

引用格式: 刘星宇, 石张傲, 吴甲民, 等. 增强相种类对 DLP 制备氧化硅基复合陶瓷性能的影响[J]. 航空材料学报, 2026, 46(1): 100-108.

LIU Xingyu, SHI Zhangao, WU Jiamin, et al. Influence of reinforcement phase types on properties of silica-based composite ceramics fabricated by DLP technology[J]. Journal of Aeronautical Materials, 2026, 46(1): 100-108.

增强相种类对 DLP 制备氧化硅基复合陶瓷性能的影响

刘星宇^{1,2}, 石张傲^{1,2*}, 吴甲民^{1,2,3*}, 郑家鑫^{1,2}, 郭琳^{1,2}, 史玉升^{1,2}

(1. 华中科技大学材料科学与工程学院材料成形与模具技术全国重点实验室, 武汉 430074; 2. 增材制造陶瓷材料教育部工程研究中心, 武汉 430074; 3. 华中科技大学温州先进制造技术研究院微波通信材料与器件温州重点实验室, 浙江温州 325035)

摘要: 氧化硅陶瓷因其优异的介电性能与热稳定性, 在天线罩材料领域具有广泛应用。然而, 传统陶瓷成形工艺难以满足复杂结构构件的制备需求。为提升氧化硅陶瓷的成形质量与力学性能, 本工作采用数字光处理(digital light processing, DLP)增材制造技术, 系统研究不同增强相类型对氧化硅基复合陶瓷性能的影响。以氧化硅为基体, 分别引入莫来石颗粒、氮化铝颗粒及氧化铝包覆颗粒作为增强相, 制备多组复合陶瓷样品, 并对其相组成、显微结构、体积密度及抗弯强度等性能进行表征与分析。结果表明, 增强相种类显著影响氧化硅基复合陶瓷中方石英的析出行为及致密化过程。其中, 以莫来石颗粒为增强相时, 样品综合性能最优, 其垂直与水平方向的收缩率分别为 8.73% 和 8.66%, 显气孔率为 17.44%, 体积密度为 1.80 g/cm³, 抗弯强度最高, 可达 17.94 MPa。

关键词: 氧化硅陶瓷; 数字光处理; 增强相; 莫来石; 力学性能

doi: 10.11868/j.issn.1005-5053.2025.000131

CSTR: 32420.14.j.issn.1005-5053.2025.000131

中图分类号: V254

文献标识码: A

文章编号: 1005-5053(2026)01-0100-09

Influence of reinforcement phase types on properties of silica-based composite ceramics fabricated by DLP technology

LIU Xingyu^{1,2}, SHI Zhangao^{1,2*}, WU Jiamin^{1,2,3*}, ZHENG Jiaxin^{1,2}, GUO Lin^{1,2}, SHI Yusheng^{1,2}

(1. State Key Laboratory of Materials Processing and Die & Mould Technology, School of Materials Science and Engineering, Huazhong University of Science and Technology, Wuhan 430074, China; 2. Engineering Research Center of Ceramic Materials for Additive Manufacturing, Ministry of Education, Wuhan 430074, China; 3. Wenzhou Key Laboratory of Microwave Communication Materials and Devices, Wenzhou Advanced Manufacturing Institute of HUST, Wenzhou 325035, Zhejiang, China)

Abstract: Silica-based ceramics are widely used in radome applications due to their excellent dielectric properties and thermal stability. However, traditional ceramic forming techniques face significant challenges in fabricating components with complex geometries. To improve the forming quality and mechanical properties of silica ceramics, this study employs Digital Light Processing (DLP)-based additive manufacturing to investigate the effects of different reinforcement phases. Using photosensitive resin as the matrix, composite ceramic samples are prepared by incorporating mullite particles, aluminum nitride particles, and alumina-coated particles as reinforcements. The phase composition, microstructure, bulk density, and flexural strength of the samples are systematically characterized. The results indicate that the type of reinforcement significantly affects the crystallization behavior of cristobalite and the densification process of the ceramics. Among all reinforcements, mullite particles yield the best overall performance, with vertical and horizontal shrinkage rates of 8.73% and 8.66%, open porosity of 17.44%, a bulk density of 1.80 g/cm³, and a maximum flexural strength of 17.94 MPa.

Key words: silica ceramic; digital light processing (DLP); reinforcement phase; mullite; mechanical property

随着我国航空工业的快速发展,天线罩正朝着宽频带、高性能的方向不断演进,其结构设计也趋于多样化和复杂化^[1-4]。目前,天线罩壁结构包括实心半波壁结构、准半波壁结构、蜂窝夹层结构、泡沫夹层结构以及电抗加载结构等多种形式^[5-8]。这些新型结构对天线罩陶瓷材料在形状精度、结构复杂性及性能一致性等方面提出更高要求。然而,复杂夹层结构陶瓷天线罩的制备过程仍面临诸多较大挑战^[9-10]。传统陶瓷成形方式多依赖模具,工艺流程复杂、周期较长,不仅限制了设计的自由度,也难以满足多样化小批量生产的现实需求。因此,研发一种能够实现复杂结构且兼具高性能的新型陶瓷制造技术,成为当前该领域的研究重点。

数字光处理(digital light processing, DLP)作为一种基于光固化成形原理的增材制造技术,具有无需模具、成形精度高、适配复杂结构等显著优势,在陶瓷领域展现出良好的应用潜力^[11-14]。尤其在制造结构复杂或内部通道精细的陶瓷件时,DLP技术能够实现传统工艺难以达成的几何构型。但需要注意的是,DLP成形氧化硅陶瓷通常采用无压烧结方式,该工艺虽利于保持陶瓷的复杂外形,却存在烧结致密度低、力学性能不足等问题^[15-16]。在实际工程应用中,氧化硅陶瓷的力学性能仍需进一步提升,以满足高可靠性结构的使用要求。

