



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102557015 B

(45) 授权公告日 2015. 10. 07

(21) 申请号 201010622010. 0

CN 101033064 A, 2007. 09. 12, 说明书第 2 页第 8 行至第 4 页第 7 页 .

(22) 申请日 2010. 12. 31

CN 1807231 A, 2006. 07. 26, 说明书第 2 页第 1 段至第 3 页第 3 段 .

(73) 专利权人 上海杉杉科技有限公司

地址 201209 上海市浦东新区金海路 3158 号

审查员 张营

专利权人 宁波杉杉新材料科技有限公司

(72) 发明人 李念民 李心楠 李杰 谢秋生

(74) 专利代理机构 上海弼兴律师事务所 31283

代理人 薛琦 朱水平

(51) Int. Cl.

C01B 31/04(2006. 01)

C01B 31/00(2006. 01)

H01B 1/04(2006. 01)

(56) 对比文件

CN 1810718 A, 2006. 08. 02, 说明书第 2 页第 25 行至第 3 页第 20 行 .

权利要求书 2 页 说明书 7 页 附图 1 页

(54) 发明名称

一种各向同性细结构炭材料及其制备方法

(57) 摘要

本发明提供了一种各向同性细结构炭材料的制备方法 :①将细颗粒粉料与纳米粉末进行球磨处理 ;②与沥青混合后进行热缩聚反应,于 300 ~ 500℃进行低温焙烧 ;③模压成型后热等静压成型 ;④石墨化处理,即可。本发明还提供了由所述方法制得的各向同性细结构炭材料。本发明的制备方法工艺简单,易于实施,不需要经过反复的浸渍和焙烧,生产周期短,成品率高,在石墨化时不易产生裂纹,能够实现工业化生产。本发明的各向同性细结构炭材料具有优异的抗折强度、抗压强度,体积密度,气孔率以及电阻率,能够制成大规格炭块。

1. 一种各向同性细结构炭材料的制备方法,其特征在于:其包括下述步骤:①将细颗粒粉料与纳米粉末进行球磨处理,得球磨后粉料;②将所述球磨后粉料与沥青混合后进行热缩聚反应,于300~500℃进行低温焙烧;③模压成型后热等静压成型;④石墨化处理,即可;其中,所述细颗粒粉料为人造石墨微粉和/或焦炭微粉,所述纳米粉末为纳米金属粉末和/或纳米陶瓷粉末;所述球磨处理的条件为:球磨机中球的用量为所述细颗粒粉料、所述纳米粉末以及所述球总重量的20~80%;球磨机的转速为30~360转/分钟;球磨机的运转时间为1~24小时。

2. 如权利要求1所述的制备方法,其特征在于:所述细颗粒粉料的平均粒径为1~20 μm。

3. 如权利要求2所述的制备方法,其特征在于:所述细颗粒粉料的平均粒径为1~5 μm。

4. 如权利要求1~3任一项所述的制备方法,其特征在于:所述纳米金属粉末为过渡金属粉末;所述纳米陶瓷粉末为下述元素的氮化物、碳化物以及氧化物粉末中的一种或多种:Si、B或过渡金属,所述过渡金属为W、Ti、Ta或Zr。

5. 如权利要求4所述的制备方法,其特征在于:所述纳米金属粉末为Fe、Ni、Ti、Cu、W、Ta和Zr粉末中的一种或多种;所述纳米陶瓷粉末为SiO₂、BN、B₄C、WC、TiC、TaC和ZrO₂粉末中的一种或多种。

6. 如权利要求1~3中任一项所述的制备方法,其特征在于:所述细颗粒粉料的用量为所述细颗粒粉料与所述纳米粉末总重量的70~99.9%。

7. 如权利要求6所述的制备方法,其特征在于:所述细颗粒粉料的用量为所述细颗粒粉料与所述纳米粉末总重量的80~90%。

8. 如权利要求4所述的制备方法,其特征在于:所述细颗粒粉料的用量为所述细颗粒粉料与所述纳米粉末总重量的70~99.9%。

9. 如权利要求8所述的制备方法,其特征在于:所述细颗粒粉料的用量为所述细颗粒粉料与所述纳米粉末总重量的80~90%。

10. 如权利要求5所述的制备方法,其特征在于:所述细颗粒粉料的用量为所述细颗粒粉料与所述纳米粉末总重量的70~99.9%。

11. 如权利要求10所述的制备方法,其特征在于:所述细颗粒粉料的用量为所述细颗粒粉料与所述纳米粉末总重量的80~90%。

12. 如权利要求1~3中任一项所述的制备方法,其特征在于:所述沥青为煤沥青和/或石油沥青;和/或所述沥青的用量为所述沥青与所述球磨后粉料总重量的50~99.9%。

