第 49 卷第 12 期
2021 年 12 月

硅 酸 盐 学 报
JOURNAL OF THE CHINESE CERAMIC SOCIETY

Vol. 49，No. 12
December，2021

http://www.gxyb.cbpt.cnki.net

DOI：10.14062/j.issn.0454-5648.20210555

新型振荡压力烧结工艺对高性能氮化硼陶瓷微观结构和性能的影响

韩 耀[1]，谢志鹏[2]，李海燕[3]，董 衡[1]，张冰清[1]

(1. 航天特种材料及工艺技术研究所，北京 100074；2. 清华大学，新型陶瓷与精细工艺国家重点实验室，北京 100084；
3. 中国建材检验认证集团股份有限公司，北京 100024)

摘 要：采用新型振荡压力烧结工艺(OPS)制备了 h-BN 陶瓷，研究了振荡压力对 h-BN 陶瓷烧结致密化以及晶粒生长的影响，并结合致密度、微观结构及断裂可靠性等因素，对不同烧结工艺下的氮化硼陶瓷的晶粒定向程度以及力学和热学性能进行了探究。研究表明：与采用热压烧结工艺(HP)制备的氮化硼陶瓷相比，采用 OPS 工艺制备的陶瓷表面更为致密，断面的晶粒定向排列逐渐清晰，高比例平行排列的片状 BN 晶粒能有效提高 BN 陶瓷的致密化程度。OPS 试样的硬度、断裂韧性以及抗弯强度最高分别达到了 0.31 GPa、1.09 MPa·m$^{1/2}$ 和 74.4 MPa，较相同烧结参数下的 HP 试样有了大幅提升。结合 XRD 谱计算出的晶粒定向排列数据可知，振荡压力的引入明显促进了氮化硼陶瓷的致密化烧结，断裂可靠性和热导率均获得了提高。

关键词：氮化硼；振荡压力烧结；力学性能；热导率；显微结构
中图分类号：TQ174　　**文献标志码**：A　　**文章编号**：0454–5648(2021)12–2549–07
网络出版时间：2021–11–01

Effect of Oscillatory Pressure Sintering Process on Microstructure and Properties of Boron Nitride Ceramics with High Performance

HAN Yao[1], *XIE Zhipeng*[2], *LI Haiyan*[3], *DONG Heng*[1], *ZHANG Bingqing*[1]
(1. Aerospace Institute of Advanced Materials & Processing Technology, Beijing 100074, China;
2. State Key Laboratory of New Ceramics and Fine Processing, Tsinghua University, Beijing 100084, China;
3. China Building Material Test & Certification Group Co., Ltd, Beijing 100024, China)

Abstract: High h-BN ceramics were prepared by an oscillatory pressure sintering technique (OPS), and the effect of oscillatory pressure on the sintering densification and grain growth of h-BN ceramics was investigated. Boron nitride ceramics were also prepared by a hot pressing sintering process (HP). The density, microstructure, fracture reliability, degree of grain orientation, mechanical and thermal properties of boron nitride ceramics at different sintering processes were analyzed. The results show that the fracture surface of OPS specimens is denser, and the grain orientation becomes clear, compared with those of HP specimens. A high proportion of parallel-arranged BN grains can effectively improve the densification of BN ceramics. The maximum hardness, fracture toughness and flexural strength of OPS specimens are 0.31GPa, 1.09MPa·m$^{1/2}$ and 74.4MPa, respectively, which are greatly improved, compared with HP specimens at the same sintering parameters. According to the data of grain orientation determined by X-ray diffraction patterns, the application of oscillatory pressure obviously promotes the densification and sintering of boron nitride ceramics, thus improving the fracture reliability and thermal conductivity.

Keywords: boron nitride; oscillatory pressure sintering; mechanical properties; thermal conductivity; microstructure

六方氮化硼(h-BN)陶瓷具有良好的耐热性和较高的热导率，且高温条件下具有优异的化学稳定性、耐腐蚀性和电绝缘性等性能，可应用于化工、光电以及航天等相关领域[1–3]。但是 BN 作为共价键化合物，由于自扩散系数很低，本身非常难以烧结，较低的烧结温度和较短的烧结时间很难实现致密化，需要在制备过程中加入烧结助剂来促进致密化[4]。

目前，六方氮化硼陶瓷通常由以下烧结方法制

收稿日期：2021–07–08。　修订日期：2021–08–14。
基金项目：国家自然科学基金(52002364、5167020125)资助。
通信作者：韩 耀(1990—)，男，博士，高级工程师。

Received date: 2021–07–08.　**Revised date:** 2021–08–14.
Correspondent author: HAN Yao (1990–), male, Ph.D, Senior Engineer.
E-mail: dazzlinghan@sina.com

