第 49 卷第 7 期　　硅　酸　盐　学　报　　Vol. 49，No. 7
2021 年 7 月　　JOURNAL OF THE CHINESE CERAMIC SOCIETY　　July，2021
http://www.gxyb.cbpt.cnki.net　　DOI：10.14062/j.issn.0454-5648.20200802

冷冻胶凝成型制备 Si_3N_4 复相陶瓷材料的高温力学特性

余娟丽，杨　铮，张　剑，张天翔，裴雨辰
(航天特种材料及工艺技术研究所，北京 100074)

摘　要：采用新型冷冻胶凝陶瓷成型技术制备 Si_3N_4/钡长石($BaAl_2Si_2O_8$，BAS)复相陶瓷材料，研究了不同温度(25~1 400 ℃)和 BAS 含量(质量分数)条件下，Si_3N_4/BAS 复相陶瓷材料弯曲强度、弯曲模量、弯曲断裂特性以及陶瓷微观结构。结果表明：BAS 含量提高可显著提高材料高温力学性能，在 1 400 ℃和 40%BAS 含量时，Si_3N_4/BAS 复相陶瓷材料弯曲强度和弯曲模量分别可达 241.0 MPa 和 92.0 GPa。在 25~1 400 ℃，当 BAS 含量为 30.0%~40.0%时，Si_3N_4/BAS 试样加载断裂均表现为脆性断裂模式，此时材料烧结体主要由 β-Si_3N_4 和 BAS 两种晶相组成，不含 Si_2N_2O 晶相。当环境温度为 1 500 ℃空气条件下，不同 BAS 含量的试样均出现明显的表面氧化现象，温度低于 1 400 ℃时无表面氧化现象。

关键词：冷冻凝胶；氮化硅；钡长石；断裂模式
中图分类号：TM28　　**文献标志码：**A　　**文章编号：**0454–5648(2021)07–1439–07
网络出版时间：2021–06–28



High-temperature Mechanical Properties of Si_3N_4 Composite Ceramics Prepared by Freeze Gelation

YU Juanli, *YANG Zheng*, *ZHANG Jian*, *ZHANG Tianxiang*, *PEI Yuchen*
(Research Institute of Aerospace Special Materials and Technology, Beijing 100074, China)

Abstract: Si_3N_4/$BaAl_2Si_2O_8$(BAS) composite ceramics were prepared by a novel freeze gelation method. The flexural strength, flexural modulus, flexural fracture and microstructures of Si_3N_4/BAS composite ceramics were investigated at different temperatures (*i.e.*, 25–1 400 ℃) and BAS contents (*i.e.*, 7.5%–40.0%, in mass fraction). The results show that the high-temperature mechanical properties of Si_3N_4/BAS composite ceramics can be improved *via* the increasing of BAS content. At 1 400 ℃ and 40% BAS, the flexural strength and flexural modulus of Si_3N_4/BAS composite ceramics are 241 MPa and 92 GPa, respectively. At 25–1 400 ℃ and 30%–40% BAS, Si_3N_4/BAS composite ceramics become a rigid fracture mode, and the sintered body is mainly composed of β-Si_3N_4 and BAS without Si_2N_2O. In air, the testing samples show a surface oxidation phenomenon at 1 500 ℃, but the samples are not oxidized at <1 400 ℃.

Keywords: freeze-gelation; silicon nitride; celsian; fracture mode

多年来，国内外学者一直致力于高温结构材料氮化硅(Si_3N_4)陶瓷的研究。氮化硅作为共价化合物，其自扩散系数较低，烧结常需要添加烧结助剂以降低氮化硅的晶界能，增加其扩散率，以提高材料致密化程度。早期制备氮化硅陶瓷材料的烧结助剂多为金属氮化物和金属氧化物(如 Mg_3N_2、Y_2O_3、Al_2O_3、BeO、MgO 等)，这些烧结助剂生成少量液相促进 Si_3N_4 的致密化，实现 α-Si_3N_4 向液相溶解析出 β–Si_3N_4 棒晶，增强增韧制备 Si_3N_4 陶瓷材料。

由于该类 Si_3N_4 材料存在这些金属化晶间玻璃相，当温度高于 800 ℃时，材料强度会呈指数式下降。为使氮化硅陶瓷材料能够满足更高温度的使用需求，如何进行控制并提高晶间相的耐火度，以提升 Si_3N_4 陶瓷的高温力学性能，已成为 Si_3N_4 材料一个重要的研究方向。

钡长石($BaAl_2Si_2O_8$，BAS)是 $BaO–Al_2O_3–2SiO_2$ 系玻璃经晶化处理后获得的玻璃陶瓷。$BaAl_2Si_2O_8$ 玻璃陶瓷在强度、化学稳定性等方面都优于普通玻

收稿日期：2020–10–24。　修订日期：2020–11–29。
第一作者：余娟丽(1978—)，女，博士，高级工程师。

Received date: 2020–10–24.　**Revised date:** 2020–11–29.
First author: YU Juanli (1978–), Female, Ph.D., Associate Professor.
E-mail: yujuanlli@126.com

