

Al-18Si-5Ti 合金中 TiAlSi 金属间化合物的形成

高通, 刘相法

(山东大学 材料液固结构演变与加工教育部重点实验室, 济南 250061)

摘要: 目的 选取 Al-18Si-5Ti 合金为研究对象, 研究 TiAlSi 金属间化合物成分、结构和形貌的形成规律。

方法 通过调整制备工艺 (如熔体反应法、液固反应法), 改变制备温度和原料 (Ti 源), 可得到板片状或块状的 $\text{Ti}_7\text{Al}_5\text{Si}_{12}$ 或 $\text{Ti}(\text{Al}_{1-x}\text{Si}_x)_3$ 相。**结果** 使用海绵 Ti 为原料时, 高的熔炼温度倾向于合成板片状 $\text{Ti}_7\text{Al}_5\text{Si}_{12}$, 而低温则易于形成块状 $\text{Ti}_7\text{Al}_5\text{Si}_{12}$; 当使用 K_2TiF_6 、Al-10Ti 中间合金或以 Al 粉、Si 粉及 Ti 粉为原料时, 可通过熔体反应或液固扩散反应合成块状的 $\text{Ti}_7\text{Al}_5\text{Si}_{12}$ 或 $\text{Ti}(\text{Al}_{1-x}\text{Si}_x)_3$ 相。**结论** 通过对熔体参数调整, 可实现 Al-Si 系合金中 TiAlSi 相的设计。

关键词: TiAlSi 金属间化合物; 熔体参数; Ti 源; 相变

DOI: 10.3969/j.issn.1674-6457.2017.05.007

中图分类号: TG146.2⁺¹ **文献标识码:** A **文章编号:** 1674-6457(2017)05-0050-07

Forming of TiAlSi Intermetallics in Al-18Si-5Ti Alloys

GAO Tong, LIU Xiang-fa

(Key Laboratory for Liquid-Solid Structural Evolution & Processing of Materials, Ministry of Education, Shandong University, Jinan 250061, China)

ABSTRACT: Al-18Si-5Ti alloys were selected to research the develop rules on compositions, structures and morphologies of TiAlSi intermetallics. By changing preparation technology (such as reaction in melt and liquid-solid reaction) and melting temperature & raw materials (Ti source), flake-like and block-like $\text{Ti}_7\text{Al}_5\text{Si}_{12}$ or $\text{Ti}(\text{Al}_{1-x}\text{Si}_x)_3$ phases could be obtained. When Ti sponge was taken as raw material, higher melting temperature preferred to form flake-like $\text{Ti}_7\text{Al}_5\text{Si}_{12}$ particles, while block-like morphological $\text{Ti}_7\text{Al}_5\text{Si}_{12}$ particles could be synthesized at lower temperature. By adding K_2TiF_6 salt or Al-10Ti master alloy into Al-Si melt, or using mixed Al, Si, and Ti powders as raw materials, block-like $\text{Ti}_7\text{Al}_5\text{Si}_{12}$ or $\text{Ti}(\text{Al}_{1-x}\text{Si}_x)_3$ could be achieved either through reactions in the melt or via diffusion procedures between liquid and solid phases. Adjustment of melting parameters could achieve design of TiAlSi phase of Al-Si alloy.

KEY WORDS: TiAlSi intermetallics; melting parameters; Ti source; evolution

Ti 是铝合金中常见的元素。自 20 世纪初, 工业生产就开始向 Al 熔体中添加 Ti 来细化晶粒^[1]。此外, Ti 也常作为合金化元素被添加到多种牌号的铝合金中, 如铝活塞材料 (Al-Si 合金) 中常含有一定量的 Ti 元素, 其可在合金中形成金属间化合物 (记作

TiAlSi), 使 Al-Si 系合金的组织发生复杂性变化。

当 Al 熔体中 Ti 加入量相对较大时, 会形成 TiAl_3 金属间化合物^[2]。 TiAl_3 相属正方晶系, 晶格参数 $a=0.385\text{ nm}$, $c=0.858\text{ nm}$, 依据 Al 合金的 Ti 含量、熔炼温度和冷却速度等工艺参数的不同, TiAl_3 相可表

收稿日期: 2017-08-24

基金项目: 国家自然科学基金 (51601106); 中国博士后科学基金 (2016M600536)