为解决上述问题,在陶瓷基体中引入第二相增强材料制备氧化硅基复合陶瓷已成为重要研究方向^[17]。增强相的加入不仅能够调控基体应力分布、延缓相变行为,还可优化晶粒结构,从而显著提升材料的强度与韧性^[18]。其中,莫来石颗粒具有低热膨胀系数和优异的热稳定性,在高温环境下能够保持结构稳定,且与氧化硅基体形成较强的界面结合,从而提升材料的抗热震性和力学性能^[19]。氮化铝颗粒兼具高导热率与较高硬度,在烧结过程中可促进熔融氧化硅的结晶,并改善材料的高温力学性能^[20]。氧化铝包覆颗粒则通过在氧化硅颗粒表面形成均匀涂层,引入残余压应力并改善界面润湿性,能够延缓方石英析出、促进莫来石生成,从而有效抑制裂纹扩展^[21]。尽管这三类增强相在热压成形、注射成形等传统工艺中均能不同程度地提升陶瓷性能,但在数字光处理(DLP)增材制造条件下,其成形适应性、增强机制及性能差异仍缺乏系统性的对比研究。

基于此,本工作以 DLP 增材制造技术为基础,

系统研究三种典型含铝增强相(莫来石颗粒、氮化铝颗粒及氧化铝包覆颗粒)对氧化硅基复合陶瓷成形性能与力学性能的影响。系统研究增强相类型对所制备样品的物相组成、显微结构、体积密度、气孔率、收缩率及抗弯强度等关键性能指标的影响,旨在揭示增强相对氧化硅基复合陶瓷性能演化的作用机制。

1 实验材料与方法

1.1 实验材料

图 1 为实验所用材料的微观形貌和粒径分布。熔融氧化硅粉体购自安徽壹石通材料科技股份有限公司,中位粒径 $D_{50}=2.5\ \mu\text{m}$;莫来石粉体购自河南洁洋新材料有限公司,中位粒径 $D_{50}=14.1\ \mu\text{m}$;氮化铝粉体购自山东中冶新材料有限公司,中位粒径 $D_{50}=3.2\ \mu\text{m}$;氧化铝包覆氧化硅粉体由九水合硝酸铝与氧化硅粉体均匀混合后,800 °C 煅烧脱水制备而成,中位粒径 $D_{50}=8.6\ \mu\text{m}$ 。

1.2 氧化铝包覆氧化硅粉体的制备

使用九水合硝酸铝在熔融氧化硅粉体表面进行氧化铝包覆,具体包覆处理过程如图 2 所示。首先,称量 50 g 熔融氧化硅粉体,根据包覆后表面氧化铝占氧化硅粉体的 1%(质量分数),计算并称量所需九水合硝酸铝;随后,用 200 mL 酒精溶解九水合硝酸铝配制溶液,将称量好的氧化硅粉体加入溶液中搅拌分散,磁力搅拌 8 h,确保混合液中的氧化硅粉体分散均匀;接着,将搅拌后的混合液放入干燥箱中烘干,烘干的陶瓷粉体在 800 °C 下烧结 2 h,最后,经过研磨过筛处理,得到可用于 DLP 成形的氧化铝包覆氧化硅陶瓷粉体。

1.3 氧化硅基复合陶瓷样品的 DLP 制备

采用 DLP 技术制备氧化硅基复合陶瓷主要分为三个步骤:制备陶瓷浆料、DLP 成形陶瓷素坯以及排胶烧结成形。具体步骤:(1)陶瓷浆料制备。将熔融氧化硅颗粒与一定比例的陶瓷增强相混合,得到实验所需的混合粉体;将光敏树脂 HDDA、TMP3EOTA 与 DPHA 按质量比 10:4:1 混合,制备光敏树脂体系;按比例加入混合粉体、混合光敏树脂、分散剂、增塑剂、防沉剂及光引发剂,配制固相含量为 60%(体积分数)的氧化硅基复合陶瓷浆料。其中,各助剂比例为:分散剂占陶瓷粉末质量的 3%,增塑剂占光敏树脂质量的 20%,光引发剂占

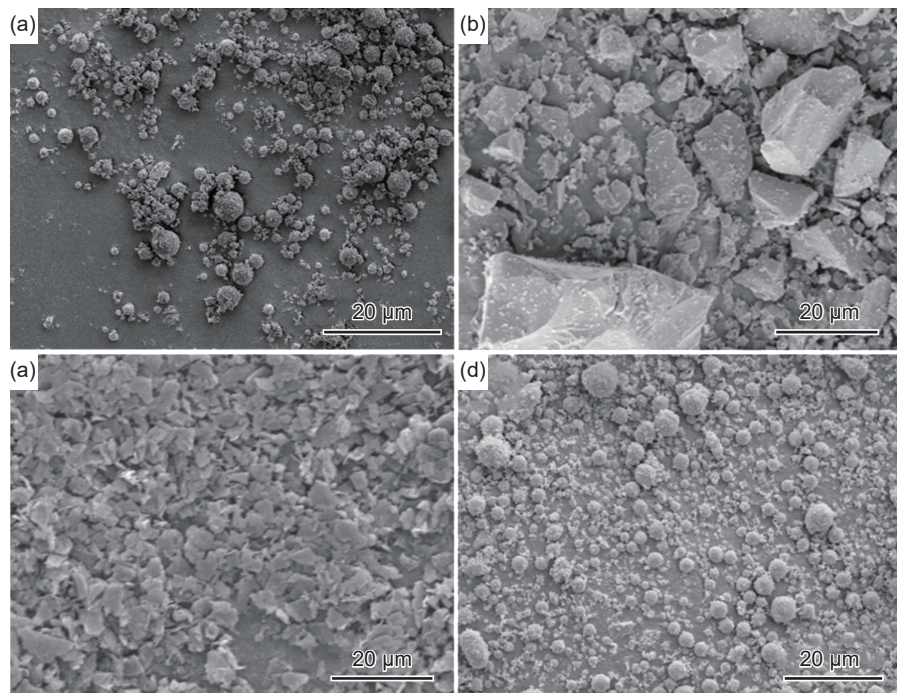


图1 粉体的微观形貌 (a)熔融氧化硅粉体; (b)莫来石粉体; (c)氮化铝粉体; (d)氧化铝包覆氧化硅粉体

Fig. 1 Morphology of powders (a) fused silica powder; (b) mullite powder; (c) AlN powder; (d) Al₂O₃-coated SiO₂ powder