13. 如权利要求12所述的制备方法,其特征在于:所述沥青的用量为所述沥青与所述球磨后粉料总重量的70~80%。

14. 如权利要求4所述的制备方法,其特征在于:所述沥青为煤沥青和/或石油沥青;和/或所述沥青的用量为所述沥青与所述球磨后粉料总重量的50~99.9%。

15. 如权利要求14所述的制备方法,其特征在于:所述沥青的用量为所述沥青与所述球磨后粉料总重量的70~80%。

16. 如权利要求5所述的制备方法,其特征在于:所述沥青为煤沥青和/或石油沥青;和/或所述沥青的用量为所述沥青与所述球磨后粉料总重量的50~99.9%。

17. 如权利要求 16 所述的制备方法,其特征在于:所述沥青的用量为所述沥青与所述球磨后粉料总重量的 70 ~ 80%。

18. 如权利要求 6 所述的制备方法,其特征在于:所述沥青为煤沥青和 / 或石油沥青;和 / 或所述沥青的用量为所述沥青与所述球磨后粉料总重量的 50 ~ 99.9%。

19. 如权利要求 18 所述的制备方法,其特征在于:所述沥青的用量为所述沥青与所述球磨后粉料总重量的 70 ~ 80%。

20. 如权利要求 7 所述的制备方法,其特征在于:所述沥青为煤沥青和 / 或石油沥青;和 / 或所述沥青的用量为所述沥青与所述球磨后粉料总重量的 50 ~ 99.9%。

21. 如权利要求 20 所述的制备方法,其特征在于:所述沥青的用量为所述沥青与所述球磨后粉料总重量的 70 ~ 80%。

22. 如权利要求 1 所述的制备方法,其特征在于:所述热缩聚反应的具体操作条件为:热缩聚反应的反应温度为 380 ~ 480℃;反应压力为 0.01 ~ 2MPa,反应时间为 50 ~ 450 分钟;和 / 或所述低温焙烧的时间为 6 ~ 15 小时。

23. 如权利要求 1 或 22 所述的制备方法,其特征在于:步骤②中,在所述热缩聚反应结束后,还依次进行溶剂洗涤以及液固分离,之后再低温焙烧。

24. 如权利要求 1 所述的制备方法,其特征在于:所述模压成型的压强为 50 ~ 100MPa,模压成型的时间为 1 ~ 5 小时;所述热等静压成型的温度为 600 ~ 1200℃,热等静压成型的压强为 60 ~ 120MPa,热等静压成型的时间为 1 ~ 10 小时。

25. 如权利要求 1 所述的制备方法,其特征在于:所述的石墨化处理的温度为 2000 ~ 2800℃。

26. 由权利要求 1 ~ 25 中任一项所述的制备方法制得的各向同性细结构炭材料。

一种各向同性细结构炭材料及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种各向同性细结构炭材料及其制备方法。

背景技术

[0002] 各向同性炭材料是一种重要的特种炭材料,在模具行业、电火花加工及金属连铸石墨结晶器等方面被广泛应用。尤其是高性能的各向同性细结构炭材料,由于其结构致密、各向同性好、抗高温氧化能力强、机械强度高、耐磨损等特性可作为连续铸造的结晶器、中高档电火花加工机床的电极、高温烧结模具、金属冶炼坩埚,以及航空航天发动机密封件和耐烧蚀部件等。