璃，其转变温度(T_g)和软化温度(T_s)比普通玻璃高，黏度大，理论熔点高达 1 760 ℃[1–6]。因此，以 BAS 作为烧结助剂制备的Si_3N_4陶瓷材料有望用于1 400 ℃高温使用。

新型冷冻胶凝陶瓷成型(Freeze–gelation)技术利用硅溶胶冷冻胶凝化形成—Si—O—Si—三维网络状无机凝胶结构，将陶瓷颗粒包裹其中而实现陶瓷浆料原位固化成型[7–8]。冷冻胶凝坯体成型干燥收缩率低(＜1.0%)，且坯体不会出现变形，大大简化了陶瓷制备工艺过程，显著提高了产品制备的成品率，是一种真正意义上高效低成本近净尺寸陶瓷成型技术。

本研究以硅溶胶作为陶瓷浆料分散介质，根据$BaO–Al_2O_3–2SiO_2$(BAS)化学计量比，调节 Al_2O_3 和 BaO 微粉加入量，配制浆料，低温冷冻成型，后期烧结过程中，$BaO–Al_2O_3–2SiO_2$ 微粉原位反应生成 BAS 制备得到不同 BAS 含量的 Si_3N_4/BAS 复相陶瓷材料，开展不同 BAS 含量(7.5%~40.0%，质量分数，w)Si_3N_4/BAS 复相陶瓷材料高温力学性能研究，并对该复相材料微观结构特性进行分析。

1 实验

1.1 原料

采用分析纯 BaO、Al_2O_3 和 SiO_2 原位烧结反应合成钡长石(BAS)，SiO_2 来自硅溶胶，Al_2O_3 和 BaO 粉体的纯度均大于 99.0%，粒径均为 d_{50}=0.5 μm；Si_3N_4 粉(α 相＞94.0%，d_{50}=0.5 μm)采用市售硅粉氮化法合成的微粉；硅溶胶为市售碱性硅溶胶，浓度为 20.0%~30.0%，硅溶胶中 SiO_2 颗粒平均粒径为 20.0 nm。

1.2 样品制备

冷冻胶凝陶瓷成型技术成型制备 Si_3N_4/BAS 复相陶瓷材料，该制备工艺技术可分为 5 个步骤：陶瓷浆料的制备、注模、冷冻固化成型、坯体干燥和烧结(见图 1)。

该工艺流程中，以硅溶胶作为配制浆料的液相分散介质，添加 Si_3N_4 陶瓷粉体，并基于溶胶中 SiO_2 的含量，根据 $BaO–Al_2O_3–2SiO_2$(BAS)化学计量比，加入 Al_2O_3 和 BaO 微粉，1.0%(质量分数)的四甲基氢氧化铵作为分散剂，进行球磨混合，形成陶瓷浆料；然后对浆料进行抽真空脱气处理，再注模并冷冻保温，在冷冻保温过程中，硅溶胶颗粒被排挤出固化界面进入冰晶的交界面，硅表面的—OH 受到挤压相互接近而发生失水胶凝缩聚反应，随着失水不断增加，胶粒之间开始联结逐步向空间网络发展，失水过程中网络不断完整完善，当网络发展到骨架形成时，凝胶开始建立强度，最终形成—Si—O—Si—三维网络状结构的具有固态特征的凝胶体系(见图 2)，将陶瓷粉体颗粒包裹其中，从而实现陶瓷粉体颗粒的原位固化成型，获得所需形状的陶瓷湿坯；成型的陶瓷湿坯在空气中放置 1~2 d 后，在烘箱中直接升温彻底干燥；最后在烧结炉中氮气气氛下以 5 ℃/min 速率升温至 1 750 ℃烧结，并保温 2 h，最终得到 Si_3N_4/BAS 复相陶瓷材料。

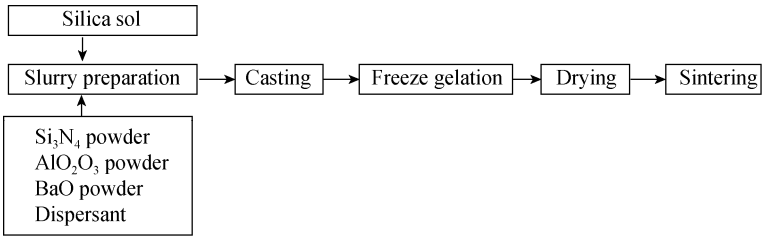


图 1 冷冻胶凝成型制备 Si_3N_4/BAS 复相陶瓷工艺流程

Fig. 1 Preparation process of Si_3N_4/BAS composite ceramics by freeze gelation

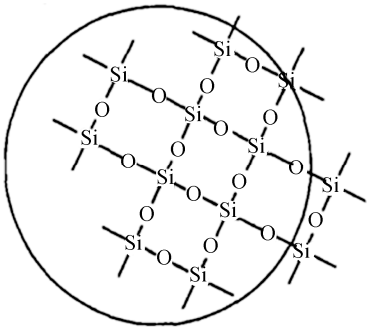


图 2 SiO_2 凝胶体系结构示意图

Fig. 2 Schematic diagram of SiO_2 gel structure

硅溶胶冷冻失水胶凝失去的是自由水，自由水在冷冻成型脱模后很容易升华掉，因而，冷冻胶凝成型的湿坯干燥时可在空气中放置 1~2 d 失去大部分由胶凝过程而产生的自由水，最后再在干燥设备中升温干燥除去坯体中其余水分(吸附水)。