备，包括常压烧结、热压烧结、反应烧结以及放电等离子烧结等[5–8]。对 h-BN 的晶体结构研究发现，h-BN 与石墨类似，具有层状结构，层内原子间具有很强的共价键，不易被破坏，而层与层之间的分子键结合力很弱，容易剥离。特殊的晶体结构决定了烧结过程中致密化的难易程度。近年的研究表明，烧结过程中，片状的 BN 晶粒交叉堆积形成的卡片支撑式结构起到了一定的支承作用，阻碍了坯体的进一步收缩，这种卡片支撑式结构也成为 h-BN 致密化进程中的主要障碍[9]。传统的烧结方式难以消除这种卡片式结构，但在压力烧结过程中当施加的外加应力够大时，能够破坏这种结构，提高致密化程度。目前热压烧结工艺仍是制备高纯度、高致密度和高性能氮化硼陶瓷的最有效手段，但是热压烧结中提供的恒定压力为静态压力，烧结过程中往往无法通过有效地促进粉体颗粒的重排而获得高的致密度，且烧结后期，静态压力难以实现闭气孔的有效排出[10]。

外加的动态压力对氮化硼陶瓷带来的致密化效果鲜有报道，为此，本研究采用在烧结过程中，通过恒定压力作用外，叠加一个振幅与频率均可控的动态压力，通过振荡压力的引入实现六方 BN 的烧结。新型振荡压力烧结技术(OPS)由清华大学谢志鹏团队提出，该振荡压力烧结设备工作原理如图 1 所示[10]。目前该团队已将振荡压力烧结工艺引入多种结构陶瓷的制备中，并已成功研制出高性能的氧化锆、氧化铝、氮化硅等陶瓷材料[10–14]。本研究采用新型振荡压力烧结工艺对 h-BN 进行了烧结致密化研究，并探讨了不同烧结工艺下氮化硼陶瓷的性能变化，揭示了振荡压力对层状氮化硼陶瓷微观结构以及力、热等性能的影响。

1 实验

选择营口辽滨精细化工有限公司生产的 h-BN 粉体，纯度(质量分数)>99%，$D50$=0.2 μm。选择 B_2O_3 (国药试剂有限公司，纯度>99.9% (质量分数))作为本实验中的烧结助剂，添加量为 5%。

烧结时选择的目标温度为 1 820 ℃，在氮气气氛下，设定升温速率为 15 ℃/min，加热开始后，对粉体缓慢施加压力至恒定 30 MPa，当到达目标温度后，在恒定压力基础上叠加动态压力–5~5 MPa，耦合后的振荡压力为 25~35 MPa，振荡频率选择为 1 Hz。设定保温时间分别为 30、60 min 和 90 min，所制试样分别以 OPS-30、OPS-60 和 OPS-90 来表示，具体压力过程与之前所研究的一致[10]。采取热压烧结工艺进行对比实验，目标温度不变，保温时间一致，试样分别以 HP-30、HP-60 和 HP-90 来表示，但至目标温度后，不施加动态压力，维持 30 MPa 恒定压力。

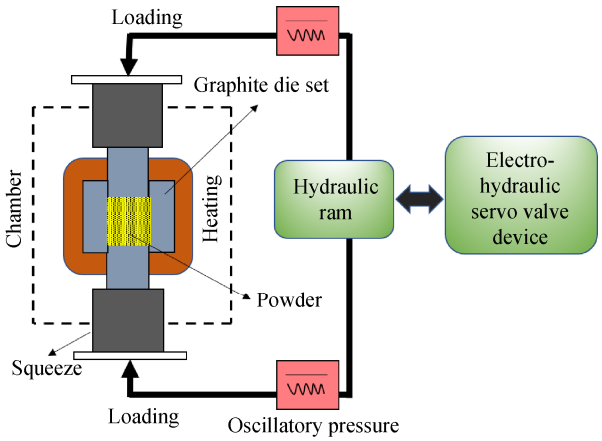


图 1 振荡压力烧结设备工作原理示意图

Fig. 1 Schematic diagram of the oscillatory pressure sintering apparatus

对于氮化硼陶瓷，采用 Archimedes 排水法测试氮化硼陶瓷的体积密度。采用扫描电子显微镜观察陶瓷断口和抛光表面的微观形貌。采用 X 射线衍射分析仪(D8，Bruker，Germany)分析陶瓷的物相组成，扫描角度 10°~90°，扫描速率 6(°)/min。采用三点弯曲法测试氮化硼陶瓷的抗弯强度，试样尺寸设定为 3 mm×4 mm×36 mm，加载速率和跨距分别选择 0.5 mm/min 和 30 mm。采用单边切口梁法测试氮化硼陶瓷试样的断裂韧性 K_{IC}，试样尺寸设定为 4 mm×2 mm×22 mm，切口宽度要求 0.2 mm，加载速率和跨距分别选择 0.02 mm/min 和 16 mm。采用 Vickers 硬度仪测试氮化硼陶瓷的硬度，施加载荷为 1 kg。样品的热扩散系数采用激光法导热仪来进行测试，样品测试的标准尺寸为 10 mm×10 mm×2 mm，并根据公式计算出相应的热导率。力、热学性能测试样品的数量至少为 7 个。为了测试试样的断裂可靠性，对其抗弯强度进行 Weibull 分布分析，Weibull 模数分析样品测试总数为 16 个，并依据公式计算出 Weibull 模数，详细步骤见文献[15]。

