

超重力燃烧合成 ZTA-TiC-Fe 金属陶瓷的高温稳定性

张冠男^{1,2}, 杨 潇¹, 李江涛¹, 郭世斌¹, 贺 刚¹, 杨增朝¹

(1. 中国科学院理化技术研究所 低温工程学重点实验室, 北京 100190)

(2. 中国科学院大学, 北京 100049)

摘要: 使用超重力燃烧合成技术制备了 ZTA-TiC-Fe 金属陶瓷复合材料。采用 X 射线衍射 (XRD)、扫描电子显微镜 (SEM) 及变温 X 射线衍射对金属陶瓷样品的物相组成、微观结构以及升降温过程中材料的微观结构演变行为进行研究。结果表明: 利用超重力燃烧合成熔铸方式可直接制备出 ZTA-TiC-Fe 金属陶瓷; 其中 t-ZrO₂ 与 Al₂O₃ 形成的 ZTA 共晶陶瓷相呈三维网状结构, TiC 包覆金属 Fe 填充于三维 ZTA 陶瓷骨架中; ZTA-TiC-Fe 失效机理: Fe 和 ZrO₂ 相在 750 °C 左右发生相变; Fe、ZrO₂ 在升降温过程中相变产生的体积变化以及各组分相热膨胀系数不同所引起的内应力释放, 导致材料微观结构破坏; 有氧环境中, 温度超过 550 °C, 表层 Fe 相的氧化速度加快, 生成结构疏松多孔的红褐色 Fe₂O₃。Fe 相氧化产生约 8 倍的体积膨胀, 导致三维陶瓷骨架不可逆破裂。

关键词: 超重力燃烧合成; 金属陶瓷; 热膨胀; 高温稳定性

中图法分类号: TQ174.75^{+8.22}

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2020)02-0582-07

Al₂O₃-TiC 复相陶瓷具有较高的硬度和机械强度, 是使用最广泛的陶瓷刀具材料之一, 但其较差的韧性限制了其应用^[1,2]。为了提高 Al₂O₃-TiC 复相陶瓷的韧性, 各国研究人员围绕 Al₂O₃-TiC 复相陶瓷的增韧研究主要集中在以下几个方面: 自增韧, 即通过细化晶粒尺寸, 形成微/纳结构或晶粒原位生长成晶须两种方式提高材料韧性^[3,4]; ZrO₂ 相变增韧, 即通过相变体积效应和剪切应变效应共同增韧^[5]; 金属相增韧, 利用金属相 (Co、Ni、Fe) 较好的塑性和延展性对材料进行增韧^[6-9]; 纤维增韧, 主要为 SiC 纤维^[10]、碳纳米管^[11]等。但, 单一相增韧机制的效果有限, 且传统复相陶瓷的制备工艺繁杂冗长。

本课题组前期利用超重力燃烧合成技术^[12-16], 实现了 ZrO₂、Fe 与 Al₂O₃-TiC 陶瓷的有效复合, 快速制备了新型 ZTA-TiC-Fe 金属陶瓷复合材料。研究结果表明: ZTA-TiC-Fe 金属陶瓷复合材料具备了金属延性相增韧、相变增韧以及纤维增韧协同作用的复合增韧机制, 材料的断裂韧性较 Al₂O₃-TiC 复相陶瓷提高了 2~3 倍, 达到 9~11 MPa·m^{1/2}; 同时其硬度、压缩强度、电导率、耐磨性等性能也得到大幅度提升^[17]。

然而, 对 ZTA-TiC-Fe 金属陶瓷复合材料的性能表

征还处于起始阶段, 尤其是对该材料在高温段的性能还一无所知。但该材料作为陶瓷刀具需面临的实际服役环境非常恶劣, 在高速切削过程中, 刀具与工件摩擦会产生大量切削热导致刀具温度迅速升高, 刀具前刀面温度最高可达 1000 °C^[18]。并且, 金属与陶瓷之间还会由于热膨胀系数不同, 出现层剥离、开裂等结构破坏的行为。因此, 想进一步拓展 ZTA-TiC-Fe 的使用范围, 需要在前期室温性能研究结果基础之上, 对其高温结构稳定性进行深入研究。

