}}} \frac{|x_i - \bar{x}|}{n_{\text{grain}} \bar{x}} \quad (1)$$

式中, $\bar{x}$ 为平均晶粒尺寸, x_i 为第 i 个晶粒的尺寸, n_{grain} 为晶粒总数。UC 越高,表明晶粒尺寸分布越均匀。

基于双参数 Weibull 分布计算 Weibull 模数^[17]以评估陶瓷材料的断裂强度可靠性,相关公式如下:

$$\ln \ln \frac{1}{1 - P_f} = m(\ln \sigma - \ln \sigma_u) \quad (2)$$

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

式中, P_f 为材料发生断裂的概率, σ 为作用应力, σ_u 为位置参数, n 为样品序号, N 为样品数量, m 为 Weibull 模数。 m 越大,表明材料离散性越小,可靠性越高。

采用压痕弯曲强度(ISB)法来评估 SSiC 陶瓷的 R 曲线特征^[18],使用维氏硬度计在不同载荷(9.8、19.6、29.4、49.0、98.0、196.0 N)下保压 10 s,试样表面中心留下压痕,随后在万能试验机上将压痕面朝下进行三点弯曲测试。测试时,在试样压痕处做出标记线,并在夹具上安装定位块,以确保试样放置时压痕中心线与加载压头对齐,减小测量误差。根据压痕强度力学,维氏压痕裂纹尖端的应力强度因子 K 可表示为^[18]:

$$K = K_\sigma + K_r \quad (4)$$

$$K_\sigma = \psi \sigma_f c^{1/2} \quad (5)$$

$$K_r = \xi \left(\frac{E}{H} \right)^{1/2} P c^{-3/2} \quad (6)$$

式中, ψ 为 1.24^[19], ξ 为 0.016^[20], c 为裂纹尺寸, E 为弹性模量, H 为硬度, σ_f 为相应压痕载荷下试样的强度, P 为压痕载荷, K_σ 和 K_r 分别为外加载荷引起的机械应力和压痕残余应力对裂纹尖端应力场强度因子的贡献。

对于给定的压痕载荷,裂纹扩展失稳判据可表示为^[18]:

$$K(c) = K_R(c) \quad (7)$$

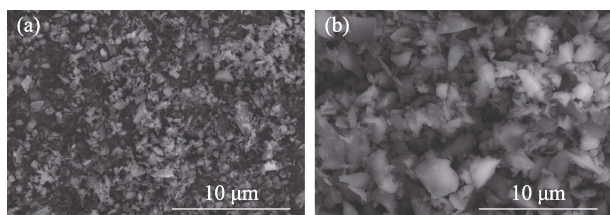


图1 碳化硅(a)和碳化硼(b)的 SEM 照片

Fig. 1 SEM images of silicon carbide (a) and boron carbide (b)

$$\frac{dK(c)}{d(c)} = \frac{dK_R(c)}{d(c)} \quad (8)$$

式中, K_R 为裂纹扩展阻力。将压痕载荷及该载荷下测试的抗弯强度代入公式(5, 6), 可以得到数条 $\sigma_f(P)=K(c)$ 曲线, 这些曲线的切点同时满足上述失稳判据, 连接每条曲线的切点即可得到 R 曲线。

2 结果与讨论

2.1 SiC 陶瓷致密化与晶粒尺寸调控

为研究晶粒尺寸对 SiC 陶瓷断裂强度可靠性的影响, 本研究通过调控烧结温度实现了 SiC 陶瓷晶粒尺寸的差异化控制。图 2 展示了不同烧结温度下 SSiC 陶瓷的相对密度, 结果显示, SSiC 陶瓷相对密度显著依赖于烧结温度。随着烧结温度的升高, 烧结驱动力增强, 颗粒传质过程加快, 固体颗粒间的接触颈部逐渐被填充, 晶界向颗粒内部迁移, 促使晶粒长大和气孔排出, 相对密度逐步提升。当烧结温度达到 2100 °C 时, 原子扩散成为主要的物质传输机制, 晶界迁移的激活能降低, 显著促进了表面扩散与晶界迁移, 从而加速闭气孔的消除, 最终实现近完全致密化(相对密度达 99.9%)。但当烧结温度进一步升高至 2200 °C 时, 烧结过程进入过驱动状态, 局部异常晶粒开始形核并吞噬相邻小晶粒, 导致晶粒出现异常长大, 此时坯体中的气孔无法及时排出, 相对密度反而下降, 相对密度曲线出现“逆烧结”拐点(即“过烧”现象)。