2 结果与讨论

2.1 振荡压力对氮化硼陶瓷密度的影响

不同烧结参数制备的 h-BN 陶瓷的体积密度数据如表 1 所示。可知在热压烧结工艺下，保温

30 min 时的体积密度最低，随烧结时间延长，HP-60 的体积密度增加至 2.10 g·cm^{-3}，保温时间继续增加至 90 min 时，氮化硼陶瓷试样的体积密度变化不明显。而随着振荡压力的引入，保温时间仅 30 min 条件下，OPS 试样的体积密度为 2.11 g·cm^{-3}，相比 HP-60 试样，OPS-30 试样保温时间缩短了 30 min，但体积密度仍有提升。当保温时间增加至 60 min，OPS-60 试样的体积密度提高至 2.13 g·cm^{-3}，继续增加保温时间至 90 min 时，氮化硼试样的体积密度增加趋势不明显，体积密度变化至 2.14 g·cm^{-3}，但相比 HP-90 试样，相同保温时间下，振荡压力作用下致密度有了明显提升。对比看出，振荡压力的引入促进了试样致密度的提升，且保温时间减少的条件下，仍能获得比 HP 试样更高的体积密度。

对于 h-BN 陶瓷，由于自身特殊的片层状晶粒结构，部分晶粒之间会互相支撑，较小的烧结驱动力作用很难获得晶粒的滑动和重排，从而难以实现致密化[9]。结合表 1 中的体积密度，可以推测 OPS 烧结工艺更有利于促进 h-BN 陶瓷的致密化进程，振荡压力在烧结过程中提供的额外驱动力能够在一定程度上破坏 h-BN 陶瓷的片层状晶粒堆积结构，更有利于打破 BN 晶粒交叉堆积形成的卡片房式结构，从而促进晶粒滑动，实现更高效的致密化。

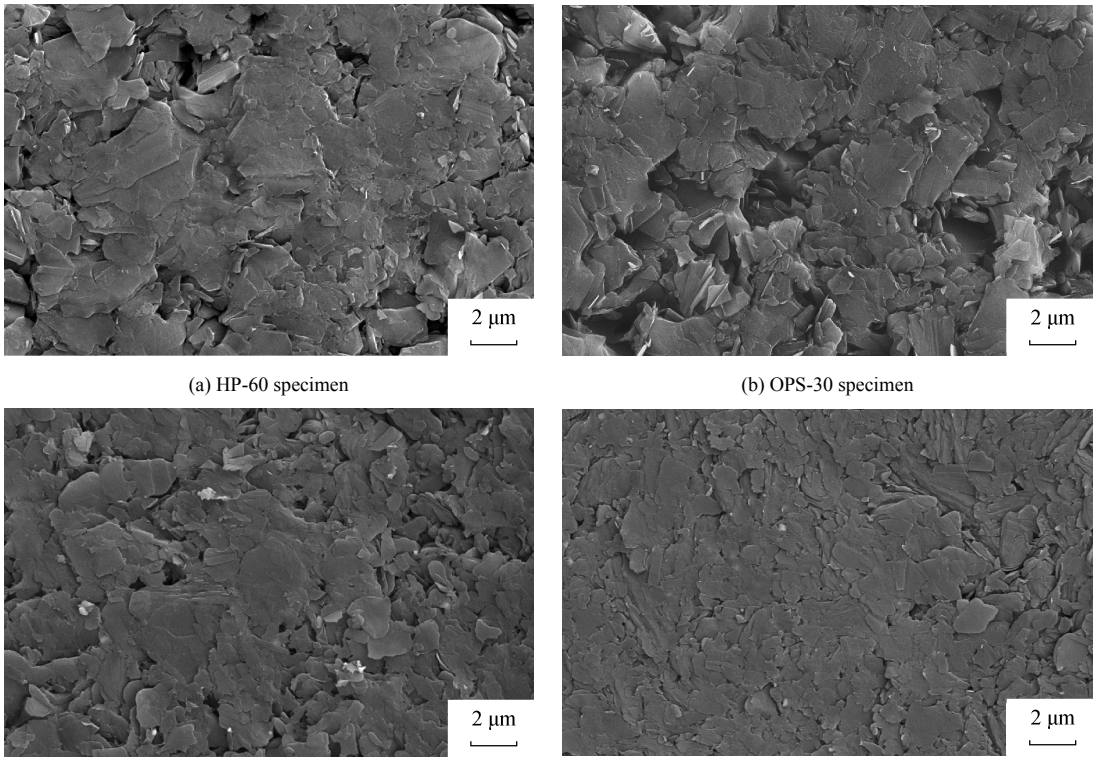
2.2　振荡压力作用下陶瓷微观形貌分析

氮化硼陶瓷试样表面的显微形貌见图 2。由图 2 可以看出，热压烧结制备的 HP-60 陶瓷表面孔隙较多，结构较为疏松，且晶粒尺寸均匀性较差；而振荡压力烧结工艺制备的 OPS 试样表面明显更为致密，图 2b 中的 OPS-30 试样表面仍有部分气孔，但 OPS-60 和 OPS-90 试样表面气孔数量明显降低，且试样晶粒分布更为均匀。表面微观形貌的差异与表 1 中体积密度的变化趋势大致相同，振荡压力下氮化硼陶瓷的致密程度和表面均匀性有了明显提升。