基于此, 本实验将研究 ZTA-TiC-Fe 金属陶瓷复合材料的高温稳定性, 重点探讨其在高温环境中的热膨胀性能和抗氧化性能。首先通过超重力燃烧合成技术制备 ZTA-TiC-Fe 金属陶瓷, 分别对试样进行热膨胀循环测试以及高温氧化处理, 之后观察试样的微观组织结构变化, 研究 ZTA-TiC-Fe 的热膨胀机理及 Fe 相氧化对结构的破坏行为, 最后揭示其热循环处理的失效机理。

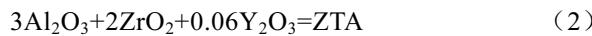
1 实验

以商用 Al, Fe₂O₃, ZrO₂, Y₂O₃, Ti 和 C 粉为原料, 按以下化学方程式比例进行混合:

收稿日期: 2019-02-25

基金项目: 国家自然科学基金(51702332); 中国科学院低温工程学重点实验室青年科技创新项目基金(CRYOQN201705, CRYOQN201507)

作者简介: 张冠男, 男, 1992 年生, 硕士, 中国科学院理化技术研究所, 北京 100190, 电话: 010-82543695, E-mail: zhangguannan16@mails.ucas.ac.cn



其中, Al 和 Fe_2O_3 组成的铝热剂用来制备 Al_2O_3 和 Fe; ZrO_2 和 Y_2O_3 用以制备 ZTA 相, Ti 和 C 用于制备 TiC 相。由此制备的 ZTA-TiC-Fe 金属陶瓷的相组成为(体积分数, 下同): ZTA(60%)、Fe(20%)、TiC(20%)。

首先将 200 g 原料装入研磨罐, 在滚动球磨机上干磨 30 min, 之后放入干燥箱 120 °C 干燥 6 h。在 10 MPa 的单轴压力下, 将每 50 g 反应物原料冷压成直径为 40 mm 的坯体。将所有坯体放进内径为 40 mm 的石英管内。之后将石英管和粉体坯体一同放入到内径为 50 mm 的石墨模具内, 石英管与石墨磨具之间填入石英砂。最后将石墨磨具置入超重力设备反应室中(图 1)。反应室抽真空至 100 Pa 以下, 调整转子转速产生 1200 g 的超重力场。通过钨线圈通电放热引发燃烧反应。反应结束, 样品冷却后从反应室中取出。

合成的样品用线切割机加工, 后经粗磨、细磨和抛光后制成 4 mm×4 mm×25 mm 的标准待测试样。

材料热膨胀性能通常采用线膨胀系数来表征。线膨胀系数的计算公式如下:

$$\alpha = \frac{L_i - L_0}{L_0(T_i - T_0)} = \frac{\Delta L}{\Delta T L_0} \quad (4)$$

式中: α 为线性热膨胀系数, 单位 K^{-1} ; L_0 为 T_0 温度时的试样长度; L_i 为 T_i 温度时的试样长度。

ZTA-TiC-Fe 的热膨胀性能采用德国林塞斯热分析仪器公司生产的 TMAPT1000 型热机械分析仪进行测试。试样加工尺寸为 4 mm×4 mm×25 mm, 取样方向为: 长度和宽度方向垂直于超重力方向, 厚度方向则沿超重力方向。通入 Ar 气(无氧环境)或空气(有氧环境), 升温速率均为 5 °C/min, 测试温度区间: RT~900 °C。

热处理的试样均进行超声波清洗, 除去试样表面的杂质。经过干燥之后用数字天平称重(精度: 0.0001 g)。试样的热处理氛围为有氧和无氧两种。氧化氛围热处理的试样直接放入高温电阻炉中加热, 试样两端用氧化铝块支撑, 以保证试样各表面与空气充分接触且不被污染; 无氧氛围热处理的试样封入充满氩气的玻璃管中, 通过高温电阻炉加热。高温电阻炉均以 5 °C/s 的升温速率升温至 900 °C, 保温 6 h, 之后自然冷却至室温, 然后开始下一轮热处理。热处理过程循环 5 次, 试样的累计热处理时间为 30 h。热处理结束后, 用 X 射线衍射法确定试样表面层的物相成分, 之后将 ZTA-TiC-Fe 放入盐酸溶液中进行酸腐蚀, 除掉金属和金属氧化物, 进而观察 ZTA 陶瓷骨架的形貌。