作者简介: 高通 (1988—), 男, 博士, 助理研究员, 主要研究方向为轻合金熔体处理与材料设计。

通讯作者: 刘相法 (1961—), 男, 博士, 教授, 主要研究方向为液态金属结构演变与熔体技术、晶种合金与超细化、耐热高强铝合金及其复合材料等。

现几种典型形态: 板状(plate-like)、片状(flake-like)、花瓣状(petal-like)和块状(block-like)。

当含 Ti 的 Al 合金中有 Si 元素存在时, 即在 Al-Si-Ti 系合金中, 所形成的金属间化合物结构、形态、组分较复杂, 正是由于此, 一些学者将该类化合物简单用 TiAlSi 来概述^[3]。Perrot 等人^[4]认为 Al-Si-Ti 合金中可形成 3 种相: ① $\text{Ti}(\text{AlSi})_3$, 其亦可认作是 Si 固溶于 TiAl_3 中, 该相中 Si 的原子分数不大于 15%; ② τ_1 相, 该相通常表示为 $\text{Ti}_7\text{Al}_5\text{Si}_{12}$, 其虽有明确的化学式, 但 Si 的原子分数可在 17% 到 24% 之间变化; ③ τ_2 相, 即 $\text{Ti}(\text{AlSi})_2$, 其亦可认作是 Al 固溶于 TiSi_2 中, Si 的原子分数在 38% 到 46% 间变化。

Liu 等人^[5]报道了 Al-Si-Ti 三元体系中的 2 种平衡相: 一种称为 τ_1 , 其中 Ti 和 Si 的原子分数分别为 33.4% 和 58.6%; 另一种称为 τ_2 , 其中 Ti 原子分数为 33%, 而 Si 原子分数则不固定, 可在 46%~59% 之间变化。Saheb 等人^[6]报道了 $\text{Ti}(\text{Al}_x\text{Si}_{1-x})_3$ 相, 认为其中 Si 原子分数可达 13.12%; 笔者在前期研究中, 也发现 $\text{Ti}(\text{Al}_x\text{Si}_{1-x})_3$ 相中 Si 的原子分数可高达 15.07%^[7], 且该相的显微硬度随相成分变化而变化。

Raman 等人^[8]计算了 Al-Si-Ti 合金相图, 发现了 $\text{Ti}_7\text{Al}_5\text{Si}_{12}$ 和 Ti_2AlSi_3 这 2 种三元相; Brukl 等人^[9]认为 Ti_2AlSi_3 属正交晶系, 并以 $\text{Ti}(\text{Al}_x\text{Si}_{1-x})_2$ 表示。Mondolfo^[10]却认为在 Al-Si-Ti 相图的富 Al 角, 不会形成三元相, $\text{Ti}_7\text{Al}_5\text{Si}_{12}$, TiAlSi_2 和 Ti_2AlSi_3 均是 Al 在 TiSi_2 相中的固溶体; Bulanov 等人^[11-12]通过分析平衡相图的液相线投影, 也认为在富 Al 角无三元相。此外, 关于 TiAlSi 三元相晶体形貌和在熔体中行为的研究亦可见诸文献, 比如, Chen 等人^[13-14]研究了 TiAlSi 组分、析出温度与合金成分的关系以及其对合金组织的影响; Fortier 等人^[15-16]认为 TiAlSi 几种典型的晶体形貌与 TiAl_3 相同。

综上可知, 目前对 Al-Si-Ti 体系中金属间化合物的组成、结构尚无定论, 且缺乏针对 TiAlSi 相在某具体体系中析出行为的系统研究。文中选取了 Al-18Si-5Ti 合金为研究对象, 通过改变熔体参数和 Ti 源, 制备了不同形态的 TiAlSi 相, 并对其成分、结构和形貌进行了表征, 对其形成规律进行了分析。

1 试验方法

文中所用原材料主要包括质量分数为 99.7% 的工业纯铝和 99.9% 的结晶硅, 99.8% 的海绵钛, 99.0% 的 KTiF_6 粉末, 99.9% 的 200 目 Al 粉、Si 粉与 Ti 粉, 工业纯铜、镁、镍等以及块状 C_2Cl_6 精炼剂。

熔炼过程采用中频感应炉, 按照合金比例将纯铝和结晶硅在石墨粘土坩埚中熔化至设定温度, 然后加入海绵钛或其他原料, 配成所需合金的成分, 保温后浇注到铁模成锭。真空烧结炉的熔炼过程为: 将预制

成形的合金坯体 (Al 粉、Si 粉、Ti 粉混合后压块) 放入真空炉中, 利用机械泵将炉体抽至适当真空状态, 以 $5\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ 速度升温至所需温度, 保温后随炉冷却至室温。

金相组织观察和图像采集利用 KH-2200 型高倍视频金相显微镜 (HSVM, High-Scope Video Microscope)。样品制备过程为: 从试验合金中截取一小块样品, 利用电木粉在镶嵌机上制成金相试样; 试样分别经多级金相 SiC 砂纸打磨平整无划痕, 采用 Cr_2O_3 悬浊液在嵌有丝绸的抛光机上粗抛, 再用 MgO 研磨膏进行打磨至合格的金相样品。为直接观察到金属间化合物的三维形貌, 对合金进行了颗粒萃取处理, 首先将小段的合金块体放到盛有体积分数为 10%~20% 的稀盐酸或稀硫酸的烧杯中, 待基体完全腐蚀后, 将烧杯底部颗粒在离心机中分离, 并用无水乙醇、去离子水反复清洗, 最后将得到的粉末烘干以备观察。