图 3 显示了不同烧结温度下 SSiC 陶瓷样品表面微观形貌。随烧结温度逐渐升高, 表面气孔逐渐减

少。在 2100 °C 下烧结样品基本达到致密化状态。随着烧结温度继续升高至 2200 °C, 闭气孔逐渐增大。这一结果与图 2 结果一致。为排除气孔缺陷的影响, 本研究将烧结温度限定为 2100~2200 °C。

基于大样本统计学原则($n \geq 400$), 对晶粒形貌演变规律进行了定量解析, 结果如图 4 所示。研究表明, 烧结温度的变化显著影响晶粒结构特征。随着烧结温度的升高, 平均晶粒尺寸逐渐增大, 而 UC 则呈现下降趋势。当烧结温度为 2100 °C 时, 表面扩散主导的物质传输机制促使近等轴晶结构的形成, 平均粒径尺寸为 3.01 μm 。晶粒尺寸分布较窄, 主要归因于该温度下适中的晶界迁移速率与气孔消除动力学之间的平衡。SSiC-2100 样品的 UC 达到 0.70, 表明其微观组织结构具有较高的均匀性。当烧结温度升高至 2200 °C 时, 体积扩散机制占据主导地位, 晶界迁移激活能显著降低, 各向异性界面能驱动 α -SiC 晶粒发生择优取向生长^[21], 形成平均尺寸为

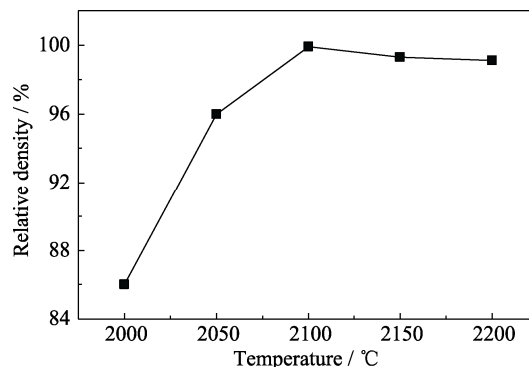


图 2 不同温度烧结得到的 SSiC 陶瓷相对密度
Fig. 2 Relative density of SSiC ceramics sintered at different temperatures

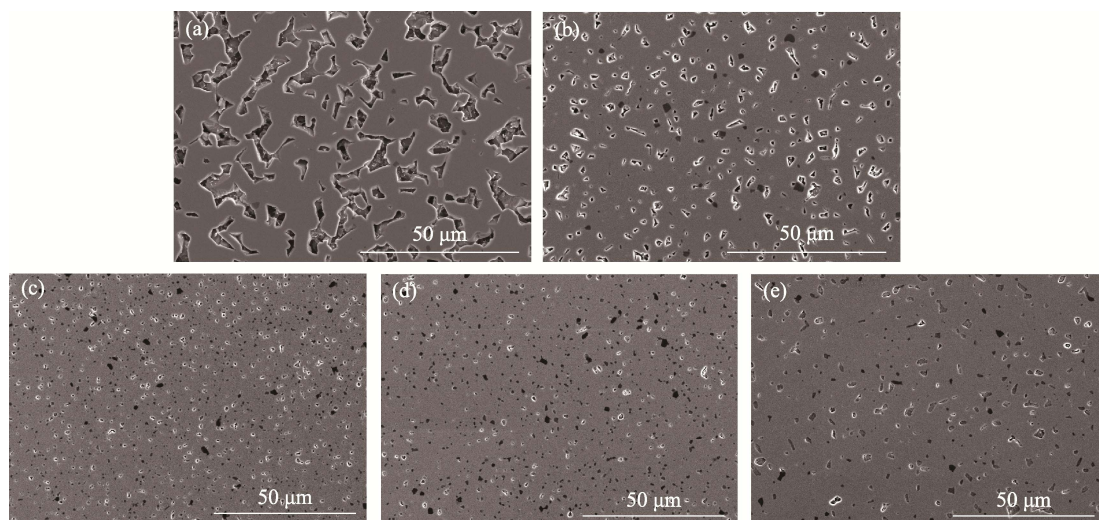


图 3 不同温度烧结得到的 SSiC 陶瓷抛光表面形貌
Fig. 3 Polished surface morphologies of SSiC ceramics sintered at different temperatures
(a) 2000 °C; (b) 2050 °C; (c) 2100 °C; (d) 2150 °C; (e) 2200 °C

