

## 一种热压 $\beta$ -sialon 的蠕变和蠕变恢复行为\*

林明通 蒋丹宇 汪霖 阮美玲 施剑林

(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)

**摘 要** 研究了一种以 Sm-黄长石固溶体 ( $M'$ ) 为晶界相的  $\beta$ -sialon 在温度为 1300 °C、应力为 110~270MPa 条件下的四点弯曲蠕变行为, 应力指数为 1.2。蠕变后试样的显微结构观察表明只在三晶界点出现蠕变空洞, 由此推测扩散调节的晶界滑移是主导蠕变机制。在 1300 °C /200MPa 下的蠕变恢复行为归因于残余晶界玻璃相的粘弹性松弛。

**关键词**  $\beta$ -sialon 蠕变 蠕变恢复

**分类号** TG113, TQ170

**文章编号** 1005-3093(2002)01-0037-04

### CREEP AND CREEP RECOVERY BEHAVIOR OF A HOT-PRESSED $\beta$ -SIALON

LIN Mingtong\*\* JIANG Danyu WANG Lin RUAN Meiling SHI Jianlin  
(The State Key Lab of High Performance Ceramics and Superfine Microstructure, Shanghai Institute of Ceramics, The Chinese Academy of Sciences, Shanghai 200050)

\* Supported by national natural science foundation of China No.59772008. Manuscript received Dec 16, 2000; in revised form Jun 22, 2001.

\*\* To whom correspondence should be addressed, Tel:(021)62512990-5116,  
E-mail:jlshi@sumn.shcnc.ac.cn

**ABSTRACT** Creep and creep recovery behavior of a hot-pressed  $\beta$ -sialon with Sm-melilite solid solution as intergranular phase at temperature of 1300 °C and stresses of 110~270MPa were investigated. The results showed that the stress exponent of the hot-pressed  $\beta$ -sialon was 1.2 and only the cavities on triple grain junctions were found. It was concluded that the grain boundary sliding accommodated by diffusion was the rate-controlling creep mechanism. Creep recovery under 1300 °C and 200MPa was attributed to viscoelastic relaxation of residual intergranular glass.

**KEY WORDS**  $\beta$ -sialon, creep, creep recovery

$\beta$ -sialon( $\text{Si}_{6-z}\text{Al}_z\text{O}_z\text{N}_{8-z}$ ) 具有高强度和高韧性的优点, 有希望替代金属作为高温结构部件使用。在 sialon 陶瓷获得应用之前, 充分了解其抗蠕变性能是必要的。晶界相的性质在很大程度上决定着 sialon 陶瓷的高温蠕变性能。目前, YAG 和  $M'$  相被认为是最好的 sialon 晶界相。以 YAG 为晶界相的  $\beta$ -sialon 的高温蠕变已获得广泛的研究<sup>[1,2]</sup>, 但是以  $M'$  相为晶界相的  $\beta$ -sialon 的高温蠕变至今未有文献报导。本文研究了一种含 4.4%(质量分数) $M'$  相的  $\beta$ -sialon 的蠕变和蠕变恢复行为。

\* 国家自然科学基金资助项目 59772008。2000 年 12 月 16 日收到初稿; 2001 年 6 月 22 日收到修改稿。  
本文联系人: 林明通, 上海市 200050, 中国科学院上海硅酸盐研究所

## 1 实 验 方 法

实验用起始材料为纯度高于 99.9%(质量分数)的  $\text{Si}_3\text{N}_4$  粉末 (UBE, SN-E10)、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  粉末、 $\text{AlN}$  粉末和  $\text{Sm}_2\text{O}_3$  粉末. 样品的组成位于相图上 Jänecke 三棱柱中  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -4/3( $\text{AlN}:\text{Al}_2\text{O}_3$ )- $\text{SmN}:\text{3AlN}$  兼容性三角的  $\alpha$  和  $\beta$ -Sialon 共存区里,  $m$ 、 $n$  分别为 0.3 和 1.0. 将样品原料在酒精中混合并在以 Sialon 球为介质的塑料瓶中球磨 48h, 然后烘干过筛, 在 1800 °C 和 24MPa 压力下  $\text{N}_2$  气氛中烧结 1 h. 将烧结制成的直径为 70mm 的圆片加工成 2mm×4mm×40mm 的试条. 蠕变前将样品在 1550 °C 下  $\text{N}_2$  气氛中热处理 1 h. 把试样受拉的一侧用粒度为 0.5  $\mu\text{m}$  的金刚石研磨膏抛光成镜面.