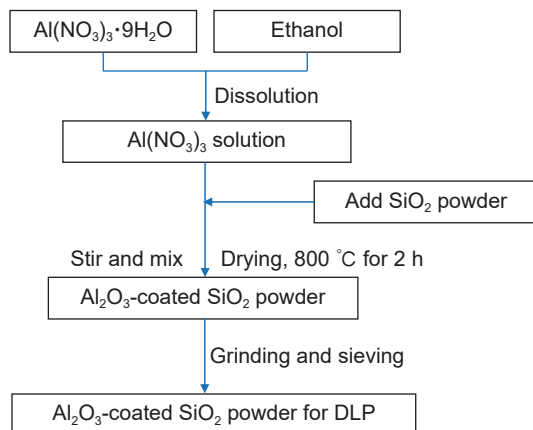


图2 氧化铝包覆氧化硅颗粒的流程图

Fig. 2 Flowchart for Al₂O₃-coated SiO₂ particle preparation

光敏树脂质量的1%，防沉剂占陶瓷浆料质量的0.5%。所有组分置于真空搅拌除泡机中，以1500 r/min的速率搅拌20 min，完成混合与消泡。(2)DLP成形陶瓷素坯。使用三维建模软件构建立体结构模型，并导出为切片软件可识别的文件格式；设置切片厚度为50 μm，切片完成后将文件导入DLP打印机；在打印前，需根据实际情况调整刮刀高度和角度以优化铺料厚度，通过测量浆料的固化厚度进一步调节曝光功率和时间等成形参数，最终完成陶瓷素坯的打印。(3)排胶烧结成形。打印完成的素坯经清洗干燥后，放入箱式气氛炉，以0.2 °C/min的速率升温至600 °C，保温2 h以去除有

机组分，完成排胶；将排胶后的样品置于中温烧结炉中进行高温烧结并排碳，烧结气氛为空气，具体工艺参数为：先以5 °C/min从室温升至800 °C，在800 °C保温2 h，排出陶瓷坯体中的碳；再以3 °C/min的速率升温至1200 °C，在1200 °C保温6 h；之后以3 °C/min对称降温，随炉冷却后，获得致密的氧化硅基复合陶瓷。

在性能研究中，为探究增强相种类对陶瓷性能的影响，依据表1配方制备不同增强相陶瓷浆料。

表1 不同增强相种类的氧化硅基复合陶瓷原料配方
Table 1 Raw material compositions of silica-based composite ceramics with different reinforcement phases

Samples	Reinforcement phase	Mass fraction/%
S0	None	0
S1	Mullite	1
S2	AlN	1
S3	Al ₂ O ₃ -coated SiO ₂	1

1.4 表征及测试方法

采用激光粒度仪(Mastersizer 3000, 英国马尔文)对陶瓷材料的粒径分布进行检测，测试方法为湿法，以水作为分散剂，测试前对陶瓷材料进行300 s超声分散。采用X射线衍射仪(XRD-7000, 日本岛津公司)对氧化硅基复合陶瓷烧结件进行物

相分析,测试的扫描角度范围为 $10^{\circ}\sim 80^{\circ}$,扫描速率为 $10(^{\circ})/\text{min}$ 。采用场发射扫描电子显微镜(Quanta650 FEG,美国 FEI 公司)对陶瓷原材料和烧结后的氧化硅基复合陶瓷样品的微观形貌进行观察。由于陶瓷的导电性较差,测试前需要对样品测试面进行 200 s 喷金处理。采用流变仪(HR10,美国 TA 公司)在室温下对氧化硅基复合陶瓷浆料的黏度进行测试,剪切速率范围为 $0.1\sim 100\text{ s}^{-1}$ 。采用阿基米德排水法计算烧结后氧化硅基复合陶瓷样品的显孔隙率和体积密度。采用游标卡尺测量 DLP 成形氧化硅基复合陶瓷素坯和高温烧结后样品的尺寸,进而计算其收缩率。采用 Instron E1000 电子万能试验机测样品的弯曲性能,测试方法为三点弯曲法,测试用陶瓷素坯尺寸为 $40\text{ mm}\times 5\text{ mm}\times 4\text{ mm}$,测试跨距为 30 mm,加载速率为 $0.5\text{ mm}/\text{min}$,每组测试 3 件样品,取平均值作为最终结果。

2 结果与分析

2.1 增强相种类对氧化硅基复合陶瓷物相组成和微观形貌的影响

图 3 为添加不同增强相(莫来石颗粒、氮化铝颗粒、氧化铝包覆)的氧化硅基复合陶瓷的 XRD 图谱。由图可知,在 $1200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 高温烧结 6 h 后,四组陶瓷样品均发生明显的物相转变,氧化硅由烧结前的单一非晶相转变为烧结后的非晶相与晶相共存,且不同增强相种类对氧化硅的晶型转变影响有差异。不添加其他相的纯氧化硅陶瓷(S0)在烧结后,出现明显的方石英衍射峰,其物相组成包括熔融氧化硅和方石英。添加莫来石颗粒的氧化硅基复合陶瓷烧结件(S1)物相组成有熔融氧化硅、方石英和莫来石,由于莫来石颗粒添加量较少,检测到的莫

