

激光悬浮区熔定向凝固 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}/\text{ZrO}_2$ 三元过共晶合金的微观组织*

宋 行 张 军 贾晓娇 苏海军 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 利用自行研制的激光悬浮区熔设备制备了 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}/\text{ZrO}_2$ 三元过共晶自生复合材料. 在过共晶成分下获得了不含初生相的全共晶层片状组织. 详细分析了固/液界面形貌形成原因, 并由界面形貌出发阐述了 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}/\text{ZrO}_2$ 三元过共晶组织构化趋势. 结果表明, 低凝固速率下, 三元过共晶成分下层片间距大于三元共晶成分下层片间距, 而在高凝固速率下则相反, 这主要是由于 ZrO_2 的加入影响了体系的传热及传质条件, 通过经典非规则共晶模型综合分析了传输条件对层片间距的影响. 过共晶平均层片间距 (λ_{av}) 与凝固速率 (V) 满足 $\lambda_{\text{av}}V^{0.5}=14.7 \mu\text{m}^{1.5}\cdot\text{s}^{-0.5}$, 符合 JH 模型. 对于激光加工中经常出现的带状组织形成机理也进行了讨论.

关键词 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}/\text{ZrO}_2$, 过共晶, 固/液界面, 组织

中图分类号 TG142

文献标识码 A

文章编号 0412-1961(2012)02-0220-07

MICROSTRUCTURE OF $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}/\text{ZrO}_2$ HYPEREUTECTIC ALLOY DIRECTIONALLY SOLIDIFIED BY LASER FLOATING ZONE METHOD

SONG Kan, ZHANG Jun, JIA Xiaojiao, SU Haijun, LIU Lin, FU Hengzhi

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

Correspondent: ZHANG Jun, professor, Tel: (029)88493694, E-mail: zhjscott@nwpu.edu.cn

Supported by National Natural Science Foundation of China (Nos.51002122 and 50772090), Natural Science Foundation of Shaanxi Province (No.2010JQ6005), Aeronautical Science Foundation of China (No.2010ZF53064), NPU Foundation for Fundamental Research (No.NPU-FFR-G9KY1016), New People and New Directions Foundation of School of Materials Science and Engineering in NPU (No.09XE0104-5), Research Fund of the State Key Laboratory of Solidification Processing in NPU (No.76-QP-2011) and Programme of Introducing Talents of Discipline to Universities (No.B08040)

Manuscript received 2011-09-20, in revised form 2011-11-04

ABSTRACT Due to the excellent high temperature mechanical properties, $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}/\text{ZrO}_2$ ternary eutectic in situ composite is considered to be a promising candidate for the material, replacement for nickel based superalloy, of new generation aero space engine turbine blade. The directionally solidified $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}/\text{ZrO}_2$ hypereutectic ceramics are prepared with recently developed laser floating zone melting (LFZM) apparatus. Full eutectic lamellar microstructure, free of primary phase, was obtained with hypereutectic composition. The formation of solid/liquid interface morphology was analyzed in detail. The microstructure texture tendency was explained by combination with interface morphology. The experimental result indicates that, just as the prediction of JH model, average spacing of hypereutectic (λ_{av}) agrees with the inverse-square-root dependence on solidification rate (V) according to $\lambda_{\text{av}}V^{0.5}=14.7 \mu\text{m}^{1.5}\cdot\text{s}^{-0.5}$. In lower solidification rate, the lamellar spacing of

* 国家自然科学基金项目 51002122 和 50772090, 陕西省自然科学基金项目 2010JQ6005, 航空科学基金项目 2010ZF53064, 西北工业大学基础研究基金项目 G9KY1016, 西北工业大学材料学院“新入新方向”基金项目 09XE0104-5, 凝固技术国家重点实验室自主课题项目 76-QP-2011 和高等学校学科创新引智计划项目 B08040 资助

收到初稿日期: 2011-09-20, 收到修改稿日期: 2011-11-04

作者简介: 宋 行, 男, 1982 年生, 博士生

DOI: 10.3724/SP.J.1037.2011.00594

hypereutectic is higher than that of eutectic composition, but the situation reverses in higher rate. The main reason of such phenomenon is that the addition of ZrO_2 effects the thermal and solute transformation in the melt. The influence of transformation condition on lamellar spacing was analyzed synthetically by using classical irregular growth model. The formation mechanism of banded microstructure, often observed in laser zone melted solidification processing, was also discussed.