所用场发射扫描电镜 (FESEM, Field Emission Scanning Electron Microscope) 为日本日立公司生产的 Hitachi SU-70 型, 加速电压为 15 kV, 电镜配有高性能能谱仪 (EDS, Energy Dispersive Spectrometer); X 射线衍射分析 (XRD, X-ray Diffraction), 所用仪器为日本理学 Rigaku D/max-rB 型, 选用 Cu 的 $\text{K}\alpha$ 射线, 射线管工作电压为 40 kV, 工作电流为 100 mA。样品测试在真空环境下进行, 扫描速度为 $4\text{ }^\circ/\text{min}$, 步长为 $0.02^\circ (2\theta)$; 合金性能测试采用 CMT4204 微机电子万能试验机, 试验所采用的拉伸速率设定为 $2.0\text{ mm}/\text{min}$, 试样标距为 25.0 mm。

2 结果与讨论

利用海绵 Ti 作为原料, 分别在 $1200\text{ }^\circ\text{C}$ 和 $850\text{ }^\circ\text{C}$ 熔炼温度下制备了 Al-18Si-5Ti 合金, 其显微组织见图 1。可以看出, 除 Al 基体、初晶 Si 和共晶 Si 外, 合金中还形成了 TiAlSi 金属间化合物。当熔炼温度较高 ($1200\text{ }^\circ\text{C}$) 时, 所形成的 TiAlSi 呈板片状形态, 而当熔炼温度为 $850\text{ }^\circ\text{C}$ 时, 化合物为块状形貌。图 1c 和 1d 所示为 2 种形态 TiAlSi 的 EDS 结果, 其中的 Si 的原子分数分别为 59.78% 和 60.23%。对此 2 种合金进行 XRD 分析, 结果见图 2。根据衍射峰进行标定, 可知此 2 种 TiAlSi 相均为 $\text{Ti}_7\text{Al}_5\text{Si}_{12}$, 这也与 EDS 结果相对应。该相在一些文献中被称为 τ_1 相, 其属正交晶系, 空间群为 $\text{I}41/\text{amd}$; 晶格常数 $a=0.3576\text{ nm}$, $c=2.715\text{ nm}$ 。

当熔炼温度达到 $1200\text{ }^\circ\text{C}$ 时, 海绵 Ti 在 Al-Si 熔体中很快熔化和溶解, 在随后的凝固阶段, $\text{Ti}_7\text{Al}_5\text{Si}_{12}$ 通过式 (1) 的反应而生成。



式中: Tl 和 Si 表示溶质; $\text{Ti}_7\text{Al}_5\text{Si}_{12}(\text{s})$ 为固相;

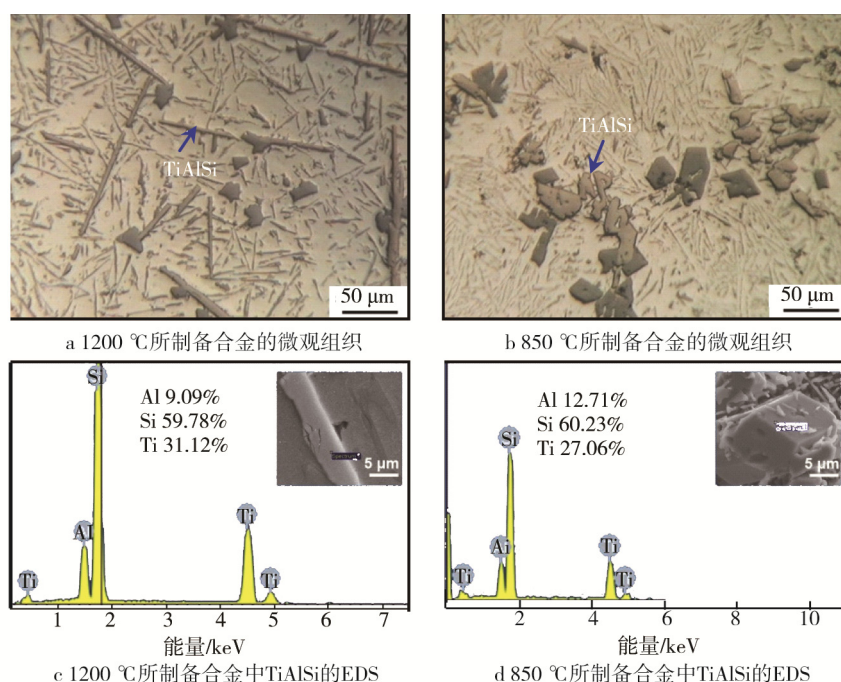


图1 以海绵 Ti 为原料在不同温度制备 Al-18-5Ti 合金的组织分析

Fig.1 Microstructures analysis of Al-18Si-5Ti alloys prepared with Ti sponge as raw material at different melting temperature

