文章编号：1674－2869(2026)01－0070－05

多孔氮化硅/碳化硅复合陶瓷的制备及其性能表征

易梦环，孙文岳，孟　鹏，胡　朴，黄志良，陈常连*
武汉工程大学材料科学与工程学院，湖北 武汉 430205

摘　要：采用干压成型和氮气气氛保护的方式，在中频感应炉中进行高温烧结制备了一系列氮化硅(Si_3N_4)/碳化硅(SiC)复合陶瓷，研究了烧结温度对复合陶瓷结构、力学性能和物相组成的影响。样品的物相与显微结构分别采用X射线衍射、扫描电子显微镜进行表征，样品的体积密度和抗弯强度则通过阿基米德排水法和三点弯曲法测量。结果表明：样品仅在烧结温度为1 850 ℃时呈现较强的β-Si_3N_4衍射峰，样品主物相为β-Si_3N_4和6H-SiC，断面晶粒为等轴状晶粒，晶粒间烧结颈增大，晶粒与晶粒结合良好，样品的体积密度达到1.65 g/cm³，抗弯强度最高为22.99 MPa，综合性能较优。研究表明，样品体积密度和抗弯强度的变化与β-Si_3N_4相的形成有关，烧结温度低，不利于Si_3N_4的有效烧结收缩和强度提升，而过高的烧结温度则会导致Si_3N_4大量分解消失，使复合陶瓷的体积密度和力学性能急剧下降。

关键词：复合陶瓷；无压烧结；氮化硅；碳化硅
中图分类号：TB332　　**文献标识码**：A　　**DOI**：10.19843/j.cnki.CN42-1779/TQ.202512003

Preparation of porous silicon nitride/silicon carbide composite ceramics and its performance characterization

YI Menghuan，*SUN Wenyue*，*MENG Peng*，*HU Pu*，*HUANG Zhiliang*，*CHEN Changlian**
School of Materials Science and Engineering，Wuhan Institute of Technology，Wuhan 430205，China

Abstract：A series of silicon nitride(Si_3N_4)/silicon carbide (SiC) composite ceramics were prepared via high-temperature sintering in an intermediate-frequency induction furnace，using dry pressing molding under a nitrogen atmosphere. Effects of sintering temperature on microstructure，mechanical properties，and phase composition of the composites were systematically investigated. The phases and microstructure of the samples were characterized by X-ray diffraction (XRD) and scanning electron microscopy (SEM)，respectively. The bulk density and flexural strength were measured using the Archimedes method and three-point bending test，respectively. Results showed that a strong diffraction peak of β-Si_3N_4 appeared only in the sample sintered at 1 850 ℃，where the main phases were β-Si_3N_4 and 6H-SiC；the fracture surface exhibited equiaxed grains with well-developed sintering necks and good intergran bonding；and the sample achieved a bulk density of 1.65 g/cm³ and a maximum flexural strength of 22.99 MPa，indicating superior overall performance. This study indicates that variations in bulk density and flexural strength are closely related to the formation of the β-Si_3N_4 phases；and a sintering temperature that is too low hinders effective densification and strength development of Si_3N_4，while an excessively high temperature leads to substantial decomposition of Si_3N_4，resulting in a sharp deterioration in both density and mechanical properties of the composite.

Keywords：composite ceramics；pressureless sintering；silicon nitride；silicon carbide

收稿日期：2025-12-08
基金项目：湖北省技术创新专项重大项目(2024BCB075)
作者简介：易梦环，硕士研究生。Email：3309350395@qq.com
***通信作者**：陈常连，博士，教授。Email：cnsdqdccl@hotmail.com
引文格式：易梦环，孙文岳，孟鹏，等. 多孔氮化硅/碳化硅复合陶瓷的制备及其性能表征[J]. 武汉工程大学学报，2026，48(1)：70－74.