[0003] 传统的各向同性炭材料主要通过在不同粒度的焦炭或人造石墨中加入粘结剂沥青,经混捏、压片、粉碎、挤压、模压或等静压成型,再经炭化、浸渍、焙烧、石墨化制成。在炭化阶段,由于加入的大量沥青粘结剂分解、挥发,形成大量气孔,使其密度、强度等性能很低。长期以来,为了提高制品的强度和密度,减少气孔率,一直采取的是反复浸渍、焙烧的工艺来减少材料的孔隙度。不经浸渍的炭材料,一般密度在 $1.7\text{g}/\text{cm}^3$ 以下,抗压强度在 40MPa 以下;而材料经过两浸三焙或三浸四焙后,密度才可达到 $1.8\text{g}/\text{cm}^3$ 以上,抗压强度在 60MPa 以上。

[0004] 使用上述方法生产的各向同性炭材料需要进行反复多次浸渍和焙烧处理,生产周期长达 3-6 个月,生产成本低,成品率低,而且难以制造大规格炭制品。

[0005] 日本专利昭 62-39688,昭 63-95291 等,用沥青或重质油为原料,经高温聚合,生成中间相炭微球,用溶剂处理,固相物经低温焙烧,成型、炭化、石墨化,制取高强度高密各向同性炭材料。这种方法产品收率低,不易制成大规格炭块,炭化石墨化时易产生裂纹,不易实现工业化生产。

发明内容

[0006] 本发明所要解决的技术问题在于克服了现有的各向同性炭材料的制备方法需要进行反复多次浸渍和焙烧处理,生产周期长、生产成本低、成品率低、易产生裂纹、难以制造大规格炭制品、不易实现工业化生产等缺陷,提供了一种各向同性细结构炭材料及其制备方法和用途。本发明的各向同性细结构炭材料的肖氏硬度、抗折强度、抗压强度、体积密度、气孔率及电阻率等性能皆相当优异,在满足上述使用性能的情况下仍能够制成大规格炭制品。本发明的制备方法简单,易于实施,收率高,能够制造大规格炭制品,不易产生裂纹,适用于工业化生产。

[0007] 本发明的目的之一在于提供了一种各向同性细结构炭材料的制备方法,其包括下述步骤:①将细颗粒粉料与纳米粉末进行球磨处理,得球磨后粉料;②将所述球磨后粉料与沥青混合后进行热缩聚反应,于 $300 \sim 500^\circ\text{C}$ 进行低温焙烧;③模压成型后热等静压成型;④石墨化处理,即可;其中所述细颗粒粉料为人造石墨微粉和 / 或焦炭微粉,所述纳米粉末为纳米金属粉末和 / 或纳米陶瓷粉末。

[0008] 步骤①中,所述细颗粒粉料的平均粒径可根据本领域常规方法进行选择,一般为 $1 \sim 20 \mu\text{m}$,考虑到本发明特有的细结构特性,特别优选为 $1 \sim 5 \mu\text{m}$ 。

[0009] 步骤①中,所述纳米粉末可提升各向同性细结构炭材料的性能指标。本发明中对纳米材料的种类及加入量进行调整,在兼顾其他指标的情况下,可进一步提高炭材料的性能指标,以满足不同应用领域的不同需求。所述纳米粉末的粒径一般为 100nm 以下。所述纳米金属粉末较佳地为过渡金属粉末,更佳地为Fe、Ni、Ti、Cu、W、Ta和Zr粉末中的一种或多种。所述纳米陶瓷粉末较佳地为下述元素的氮化物、碳化物以及氧化物粉末中的一种或多种:Si、B或过渡金属(优选W、Ti、Ta或Zr);所述纳米陶瓷粉末更佳地为 SiO_2 、BN、 B_4C 、WC、TiC、TaC和 ZrO_2 粉末中的一种或多种。

[0010] 步骤①中,所述人造石墨或焦炭可选用本领域中各种常用的人造石墨或焦炭。

[0011] 步骤①中,所述细颗粒粉料的用量可根据最终产品的性能及成本进行选择,较佳地为所述细颗粒粉料与所述纳米粉末总重量的 $70 \sim 99.9\%$,更佳地为所述细颗粒粉料与所述纳米粉末总重量的 $80 \sim 90\%$ 。

[0012] 步骤①中,球磨处理可使所述纳米粉末均匀地分散到所述细颗粒粉料表面,有利于实现材料的均一性。所述球磨处理可采用本领域中常规的各种球磨处理方法进行。本发明中优选的球磨处理的条件为:球磨机中球的用量为所述细颗粒粉料、所述纳米粉末以及所述球总重量的 $20 \sim 80\%$;球磨机的转速为 $30 \sim 360$ 转/分钟;球磨机的运转时间为 $1 \sim 24$ 小时。

