

引用格式: 赵威, 秦修远, 邹凯琦, 等. 黏结剂喷射制备氧化铝晶须增韧氧化钇陶瓷[J]. 材料工程, 2026, 54(2): 134-144.
ZHAO Wei, QIN Xiuyuan, ZOU Kaiqi, et al. Preparation of toughened yttrium oxide ceramics from alumina whisker by binder jetting[J]. Journal of Materials Engineering, 2026, 54(2): 134-144.

黏结剂喷射制备氧化铝晶须增韧氧化钇陶瓷

赵 威¹, 秦修远¹, 邹凯琦¹, 冯琨皓¹, 吴甲民¹,
南 海², 郝喜望², 魏青松^{1*}

(1 华中科技大学 材料科学与工程学院, 武汉 430074;

2 北京航空材料研究院股份有限公司 钛合金精密铸造事业部, 北京 100084)

摘要:为提高氧化钇(Y_2O_3)陶瓷的断裂韧度并实现复杂结构制备,引入氧化铝晶须(Al_2O_{3w})对 Y_2O_3 陶瓷进行增韧改性,并通过黏结剂喷射打印技术成功制备 Al_2O_{3w}/Y_2O_3 复杂陶瓷零件,系统研究 Al_2O_{3w} 含量(1%、3%、5%,质量分数,下同)对黏结剂喷射成形初坯性能、烧结致密化及力学性能的影响。结果表明: Al_2O_{3w} 的添加对初坯孔隙率影响较小,但显著优化烧结过程。当 Al_2O_{3w} 含量为3%时,烧结后陶瓷孔隙率最低为57.47%,抗弯强度提升至6.54 MPa,断裂韧度达 $2.31 MPa \cdot m^{1/2}$,相比纯 Y_2O_3 提高了2.9倍。过量添加(5%)导致孔隙率回升至59.47%,断裂韧度下降至 $1.54 MPa \cdot m^{1/2}$ 。微观分析表明, Al_2O_{3w} 通过晶须桥接与裂纹偏转机制抑制裂纹扩展,其最佳掺杂量为3%。

关键词:黏结剂喷射打印; Al_2O_{3w}/Y_2O_3 陶瓷; 晶须增强; 断裂韧度

doi: 10.11868/j.issn.1001-4381.2025.000317 **CSTR:** 32421.14.j.issn.1001-4381.2025.000317

中图分类号: TQ174.7 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-4381(2026)02-0134-11

Preparation of toughened yttrium oxide ceramics from alumina whisker by binder jetting

ZHAO Wei¹, QIN Xiuyuan¹, ZOU Kaiqi¹, FENG Kunhao¹, WU Jiamin¹,
NAN Hai², QIE Xiwang², WEI Qingsong^{1*}

(1 School of Materials Science and Engineering, Huazhong University of Science and Technology, Wuhan 430074, China;

2 Titanium Alloy Precision Casting Division, Beijing Aerospace Materials Research Institute Co., Ltd., Beijing 100084, China)

Abstract: In order to improve the fracture toughness of Y_2O_3 ceramics and realize the preparation of complex structures, Al_2O_3 whiskers (Al_2O_{3w}) are introduced to toughen Y_2O_3 ceramics, and Al_2O_{3w}/Y_2O_3 complex ceramic parts are successfully prepared by binder jetting method. The effects of Al_2O_{3w} content (1%, 3%, 5%, mass fraction, the same below) on the properties of green body forming, sintering densification, and mechanical properties are systematically investigated. The results show that the addition of Al_2O_{3w} has a little effect on the porosity of the green body, but significantly optimizes the sintering process. When the content of Al_2O_{3w} is 3%, the porosity of the sintered ceramics is as low as 57.47%, the flexural strength is enhanced to 6.54 MPa. The fracture toughness reaches $2.31 MPa \cdot m^{1/2}$, which is 2.9 times higher than that of pure Y_2O_3 . Excessive addition (5%) results in a rise in porosity to 59.47% and a decrease in fracture toughness to $1.54 MPa \cdot m^{1/2}$. Microanalysis shows that Al_2O_{3w} inhibits crack propagation through the whisker-bridging and crack-deflection mechanism, with an optimal doping amount of 3%.

Key words: binder jetting; Al_2O_{3w}/Y_2O_3 ceramic; whisker reinforcement; fracture toughness

氧化钇(Y_2O_3)陶瓷因其优异的高温稳定性和良好的化学惰性,在航空航天、汽车发动机以及高温结

构件精密铸造等领域的需求不断增长^[1]。然而,与大多数陶瓷材料类似, Y_2O_3 存在脆性高、断裂韧度低等

缺点,易在热应力或冲击载荷下发生灾难性破坏,难以满足广泛需求^[2]。为克服这一难题,研究者们通过引入增强相(如晶须、纤维或纳米颗粒)构建多尺度复合结构,以改善陶瓷的力学性能。其中,晶须增强技术因其对裂纹扩展的有效抑制作用而备受关注。氧化铝晶须(Al_2O_3 whiskers, Al_2O_{3w})作为单晶纤维增强体,具有高强度、高弹性模量及优异的高温稳定性,被广泛用于氧化铝、碳化硅等陶瓷体系的增韧改性^[3-5]。然而, Al_2O_{3w} 在 Y_2O_3 基体中的应用研究仍相对有限,尤其是在增材制造工艺下的界面调控与致密化机制尚不明确。近年来,增材制造技术为陶瓷材料的复杂结构成型提供了一种新的途径。黏结剂喷射打印(binder jetting, BJ)凭借其无需支撑结构、适用材料范围广及高成形效率等优势,逐渐成为陶瓷增材制造的一个研究热点^[6-8]。然而, Y_2O_3 粉末因高熔点和低烧结活性,在BJ工艺中面临烧结致密化困难、孔隙率高等挑战^[9-10]。此外,晶须的引入可能加剧粉末流动性下降和界面结合问题,进一步影响坯体成形与烧结质量。现有研究表明,晶须增强陶瓷的性能优化高度依赖于增强相的分散均匀性以及和基体的界面结合强度^[11]。例如,Huang等^[12]通过球磨工艺实现了碳化硅晶须在氧化铝基体中的均匀分散,使复合陶瓷的断裂韧性提升至 $4.2 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 。然而,针对 Y_2O_3 基陶瓷的晶须增韧研究多集中于传统成型工艺(如干压成型),对BJ工艺下晶须与粉末的相互作用及烧结过程中晶须对致密化的影响机制缺乏系统性探索。

本工作将 Al_2O_{3w} 作为增强相,结合BJ技术制备高韧性 Y_2O_3 基复合陶瓷,系统研究不同 Al_2O_{3w} 含量

(1%、3%、5%,质量分数,下同)下复合陶瓷的成形、烧结与力学性能,并结合离散元模拟与微观表征,揭示晶须在BJ工艺中的分布特性及其对裂纹扩展的抑制机理,旨在解决以下3个问题:(1)BJ工艺参数(如层厚 H 、黏结剂饱和度 S)对 $\text{Al}_2\text{O}_{3w}/\text{Y}_2\text{O}_3$ 坯体成形质量的影响规律;(2) Al_2O_{3w} 掺杂量对烧结致密化行为及力学性能的调控机制;(3)晶须增韧效应与微观结构演化的关联性。

1 实验材料与方法

1.1 实验设备及材料

本工作使用商用粉末三维打印机(EASY-II,易制科技有限公司),打印层厚度为 $0.03\sim 0.5 \text{ mm}$,黏合剂饱和度可在 $10\%\sim 100\%$ 之间变化,单次印刷次数可在 $1\sim 6$ 次之间调整,最大打印面积可达 $300 \text{ mm}\times 300 \text{ mm}$ 。打印设备配备压电喷头(理光 G6),该喷头可喷印黏度为 $8\sim 12 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ 、表面张力为 $28\sim 35 \text{ mN/m}$ 、密度约为 1 g/mL 的非腐蚀性墨水。