表 1　不同烧结参数下 h-BN 陶瓷的体积密度

Table 1　Volume densities of h-BN ceramics under different sintering methods

Samples No.	HP-30	HP-60	HP-90	OPS-30	OPS-60	OPS-90
Volume density/(g·cm^{-3})	2.06±0.004	2.10±0.006	2.10±0.003	2.11±0.007	2.13±0.006	2.14±0.005



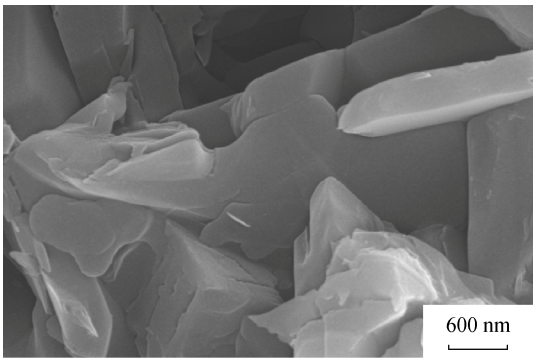
(a) HP-60 specimen　(b) OPS-30 specimen

(c) OPS-60 specimen　(d) OPS-90 specimen

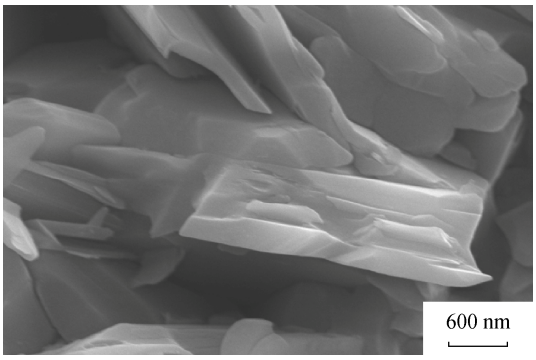
图 2　不同烧结参数下的 h-BN 陶瓷试样表面 SEM 照片

Fig. 2　SEM photos of h-BN ceramic specimens under different sintering parameters

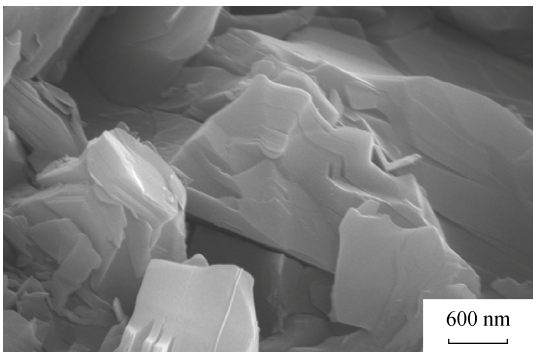
不同烧结工艺下氮化硼陶瓷的高倍端口形貌如图 3 所示。由图 3 可以看出，HP-60 试样的晶粒排布较为混乱，定向性较差，晶粒间相互支撑聚集，非定向的晶粒间分布会导致陶瓷内部的气孔较多，过多的孔隙会对材料的致密化程度产生不利影响。而 OPS-30 和 OPS-60 试样断面的晶粒间定向排布情况较好，OPS-60 试样中部分片状 BN 晶粒平行排列在一起，纹理较为清晰，晶粒间的气孔较少。