1.3 样品表征

将烧结试样加工成 3.0 mm×4.0 mm×36.0 mm 的条形试样，在空气环境中，采用三点弯曲法进行弯曲强度的测试，其加载速率分别为 0.5 mm/min，测

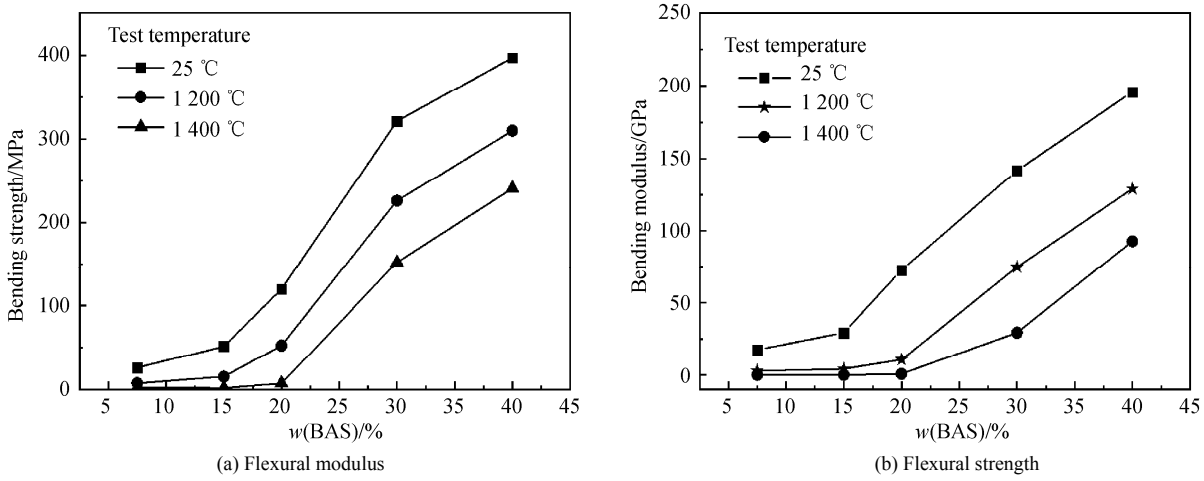
试计算后取平均值作为其弯曲强度值。试样表面和断口微观形貌采用 S–2700 型扫描电子显微镜(SEM)观察。采用 XRD–6000 型 X 射线衍射分析仪测试分析材料的物相组成。

2　结果与讨论

2.1　BAS 含量和温度对 Si_3N_4/BAS 复相陶瓷材料烧结体力学性能的影响

图 3a 为 Si_3N_4/BAS 复相陶瓷材料 BAS 含量(7.5%~40.0%，质量分数)和温度对烧结体弯曲强度的影响。由图 3a 可知，在一定测试温度条件下，随着 Si_3N_4/BAS 复相陶瓷材料中 BAS 含量的增加，烧结体弯曲强度随之而增加；随着测试温度的提升，材料烧结体弯曲强度随之而降低；当 BAS 含量为 20.0%时，测试温度分别为 25、1 200 ℃及 1 400 ℃烧结体弯曲强度分别为 120.0、52.6 MPa 和 7.3 MPa，此时材料弯曲强度低，对应高温力学性能也较低；当 BAS 含量为 40.0%时，测试温度分别为 25、1 200 ℃及 1 400 ℃时，烧结体弯曲强度分别为 397.0、310.0 MPa 和 241.0 MPa，表明增加 BAS 含量，可有效提升该氮化硅复相陶瓷材料的高温力学性能。

图 3b 为 Si_3N_4/BAS 复相陶瓷材料 BAS 含量和温度对烧结体弯曲模量的影响。由图 3b 可知，Si_3N_4/BAS 复相陶瓷材料 BAS 含量和温度对烧结体弯曲模量的影响趋势与对弯曲强度的影响相似。当 BAS 含量小于 20.0%，测试温度为 1 200 ℃和 1 400 ℃高温条件下，材料弯曲模量接近于 0 GPa，表明此时该材料烧结体刚度小且极易变形。当 BAS 含量大于 20.0%时，随着 BAS 含量的增加，复相材料弯曲强度和弯曲模量都显著提升，意味着材料刚度增大难变形。当 BAS 含量为 40.0%时，测试温度分别为 25、1 200 ℃及 1 400 ℃烧结体弯曲模量分别为 196.0、129.0 GPa 和 92.0 GPa，表明增加复相陶瓷材料的 BAS 含量，可有效提升该氮化硅复相陶瓷材料的高温力学抗变形能力。



w—Mass fraction.