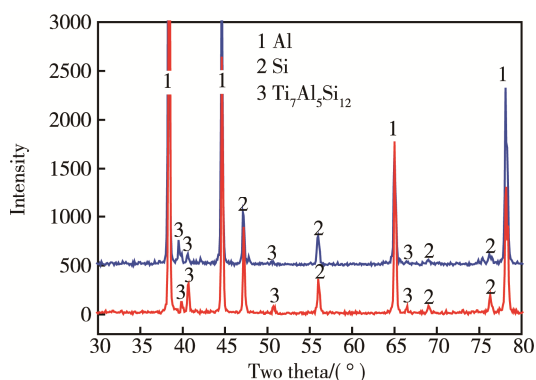


图2 以海绵 Ti 为原料在不同温度制备的 Al-18-5Ti 合金的 XRD

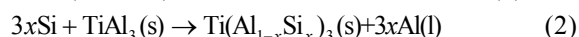
Fig.2 XRD of Al-18Si-5Ti alloys prepared with Ti sponge as raw material at different melting temperature

Al(l)代表熔体。当熔炼温度为 850 °C 时, $Ti_7Al_5Si_{12}$ 亦通过上述反应生成, 只是由于动力学因素的影响而最终形成块状, 因此, 从 TiAlSi 形貌调控的角度来讲, 以下工作都定位于在相对较低的温度制备合金。

改变 Ti 源, 以 Al-10Ti 中间合金为原料制备 Al-18Si-5Ti 合金, 熔炼温度选为 780 °C。该 Al-10Ti 和 Al-18Si-5Ti 合金的微观组织见图 3a 和 3b。可以看出, Al-10Ti 合金中的相为 $TiAl_3$, 表现为块状形貌, 与 Al-18Si-5Ti 合金中的 TiAlSi 化合物形貌相似 (见图 3b)。对该合金中的粒子进行提取分析, 其三维形态见图 3c 和 3d。可以发现, $TiAl_3$ 晶体表现为规则的多面体形貌, TiAlSi 粒子与之相似, 除了在多面体棱

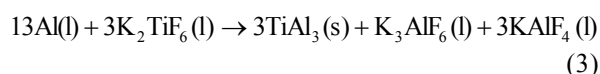
角处出现了一些新的晶面。对该合金及其粒子进行 EDS 和 XRD 分析 (见图 4), 发现所形成的 TiAlSi 粒子保持了 $TiAl_3$ 的晶体结构 (空间群: $I4/mmm$; 晶格常数 $a=0.3844$ nm, $c=0.8596$ nm), 而其中固溶了原子分数为高达 13.66% 的 Si 元素, 因此该 TiAlSi 相可表示为 $Ti(Al_{1-x}Si_x)_3$ (此处 x 约为 0.2)。

当 Al-10Ti 合金加入到 Al-Si 熔体中后, 由于熔炼温度相对较低, $TiAl_3$ 粒子很少溶解, 依然保持固相形态。熔体中溶解的 Si 原子向 $TiAl_3$ 扩散, 并最终形成了 $Ti(Al_{1-x}Si_x)_3$ 粒子。该反应的路径见式(2)。



式中: $\underline{Si}$ 表示溶质; $TiAl_3(s)$ 和 $Ti(Al_{1-x}Si_x)_3(s)$ 为固相粒子。

再次改变 Ti 源, 利用 K_2TiF_6 作为原料制备了 Al-18Si-5Ti 合金, 熔炼温度同样设定为 780 °C。该合金的微观组织见图 5, 其中的 TiAlSi 金属间化合物也呈现块状形态。根据图 5b 和 5c 所示的面扫描图谱和点成分分析, 可见该 TiAlSi 相为 $Ti_7Al_5Si_{12}$ 。已知在不含 Si 的 Al 熔体中, K_2TiF_6 会通过反应式(3)生成 $TiAl_3$ 粒子。



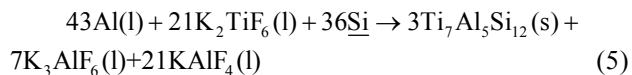
式中: $K_2TiF_6(l)$, $K_3AlF_6(l)$ 和 $KAlF_4(l)$ 代表熔化于 Al 熔体中的盐类化合物。当 Si 存在于 Al 熔体中时, 在上述的 Al-18-5Ti 合金中合成了 $Ti_7Al_5Si_{12}$ 而非 $TiAl_3$, 分析认为其可能是通过如下反应生成:

