

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.

C04B 35/14 (2006.01)

C04B 35/64 (2006.01)



[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200610070310.6

[43] 公开日 2007年5月16日

[11] 公开号 CN 1962537A

[22] 申请日 2006.11.15

[21] 申请号 200610070310.6

[71] 申请人 中材高新材料股份有限公司

地址 255086 山东省淄博市淄博高新技术产业  
业开发区裕民路 258 号

共同申请人 山东工业陶瓷研究设计院

[72] 发明人 宋涛 崔文亮 杨显锋 崔唐茵  
郝洪顺

[74] 专利代理机构 淄博科信专利商标代理有限公司  
代理人 马俊荣

权利要求书 1 页 说明书 6 页

[54] 发明名称

等静压成型制备石英陶瓷的方法

[57] 摘要

本发明涉及一种等静压成型制备石英陶瓷的方法，属于陶瓷技术领域，包括熔融石英配料、成型和烧成，其特征在于成型采用等静压成型。采用等静压成型，成型产品的坯体密度均匀，强度高，工艺流程简单，控制方便，适应性强，生产周期短，生产效率高，利于推广应用。

- 1、一种等静压成型制备石英陶瓷的方法，包括熔融石英配料、成型和烧成，其特征在于成型采用等静压成型。
- 2、根据权利要求1所述的等静压成型制备石英陶瓷的方法，其特征在于成型压力为20~300MPa。
- 3、根据权利要求1所述的等静压成型制备石英陶瓷的方法，其特征在于熔融石英颗粒粒径在150目筛到325目筛的质量是熔融石英总质量的0~60%。
- 4、根据权利要求3所述的等静压成型制备石英陶瓷的方法，其特征在于首先将熔融石英制成料浆，经喷雾造粒后再成型。
- 5、根据权利要求4所述的等静压成型制备石英陶瓷的方法，其特征在于将熔融石英以水为研磨分散介质在球磨机中，添加料浆总质量0.01~3%的铵盐类分散剂，经研磨制备陶瓷料浆。
- 6、根据权利要求5所述的等静压成型制备石英陶瓷的方法，其特征在于研磨过程中添加熔融石英0.01~15%的聚乙烯醇粘结剂。
- 7、根据权利要求6所述的等静压成型制备石英陶瓷的方法，其特征在于研磨过程中添加外加剂，加入量为熔融石英质量的0~50%。
- 8、根据权利要求7所述的等静压成型制备石英陶瓷的方法，其特征在于研磨过程中添加成孔剂或/和分子量为2000的聚乙二醇增塑剂，成孔剂的加入量为熔融石英质量的5~50%，增塑剂加入量为熔融石英质量的0.01~15%。
- 9、根据权利要求1-8任一权利要求所述的等静压成型制备石英陶瓷的方法，其特征在于将陶瓷料浆用喷雾干燥机造粒，控制工艺参数：进口温度250~300℃，出口温度110~150℃，制得含水率为0.2~2%的石英颗粒料，选取粒度为80~250目筛的颗粒料用于等静压成型。
- 10、根据权利要求9所述的等静压成型制备石英陶瓷的方法，其特征在于将石英颗粒料在10~80MPa的压力下干压成块，再破碎，取过30目筛的颗粒料用于等静压成型。

## 等静压成型制备石英陶瓷的方法

### 技术领域

本发明涉及一种改进的石英陶瓷的制备方法，属于陶瓷技术领域。

### 背景技术

近几年来，石英陶瓷以其优异的性能得到了广泛的应用，如有石英陶瓷天线罩和石英陶瓷闸板砖等成品。

目前，石英陶瓷制品的制备较普遍地采用石膏模型料浆浇注法，另外也有采用较为先进的注凝法成型法。石膏模型料浆浇注法成型出的产品表面形状粗糙，成型吃浆时间较长，坯体强度低，而且坯体密度不均匀；注凝法由于依赖有机单体低温聚合反应实现坯体净尺寸固化，影响聚合反应的因素较多，工艺控制产品一致性和均匀性较为复杂。

### 发明内容

本发明的目的在于提供一种等静压成型制备石英陶瓷的方法，成型产品的坯体密度均匀，强度高，工艺流程简单，控制方便，适应性强，生产周期短，生产效率高。

本发明所述的等静压成型制备石英陶瓷的方法，包括熔融石英配料、成型和烧成，其特征在于成型采用等静压成型。

成型压力控制为 20~300MPa 适宜。

等等静压成型成型的坯体密度均匀，强度高，可直接加工；成型的产品无需进行烘干可直接烧结，大大缩短产品生产周期，工艺流程简单，生产效率高，适应性好，能成型大尺寸或异型产品。