图 3　BAS 含量和温度对 Si_3N_4/BAS 烧结体弯曲强度和弯曲模量影响 (*w*—Mass fraction)

Fig. 3　Effects of BAS content and temperature on the flexural strength and flexural modulus of Si_3N_4/BAS sintered body

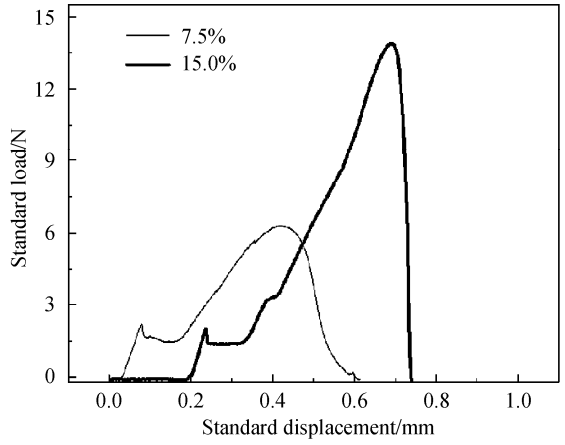


图 4　BAS 含量 7.5%和 15.0%烧结体 1 200 ℃载荷–位移曲线

Fig. 4　Load-displacement curves of sintered bodies with 7.5% and 15.0% BAS contents at 1200 ℃

复相陶瓷高温力学抗变形能力和断裂模式对其在高温环境条件下的应用至关重要。图 4 为 BAS 含量为 7.5%和 15.0%时烧结体样品 1 200 ℃载荷–位移曲线。由图 4 可以看出，当 BAS 含量为 7.5%时，1 200 ℃加载时有一定位移(弯曲)而后断裂，而 15.0%BAS 含量的试样 1 200 ℃加载呈脆性断裂模式。

表 1 为不同 BAS 含量和测试温度条件下 Si_3N_4/BAS 复相陶瓷材料的断裂模式结果。在常温测试(25 ℃)条件下，不受 BAS 含量的影响，试样加载均呈脆性断裂模式，其结果与文献[8]中研究结果一致。在测试温度为 1 200 ℃时，BAS 含量为 15%~40%的试样加载呈现脆性断裂模式。在测试温度为 1 400 ℃时，当烧结体中 BAS 含量 7.5%~15%，

试样加载呈现无限弯曲不断裂的超塑性模式(如图5)；当BAS含量为20%时，烧结体试样加载呈现有一定位移(弯曲)而后断裂模式；当BAS含量为30.0%~40.0%时，试样加载呈现脆性断裂模式。由表1分析可知，当BAS含量为30.0%~40.0%时，该复相陶瓷材料在不同温度下加载弯曲断裂均表现为脆性断裂模式。

表1 不同BAS含量和测试温度条件下Si_3N_4/BAS复相陶瓷材料弯曲断裂模式

Table 1 Bending fracture modes of Si_3N_4/BAS composites under different BAS contents and test temperatures

Test temperature/℃	*w*(BAS)/%	Bending fracture mode
25	7.5–40.0	Brittle fracture
1 200	7.5	Fracture after a certain displacement
1 200	15.0–40.0	Brittle fracture
1 400	7.5–15.0	Infinite bending without fracture
1 400	20.0	Fracture after a certain displacement
1 400	30.0–40.0	Brittle fracture

2.2 BAS含量对Si_3N_4/BAS复相陶瓷材料烧结体晶相组成和微观结构的影响

由上面研究结果可知，BAS含量影响Si_3N_4/BAS复相陶瓷材料的力学性能，其根本原因由Si_3N_4/BAS复相陶瓷材微观结构和晶相组成的差异性造成。

图6为BAS含量15.0%~40.0%烧结体SEM照片。由图6可以看出，当BAS含量为30.0%时，烧结体微观结构最为均匀，结合前面研究中不同BAS含量的烧结体性能结果可见，虽然BAS含量为40.0%材料弯曲强度较高，但材料微观结构均匀性相对较差，最终会影响材料性能均匀性及使用可靠性。

