

氮化硅基陶瓷材料微波烧结参数实验优化

徐伟伟^{1*} 张作轩¹ 朱松青¹ 殷增斌²

1.南京工程学院机械工程学院,南京,211167

2.南京理工大学机械工程学院,南京,210094

摘要:微波烧结技术已被广泛应用于陶瓷材料的制备中,然而微波烧结的氮化硅基陶瓷材料存在性能一致性差、升温过程功率波动大等问题。为此,通过仿真比较了微波烧结腔有无负载、不同试样放置方式下电场和温度场的分布特性,分析了微波功率对电场和温度场分布的影响规律,提出了微波烧结功率选择原则,通过实验研究比较了各温度段升温速率及匹配功率对陶瓷力学性能的影响。结果表明:微波场中添加负载、试样紧密排列有助于提高电场均匀性,在 0~800 °C、800~1400 °C、1400~1650 °C 温度段分别选择升温速率 80 °C/min、50 °C/min 和 25 °C/min,各温度段匹配的功率分别选择 1600 W、1800 W 和 2200 W,可获得力学性能最佳的氮化硅基陶瓷材料,其维氏硬度达(18.278±0.233)GPa,断裂韧度达(8.588±0.165)MPa·m^{1/2},与匀速升温工艺相比,材料硬度提高 14.8%,韧度提高 22.5%,且该调控策略能有效提高陶瓷材料力学性能的一致性。

关键词:氮化硅基陶瓷;微波烧结;调控策略;微波功率

中图分类号:TQ174

DOI:10.3969/j.issn.1004-132X.2025.03.007

开放科学(资源服务)标识码(OSID):



Experimental Optimization of Microwave Sintering Parameters for Si₃N₄-based Ceramic Materials

XU Weiwei^{1*} ZHANG Zuoxuan¹ ZHU Songqing¹ YIN Zengbin²

1.School of Mechanical Engineering,Nanjing Institute of Technology,Nanjing,211167

2.School of Mechanical Engineering,Nanjing University of Science and Technology,Nanjing,210094

Abstract: Microwave sintering technology was widely used in preparation of ceramic materials. However, the silicon nitride based ceramic materials sintered by microwave had problems such as poor performance consistency and large power fluctuations during heating processes. Therefore, the distribution characteristics of electric field and temperature field were compared in microwave sintering chambers with or without loads and different sample placement methods according to simulation. The influences of microwave power on the distribution of electric field and temperature field were analyzed, and the principle of microwave sintering power selection was proposed. The influences of heating rate and matching power on mechanics properties of ceramics in different temperature ranges were compared through experimental results. The results show that adding loads and arranging samples tightly in microwave field are beneficial for improving the uniformity of the electric field. The experimental results indicate that the Si₃N₄-based ceramic materials with the best mechanics properties may be obtained by selecting heating rates of 80 °C/min, 50 °C/min and 25 °C/min at 0~800 °C, 800~1400 °C and 1400~1650 °C respectively, and matching powers of 1600 W, 1800 W and 2200 W are selected for each temperature range. The Vickers hardness reaches(18.278±0.233)GPa, and the fracture toughness reaches(8.588±0.165)MPa·m^{1/2}. Compared with the uniform heating processes, the hardness increases by 14.8%, the toughness increases by 22.5%, and the consistency of ceramic material properties may be improved effectively with the regulation strategy herein.

Key words: Si₃N₄-based ceramics; microwave sintering; control strategy; microwave power

0 引言

氮化硅(Si₃N₄)陶瓷是一种具有高比强、高比模量、耐高温、抗氧化、耐磨损、抗蠕变、抗疲劳和

抗热震等优良性能的陶瓷材料,适用于高温、摩擦、重载等环境恶劣的工况,可用于制造航空航天用部件、轴承、高速切削刀具等^[1-3]。

在 20 世纪 70 年代,微波烧结技术被引入陶瓷材料制备领域,利用微波能对被烧材料进行整体加热是其最大特点。由于是整体加热,材料受热均匀、温度梯度小,这样烧成的材料性质均匀,

收稿日期:2024-08-17

基金项目:国家自然科学基金(52205471,52305470);南京工程学院人才引进科研启动基金(YKJ202004)

晶粒细小,致密性好,同时微波烧结还有升温速度快、高效、节能等特点,可以实现传统烧结方法无法实现的结构和性能^[4-6]。为了拓展微波烧结技术在陶瓷材料领域的应用,很多学者对微波烧结原理进行了研究。RENAUX 等^[7]通过力学模型模拟 Al_2O_3 陶瓷微观结构和性能演变过程,并进行了实验验证,研究结果表明微波烧结中剪切黏度减小了 10 倍,晶界扩散系数增大了 50 倍。但因未将力学模型与热模型联系,大尺寸样品可能会存在热场不均匀和微观组织梯度问题。GARNAULT 等^[8]对氧化锆陶瓷直接微波加热过程进行了实验和数值模拟研究,研究结果表明,氧化锆材料与微波的耦合特性会随着温度的升高而显著变化。此外,调节电场强度能有效影响材料的吸波性能。然而,通过直接微波烧结实现均匀且稳定的加热过程仍然面临一定的挑战。针对微波烧结温度场均匀性问题,郑立辉等^[9]通过多物理场的模拟仿真,研究了辅热材料用量及成分对比对 Al_2O_3 陶瓷刀具试样升温速率及温度均匀性的影响,研究结果表明,通过调整辅热材料用量和成分配比可以获得较高的升温速率和较好的温度均匀性。KHALID 等^[10]通过建模和实验研究了 Al_2O_3 陶瓷不同组分的填充系数和致密化行为。

近年来,在微波烧结陶瓷材料体系设计及应用方面已取得了很多进展^[11-16],但在微波烧结的 Si_3N_4 陶瓷材料研究方面仍处于起步阶段^[17-18],如何提高复合陶瓷材料微波烧结致密化程度和综合力学性能是目前亟需解决的问题^[19]。笔者在前期研究了 Si_3N_4 基陶瓷材料组分和烧结工艺对材料力学性能和微观结构的影响规律,成功制备出一种 Si_3N_4 基复合陶瓷刀具材料,其力学性能可以达到某些热压烧结的陶瓷刀具材料水平,且烧结温度可降低 $50\sim 150\text{ }^\circ\text{C}$,保温时间可缩短 $33.3\%\sim 88.9\%$ ^[20]。但通过对其切削性能的研究发现^[21],所制备陶瓷刀具寿命呈对数正态分布,当切削时间为 45.6 min 时,可靠度仅为 0.5。