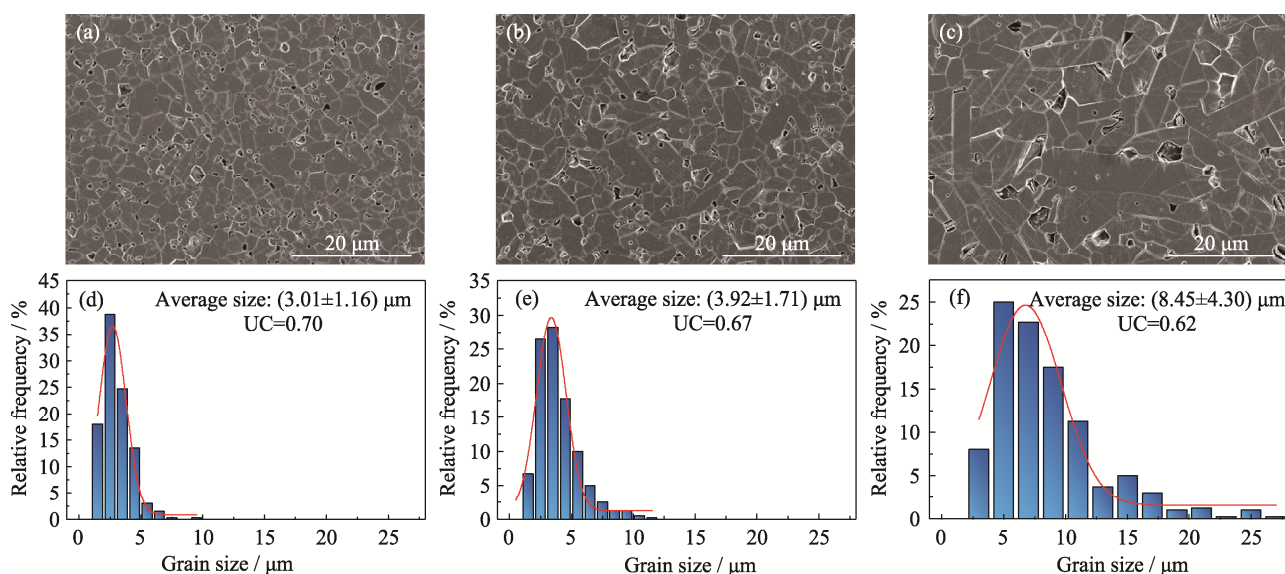


图4 熔融 NaOH 腐蚀后 SSiC 表面形貌(a~c)及晶粒分布(d~e)

Fig. 4 (a-c) Surface morphology and (d-e) grain distribution of SSiC after molten NaOH corrosion
(a, d) SSiC-2100; (b, e) SSiC-2150; (c, f) SSiC-2200

8.45 μm 的柱状晶,同时伴随局部异常晶粒(尺寸 $>40\mu\text{m}$)的形核与合并现象,其 UC 降至 0.62,微观组织结构的均匀性明显下降。通过精确控制烧结温度,成功制备出相对密度超过 99%、平均晶粒尺寸介于 3.01~8.45 μm 之间的 SSiC 陶瓷,为后续研究工作奠定了基础。

2.2 晶粒尺寸对 SiC 陶瓷力学性能与 Weibull 分布的影响规律

图 5 展示了不同晶粒尺寸 SSiC 陶瓷的力学性能。研究表明,随着晶粒尺寸增大,硬度略有降低,符合经典的 Hall-Petch 关系。SSiC-2100 的硬度最高,达到 $(25.7\pm 0.1)\text{GPa}$ 。晶粒越细,高密度的晶界网络使晶界缺陷密度越低,在裂纹扩展因子相同的情况下,裂纹越不易扩展,从而相应提高了材料硬度^[22]。随着晶粒尺寸增大,抗弯强度平均值在 369~400 MPa 之间波动,总体差异较小。尽管晶界密度降低削弱了晶界钉扎效应,但长柱状晶粒结构通过