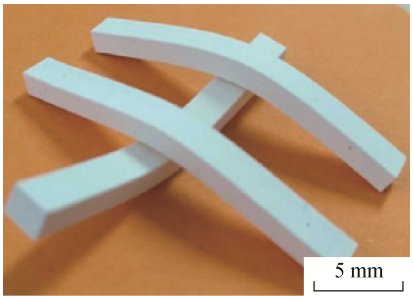
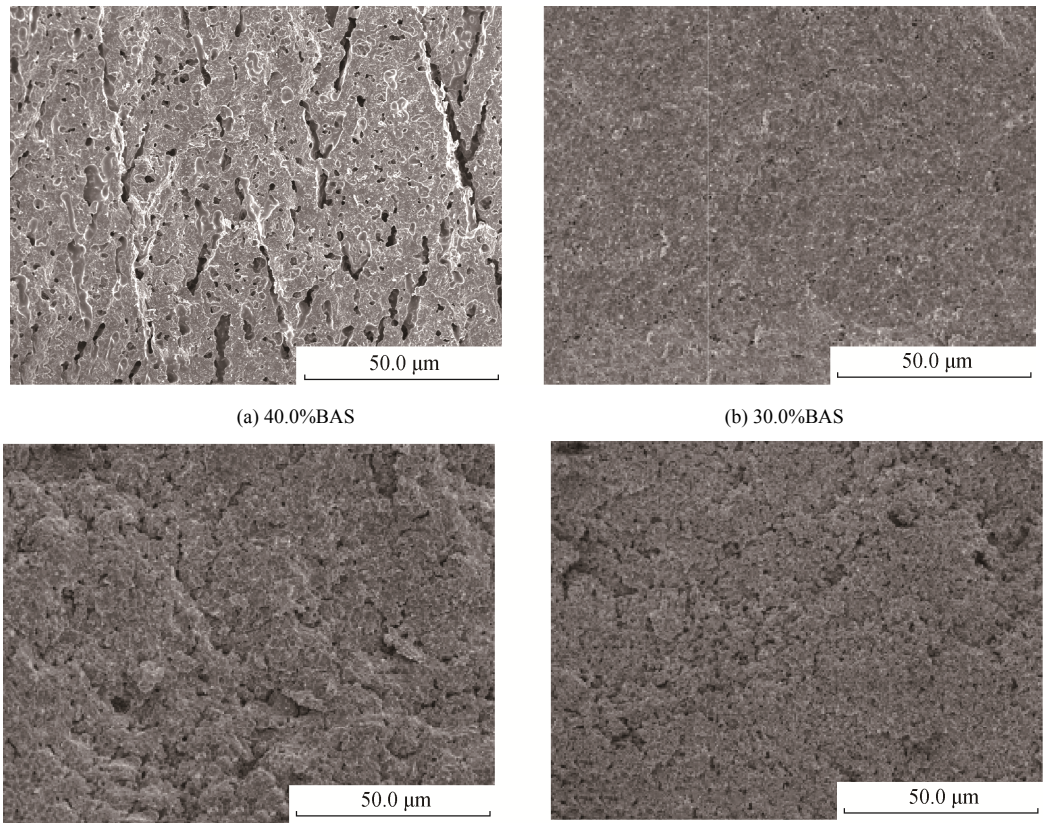


图5 测试温度1 400 ℃时BAS含量7.5%~15.0%的烧结体加载弯曲不断裂形貌

Fig. 5 Bending and no fracture morphology of sintered bodies with 7.5%–15.0% BAS content under loading at 1 400 ℃



(a) 40.0%BAS (b) 30.0%BAS

(c) 20.0%BAS (d)15.0%BAS

图6 不同BAS含量的烧结体SEM照片

Fig. 6 SEM pictures of sintered body with different BAS contents

图 7 为不同 BAS 含量烧结体 XRD 谱。由图 7a 分析可知，当 BAS 含量为 7.5%~20.0%时，复相材料主要由 β-Si_3N_4、Si_2N_2O 和 BAS 3 种晶相组成。由图 7b 分析可知，当 BAS 含量为 30.0%~40.0%时，复相陶瓷材料烧结体主要由 β-Si_3N_4 和 BAS 2 种晶相组成。

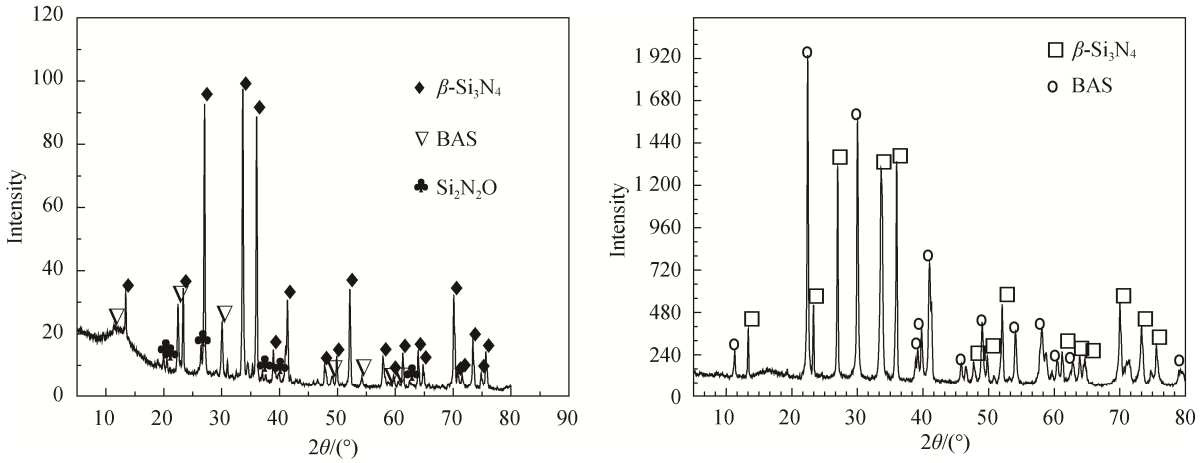
Si_2N_2O 的生成温度要求大于 1 600 ℃，且 Si_2N_2O 很难通过固相反应生成，而 BAS 的生成温度为 1 400 ℃左右。因此本研究中，高温烧结过程中，当烧结温度高于 1 400 ℃时首先烧结原位反应生成了 BAS，BAS 和残余的 SiO_2 均以液相存在，当烧结温度升高大于 1 600 ℃时，残余的 SiO_2 和 Si_3N_4 在充足液相存在的条件下反应生成 Si_2N_2O，见式(1)。且 SiO_2 含量(BAS 反应剩余量)越高，Si_2N_2O 生成量越大。