随着航空航天、高端装备制造、新能源等领域的飞速发展，对结构材料在极端工况（如高温、高压、强腐蚀、高磨损）下的性能提出了近乎苛刻的要求[1]。非氧化物陶瓷因具有高熔点、高硬度、抗氧化以及优异的耐磨性与耐腐蚀性等特性[2-3]，具有良好的应用前景。其中，氮化硅（silicon nitride，Si_3N_4）和碳化硅（silicon carbide，SiC）是两种常见的非氧化物结构陶瓷。Si_3N_4以其优异的断裂韧性、良好的抗热震性能以及较高的强度为显著特征[4-6]，然而当温度超过1 200 ℃后，其高温强度会因玻璃晶界相的软化而显著减弱。SiC具有优异的高温强度、良好的抗氧化性及热导率[7-9]，但其脆性高，断裂韧性偏低，对缺陷极为敏感。

为了突破单一材料的性能瓶颈，实现优势互补，制备Si_3N_4/SiC复合陶瓷已成为高性能陶瓷研究领域的重要方向。现有研究表明，Si_3N_4/SiC复合陶瓷能够通过SiC的高模量和高温稳定性强化基体，依靠细晶强化、裂纹偏转、桥联和钉扎等增韧机制[10]，提升复合材料的常温和高温力学性能，尤其是断裂韧性和抗蠕变性能[11-12]。多孔Si_3N_4/SiC复合陶瓷作为Si_3N_4/SiC复合陶瓷中的一个重要分支，同时兼具Si_3N_4的高韧性与SiC的高硬度、耐高温特性，其独特的多孔结构赋予材料轻质、透气、隔热等功能，在高温烟气过滤、工业炉体隔热保温、催化反应载体等领域展现出巨大的应用潜力[13-14]。特别是在陶瓷膜行业，非氧化物陶瓷膜尽管成本较高，但凭借远超氧化物陶瓷膜的高孔隙率、高水通量、耐腐蚀性、抗氧化性和高温力学性能，在化工分离等领域受到广泛的关注[15]。多孔陶瓷的核心性能由孔隙特征（孔隙率、孔径分布、孔隙类型）与本体性能协同决定，目标应用领域对材料提出了明确的性能指标：高温过滤场景要求孔隙率≥50%、透气率优良且抗弯强度≥15 MPa，隔热保温场景需满足耐温≥1 800 ℃、导热系数低的特性[16]。

近年来，围绕Si_3N_4/SiC复合陶瓷的研究取得了显著进展，主要集中在微观结构调控（如SiC纳米线、晶须、颗粒等多形态增强相的引入）、烧结新工艺的开发（如放电等离子烧结、热等静压等）以及性能优化机制等方面。解玉鹏等[17]通过热压烧结制备了Si_3N_4/SiC复合陶瓷，重点分析了烧结温度和压力参数对复合材料的力学性能和微观结构的影响。研究发现，在1 400 ℃、25 MPa的烧结条件下，该复合材料的抗弯强度最高（66.7 MPa），体积密度为2.2 g/cm^3。左城铭[18]在确定Si_3N_4常压烧结的最佳烧结条件后，进一步研究了添加纳米SiC的质量分数对复合陶瓷力学性能的影响，结果表明：在SiC的质量分数达到10%时，复合陶瓷的力学性能最佳；SiC质量分数低于10%时，其在晶粒间隙处钉扎晶粒，填充晶粒间隙，抑制其过分长大；SiC质量分数超过10%后，则会促使晶粒团聚，导致力学性能变差。Hu等[19]以Si和SiC为原料，以Y_2O_3为烧结助剂，以ZrO_2为氮化催化剂，制备了Si_3N_4/SiC多孔陶瓷。结果表明，添加ZrO_2质量分数5%的多孔Si_3N_4/SiC陶瓷可实现完全氮化且具备优良的力学性能。ZrO_2和ZrN的协同作用能抑制微区硅的熔化行为，从而有效促进氮化反应的充分进行。