[0013] 步骤②中,所述沥青可选用本领域中常用的、能进行热缩聚反应的各种沥青,较佳地为煤沥青和/或石油沥青。所述煤沥青或石油沥青可选用本领域各种规格的煤沥青或石油沥青。所述沥青的用量根据本领域常规方法进行选择,较佳地为所述沥青与所述球磨后粉料总重量的 $50 \sim 99.9\%$,更佳地为 $70 \sim 80\%$ 。

[0014] 步骤②中,所述热缩聚反应采用本领域常规的方法进行,本发明中的具体操作条件为:热缩聚反应的反应温度为 $380 \sim 480^\circ\text{C}$;反应压力为 $0.01 \sim 2\text{MPa}$,反应时间为 $50 \sim 450$ 分钟。热缩聚反应能够在球磨后粉料表面生成中间相 β -树脂包覆层,使得表面含有所述中间相树脂的细颗粒的粒径为 $1 \sim 30 \mu\text{m}$ 。由于该树脂具有粘结性,因此炭材料在成型时不再需要添加粘结剂,并且所述炭材料具有自烧结性能,可避免由于大量使用粘结剂在炭化、石墨化过程中形成大量孔洞。

[0015] 步骤②中,在所述热缩聚反应结束后,较佳地还依次进行溶剂洗涤以及液固分离之后再行低温焙烧,以去除部分未反应的沥青,形成中间相 β -树脂的物料。其中,所述溶剂洗涤以及液固分离步骤为本领域中所述热缩聚反应的常规后处理步骤,本发明中采用的溶剂洗涤的温度较佳地为 $80 \sim 350^\circ\text{C}$,洗涤压力较佳地为 $0.01 \sim 5\text{MPa}$,洗涤时间较佳地为 $50 \sim 420$ 分钟;所述溶剂较佳地为煤焦油、葱油、洗油、二甲苯和甲苯中的一种或多种。所述低温焙烧的时间可根据本领域常规方法进行选择,较佳地为 $6 \sim 15$ 小时。

[0016] 步骤③中,所述模压成型可提高产品的成品率。所述模压成型可根据本领域的常规方法进行选择,本发明中优选的模压成型的压强为 $50 \sim 100\text{MPa}$,优选的模压成型的时间为 $1 \sim 5$ 小时。所述的热等静压成型在高温、高压条件下使炭块均衡受力,使得炭材料的各向同性好,体积密度大,提高抗压强度和抗折强度。所述热等静压成型可根据本领域的常规方法进行选择,本发明中优选的热等静压成型的温度为 $600 \sim 1200^\circ\text{C}$,热等静压成型的压

强为 60 ~ 120MPa,热等静压成型的时间为 1 ~ 10 小时。

[0017] 步骤④中,所述石墨化处理可采用本领域常规的石墨化处理方法进行,本发明中优选的石墨化处理温度为 2000 ~ 2800℃。所述石墨化处理的时间为本领域石墨化处理的常规时间。

[0018] 本发明还提供了一种由上述方法制得的各向同性细结构炭材料,该各向同性细结构炭材料的体积密度大于 1.95g/cm³,抗折强度大于 70MPa,抗压强度大于 180MPa。

[0019] 本发明的各向同性细结构炭材料能够适用于现有的各向同性炭材料所有已知的应用领域中。

[0020] 本发明中,上述优选条件在符合本领域常识的基础上可任意组合,即得本发明各较佳实施例。

[0021] 本发明的原料和试剂皆市售可得。

[0022] 本发明的积极进步效果在于:

[0023] 1、本发明的制备方法工艺简单,易于实施,不需要经过反复的浸渍和焙烧,生产周期短,成品率高,在石墨化时不易产生裂纹,能够实现工业化生产。

[0024] 2、本发明的各向同性细结构炭材料具有优异的抗折强度(大于 70MPa)、抗压强度(大于 180MPa),体积密度大于 1.95g/cm³,气孔率低于 8%,电阻率低于 25 μ Ω m,并且能够制成大规格炭块。