纵观微波烧结技术的应用,通常采用额定功率在一定升温速率下加热至预定温度,从而实现特定材料的烧结^[22-23],然而,针对结构陶瓷材料的微波高温烧结机制研究尚显不足,尤其是在材料组分与微波的耦合关系及升温过程控制方面缺乏系统的理论指导,这导致所制备材料性能一致性偏低。因此,本研究采用仿真与实验相结合的方法,研究了陶瓷材料与微波耦合作用、试样放置方式及功率大小对电磁场和温度场的影响规律,结合工艺优化实验得出最佳的升温速率选择方案及

功率匹配策略。

1 实验材料与方法

1.1 陶瓷材料制备

本研究中所用粉料均购自上海超威纳米科技有限公司,氮化硅基陶瓷材料体系的配比方案如表 1 所示。实验过程中,使用型号为 WH-BL2003 的电子天平分别称取一定量的原始粉末,并将其置于刚玉罐中,按照球料比 7:1 的比例加入氮化硅球,并注入适量的无水乙醇作为球磨介质,在 QM-3SP2 球磨机上连续球磨 48 h;球磨结束前 2 h 内,在浆料中添加质量分数为 3%、浓度为 5% 的聚乙烯醇(PVA)水溶液;球磨完成后将浆料放置于真空干燥箱(DZF-1)中,在 $120\text{ }^\circ\text{C}$ 下进行干燥处理;干燥后的粉料经过 100 目筛研磨,随后使用单向压力机进行快速加压,素坯压制压力设定为 150 MPa,保压时间为 2 min。原先微波烧结方案^[14]以 $30\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ 匀速升温至 $1650\text{ }^\circ\text{C}$,硬度和韧度分别为 $(15.92\pm 0.09)\text{ GPa}$ 和 $(7.01\pm 0.14)\text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$,本研究中微波烧结工艺基于仿真分析结果,匹配合适的功率,在 $0\sim 800\text{ }^\circ\text{C}$ 、 $800\sim 1400\text{ }^\circ\text{C}$ 和 $1400\sim 1650\text{ }^\circ\text{C}$ 三个温度段分别选择不同的升温速率,以烧结后陶瓷力学性能为优化目标,选择最佳的工艺。

表 1 氮化硅基陶瓷材料体系配比方案

Tab.1 Proportion scheme for Si_3N_4 -based ceramic material

粉料	粒径/ μm	密度/ $(\text{g}\cdot\text{cm}^{-3})$	质量分数/%
$\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$	0.7	3.184	73
Al_2O_3	0.5	5.01	2
MgO	0.5	3.58	5
Y_2O_3	0.5	3.98	5
(W, Ti)C	0.5	9.446	15

1.2 仿真参数设置

采用 COMSOL 软件建立了中科耐乐(NL-8000W)高温微波烧结炉烧结腔模型,如图 1 所示,仿真模型由矩形波导管、烧结腔、烧结试样组成。烧结腔主体为圆柱形与半球形相结合,圆柱部分半径为 260 mm,深度为 483.5 mm,表面材质为不锈钢。

烧结试样为 $15.76\text{ mm}\times 15.76\text{ mm}\times 6\text{ mm}$ 的氮化硅基陶瓷材料,分别仿真分析 2.45 GHz 频率下两块试样不同放置方式及烧结功率对电场和温度场分布的影响规律。此外,由于通过实验很难得到高温下氮化硅基陶瓷材料的详细介电性能数据,本研究仿真过程中定义氮化硅材料弹性模量为 304 GPa,密度为 $3.2\text{ g}/\text{cm}^3$,泊松比为

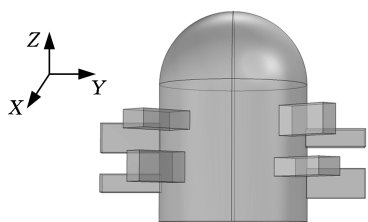


图1 微波烧结腔体模型图

Fig.1 Model diagram of microwave sintering chamber

0.25,质量热容为 710 J/(kg·K)。根据电介质理论和相关报道可知^[24],氮化硅陶瓷材料的介电常数 ϵ_s 可采用 Drude 公式表示:

$$\epsilon_s = 1 + \frac{N}{\epsilon_s} (\alpha_e + \alpha_a + \alpha_d) = 1 + \frac{N}{\epsilon_s} \left[\frac{n^2 \epsilon_0}{N_e} + \frac{21e^2}{8K_0 a} (1 + 3\beta_1) + \frac{\mu_d^2}{3KT} \right] \quad (1)$$

式中: N 为原胞中的离子数; α_e 、 α_a 、 α_d 分别为电子位移极化率、离子位移极化率和热离子极化率; n 为氮化硅折射率; N_e 为单位体积内自由电子数; ϵ_0 为常温介电常数; K_0 为氮化硅弹性模量; a 为氮化硅键长; e 为电子电荷; β_1 为键长温度系数; μ_d 为离子迁移率; K 为玻尔兹曼常数; T 为温度。

高温下的氮化硅介电损耗仅考虑电子电导损耗^[25]。

1.3 材料性能检测方法

采用邦亿精密量仪(上海)有限公司的 BYES-30Z 数字显微硬度计测量样品硬度。压头选用对角 136° 金刚石棱形压头,载荷 200 N,保压

时间 15 s。硬度计算公式如下:

$$H_V = \frac{p_H \sin(136^\circ/2)}{2b^2} \quad (2)$$

式中: H_V 为样品维氏硬度; p_H 为载荷; b 为压痕对角线半长。

断裂韧度 K_{IC} 采用压痕法进行测量计算:

$$K_{IC} = 0.203(c/b)^{-3/2} \sqrt{b} H_V \quad (3)$$

式中: c 为裂纹半长。

陶瓷材料的致密度采用排水法进行测量,其微观组织利用 FEI Quanta 250F 扫描电子显微镜进行观测,为了增强试样的导电性,在 SEM 测试前对试样进行喷金处理并固定在导电胶上。鉴于材料体系中助烧剂的使用,在液相烧结过程中助烧剂形成的玻璃相会包裹晶粒,导致晶界模糊,给直接通过断面形貌观测晶粒尺寸分布规律带来困难,因此,本研究中对陶瓷刀具材料试样抛光面进行了熔融 NaOH 腐蚀处理。