图1为 $\text{Al}_2\text{O}_{3w}/\text{Y}_2\text{O}_3$ 陶瓷打印原材料微观组织。本工作使用的不规则 Y_2O_3 粉末(中科言诺(北京)科技有限公司提供)微观组织如图1(a)所示,其粒径分布如图1(b)所示,中值粒径 $D_{v(50)}=4.61 \mu\text{m}$ 。氧化铝晶须(南京市丰汇纳米科技有限公司提供)直径约为 $0.3 \mu\text{m}$,长度约为 $5.2 \mu\text{m}$,其微观组织如图1(c)所示。采用水基黏结剂,其主要成分为去离子水、聚乙烯醇和丁二酸,室温下的黏度为 $10 \text{ mPa}\cdot\text{s}$,表面张力为 30 mN/m ,满足喷头长时间使用要求。

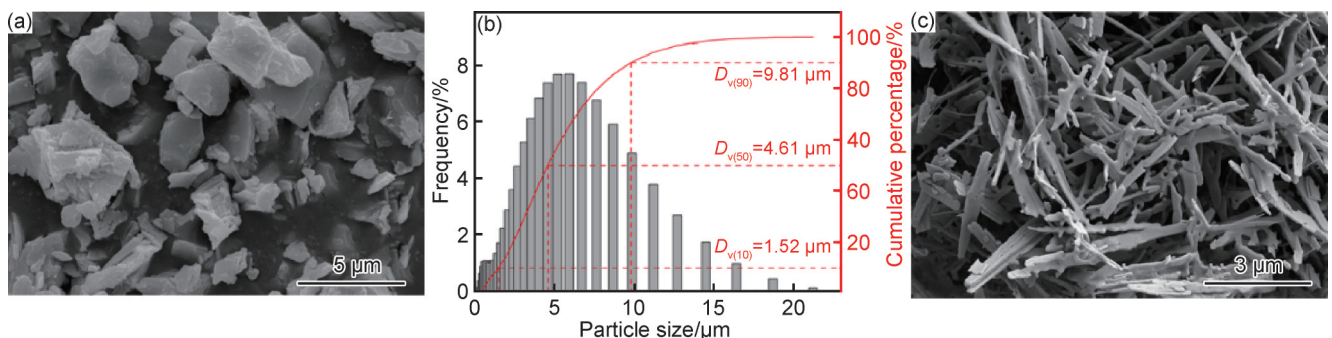


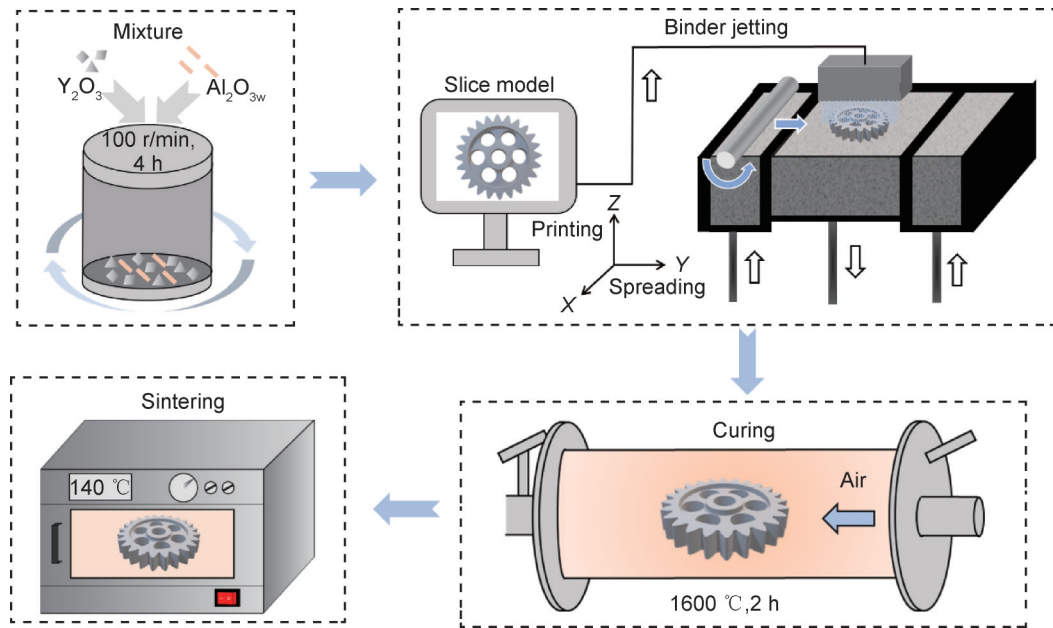
图1 $\text{Al}_2\text{O}_{3w}/\text{Y}_2\text{O}_3$ 陶瓷打印原材料微观组织
(a) Y_2O_3 粉末;(b) Y_2O_3 粒径分布;(c) Al_2O_3 晶须

Fig.1 Microstructures of $\text{Al}_2\text{O}_{3w}/\text{Y}_2\text{O}_3$ ceramic printing raw material
(a) Y_2O_3 powder;(b) Y_2O_3 particle size distribution;(c) Al_2O_3 whisker

1.2 实验方法

图2为 $\text{Al}_2\text{O}_{3w}/\text{Y}_2\text{O}_3$ 陶瓷黏结剂喷射打印制备流程图。 Al_2O_{3w} 以1%、3%和5%的梯度添加量与 Y_2O_3 基体粉末进行球磨混合。球磨工艺采用干混,球磨速

度为 100 r/min ,避免 Al_2O_{3w} 发生破碎,球磨每隔 50 min 停止 10 min ,避免粉末因摩擦发生过热,混合时长共计 4 h ,确保 Al_2O_{3w} 在基体中均匀分布。混合后粉末在黏结剂喷射打印前在烘箱中进行 $80 \text{ }^\circ\text{C}$ 保温 2 h 烘

图2 $\text{Al}_2\text{O}_{3w}/\text{Y}_2\text{O}_3$ 陶瓷黏结剂喷射打印制备流程图Fig.2 Flow chart of $\text{Al}_2\text{O}_{3w}/\text{Y}_2\text{O}_3$ ceramic binder preparation for jet printing

干,避免团聚降低粉末流动性。通过EDEM软件进行离散元模拟,分析不同铺粉工艺下粉末、辊轮、基板相互之间的运动状态,得到最佳铺粉工艺。结合模拟结果计算得到合适的黏结剂饱和度。黏结剂喷射打印后的粉床在 $140\text{ }^\circ\text{C}$ 烘箱中保温 2 h 进行固化,然后通过气枪清除零件外多余粉末,即可得到 $\text{Al}_2\text{O}_{3w}/\text{Y}_2\text{O}_3$ 陶瓷初坯,最后使用箱式炉在大气环境中进行烧结致密,得到性能良好的 $\text{Al}_2\text{O}_{3w}/\text{Y}_2\text{O}_3$ 复杂陶瓷零件。

1.3 性能检测

采用阿基米德排水法对试样进行开孔孔隙率及密度的测试。根据式(1)、(2)计算试样的孔隙率和密度^[13]。

$$\mu = \frac{M_3 - M_1}{M_3 - M_2} \times 100\% \quad (1)$$

$$\rho_c = \frac{M_1}{M_3 - M_2} \times \rho_1 \quad (2)$$

式中: μ 为样品的开孔孔隙率,%; M_1 为试样干燥后的质量,g; M_2 和 M_3 分别为水饱和和样品在水中和空气中的质量,g; ρ_c 为样品的密度, g/cm^3 ; ρ_1 为 $20\text{ }^\circ\text{C}$ 时水的密度,取 $0.99\text{ g}/\text{cm}^3$ 。在进行测量实验时,每组选取3个试样,每组测量3次,取测试结果的平均值。采用数显游标卡尺测量试样烧结前后的三维尺寸,并按式(3)计算尺寸收缩^[14]。

$$\text{DDR} = \frac{l_1 - l_2}{l_1} \times 100\% \quad (3)$$

式中:DDR为尺寸偏差率(dimensional deviation ratio,

DDR); l_1 为试样CAD模型尺寸($10\text{ mm} \times 10\text{ mm} \times 10\text{ mm}$); l_2 为初坯或烧结件实际尺寸,mm。