现有的关于Si_3N_4/SiC复合陶瓷的研究多集中于致密复合陶瓷的制备和力学性能提升，对于低密度多孔复合陶瓷的研究资料较少。本文通过常压烧结的方式制备了低密度的多孔Si_3N_4/SiC复合陶瓷，研究了烧结温度对复合陶瓷物相组成、微观结构、体积密度、孔隙率以及力学性能的影响，为多孔复合陶瓷结构设计和力学性能增强提供了数据支撑。

1　实验部分

1.1　原料与仪器

原料与试剂：SiC粉（D_{50}=100.0 nm）、Si_3N_4粉（D_{50}=1.0 μm）、Y_2O_3（D_{50}=0.1 μm）、B_4C（D_{50}=0.5 μm）、无水乙醇。

实验仪器：分析天平、行星式球磨机、卧式石墨化炉。

1.2　Si_3N_4/SiC复合陶瓷样品的制备

称量SiC粉7 g、Si_3N_4粉3 g，Y_2O_3和B_4C各0.2 g作为烧结助剂后装入球磨罐，加入30 mL无水乙醇，以玛瑙球为研磨介质，在250 r/min的转速下球磨混合2 h。球磨好的混合浆料烘干后经研磨过180 μm孔径筛，然后干压成型制作30 mm×5 mm×5 mm的条形生坯。将生坯置于氮气气氛下烧结，烧结温度为1750、1 800、1 850、1 900 ℃，保温时间1 h，自然冷却后得到Si_3N_4/SiC复合陶瓷样品。

1.3　测试与表征

采用XRD-6100型X射线衍射（X-ray diffraction，XRD）仪表征样品的物相，X射线波长为0.154 18 nm，工作电压为40 kV，工作电流为40 mA，扫描速度为6 (°)/min，扫描范围为20°~80°；采用阿基米德排水法测量样品的体积密度和

孔隙率；使用日本日立SU3500扫描电子显微镜（scanning electron microscope，SEM）对断面微观结构进行观察；用三点弯曲法测量样品的抗弯强度。

2 结果与讨论

2.1 烧结温度对样品物相的影响

不同烧结温度下Si_3N_4/SiC复合陶瓷样品的XRD图如图1所示。在1 750 ℃和1 800 ℃下烧结的样品的XRD衍射峰与6H-SiC一致，未检测出Si_3N_4的衍射峰。此时烧结温度较低，未达到SiC烧结通常需要的温度（>2 000 ℃），但由于SiC粉的粒径为100 nm，具有较高的表面能，在B_4C的作用下获得了足够的烧结驱动力，晶粒出现生长行为，粒径增大。1 750 ℃和1 800 ℃烧结温度较低，Y_2O_3作为烧结助剂的促进作用不明显，因此粒径较大的Si_3N_4粉大部分直接分解，无法有效烧结，在XRD图谱中观察不到衍射峰。当温度升高至1 850 ℃时，XRD图谱中出现β-Si_3N_4的特征衍射峰，这是由于温度升高过程中，Y_2O_3形成的玻璃相包覆于Si_3N_4颗粒表面，既实现了对Si_3N_4的保护作用，又推动了复合陶瓷的烧结致密化和晶型转变过程[17]，Si_3N_4开始烧结并发生了晶型转变，因此有少量β-Si_3N_4相。而在1 900 ℃时，烧结温度过高导致Si_3N_4大量分解，β-Si_3N_4的衍射峰减弱。

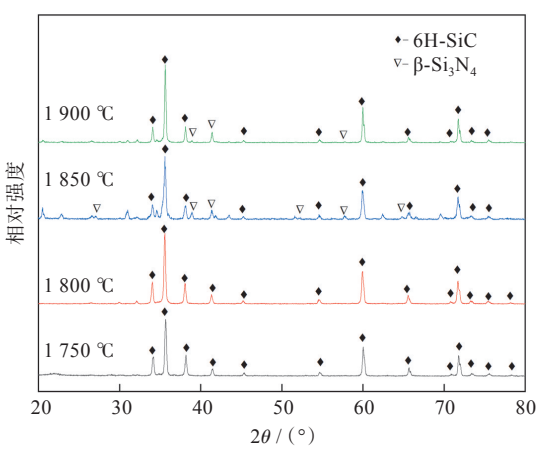

图1 不同烧结温度下的Si_3N_4/SiC复合陶瓷的XRD图

Fig. 1 XRD patterns of Si_3N_4/SiC composite ceramics at different sintering temperatures