2 结果与分析

2.1 试样加载方式的影响

分别截取微波烧结腔内试样对称中心所在平面的电场图,分析试样加载方式对电场分布规律的影响,图 2 和图 3 分别显示了 1000 W 功率下工作 10 min 时空载和加载试样后微波烧结腔内部电磁场分布情况。

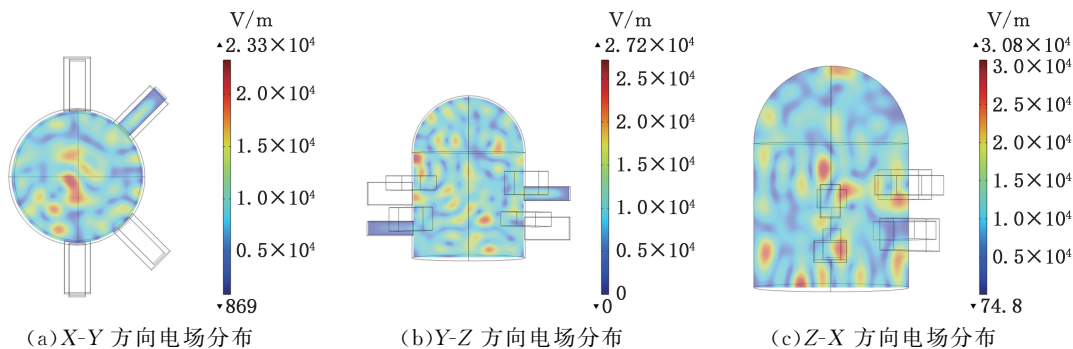


图2 烧结腔空载电场分布图

Fig.2 Distribution diagram of electric field without samples in sintering chamber

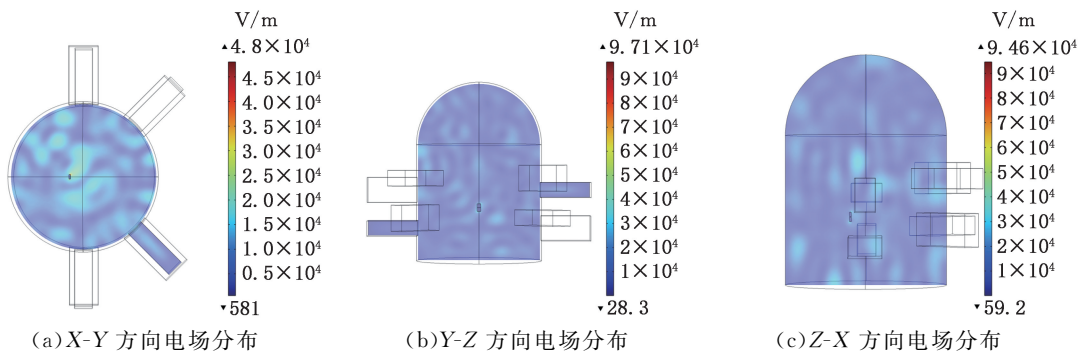


图3 加载后烧结腔电场分布图

Fig.3 Distribution diagram of electric field with samples in sintering chamber

由图 2 可以看出,当烧结腔空载时,微波从馈口进入腔体内形成驻波后,腔体内部电场分布并不均匀,腔体内最高场强处场强值为 $30\ 800\ \text{V/m}$,最低处场强值仅为 $74.8\ \text{V/m}$,显示出较大的极差,且高低场强区域呈交错分布。整体而言,烧结腔中心区域的场强普遍高于外围区域,馈口处场强相较于周围区域显得更加突出。同时,值得注意的是,在烧结腔中存在多个热点区域,这些热点分布于不同区域,在烧结时,样品的摆放位置需要尽量避开这些热点位置,热点区域的场强与周围区域相比存在较大的梯度,这种梯度可能导致样

品在升温过程中产生显著的温度差异,从而引发开裂现象。

由图 3 可以看出,加载两个试样后烧结腔内部整体电场的均匀性得到改善,在样品附近形成了场强适中且均匀的区域,烧结腔内的热点消失,场分布均匀性得到明显提高。从场强数值上看,试样附近电场强度略高于其他位置电场强度。从试样内部的电场分布情况来看(如图 4 所示),试样整体处于一片高场强区域,试样内部电场在试样中心处电场强度相对较高,从中心到边缘电场强度呈下降趋势。

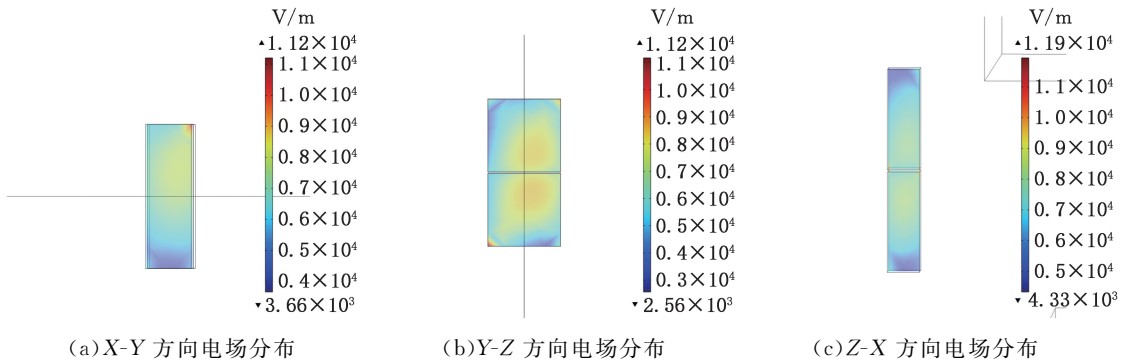


图 4 试样内部电场分布图

Fig.4 Internal electric field distribution diagram of samples

当改变试样放置方式时,试样内部电场和温度场分布情况表现出显著差异,如图 5 所示。为了对比不同样品块间样品内部电场和温度场分布均匀性情况,在每个样品内部水平方向以每隔 $3\ \text{mm}$,厚度方向以每隔 $1\ \text{mm}$ 选取 125 个采样点,提取场强值进行比较分析。当两块样品紧密排列时,两块样品内部的电场平均强度分别为 $6428.5\ \text{V/m}$ 和 $6778.6\ \text{V/m}$,标准差分别为 $174.4\ \text{V/m}$ 和 $658.6\ \text{V/m}$,两块样品间平均电场强度差为 $350.1\ \text{V/m}$,且两块样品内部电场分布较为均匀,仅在两块样品的边缘处有小范围的热点区域出现。将样品烧结至 $1400\ ^\circ\text{C}$,可以看到试样的平均温度分别为 $1403.3\ ^\circ\text{C}$ 和 $1383.3\ ^\circ\text{C}$,两者间的