采用三点弯曲法测量打印初坯和烧结件的抗弯强度 σ ,试验机使用Zwick/Roell Z010万能力学试验机。在测量前,首先使用线切割机将试样加工为 $36\text{ mm} \times 4\text{ mm} \times 3\text{ mm}$ 的标准试样(图3(a))。测量时,跨距设定为 30 mm ,压头加载速度为 $0.5\text{ mm}/\text{min}$,每组试样测量5次,取其平均值。试样的抗弯强度为:

$$\sigma = \frac{3P_{\max}L}{2wh^2} \quad (4)$$

式中: P_{\max} 为试样断裂时的最大载荷,N; L 为试样的跨距,mm; w 为试样的宽度,mm; h 为试样的高度,mm。

采用单边切口梁法测量烧结件的断裂韧度^[15],试验机使用Zwick/Roell Z010万能力学试验机。在测量前,首先利用线切割机将试样加工为 $20\text{ mm} \times 3\text{ mm} \times 4\text{ mm}$ 标准尺寸,并在试样中部的受拉面中心位置精确切割出深度为 2 mm 、宽度为 0.2 mm 的切口(图3(b))。测量跨距设定为 16 mm ,压头加载速度为 $0.5\text{ mm}/\text{min}$,每组试样测量5次,取其平均值。试样的断裂韧度如式(5)所示。

$$K_{\text{IC}} = \frac{3P_{\max}L}{2wh^{3/2}} a^{1/2} Y \quad (5)$$

$$Y = \frac{1.9 - \alpha(1 - \alpha)(2.15 - 3.93\alpha + 2.7\alpha^2)}{(1 + 2\alpha)(1 - \alpha)^{3/2}} \quad (6)$$

式中: α 为 a 与 h 的比值, a 为试样的切口深度,mm; Y 为试样形状因子。

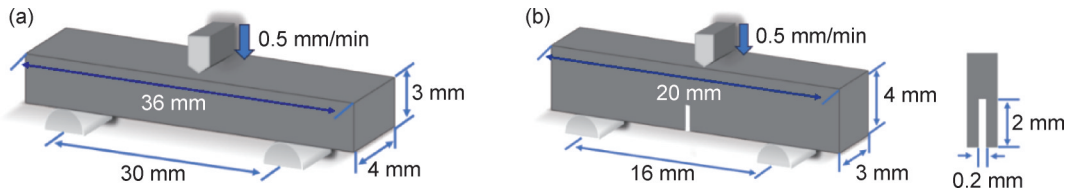


图3 力学性能测试示意图及其标准试样

(a)抗弯强度;(b)断裂韧度

Fig.3 Schematic diagrams of mechanical property testing and standard specimens

(a) flexural strength; (b) fracture toughness

1.4 组织分析

采用配备扫描电子显微镜(SEM)和能量色散X射线谱(EDS)功能的Quanta650 FEG型场发射扫描电子显微镜对粉末原料、打印初坯、烧结件和弯曲断口的微观形貌进行观察,同时对试样进行元素种类及含量分析。

2 结果与分析

2.1 黏结剂喷射打印参数对Y₂O₃陶瓷芯初坯性能的影响

使用EDEM离散元软件对打印铺粉过程进行模拟^[16-17]。图4为铺粉过程示意图,铺粉使用半径为

15 mm反向旋转辊轮,规定铺粉辊轮移动方向为X轴正方向。使用直径4.6 μm球体模拟Y₂O₃粉末,直径0.3 μm球体串联长达5.1 μm模拟氧化铝晶须。

设定铺粉速度为100 mm/s,辊轮转速为0.5 π rad/s,探究不同打印层厚(60、80、100、120、140 μm)对粉床质量的影响。图5为基于离散元模拟统计的不同层厚下基板压力变化情况。因为铺粉过程中辊轮对粉床的压力最终作用到基板,所以基板所受压力的变化可近似反映辊轮作用于粉床压力的变化。随着层厚的不断降低,基板所受压力不断提高。打印层厚为60 μm时,基板所受平均压力为215.72 Pa,相对于层厚140 μm时提高了84.9%。粉床受到的压力越大,打印得到的初坯密度就越大,零件的强度也会随之增加。

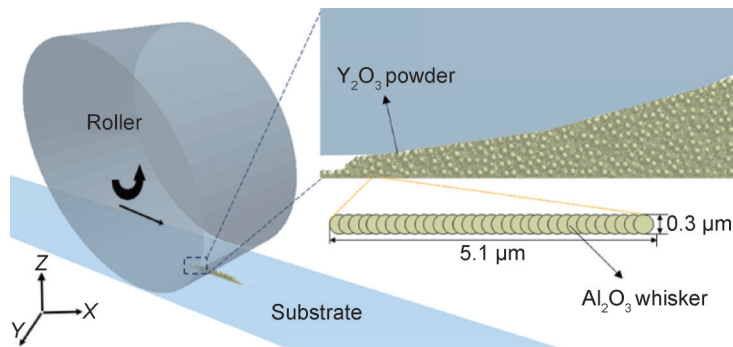


图4 铺粉过程离散元数值模拟示意图

Fig.4 Schematic diagram of discrete element numerical simulation of powder spreading process

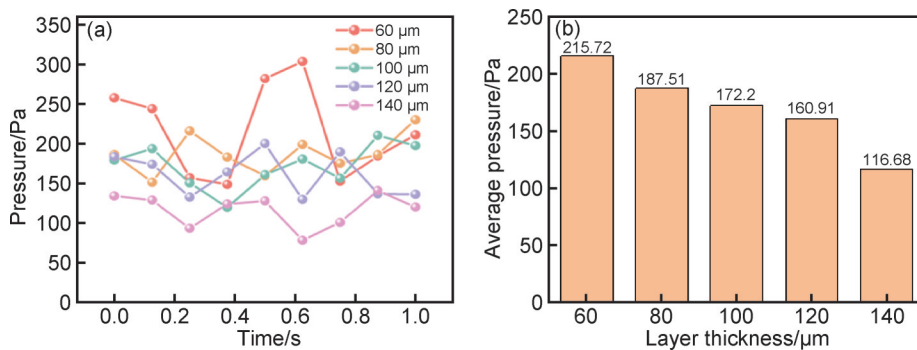


图5 不同层厚下基板所受瞬时压力(a)和平均压力(b)

Fig.5 Instantaneous pressure(a) and average pressure(b) on substrate with different layer thicknesses

但是过低的层厚导致过大的粉床压力,也会严重影响粉床质量,进而降低零件的成形性。图6为不同层厚下粉末运动状态。可以看出,打印层厚过低(60 μm)导致粉末在辊轮横向移动时向前运动,并在粉末床区域形成局部堆积。80 μm层厚下堆积现象得到明显改善,但是在较大铺粉压应力作用下,粉末产生较大的反作用力,导致发生“颗粒飞溅”现象,降低

了粉床铺设质量。打印层厚大于100 μm时,铺粉压力显著减小,粉床表面存在部分孔洞缺陷,粉床密度的降低与铺粉压力一致。层厚越小,铺粉时辊轮对粉床的压力越大。在不同的压力作用下,粉末具有不同的运动状态,进而影响粉床及后续打印初坯质量。本工作选用100 μm为Al₂O_{3w}/Y₂O₃陶瓷黏结剂喷射打印层厚。