① 首先发生上述的反应(3), 熔体中形成固态

TiAl₃ 粒子, 然后 Si 通过下述反应(4)扩散进入 TiAl₃, 得到 Ti₇Al₅Si₁₂:



② 另一种可能的反应路径如下, 即通过 Al, Si 与 K₂TiF₆ 直接反应:



分析认为, 如果 Ti₇Al₅Si₁₂ 粒子是通过反应路径

①生成(即反应式(3)和(4)), 那么 Si 扩散进入 TiAl₃ 将会更容易生成 Ti(Al_{1-x}Si_x)₃ 而非 Ti₇Al₅Si₁₂。这是因为 Ti(Al_{1-x}Si_x)₃ 与 TiAl₃ 的晶体结构相同, 而 Ti₇Al₅Si₁₂ 与 TiAl₃ 不同, TiAl₃ 和 Ti₇Al₅Si₁₂ 的晶体结构见图 6。通过 TiAl₃ 合成 Ti₇Al₅Si₁₂ 伴随晶体结构的变化, 更难发生, 因此路径①的发生较困难。此外, 与纯 Al 熔体不同, 由于熔体中存在 Si, 该种复杂环境下, 更容易通过路径②(即反应式(5))而直接合成 Ti₇Al₅Si₁₂。

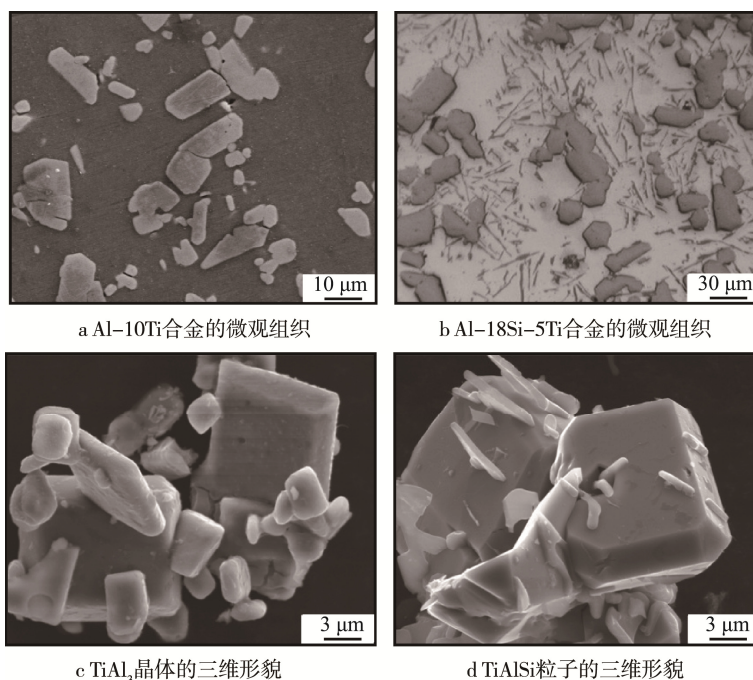


图3 Al-10Ti 中间合金及以其为原料制备 Al-18Si-5Ti 合金的微观组织分析
Fig.3 Microstructure analysis of Al-10Ti master alloy and Al-18Si-5Ti alloy