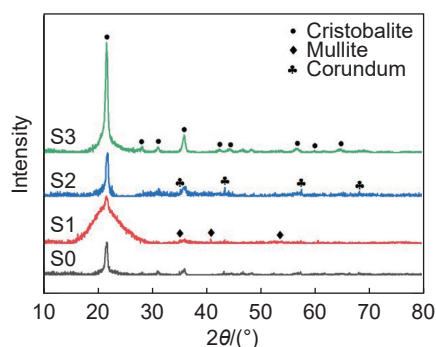


图 3 不同增强相种类的氧化硅基复合陶瓷的 XRD 图谱

Fig. 3 XRD patterns of silica-based composite ceramics with different reinforcement phases

来石衍射峰相对较低。此外,该组样品出现比其他三组更明显的馒头峰,且方石英衍射峰峰强更低,这是由于添加的莫来石颗粒在高温烧结过程中阻碍了熔融氧化硅的黏性流动,从而降低了方石英的析出^[19]。添加氮化铝颗粒的氧化硅基复合陶瓷烧结件(S2)的物相组成为熔融氧化硅、方石英和氧化铝,未检测到氮化铝的衍射峰。这是由于氮化铝在高温烧结过程中发生氧化反应,在 $1200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烧结温度下完全氧化,与氧气反应生成氧化铝和氮气(反应式如式(1)所示),且该反应增强了熔融氧化硅的结晶^[22-23]。S2 中方石英的衍射峰强度较 S0 有所增加,表明添加的氮化铝颗粒可能促进方石英的形成。氧化铝包覆的氧化硅基复合陶瓷烧结件(S3)的物相组成同样为熔融氧化硅、方石英和氧化铝。在相同测试条件下,其方石英衍射峰强为四组样品中最高,这归因于氧化铝包覆层为熔融氧化硅提供了异质成核位点,促进了表面成核析晶反应,加快形核速率,生成大量方石英^[21]。由此可见,氧化铝包覆对方石英析出的促进作用显著,且效果优于添加氮化铝颗粒。



图 4 为不同增强相种类的氧化硅基复合陶瓷断面 SEM 图像。从图中可以看出,不同种类增强相对氧化硅基复合陶瓷断面的微观形貌影响显著,但对烧结后氧化硅基体晶粒的规则形貌无明显影响,四组样品中的球形熔融氧化硅颗粒经高温烧结后,仍保留球形形貌。由图 4(a-1)可知,不添加其他颗粒相时,DLP 成形工艺制备的纯氧化硅陶瓷的断面较为平整,微观形貌中陶瓷晶粒均呈现穿晶断裂特征。基于 DLP 成形技术层层固化的工作原理,可观察到纯氧化硅陶瓷的断面微观形貌中存在陶瓷分层条纹,但条纹并不明显,且陶瓷层间结合处的晶粒结合程度好,致密度高。这表明 DLP 成形的纯氧化硅陶瓷在烧结过程中,通过黏性流动和晶粒重排,有效填补因光敏树脂排出而在陶瓷层间形成的孔隙。从其放大图图 4(a-2)可见,晶粒之间形成明显的烧颈,且存在较多细小孔隙,这些孔隙是晶粒间通过桥颈连接形成的。

与图 4(a-1)相比,以莫来石颗粒作为增强相的氧化硅基复合陶瓷的断裂方式发生明显改变(图 4(b-1)),断面微观形貌显示其断裂方式为穿晶断裂与沿晶断裂混合的断裂方式,断面不平整,且存在陶瓷分层条纹。推测这一现象是由于莫来石颗粒的粒径较大,且不与氧化硅发生反应,在烧结过程中阻碍了氧化硅的黏性流动所致。从其放大图图 4