附图说明

[0025] 图 1 为实施例 1 制得的各向同性细结构炭材料的外观图。

具体实施方式

[0026] 下面用实施例来进一步说明本发明,但本发明并不受其限制,实施例中的原料均为常规市售产品。

[0027] 本发明中所用人造石墨微粉购于上海杉杉科技有限公司;焦炭微粉购于上海宝山钢铁公司的焦炭,经气流粉碎机粉碎成所需粒径;沥青购于鞍山钢铁公司;煤焦油购于抚顺炼油厂;纳米材料购于合肥凯尔纳米技术发展有限公司。

[0028] 实施例 1

[0029] ①将焦炭微粉(D₅₀:5 μ m)360 克(即用量 90wt%)和纳米 B₄C(D₅₀:85nm)40 克以混料机充分混均,将其与 100 克球料混合后装入球磨机,设定球磨机转速为 30 转/分,运转 24 小时,得球磨后粉料;

[0030] ②将球磨后粉料 400 克加入到 1600 克煤沥青(即用量 80wt%)中于 0.1MPa 和 425℃下反应 6 小时进行热缩聚反应,所得产物用煤焦油 3600 克在 240℃和 0.1MPa 下溶解 150 分钟,再进行液固分离,分离出的固体物料于 300℃进行低温焙烧 15 小时;

[0031] ③以 50MPa 模压成型,5 小时保压成型得坯料,将该坯料以 1200℃、60MPa 热等静压成型 10 小时;

[0032] ④升温至 2800℃,恒温 2 小时进行石墨化处理,自然冷却后即得性能优异的各向同性细结构炭材料,该各向同性细结构炭材料的长度约为 75 厘米,且整块材料无裂纹,具体见图 1。

[0033] 实施例 2

[0034] ①将人造石墨粉 ($D_{50}:5\ \mu\text{m}$) 360 克 (即用量 90wt%) 和纳米 B_4C ($D_{50}:85\text{nm}$) 40 克以混料机充分混均, 将其与 400 克球料混合后装入球磨机, 设定球磨机转速为 60 转 / 分, 运转 10 小时, 得球磨后粉料;

[0035] ②将球磨后粉料 (400 克) 加入到 1600 克煤沥青 (即用量 80wt%) 中于 0.1MPa 和 425℃ 下反应 6 小时进行热缩聚反应, 所得产物用煤焦油 3600 克在 240℃ 和 0.1MPa 下溶解 150 分钟, 再进行液固分离, 分离出的固体物料于 400℃ 进行低温焙烧 10 小时;

[0036] ③以 75MPa 模压成型, 2 小时保压成型得坯料, 将该坯料以 800℃、100MPa 热等静压成型 5 小时;

[0037] ④升温至 2300℃, 恒温 2 小时进行石墨化处理, 自然冷却后即得性能优异的各向同性细结构炭材料, 材料表面无裂纹。

[0038] 实施例 3

[0039] ①将人造石墨粉 ($D_{50}:5\ \mu\text{m}$) 180 克 (即用量 45wt%)、焦炭微粉 ($D_{50}:5\ \mu\text{m}$) 180 克 (即用量 45wt%) 以及纳米 B_4C ($D_{50}:85\text{nm}$) 40 克以混料机充分混均, 将其与 400 克球料混合后装入球磨机, 设定球磨机转速为 120 转 / 分, 运转 10 小时, 得球磨后粉料;

[0040] ②将球磨后粉料 (400 克) 加入到 1600 克煤沥青 (即用量 80wt%) 中于 0.1MPa 和 425℃ 下反应 6 小时进行热缩聚反应, 所得产物用煤焦油 3600 克在 240℃ 和 0.1MPa 下溶解 150 分钟, 再进行液固分离, 分离出的固体物料于 400℃ 进行低温焙烧 10 小时;

[0041] ③以 75MPa 模压成型, 2 小时保压成型得坯料, 将该坯料以 800℃、100MPa 热等静压成型 5 小时;