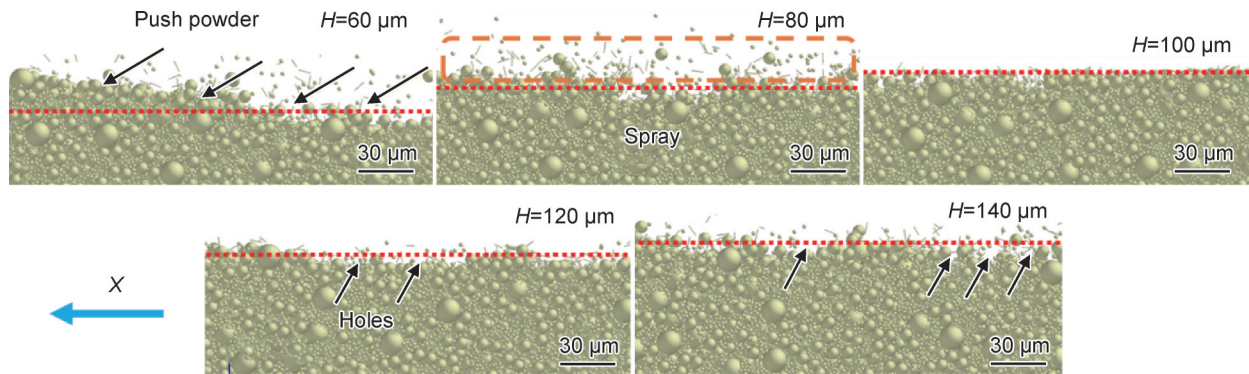


图6 不同层厚下粉末运动状态
Fig.6 Powder kinematics at different layer thicknesses

黏结剂饱和度为每层喷出黏结剂的体积(V_1)与粉末层的孔隙体积(V_2)的比值,计算公式为^[18-19]:

$$S = \frac{V_1}{V_2} = \frac{V_1}{(1-\rho) \times a \times b \times H} \quad (7)$$

式中: ρ 为粉床相对密度; $a \times b$ 为单层打印面积; H 为分层层厚。通过计算,层厚100 μm对应设置5个梯度的黏结剂饱和度,分别为40%、60%、80%、100%和120%。

图7为饱和度对Al₂O_{3w}/Y₂O₃陶瓷初坯的影响。如图7(a)所示,当饱和度过低时(40%),初坯粉末层之间的结合效果不佳,层与层之间难以凭借黏结力实现稳固连接,粉末颗粒间存在大量未被黏结剂渗透部分,这种薄弱的层间结合致使块状初坯极易出现破碎状况。当黏结剂饱和度分别为60%、80%、100%,

120%时,初坯均未出现破碎,而且其内部结构表现出密度逐渐增大、孔隙率逐步减小的变化趋势。如图7(b)所示,当黏结剂饱和度从60%提升至120%时,初坯密度从0.98 g/cm³增长至1.12 g/cm³,孔隙率则从76.12%下降至71.47%。在一定范围内,Y₂O₃初坯的孔隙率会随着黏结剂饱和度的增加而降低。产生这种现象的原因为,黏结剂饱和度的增加提高了初坯内部的黏结剂含量,使粉末间的黏结更为紧密,降低内部的孔隙。同时,初坯抗弯强度从0.95 MPa显著增长至1.31 MPa,增幅高达37.9%。初坯强度主要由固化阶段加热后液滴桥转变为黏结颈提供。随着黏结剂饱和度的增加,黏结颈尺寸相应增大,其数量也增多。而当黏结剂饱和度达到80%后,继续增加黏结剂饱和度,抗弯强度增长变缓。这是因为,当黏结剂饱和度

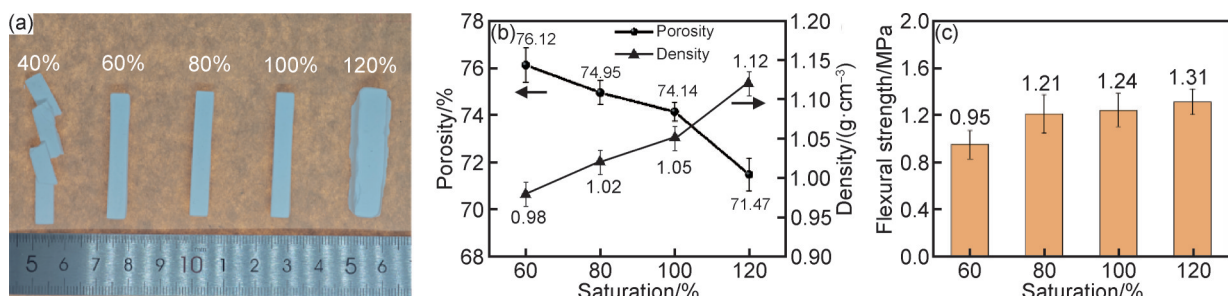


图7 饱和度对Al₂O_{3w}/Y₂O₃陶瓷初坯的影响
(a)宏观试样;(b)孔隙率及密度;(c)抗弯强度

Fig.7 Effect of saturation on Al₂O_{3w}/Y₂O₃ ceramic green body
(a)macroscopic specimen;(b)porosity and density;(c)flexural strength

达到某一阈值,即孔隙无法继续被黏结剂填充后,进一步增加黏结剂饱和度已无法继续增多黏结剂含量,故而抗弯强度的增长趋于平缓。过大的饱和度会影响初坯的表面质量以及存在较多的有机物残留。有机物残留存在陶瓷组织之间,不仅会影响复合陶瓷的力学性能,而且作为型芯/壳与活泼金属接触时可能会产生不良反应。基于以上研究,选定 100 μm 层厚、80% 饱和度为最优黏结剂喷射打印 Al₂O_{3w}/Y₂O₃ 陶瓷参数。

2.2 氧化铝晶须对 Y₂O₃ 陶瓷性能的影响

基于最优黏结剂喷射打印工艺,对不同含量 Al₂O_{3w} 的 Y₂O₃ 陶瓷初坯性能进行分析,如图 8 所示。图 8(a) 为不同 Al₂O_{3w} 含量对 Y₂O₃ 初坯孔隙率和密度的影响,可知,随着 Al₂O_{3w} 含量从 0% 增加至 5%,初坯孔隙率基本保持不变,密度则由 1.02 g/cm³ 略微提升至 1.09 g/cm³。这主要归因于 Al₂O_{3w} 具有较高的长径比,呈

细长棒状形貌,在 BJ 成形过程中 Al₂O_{3w} 易在颗粒孔隙间形成桥梁结构^[20-21],但无法有效填充 Y₂O₃ 颗粒间的空隙,对孔隙率影响较小,此过程中陶瓷初坯的孔隙率主要是由铺粉后粉床的密度所决定。图 8(b) 为 Al₂O_{3w} 含量对初坯抗弯强度的影响。随着 Al₂O_{3w} 含量从 0% 增至 5%,初坯的抗弯强度基本保持稳定,维持在约 1.2 MPa,此与孔隙率的变化趋势一致。这可能是由于 Al₂O_{3w} 形貌细长,其引入未显著增加颗粒间的接触面积,对粉末黏结效果影响较小。因此,从整体来看,少量 Al₂O_{3w} 的掺入对 BJ 工艺制备的 Y₂O₃ 初坯性能的影响较小,表明黏结剂喷射打印工艺可以用于 Y₂O₃/Al₂O_{3w} 初坯的制备。由图 8(c) 添加 3% Al₂O_{3w} 的 Y₂O₃ 陶瓷微观形貌可以看出,Al₂O_{3w} 均匀地分散在 Y₂O₃ 基体之中,并且与 Y₂O₃ 颗粒实现了良好的黏结。