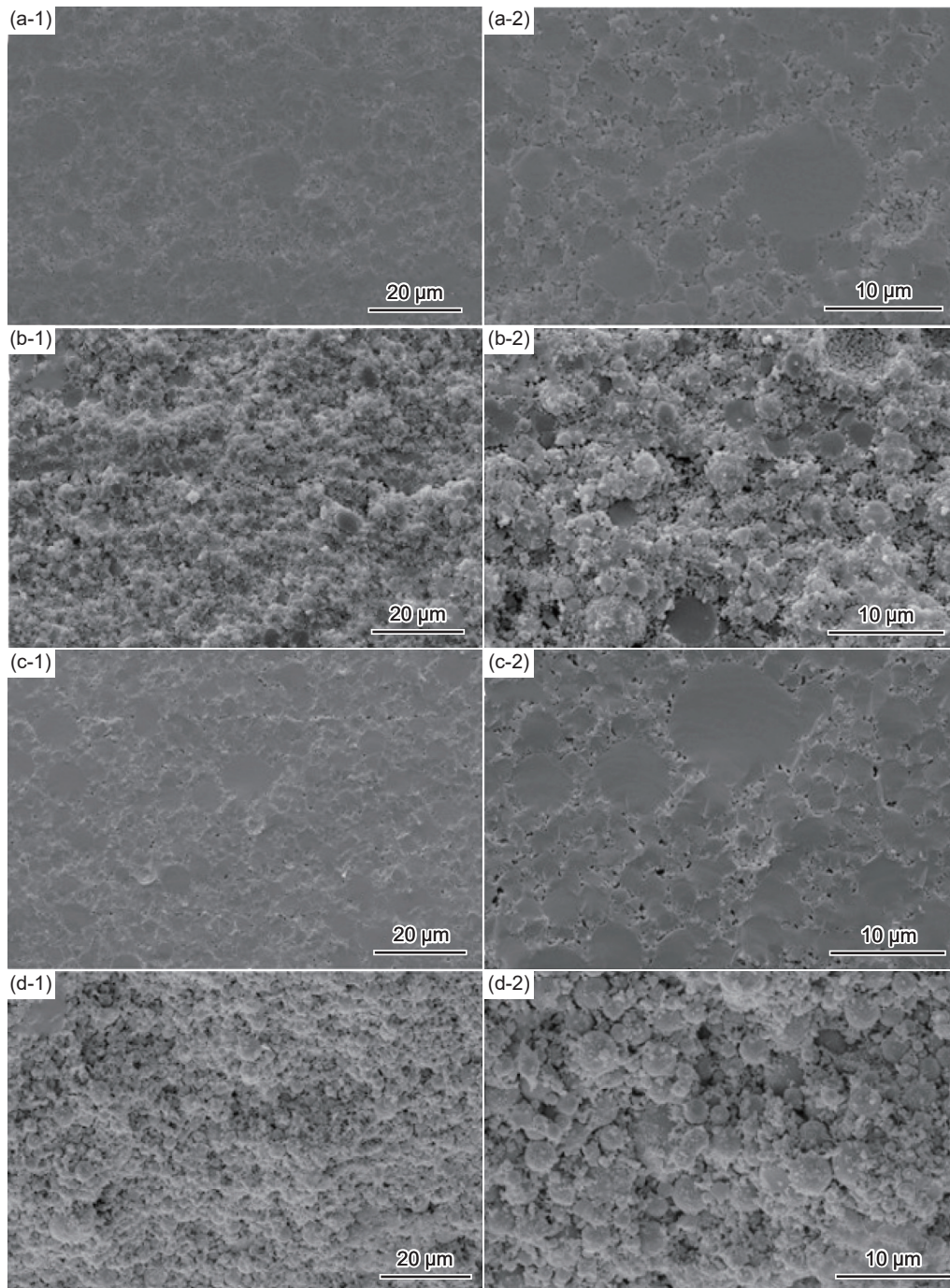


图4 不同种类增强相的氧化硅基复合陶瓷断面形貌的SEM图 (a)S0; (b)S1; (c)S2; (d)S3; (1)低倍; (2)高倍

Fig. 4 SEM images of cross-sections of silica-based composite ceramics with different reinforcement phases (a) S0; (b) S1; (c) S2; (d) S3; (1) low magnification; (2) high magnification

(b-2)可以看出,样品内部存在大量孔隙,这些孔隙由陶瓷分层处的较大孔隙和晶粒接触处的细小孔隙组成。由图4(c-1)可知,以氧化铝颗粒作为增强相的氧化硅基复合陶瓷(S2)断面微观形貌与纯氧化硅陶瓷(S0)相似,断裂方式为穿晶断裂,连接晶粒的烧结颈明显,但晶粒之间的孔隙尺寸有所增大。这是因为氧化铝在空气中烧结时发生氧化反应,生成的气体阻碍了陶瓷样品的烧结收缩,从而

留下较大的孔隙尺寸。由图4(d-1)可知,氧化铝包覆的氧化硅基复合陶瓷(S3)断面微观形貌中,陶瓷的断裂方式为沿晶断裂,断面凹凸不平,陶瓷样品的内部结构疏松、孔隙率高,陶瓷晶粒结合程度较差。从其放大图图4(d-2)可见,晶粒接触处的孔隙较大,这是由于氧化硅颗粒表面的氧化铝包覆层在该烧结温度下难以扩散结合,进而阻碍了陶瓷晶粒在烧结过程中的传质与结合,导致样品难以实现致

密化烧结。

2.2 增强相种类对氧化硅基复合陶瓷收缩率、显孔隙率和体积密度的影响

图 5(a) 为不同增强相种类的氧化硅基复合陶瓷的收缩率。由图可见, 所有氧化硅基复合陶瓷样品在垂直方向的线收缩率均高于水平方向, 这是由 DLP 成形技术一层层面曝光固化结合的工艺特点决定的。打印得到的陶瓷素坯, 其层间结合处的陶瓷颗粒堆积密度低于层内, 且有机物含量更高。在后续排胶烧结过程中, 随着有机物等物质的排出以及陶瓷晶粒的传质重组, 垂直方向产生更大的收缩, 这种现象在光固化成形陶瓷中较为常见^[24-25]。S1、S2、S3 三组样品的垂直方向线收缩率分别为 8.73%、10.53% 和 8.90%, 均低于纯氧化硅陶瓷 (S0) 12.79% 的垂直方向线收缩率, 这与添加增强相的氧化硅基复合陶瓷断面 SEM 图中观察到的层界面大孔隙微观形貌相吻合。S1、S2 两组样品的水平方向线收缩率分别为 8.66% 和 9.13%, 高于 S0 的 7.19%, 推测这一变化与陶瓷颗粒在烧结过程中的堆积分布改变有关。而样品 S3 的水平方向线收缩率为 5.94%, 低于 S0, 这与其疏松的内部结构特征相符。

图 5(b) 为不同增强相种类的氧化硅基复合陶

瓷的线收缩率差(即垂直方向上线收缩率与水平方向线收缩率的差值)。陶瓷收缩的各向异性对 DLP 成形陶瓷的成形精度、结构完整性及性能均有显著影响^[26]。添加增强相的氧化硅基复合陶瓷 (S1、S2、S3), 其垂直方向与水平方向上的线收缩率差明显小于未添加增强相样品 (S0), 表明这三种增强相均能有效降低氧化硅基复合陶瓷收缩的各向异性。这是因为增强相作为弥散分布在陶瓷基体中的硬颗粒, 可阻碍氧化硅黏性流动, 从而减小陶瓷在持续高温环境下的变形程度。其中, S1 的垂直与水平方向线收缩率差最小, 说明以莫来石颗粒作为增强相时, 降低氧化硅基复合陶瓷收缩的各向异性的效果最为显著。这主要得益于莫来石颗粒粒径较大, 在高温烧结过程中能保持原有尺寸, 在氧化硅基体中起到骨架支撑作用, 既减小了因有机物去除导致的垂直方向收缩, 又限制了陶瓷在不同方向上的收缩差异。