KEY WORDS $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}/\text{ZrO}_2$, hypereutectic, solid/liquid interface, microstructure

1997 年, Waku 等^[1]发现在高温下 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$ 共晶自生复合材料具有良好的力学性能。 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$ 共晶自生复合材料的抗弯强度从室温到 1800 °C 均可保持在 300—400 MPa^[2]。 Su 等^[3,4]利用激光水平区熔的方法成功制备了 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$ 二元共晶自生复合材料, 研究了其小平面共晶生长行为, 并利用压痕技术测得其硬度及断裂韧性分别为 17.5 GPa 和 3.6 MPa·m^{1/2}。然而近期研究^[5]表明, 在模拟航空发动机工作环境条件下, $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$ 共晶自生复合材料的抗腐蚀性能并不令人满意, 在高温高速水蒸气的冲蚀下, Al_2O_3 相会先被腐蚀并气化。 YAG, YAP 和 YAM 等铝酸盐的抗蚀性能要远强于 Al_2O_3 , 它们的腐蚀速率比 Al_2O_3 小一个数量级^[6]。减小共晶层片间距(阻止腐蚀性气流深入层片间)或者通过添加第三组元, 减少 Al_2O_3 的含量有望提高该体系的抗蚀性能。

限制 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$ 共晶自生复合材料应用的另一个瓶颈是其较低的断裂韧性(约 2 MPa·m^{0.5})^[7]。 2001 年, Lee 等^[8]利用微拉法制备了直径为 0.3—2 mm, 长 500 mm 的 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}/\text{ZrO}_2$ 三元共晶纤维。对比相似条件下获得的 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$ 二元共晶自生复合材料, 由于第三组元 ZrO_2 的加入, $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}/\text{ZrO}_2$ 三元共晶组织更细, 断裂韧性更高^[4,9,10]。自此, 人们针对 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}/\text{ZrO}_2$ 三元共晶点成分在不同凝固条件下的组织及力学性能进行了广泛研究^[11-13]。研究^[14]表明, 随着凝固速率的增加, $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}/\text{ZrO}_2$ 三元共晶材料的组织更细且更规则化, 组织由甲骨文状向织构化发展, 因此, 材料力学性能表现出更强的各向异性。 Oliete 等^[10]利用激光悬浮区熔的方法, 在凝固速率为 1200 mm/h 条件下制得的 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}/\text{ZrO}_2$ 三元共晶纤维, 其抗弯强度可达 (4.6±0.1) GPa。但是, 当前几乎所有的研究都集中在共晶成分点, 而偏离共晶成分的研究却很少。原材料偏离共晶成分容易引起组织中出现初生相, 而初生相的出现将会对材料力学性能造成极大损害。然而, 从热力学角度来看, 在非平衡条件下, 如果原料成分在共晶点附近稍有变化, 由于初生相的过冷度大于共晶组织, 此时初生相不会出现, 偏离共晶成分同样能够获得全共晶组织^[15]。因此, 略微调整共晶自生复合材料相体积分数是可行的。另外, 为了揭示 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}/\text{ZrO}_2$ 三元体系凝固行为, 偏离共晶成分的研究是必不可少的。至今仅有 Su 等^[3,4]利用激光水平区熔研究了过共晶及亚共

晶 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}/\text{ZrO}_2$ 三元自生复合材料的组织形貌。

总之, 在能够得到全共晶组织的成分范围内, 寻找 Al_2O_3 含量较少的成分及合适的工艺参数, 得到无宏观缺陷的具有全共晶组织的 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}/\text{ZrO}_2$ 三元共晶自生复合材料是这个体系未来的主要发展方向。考虑到 ZrO_2 的初化及组织细化作用, 本文中选择了共晶成分作为研究对象, 采用新研制的激光悬浮区熔定向凝固设备在不同凝固速率下制备 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Y}_2\text{O}_3/\text{ZrO}_2$ 三元过共晶自生复合材料, 通过对固/液界面形貌的观察, 分析了组织规则化的原因, 并对其组织尺度及带状组织的形成进行研究。

1 实验材料及方法

图 1 为自制的激光悬浮区熔定向凝固设备示意图。热源采用 Rofin DC015 激光器。为使熔区得到均匀加热, 采用分光镜将激光分成等质量的两束。通过平面反射镜和凹面聚焦镜将两束等质量的激光引至试样表面, 同时对试样进行加热。试样表面的光斑直径可通过同时水平移动平面反射镜及凹面聚焦镜来调整。当试样被激光加热形成熔区, 开启抽拉系统使试样向下移动, 试样将进行定向凝固。

原料采用市售高纯微米级 Al_2O_3 (99.99%), Y_2O_3 (99.99%) 以及 ZrO_2 (99.9%) 粉末, 按 Al_2O_3 , Y_2O_3 和 ZrO_2 的摩尔分数分别为 65%, 15.4% 和 19.6% 的要求配料, 加入约 5% (质量分数) 的 PVA 粘结剂充分搅拌均匀后, 在 25 MPa 的压力下压制成 68 mm×4 mm×4 mm 的棒状预制体。随后将预制体置于 1500 °C 大气中保温 2 h 烧结。激光悬浮区熔实验在大气下进行, 两侧激光功率各 200 W, 光斑直径 4 mm, 凝固速率 2—30 μm/s。在实验的最后阶段采取“零功率法”保留界面形貌。