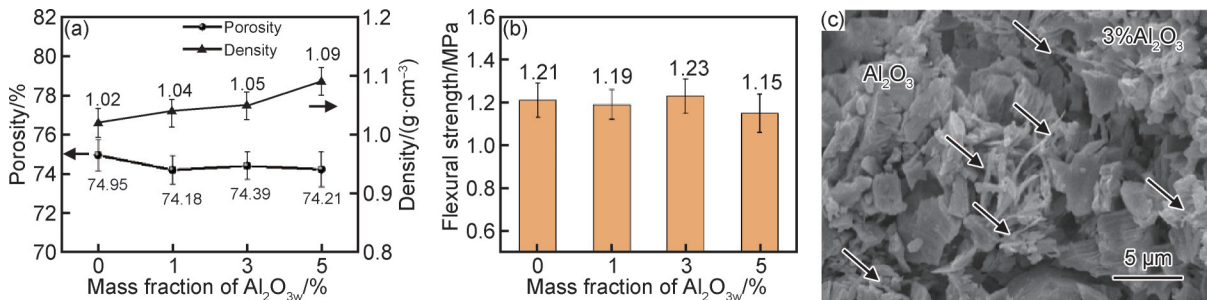


图 8 Al₂O_{3w} 添加量对初坯性能的影响

(a) 密度与孔隙率; (b) 抗弯强度; (c) 3% Al₂O_{3w}/Y₂O₃ 陶瓷初坯微观形貌

Fig.8 Effect of Al₂O_{3w} addition on green body properties

(a) density and porosity; (b) flexural strength; (c) microscopic morphology of 3% Al₂O_{3w}/Y₂O₃ ceramic green bodies

为了探究添加 Al₂O_{3w} 对 Y₂O₃ 烧结性能的影响,按图 9(a) 的烧结曲线进行高温烧结。打印采用水性黏结剂,其热重分析曲线如图 9(b) 所示,发现在 470 °C 时黏

结剂残留的质量分数为 2.56%,本实验在 500 °C 保温 1 h,以避免有机物残留影响后续 Al₂O_{3w}/Y₂O₃ 陶瓷性能,在 1600 °C 保温 2 h,来促进陶瓷的致密化烧结。

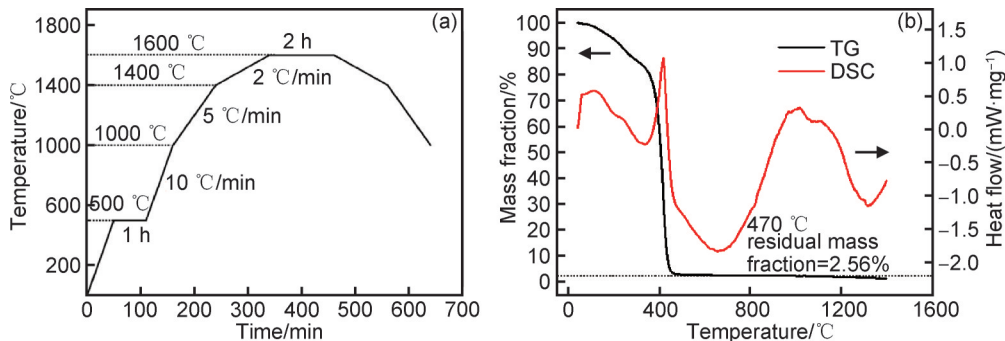


图 9 Al₂O_{3w}/Y₂O₃ 陶瓷烧结曲线(a)和水性黏结剂热重曲线(b)

Fig.9 Al₂O_{3w}/Y₂O₃ ceramic sintering curve(a) and aqueous binder thermogravimetric curves(b)

图 10 为 1600 °C 烧结后不同 Al₂O_{3w} 添加量对 Y₂O₃ 性能的影响。可知,Al₂O_{3w} 添加量对 Y₂O₃ 陶瓷的孔隙率、密度及烧结收缩率均产生显著影响^[22-23]。图 10(a)

为孔隙率和密度随 Al₂O_{3w} 含量的变化,可以看出,随着 Al₂O_{3w} 含量的增加,材料的孔隙率呈下降趋势,在 3% 掺杂量时达到最低,为 57.47%。这表明适量的 Al₂O_{3w}

可有效促进颗粒间的紧密堆积,减少孔隙并提高材料的密度。然而,当掺杂量增加至5%时,密度下降,孔隙率略有回升。这可能是由于,过量 Al_2O_{3w} 的引入影响烧结致密化过程,阻碍颗粒间的有效烧结,从而降低致密化程度。图10(b)为不同 Al_2O_{3w} 添加量下试样在X、Y、Z方向的尺寸收缩率。可以看出,随着 Al_2O_{3w} 含量的增加,试样的整体收缩率提高。同时,X、Y、Z方向的收缩率相对接近,表明 Al_2O_{3w} 的加入有助于降低BJ工艺制备的 Y_2O_3 初坯在Z轴方向上的过量收缩

现象,从而改善因分层效应导致的各向异性收缩。收缩率在添加3% Al_2O_{3w} 时达到最大值,其中X、Y、Z方向的收缩率分别为16.81%、17.65%和17.34%。然而,当 Al_2O_{3w} 含量进一步增加至5%时,各方向的收缩率均有所下降,同时孔隙率回升至59.47%。这可能是由于过量 Al_2O_{3w} 降低了烧结驱动力,从而影响最终的收缩行为。综上所述,适量的 Al_2O_{3w} 掺杂可有效促进 Y_2O_3 的烧结,提高材料的密度,但过量掺杂则可能抑制烧结过程,降低致密化效果。

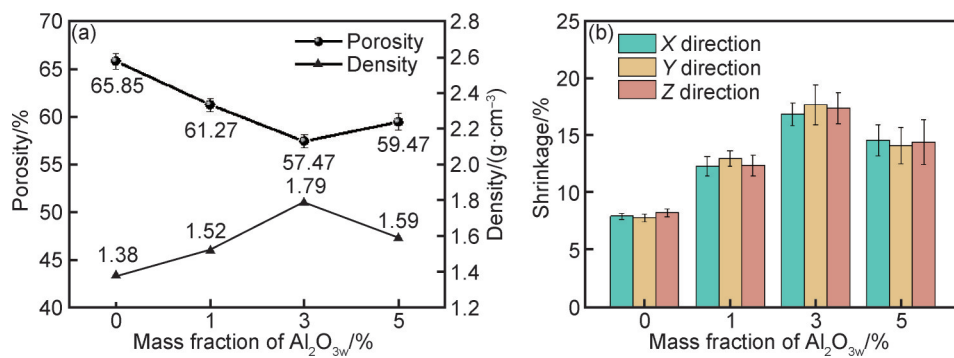


图10 1600 °C烧结后不同含量 Al_2O_{3w} 对 Y_2O_3 性能的影响

(a)孔隙率与密度;(b)尺寸收缩率

Fig.10 Effect of adding different contents of Al_2O_{3w} on properties of Y_2O_3 after sintering at 1600 °C

(a)porosity and density;(b)dimensional shrinkage

为进一步探究 Al_2O_{3w} 对复合陶瓷的影响机制,对1600 °C烧结后添加不同含量 Al_2O_{3w} 的复合陶瓷组织形貌进行分析,如图11所示。可以看出,当 Al_2O_{3w} 含量为0%时,原始粉末颗粒仍然清晰可见,且颗粒周围存在大量连通的孔隙。相比于初坯形貌,烧结后的整体孔隙网络依然保持连通状态,呈现出较为松散的多孔结构。随着 Al_2O_{3w} 掺杂量的增加(如图11(b)),材料内部的孔隙逐渐减少,颗粒间的接触更加紧密。然而,在掺杂量较低时,尚未形成明显的烧结颈,整体结构仍表现出一定的松散性。适量的 Al_2O_{3w} 掺杂有助于降低孔隙率,并改善材料的致密化程度。当 Al_2O_{3w} 掺杂量为3%时,材料表面孔隙明显减少(如图11(c)),孔隙率达到最低,表明此掺杂量有利于优化烧结密度。这主要是因为, Al_2O_{3w} 在高温下可与 Y_2O_3 发生固相扩散反应,这对 Y_2O_3 的烧结起到促进作用,提高了复合陶瓷的烧结程度,降低了孔隙率。然而,当掺杂量进一步提高至5%(如图11(d))时,复合陶瓷的致密化程度下降,孔隙率略有回升。这是由于,在球磨混合阶段,为了保证不破坏 Al_2O_{3w} 的纤维结构,转速仅有100 r/min,高含量的 Al_2O_{3w} 在前期混合过程中无法完全均匀分散,团聚的 Al_2O_{3w} 一直保留到复合陶瓷烧结过程中,阻碍了 Y_2O_3 粉末之间的接触,进而降低 Y_2O_3 烧结程度。