(a) HP-60 specimen



(b) OPS-30 specimen

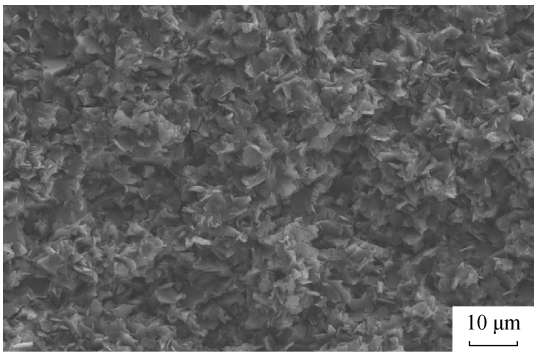


(c) OPS-60 specimen

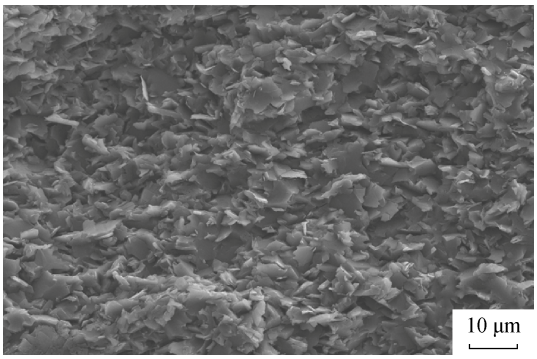
图 3 不同 h-BN 陶瓷试样高倍下的断面 SEM 照片

Fig. 3 SEM photos of h-BN ceramic specimens with high magnification

为了进一步验证 h-BN 陶瓷的晶粒定向生长情况，2 种 BN 陶瓷试样低倍下的断面形貌如图 4 所示。图 4a 中 HP-60 试样的晶粒分布杂乱无章；而图 4b 中 OPS-60 试样试样的断面显示出了较高程度的定向一致性，晶粒排列方向较为整齐统一，这与图 3c 中氮化硼高倍下的微观形貌显示的晶粒排列情况相似。对于 h-BN 陶瓷，晶粒的定向分布能够明显减少晶粒间的空隙，高比例的平行排列的片状氮化硼晶粒能有效提高材料的体积密度。通过微观形貌可知，振荡压力引入的驱动力，相比恒定压力能更有效的促进氮化硼晶粒的定向生长。



(a) HP-60 specimen



(b) OPS-60 specimen

图 4 不同 h-BN 陶瓷试样低倍下的断面 SEM 照片

Fig. 4 SEM photos of h-BN ceramic specimens with low magnification

2.3 烧结参数对氮化硼晶粒定向程度的影响规律

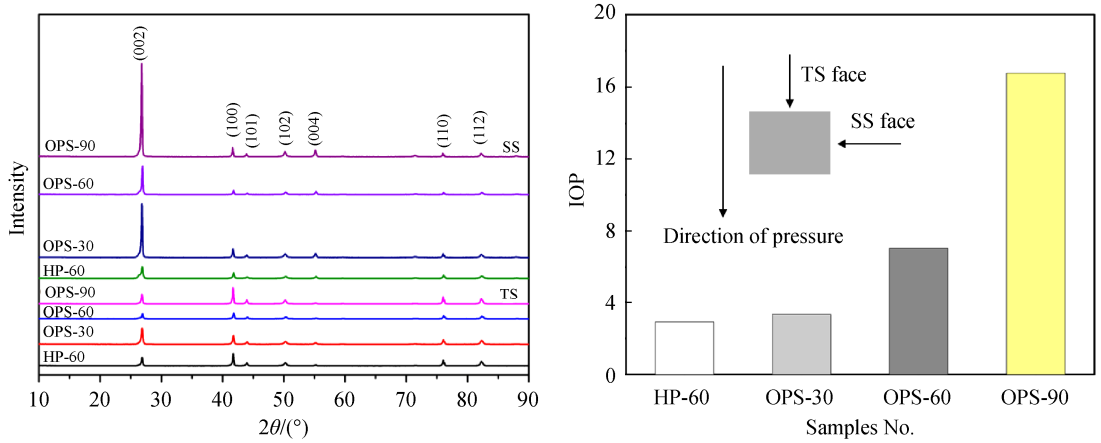
对于氮化硼陶瓷，其主要由许多无规则分布的小晶粒，而自身的整体性能在统计学角度进行分析，往往是许多单个晶粒在各方向上的性能平均化的结果，因此，氮化硼多晶陶瓷的某些性能会低于单晶体的性能。在材料的实际制备过程中，某个方向的力场、不均匀电场或温度梯度等物理条件都可能导致材料中的晶粒产生不同程度的择优取向，从而形成晶轴定向排列的织构陶瓷[16]。织构陶瓷由于晶轴存在一定程度的定向排列，使其产生了类似于单晶体的某些特性，从而使某些性能得到增强。为了探究动态压力场否会使氮化硼非等轴晶粒发生偏转从而形成特殊取向，选择择优取向指数(*IOP*)来定量分

析 h-BN 陶瓷的晶粒取向度，以此来分析氮化硼晶粒生长规律和晶粒定向排布程度，具体计算公式定义如下[17]：

$$\mathrm{IOP}=\begin{cases}\dfrac{\left(\dfrac{I_{100}}{I_{002}}\right)_{\mathrm{perp}}}{\left(\dfrac{I'_{100}}{I'_{002}}\right)_{\mathrm{par}}}, & \text{当}\left(\dfrac{I_{100}}{I_{002}}\right)_{\mathrm{perp}}>\left(\dfrac{I'_{100}}{I'_{002}}\right)_{\mathrm{par}}\\ -\dfrac{\left(\dfrac{I'_{100}}{I'_{002}}\right)_{\mathrm{par}}}{\left(\dfrac{I_{100}}{I_{002}}\right)_{\mathrm{perp}}}, & \text{当}\left(\dfrac{I_{100}}{I_{002}}\right)_{\mathrm{perp}}<\left(\dfrac{I'_{100}}{I'_{002}}\right)_{\mathrm{par}}\end{cases} \tag{1}$$