裂纹偏转机制^[23]有效补偿了强度损失,从而维持了较高的抗弯强度。断裂韧性随晶粒尺寸的增大呈现先降低后升高的趋势,SSiC-2100 样品的断裂韧性最高,达到 $3.3\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 。

图 6 为不同晶粒尺寸 SSiC 陶瓷的断面形貌。结果显示,SSiC 陶瓷的断裂模式与其晶粒结构特征及缺陷演化显著相关。当晶粒尺寸较小时(图 6(a)),沿晶断裂为主导模式,高密度晶界网络形成连续弱化路径,裂纹优先沿富碳晶界相扩展。随着晶粒尺寸逐步增大(图 6(b, c)),断裂模式逐渐由沿晶断裂转变为穿晶断裂。异常晶粒长大导致晶粒内部局部应力集中,促进裂纹萌生并增加穿晶断裂风险。断口形貌分析进一步揭示了缺陷分布演变的规律。图 6 标注了样品中的三种主要缺陷类型:裂纹(图 6(a))、气孔(图 6(b))和异常长大的晶粒(图 6(c))。缺陷尺寸随着晶粒尺寸的增大而增大,这可能会导致强度离散性增加^[17]。

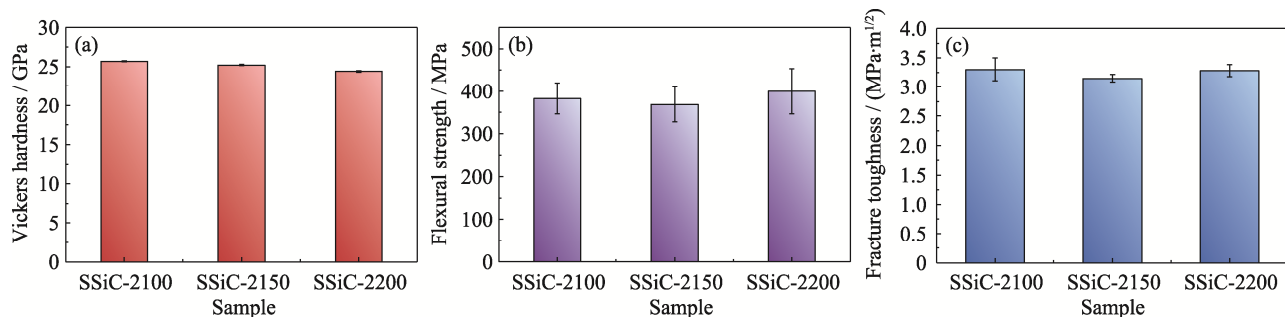


图5 不同晶粒尺寸 SSiC 陶瓷的力学性能

Fig. 5 Mechanical properties of SSiC ceramics with different grain sizes
(a) Vickers hardness; (b) Flexural strength; (c) Fracture toughness