同时,晶须团聚区域可能形成大尺寸气孔或次级孔隙,这些孔隙难以在烧结过程中闭合,显著降低材料的密度。

图12为 Al_2O_{3w} 添加对 Y_2O_3 陶瓷烧结后力学性能的影响。可以看出, Al_2O_{3w} 的添加不仅显著增强 Y_2O_3 陶瓷的断裂韧度,同时提高其抗弯强度。在1600 °C下烧结2 h后,不同 Al_2O_{3w} 添加量对 Y_2O_3 陶瓷断裂韧度的影响如图12(a)所示。未掺杂 Al_2O_{3w} 的 Y_2O_3 陶瓷断裂韧度很低,仅为 $0.59 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 。随着 Al_2O_{3w} 含量的增加, Y_2O_3 陶瓷的断裂韧度显著提高,并在3% Al_2O_{3w} 时达到最大值 $2.31 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 。然而,当 Al_2O_{3w} 含量进一步增加至5%时,断裂韧度下降至 $1.54 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 。这表明适量添加 Al_2O_{3w} 能够有效优化 Y_2O_3 陶瓷的断裂韧度,而过量添加会导致不利影响。图12(b)为不同 Al_2O_{3w} 含量对 Y_2O_3 陶瓷抗弯强度的影响。可知, Al_2O_{3w} 的添加能够有效提高 Y_2O_3 的抗弯强度。当 Al_2O_{3w} 含量为0%时,试样的抗弯强度较低,为2.98 MPa,表明纯 Y_2O_3 陶瓷的烧结密度较差,从而导致其力学性能较低。随着 Al_2O_{3w} 含量增加至1%,抗弯强度提高至4.42 MPa,说明少量 Al_2O_{3w} 的加入对促进陶瓷烧结具有一定作用。当掺杂量增加至3%时,抗弯强度上升至6.54 MPa,表明材料的微观结构和烧结密度均得到

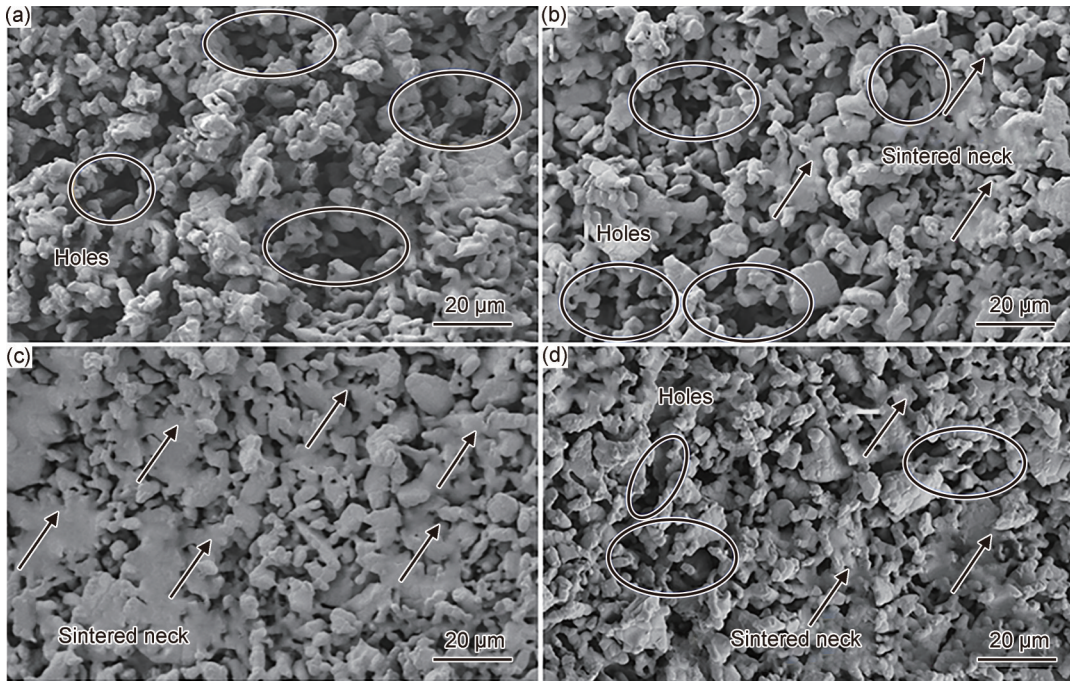


图 11 1600 °C 烧结后不同含量 Al_2O_{3w} 对 Y_2O_3 微观组织的影响
(a)0%;(b)1%;(c)3%;(d)5%

Fig.11 Effect of adding different contents of Al_2O_{3w} on microstructures of Y_2O_3 after sintering at 1600 °C
(a)0%;(b)1%;(c)3%;(d)5%

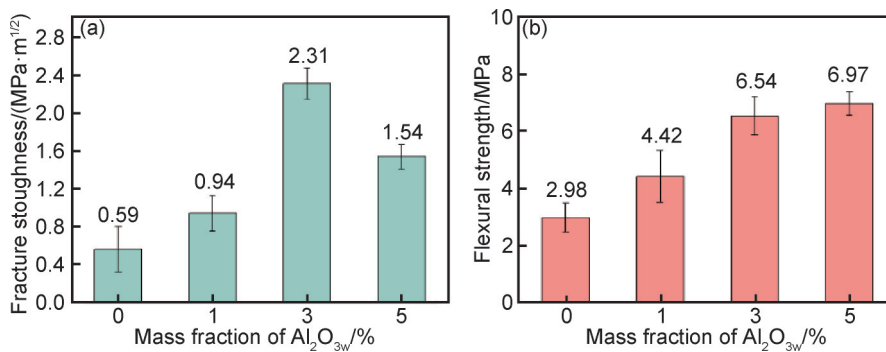


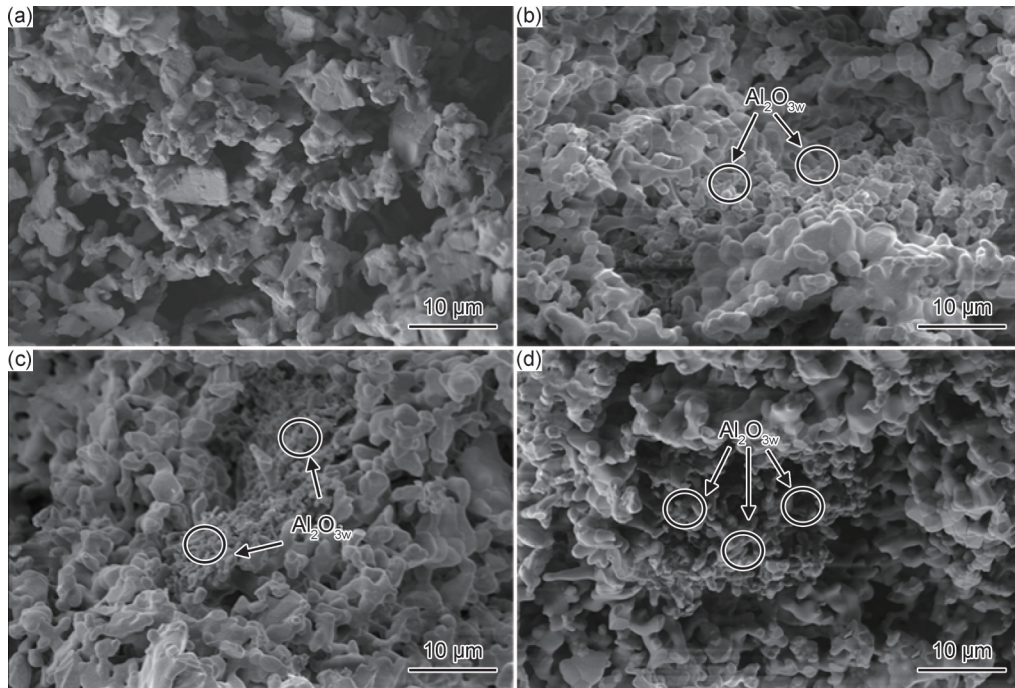
图 12 Al_2O_{3w} 添加对 Y_2O_3 烧结后力学性能的影响
(a)断裂韧度;(b)抗弯强度