其中：I_{100}、I_{002} 分别为陶瓷表面垂直于压力施加方向时的对应晶面的衍射强度；I'_{100}、I'_{002} 分别为陶瓷表面平行于压力施加方向时的相对应晶面的衍射强度。由于材料相应晶面的衍射强度对应的是取向的函数，因此不同晶面的衍射强度的比值则反映了材料对某一取向的倾向程度。式中：当 IOP=±1 时，说明晶粒的取向分布随机；当 IOP>1 时，其值越大，说明 h-BN 晶体的 c 轴方向越倾向于垂直于外加压力的方向而排列；IOP<1 时，其绝对值越大，表示 h-BN 晶体的 c 轴方向越倾向于平行于外加压力的方向而排列[17–18]。

对本研究中获得的 h-BN 陶瓷试样进行了不同方向的物相分析，其中：垂直于外加压力面(TS)和平行于外加压力面(SS)的试样衍射图谱如图 5a 所示，图 5b 为根据 XRD 谱计算出相应的 IOP 值。由图 5b 可以看出，当试样表面垂直于压力施加方向时，试样的(002)面的衍射峰强与(100)面的衍射强度差别不明显，而当试样表面平行于压力施加方向时，材料的(002)面的衍射峰强远高于(100)面的衍射强度，由 XRD 结果中，可以明显发现试样内部出现了晶粒定向排列现象[19]。通过对 IOP 数据计算可知，HP-60 试样的 IOP 值仅为 2.9，而 OPS 试样的 IOP 值明显高于 HP 试样。OPS-90 试样的 IOP 达到了 16.8，呈现了最高值。高的 IOP 值反映了晶粒更明显的定向排列趋势，相比恒定压力，分析可知，振荡压力更能有助于促进晶粒的定向偏转和排列，进而提高晶粒的定向排列程度，结合前面所述的试样体积密度和微观结构可知，高比例的定向排列能够明显降低氮化硼试样中的孔隙，进而提高陶瓷试样的致密化程度[20]。



(a) XRD patterns of TS and SS faces　　(b) IOP values

图 5　不同烧结参数下的 h-BN 陶瓷试样的 TS 和 SS 面的 XRD 谱以及 IOP 值

Fig. 5　XRD patterns of TS and SS faces and IOP values of h-BN ceramic specimens under different sintering parameters

2.4　振荡压力等参数对陶瓷力学性能的影响

对不同烧结工艺下氮化硼陶瓷的力学性能进行了测试分析，具体结果如表 2 所示。结合表 1 可知，对比恒定压力作用，振荡压力烧结工艺下制备的氮化硼陶瓷抗弯强度、硬度及断裂韧性呈现了增加趋势。且随着烧结过程中保温时间的延长，OPS 试样的力学性能数据随之相应增加，力学强度的提高与试样致密度的提高相关联，表 2 中试样力学性能的提高与表 1 中体积密度的变化趋势相一致。对比 OPS-60 和 OPS-90 试样的力学性能可知，当烧结时间过长时，会引起氮化硼晶粒的粗化，依据 Hall-Petch 公式可知，晶粒尺寸的增加会降低陶瓷试样的强度[21]。对比分析可知，振荡压力作用下，保温 60 min，氮化硼陶瓷的力学性能最优，抗弯强度、断裂韧性及硬度分别达到了 74.4 MPa、1.09 MPa·m$^{1/2}$ 和 0.31 GPa，较 HP 工艺下相同保温时间制备的氮化硼陶瓷性能分别提高了 37.0%、43.4%和 38.1%，振荡压力的引入明显促进了氮化硼陶瓷力学性能的提高。

表 2 不同烧结参数下 h-BN 陶瓷的力学性能

Table 2 Mechanical properties of h-BN ceramics under different sintering methods

Sample No.	Bending strength/MPa	Fracture toughness/(MPa·m$^{1/2}$)	Hardness/GPa
HP-60	54.3±6.6	0.76±0.08	0.21±0.06
OPS-30	61.5±5.4	0.89±0.0.3	0.24±0.05
OPS-60	74.4±3.8	1.09±0.06	0.29±0.08
OPS-90	68.3±4.3	0.99±0.10	0.28±0.03

为了验证氮化硼陶瓷试样的断裂可靠性，对氮化硼陶瓷抗弯强度数据进行了 Weibull 模数计算，Weibull 模数统计曲线如图 6 所示。图 6 中的抗弯强度数据线性回归服从于 Weibull 分布，振荡压力作用下保温时间为 60 min 时氮化硼陶瓷的 Weibull 模数最高，达到了 21.12，且 OPS 试样的 Weibull 模数高于 HP 试样。依据 Weibull 模数的变化可知，振荡压力作用下的 h-BN 陶瓷具有明显更高的断裂可靠性。