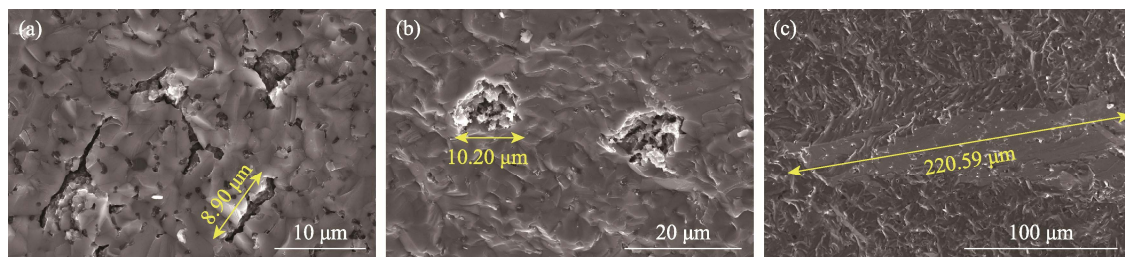


图 6 不同晶粒尺寸 SSiC 陶瓷的断面形貌

Fig. 6 Sectional morphologies of SSiC ceramics with different grain sizes

(a) SSiC-2100; (b) SSiC-2150; (c) SSiC-2200

图 7 为不同晶粒尺寸 SSiC 陶瓷断裂强度 Weibull 模数。结果显示,随着晶粒尺寸的增大,SSiC 陶瓷材料断裂强度 Weibull 模数逐渐减小。SSiC-2100 样品的 Weibull 分布曲线的斜率最大,Weibull 模数达到 12.2。这主要归因于较小的晶粒尺寸和均匀分布的近等轴晶结构,使得 SSiC 陶瓷内部缺陷尺寸减小,同时高密度晶界网络提供裂纹偏转效应,耗散断裂能。随着晶粒尺寸逐渐增大至 $8.45\text{ }\mu\text{m}$ (SSiC-2200),断裂强度 Weibull 模数降至 8.5。晶粒尺寸粗化导致缺陷尺寸逐渐增大,缺陷敏感区域尺寸增大,进而使强度离散性增大,Weibull 模数随之下降。这表明晶粒尺寸对陶瓷材料断裂强度可靠性具有重要影响。通过精细调控晶粒尺寸,利用高密度晶界网络的裂纹偏转效应耗散断裂能,并将最大缺陷尺寸限制在亚临界范围内,可有效改善陶瓷材料的断裂强度可靠性。

将本研究结果与文献[11-12, 24-32]报道的 SiC 基陶瓷材料的弯曲强度和 Weibull 模数进行对比,结果如图 8 所示。本研究采用常压固相烧结工艺制备的 SiC 陶瓷,在保持高弯曲强度(383 ± 37) MPa 的同时,断裂强度 Weibull 模数达到 12.2,综合性能高于文献报道值。

2.3 晶粒尺寸对 SiC 陶瓷 R 曲线特征的影响

为进一步分析晶粒尺寸对 SiC 陶瓷 Weibull 模

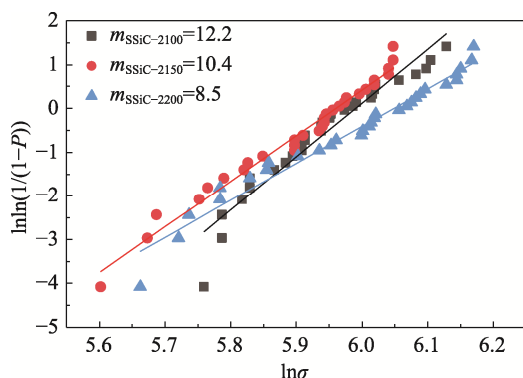


图 7 不同晶粒尺寸 SSiC 陶瓷的断裂强度 Weibull 模数

Fig. 7 Weibull modulus of flexural strength of SSiC ceramics with different grain sizes

数的影响机制,本研究基于 ISB 方法评估了不同晶粒尺寸下 SiC 陶瓷的 R 曲线特征。图 9 为不同压痕载荷对 SiC 陶瓷弯曲强度的影响。结果显示,SSiC 陶瓷的弯曲强度显著受到压痕载荷的影响。SSiC-2100 样品展现出最佳的压痕强度保留率,在 196.0 N 载荷下,压痕样品仍维持 102 MPa 的弯曲强度。

将图 9 数据代入公式(5, 6),通过计算绘制不同晶粒尺寸 SiC 陶瓷的 R 曲线,其演变规律如图 10 所示。结果表明,所有试样的断裂韧性随裂纹扩展长度增加呈非线性上升趋势。值得注意的是,不同晶

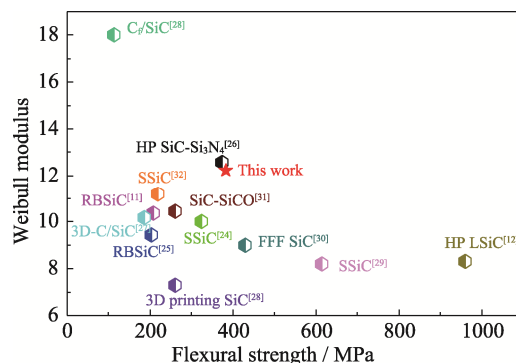


图 8 文献中 SiC 基陶瓷材料弯曲强度及其 Weibull 模数与本研究对比 [11-12, 24-32]

Fig. 8 Flexural strength and Weibull modulus of SiC-based ceramic materials reported in the literature versus in this work [11-12, 24-32]