2.2 烧结温度对样品体积密度和孔隙率的影响

复合陶瓷的体积密度和孔隙率随烧结温度的变化如图2所示。可知在1 750 ℃和1 800 ℃下烧结的样品体积密度变化较小，此时Si_3N_4/SiC复合陶瓷样品因未能实现有效烧结，故无法产生致密化收缩。烧结温度升高至1 850 ℃时，样品体积密度明显增加，达到1.65 g/cm³。结合XRD图谱可知，Si_3N_4在1 850 ℃开始烧结并发生了晶型转变，Si_3N_4在氮气气氛下能够促进气相传质，使样品收缩并提升体积密度，在此过程中Si_3N_4转变为β相。烧结温度升高至1 900 ℃时，温度过高导致Si_3N_4大量分解，样品失重过多导致孔隙率增加，样品的体积密度大幅下降，这一变化与XRD图相符。

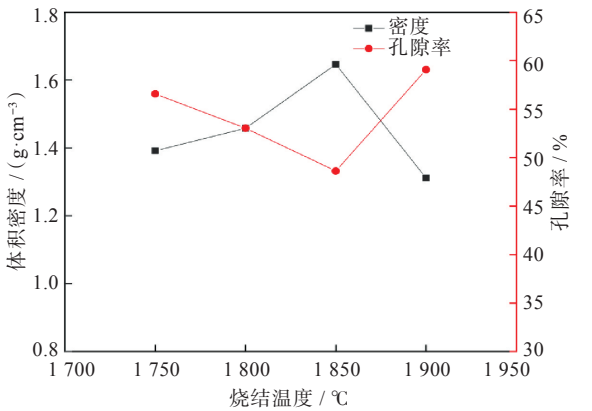

图2 不同烧结温度下Si_3N_4/SiC复合陶瓷的体积密度与孔隙率

Fig. 2 Bulk density and porosity of Si_3N_4/SiC composite ceramics at different sintering temperatures

2.3 烧结温度对样品微观结构的影响

不同烧结温度下的样品断面的微观形貌如图3所示。图3(a,b)是1 750 ℃和1 800 ℃下烧结的样品断面SEM图，可以观察到2个样品的晶粒边缘光滑，呈圆形或椭圆形，粒径普遍小于1 μm，晶粒间存在大量孔隙，晶粒连接不紧密。烧结温度提升至1 850 ℃时，图3(c)中断面晶粒为等轴状晶粒，晶粒间烧结颈增大，晶粒与晶粒结合良好，孔隙减少，这说明β-Si_3N_4开始形成并与SiC紧密结合，此时仍然有大量亚微米晶粒存在。当烧结

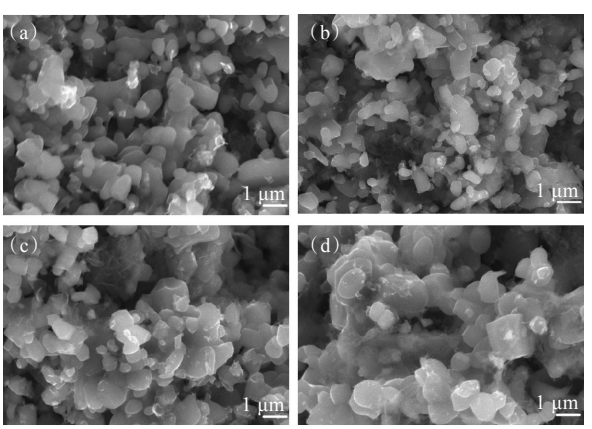

图3 不同烧结温度下Si_3N_4/SiC复合陶瓷的断面SEM图：(a) 1 750 ℃，(b) 1 800 ℃，(c) 1 850 ℃，(d) 1 900 ℃

Fig. 3 SEM images of the cross-section of Si_3N_4/SiC composite ceramics at different sintering temperatures: (a) 1 750 ℃, (b) 1 800 ℃, (c) 1 850 ℃, (d) 1 900 ℃