图 6(a) 为不同增强相种类的氧化硅基复合陶瓷的显孔隙率。数据显示, 添加增强相的氧化硅基复合陶瓷 (S1、S2、S3) 显孔隙率分别为 17.44%、15.68% 和 38.09%, 均高于未添加增强相的纯氧化硅陶瓷 (S0) 的显孔隙率 (12.61%)。其中, 氧化铝包覆的氧化硅基复合陶瓷 (S3) 显孔隙率大幅提高, 这

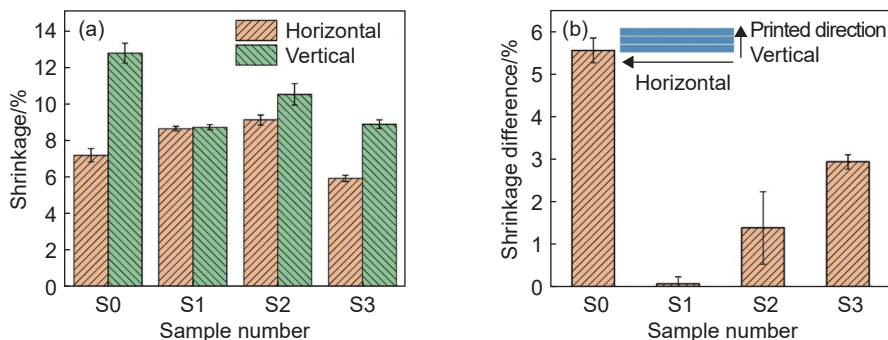


图 5 不同增强相种类的氧化硅基复合陶瓷的收缩率 (a) 收缩率; (b) 收缩率之差

Fig. 5 Shrinkage of silica-based composite ceramics with different reinforcement phases (a) shrinkage; (b) difference in shrinkage

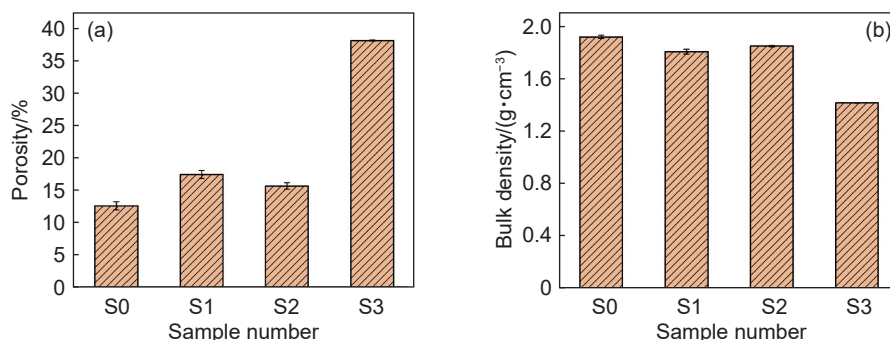


图 6 不同增强相种类的氧化硅基复合陶瓷的性能 (a) 显孔隙率; (b) 体积密度

Fig. 6 Properties of silica-based composite ceramics with different reinforcement phases (a) open porosity; (b) bulk density

是因为氧化铝在氧化硅颗粒表面形成的壳状包覆层, 不仅难以烧结结合, 还阻碍了熔融氧化硅在高温烧结过程中的扩散结合, 导致陶瓷晶粒无法通过传质过程填充晶粒间的孔隙, 最终在样品内部形成大量孔隙, 表现出松散的内部结构特征。此外, 以莫来石颗粒为增强相的氧化硅基复合陶瓷(S1)显孔隙率高于以氮化铝颗粒作为增强相的样品(S2), 这是由于S2中晶粒通过烧结颈连接的数量更多, 形成的封闭孔也更多。图6(b)为不同增强相种类的氧化硅基复合陶瓷的体积密度。结果显示, S1、S2和S3的体积密度分别为1.80、1.85 g/cm³和1.41 g/cm³, 均低于S0的1.92 g/cm³。在增强相含量相同的情况下, 氧化硅基复合陶瓷的孔隙率对其体密度的影响更为显著。

2.3 增强相种类对氧化硅基复合陶瓷抗弯强度的影响

图7为不同增强相种类的氧化硅基复合陶瓷的抗弯强度结果。陶瓷的抗弯强度受物相组成、显微结构及孔隙率等多种因素共同影响。测试数据显示, 纯氧化硅陶瓷(S0)的抗弯强度为15.99 MPa; 在三种添加增强相的氧化硅基复合陶瓷中, 仅以莫来石颗粒为增强相的样品(S1)抗弯强度高于S0, 达到17.94 MPa。这是因为莫来石晶粒在陶瓷基体中均匀分布, 不仅抑制了氧化硅的黏性流动, 还减少了熔融氧化硅在高温烧结过程中向方石英相的转变, 降低了因方石英含量而产生的体积变化, 从而使样品获得更高的力学性能。以氮化铝颗粒为增强相的样品(S2), 其断面微观形貌与纯氧化硅陶瓷(S0)相似, 但抗弯强度仅为13.25 MPa, 低于S0。这是由于S2中方石英生成量增加, 且样品内部孔隙增大, 共同导致其力学性能下降。而氧化铝包覆的氧化硅基复合陶瓷(S3)抗弯强度最低, 仅为9.69 MPa, 主要原因是该样品具有较高的孔隙率

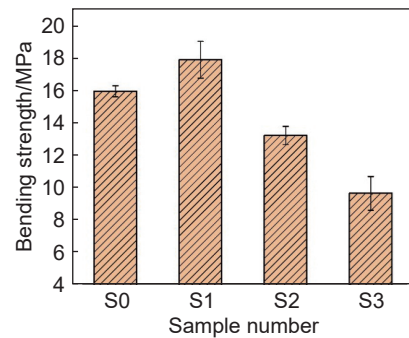


图7 不同增强相种类的氧化硅基复合陶瓷的抗弯强度
Fig. 7 Flexural strengths of silica-based composite ceramics with different reinforcement phases