本发明制备方法中：

熔融石英颗粒粒径控制在 150 目筛到 325 目筛的质量是熔融石英总质量的 0~60%，激光粒度仪测试  $d_{90} < 60 \mu\text{m}$ 。

最好首先将熔融石英制成料浆，再经喷雾造粒后再成型。可以将熔融石英以水为分散介质在球磨机中（水的质量是熔融石英质量的 15~50%），添加料浆总质量 0.01~3%的铵盐类（包括柠檬酸铵、聚丙烯酸铵）研磨分散剂，经研磨制备陶瓷料浆，分散剂使料浆有更好的悬浮性。

在研磨过程中添加熔融石英 0.01~15%的聚乙烯醇粘结剂。因为熔融石英为脊性料，成型

性能差,添加聚乙烯醇粘结剂可以使石英料有好的可塑性,利于成型。

还可以在研磨过程中添加外加剂,包括氮化物、氧化物等,例如有氮化硅和氧化铬等,能使陶瓷的抗弯强度得到提高,加入量为熔融石英质量的0~50%。

在研磨过程中添加成孔剂或/和分子量为2000的聚乙二醇增塑剂,成孔剂的加入量为熔融石英质量的5~50%,增塑剂加入量为熔融石英质量的0.01~15%。成孔剂选用聚丙烯纤维、改性纤维素等,可以在烧结过程中产生气孔,制备多孔产品。增塑剂在粉料中起到塑化、润滑的作用。

将陶瓷料浆用喷雾干燥机造粒,控制工艺参数:进口温度250~300℃,出口温度110~150℃,制得含水率为0.2~2%的石英颗粒料,粒度为80~250目筛的颗粒料用于等静压成型。

或将熔融石英料浆烘干,在10~80MPa的压力下干压成块,再破碎,选过30目筛的颗粒料用于等静压成型。

成型后的半成品经常规方式烧成得产品,通常的烧成温度为1150~1350℃。

本发明制备方法石英陶瓷产品,经检测,性能指标:抗热稳定性次数1000℃水冷大于6次,热膨胀系数: $<1.0 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ ,抗弯强度大于10MPa,如用于制备陶瓷天线罩,其介电常数 $\epsilon$ :2.0~3.3(0~500℃),损耗角正切 $\text{tg } \delta$ : $\leq 1 \times 10^{-3}$ (0~500℃)。

本发明等静压成型制备石英陶瓷的方法,成型产品的坯体密度均匀,强度高,工艺流程简单,控制方便,适应性强,生产周期短,生产效率高,利于推广应用。

具体实施方式

下面结合实施例对本发明作进一步说明。

#### 实施例1

熔融石英100%,熔融石英颗粒粒径控制在150目筛到325目筛的质量是熔融石英总质量的40%,球磨机中分散介质水占熔融石英质量的45%,聚丙烯酸铵分散剂占料浆的2%,聚乙烯醇粘结剂占熔融石英质量的5%,制得的料浆喷雾造粒,进口温度280~290℃,出口温度130~140℃,制得含水率为1%的石英颗粒料,取粒度为80~250目筛的料装填模具,等静压成型,压力为150MPa,烧成温度为 $1250 \pm 5^{\circ}\text{C}$ 。制得的石英陶瓷体积密度为 $1.91 \text{ g/cm}^3$ ,显气孔率为12.74%,热膨胀系数为 $<1.0 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ ,抗弯强度为46.7MPa。

#### 实施例2

熔融石英100%,熔融石英颗粒粒径控制在150目筛到325目筛的质量是熔融石英总质量的55%,球磨机中分散介质水占熔融石英质量的35%,聚丙烯酸铵分散剂占料浆的2%,聚乙烯醇粘结剂占熔融石英质量的5%,加入的氮化硅的质量占熔融石英质量的0.5%,制得的料浆喷雾

造粒,进口温度 280~290℃,出口温度 125~135℃,制得含水率为 1.2%的石英颗粒料,取粒度为 80~250 目筛的料装填模具,等静压成型,压力为 150MPa,烧成温度为 1250±5℃。制得的石英陶瓷体积密度为 1.94g/cm<sup>3</sup>,显气孔率为 10.8%,热膨胀系数: <math>1.0 \times 10^{-6}</math>/℃,抗弯强度为 65.7 MPa,显示加入氮化硅可以增强石英陶瓷的强度。