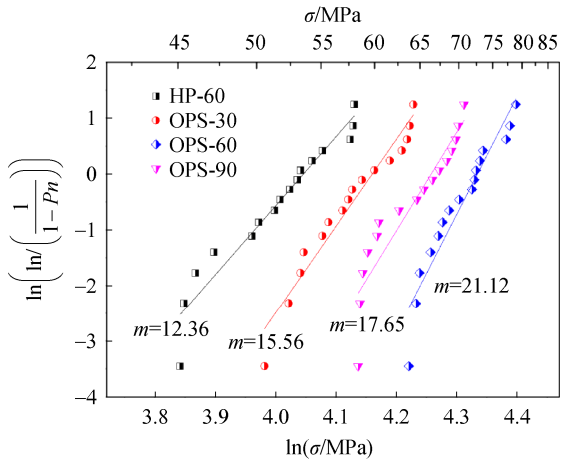


图 6 不同烧结参数下的 h-BN 陶瓷抗弯强度数据的 Weibull 分布图

Fig. 6 Weibull plots of bending strength for h-BN ceramics under different sintering methods

2.5 室温热导率随着烧结参数的变化规律

不同烧结工艺下制备的氮化硼陶瓷试样室温热导率如表 3 所示。结果显示，恒定压力下制备的氮化硼陶瓷试样热导率普遍较低，HP-30 试样的热导率仅为 27.8 W·m^{-1}·K^{-1}。保温时间延长时，HP-60 试样的热导率增加至为 36.7 W·m^{-1}·K^{-1}。振荡压力作用下氮化硼的热导率相应增加，振荡压力作用下保温时间 60 min 时得到的试样热导率最高，为 48.9 W·m^{-1}·K^{-1}，而过长或过短的保温时间均不利于热导率的提高。对于氮化硼材料，本身不具有金属材料的自由电子，主要通过声子进行热传导，依靠声子中晶格振动产生的晶格波，进而实现热量传递，由此可知，热量在传递过程中声子同晶体中质点的碰撞次数的降低能够降低声子散射的干扰，进而提高材料热导率。当有气孔存在时，由于气孔的热导率很小，与固相热导率相比，可几乎忽略不计，因此气孔会极大的降低试样的热导率，且气孔作为缺陷源也会对声子产生散射，进一步降低热导率[22]。综合分析，在晶体结构、化学组成等因素相一致的条件下，陶瓷试样致密化程度的提高有助于获得更高的热导率，结合体积密度和热导率数据可知，振荡压力的引入有助于促进氮化硼陶瓷的致密化程度，进而提高了陶瓷材料的热导率。

3 结论

相比 HP 工艺，采用 OPS 工艺制备的 h-BN 陶瓷试样表面更为致密，晶粒定向排列程度更高。HP 试样的 *IOP* 值最低，OPS 试样的 *IOP* 明显高于 HP 试样的，最高可达 16.8。OPS 试样中高的 *IOP* 值说明振荡压力能促进晶粒的定向排列，进而提高 h-BN 陶瓷致密度和力学与热学性能。OPS-60 试样获得了最优的力学性能，抗弯强度、断裂韧性及硬度分别达到了 74.4 MPa、1.09 MPa·m$^{1/2}$ 和 0.31 GPa，较 HP 工艺下相同保温时间制备的氮化硼陶瓷性能分别提高了 37.0%、43.4%和 38.1%。对比恒定压力下制备的氮化硼陶瓷可知，振荡压力作用下，氮化硼陶瓷的致密度、断裂可靠性和热导率均获得了明显提升。

表 3 不同烧结参数下的 h-BN 陶瓷的室温热导率

Table 3 Thermal conductivities at room temperature of h-BN ceramics under different sintering methods

Samples No.	HP-30	HP-60	HP-90	OPS-30	OPS-60	OPS-90
Thermal conductivities /(W·m^{-1}·K^{-1})	27.8±0.5	36.7±0.8	35.3±0.6	41.8±0.8	48.9±0.5	46.3±1.2

参考文献:

[1] LIU L, FENG Y P, SHEN Z X. Structural and electronic properties of h-BN[J]. Phys Rev B, 2003, 68(10): 104–107.

[2] KIM K, KIM M, KIM J. Enhancement of the thermal and mechanical properties of a surface-modified boron nitride-polyurethane composite[J]. Polym Adv Technol, 2014, 25(8): 791–798.

[3] EICHLER J, LESNIAK C. Boron nitride (BN) and BN composites for high-temperature applications[J]. J Eur Ceram Soc, 2008, 28(5): 1105–1109.

[4] DUAN X M, WANG M R, JIA D C, et al. Anisotropic mechanical properties and fracture mechanisms of textured h-BN composite ceramics[J]. Mater Sci Eng A, 2014, 607: 38–43.

[5] LEE S K, NAKAMURA K, KUME S, et al. Thermal conductivity of hot-pressed BN ceramics[J]. Mater Sci Forum, 2006, 510: 398–401.