和较低的体积密度, 这些因素会促进陶瓷断裂时的裂纹扩展, 进而大幅降低样品的抗弯强度。

为更直观地展现本方案的优势, 将以莫来石颗粒为增强相制备的氧化硅基复合陶瓷性能进行对比分析(见表2)。结果显示, 与传统的热压成形(hot pressing)或凝胶注模成形(gel casting)工艺相比, 本研究制备的样品抗弯强度相对较低且孔隙率更高, 这主要是因为本研究采用无压烧结工艺致密化程度受限; 同时, 为保持复杂的成形精度, 未采用高温长时间烧结工艺, 导致样品内部残留较多孔隙。然而, 与采用相似成形路径的激光选区烧结(selective laser sintering, SLS)和立体光固化(stereolithography, SL)/数字光处理(digital light processing, DLP)工艺相比, 本研究制备的氧化硅基复合陶瓷在显孔隙率方面更低, 抗弯强度更高。这一结果充分证明在光固化增材制造工艺中, 引入莫来石颗粒作为增强相的可行性与优势, 即能够在保证复杂结构成形精度的同时, 有效提升陶瓷的力学性能。在这基础上, 进一步优化材料体系和成形工艺, 提高陶瓷的致密化程度和力学性能, 从而在兼顾结构精度与性能的基础上, 拓展其在高性能功能

表2 不同工艺和策略制备的氧化硅基复合陶瓷的性能对比

Table 2 Performance comparison of silica-based composite ceramics prepared by different processes and strategies

Preparation process	Reinforcement strategy	Open porosity/%	Flexural strength/MPa	Ref.
Hot pressing	BN nanotube	8	120.5	[27]
Gel casting		11.5	67.4	[28]
SLS	B ₄ C	30.35	15.88	[29]
SL	ZrO ₂	30	12.2	[30]
DLP	ZrSiO ₄	26.4	11.5	[31]
DLP	ZrSiO ₄	23.57	9.1	[32]
DLP	Mullite	17.44	17.94	This work

化陶瓷领域的应用,是未来值得深入探索的重要方向。

3 结论

(1)增强相种类对氧化硅基复合陶瓷中方石英的析出行为与断裂机制有显著影响。其中,添加莫来石颗粒的样品(S1)方石英析出量最少,断裂方式为沿晶与穿晶混合断裂;添加氮化铝颗粒的样品(S2)主要呈穿晶断裂;而氧化铝包覆的样品(S3)方石英析出量最大,断裂方式为沿晶断裂。

(2)不同增强相对复合陶瓷的孔隙结构与致密性有显著影响。氧化铝包覆样品(S3)孔隙率最高,达到 38.09%,致密性差;添加氮化铝颗粒的样品(S2)和莫来石颗粒作为增强相的样品(S1)同样存在较高孔隙,分别达 15.68% 和 17.44%。

(3)莫来石颗粒作为增强相,能够有效提高氧化硅复合陶瓷各向同性和力学性能,其样品抗弯强度提升至 17.94 MPa,优于其他增强方式及纯氧化硅基体。

参考文献:

- [1] NAG A, RAO R R, PANDA P K. High temperature ceramic radomes (HTCR) —a review[J]. *Ceramics International*, 2021, 47(15): 20793-20806.
- [2] 向天意,李端,李俊生,等. 高温电磁透波材料的研究进展[J]. *材料导报*, 2023, 37(18): 39-49.
XIANG T Y, LI D, LI J S, et al. Research progress on high-temperature electromagnetic wave transparent materials[J]. *Materials Review*, 2023, 37(18): 39-49.
- [3] 叶子,段海军,崔超鹏,等. 高温透波材料研究及进展[J]. *化工管理*, 2023(25): 127-129.
YE Z, DUAN H J, CUI C P, et al. Research and development of high-temperature wave-transparent materials[J]. *Chemical Engineering Management*, 2023(25): 127-129.
- [4] JI J M, REN J H, JIANG X Y, et al. A novel method for calculating broadband electrical performance of high-speed aircraft radome under thermo-mechanical-electrical coupling[J]. *Chinese Journal of Aeronautics*, 2024, 37(9): 463-474.
- [5] PEI Y M, ZENG A M, ZHOU L C, et al. Electromagnetic optimal design for dual-band radome wall with alternating layers of staggered composite and Kagome lattice structure[J]. *Progress in Electromagnetics Research*, 2012, 122: 437-452.
- [6] QIU C, LI S, ZHANG W W, et al. A rapid modeling method for airborne FSS radomes based on dynamic customizable primitives[J]. *Aerospace*, 2024, 11(7): 505.
- [7] YANG J H, ZHENG H B, PANG Y Q, et al. Design, modelling, and manufacturing of sandwich radome structure with out-of-band absorption and in-band transmission performances[J]. *Composite Structures*, 2024, 339: 118138.
- [8] HUANG R L, CHEN L H, JI Z J, et al. Simultaneous enhancement design of polymethacrylimide foam sandwich structure with EM wave transmission and compressive properties[J]. *Aerospace Science and Technology*, 2024, 155: 109656.
- [9] LIU J, ZHU R Q, YOU J, et al. Design and calculation of gradient honeycomb microstructure for broadband wave-transparent ceramic radome[J]. *Journal of Lanzhou University of Technology*, 2024, 50(5): 1-6.
- [10] KANDI K K, PUNUGUPATI G, PAGIDI M, et al. A novel gelcast SiO₂-Si₃N₄-BN ceramic composites for radome applications[J]. *Silicon*, 2022, 14: 8179-8192.
- [11] LI M, HUANG H L, WU J M, et al. Preparation and properties of Si₃N₄ ceramics via digital light processing using Si₃N₄ powder coated with Al₂O₃-Y₂O₃ sintering additives[J]. *Additive Manufacturing*, 2022, 53: 102713.
- [12] ZHOU R, WANG Y S, LIU Z Y, et al. Digital light processing 3D-printed ceramic metamaterials for electromagnetic wave absorption[J]. *Nano-Micro Letters*, 2022, 14: 122.
- [13] LIU X D, LV C M, LIU B S, et al. Digital light processing 3D printing of porous ceramics based on multi-materials additive manufacturing[J]. *Chinese Journal of Structural Chemistry*, 2023, 42(7): 100106.
- [14] ZHANG L, HUANG J Y, HE Y, et al. Fabrication and properties of alumina ceramics shaped by digital light processing as an additive manufacturing technology[J]. *International Journal of Applied Ceramic Technology*, 2022, 19: 281-288.
- [15] 陆春,徐艳荣,戚丁文,等. 3D 打印氧化硅陶瓷的制备及性能研究[J]. *硅酸盐通报*, 2018, 37(3): 939-943.
LU C, XU Y R, QI D W, et al. Preparation and performance of 3D printed silica ceramics[J]. *Bulletin of the Chinese Ceramic Society*, 2018, 37(3): 939-943.
- [16] SUN J C, SU Y X, ZHAO Q J, et al. Study of the high-temperature sintering characteristics of boron oxide composite silicon-based ceramics[J]. *Applied Sciences*, 2024, 14(23): 11179.
- [17] ZHANG Y T, LIU H Y, WANG X, et al. Fabrication and high-temperature strength of 2.5D SiO₂/SiO₂ composites by sol-gel and vacuum impregnation[J]. *Ceramics International*, 2023, 49(22): 36199-36205.
- [18] ZHENG W, WU J M, CHEN S, et al. Influence of Al₂O₃ content on mechanical properties of silica-based ceramic cores prepared by stereolithography[J]. *Journal of Advanced Ceramics*, 2021, 10(6): 1381-1388.