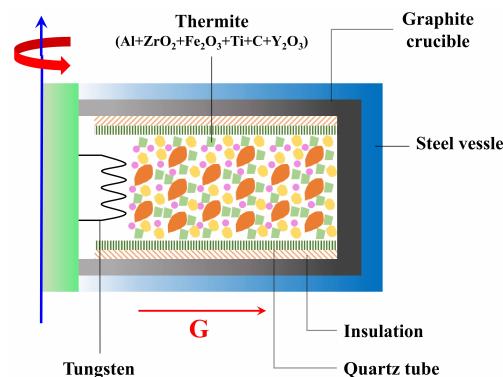


图 1 超重力场辅助燃烧合成反应腔示意图

Fig.1 Schematic diagram of reaction chamber for combustion assisted synthesis in high gravity field

用扫描电子显微镜(SEM, S4800, 日立, 日本)对显微组织进行分析。X 射线衍射(XRD; Brukk, 德国)被用来鉴定样品的相组成。变温 X 射线衍射用来测试在升温过程中试样的物相变化。

2 实验结果

2.1 ZTA-TiC-Fe 金属陶瓷的物相结构

图 2a 为 ZTA-TiC-Fe 金属陶瓷复合材料的 XRD 图谱。可以看出, 材料由 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 、t-ZrO₂、TiC、 $\alpha\text{-Fe}$ 4 种物相组成。图 2b 为 ZTA-TiC-Fe 金属陶瓷复合材料的宏观形貌及微观剖面图。从中可看出, 所制备金属陶瓷样品经抛光处理后呈现明亮的金属光泽, 且微观结构致密; 其中 Al_2O_3 与 t-ZrO₂ 交错生长, 形成交织片层状共晶 ZTA 陶瓷相, 而 TiC 则包裹 Fe 镶嵌于 ZTA 陶瓷骨架中。其中, 部分 Al_2O_3 (深色)以单个形式存在。

图 3 为 ZTA-TiC-Fe 金属陶瓷复合材料从室温升至 900 °C 过程中的物相变化。可以发现, 升温过程中共发生 2 种相变: 一种为 Fe 的奥氏体相变($\text{bcc} \rightarrow \text{fcc}$), 体积收缩 8.11%。另外一种相变为 ZrO₂ 由单斜相转变为四方相($\text{m-ZrO}_2 \rightarrow \text{t-ZrO}_2$)。在 700~800 °C, 四方相的氧化锆峰强明显增强, 单斜相的氧化锆峰强减弱, 表明在 700 °C 至 800 °C 温度区间, 单斜相的氧化锆向四方相氧化锆转变, 伴随 7% 的体积收缩。

2.2 ZTA-TiC-Fe 金属陶瓷的热膨胀性能(无氧)

图 4a 为 ZTA-TiC-Fe 试样经过 900 °C 无氧热循环处理 5 次后的宏观及微观形貌。从宏观照片发现, 试样表面变暗淡, 不再有金属光泽; 试样微观结构基本完好, 但在 Fe 与 ZTA 交界处以及 Al_2O_3 与 ZrO₂ 的 ZTA

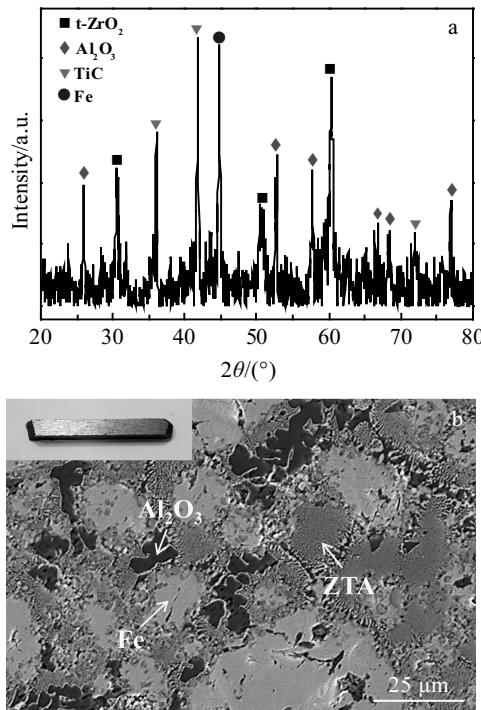


图 2 ZTA-TiC-Fe 金属陶瓷样品的 X 射线衍射图谱和宏/微观形貌特征

Fig.2 X-ray diffraction pattern (a) and macro (inset)/micro characteristics (b) of ZTA-TiC-Fe cermet sample