弯曲蠕变实验在温度为 1300 °C、应力为 110~270MPa 的条件下进行. 蠕变炉用可编程控制器控温, 温度变化不超过 2 °C. 弯曲压头和支座用高纯 SiC 制成, 四点弯曲的内外跨距分别为 10 和 30mm. 试样外拉伸纤维的中心点挠度用差动变压器 (LVDT) 测量, 该 LVDT 连接到一根红宝石棒和一台用于持续记录位移数据的 PC 机, 位移测量精度  $\pm 1\mu\text{m}$ . 加载之前, 系统在测试温度保温 0.5h 以消除温度的不稳定性.

蠕变前后试样的相含量和显微结构用 XRD、TEM 和 HREM 分析. 将蠕变后试样拉伸那一侧的表面氧化层磨去, 观测其表面. 蠕变恢复的测试温度为 1300 °C, 应力为 200 MPa. 加载和卸载阶段为 8 h, 共进行 9 个周期.

## 2 结 果 与 讨 论

图 1 中所有的曲线都只有一期蠕变和二期蠕变, 而没有三期蠕变. 一期蠕变时间持续 5~20 h, 应变为 0.5%~1.0%; 二期蠕变的速率为  $10^{-9} \sim 10^{-7}\text{s}^{-1}$ . 前人把一期蠕变归因于滑移引起的晶界相的粘弹性<sup>[3~5]</sup>, 这种滑移可由晶粒的弹性变形或晶界扩散调节. 没有三期蠕变表明该  $\beta$ -sialon 缺乏长程延展性, 而蠕变断裂源于诸如空洞和预有裂纹的局部缺陷.

对蠕变数率与作用应力的对数之间的关系作表观线性拟合, 得到应力指数为 1.2. 这个数值低于其他研究者以  $\text{Y}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{MgO}$  和  $\text{Mn}_3\text{O}_4$  为添加剂的  $\text{Si}_3\text{N}_4$  弯曲蠕变的应力指数 (1.5~2.0)<sup>[6~12]</sup>, 但与 Šajgalik 等<sup>[13]</sup> 的结果很接近. 该材料的蠕变机制可以归因于  $\text{N}^{3-}$  或  $\text{N}^{3-}-\text{Sm}^{3+}$  复合物沿晶界的扩散<sup>[9,14~16]</sup>.

$\beta$ -sialon 晶粒的直径约 0.2~1.6 $\mu\text{m}$ , 长径比大于 6, 没有发现  $\beta$ -sialon 晶粒有从优取向的迹象 (图 2a). 在温度为 1300 °C、压力为 235MPa 的条件下蠕变试样中的空洞主要形成于三晶界点, 蠕变前后试样的显微结构如晶粒形貌、大小和晶界相性质和含量没有明显的变化 (图 2b). 在图 2b 的条件下发生蠕变后试样的  $\beta/\beta$  晶界, 两晶界物相为 Sm-Si-Al-O-N 玻璃相, 厚约 0.7nm (图 3). 根据原始组成和 XRD 的结果估算,  $\beta$ -sialon 试样中  $M'$  相的含量约为 4.4%(质量分数). 显微结构观察还表明,  $M'$  相主要存在于三晶界点, 三晶界点还有大量的 Sm-Si-Al-O-N 玻璃相. 伸长的  $\beta$ -sialon 晶粒不利于晶界滑移. 显微结构观察进一步证实了晶界滑移在蠕变过程中发挥重要作用, 由此可以推断扩散调节的晶界滑移是蠕变速率控制步骤.

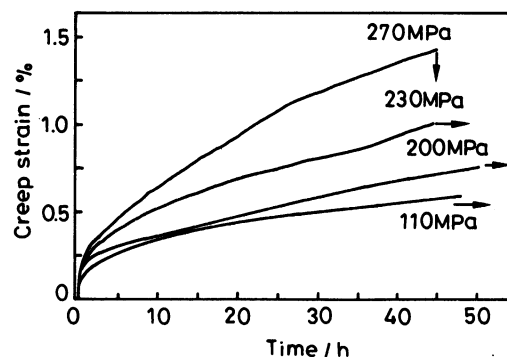


图 1  $\beta$ -sialon 试样在 1300 °C 下的蠕变曲线  
Fig.1 Creep curves of  $\beta$ -sialon sample at 1300 °C and different pressure