$$SiO_2(l)+Si_3N_4(s)\rightarrow 2Si_2N_2O(s) \quad (1)$$

因此，按照不同配比，当添加的 BaO、Al_2O_3 彻底反应生成 BAS 含量为 7.5%~20.0%的氮化硅复相材料时，表明反应后会有 SiO_2 残留，残留的 SiO_2 会随温度升高进一步和 Si_3N_4 反应生成 Si_2N_2O。因此，BAS 含量为 7.5%~20.0%的烧结体最终主要由 Si_3N_4、BAS 和 Si_2N_2O 3 种物相组成(见图 7a)。

当 BAS 含量为 30.0%~40.0%时，在烧结过程中 α-Si_3N_4 完全转化成为 β-Si_3N_4，且通过烧结工艺的控制，实现了按化学计量比 $BaO–Al_2O_3–2SiO_2$ 添加的 BaO 和 Al_2O_3 与 SiO_2 完全反应生成了 BAS 晶相，最终烧结获得了 Si_3N_4/BAS 基陶瓷复相材料(见图 7b)。

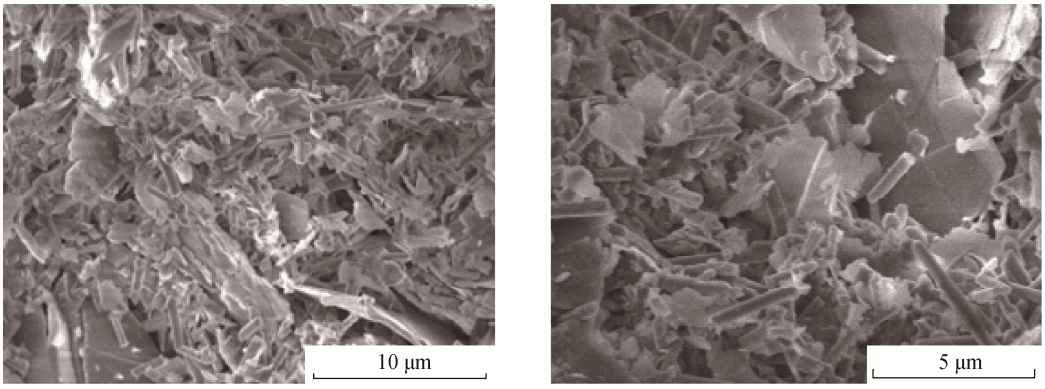
图 8 为 BAS 含量为 7.5%~20.0%的烧结体的断口形貌。从图 8 可以看出，其微观形貌为片状结构的 Si_2N_2O、长柱状 β-Si_3N_4 以及少量 BAS 液相交织在一起的一种结构，这种结构使材料具有高温延展性[9–11]，BAS 含量≤20.0%时烧结体样品高温(≥1 400 ℃)加载延展性较明显(见图 5)。



(a) With 7.5%–20.0% BAS　　(b) With 30.0%–40.0% BAS

图 7　不同 BAS 含量烧结体 XRD 谱

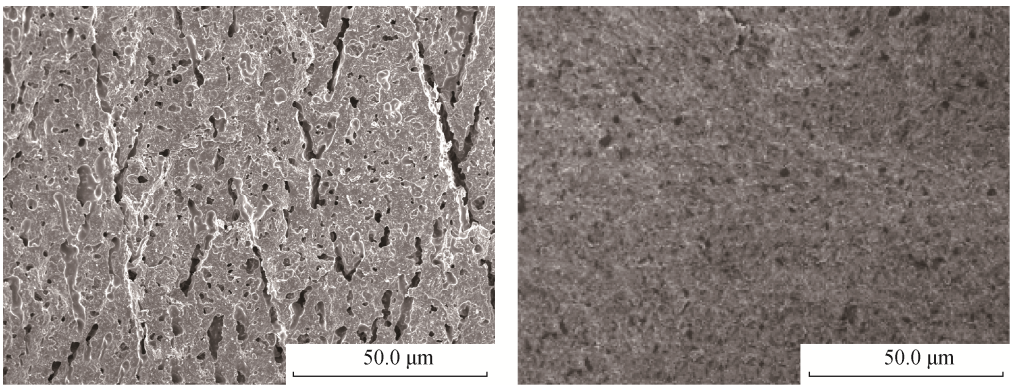
Fig. 7　XRD spectra of sinters with different BAS contents



(a) Low magnification　　(b) High magnification

图 8　BAS 含量为 7.5%–20.0%烧结体的断口形貌

Fig. 8　Fracture morphology of sintered body with 7.5%–20.0% BAS content



(a) With 25.0% porosity (b) With 52.0% porosity

图 9 BAS 含量为 40.0%时不同孔隙率的 Si_3N_4 复相陶瓷材料 SEM 照片

Fig. 9 SEM pictures of Si_3N_4 composite ceramics with 40.0% BAS content at different porosity