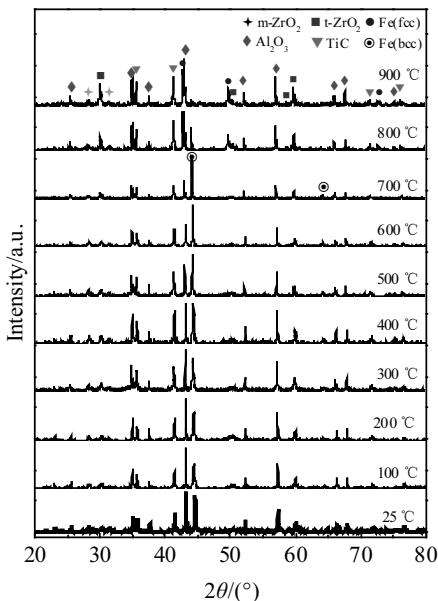


图 3 ZTA-TiC-Fe 金属陶瓷复合材料的热膨胀过程中的物相变化

Fig.3 Phase change of ZTA-TiC-Fe during thermal expansion

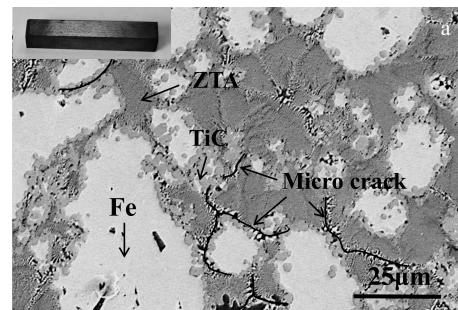


图 4 无氧热处理样品的宏/微观表面形貌及物相组成

Fig.4 Macro (inset)/micro morphologies (a) and XRD pattern (b) of the samples after heat treatment (anaerobic)

共晶陶瓷骨架内部出现了明显的裂纹。XRD 表征发现，试样中部分 ZrO_2 由单斜相转变为四方相 ($\text{m-ZrO}_2 \rightarrow \text{t-ZrO}_2$)，其他相组成没有变化（图 4b）。

图 5 为试样的线膨胀率随温度变化的特征热膨胀曲线（无氧环境）。从图 5a 中可以发现，线膨胀曲线斜率随温度不同而变化，升温曲线与降温曲线相交形成闭合平行四边形。根据线性热膨胀系数（表 1）可将线膨胀曲线大致分为 5 个变化区域。升温阶段可分为 A 和 B 2 个区间，其中 A 区域的温度区间从室温至 800 °C，试样在此区间的线膨胀系数约为 $3.1 \times 10^{-6}/\text{°C}$ ；B 温度区间（800~900 °C）内，线膨胀系数降低至 $2.9 \times 10^{-6}/\text{°C}$ ， $\Delta L/L$ 增长趋势变缓；降温阶段，试样线膨胀特征可分为 C、D、E 3 个区间。C 区间（在 900~650 °C），线膨胀系数为 $-3.1 \times 10^{-6}/\text{°C}$ ，与 A 区间线膨胀曲线斜率保持一致。D 区间（650~500 °C）内，线膨胀曲线斜率与 B 区间平行。E 区间 $\Delta L/L$ 随温度下降逐渐增大。降温结束产生约 0.05% 的轴向不可逆热膨胀。

图 5b 为连续循环测试 5 次的线膨胀率 ($\Delta L/L$) 与温度关系曲线图。可以发现，随着加热次数的增加，升降温曲线的闭合交点温度由 550 °C 升高至 750 °C。5 次热循环产生约 0.25% 的不可逆热膨胀。

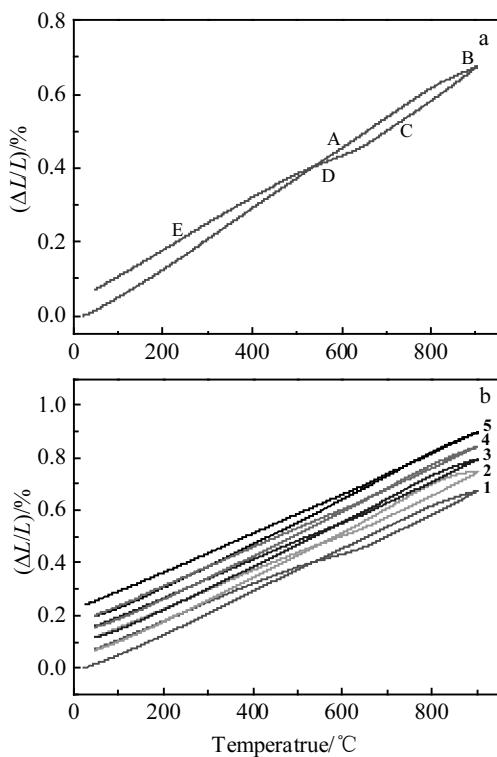


图 5 ZTA-TiC-Fe 金属陶瓷复合材料的线膨胀率与温度的关系曲线（无氧）

Fig.5 Relationship between linear expansion and temperature of ZTA-TiC-Fe (anaerobic): (a) the first and (b) five cycles