[0042] ④升温至 2200℃, 恒温 2 小时进行石墨化处理, 自然冷却后即得性能优异的各向同性细结构炭材料, 材料表面无裂纹。

[0043] 实施例 4

[0044] ①将人造石墨粉 ($D_{50}:5\ \mu\text{m}$) 360 克 (即用量 90wt%), 纳米 B_4C ($D_{50}:85\text{nm}$) 20 克以及纳米 TiC ($D_{50}:95\text{nm}$) 20 克以混料机充分混均, 将其与 1600 克球料混合后装入球磨机, 设定球磨机转速为 360 转 / 分, 运转 1 小时, 得球磨后粉料;

[0045] ②将球磨后粉料 (400 克) 加入到 1600 克煤沥青 (即用量 80wt%) 中于 0.1MPa 和 425℃ 下反应 6 小时进行热缩聚反应, 所得产物用煤焦油 3600 克在 240℃ 和 0.1MPa 下溶解 150 分钟, 再进行液固分离, 分离出的固体物料于 500℃ 进行低温焙烧 6 小时;

[0046] ③以 100MPa 模压成型, 1 小时保压成型得坯料, 将该坯料以 800℃、120MPa 热等静压成型 1 小时;

[0047] ④升温至 2000℃, 恒温 2 小时进行石墨化处理, 自然冷却后即得性能优异的各向同性细结构炭材料, 材料表面无裂纹。

[0048] 实施例 5

[0049] ①将人造石墨粉 ($D_{50}:1\ \mu\text{m}$) 360 克 (即用量 90wt%), 纳米 Ni ($D_{50}:85\text{nm}$) 40 克 (即质量比 9 : 1) 以混料机充分混均, 将其与 1600 克球料混合后装入球磨机, 设定球磨机转速为 360 转 / 分, 运转 1 小时, 得球磨后粉料;

[0050] ②将球磨后粉料 (400 克) 加入到 1600 克煤沥青 (即用量 80wt%) 中于 0.1MPa 和 425℃ 下反应 6 小时进行热缩聚反应, 所得产物用煤焦油 3600 克在 240℃ 和 0.1MPa 下溶

解 150 分钟,再进行液固分离,分离出的固体物料于 450℃进行低温焙烧 8 小时;

[0051] ③以 85MPa 模压成型,2 小时保压成型得坯料,将该坯料以 600℃、110MPa 热等静压成型 2 小时;

[0052] ④升温至 2000℃,恒温 2 小时进行石墨化处理,自然冷却后即得性能优异的各向同性细结构炭材料,材料表面无裂纹。

[0053] 实施例 6

[0054] ①将焦炭微粉 ($D_{50}:20\ \mu\text{m}$) 360 克 (即用量 90wt%), 纳米 ZrO_2 ($D_{50}:85\text{nm}$) 20 克以及纳米 TiC ($D_{50}:95\text{nm}$) 20 克以混料机充分混均,将其与 1600 克球料混合后装入球磨机,设定球磨机转速为 360 转/分,运转 1 小时,得球磨后粉料;

[0055] ②将球磨后粉料 (400 克) 加入到 1600 克煤沥青 (即用量 80wt%) 中于 0.1MPa 和 425℃下反应 6 小时进行热缩聚反应,所得产物用煤焦油 3600 克在 240℃和 0.1MPa 下溶解 150 分钟,再进行液固分离,分离出的固体物料于 500℃进行低温焙烧 6 小时;

[0056] ③以 100MPa 模压成型,1 小时保压成型得坯料,将该坯料以 600℃、120MPa 热等静压成型 1 小时;

[0057] ④升温至 2000℃,恒温 2 小时进行石墨化处理,自然冷却后即得性能优异的各向同性细结构炭材料,材料表面无裂纹。

[0058] 实施例 7

[0059] ①将焦炭微粉 ($D_{50}:20\ \mu\text{m}$) 320 克 (即用量 80wt%), 纳米 Fe ($D_{50}:85\text{nm}$) 20 克、纳米 BN ($D_{50}:95\text{nm}$) 20 克, 纳米 SiO_2 ($D_{50}:95\text{nm}$) 20 克以混料机充分混均,将其与 1600 克球料混合后装入球磨机,设定球磨机转速为 360 转/分,运转 1 小时,得球磨后粉料;