Fig.12 Effect of Al_2O_{3w} addition on mechanical properties of Y_2O_3 after sintering
(a) fracture toughness; (b) flexural strength

改善。然而,当 Al_2O_{3w} 含量增加至 5% 时,抗弯强度仅略微上升至 6.97 MPa,表明继续增加 Al_2O_{3w} 含量对 Y_2O_3 陶瓷抗弯强度的提升作用有限。

图 13 为不同 Al_2O_{3w} 含量的 Y_2O_3 陶瓷在 1600 °C 烧结后的断面微观结构。随着 Al_2O_{3w} 含量的增加,陶瓷微观形貌发生显著变化。当 Al_2O_{3w} 含量为 0% 时(图 13(a)),陶瓷内部仍存在大量孔洞,孔隙率高达 65.85%,颗粒间未能充分烧结,仅形成少量烧结颈,导致材料的力学性能较差。此时,试样的抗弯强度仅为 2.98 MPa,断裂韧度为 $0.59 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 。随着 Al_2O_{3w} 含量增加至 1%(图 13(b)),颗粒间的结合增强,孔隙显

著减少, Y_2O_3 基体与 Al_2O_{3w} 的接触部位充分烧结,形成较为紧密的结构。 Al_2O_{3w} 的加入促进了与 Y_2O_3 基体接触区域的物质扩散,提高了陶瓷的致密化程度,此时抗弯强度提升至 4.42 MPa,断裂韧度提高至 $0.94 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 。当 Al_2O_{3w} 含量增至 3%(图 13(c))时,陶瓷的致密化程度进一步提升,显微结构更加均匀,力学性能达到最优,此时抗弯强度增加至 6.54 MPa,断裂韧度达到最高值 $2.31 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 。然而,当 Al_2O_{3w} 含量增加至 5%(图 13(d))时, Y_2O_3 陶瓷的断裂韧度仅为 $1.54 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$,出现明显下降,而抗弯强度则略微上升至 6.97 MPa。这可能是由于,过量的 Al_2O_{3w} 颗粒影响

图13 不同 Al_2O_{3w} 含量的 Y_2O_3 烧结后断面SEM图

(a)0%;(b)1%;(c)3%;(d)5%

Fig.13 Cross-sectional SEM images of Al_2O_{3w} -doped Y_2O_3 after sintering

(a)0%;(b)1%;(c)3%;(d)5%

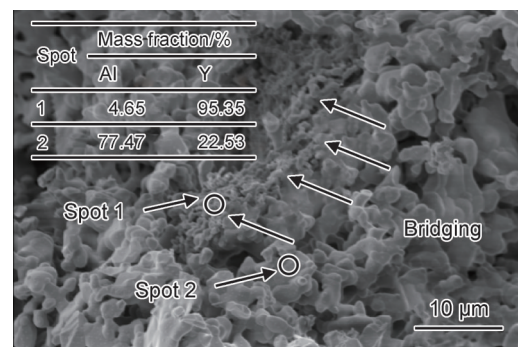
烧结过程,使微观结构变得不均匀,同时孔隙率也有所回升,从而削弱断裂韧度的提升效果。综上所述,适量的 Al_2O_{3w} 添加能够显著改善 Y_2O_3 陶瓷的微观结构和力学性能,然而过量添加会对陶瓷的断裂韧度产生不利影响。

2.3 氧化铝晶须增韧 Y_2O_3 的机理分析

晶须增韧机理主要包括三种:(1)裂纹偏转,晶须与基体界面结合相对较弱时,裂纹会沿着界面扩展,从而消耗更多能量。(2)晶须桥接,晶须跨越裂纹面,形成闭合应力场,抑制裂纹继续扩展。(3)晶须拔出,当晶须从基体中被拉出时,界面摩擦力会吸收断裂能量。研究表明,晶须的添加量以及其与基体的界面结合特性是影响增韧效果的关键因素^[24-25]。

图14为添加3% Al_2O_{3w} 后 Y_2O_3 陶瓷烧结后的断面微观结构及成分分析。可以观察到, Al_2O_{3w} 与 Y_2O_3 基体界面结合紧密,孔隙有一定的减少,表明 Al_2O_{3w} 在烧结过程中有效促进基体的致密化。然而,由于试样中仍存在一定数量的气孔和晶界缺陷,这些微观结构特征容易成为裂纹源,影响陶瓷的力学性能。

在 Y_2O_3 陶瓷中氧化铝晶须通过桥接机制提高了整体的断裂韧度^[26-27](图12(a))。当裂纹扩展至晶须时,晶须能够承受部分载荷,并通过与基体的相互作

图14 3% $\text{Al}_2\text{O}_{3w}/\text{Y}_2\text{O}_3$ 烧结后断面SEM图及成分分析Fig.14 Cross-sectional SEM image and compositional analysis of 3% $\text{Al}_2\text{O}_{3w}/\text{Y}_2\text{O}_3$ after sintering

用阻止裂纹的进一步扩展。此外,裂纹的传播路径发生变化,绕过晶须并沿更长的路径扩展,从而消耗更多能量,提高材料的抗裂纹扩展能力。这一增韧机制有效改善了 Y_2O_3 陶瓷的断裂韧度,使其在3% Al_2O_{3w} 添加量时达到最大值($2.31 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$),较未添加时($0.59 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)提高了2.9倍。当 Al_2O_{3w} 含量进一步增加至5%时,尽管晶须的增韧效应仍然存在,但由于过量晶须的引入导致界面结合力下降,出现界面脱粘现象(图13(d)),进而影响陶瓷的整体断裂韧度。因此,适量的 Al_2O_{3w} 添加对于优化 Y_2O_3 陶瓷的力学性能至关重要。本工作中氧化铝晶须最佳添加量为3%。

3 结论

(1) 基于离散元模拟及相关实验确定 $\text{Al}_2\text{O}_{3\text{w}}/\text{Y}_2\text{O}_3$ 陶瓷零件最佳打印工艺为: 层厚 $100\ \mu\text{m}$, 饱和度 80% 。少量晶须的加入对初坯的性能影响很小, BJ 工艺可以用于 $\text{Y}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_{3\text{w}}$ 初坯的制备。

(2) $\text{Al}_2\text{O}_{3\text{w}}$ 的加入促进 Y_2O_3 陶瓷的烧结。当 $\text{Al}_2\text{O}_{3\text{w}}$ 含量从 0% 增加至 3% 时, 试样的孔隙率由 65.85% 降低至 57.47% , 抗弯强度由 $2.98\ \text{MPa}$ 提高至 $6.54\ \text{MPa}$, $\text{Al}_2\text{O}_{3\text{w}}$ 含量增加至 5% 时, 孔隙率则升至 59.47% , 抗弯强度略微提高至 $6.97\ \text{MPa}$ 。

(3) $\text{Al}_2\text{O}_{3\text{w}}$ 主要通过晶须桥接机制提高 Y_2O_3 陶瓷的断裂韧度。当添加量为 3% 时, $\text{Y}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_{3\text{w}}$ 陶瓷的断裂韧度达到最高值 $2.31\ \text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, 较未添加 $\text{Al}_2\text{O}_{3\text{w}}$ 时的断裂韧度 ($0.59\ \text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$) 提高了 2.9 倍。