表 1 不同温度区间的热膨胀系数

Table 1 Thermal expansion coefficients in different temperature ranges

Zone	Temperatures/°C	Thermal expansion coefficient/ $\times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$
A	20~800	3.1
B	800~900	2.9
C	900~650	-3.1
D	650~500	-2.9
E	500~20	-3.03~(-6.01)

2.3 ZTA-TiC-Fe 金属陶瓷的热膨胀性能（有氧）

ZTA-TiC-Fe 试样经过 900 °C 氧化处理 5 次后的表面出现砖红色鳞片状产物，试样棱角处开裂（图 6a）。

ZTA-TiC-Fe 金属陶瓷复合材料的相组成并不复杂（图 2a），其中可以发生氧化反应的组分只有 Fe 和 TiC。但 TiC 的氧化温度在 1000 °C 左右高于 Fe 的氧化温度（600°C）。因此当温度低于 1000 °C 时，主要是 Fe 发生氧化反应： $4\text{Fe}+3\text{O}_2=2\text{Fe}_2\text{O}_3$ 。氧化后的试样表面相组成分析发现（图 6b），表面氧化产物除了 Fe_2O_3 ，还含有 TiO_2 。证明当温度到达 900 °C 时，TiC 也会发

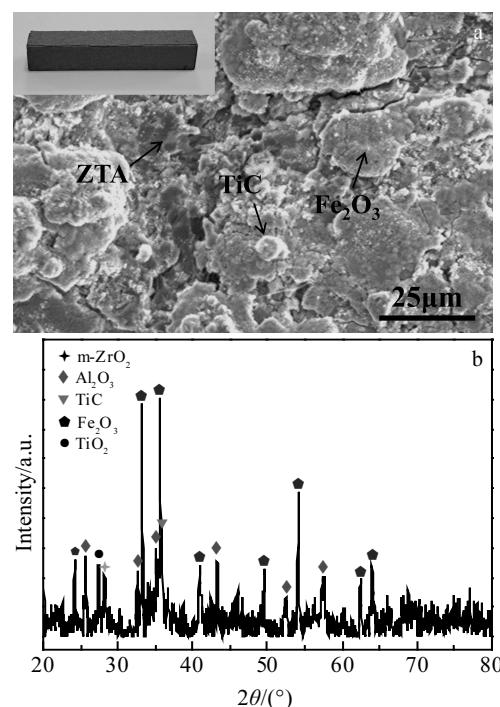


图 6 氧化处理后样品的宏/微观表面形貌及物相组成

Fig.6 Macro (inset)/micro morphologies (a) and XRD pattern (b) of the samples after oxidation treatment

生少部分氧化： $2\text{TiC}+3\text{O}_2=2\text{TiO}_2+2\text{CO}$ 。 Fe_2O_3 与 TiO_2 强度低、脆性大。 Fe 、 TiC 的氧化会破坏材料的微观结构，导致材料力学性能降低。

图 7 为 ZTA-TiC-Fe 试样在空气中的线膨胀率随温度变化的特征热膨胀曲线。高温有氧环境中， Fe 相与 TiC 被氧化时，试样的线膨胀特征与无氧环境中材料的线膨胀特征有明显区别。有氧环境中试样的线膨胀曲线在升温与降温过程中没有相交。有氧环境中金属陶瓷的受热产生的轴向不可逆热膨胀远大于无氧环境，达到 0.85%。

3 ZTA-TiC-Fe 的结构失效机理

众所周知，热膨胀是固体材料受热后晶格非线性振动加剧而引起的体积膨胀，其在低温下与 T^3 近似成正比^[19]。复合材料因内部各组成相结构之间相互耦合而产生新的热学性能，但其特征热学性能也会受各组成成分本征热学性质的影响^[20,21]。ZTA-TiC-Fe 复合材料线膨胀系数变化不仅取决于 ZTA 陶瓷骨架基体、TiC 界面层、金属 Fe 相的膨胀特性，而且还与复合材料的结构、内部热应力等有关。