图 9 为 BAS 含量为 40.0%时不同孔隙率的 Si_3N_4 复相陶瓷材料 SEM 照片。由图 9 可以看出，材料孔隙率越高(52.0%)，其微观结构更均匀。当材料孔隙率为 52.0%时，其 25 ℃弯曲强度和弯曲模量分别为 151.0 MPa 和 40.5 GPa。在 BAS 含量≥30.0%(30.0%，40.0%)时，由于材料中不含 Si_2N_2O 物相，材料断裂模式基本不受孔隙率及温度的影响，其不同温度下加载断裂均表现为脆性断裂模式(见表 1)。

2.3 Si_3N_4/BAS 复相陶瓷材料表面高温抗氧化特性和材料可加工性

图 10 为不同 BAS 含量(7.5%~40.0%)烧结体放入常温空气环境条件的测试系统中，测试系统以 20 ℃/min 的升温速率升温到 1 500 ℃，然后 1 500 ℃保温 10 min 后在线弯曲测试，测试后样条形貌如图 10 所示。由图 10 可见，Si_3N_4 复相陶瓷材料在 1 500 ℃空气环境中测试后，材料表面均“氧化”严重，其表面均出现明显厚厚的“氧化层”(见图 10)。

图 11 为 BAS 含量 40.0%时烧结体 1 500 ℃空气环境中测试后样条表面氧化层 XRD 分析结果。结果表明，“氧化层”主要成分为 β-Si_3N_4 和非晶态 SiO_2，未检测到其他任何成分，说明 1 500 ℃空气环境中，材料表面发生了氧化，氧化物成分为 SiO_2。而该复相陶瓷样条以同样测试条件在温度≤1 400 ℃进行高温弯曲测试后表面不会出现“氧化层”现象，试样测试前后表面形貌没有变化。

利用本研究中所研制的 30.0%~40.0% BAS 含量 Si_3N_4 复相陶瓷材料加工了各种复杂结构 Si_3N_4 陶瓷材料产品件(见图 12)，结果显示所研制的 Si_3N_4 复相陶瓷材料具有良好的可加工性。

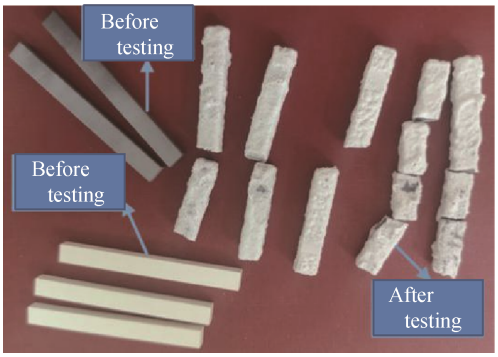


图 10 不同 BAS 含量烧结体 1 500 ℃空气环境中测试后样条形貌

Fig. 10 Sample shapes of sintered body with different BAS content at 1 500 ℃ in air environment

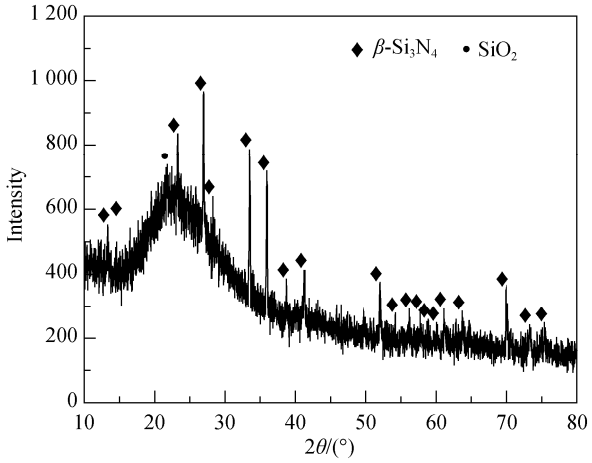


图 11 40.0%BAS 含量烧结体 1 500 ℃空气环境中测试后样条表面氧化层 XRD 谱

Fig. 11 XRD patterns of oxide layer on the sintered body surface sample with 40.0% BAS at 1 500 ℃ in air environment

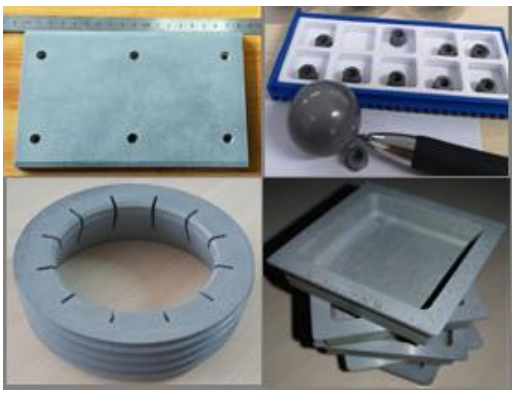


图 12　Si_3N_4/BAS 复相陶瓷材料加工的各种复杂结构件

Fig. 12　Various complex structure products prepared by Si_3N_4/BAS composite ceramics