平均温度仅相差 $20\ ^\circ\text{C}$,温度相差较小,有利于制备性能一致的陶瓷材料。当两块样品间隔放置时,试样内部平均电场强度差别不大,分别为 $6120.3\ \text{V/m}$ 和 $6019.3\ \text{V/m}$,但电场强度标准差明显增大,两块样品内部电场强度标准差分别为 $10\ 100.3\ \text{V/m}$ 和 $10\ 484.9\ \text{V/m}$,从图 5c 中可以看出,样品的边角处有明显高场强区域,形成热点。从试样内部温度场来看(图 5d),以 $1400\ ^\circ\text{C}$ 为目标时,两块样品平均温度分别为 $1426.8\ ^\circ\text{C}$ 和 $1401.2\ ^\circ\text{C}$,与紧密排列相比,样品温度差增大,可见间隔放置样品对样品内部电场及温度场均匀性均具有不利影响。

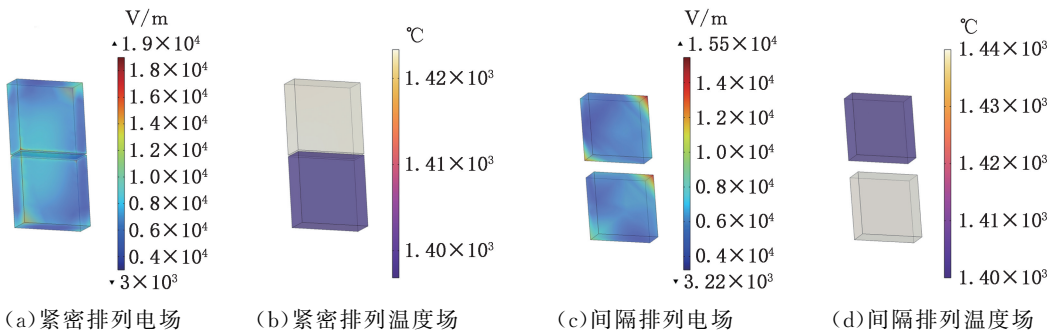


图 5 不同放置方式试样内部电场及温度场分布图

Fig.5 Distribution diagram of internal electric field and temperature field of samples with different placement methods

2.2 烧结功率的影响

除了试样的放置方式,烧结功率的选择对样品内部电场与温度场也具有重要影响。分别在水平方向间隔 3 mm,厚度方向间隔 1 mm,均匀提取试样内部 125 个点的场强值和温度值进行统计分析,得出场强和温度的均值及标准差。图 6 所示为不同功率下场强变化曲线,可以看出,在 1600~3600 W 范围内,随着功率增大,样品内部场强均值呈线性增长趋势,但其标准差也随之增大,表明样品内部场强分布均匀性有所下降,在实际微波烧结过程中,选择较低的功率对保证烧结试样性能一致性具有积极促进作用。

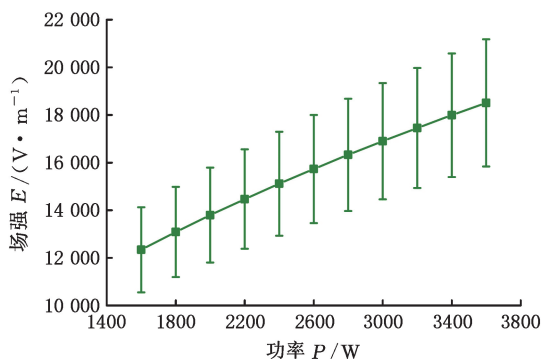


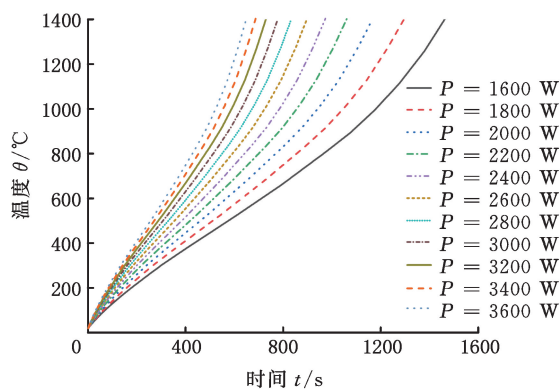
图 6 不同功率下样品内部场强变化

Fig.6 Internal field strength variation of samples under different powers

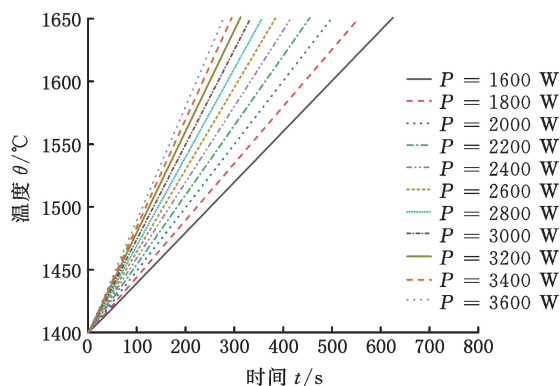
由功率与样品升温关系曲线图(图 7)可以看出,升温速率与微波功率的大小及时间有关,究其原因主要是微波中材料的吸波性能与保温效果决定了升温速率的变化。根据氮化硅介电性能模型^[24]可知,氮化硅材料在微波中的吸波性能与其介电损耗有关,而氮化硅介电损耗由弛豫损耗、电子电导损耗和离子电导损耗三个部分构成,每部分均受温度的影响:在低温段以弛豫损耗为主,中温段以离子电导损耗为主,高温段以电子电导损耗为主;氮化硅介电损耗随温度升高呈先增大后趋于稳定的趋势。