无氧环境中 ZTA-TiC-Fe 的失效机理：升温过程中，ZTA-TiC-Fe 金属陶瓷热膨胀主要受 ZTA 陶瓷结

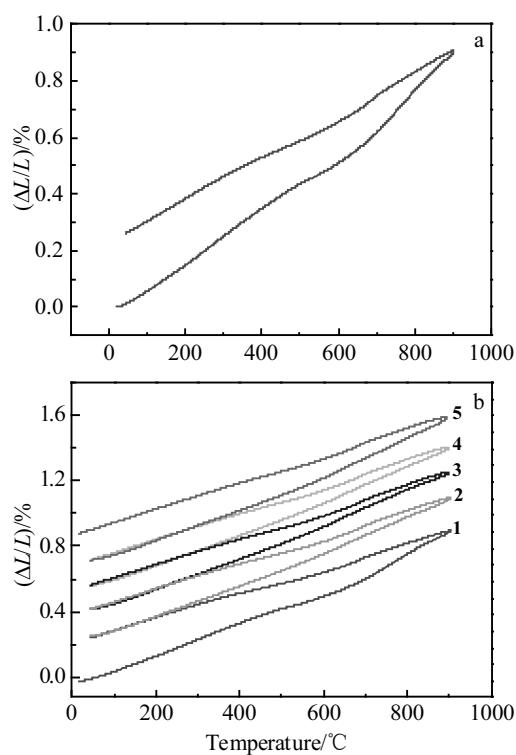


图 7 有氧环境中, ZTA-TiC-Fe 金属陶瓷复合材料的线膨胀率与温度的关系曲线

Fig.7 Relationship between linear thermal expansion rate and temperature of ZTA-TiC-Fe cermet composites in aerobic environment: (a) the first and (b) five cycles

构骨架影响, ZTA 为 Al_2O_3 与 ZrO_2 构成的纤维状共晶陶瓷相, 热膨胀系数较小。20%金属 Fe 镶嵌在 ZTA 陶瓷骨架内, 虽然金属 Fe 的热膨胀系数大于 ZTA, 约为 $16 \times 10^{-6}/\text{°C}$, 但是由于金属 Fe 的热膨胀受陶瓷骨架的制约, Fe 相在热膨胀过程中处于被压缩状态, 而 ZTA 陶瓷骨架本身也受到压应力。当温度升高到 800 °C 时, $\Delta L/L$ 开始下降: 金属 Fe 相发生奥氏体相变, 由体心立方 (bcc) 向面心立方 (fcc) 结构转变, 体积收缩 8.11%。由于体积收缩, ZTA 陶瓷骨架受到的压应力突然减小, 部分结构出现断裂塌陷 (图 8a), 这使得材料的线膨胀率下降; 这一过程中也伴随有内应力的释放产生一些细小的微裂纹 (图 8b)。温度由 900 °C 降至 650 °C, 此阶段以 ZTA 陶瓷骨架的收缩为主。此阶段金属 Fe 相的收缩率大于陶瓷骨架, 陶瓷骨架受到 Fe 相向外的压应力迅速减小, 直到温度降低至 650 °C。温度降低至 650 °C, Fe 相受陶瓷骨架的压应力开始增大, 由于塌陷和微裂纹的产生使得 ZTA 陶瓷骨架的结构强度被减弱, 因此陶瓷骨架对 Fe 相的限制作用被削弱, 这导致原来塌陷的地方首先被抬起,

$|\Delta L/L|$ 开始减小。之后降温曲线与升温曲线相交, 形成一个闭合的平行四边形, 即试样又恢复到原来的长度。温度继续降低, Fe 相受陶瓷骨架的压应力继续增大, ZTA 陶瓷骨架的微裂纹继续扩大, 产生约 0.05% 的不可逆膨胀量。随着循环热膨胀次数增多, 陶瓷骨架结构被破坏得越来越严重, 结构强度随之降低, 直至完全破坏。