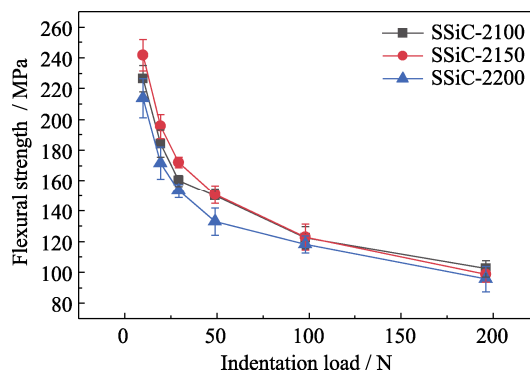


图 9 不同晶粒尺寸 SSiC 陶瓷弯曲强度与压痕载荷的关系

Fig. 9 Relationship between flexural strength and indentation load of SSiC ceramics with different grain sizes

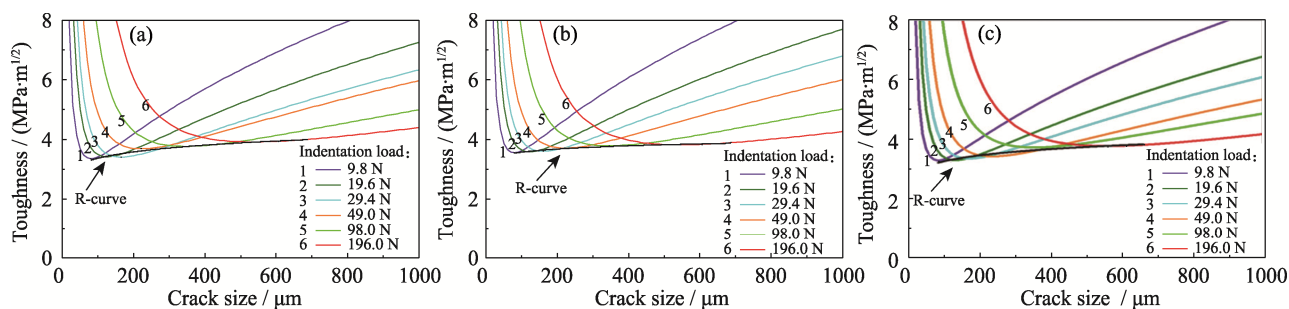


图 10 不同晶粒尺寸 SSiC 陶瓷的 R 曲线

Fig. 10 R-curves of SSiC ceramics with different grain sizes
(a) SSiC-2100; (b) SSiC-2150; (c) SSiC-2200

粒尺寸试样的 R 曲线形态特征存在差异。SSiC-2100 样品表现出最显著的上升 R 曲线行为, 上升幅度达到 20.1%。这表明该样品的抗断裂能力随着裂纹扩展长度的增加而不断提高, 抗断裂性能显著增强。其主要原因在于近等轴晶构筑的多级抗损伤机制: 1) 高密度晶界网络通过裂纹分叉与桥接效应分散应力集中(图 11(a, b)); 2) 均匀的晶粒分布和较小的缺陷尺寸提升了裂纹扩展能量阈值。随着晶粒尺寸增加, SSiC-2150 样品虽表现出上升的 R 曲线行为, 但升幅仅有 8.7%。SSiC-2200 样品的 R 曲线升幅为 14.8%, 较 SSiC-2150 样品有所增加, 主要归因于长柱状晶粒结构形成的部分裂纹偏转机制增强了其抗断裂能力。但 SSiC-2200 样品中异常长大的晶粒易造成应力集中, 增加了缺陷密度, 从而显著降低了其断裂强度可靠性。

3 结论

本研究通过改变烧结温度, 成功制备了具有高相对密度和差异化晶粒结构的 SSiC 陶瓷, 并系统研

究了晶粒尺寸对其力学性能、断裂强度可靠性和 R 曲线特征的影响, 主要结论如下。

1) 通过调控烧结温度, 实现了 SSiC 陶瓷晶粒结构的差异化。随着烧结温度从 2100 °C 升高至 2200 °C, SSiC 陶瓷的平均晶粒尺寸由 3.01 μm 增大至 8.45 μm, 晶粒尺寸分布均匀性系数由 0.70 减小至 0.62。

2) 随着平均晶粒尺寸的细化(从 8.45 μm 减小至 3.01 μm), SSiC 陶瓷的断裂强度 Weibull 模数从 8.5 逐渐增大至 12.2, 增幅达到 44%。这表明晶粒细化对断裂强度可靠性具有显著的促进作用。