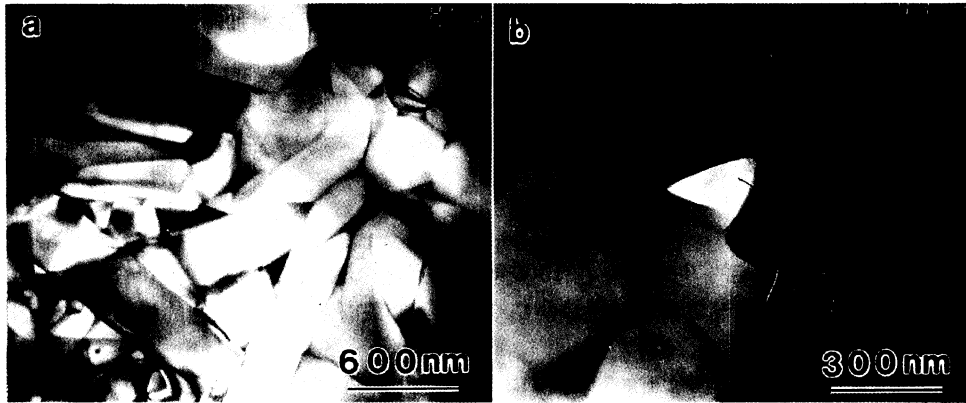
图 2  $\beta$ -sialon 试样的 TEM 照片

Fig.2 TEM micrographs of  $\beta$ -sialon sample (a) the as-heat-treated, (b) crept at 1300 °C and 235MPa for 24 h with a strain of 1.2%

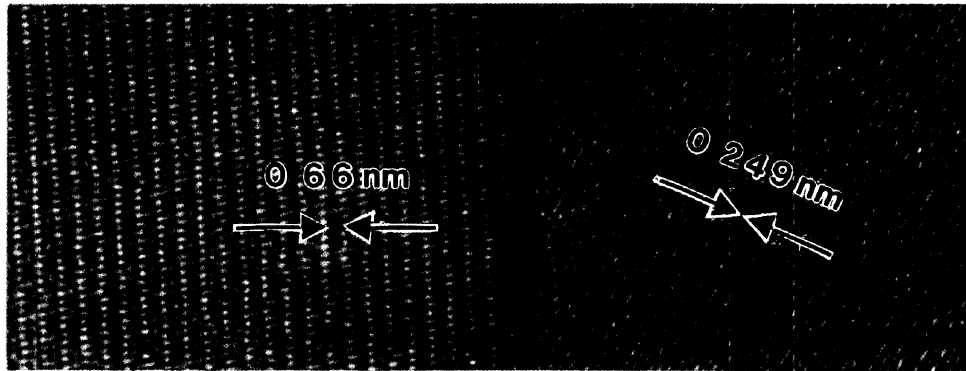
图 3 图 2(b) 中蠕变试样的 HREM 照片, 示出  $\beta/\beta$  晶界

Fig.3 HREM micrograph of the sample identical to that for fig.2 b, showing  $\beta/\beta$  interface

总蠕变恢复率  $R_t$  等于某一周期内弹性应变恢复和蠕变应变恢复之和除以卸载前的累积应变, 蠕变应变恢复率  $R_{cr}$  等于某一周期内蠕变应变恢复除以蠕变应变<sup>[17]</sup>. 在图 4 中列出了各个周期中的  $R_t$  和  $R_{cr}$  值,  $R_t$  随周期数的增加略有减小,  $R_{cr}$  则有较明显的增加. 在前 3 个周期,  $R_t$  和  $R_{cr}$  的变化比后 6 个周期更为显著, 这是由于前 3 个周期相应于暂态蠕变阶段, 蠕变变形中的晶界滑移量较大, 而后 6 个周期处于稳态蠕变阶段, 晶界滑移减缓, 因为在这个阶段晶粒可能发生碰撞或联锁.