此外, 循环加热过程中, 由于各组分相热膨胀系数不同, 导致材料内部产生大量裂纹, 这也是导致材料强度下降的重要原因。

但在有氧环境中, 温度超过 550 °C, 金属陶瓷中的金属 Fe 相会急剧氧化为 Fe_2O_3 。通过对氧化前后试样的 ZTA 陶瓷骨架形貌特征可以发现: 氧化前的试样 ZTA 陶瓷骨架表面平整 (图 9a), 结构紧密。氧化后的 ZTA 陶瓷骨架 (图 9b), Fe 的氧化对 ZTA 陶瓷骨架产生了严重破坏。Fe 氧化后, ZTA 陶瓷骨架的孔洞体积明显增大, 且孔洞数量明显增加。氧化后的 ZTA 陶瓷骨架变得不再平整且疏松多孔。

有氧环境中 ZTA-TiC-Fe 的失效机理为: 升温过程中, 试样表面 Fe 首先与空气中的氧分子接触并氧化为 Fe_2O_3 , 体积膨胀约为原来的 8 倍, Fe_2O_3 从内部溢出,

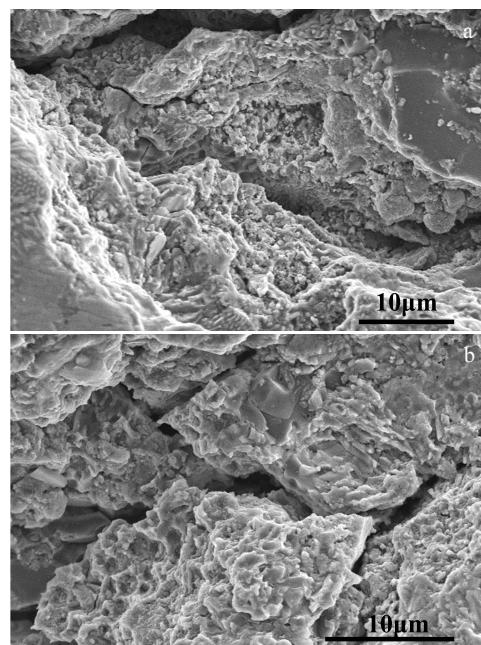


图 8 无氧条件下热处理的 ZTA-TiC-Fe 金属陶瓷复合材料微观界面特征

Fig.8 Micro-interface characteristics of ZTA-TiC-Fe cermet composites after anaerobic heat treatment: (a) fracture and collapse and (b) micro crack

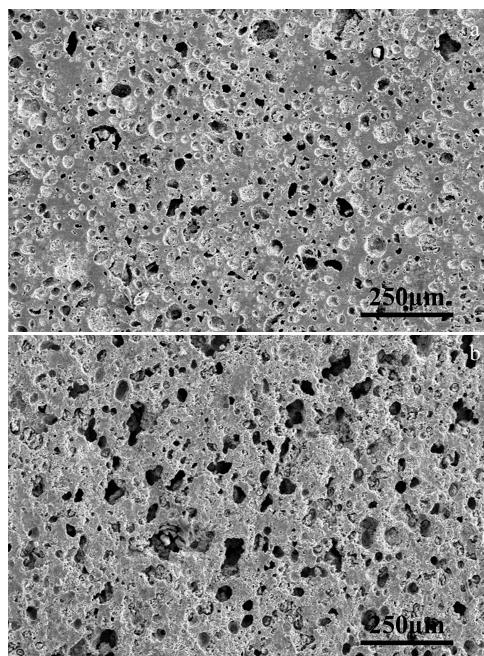


图9 氧化前后陶瓷骨架形貌变化

Fig.9 Change in the morphology of ceramic skeleton before (a) and after (b) oxidation

形成鳞片状产物覆盖于试样表面, Fe_2O_3 结构疏松, 无法起到隔绝氧气的保护作用。伴随 Fe 的氧化膨胀, ZTA 陶瓷骨架发生严重的破坏, 进而 O_2 从试样表面渗入, 造成内部 Fe 继续被氧化。随着加热时间的延长, 氧化深度逐渐加深, 表现出层层剥落的失效机制。

4 结 论

1) 无氧条件下, ZTA-TiC-Fe 金属陶瓷的内应力释放过程非常缓慢。升降温循环一次, 产生约 0.05% 的不可逆膨胀。

2) 有氧条件下, 温度在 550 °C 以下 Fe 的氧化作用缓慢, 其膨胀特性接近无氧环境, 材料结构强度降低不明显, 使用较为可靠; 当温度超过 550 °C 时, Fe 的氧化加剧, 体积剧烈膨胀, 造成试样整体结构的破坏, 开始层层剥落, 使用可靠性降低。

参考文献 References

- [1] Wahi R P, Iischner B. *Journal of Materials Science*[J], 1980, 15(4): 875
- [2] Pelleg J. *Mechanical Properties of Ceramics*[M], Berlin:

Springer, 2014: 502

- [3] Niihara K. *Journal of Ceramic Society Japan*[J], 1991, 99(10): 974
- [4] Liu B Q, Wang C C, Sun A L. *Advanced Materials Research*[J], 2011, 295-297: 949
- [5] Wang J, Stevens R. *Journal of Materials Science*[J], 1989, 24: 3421
- [6] Zhu L, Luo L M, Li J et al. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*[J], 2012, 34: 61
- [7] Deng J, Yang X F, Wang J H. *Materials Science and Engineering A*[J], 2006, 424(1-2): 347
- [8] Sharifitabar M, Khala J V, Sabzevar M H. *International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials*[J], 2016, 23(2): 193
- [9] Zhang R, Feng K Q, Meng J H et al. *Rare Metal Materials and Engineering*[J], 2015, 44(7): 1633
- [10] Gutierrez-Gonzalez C F, Suarez M, Pozhidaev S et al. *Journal of the European Ceramic Society*[J], 2016, 36(8): 2149
- [11] Liew K M, Kai M F, Zhang L W. *Composites: Part A*[J], 2016, 91: 301
- [12] Lia R X, Liawb P K, Zhang Y et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2017, 707: 668
- [13] Liu G, Li J, Chen K et al. *Materials & Design*[J], 2015, 87: 6
- [14] Liu G, Li J, Yang Z et al. *Scripta Mater*[J], 2013, 69(8): 642
- [15] Xu Y, Yang Z, Zhao H et al. *Ceramics International*[J], 2014, 40(1): 1037
- [16] Zhao P, Guo S B, Liu G H et al. *Journal of Nuclear Materials*[J], 2014, 445(1): 26
- [17] Zhao Hongwei(赵宏伟). *Thesis for Doctorate*(博士论文)[D]. Beijing: China University of Geosciences, 2017: 91
- [18] El-Wardany T I, Mohammed E, Elbestawi M A. *International Journal of Machine Tools & Manufacture*[J], 1996, 36(5): 611
- [19] Zhang Xinghong(张幸红), Qu Wei(曲伟), Zhang Xuezong(张学忠). *Powder Metallurgy Technology*(粉末冶金技术)[J], 2000, 18(4): 243
- [20] Wang H L, Cao M. *Computational Materials Science*[J], 2017, 138: 77
- [21] Song Meihui(宋美慧), Wu Gaohui(武高辉), Wang Ning(王宁) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2009, 38(6): 1043

High Temperature Stability of ZTA-TiC-Fe Cermets Synthesized by High Gravity Combustion

Zhang Guannan^{1,2}, Yang Xiao¹, Li Jiangtao¹, Guo Shibin¹, He Gang¹, Yang Shengchao¹

(1. Key Laboratory of Cryogenics, Technical Institute of Physics and Chemistry, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100190, China)

(2. University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China)

Abstract: ZTA-TiC-Fe cermet composites were prepared by high gravity combustion synthesis technology. X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM) and variable temperature X-ray diffraction were used to study the phase composition, microstructure and microstructure evolution of the cermet during heating and cooling process. The results show that ZTA-TiC-Fe cermet can be fabricated directly by high gravity combustion synthesis melting-casting method. The ZTA eutectic ceramics formed by t-ZrO₂ and Al₂O₃ present a three-dimensional network structure, and TiC-coated Fe are filled in the three-dimensional ZTA ceramic skeleton. The inefficacy mechanism of ZTA-TiC-Fe is as follows: the phase transformation of Fe and ZrO₂ occurs at about 750 °C; the volume changing due to phase transformation of Fe and ZrO₂ during heating and cooling and the internal stress release caused by the different thermal expansion coefficients of each component lead to the thermal expansion of the ZTA-TiC-Fe cermet. In the aerobic environment, the oxidation rate of Fe phase in the surface layer increases when the temperature exceeds 550 °C, forming porous red-brown Fe₂O₃. The oxidation of Fe phase produces a volume expansion of about 8 times, resulting in the irreversible rupture of three-dimensional ceramic skeleton.

Key words: high gravity combustion synthesis; cermet; thermal expansion; high temperature stability

Corresponding author: Zhang Guannan, Master, Technical Institute of Physics and Chemistry, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100190, P. R. China, Tel: 0086-10-82543695, E-mail: zhangguannan16@mails.ucas.ac.cn