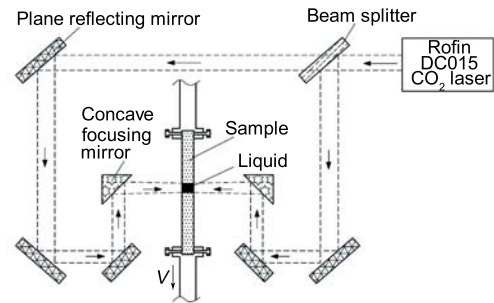


图 1 激光悬浮区熔定向凝固设备示意图

Fig.1 Schematic diagram of laser floating zone melting (LFZM) apparatus

将制得的过共晶凝固试样表面经打磨抛光处理后,将试样放置在 90 °C 的工业纯 H_3PO_4 中腐蚀 10 s, 然后在试样表面喷 Au, 在 JSM-5800 型扫描电镜 (SEM) 上进行组织观察, 用 Rigakumsg-158 型 X 射线衍射仪 (XRD) 和 Link-Isis 型 X 射线能谱仪 (EDS) 进行物相分析. 层片间距用 Sisc IAS V8.0 软件进行测量, 首先垂直于相界面作直线, 测出直线长度, 同时观察该直线经过的层片数目, 以直线长度除以层片数目得到层片间距, 重复测量 400—500 次, 然后对数据进行统计分析, 得到平均层片间距及误差范围.

2 实验结果与讨论

图 2 给出了 $Al_2O_3/YAG/ZrO_2$ 三元过共晶试样宏观照片和局部放大像. 由图 2a 可见, 试样直径均匀, 大约为 3 mm, 长 48 mm. 由图 2b 可以看出, 试样表面呈波纹状, 图中箭头所示为波谷出现的位置. 另外, 实验结果还表明, 凝固速率在 $16 \mu m/s$ 以下时, 试样内部无空洞, 但速率为 $30 \mu m/s$ 的试样中出现大量气孔, 这主要是由于氧化物熔体容易吸收大气中的 O, 在凝固过程中以 O_2 形式析出且未能及时排出试样所致. 图 3 和图 4 分别给出了试样的 XRD 谱和 EDS 结果. 结合图 3 和 4 分析可知, $Al_2O_3/YAG/ZrO_2$ 三元过共晶试样组织是由黑色的 Al_2O_3 、灰色的 YAG 和白色的 ZrO_2 组成, 在图 4 中的并未发现初生相, 说明在过共晶成分下同样可以得到全晶层片组织.

2.1 界面及组织形貌

图 5 所示为凝固速率为 $8 \mu m/s$ 时获得的试样固/液界面的宏观和微观照片. 由图 5a 可以看出, 试样中部界面明显向上突起, 与 Peña 等 [12] 得到的结果相似. 这是由于 Rofin DC015 型激光器产生的激光束模式为单模, 其能量密度沿激光束直径方向成正态分布, 激光束中心能量高而周围能量低所致. 由图 5b 可以看出, 在 $Al_2O_3/YAG/ZrO_2$ 三元过共晶定向凝固过程中, ZrO_2 附着于 YAG, 两相耦合领先生长. 这与 Peña 等 [12] 在 $Al_2O_3/YAG/ZrO_2$ 共晶成分下发现的规律一

致. 依据相图 [16] 可知, Y_2O_3 与 Al_2O_3 相互不固溶, 但与 ZrO_2 相有少量互溶. Lakiza 和 Lapato [16] 研究得出 Y_2O_3 在 ZrO_2 中的固溶度为 19.12% (质量分数), Echigoya 等 [17] 得到的值为 13.13%, 因此 YAG 与 ZrO_2

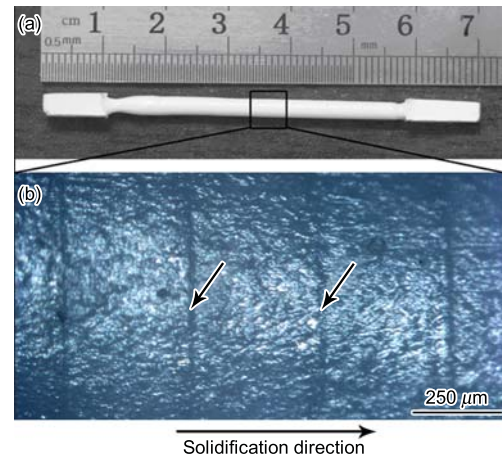


图 2 凝固速率为 $2 \mu m/s$ 时得到的 $Al_2O_3/YAG/ZrO_2$ 三元过共晶自生复合材料试样宏观照片及局部放大的表面像
Fig.2 Macroscopic picture (a) and magnified surface SEM image (b) of $Al_2O_3/YAG/ZrO_2$ hyper eutectic in situ composite with growth rate of $2 \mu m/s$