#### 实施例 3

熔融石英 100%,熔融石英颗粒粒径控制在 150 目筛到 325 目筛的质量是熔融石英总质量的 30%,球磨机中分散介质水占熔融石英质量的 35%,聚丙烯酸铵分散剂占料浆的 2%,聚乙烯醇粘结剂占熔融石英质量的 5%,加入的氧化铬的质量占熔融石英质量的 0.5%,制得的料浆喷雾造粒,进口温度 280~290℃,出口温度 130~140℃,制得含水率为 1.1%的石英颗粒料,取粒度为 80~250 目筛的料装填模具,等静压成型,压力为 150 MPa,烧成温度为 1250±5℃。制得的石英陶瓷体积密度为 1.96g/cm<sup>3</sup>,显气孔率为 10.31%,热膨胀系数: <math>1.0 \times 10^{-6}</math>/℃,抗弯强度为 66.5MPa,显示加入氧化铬可以增强石英陶瓷的强度。

#### 实施例 4

熔融石英 100%,熔融石英颗粒粒径控制在 150 目筛到 325 目筛的质量是熔融石英总质量的 35%,球磨机中分散介质水占熔融石英质量的 25%,聚丙烯酸铵分散剂占料浆的 2%,聚乙烯醇粘结剂占熔融石英质量的 5%,加入的聚丙烯纤维成孔剂的质量占熔融石英质量的 20%,制得的料浆烘干后破碎,加压 10MPa 后破碎,取过 30 目筛的料装填模具,等静压成型,压力为 20MPa,烧成温度为 1250±5℃,制得的石英陶瓷体积密度为 1.25 g/cm<sup>3</sup>,气孔率为 43.8%,陶瓷的热膨胀系数: <math>1.0 \times 10^{-6}</math>/℃,抗弯强度为 15.6 MPa。

#### 实施例 5

熔融石英 100%,熔融石英颗粒粒径控制在 150 目筛到 325 目筛的质量是熔融石英总质量的 35%,球磨机中分散介质水占熔融石英质量的 25%,聚丙烯酸铵分散剂占料浆的 2%,聚乙烯醇粘结剂占熔融石英质量的 5%,分子量为 2000 的聚乙二醇增塑剂占熔融石英质量的 5%,制得的料浆烘干后破碎,加压 50MPa 后破碎,取过 30 目筛的料装填模具,等静压成型,压力为 150MPa,烧成温度为 1250±5℃。制得的石英陶瓷体积密度为 1.84 g/cm<sup>3</sup>,显气孔率为 15.21%,热膨胀系数为 <math>1.0 \times 10^{-6}</math>/℃,抗弯强度为 43.7MPa。

#### 实施例 6

熔融石英 100%,熔融石英颗粒粒径控制在 150 目筛到 325 目筛的质量是熔融石英总质量的 35%,球磨机中分散介质水占熔融石英质量的 45%,柠檬酸铵分散剂占料浆的 1.5%,聚乙烯醇粘结剂占熔融石英质量的 0.8%,制得的料浆喷雾造粒,进口温度 280~290℃,出口温度 130~

140℃, 制得含水率为 1.4% 的石英颗粒料, 取粒度为 80~250 目筛的料装填模具, 等静压成型, 压力为 200MPa, 烧成温度为  $1280 \pm 5^\circ\text{C}$ 。制得的石英陶瓷体积密度为  $1.96 \text{ g/cm}^3$ , 显气孔率为 10.34%, 热膨胀系数为  $<1.0 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ , 抗弯强度为 67.5MPa。

#### 实施例 7

熔融石英 100%, 熔融石英颗粒粒径控制在 150 目筛到 325 目筛的质量是熔融石英总质量的 48%, 球磨机中分散介质水占熔融石英质量的 18%, 聚丙烯酸铵分散剂占料浆的 2.5%, 聚乙烯醇粘结剂占熔融石英质量的 8%, 加入的氮化硅的质量占熔融石英质量的 5%, 制得的料浆烘干后破碎, 加压 60 MPa 后破碎, 选过 30 目筛的料装填模具, 等静压成型, 压力为 180 MPa, 烧成温度为  $1180 \pm 5^\circ\text{C}$ 。制得的石英陶瓷体积密度为  $1.63 \text{ g/cm}^3$ , 显气孔率为 25.51%, 热膨胀系数为  $<1.0 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ , 抗弯强度为 34.4MPa。