如图 7a 所示,在 0~800 °C 范围内,由于在低温阶段氮化硅材料的介电损耗低,吸波能力较差,升温速率随功率增大缓慢升高,在 1600~3600 W 范围内升温速率为 0.7~1.8 °C/s,总体来说升温速率较低,需借助辅助热材料进行辅助加热^[26]。在样品温度达到 800 °C 之后,氮化硅材料的介电损耗性能得到提升,相同功率下升温速率有了明显的提升,且随温度升高升温速率呈先缓慢提高再趋于稳定的趋势,在 1600~2800 W 范围内,功率每提升 200 W,升温速率提高近 0.3 °C/s。随着功率继续增大,升温速率增长幅度降低,由于氮化

硅材料介电损耗能力有限,当功率过大时,氮化硅材料吸波能力趋于饱和,其升温速率变化不大,维持在 3~3.35 °C/s 范围内,因此在该温度段下功率可控制在 2800 W 以下。当烧结温度达到 1400 °C 以上时(图 7b 所示),氮化硅材料会发生相的转化(从 α - Si_3N_4 转化为 β - Si_3N_4),在这一过程中材料的介电损耗属性会再次发生较大变化,且在高温段受保温材料的限制,散热影响较大,升温速率降低。因此,在 1400~1650 °C 范围内升温速率随功率的增长呈线性增长趋势,每升高 200 W,升温速率提高 0.05 °C/s。



(a) 0~1400 °C 升温曲线



(b) 1400~1650 °C 升温曲线

图 7 不同功率下样品升温曲线

Fig.7 Temperature rise of samples under different powers

综上所述,微波功率对电场均匀性和升温速率具有显著影响,为了保证样品内部场强均匀性及升温稳定性,同时避免功率过大导致功率溢出,在烧结过程中选择功率时应以各温度段能最大限度实现匀速升温的最小功率为优选方案。基于微波烧结设备的调控原理,在程序设定中只能设定各温度段的功率上限及升温速率,因此在 0~800 °C 范围内,功率选择在 1600 W 以上均可快速实现匀速升温;在 800~1400 °C 范围内,推荐的功率选择范围为 1800~2800 W;在 1400~1650 °C 范围内,理论上各功率下升温速率均较稳定,可根据

陶瓷材料性能为优化目标匹配相应升温速率下的烧结功率。

2.3 微波烧结工艺优化

虽然在仿真分析中作了很多理想化设置,但得出的基本规律仍可为实际微波烧结过程功率上限的选择提供理论指导。本研究以 0~800 °C、800~1400 °C、1400~1650 °C 三个温度段升温速率作为影响因素,以氮化硅基陶瓷材料硬度值为

优化目标,采用正交试验对升温速率进行优化,试验方案及结果如表 2 所示。结合烧结经验,在辅热材料作用下,前期功率选择最低值 1600 W 即可使升温速率达到 100 °C/min,其他各温度段的匹配功率以仿真结果为参考,800~1400 °C 功率上限选择 1800 W;1400~1650 °C 因保温效果减弱,散热影响较大,功率下限需在 2000 W 以上,功率上限选择 2800 W。

表 2 微波烧结升温速率优化正交试验方案及结果分析表

Tab.2 Orthogonal experimental plan and results of optimizing the heating rate of microwave sintering

序号/参数	升温速度/(°C·min ⁻¹)			致密度/%	维氏硬度/GPa	断裂韧度/(MPa·m ^{1/2})
	0~800 °C	800~1400 °C	1400~1650 °C			
1	50(A1)	40(B1)	25(C1)	95±0.12	15.589±0.554	7.822±0.039
2	50(A1)	50(B2)	35(C2)	93.8±0.23	15.159±0.468	7.890±0.020
3	50(A1)	60(B3)	45(C3)	94.7±0.13	15.45±0.409	7.387±0.017
4	65(A2)	40(B1)	35(C2)	94.6±0.27	15.152±0.632	7.789±0.051
5	65(A2)	50(B2)	45(C3)	94.5±0.21	15.403±0.458	7.780±0.047
6	65(A2)	60(B3)	25(C1)	94.6±0.17	15.411±1.135	7.729±0.096
7	80(A3)	40(B1)	45(C3)	96.1±0.19	16.422±0.708	7.140±0.049
8	80(A3)	50(B2)	25(C1)	99.3±0.09	17.194±0.334	8.263±0.048
9	80(A3)	60(B3)	35(C2)	98.6±0.11	16.264±0.472	7.368±0.024
\bar{K}_{1j}	15.399	15.721	16.065			
\bar{K}_{2j}	15.322	15.919	15.525			
\bar{K}_{3j}	16.627	15.708	15.758			
R	1.305	0.211	0.54			

从正交试验分析结果可知,在 0~800 °C、800~1400 °C、1400~1650 °C 温度段升温速率分别选择 80 °C/min、50 °C/min 和 25 °C/min 时,氮化硅基陶瓷材料力学性能达到最优值,维氏硬度为 (17.194 ± 0.334) GPa,断裂韧度为 (8.263 ± 0.048) MPa·m^{1/2},与匀速升温工艺下材料性能相比,维氏硬度提高了 8%,断裂韧度提高了 17.9%。以材料硬度为优化目标时,各温度段升温速率的极差关系为 R(A) > R(C) > R(B),可见 0~800 °C 温度段升温速率越高,材料性能越高,该温度段需快速升温;800~1400 °C 温度段升温速率对材料硬度影响最小;1400~1650 °C 温度段升温速率不宜过快,缓慢升温有助于提高力学性能及其稳定性。从微观组织上看,0~800 °C 温度段内会发生 PVA 胶的挥发,如果升温速率较慢,脱胶过程缓慢会造成陶瓷内部孔隙增多,致密度较低,均在 95% 以下,如图 8 所示(孔隙用圆圈标出),0~800 °C 温度段以 50 °C/min(图 8a~图 8c)升温时陶瓷材料内部孔隙明显较 80 °C/min(图 8d~图 8f)升温速率下的多。此外,1400~1650 °C 温度段的升温速率会影响 α-Si₃N₄ 向 β-Si₃N₄ 的相变转化率及晶粒尺寸大小,如图 8a 所示,烧结过程后半段升温速率为 25 °C/min 时,提供了充足的相变转化时间,其中 β-Si₃N₄ 柱状