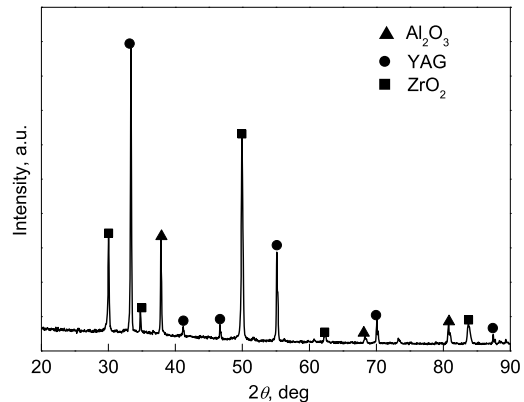


图 3 $Al_2O_3/YAG/ZrO_2$ 三元过共晶 XRD 谱
Fig.3 XRD pattern of the as-solidified $Al_2O_3/YAG/ZrO_2$ ternary hyper-eutectic

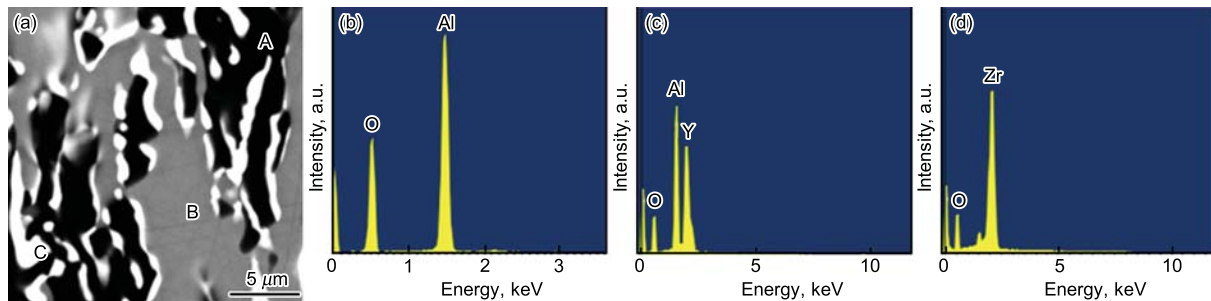


图 4 $Al_2O_3/YAG/ZrO_2$ 三元过共晶试样的 SEM 像及各相的 EDS 分析

Fig.4 SEM image (a) and EDS results of the phases denoted by A (b), B (c) and C (d) in Fig.4a of the as-solidified $Al_2O_3/YAG/ZrO_2$ ternary hyper-eutectic

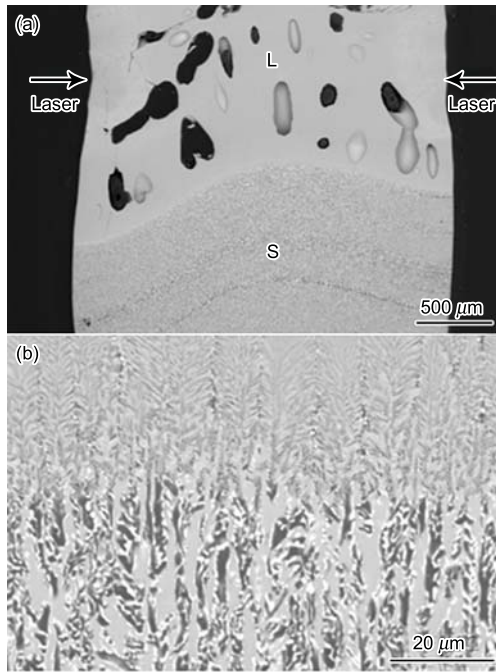


图 5 凝固速率为 $8 \mu\text{m}/\text{s}$ 时获得的固/液界面宏观和微观照片
Fig.5 Macro (a) and micro (b) paragraphs of solid/liquid interface with solidification rate of $8 \mu\text{m}/\text{s}$

之间能够形成短程扩散偶, 从而使得此 2 相的成分过冷度降低^[18], 导致 YAG 与 ZrO_2 共同领先生长. 另外, YAG/ZrO_2 二元共晶的共晶点温度高于 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$ 共晶点温度, 这也是 YAG 与 ZrO_2 相共同领先生长的原因.