参考文献

- [1] LI Y, ZHANG Y, WANG T. High-temperature stability and nuclear applications of yttrium oxide ceramics [J]. Journal of the European Ceramic Society, 2018, 41(2): 1054-1063.
- [2] HAN H L, HU Q L, YANG X D. Additive manufacturing of fiber-reinforced silicon carbide ceramic matrix composites: process optimization and performance control [J]. Ceramics International, 2025, 51(25): 45205-45224.
- [3] WANG C M, LU Y, MA W G, et al. Enhanced mechanical performance *via* Al_2O_3 whisker reinforcing and microwave sintering in 3Y-TZP ceramics [J]. Ceramics International, 2025, 51(19): 27402-27412.
- [4] BALE H A, HABOUB A, MACDOWELL A A, et al. Real-time quantitative imaging of failure events in materials under load at temperatures above $1600\ \text{C}$ [J]. Nature Materials, 2013, 12(1): 40-46.
- [5] RITCHIE R O. The conflicts between strength and toughness [J]. Nature Materials, 2011, 10(11): 817-822.
- [6] LORES A, AZURMENDI N, AGOTE I, et al. A review on recent developments in binder jetting metal additive manufacturing: materials and process characteristics [J]. Powder Metallurgy, 2019, 62(5): 267-296.
- [7] 李婷. 基于粘结剂喷射的陶瓷 3D 打印技术国内研究进展 [J]. 锻压装备与制造技术, 2023, 58(1): 87-93.
LI T. Domestic research progress of ceramic 3D printing technology based on adhesive injection [J]. China Metalforming Equipment & Manufacturing Technology, 2023, 58(1): 87-93.
- [8] WANG Y, HOU Y, ZHANG L, et al. Silicon carbide ceramics formed by binder jetting: a study focusing on the printing layer thickness and the PIP densification process [J]. Ceramics International, 2024, 50(17): 30894-30905.
- [9] CHEN Z, NAN H, QIE X. Sintering challenges and solutions for yttrium oxide ceramics fabricated *via* binder jetting [J]. Journal of Materials Science & Technology, 2019, 142: 1-12.
- [10] YANG L, FENG Q, TANG S, et al. Effect of CaTiO_3 on sintering properties of Y_2O_3 -based ceramic shell *via* extrusion-based 3D printing for titanium alloy casting [J]. Ceramics International, 2023, 49(11): 19338-19345.
- [11] WANG X, SHARIFYAN A, RANJBARAN N, et al. Elucidating the effect of whiskers on microstructural, mechanical and wear properties of ceramic-metal composites for sports venues applications [J]. Vacuum, 2024, 228: 113509.
- [12] HUANG R, LI S, ZHOU Y. Mechanical properties of silicon carbide whisker-reinforced alumina composites: processing and interface design [J]. Materials Science and Engineering: A, 2010, 854: 15-25.
- [13] ZOCCA A, COLOMBO P, GOMES C M, et al. Additive manufacturing of ceramics: issues, potentialities, and opportunities [J]. Journal of the American Ceramic Society, 2015, 98(7): 1983-2001.
- [14] ZHOU S, LIU G, WANG C, et al. Thermal debinding for stereolithography additive manufacturing of advanced ceramic parts: a comprehensive review [J]. Materials & Design, 2024, 238: 112632.
- [15] KIM Y W, LIM K Y, SEO W S. Microstructure and thermal conductivity of silicon carbide with yttria and scandia [J]. Journal of the American Ceramic Society, 2014, 97(3): 923-928.
- [16] LV X, YE F, CHENG L, et al. Binder jetting of ceramics: powders, binders, printing parameters, equipment, and post-treatment [J]. Ceramics International, 2019, 45(10): 12609-12624.
- [17] 程坦. 金属粉末床增材制造铺粉工艺优化及其对成形性能的影响 [D]. 武汉: 华中科技大学, 2023.
CHENG T. Optimization of powder spreading process in metal powder bed additive manufacturing and its effect on forming performance [D]. Wuhan: Huazhong University of Science and Technology, 2023.
- [18] BHANDARI S, VAJPAYEE G, DA SILVA L L, et al. A review on additive manufacturing of piezoelectric ceramics: from feedstock development to properties of sintered parts [J]. Materials Science and Engineering R, 2025, 162: 100877.
- [19] SALEHI M, MALEKSAEEDI S, NAI S M L, et al. A paradigm shift towards compositionally zero-sum binderless 3D printing of magnesium alloys *via* capillary-mediated bridging [J]. Acta Materialia, 2019, 165: 294-306.
- [20] 张金, 刘荣军, 王衍飞, 等. 连续纤维增强陶瓷基复合材料新型界面相研究进展 [J]. 硅酸盐学报, 2021, 49(9): 1869-1877.
ZHANG J, LIU R J, WANG Y F, et al. Progress in research on new interphases of continuous fiber reinforced ceramic matrix composites [J]. Journal of the Chinese Ceramic Society, 2021, 49(9): 1869-1877.
- [21] FENG K, HU S, LI L, et al. Preparation of low residual silicon content Si-SiC ceramics by binder jetting additive manufacturing and liquid silicon infiltration [J]. Journal of the European Ceramic Society, 2023, 43(13): 5446-5457.
- [22] 顾皓, 吕珺, 黄丽芳, 等. $\text{MgO-MnO}_2\text{-TiO}_2\text{-SiO}_2$ 烧结助剂中 SiO_2 的量对低温烧结氧化铝陶瓷材料性能的影响 [J]. 硅酸盐通

- 报, 2009, 28(3): 479-483.
- GU H, LYU J, HUANG L F, et al. The effect of SiO_2 amount in $\text{MgO-MnO}_2\text{-TiO}_2\text{-SiO}_2$ on properties of alumina ceramic sintered by low-temperature[J]. Bulletin of the Chinese Ceramic Society, 2009, 28(3): 479-483.
- [23] 周新星. 氧化铝陶瓷烧结助剂研究概述[J]. 江苏陶瓷, 2012, 45(4): 20-22.
- ZHOU X X. Research progress on low-sintering alumina ceramic [J]. Jiangsu Ceramics, 2012, 45(4): 20-22.
- [24] 冻瑞岚, 彭志航, 向阳, 等. 氧化铝纤维增强氧化铝陶瓷基复合材料的组成及制备工艺的研究进展[J]. 材料工程, 2023, 51(10): 27-41.
- DONG R L, PENG Z H, XIANG Y, et al. Research progress in composition and preparation process of alumina fiber reinforced alumina ceramic matrix composites[J]. Journal of Materials Engineering, 2023, 51(10): 27-41.
- [25] BECHER P F, HSUEH C H, ANGELINI P, et al. Toughening behavior in whisker-reinforced ceramic matrix composites[J]. Journal of the American Ceramic Society, 1988, 71(12): 1050-1061.
- [26] 张珂, 许平, 张超, 等. 国产 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ 复合材料的室温和 1000°C 拉伸性能[J]. 材料工程, 2025, 53(1): 195-201.
- ZHANG K, XU P, ZHANG C, et al. Tensile properties of domestic $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ composites at room temperature and 1000°C [J]. Journal of Materials Engineering, 2025, 53(1): 195-201.
- [27] RAMACHANDRAN K, LEELAVINODHAN S, ANTAO C, et al. Analysis of failure mechanisms of oxide-oxide ceramic matrix composites [J]. Journal of the European Ceramic Society, 2022, 42(4): 1626-1634.
-
- 收稿日期:**2025-05-30;**录用日期:**2025-08-03
- 通讯作者:**魏青松(1975—),男,教授,博士,研究方向为黏结剂喷射制备难成型陶瓷,联系地址:湖北省武汉市洪山区华中科技大学材料科学与工程学院(430074),E-mail:wqs_xn@hust.edu.cn
- (本文责编:王 晶)