晶粒较多,长径比在 5 以上;随着升温速率的提高,相变转化率降低,45 °C/min 升温速率下(图 8c、图 8d),陶瓷材料在高温段来不及致密化及相变转化,内部孔隙较多,且晶粒以细小颗粒状的 α-Si₃N₄ 为主。综合比较发现,0~800 °C 温度段以 80 °C/min 升温速率升温,1400~1650 °C 温度段以 25 °C/min 升温速率升温(如图 8e 所示),可以降低烧结体孔隙率,致密度达 99.3%,部分 α-Si₃N₄ 完成向 β-Si₃N₄ 的转化,晶粒尺寸分布较均匀,不仅有较高的硬度,同时具备高韧度。

在相同的工艺参数下,不同的功率上限条件下的实际工况也有较大差别。图 9 展示了 1400~1650 °C 温度段以 25 °C/min 的升温速率不同功率上限条件下的实际工况,在 0~800 °C 和 800~1400 °C 温度段升温速率分别选择 80 °C/min 和 50 °C/min,功率上限分别为 1600 W 和 1800 W,这两个温度段设定的功率满载工作时长均超过 50%。1400~1650 °C 温度段将功率上限设定为 2200 W 时,满载功率工作时长长达 40% 以上,功率变化频次较少,电磁场与温度场稳定;随着功率上限的提高,实时功率波动性变大,样品内部电场与温度场处于不停的变化状态之中,大部分时间以低功率工作,造成样品内部电场强度较弱,影响材料性能。从不同功率上限条件下试样力学性能检测结果可知(图 10),提高 1400~1650 °C 温度段

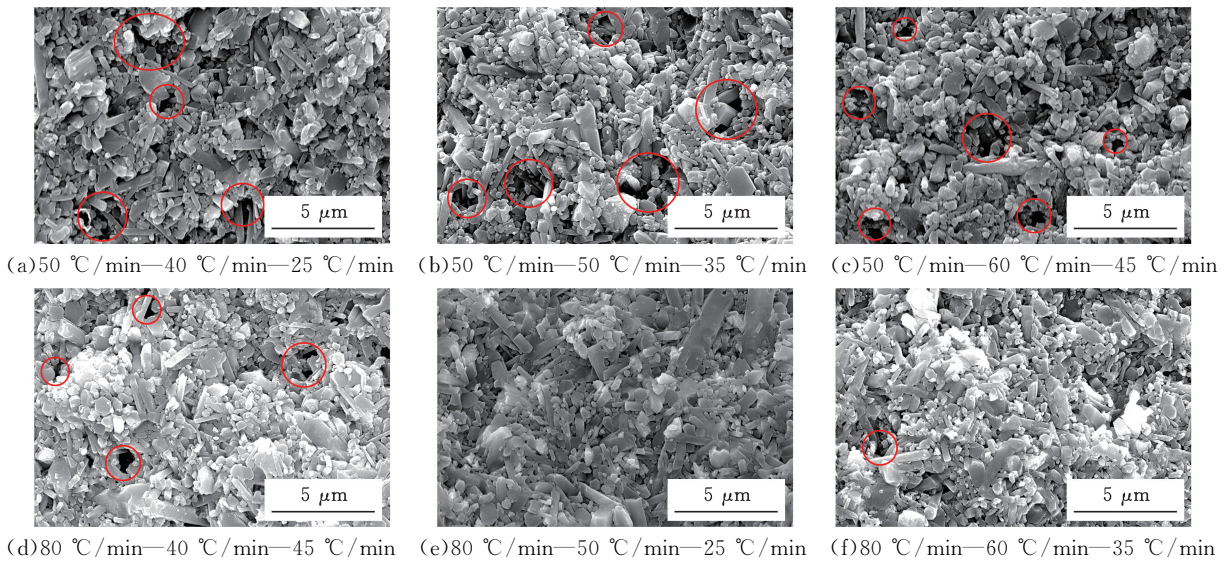


图 8 0~800 °C、800~1400 °C 和 1400~1650 °C 温度段不同升温速率下陶瓷材料微观组织形貌图

Fig.8 Microscopic morphologies of ceramic materials under different heating rates of 0~800 °C, 800~1400 °C and 1400~1650 °C

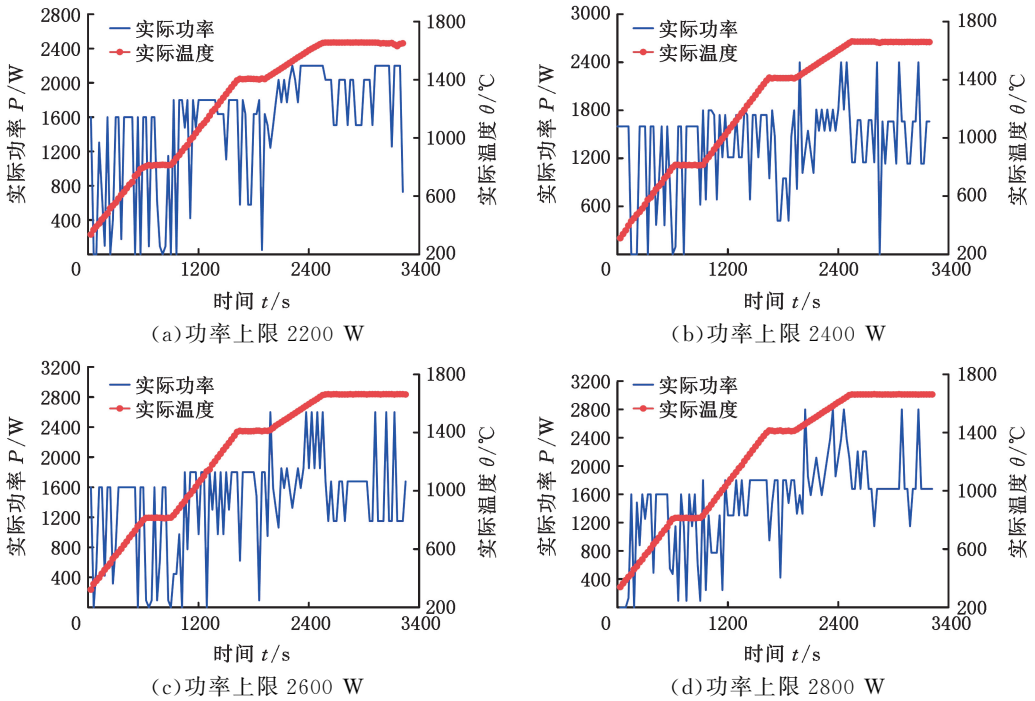


图 9 1400~1650 °C 不同功率上限设定条件下实际工况

Fig.9 Actual operating conditions under different power upper limit settings at 1400~1650 °C