- [19] CUI K, ZHANG Y, FU T, et al. Toughening mechanism of mullite matrix composites: a review[J]. *Coatings*, 2020, 10(7): 672.
- [20] XIONG C, WANG Y, LIN L, et al. Deposition of nanocomposites coating on polyimide films by atmospheric pressure plasma for enhanced thermal conductivity[J]. *Surfaces and Interfaces*, 2023, 37: 102758.
- [21] WAN W, FENG Y, YANG J, et al. Microstructure, mechanical and high-temperature dielectric properties of zirconia-reinforced fused silica ceramics[J]. *Ceramics International*, 2016, 42(5): 6436-6443.
- [22] MAGHSOUDIPOUR A, MOZTARZADEH F, SAREMI M, et al. Oxidation behavior of AlN-Al₂O₃ composites[J]. *Ceramics International*, 2004, 30(5): 773-783.
- [23] CAO C, FENG Y, QIU T, et al. Effects of isothermal annealing on the oxidation behavior, mechanical and thermal properties of AlN ceramics[J]. *Ceramics International*, 2017, 43(12): 9334-9342.
- [24] FAN J, XU X, NIU S, et al. Anisotropy management on microstructure and mechanical property in 3D printing of silica-based ceramic cores[J]. *Journal of the European Ceramic Society*, 2022, 42(10): 4388-4395.
- [25] LI H, LIU Y, LIU Y, et al. Evolution of the microstructure and mechanical properties of stereolithography formed alumina cores sintered in vacuum[J]. *Journal of the European Ceramic Society*, 2020, 40(14): 4825-4836.
- [26] ZHAO D, SU H, HU K, et al. Formation mechanism and controlling strategy of lamellar structure in 3D printed alumina ceramics by digital light processing[J]. *Additive Manufacturing*, 2022, 52: 102650.
- [27] DU M, BI J, WANG W, et al. Influence of sintering temperature on microstructure and properties of SiO₂ ceramic incorporated with boron nitride nanotubes[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2012, 543: 271-276.
- [28] WAN W, YANG J, ZENG J Z, et al. Effect of solid loading on gelcasting of silica ceramics using DMAA[J]. *Ceramics International*, 2014, 40(2): 1735-1740.
- [29] ZHENG W, WU J, CHEN S, et al. Preparation of high-performance silica-based ceramic cores with B₄C addition using selective laser sintering and SiO₂-Al₂O₃ sol infiltration[J]. *Ceramics International*, 2023, 49(4): 6620-6629.
- [30] AN X L, MU Y H, CHEN J W, et al. Compositional optimization of high-solid-loading ceramic cores via 3D printing[J]. *Additive Manufacturing*, 2022, 58: 103054.
- [31] ZHANG J, YU K, WU J, et al. Effects of ZrSiO₄ content on properties of SiO₂-based ceramics prepared by digital light processing[J]. *Ceramics International*, 2023, 49(7): 9584-9591.
- [32] LI Q L, LIANG J J, ZHANG Y L, et al. Fused silica ceramic core based on network-structured zircon design via 3D printing[J]. *Scripta Materialia*, 2022, 208: 114342.

收稿日期: 2025-07-15; 录用日期: 2025-08-22

通讯作者: 石张傲(1992—), 男, 博士, 研究方向为陶瓷材料增材制造, 联系地址: 湖北省武汉市洪山区珞喻路 1037 号华中科技大学东八楼副楼快速制造中心(430074), E-mail: scdxsza@126.com; 吴甲民(1984—), 男, 博士, 教授, 研究方向为陶瓷材料增材制造, 联系地址: 湖北省武汉市洪山区珞喻路 1037 号华中科技大学东八楼副楼快速制造中心(430074), E-mail: jiaminwu@hust.edu.cn

(本文责编: 王俊丽)