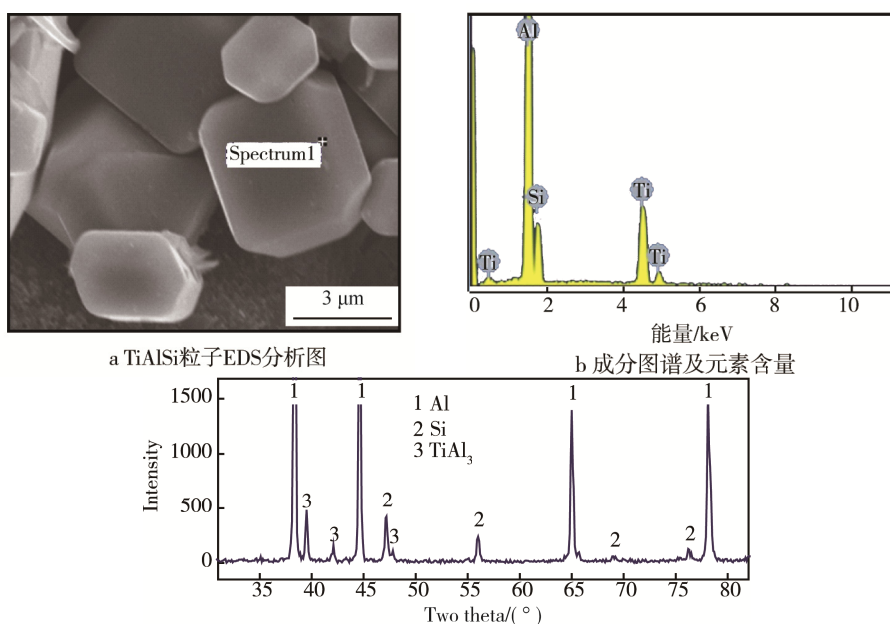


图4 以 Al-10Ti 为原料制备的 Al-18Si-5Ti 合金的 EDS 和 XRD 分析
Fig.4 EDS and XRD of the Al-18Si-5Ti alloy prepared with Al-10Ti as raw material

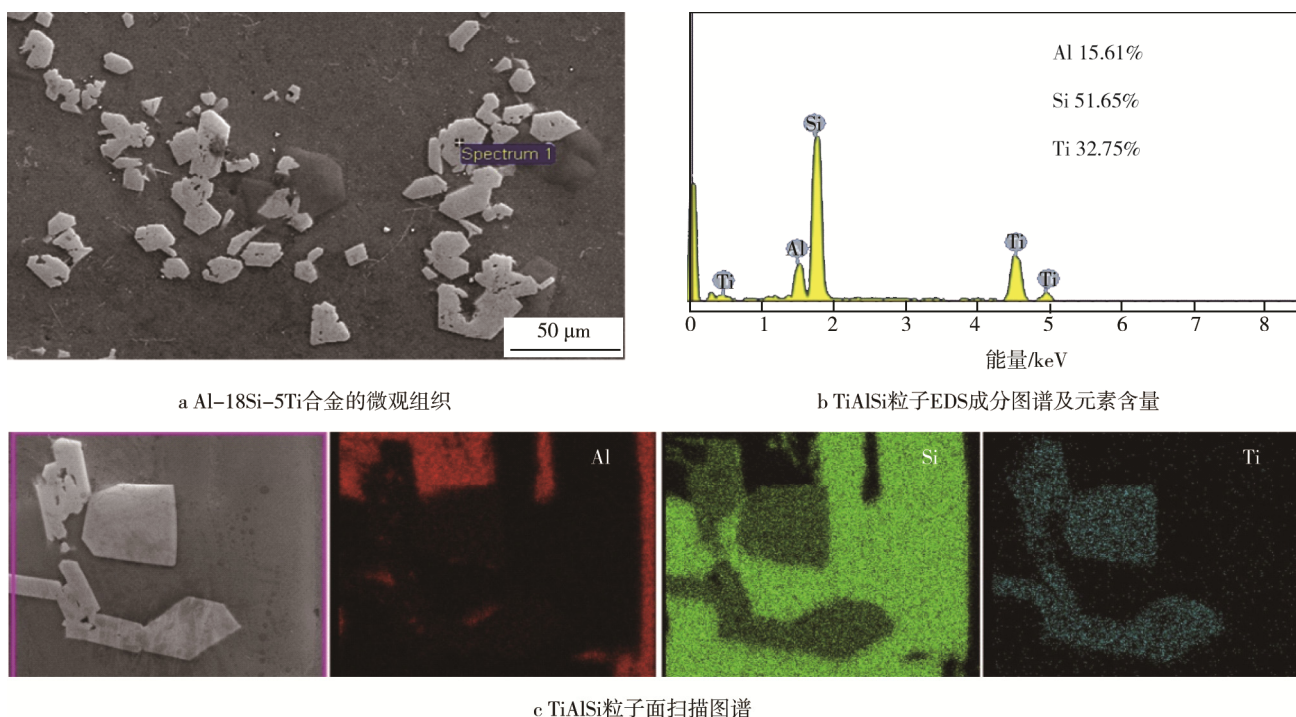


图5 以 K_2TiF_6 为原料制备的 Al-18Si-5Ti 合金的微观组织分析
Fig.5 Microstructures analysis of Al-18Si-5Ti alloy prepared with K_2TiF_6 as raw material

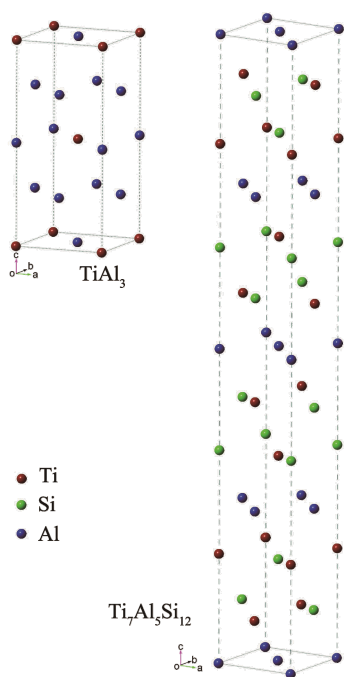


图6 $TiAl_3$ 和 $Ti_7Al_5Si_{12}$ 的晶体结构
Fig.6 Crystals structure of $TiAl_3$ and $Ti_7Al_5Si_{12}$