3　结论

采用新型冷冻胶凝陶瓷成型技术制备 Si_3N_4/BAS 复相陶瓷材料，研究了不同温度(25~1 400 ℃)和 BAS 含量(7.5%~40.0%)条件下，Si_3N_4/BAS 复相陶瓷材料弯曲强度、弯曲模量、弯曲断裂特性以及陶瓷微观结构，得到以下结论：

1) BAS 含量提高可显著提高材料弯曲强度和弯曲模量，在 1 400 ℃时，BAS 含量为 7.5%，材料弯曲强度 2.1 MPa；BAS 含量为 40%，材料弯曲强度 241.0 MPa；

2) 不同温度和 BAS 含量条件下，Si_3N_4/BAS 复相陶瓷呈现不同的弯曲断裂模式，在常温测试(25 ℃)条件下，加载断裂不受 BAS 含量的影响，试样均呈脆性断裂模式；当 BAS 含量为 30.0%~40.0%时，其不同温度下加载弯曲断裂均表现为脆性断裂模式；

3) 当 BAS 含量为 7.5%~20.0%时，复相陶瓷烧结体材料主要由 β-Si_3N_4、Si_2N_2O 和 BAS 3 种晶相组成，当 BAS 含量为 30.0%~40.0%时，复相陶瓷材料烧结体主要由 β-Si_3N_4 和 BAS 2 种晶相组成；

4) 当测试环境温度为 1 500 ℃空气条件下，不同 BAS 含量的试样测试后均出现明显的表面氧化现象，温度低于 1 400 ℃时无表面氧化现象。利用冷冻胶凝成型制备的 Si_3N_4/BAS 复相陶瓷材料具有良好的可加工性。

参考文献:

[1] 杨觉明, 张立同. 一种陶瓷复合材料基体–BAS 玻璃陶瓷[J]. 西安工业学院学报, 1994, 14(3): 206–212.
YANG J M, ZHANG L T. J XIAN Inst Tech (in Chinese), 1994, 14(3): 206–212.

[2] LEE W E, CHEN M K, JAMES P F. Crystallization of celsian ($BaO–Al_2O_3–SiO_2$) glass[J]. J Am Ceram Soc, 1995, 78(8): 2180–2186.

[3] ZHOU W C, ZHANG L T, YANG J M. Effect of composition on the tendency of forming BAS (barium aluminosilicate)[J]. J Mater Sci, 1997, 32: 4833–4836.

[4] HYATT M J, BANSAL N P. Method of producing a silicon carbide fiber reinforced strontium aluminosilicate glass–ceramic matrix composite[J]. J Mater Sci, 1996, 31: 172–184.

[5] DRUMMOND Ⅲ C H. Crystallization behavior and properties of $BaO–Al_2O_3–2SiO_2$ glass matrices[J]. Ceram Eng Proc, 1990, 11(7–8): 1072–1086.

[6] 杨觉明, 周万成, 包小平, 等. 成分对烧结 BAS($BaAl_2Si_2O_8$)凝胶玻璃形成的影响[J]. 无机材料学报, 2003, 18(6): 1187–1191.
YANG J M, ZHOU W C, BAO X P, et al. J Inorg Mater(in Chinese), 2003, 18(6): 1187–1191.

[7] 余娟丽, 李森, 等. 冷冻注凝制备氮化硅陶瓷基耐高温复合材料[J]. 硅酸盐学报, 2015, 43(6): 723–727.
YU J L, LI S, et al. J Chin Ceram Soc, 2015, 43(6): 723–727.

[8] 余娟丽, 王涛, 张剑, 等. Si_3N_4/BAS 复相陶瓷材料制备及其性能[J]. 硅酸盐学报, 2017, 45(3): 378–383.
YU J L, WANG T, Zhang J, et al. J Chin Ceram Soc, 2017, 45(3): 378–383.

[9] LANGE F F. Liquid-phase sintering in the system $Si_3N_4–Si_2N_2O–Mg_2SiO_4$[J]. J Am Ceram Soc, 1979, 62: 617–619.

[10] CLARK D R. On the equilibrium thickness of intergranular glass phases in ceramic materials[J]. J Am Ceram Soc, 1987, 70: 15–22.

[11] FALK L K, DUMLOP G L. Crystallization of the glassy phase in a Si_3N_4 Material by post-sintering heat treatments[J]. J Mater Sci, 1987, 22: 4369–4373.

※　※　※　※　※　※　※　※　※　※　※



余娟丽，航天特种材料及工艺技术研究所，高级工程师，主任研究师。主要研究方向为高性能陶瓷透波材料。近年，负责规划论证并立项的有“重大自主创新项目”、“总装预研基金项目”、“国防科工进口替代”及“科技创新项目”等多个大型项目，获千万级全额国拨经费支持，同时参与多个重点项目的实施研究。在国内外重要学术期刊发表论文 40 余篇，SCI,EI 收录·30 余篇，会议论文 2 次获“优秀论文奖”，期刊论文连续被作为“重点推荐文章”及“封面文章”发表，在英文期刊发表综述 2 篇，单篇引用率超 200 余次；授权国家发明专利 15 项，曾获航天院“知识产权先进个人”称号。