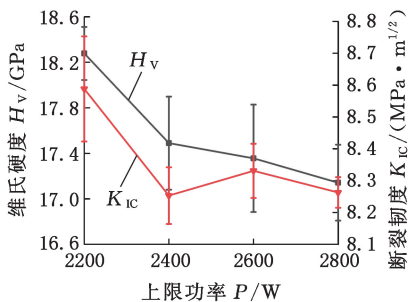


图 10 1400~1650 °C 时不同功率上限设定条件下试样力学性能

Fig.10 Mechanical properties of samples under power upper limit settings at 1400~1650 °C

设定功率的上限值会导致材料力学性能下降。在 2200 W 功率下样品力学性能最佳,维氏硬度达 (18.278 ± 0.233) GPa,断裂韧度达 (8.588 ± 0.165) $\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$,与原工艺相比,硬度提高 14.8%,韧度提高 22.5%。

3 结论

1)微波烧结腔内负载情况及试样的放置方式对内部电场和温度场分布均匀性均有较大影响,样品间隔放置会导致电场强度的均匀性变差,试样边角处易形成热点,其场强标准差增大数十倍,

温度差增大 3 倍以上。

2)微波功率越大,电场均匀性变差,各温度段匀速升温所匹配的功率存在差异。为了保证样品内部场强均匀性及升温稳定性,同时避免功率过大导致功率溢出,在烧结过程中选择功率时应以各温度段能最大限度实现匀速升温的最小功率为优选方案。

3)在 $0\sim 800\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $800\sim 1400\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $1400\sim 1650\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下分别选择 $80\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 、 $50\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 、 $25\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的加热速率和 1600 W 、 1800 W 、 2200 W 的匹配功率,可以获得具有最佳力学性能的 Si_3N_4 基陶瓷材料,其维氏硬度达 $(18.278\pm 0.233)\text{ GPa}$,断裂韧度达 $(8.588\pm 0.165)\text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$,与原工艺相比,硬度提高 14.8% ,韧度提高 22.5% 。

参考文献:

- [1] YE Fang, GAO Le, YAO Yuanyang, et al. Design and Preparation of Sandwich Structured Si_3N_4 Ceramics for Broadband Microwave Transmission[J]. *Ceramics International*, 2024, 50(12): 20811-20818.
- [2] 陈朋, 邹斌, 薛锴. 微波烧结工艺对 Sialon 陶瓷刀具材料力学性能的影响[J]. *硅酸盐学报*, 2022, 50(12):3236-3242.
CHEN Peng, ZOU Bin, XUE Kai. Effect of Microwave Sintering Process on Mechanical Properties of Sialon Ceramic Tool Materials[J]. *Journal of the Chinese Ceramic Society*, 2022, 50(12):3236-3242.
- [3] WANG Hongjian, LIN H T, ZHOU Fei, et al. Friction and Wear Performances of Si_3N_4 Ceramic Matrix Composites;a Review from the Perspectives of Doped Phase, Layered Structure Design, and Laser Surface Texturing[J]. *International Journal of Applied Ceramic Technology*, 2023, 20(5): 2661-2680.
- [4] SHI Yunwei, HE Qianglong, WANG Aiyang, et al. Effect of Additive Content on Texture Evolution and Mechanical Properties of Si_3N_4 Ceramics Prepared by Hot Pressing[J]. *Materials Science and Engineering:A*, 2024, 898:146348.
- [5] KARAYANNIS V G. Microwave Sintering of Ceramic Materials[J]. *IOP Conference Series:Materials Science and Engineering*, 2016, 161:012068.
- [6] WEI Guilin, MIAO Yulong, YUAN Beilong, et al. Investigation of the Mechanism for Simulated Graphite Waste Treatment via Microwave Sintering Technology [J]. *Journal of Hazardous Materials Letters*, 2021, 2:100046.
- [7] RENAUX M, MÉRESSE D, PELLÉ J, et al. Mechanical Modelling of Microwave Sintering and Experimental Validation on an Alumina Powder[J]. *Journal of the European Ceramic Society*, 2021, 41(13):6617-6625.
- [8] GARNAULT T, BOUVARD D, CHAIX J M, et al. Is Direct Microwave Heating Well Suited for Sintering Ceramics? [J]. *Ceramics International*, 2021, 47(12):16716-16729.
- [9] 郑立辉, 程寓, 汪家傲, 等. 基于辅热材料的微波烧结陶瓷刀具温度场研究[J]. *中国陶瓷工业*, 2021, 28(2):1-4.
ZHENG Lihui, CHENG Yu, WANG Jia'ao, et al. Research on Temperature Field of Microwave Sintered Ceramic Cutting Tools Based on Auxiliary Heating Material [J]. *China Ceramic Industry*, 2021, 28(2):1-4.
- [10] KHALID M W, KIM Y I, HAQ M A, et al. Densification Behavior of Microwave Hybrid Sintered Al_2O_3 Bimodal Powder Mixtures and Comparison with 3D Modeling and Simulation[J]. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 2021, 99:105586.
- [11] YAN Shiyu, YIN Zengbin, YUAN Juntang, et al. Microstructure and Properties of Submicron Grained Alumina Ceramic Tool Material Prepared by Two-step Microwave Sintering [J]. *Ceramics International*, 2018, 44(14):17479-17485.
- [12] GOULAS A, WHITTAKER T, CHI-TANGYIE G, et al. Multi-material Additive Manufacture and Microwave-assisted Sintering of a Metal/Ceramic Metamaterial Antenna Structure[J]. *Applied Materials Today*, 2023, 33:101878.
- [13] ZHANG Yanqiong, ZHOU Ju, REN Chunxiao, et al. Preparation of Novel Ti-Y/ZrO₂ Ceramic by Two-step of Mechanical Alloying and Microwave-assisted Sintering Process[J]. *Journal of Materials Research and Technology*, 2023, 27:3436-3446.
- [14] CHOI Y, KIM H W, YOUN Y, et al. Microwave-assisted Sintering of a Hexagonal Perovskite-related Protonic Ceramic $\text{Ba}_7\text{Nb}_4\text{MoO}_{20}$ [J]. *Journal of the European Ceramic Society*, 2024, 44(14):116702.
- [15] HAGY L S, RAMOS K, GELFUSO M V, et al. Impact of Microwave Sintering and NiO Additive on the Densification and Conductivity of $\text{BaCe}_{0.2}\text{Zr}_{0.7}\text{Y}_{0.1}\text{O}_{3-\delta}$ Electrolyte for Protonic Ceramic Fuel Cell[J]. *Ceramics International*, 2024, 50(20):40226-40236.
- [16] JIANG Zhengdi, LEI Hongyue, WU Lang, et al. Rapid and Low-temperature Preparation of Zircon Ceramic by Hydrothermal-assisted Sol-Gel Process