再次改变试验原料,利用 Al 粉、Si 粉和 Ti 粉按比例混合、压块,在真空烧结炉中于 $780\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时保温 30 min ,可制备 Al-18Si-5Ti 合金。所得合金的微观组织及 EDS 分析结果见图 7。可以看出,合金中形成

了大量二维截面呈规则多面体形貌的粒子,尺寸约为 $5\sim 20\text{ }\mu\text{m}$ 。根据图 7d 所示 EDS 结果中各元素的含量,可知其为 $Ti_7Al_5Si_{12}$ 相。

当熔体在 $780\text{ }^{\circ}\text{C}$ 保温时,Al 粉和 Si 粉已转化为合金熔体,而 Ti 颗粒只在与熔体接触的表层发生少量溶解。在 Ti 颗粒的表层,熔体中的 Al 原子和 Si 原子与少量溶解态的 Ti 发生反应,相比于溶解态的 Ti 浓度来说,熔体中 Si 浓度较高,导致了 $Ti_7Al_5Si_{12}$ 相的生成。反应(6)和(7)示意了反应的过程。



反应(6)是一个溶解平衡过程,反应(7)过程的发生,消耗了熔体中溶解态的 $Ti([Ti])$,使(6)不断地向右进行,最终所有的 Ti 颗粒均生成了 $Ti_7Al_5Si_{12}$ 粒子。

根据经典的晶体学理论,一个晶体的最终形态由其晶体结构与外部环境共同决定^[17]。晶体结构决定了平衡条件下晶体的取向,而外部环境会改变动力学因素,使得其晶体形态偏离平衡形貌。也就是说,每一种晶体都有其本征形态,而熔体温度、元素浓度、冷速等因素会导致形貌的变化,因此,对于文中的 TiAlSi,由于熔炼温度和原料(反应路径)的差异,最终的 $Ti(Al_{1-x}Si_x)_3$ 和 $Ti_7Al_5Si_{12}$ (包括板片状和块状)最终形态不同,这也为在 Al-Si 多元合金中 TiAlSi 相的调控提供了依据。

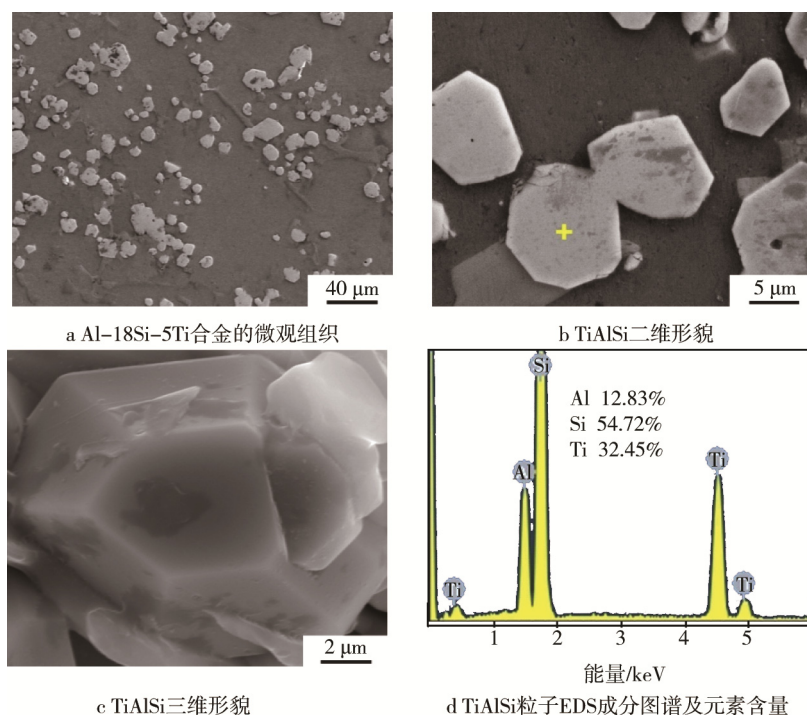


图7 以 Al, Si, Ti 粉为原料制备的 Al-18Si-5Ti 合金的微观组织分析

Fig.7 Microstructures analysis of Al-18Si-5Ti alloy prepared with Al, Si and Ti powders as raw material