3) 晶粒细化对断裂强度 Weibull 模数的提升主要归因于高密度晶界网络通过裂纹分叉与桥接效应有效分散了应力集中, 同时均匀的晶粒分布和较小的缺陷尺寸提高了裂纹扩展的能量阈值, 表现出明显上升的 R 曲线特征。

参考文献:

- [1] HE R J, ZHOU N P, ZHANG K Q, *et al.* Progress and challenges towards additive manufacturing of SiC ceramic. *Journal of Advanced Ceramics*, 2021, **10**(4): 637.
- [2] HAO B Q, FAN L, LI K Y, *et al.* Hot oscillatory pressing of SiC ceramics with B₄C and C as sintering additives. *Ceramics International*, 2024, **50**(24): 53628.
- [3] XIONG L J, WU Y J, CHEN Z F, *et al.* A combined stereolithography and a pressureless sintering method to prepare SiC ceramics. *Ceramics International*, 2025, **51**(2): 2701.
- [4] DING G J, HE R J, ZHANG K Q, *et al.* Dispersion and stability of SiC ceramic slurry for stereolithography. *Ceramics International*, 2020, **46**(4): 4720.
- [5] BAO Y W, SUN Y, KUANG F H, *et al.* Development and prospects of high strength pre-stressed ceramics. *Journal of Inorganic Materials*, 2020, **35**(4): 399.
- [6] 龚江宏. 陶瓷材料脆性断裂的显微结构效应. *现代技术陶瓷*, 2021, **42**(Z2): 287.
- [7] BOARDMAN S, PACKARD C E. Linking flexural strength and strength-limiting flaws in additively manufactured alumina with print parameter variations. *Journal of the American Ceramic Society*, 2024, **107**(2): 1185.
- [8] LIU C, AENGENHEISTER S, HERZOG S, *et al.* Application of Weibull theory to laser surface textured Al₂O₃. *Journal of the*

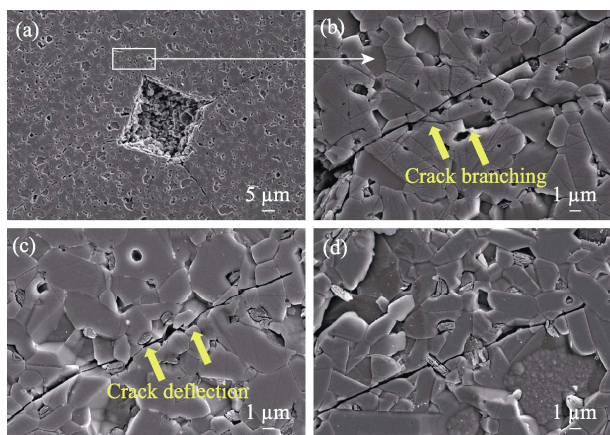


图 11 不同晶粒尺寸 SSiC 陶瓷表面压痕裂纹扩展路径

Fig. 11 Surface indentation crack propagation path of SSiC ceramics at different grain sizes