图 6 所示为不同凝固速率下得到的三元过共晶纵截面和横截面组织形貌. 可见, 低凝固速率条件下, 共晶层片分布均匀, 而在 $V=30 \mu\text{m}/\text{s}$ 的高凝固速率条件下, 组织呈现明显的胞状共晶生长, 且此时 ZrO_2 相的尺寸很小, 以至于在图 6 中难以观察到. 从图 6 中纵界面组织可以看出, 三元过共晶组织呈现方向性良好的层片状共晶形貌, Al_2O_3 与 YAG 交替排列, ZrO_2 以层片状或质点状分布于 Al_2O_3 与 YAG 两相之间及 Al_2O_3 基体中. 三元过共晶组织与 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$ 二元非规则共晶^[3,19] 形貌差别很大, $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}/\text{ZrO}_2$ 三元过共晶组织具有明显的规则层片状共晶特征. 根据 JH 模型^[18] 的分析, 判别共晶体系组织特征的主要依据是其组元的熔化焓, 如果体系中某一相熔化焓 $\Delta S > 5R$, R 为摩尔气体常数, 则体系将会呈现非规则共晶形貌. Al_2O_3 与 YAG 两相熔化焓均大于 $5R$, 分别为 $5.74R$ 和 $14.72R$ ^[19], 所以其趋于非规则共晶形态. 对于三元过共晶来说, 由于 ZrO_2 的加入, 其生长方式或许会发生变化. Flood 和 Hunt^[20] 指出, 第三组元的加入有利于组成相的生长方式由小平面向非小平面转变. 另外, ZrO_2 的熔化焓介于 $2R$ 到 $5R$ 之间^[21,22], 其生长方式介于小平面与非小平面之间, 所以 ZrO_2 的加入会引起系统的生长方式由小平面向非小平面发展, 导致了组织规则化. 如前所述, YAG 相与 ZrO_2 相形成短程扩散偶

而领先生长, 且据文献^[23] 报道 YAG/ZrO_2 二元共晶易于形成规则层片组织. 因此, 三元过共晶的生长过程中, 具有规则层片状形貌的 YAG/ZrO_2 两相领先生长, 限制了非规则的 Al_2O_3 相的生长空间, 导致规则化趋势的出现.

2.2 层片间距

图 7 示出了 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}/\text{ZrO}_2$ 三元过共晶 (由于本文主要针对过共晶成分进行研究, 因此共晶成分的其他实验结果在本文中并未给出) 及三元共晶在不同凝固速率下的层片间距. 可以看出, 随着凝固速率的增加, 层片间距迅速下降. 拟合得出, $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}/\text{ZrO}_2$ 三元过共晶的平均层片间距 λ_{av} 与凝固速率 V 之间符合 $\lambda_{\text{av}}V^{0.5} = 14.7 \mu\text{m}^{1.5}\cdot\text{s}^{-0.5}$ 关系, 与 JH 模型^[18] ($\lambda_{\text{av}}V^{0.5} = C$, C 为常数) 相符.

由图 7 可以看出, 在低凝固速率下, 三元过共晶层片间距要大于三元共晶层片间距, 在高凝固速率下反之. 这主要是由于 ZrO_2 的加入同时影响了系统的传热及传质条件. 根据非规则共晶经典模型 -MK 模型^[24] 的描述, 平均层片间距可以表示为

$$\lambda_{\text{av}} = \left(\frac{D_L}{C_0 P V} \left(f_\beta \frac{\Gamma_\alpha \sin \theta_\alpha}{|m_\alpha|} + f_\alpha \frac{\Gamma_\beta \sin \theta_\beta}{m_\beta} \right) \right)^{1/2} +$$

$$\left(\frac{\Gamma_{\chi F} [2 + \cos(\theta_{\chi F})]}{\frac{f_{\chi F}}{48} G + \frac{V}{2D_L} (f_{\chi F} (\Pi_{\chi F} - \frac{P}{f_{\chi F}}) \frac{|m_{\chi F}| C_0}{\tan(\theta_{\chi F})})} \right)^{1/2} \quad (1)$$

$$P = \sum_{n=1}^{\infty} \frac{1}{(n\pi)^3} \sin^2(n\pi f_\alpha) = \sum_{n=1}^{\infty} \frac{1}{(n\pi)^3} \sin^2(n\pi f_\beta) \quad (2)$$

$$\Pi_\chi = \sum_{n=1}^{\infty} \frac{1}{(n\pi)^2} \sin(n\pi f_\chi), \chi = \alpha, \beta \quad (3)$$

式中, D_L 为液相扩散系数; C_0 为 JH 模型中定义的相图中 β 相最大固溶度与 α 相最大固溶度之差; f 为相体积分分数; Γ 为 Gibbs-Thomson 系数; θ 为三相点接触角; m 为液相线斜率; G 为固/液界面前沿温度梯度; 下标 α, β 及 χF 分别表示 α, β 及小平面相.