[6] 翟凤瑞, 单科, 谢志鹏, 等. 放电等离子烧结SiC/BN复相陶瓷的制备及力学性能[J]. 硅酸盐学报, 2016, 44(6): 866–871.
ZHAI Fengrui, SHAN Ke, XIE Zhipeng, et al. J Chin Ceram Soc, 2016, 44(6): 866–871.

[7] ZHAI F R, LI S, SUN J L, et al. Microstructure, mechanical properties and thermal shock behavior of h-BN–SiC ceramic composites prepared by spark plasma sintering[J]. Ceram Int, 2017, 43(2): 2413–2417.

[8] WANG T B, JIN C C, YANG J, et al. Physical and mechanical properties of hexagonal boron nitride ceramic fabricated by pressureless sintering without additive[J]. Adv Appl Ceram, 2014, 114: 273–276.

[9] ZHANG G J, HIDEKI K, NAOKI K, et al. Reactive hot-pressed alumina-boron nitride composites with Y_2O_3 sintering additive[J]. Am Ceram Soc Bull, 2005, 88: 2246–2248.

[10] HAN Y, LI S, ZHU T B, et al. An oscillatory pressure sintering of zirconia powder: Rapid densification with limited grain growth[J]. J Am Ceram Soc, 2017, 100: 2774–2780.

[11] XIE Z, LI S, AN L, et al. A novel oscillatory pressure-assisted hot pressing for preparation of high-performance ceramics[J]. J Am Ceram Soc, 2014, 97: 1012–1015.

[12] LI S, XIE Z, XUE W, et al. Sintering of high performance silicon nitride ceramics under vibratory pressure[J]. J Am Ceram Soc, 2015, 98: 698–701.

[13] 韩耀, 李海燕, 谢志鹏, 等. 振荡压力对高性能氮化硅陶瓷烧结致密化的影响[J]. 硅酸盐学报, 2021, 49(4): 673–680.
HAN Yao, LI Haiyan, XIE Zhipeng, et al. J Chin Ceram Soc, 2021, 49(4): 673–680.

[14] HAN Y, LI S, ZHU T B, et al. An oscillatory pressure sintering of zirconia powder: Densification trajectories and mechanical properties[J]. J Am Ceram Soc, 2018, 101: 1824–1829.

[15] SULLIVAN J D, LAUZON P H. Experimental probability estimators for weibull plots. J Mater Sci Lett, 1986, 5: 1245–1247.

[16] TOSHIO K. Application of Texture Engineering to Piezoelectric Ceramics[J]. J Ceram Soc Jpn, 2006, 114(1): 15–25.

[17] XUE J X, LIU J X, XIE B H, et al. Pressure-induced preferential grain growth, texture development and anisotropic properties of hot pressed hexagonal boron nitride ceramcs[J]. Scr Mater, 2011, 65(11): 966–969.

[18] 王向东, 乔冠军, 金志浩. 可加工Si3N4/BN复相陶瓷的制备及性能研究[J]. 稀有金属材料与工程, 2003, 32(7): 498-501.
WANG X D, QIAO G J, JIN Z H. Rare Metal Mater Eng[in Chinese], 2003, 32(7): 498–501.

[19] DUAN X M, JIA D C, WU Z L, et al. Effect of sintering pressure on the texture of hot-press sintered hexagonal boron nitride composite ceramics[J]. Scrip Mater, 2013, 68(2): 104–107.

[20] EICHLER J, UIBEL K, LESNIAK C. Boron nitride (BN) and boron nitride composites for applications under extreme conditions[J]. Adv Sci Technol, 2010, 65: 61–69.

[21] PETCH N J. The cleavage strength of polycrystals[J]. J Iron Steel Inst, 1953, 25: 174.

[22] SALLES V, BERNARD S, CHIRIAC R, et al. Structural and thermal properties of boron nitride nanoparticles[J]. J Eur Ceram Soc, 2012, 32(9): 1867–1871.

※　※　※　※　※　※　※　※　※　※　※



韩耀，航天特种材料及工艺技术研究所高级工程师，博士。先后参与和主持科技部国家自然科学基金重大仪器专项、面上项目、青年基金项目、“国家重点研发科技课题”以及国防科工局等领域的科研课题 10 余项。在国内外学术刊物发表研究论文 20 余篇，国内外会议宣读展示论文 6 篇，其中 SCI 收录论文 18 篇，申请专利 20 余项，已授权专利 4 项。主要研究方向为新型烧结技术、高性能结构陶瓷、纤维增强陶瓷基透波材料、热结构陶瓷基复合材料、纳米粉体。研究项目包括：新型振荡压力烧结技术制备高性能结构陶瓷及其致密化机理研究、耐高温纤维增强陶瓷基透波材料的结构设计与一体化研究、高性能氮化铝粉体的合成制备技术研究、低密度高热导率多孔材料的结构设计优化研究等。