(a, b) SSiC-2100; (c) SSiC-2150; (d) SSiC-2200

- European Ceramic Society*, 2021, **41(2)**: 1415.
- [9] STEFAN F, NICO L, WALTER K, *et al.* Size effect of carbon fiber-reinforced silicon carbide composites (C/C-SiC): part 1-bending load and statistical effects. *Journal of the European Ceramic Society*, 2021, **41(14)**: 6805.
- [10] WEI C C, LIU Z, ZHANG Z Y, *et al.* High toughness and R-curve behaviour of laminated SiC/graphite ceramics. *Ceramics International*, 2020, **46(14)**: 22973.
- [11] CHAUGULE P S, DU W C, KAMATH R R, *et al.* Reliability comparisons between additively manufactured and conventional SiC-Si ceramic composites. *Journal of the American Ceramic Society*, 2024, **107(5)**: 3117.
- [12] MATSUNAGA N, HIRATA Y, NAKAHAMA K, *et al.* Enhancement of strength of SiC by heat-treatment in air. *Journal of Ceramic Processing Research*, 2009, **10(3)**: 319.
- [13] ROHIT M, YOUNGWOOK K. Effects of initial α -phase content on properties of pressureless solid-state sintered SiC ceramics. *International Journal of Applied Ceramic Technology*, 2021, **19(2)**: 703.
- [14] LI S, XIE Z P. Preparation of zirconia ceramics with high density and fine grains by oscillatory pressure sintering. *Journal of Inorganic Materials*, 2016, **31(02)**: 207.
- [15] KUMAR K, KIM M J, PARK Y J, *et al.* Twofold increase in Weibull modulus of hot-pressed Si₃N₄ ceramic by modified pressing profile. *Materials Today Communications*, 2022, **32**: 103979.
- [16] 胡传奇, 刘海林, 黄小婷, 等. 反应烧结碳化硅的显微结构和力学性能分析. *中国陶瓷工业*, 2020, **27(5)**: 7.
- [17] OSUCHUKWU O A, SALIH A, IBRAHIM A, *et al.* Weibull analysis of ceramics and related materials: a review. *Heliyon*, 2024, **10(12)**: e32495.
- [18] 刘镇. 高韧性层状氮化硅陶瓷材料的制备及性能研究. 淄博: 山东理工大学硕士学位论文, 2021.
- [19] COOK R F, LAWN B R, FAIRBANKS C J. Microstructure-strength properties in ceramics: I, effect of crack size on toughness. *Journal of the American Ceramic Society*, 1985, **68(11)**: 604.
- [20] ANSTIS G R, CHANTIKUL P, LAWN B R, *et al.* A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: I, direct crack measurements. *Journal of the American Ceramic Society*, 1981, **64(9)**: 533.
- [21] DAI P Y, WANG Y Z, LIU G L, *et al.* Fabrication of highly dense pure SiC ceramics via the HTPVT method. *Acta Materialia*, 2011, **59(16)**: 6257.
- [22] ZHANG C G, HU X Z, SERCOMBE T, *et al.* Prediction of ceramic fracture with normal distribution pertinent to grain size. *Acta Materialia*, 2018, **145**: 41.
- [23] ZHANG Z F, SHA J J, ZU Y F, *et al.* Fabrication and mechanical properties of self-toughening ZrB₂-SiC composites from *in-situ* reaction. *Journal of Advanced Ceramics*, 2019, **8(4)**: 527.
- [24] WEI S, XIE Z P, XUE W J, *et al.* How does pore-induced crack change as temperatures decrease from 293 K to 77 K. *Ceramics International*, 2015, **41(10)**: 15246.
- [25] AROATI S, CAFRI M, DILMAN H, *et al.* Preparation of reaction bonded silicon carbide (RBSC) using boron carbide as an alternative source of carbon. *Journal of the European Ceramic Society*, 2011, **31(5)**: 841.
- [26] VYSOCKA A, SPAKOVA J, DUSZA J, *et al.* Microstructure and mechanical properties of liquid-phase-sintered SiC-Si₃N₄ composites. *Kovove Materialy*, 2007, **45(4)**: 223.
- [27] SURESH K, SWEETY K, ANIL K, *et al.* Mechanical properties of LSI based 3D-stitched-C-SiC composites prepared by coal-tar pitch as carbon precursor. *Scripta Materialia*, 2007, **58(10)**: 826.
- [28] KAUFMAN J, WYCKOFF C, LAM B, *et al.* Analysis of fiber-reinforced silicon carbide formed via material extrusion. *Additive Manufacturing*, 2024, **90**: 104333.
- [29] WANG X H, HIRATA Y. Influence of polyacrylic acid on rheology of SiC suspension and mechanical properties of densified SiC. *Ceramics International*, 2005, **31(5)**: 677.
- [30] GAUTHE M, LORRETTE C, CHAFFRON L, *et al.* Fused filament fabrication of silicon carbide parts: a strategy for producing high-strength components. *Journal of the European Ceramic Society*, 2025, **45(7)**: 117229.
- [31] ZHU N N, ZHANG L J, WEN G W, *et al.* Effect of SiC whiskers on the mechanical properties of polymer-derived ceramics prepared by digital light processing and its strengthening and toughening mechanism. *Journal of Alloys and Compounds*, 2023, **968**: 171852.
- [32] JANA D C, BARICK P, SAHA B P. Effect of sintering temperature on density and mechanical properties of solid-state sintered silicon carbide ceramics and evaluation of failure origin. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2018, **27**: 2960.