由式 (1) 可以看出, G 和 V/D_L 的增大都会导致层片间距的减小. 对于三元非规则共晶, ZrO_2 的导热系数 ($2.5 \text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$) 较 Al_2O_3 ($10 \text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$) 和 YAG ($10 \text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$) 小. 随着 ZrO_2 含量的增加, 系统的固相导热系数将会降低, 使得固/液界面前沿温度梯度降低^[25], 这将导致共晶层片间距的增大; 另一方面, ZrO_2 含量的增加会引起液相粘度增加^[26], 导致扩散系数降低, 从而引起层片间距的减小. 由此可以看出, 层片间距的变化趋势是由于系统的传热和传质能力相互竞争的结果, 并且哪一个条件能够在竞争中起主导作用是依赖于凝固速率的取值范围的. 进而可以得到这样的推论, 在材料的凝固过程中存在一个临界凝固速率 V_c , 使得当实际凝固速率小于这个临界凝固速率时, 层片间距主要由系统的温度

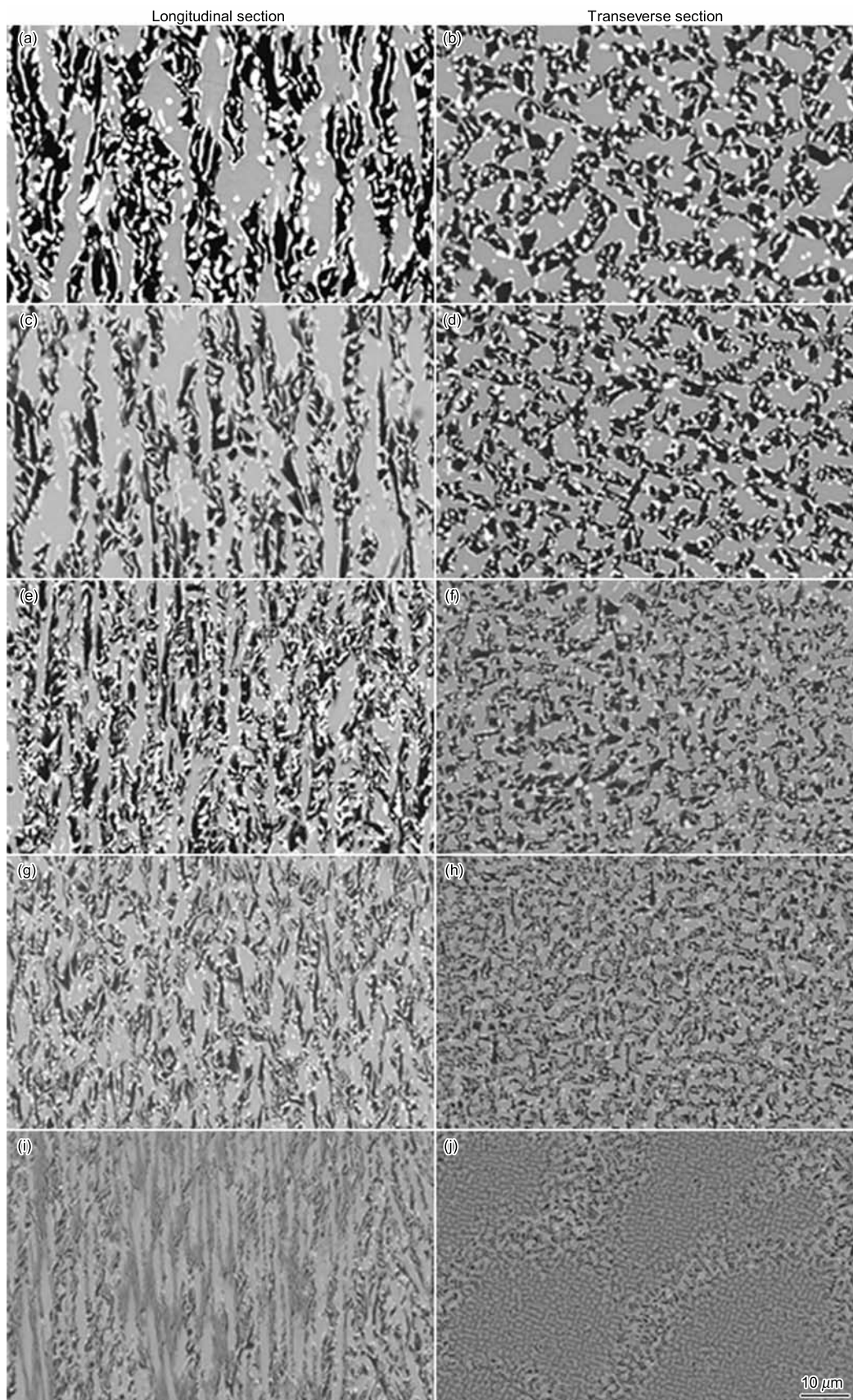


图 6 不同凝固速率下获得的纵界面及横截面组织照片

Fig.6 Longitudinal and transverse morphologies of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}/\text{ZrO}_2$ hypereutectic in situ composite, showing variation of lamellar spacing with solidification rate of $2 \mu\text{m/s}$ (a, b), $4 \mu\text{m/s}$ (c, d), $8 \mu\text{m/s}$ (e, f), $16 \mu\text{m/s}$ (g, h) and $30 \mu\text{m/s}$ (i, j)