#### 实施例 8

熔融石英 100%, 熔融石英颗粒粒径控制在 150 目筛到 325 目筛的质量是熔融石英总质量的 15%, 球磨机中分散介质水占熔融石英质量的 28%, 聚丙烯酸铵分散剂占料浆的 2%, 聚乙烯醇粘结剂占熔融石英质量的 10%, 加入的氧化铬的质量占熔融石英质量的 3%, 制得的料浆烘干后破碎, 加压 70 MPa 后破碎, 取过 30 目筛的料装填模具, 等静压成型, 压力为 250 MPa, 烧成温度为  $1230 \pm 5^\circ\text{C}$ 。制得的石英陶瓷体积密度为  $1.54 \text{ g/cm}^3$ , 显气孔率为 29.15%, 热膨胀系数为  $<1.0 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ , 抗弯强度为 25.9MPa。

#### 实施例 9

熔融石英 100%, 熔融石英颗粒粒径控制在 150 目筛到 325 目筛的质量是熔融石英总质量的 30%, 球磨机中分散介质水占熔融石英质量的 25%, 聚丙烯酸铵分散剂占料浆的 1.5%, 聚乙烯醇粘结剂占熔融石英质量的 1%, 加入的改性纤维素成孔剂的质量占熔融石英质量的 30%, 制得的料浆烘干后破碎, 加压 20 MPa 后破碎, 取过 30 目筛的料装填模具, 等静压成型, 压力为 50MPa, 烧成温度为  $1320 \pm 5^\circ\text{C}$ 。制得的石英陶瓷体积密度为  $1.24 \text{ g/cm}^3$ , 显气孔率为 44.8%, 热膨胀系数为  $<1.0 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ , 抗弯强度为 14.6MPa。

#### 实施例 10

熔融石英 100%, 熔融石英颗粒粒径控制在 150 目筛到 325 目筛的质量是熔融石英总质量的 52%, 球磨机中分散介质水占熔融石英质量的 22%, 聚丙烯酸铵分散剂占料浆的 2%, 聚乙烯醇粘结剂占熔融石英质量的 6%, 分子量为 2000 的聚乙二醇增塑剂占熔融石英质量的 8%, 制得的料浆烘干后破碎, 加压 50MPa 后破碎, 取过 30 目筛的料装填模具, 等静压成型, 压力为

150MPa, 烧成温度为  $1250 \pm 5^\circ\text{C}$ 。制得的石英陶瓷体积密度为  $1.75 \text{ g/cm}^3$ , 显气孔率为 19.89%, 热膨胀系数为  $<1.0 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ , 抗弯强度为 37.2MPa。

#### 实施例 11

熔融石英 100%, 熔融石英颗粒粒径控制在 150 目筛到 325 目筛的质量是熔融石英总质量的 50%, 球磨机介质水占熔融石英质量的 30%, 柠檬酸铵分散剂占料浆的 1.6%, 聚乙烯醇粘结剂占熔融石英质量的 5%, 制得的料浆烘干后破碎, 加压 50MPa 后破碎, 取过 30 目筛的料装填模具, 等静压成型, 压力为 200MPa, 烧成温度为  $1290 \pm 5^\circ\text{C}$ 。制得的石英陶瓷体积密度为  $1.90 \text{ g/cm}^3$ , 显气孔率为 13.23%, 热膨胀系数为  $<1.0 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ , 抗弯强度为 45.9MPa。

#### 实施例 12

熔融石英 100%, 熔融石英颗粒粒径控制在 150 目筛到 325 目筛的质量是熔融石英总质量的 48%, 球磨机中分散介质水占熔融石英质量的 25%, 柠檬酸铵分散剂占料浆的 0.9%, 聚乙烯醇粘结剂占熔融石英质量的 5%, 加入的改性纤维素成孔剂的质量占熔融石英质量的 3%, 制得的料浆烘干后破碎, 加压 60 MPa 后破碎, 选过 30 目筛的料装填模具, 等静压成型, 压力为 180 MPa, 烧成温度为  $1170 \pm 5^\circ\text{C}$ 。制得的石英陶瓷体积密度为  $1.82 \text{ g/cm}^3$ , 显气孔率为 15.93%, 热膨胀系数为  $<1.0 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ , 抗弯强度为 41.6MPa。