温度达到 1 900 ℃时晶粒粒径明显增加，小于 1 μm 的晶粒明显减少，粒径较小的等轴晶粒消失，出现了极少量大尺寸的六棱柱状 β-Si_3N_4 晶粒。

为了进一步探究 Si_3N_4/SiC 复合陶瓷粒径在不同烧结温度下的变化情况，对不同烧结温度下的样品进行粒径分布及平均粒径测算，结果如图 4 所示。烧结温度为 1 750 ℃时，可以观察到复合陶瓷的粒径集中分布在 0.4~0.6 μm 区间内，此时的粒径普遍较小，平均粒径为 0.52 μm。烧结温度为 1 800 ℃时，粒径主要分布在 0.6~1.2 μm 区间内，大粒径的陶瓷晶粒数量增多，平均粒径增大至 0.99 μm。烧结温度上升到 1 850 ℃时，粒径主要集中在 0.5~1.0 μm 区间内，平均粒径为 0.78 μm，粒径分布集中且均匀。烧结温度到达 1 900 ℃时，粒径集中分布在 0.5~1.5 μm 之间，平均粒径增大至 1.12 μm，出现了一些较大的晶粒。

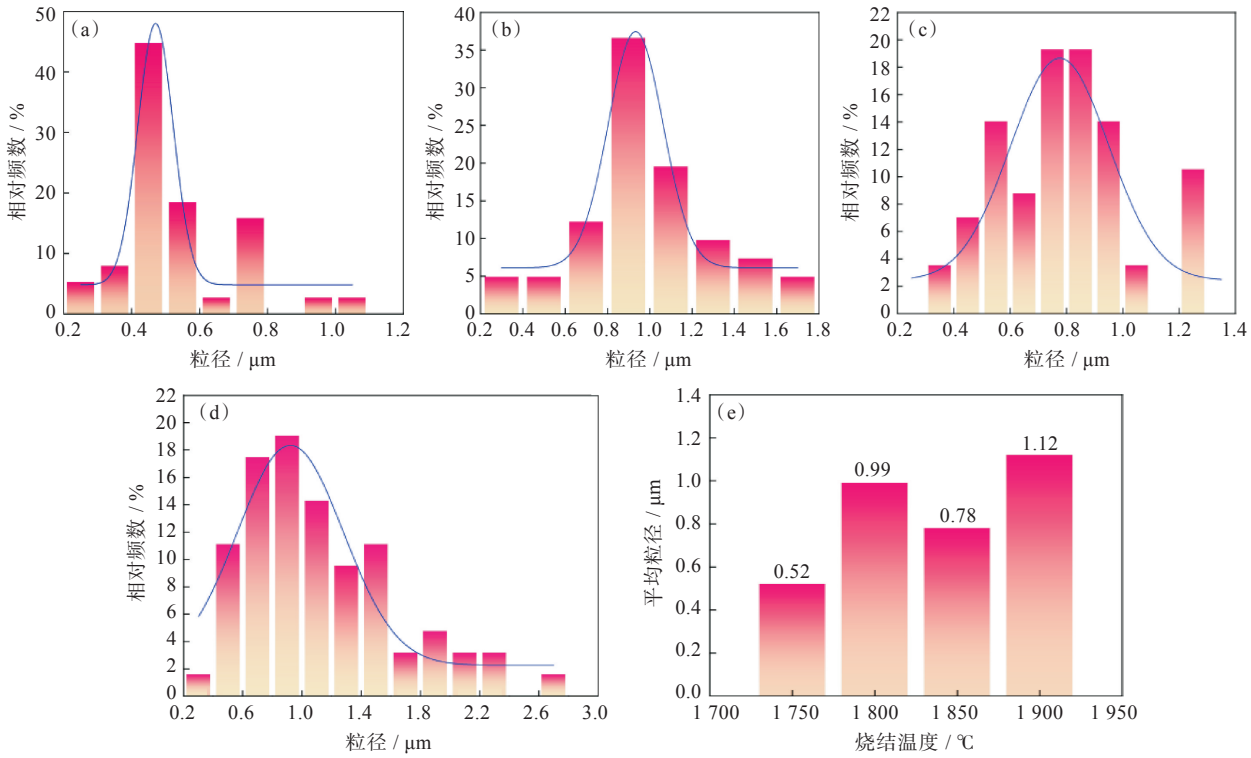

图 4　不同烧结温度下的 Si_3N_4/SiC 复合陶瓷的粒径分布和平均粒径：(a) 1 750 ℃，(b) 1 800 ℃，(c) 1 850 ℃，(d) 1 900 ℃，(e) **平均粒径**

Fig. 4　Particle size distribution and average particle size of the composite ceramics at different sintering temperatures: (a) 1 750 ℃, (b) 1 800 ℃, (c) 1 850 ℃, (d) 1 900 ℃, (e) average particle size

2.4　烧结温度对样品抗弯强度的影响