3 结论

研究了原料、熔炼温度等参数对 Al-18Si-5Ti 合金中 TiAlSi 相结构、成分、形貌及形成过程的影响。以海绵 Ti 为原料时, 高的熔炼温度易导致板片状 $\text{Ti}_7\text{Al}_5\text{Si}_{12}$ 的生成, 反之则易生成块状相; 以氟盐 (K_2TiF_6) 或 Al-10Ti 合金为原料, 将更易得到块状 $\text{Ti}_7\text{Al}_5\text{Si}_{12}$ 和 $\text{Ti}(\text{Al}_{1-x}\text{Si}_x)_3$ 相。在液-固反应中, $\text{Ti}_7\text{Al}_5\text{Si}_{12}$ 金属间化合物的生成为渐进式扩散反应过程, Si 原子和 Al 原子扩散进入固相颗粒中, 且最终的化合物保留了原始固相粒子的形貌。

参考文献:

- [1] CROSSLEY F A, MONDOLFO L F. Mechanism of Grain Refinement in Aluminum Alloys[J]. J Metals, 1951, 191(12): 1143—1148.
- [2] LIU Xiang-fa, BIAN X F, YANG Y. The Formation Law of TiAl_3 Morphologies in AlTi5B Master Alloy[J]. Special Cast Nonferrous Alloys, 1997, 5: 4—6.
- [3] ZEREN M, KARAKULAK E. Microstructural Characterization of Al-Si-xTi Cast Alloys[J]. Materials Science and Technology, 2009, 25(10): 1211—1214.
- [4] PERROT P. A Comprehensive Compendium of Evaluated Constitutional Data and Phase Diagrams[M]. New York: VCH Publishers, 1990.
- [5] LIU S H, WEITZER F, SCHUSTER J C, et al. On the Reaction Scheme and Liquids Surface in the Ternary System Al-Si-Ti[J]. International Journal of Materials Research, 2008, 99: 705—711.
- [6] SAHEB N, LAOUI T, DAUD A, et al. Influence of Ti Addition on Wear Properties of Al-Si Eutectic Alloys[J]. Wear, 2001, 249: 656—662.
- [7] GAO T, LI P T, LI Y G, et al. Influence of Si and Ti contents on the Microstructure, Microhardness and Performance of TiAlSi Intermetallics in Al-Si-Ti Alloys[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2011, 509: 8013—8017.
- [8] RAMAN A, SCHUBERT K. On the Crystal Structure of Some Alloy Phases Related to TiAl_3 III Investigations in Several T-Ni-Al and T-Cu-Al Systems[J]. Zeitschrift für Metallkunde, 1965, 56: 99—104.
- [9] BRUKL C, NOWOTNY H, SCHOB O, et al. The Crystal Structure of TiSi , $\text{Ti}(\text{Al},\text{Si})_2$ and $\text{Mo}(\text{Al},\text{Si})_2$ [J]. Monatshefte für Chemie, 1961, 92(3): 781—788.
- [10] MONDOLFO L F. Aluminum Alloys: Structure and Properties[M]. London-Boston: Butter Worths & Co., Ltd., 1976.
- [11] BULANOVA M, TRETYACHENKO L, MELESEHEVICH K, et al. Influence of Tin on the Structure and Properties of As-cast Ti-rich Ti-Si Alloys[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2003, 350(1): 164—173.

- [12] BULANOVA M, TRETYACHENKO L, GOLOVKOVA M, et al. Phase Equilibria in the α -Ti-Al-Si Region of the Ti-Si-Al System[J]. Journal of Phase Equilibria and Diffusion, 2004, 25(3): 209—229.
- [13] DAUD A R, SAHEB N. Characterization of Phases and Lattice Parameter Measurement in the Al-rich Corner of the Al-Si-Ti System[J]. Japanese Journal of Applied Physics, 2002, 41: L405—L407.
- [14] CHEN X G. Feeding Blockage of Aluminum Horizontal Continuous Casting[J]. Materials Science Forum, 2006, 519/520/521: 1827—1834.
- [15] CHEN X G. An Uncommon Cast Defect-wormholes in Aluminum DC Casting[J]. Aluminum Alloys-Their Physical and Mechanical Properties, 2008: 484—490.
- [16] HABIBI H R, JAFARNIA A, CHEN X G, et al. AlTiSi Intermetallics in A356 Al-Si Foundry Alloy[J]. Light Metals, 2003: 163—170.
- [17] FORTIER M, CHEN X G. Monitoring of TiAlSi Particle Formation and Growth in Al-Si Alloys Using LiMCA[J]. Light Metals, 2004: 845—849.
- [18] LIU G H, CHEN K, ZHOU H, et al. Phase Transformation and Growth of rod-like α -sialon Particles during Combustion Synthesis[J]. Materials Letters, 2006, 60(9): 1276—1279.