梯度决定；而当凝固速率大于临界凝固速率时，层片间距将主要由系统扩散系数决定。从图 7 可以看出，当凝固速率低于 V_c 时，三元过共晶层片间距大于三元共晶层片间距，这主要是系统温度梯度随成分的变化引起的；当凝固速率大于 V_c 时，三元过共晶层片间距小于三元共晶层片间距，这主要是系统扩散系数随成分的变化引起的。综上所述，层片间距的变化趋势是由于系统的传热和传质能力相互竞争的结果。

2.3 带状组织

图 8 示出了凝固速率 $2\mu\text{m}/\text{s}$ 时得到的试样带状组

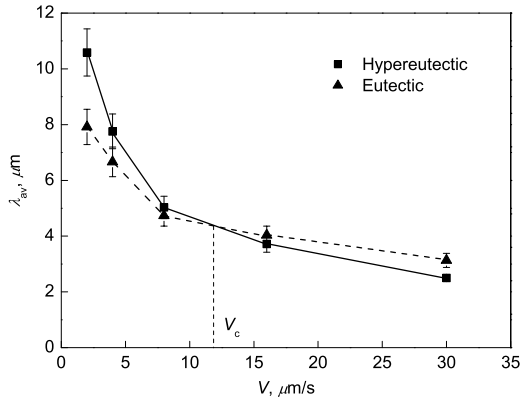


图 7 三元过共晶及三元共晶平均层片间距与凝固速率的关系

Fig.7 Average lamellar spacings (λ_{av}) of ternary hypereutectic and ternary eutectic as a function of solidification rate (V) (V_c is the critical solidification rate that lamellar spacing control factor change from temperature gradient to the diffusion coefficient)

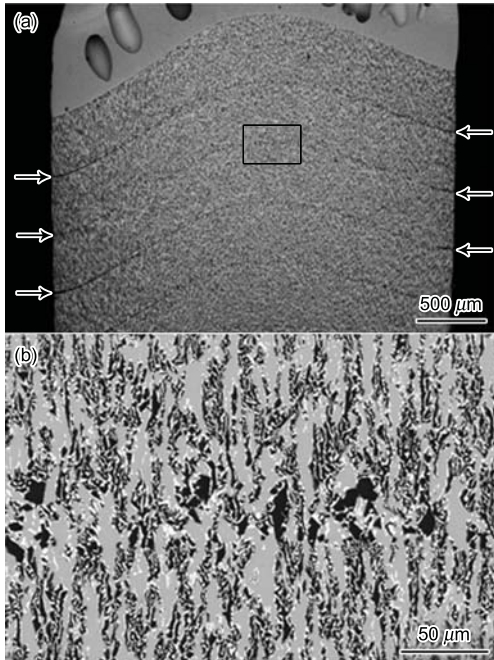


图 8 凝固速率为 $2\mu\text{m}/\text{s}$ 时获得的带状组织宏观 a 及微观照片 b

Fig.8 Low (a) and high (b)magnified paragraphs of banded microstructure with solidification rate of $2\mu\text{m}/\text{s}$ (black particles in Fig.8b is Al_2O_3)

织。从图 8a 可以看出， $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}/\text{ZrO}_2$ 三元过共晶试样中有明显的条带状组织。从图 8b 可以看出， Al_2O_3 相在条带状组织中的尺寸大于其在带间组织中的尺寸；带状组织中的 Al_2O_3 呈离散的块状，边界锐利，有明显的小平面生长特征，与带间组织中的 Al_2O_3 不同，在 Al_2O_3 中几乎未发现 ZrO_2 相。由图 8a 还可见，带状组织呈现周期性，此周期大约为 $380\mu\text{m}$ ，与图 8a 中箭头所示波纹状表面的波谷位置对应，而波纹状表面在激光悬浮区熔试样中是普遍现象^[27]。由此可以推测带状组织形成原因为，在激光悬浮区熔定向凝固过程中，由于熔区内沿径向及轴向的温度梯度都很大^[28]，因此造成熔区内强烈对流，最终导致试样直径周期性变化，在直径突然缩小处，溶质场及流场将发生急剧变化，使得共晶生长条件失稳，此时， Al_2O_3 相很可能在固/液界面前沿形核长大，形成尺度为微米级的离散质点，且被固相所捕捉^[29]，从而形成周期性的带状组织。这与 Winegard 等^[30] 报道的 Pb-Sn 共晶变截面定向凝固试样中的截面变化处组织形貌非常相似。