不同温度下烧结的样品抗弯强度变化如图 5 所示。复合陶瓷的抗弯强度在 1 750 ℃和 1 800 ℃时变化不明显，因为此时样品未能有效烧结，孔隙率和烧结颈面积没有明显变化。烧结温度提升至 1 850 ℃时抗弯强度明显提升，达到 22.99 MPa。这一变化与孔隙率的降低（对应密度提升、烧结颈面积增大）直接相关，同时 β-Si_3N_4 与 SiC 晶粒形成的交织结构也对力学性能起到了协同支撑作用。烧结温度进一步提升至 1 900 ℃时，样品抗弯强度出现明显下降。值得注意的是，虽然 1 900 ℃时烧结的样品密度最低，但抗弯强度却高于 1 750 ℃和 1 800 ℃下烧结的样品，这说明烧结温度为 1 900 ℃时，虽有大量 β-Si_3N_4 因高温分解导致密度下降，但残留的 β-Si_3N_4 晶粒仍能提供一定的骨架支撑，部分抵消了孔隙率升高带来的性能损失。该结果也表明，β-Si_3N_4 的微观结构会对材料力学

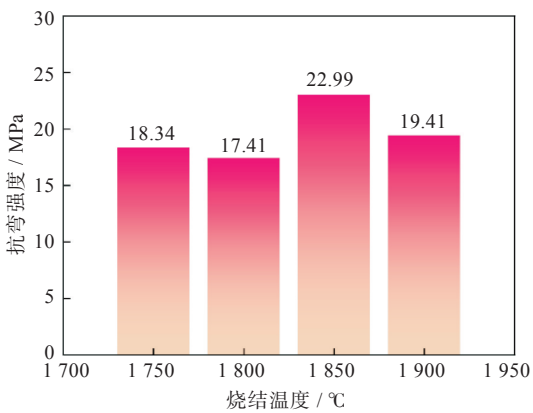

图 5　不同烧结温度下的 Si_3N_4/SiC 复合陶瓷的抗弯强度变化

Fig. 5　Variation of the flexural strength of Si_3N_4/SiC composite ceramics at different sintering temperatures

性能产生调控作用，而孔隙率始终是影响多孔陶瓷力学性能的核心因素。

3 结 论

采用常压烧结在不同温度下制备了Si_3N_4/SiC复合陶瓷，Y_2O_3对Si_3N_4烧结收缩和晶型转变的促进作用需要较高的温度，低温时Si_3N_4的烧结驱动力不足，无法发生晶型转变，导致Si_3N_4直接发生分解。1 850 ℃下烧结的样品具有最低的孔隙率和最高的抗弯强度，该温度能够促进Si_3N_4转变为β-Si_3N_4，为烧结过程提供足够的驱动力，促进骨架致密化，同时β-Si_3N_4的交织结构对力学性能起到了协同增强作用。继续升高烧结温度会导致Si_3N_4分解，使样品密度下降、孔隙率升高，进而造成抗弯强度回落。但此时残留的β-Si_3N_4仍能提供一定的骨架支撑，因此其抗弯强度仍高于低温未充分烧结的样品。

参考文献

[1] 李筱暄，付前刚，文子豪，等. 极端环境用超高温陶瓷结构材料研究进展[J]. 无机材料学报，2025，40(10)：1045-1078.