#### 实施例 13

熔融石英 100%, 熔融石英颗粒粒径控制在 150 目筛到 325 目筛的质量是熔融石英总质量的 33%, 球磨机中分散介质水占熔融石英质量的 28%, 柠檬酸铵分散剂占料浆的 2.2%, 聚乙烯醇粘结剂占熔融石英质量的 4%, 加入的氧化铬的质量占熔融石英质量的 3%, 制得的料浆烘干后破碎, 加压 80 MPa 后破碎, 取过 30 目筛的料装填模具, 等静压成型, 压力为 230 MPa, 烧成温度为  $1230 \pm 5^\circ\text{C}$ 。制得的石英陶瓷体积密度为  $1.96 \text{ g/cm}^3$ , 显气孔率为 10.45%, 热膨胀系数为  $<1.0 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ , 抗弯强度为 68.2MPa。

#### 实施例 14

熔融石英 100%, 熔融石英颗粒粒径控制在 150 目筛到 325 目筛的质量是熔融石英总质量的 42%, 球磨机中分散介质水占熔融石英质量的 50%, 聚丙烯酸铵分散剂占料浆的 1.3%, 聚乙烯醇粘结剂占熔融石英质量的 1%, 加入的改性纤维素成孔剂的质量占熔融石英质量的 25%, 制得的料浆喷雾造粒, 进口温度  $275 \sim 285^\circ\text{C}$ , 出口温度  $125 \sim 135^\circ\text{C}$ , 制得含水率为 1.5% 的石英颗粒料, 取粒度为 80~250 目筛的料装填模具, 等静压成型, 压力为 220MPa, 烧成温度为  $1310 \pm 5^\circ\text{C}$ 。制得的石英陶瓷体积密度为  $1.21 \text{ g/cm}^3$ , 显气孔率为 46.7%, 热膨胀系数为  $<1.0 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ ,

抗弯强度为 13.5MPa。

#### 实施例 15

熔融石英 100%，熔融石英颗粒粒径控制在 150 目筛到 325 目筛的质量是熔融石英总质量的 52%，球磨机中分散介质水占熔融石英质量的 22%，柠檬酸铵分散剂占料浆的 6%，聚乙烯醇粘结剂占熔融石英质量的 5%，分子量为 2000 的聚乙二醇增塑剂占熔融石英质量的 4%，制得的料浆烘干后破碎，加压 60MPa 后破碎，取过 30 目筛的料装填模具，等静压成型，压力为 190MPa，烧成温度为  $1260 \pm 5^\circ\text{C}$ 。制得的石英陶瓷体积密度为  $1.87\text{g}/\text{cm}^3$ ，显气孔率为 14.02%，热膨胀系数为  $<1.0 \times 10^{-6}/^\circ\text{C}$ ，抗弯强度为 45.3MPa。

#### 实施例 16

熔融石英 100%，熔融石英颗粒粒径控制在 150 目筛到 325 目筛的质量是熔融石英总质量的 0%，球磨机中分散介质水占熔融石英质量的 40%，柠檬酸铵分散剂占料浆的 2%，聚乙烯醇粘结剂占熔融石英质量的 5%，制得的料浆烘干后破碎，加压 50MPa 后破碎，取过 30 目筛的料装填模具，等静压成型，压力为 110MPa，烧成温度为  $1250 \pm 5^\circ\text{C}$ 。制得的石英陶瓷体积密度为  $1.96\text{g}/\text{cm}^3$ ，显气孔率为 10.25%，热膨胀系数为  $<1.0 \times 10^{-6}/^\circ\text{C}$ ，抗弯强度为 68.2MPa。

#### 实施例 17

熔融石英 100%，熔融石英颗粒粒径控制在 150 目筛到 325 目筛的质量是熔融石英总质量的 22%，球磨机中分散介质水占熔融石英质量的 40%，柠檬酸铵分散剂占料浆的 2%，聚乙烯醇粘结剂占熔融石英质量的 4%，制得的料浆喷雾造粒，进口温度  $280 \sim 285^\circ\text{C}$ ，出口温度  $130 \sim 140^\circ\text{C}$ ，制得含水率为 0.8% 的石英颗粒料，取粒度为 80~250 目筛的料装填模具，等静压成型，压力为 110MPa，烧成温度为  $1250 \pm 5^\circ\text{C}$ 。制得的石英陶瓷体积密度为  $1.93\text{g}/\text{cm}^3$ ，显气孔率为 11.12%，热膨胀系数为  $<1.0 \times 10^{-6}/^\circ\text{C}$ ，抗弯强度为 51.2MPa。