3 结论

利用激光悬浮区熔定向凝固设备制备了 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}/\text{ZrO}_2$ 三元过共晶自生复合材料。YAG 与 ZrO_2 两相通过短程扩散耦合领先生长，形成规则层片组织，从而限制了 Al_2O_3 的非规则生长，致使 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}/\text{ZrO}_2$ 三元过共晶呈现良好的规则层片状共晶组织。三元过共晶平均层片间距 (λ_{av}) 与凝固速率 (V) 之间的关系为 $\lambda_{av}V^{0.5}=14.7\mu\text{m}^{1.5}\cdot\text{s}^{-0.5}$ 。根据非规则共晶生长经典模型 -MK 模型的分析，层片间距随凝固速率的变化是由于温度梯度及扩散系数二者相互竞争的结果。试样中观察到周期性出现的带状组织，主要是因为熔区内存在强烈的对流，使得试样直径产生周期性变化，导致共晶失稳造成的。

参考文献

- [1] Waku Y, Nakagawa N, Wakamoto T, Ohtsubo H, Shimizu K, Kohtoku Y. *Nature*, 1997; 389: 49
- [2] Waku Y, Nakagawa N, Wakamoto T, Ohtsubo H, Shimizu K, Kohtoku Y. *J Mater Sci*, 1998: 1217
- [3] Su H J, Zhang J, Liu L, Fu H Z. *Acta Metall Sin*, 2008; 44: 457
(苏海军, 张 军, 刘 林, 傅恒志. 金属学报, 2008; 44: 457)
- [4] Su H J, Zhang J, Cui C J, Liu L, Fu H Z. *Mater Sci Eng*, 2008; A479: 380
- [5] Fritsch M, Klemm H. *J Eur Ceram Soc*, 2008; 28: 2353
- [6] Fritsch M, Klemm H, Herrmann M, Schenk B. *J Eur Ceram Soc*, 2006; 26: 3557
- [7] Ochiai S, Ueda T, Sato K, Hojo M, Waku Y, Nakagawa N, Sakata S, Mitani A, Takahashi T. *Compos Sci Technol*, 2001; 61: 2117
- [8] Lee J H, Yoshikawa A, Kaiden H, Lebbou K, Fukuda T, Yoon D H, Waku Y. *J Cryst Growth*, 2001; 231: 179
- [9] Larrea A, Orera V M, Merino R I, Peña J I. *J Eur Ceram*

- Soc*, 2005; 25: 1419
- [10] Oliete P B, Peña J I, Larrea A, Orera V M, Llorca J, Pastor J Y, Martín A, Segurado J. *Adv Mater*, 2007; 19: 2313
- [11] Calderon-Moreno J M, Yoshimura M. *J Eur Ceram Soc*, 2005; 25: 1365
- [12] Peña J I, Larsson M, Merino R I, Francisco I D, Orera V M, Llorca J, Pastor J Y, Martín A, Segurado J. *J Eur Ceram Soc*, 2006; 26: 3113
- [13] Su H J, Zhang J, Cui C J, Liu L, Fu H Z. *J Cryst Growth*, 2007; 307: 448
- [14] Ester F J, Larrea A, Merino R I. *J Eur Ceram Soc*, 2011; 31: 1257
- [15] Kurz W, Fisher D J. *Int Met Rev*, 1979; (5-6): 177
- [16] Lakiza S M, Lopato L M. *J Am Ceram Soc*, 1997; 80: 893
- [17] Echigoya J, Takabayashi Y, Sasaki K. *Trans Jpn Inst Met*, 1986; 27: 102
- [18] Jackson K A, Hunt J D. *Aime Met Soc Trans*, 1966; 236: 1129
- [19] Llorca J, Orera V M. *Prog Mater Sci*, 2006; 51: 711
- [20] Flood S C, Hunt J D. *J Mater Sci*, 1981; 15: 287
- [21] Merino R I, Pe N A J I, Larrea A, de la Fuente G F, Orera V M. *Recent Res Devel Mater Sci*, 2003; 4: 1
- [22] Golubović A, Nikolić S, Gajić R, Durić S, Valčić A. *J Serb Chem Soc*, 2005; 70: 87
- [23] Calderon-Moreno J M, Yoshimura M. *Mater Sci Eng*, 2004; A375-377: 1250
- [24] Magnin P, Kurz W. *Acta Metall*, 1987; 35: 1119
- [25] Liu L, Huang T, Qu M, Liu G, Zhang J, Fu H. *J Mater Process Technol*, 2010; 210: 159
- [26] Oliete P B, Peña J I. *J Cryst Growth*, 2007; 304: 514
- [27] Sola D, Ester F J, Oliete P B, Peña J I. *J Eur Ceram Soc*, 2011; 31: 1211
- [28] Saitou M. *J Appl Phys*, 1997; 12: 6343
- [29] Uhlmann D R, Chalmers B, Jackson K A. *J Appl Phys*, 1964; 10: 2986
- [30] Winegard W C, Majka S, Thall B M, Chalmers B. *Can J Chem*, 1951; 29: 320