[2] 曾渊，刘江昊，梁峰，等. 石墨烯增强增韧非氧化物陶瓷的研究进展[J]. 耐火材料，2019，53(1)：76-80.

[3] POSEY N D，PRUYN T L，DELCAMP J H，et al. Polycarbosilane-grafted silicon carbide nanoparticles as a high-yielding non-oxide ceramic precursor [J]. Ceramics International，2024，50(18)：32624-32634.

[4] NAKASHIMA Y，ZHOU Y，HIRAO K，et al. Effects of sintering temperature and holding time on sintering behavior，mechanical properties and thermal conductivity of silicon nitride ceramics [J]. Ceramics International，2025，51(18)：26757-26763.

[5] QIN X W，LI S，ZHAO L，et al. Silicon nitride ceramics consolidated by oscillatory pressure sintering [J]. Ceramics International，2020，46(9)：14235-14240.

[6] WANG H H，LIU X Y，CHEN M，et al. Sintering densification behavior of silicon nitride (Si_3N_4) ceramics：a molecular dynamics study [J]. Ceramics International，2025，51(28)：59759-59769.

[7] SI H Y，ZHU T B，LIANG X，et al. Mechanical and tribological properties of SiC ceramics fabricated by oscillatory pressure sintering with Y_2O_3 and Al_2O_3 aids [J]. Ceramics International，2025，51(28)：58121-58131.

[8] SHINOHARA N，KITAYAMA M. Development of high strength SiC ceramics reinforced by beta Si_3N_4 rod-like crystals [J]. Materials Science Forum，2025，1150：103-112.

[9] IBN SHAMSAH M S. Thermal conductivity modeling for liquid-phase-sintered silicon carbide ceramics using machine learning computational methods [J]. Crystals，2025，15(2)：197.

[10] 席俊杰，王利秋. 原位反应热压烧结SiC/$MoSi_2$复合材料的力学性能研究[J]. 材料导报，2009，23(16)：58-61，65.

[11] 周诗聪，陈常连，梁欣，等. 不同粒径碳化硅粉体的复合烧结与表征[J]. 武汉工程大学学报，2020，42(3)：298-301.

[12] 许远超，郑翰，万龙刚，等. 氮化硅结合碳化硅耐火材料的耐磨性及锋利性研究[J]. 耐火材料，2022，56(2)：154-157.

[13] ROY S. Properties and advanced applications of porous ceramic composites [J]. Open Ceramics，2025，21：100714.

[14] 朱田丽，王科秀. 多孔陶瓷的制备技术、结构调控及应用研究进展[J]. 山东陶瓷，2025，48(5)：58-65.

[15] 张贺贺，郎剑涛，马航，等. 膜技术在萃余酸梯级利用中的应用研究[J]. 武汉工程大学学报，2025，47(5)：502-507，515.

[16] 朱俊. 漫谈多孔陶瓷材料及其过滤技术[J]. 现代技术陶瓷，2011，32(3)：30-36.

[17] 解玉鹏，周新龙. 热压制备SiC/Si_3N_4陶瓷复合材料的力学性能研究[J]. 吉林化工学院学报，2024，41(1)：26-31.

[18] 左城铭. 氮化硅陶瓷基纳米复合材料的制备工艺及性能研究[D]. 成都：西华大学，2021.

[19] HU H L，ZENG Y P，XIA Y F，et al. Rapid fabrication of porous Si_3N_4/SiC ceramics via nitridation of silicon powder with ZrO_2 as catalyst [J]. Ceramics International，2014，40(5)：7579-7582.

本文编辑：苗 变