前人的工作把  $\text{Si}_3\text{N}_4$  高温蠕变恢复归因于晶界相的粘弹性行为<sup>[17~19]</sup>. 对于某一特定周期, 当应力撤除时, 晶界残余应力就构成了蠕变恢复的驱动

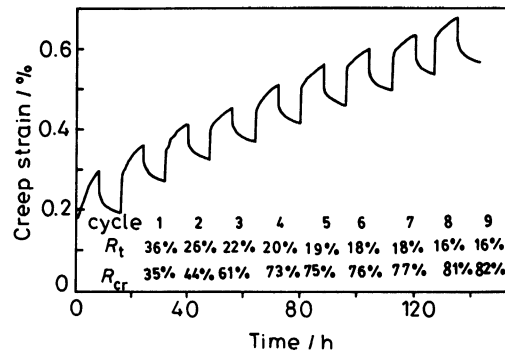
图 4  $\beta$ -sialon 试样在 1300 °C /200MPa 下的蠕变恢复特性

Fig.4 Creep-recovery property of the  $\beta$ -sialon at 1300 °C /200MPa

力, 在加载过程中贮存于晶界的能量由于卸载而得到逐步释放. 当周期数增加时, 累积应变增加, 而总的蠕变应变恢复几乎保持不变. 这可能是  $R_t$  随周期数增加而减小的原因. 同时, 在蠕变过程中材料发生的增硬现象, 导致随着周期数的增加, 蠕变应变增加缓慢, 而蠕变应变恢复则有较大增加, 这可能是  $R_{cr}$  随周期数增加而增加的原因.

### 3 结 论

根据对以  $M'$  相为晶界相的  $\beta$ -sialon 在 1300 °C 的四点弯曲蠕变和蠕变行为的研究和对应力指数、显微结构的观察, 扩散调节的晶界滑移是主导的蠕变机制. 卸载时晶界残余应力的松弛导致了蠕变恢复行为.

**致谢** 作者对何基保博士和高建华女士在 TEM 和 HREM 观察中给予的帮助以及陈卫武博士的有益的讨论表示衷心的感谢.

### 参 考 文 献

- 1 M.H.Lewis, B.S.B.Karunaratne, J.Meredith, C.Pickering, *Creep and Fracture of Engineering Materials and Structures*, edited by B.Wilshire, D.R.J.Owen (Pineridge, Swansea, UK, 1981) p.365
- 2 M.H.Lewis, G.R.Heath, S.M.Winder, R.J.Lumby, *Deformation of Ceramic Materials II*, edited by R.E.Tressler, R.C.Bradt, **18**, 605(1984)
- 3 R.M.Arons, J.K.Tien, *J.Mater.Sci.*, **15**(8), 2046(1980)
- 4 M.K.Ferber, M.G.Jenkins, *J.Am.Ceram.Soc.*, **75**(9), 2453(1992)
- 5 F.F.Lange, D.R.Clarke, B.I.Davis, *J.Mater.Sci.*, **15**(3), 611(1980)
- 6 S.U.Din, P.S.Nicolson, *J.Mater.Sci.*, **10**(8), 1375(1975)
- 7 G.Grathwohl, F.Thümmel, *J.Mater.Sci.*, **13**(6), 1177(1978)
- 8 P.K.Tally, R.A.Dirks, *J.Mater.Sci.*, **13**(3), 580(1978)
- 9 J.A.Todd, Z.Y.Xu, *J.Mater.Sci.*, **24**(12), 4443(1989)
- 10 T.Fett, K.Keller, K.Munz, *J.Mater.Sci.*, **23**(2), 467(1988)
- 11 M.K.Cinibulk, G.Thomas, S.M.Johnson, *J.Am.Ceram.Soc.*, **75**(8), 2050(1992)
- 12 B.S.B.Karunaratne, M.H.Lewis, *J.Mater.Sci.*, **15**(2), 449(1980)
- 13 P.Šajgalik, M.Hnatko, F.Lofaj, P.Hvizdoš, J.Dusza, J.P.Warbachler, P.Hofer, R.Riedel, E.Lecomte, M.J.Hoffmann, *J.Europ.Ceram.Soc.*, **20**(4), 453(2000)
- 14 W.R.Cannon, T.G.Langdon, *J.Mater.Sci.*, **23**(1), 1(1988)
- 15 W.R.Cannon, T.G.Langdon, *J.Mater.Sci.*, **18**(1), 1(1983)
- 16 J.Crampon, R.Duclos, N.Rakotoharisoa, *J.Mater.Sci.*, **28**(4), 909(1993)
- 17 J.W.Holmes, Y.H.Park, J.W.Jones, *J.Am.Ceram.Soc.*, **76**(5), 1281(1993)
- 18 D.A.Woodford, *J.Am.Ceram.Soc.*, **81**(9), 2327(1998)
- 19 S.Haig, W.R.Cannon, P.J.Whalen, *Ceram.Eng.Sci.Proc.*, **13**(9), 1008(1992)