- and Microwave Sintering[J]. *Ceramics International*, 2024, 50(1):1807-1813.
- [17] QIAO Li, WANG Zhenhua, LU Taiyi, et al. Effects of Microwave Sintering Temperature and Holding Time on Mechanical Properties and Microstructure of $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{N-SiC}$ Ceramics[J]. *Materials*, 2019, 12(23):3837.
- [18] XU Weiwei, YUAN Juntang, YIN Zengbin, et al. Effect of Metal Phases on Microstructure and Mechanical Properties of Si_3N_4 -based Ceramic Tool Materials by Microwave Sintering[J]. *Ceramics International*, 2018, 44(16):19872-19878.
- [19] QI Yongshun, SONG Bo, WANG Hailong, et al. Investigation on the Microwave Sintering Heating Process and Mechanism of H-BN/ZrO₂/SiC Composites[J]. *Ceramics International*, 2023, 49(12):20594-20600.
- [20] XU Weiwei, YIN Zengbin, YUAN Juntang, et al. Preparation and Characterization of Si_3N_4 -based Composite Ceramic Tool Materials by Microwave Sintering[J]. *Ceramics International*, 2017, 43(18):16248-16257.
- [21] XU Weiwei, YIN Zengbin, YUAN Juntang, et al. Reliability Prediction of a Microwave Sintered Si_3N_4 -based Composite Ceramic Tool[J]. *Ceramics International*, 2021, 47(12):16737-16745.
- [22] KHALILE N, MEUNIER C, PETIT C, et al. Microwave Sintering of Dense and Lattice 3Y-TZP Samples Shaped by Digital Light Processing[J]. *Ceramics International*, 2023, 49(5):7350-7358.
- [23] WANG Zemin, TANG Zhimeng, XU Lei, et al. Thermal Properties and Thermal Cycling Stability of Graphite/Copper Composite Fabricated by Microwave Sintering[J]. *Journal of Materials Research and Technology*, 2022, 20:1352-1363.
- [24] 钟汶帆, 吴孟强. 微波氮化硅陶瓷高温介电性能建模研究[J]. *压电与声光*, 2014, 36(5):857-860. ZHONG Wenfan, WU Mengqiang. Dielectric Properties Modeling Studies of Silicon Nitride Ceramic in High Temperature[J]. *Piezoelectrics & Acousto-optics*, 2014, 36(5):857-860.
- [25] 李志强, 谭晓瑜, 段忻磊, 等. 氮化硅微波高温介电函数深度学习分子动力学模拟[J]. *物理学报*, 2022, 71(24):399-407. LI Zhiqiang, TAN Xiaoyu, DUAN Xinlei, et al. Deep Learning Molecular Dynamics Simulation on Microwave High-temperature Dielectric Function of Silicon Nitride[J]. *Acta Physica Sinica*, 2022, 71(24):399-407.
- [26] ZHU Zhiyong, YIN Zengbin, HONG Dongbo, et al. Preparation of Complex-shaped $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiCp}/\text{SiCw}$ Ceramic Tool by Two-step Microwave Sintering[J]. *Ceramics International*, 2020, 46(17):27362-27372.

(编辑 王旻玥)

作者简介:徐伟伟*,男,1991年生,博士、讲师。研究方向为先进制造工艺与装备。E-mail: xuweiwei@njit.edu.cn.

本文引用格式:

徐伟伟,张作轩,朱松青,等.氮化硅基陶瓷材料微波烧结参数实验优化[J].*中国机械工程*,2025,36(3):435-443.

XU Weiwei, ZHANG Zuoxuan, ZHU Songqing, et al. Experimental Optimization of Microwave Sintering Parameters for Si_3N_4 -based Ceramic Materials[J]. *China Mechanical Engineering*, 2025, 36(3):435-443.

(上接第 434 页)

- [19] YANG Cheng, ZHOU Lianquan, WANG Jinfeng, et al. Research on Energy Saving System of Hydraulic Excavator Based on Three-chamber Accumulator[J]. *Journal of Energy Storage*, 2023, 72:108571.
- [20] 李树刚,张静非,林海飞,等.采空区碳封存条件下 CO₂-水界面特性及溶解传质规律[J].*煤炭学报*, 2024,49(1):513-527. LI Shugang, ZHANG Jingfei, LIN Haifei, et al. CO₂-water Interface Characteristics and Dissolution Mass Transfer Laws under Carbon Sequestration Conditions in Goaf[J]. *Coal Journal*, 2024, 49(1):513-527.
- [21] 杨伟达,何天德,韩宝琦.蓄能器充压过程中气体多变指数的确定及储油量计算[J].*吉林林学院学*

报,1998,14(1):27-30.

YANG Weida, HE Tiande, HAN Baoqi. Determination of Gas Variability Index and Calculation of Oil Storage Capacity during Accumulator Charging Process[J]. *Journal of Jilin Forestry University*, 1998, 14(1):27-30.

(编辑 袁兴玲)

作者简介:王伟平*,男,1990年生,讲师。研究方向为液压节能与控制。E-mail:kuangdaxiao5@cumt.edu.cn.

本文引用格式:

王伟平,周心怡,陆顺.基于气液溶解与气体压缩复合原理的高能量密度液压储能方法[J].*中国机械工程*,2025,36(3):426-434.

WANG Weiping, ZHOU Xinyi, LU Shun. High Energy Density Hydraulic Energy Storage Method Based on Composite Principle of Gas Liquid Dissolution and Gas Compression[J]. *China Mechanical Engineering*, 2025, 36(3):426-434.