[0060] ②将球磨后粉料 (400 克) 加入到 400 克石油沥青 (即用量 50wt%) 中于 0.01MPa 和 380℃下反应 50 分钟进行热缩聚反应,所得产物用煤焦油 3600 克在 240℃和 0.1MPa 下溶解 150 分钟,再进行液固分离,分离出的固体物料于 500℃进行低温焙烧 6 小时;

[0061] ③以 100MPa 模压成型,1 小时保压成型得坯料,将该坯料以 600℃、120MPa 热等静压成型 1 小时;

[0062] ④升温至 2000℃,恒温 2 小时进行石墨化处理,自然冷却后即得性能优异的各向同性细结构炭材料,材料表面无裂纹。

[0063] 实施例 8

[0064] ①将焦炭微粉 ($D_{50}:20\ \mu\text{m}$) 396 克 (即用量 99wt%), 纳米 Ti ($D_{50}:85\text{nm}$) 2 克以及纳米 Cu ($D_{50}:85\text{nm}$) 2 克以混料机充分混均,将其与 1600 克球料混合后装入球磨机,设定球磨机转速为 360 转/分,运转 1 小时,得球磨后粉料;

[0065] ②将球磨后粉料 (400 克) 加入到 933 克煤沥青 (即用量为 70wt%) 中于 2MPa 和 480℃下反应 450 分钟进行热缩聚反应,所得产物用煤焦油 3600 克在 240℃和 0.1MPa 下溶解 150 分钟,再进行液固分离,分离出的固体物料于 500℃进行低温焙烧 6 小时;

[0066] ③以 100MPa 模压成型,1 小时保压成型得坯料,将该坯料以 600℃、120MPa 热等静压成型 1 小时;

[0067] ④升温至 2000℃,恒温 2 小时进行石墨化处理,自然冷却后即得性能优异的各向同性细结构炭材料,材料表面无裂纹。

[0068] 实施例 9

[0069] ①将焦炭微粉 ($D_{50}:20\ \mu\text{m}$) 280 克 (即用量 70wt%) 和纳米 W ($D_{50}:85\text{nm}$) 40 克、纳米 Ta ($D_{50}:85\text{nm}$) 40 克以及纳米 Zr ($D_{50}:85\text{nm}$) 40 克以混料机充分混均, 将其与 1600 克球料混合后装入球磨机, 设定球磨机转速为 360 转 / 分, 运转 1 小时, 得球磨后粉料;

[0070] ②将球磨后粉料 (100 克) 加入到 4000 克煤沥青 (即用量 98wt%) 中于 0.1MPa 和 425°C 下反应 6 小时进行热缩聚反应, 所得产物用煤焦油 3600 克在 240°C 和 0.1MPa 下溶解 150 分钟, 再进行液固分离, 分离出的固体物料于 500°C 进行低温焙烧 6 小时;

[0071] ③以 100MPa 模压成型, 1 小时保压成型得坯料, 将该坯料以 600°C、120MPa 热等静压成型 1 小时;

[0072] ④升温至 2000°C, 恒温 2 小时进行石墨化处理, 自然冷却后即得性能优异的各向同性细结构炭材料, 材料表面无裂纹。

[0073] 实施例 10

[0074] ①将焦炭微粉 ($D_{50}:20\ \mu\text{m}$) 360 克 (即用量 90wt%) 和纳米 WC ($D_{50}:85\text{nm}$) 20 克、纳米 TaC ($D_{50}:95\text{nm}$) 20 克以混料机充分混均, 将其与 1600 克球料混合后装入球磨机, 设定球磨机转速为 360 转 / 分, 运转 1 小时, 得球磨后粉料;

[0075] ②将球磨后粉料 (400 克) 加入到 1600 克煤沥青 (即用量 80wt%) 中于 0.1MPa 和 425°C 下反应 6 小时进行热缩聚反应, 所得产物用煤焦油 3600 克在 240°C 和 0.1MPa 下溶解 150 分钟, 再进行液固分离, 分离出的固体物料于 500°C 进行低温焙烧 6 小时;

[0076] ③以 100MPa 模压成型, 1 小时保压成型得坯料, 将该坯料以 600°C、120MPa 热等静压成型 1 小时;

[0077] ④升温至 2000°C, 恒温 2 小时进行石墨化处理, 自然冷却后即得性能优异的各向同性细结构炭材料, 材料表面无裂纹。

[0078] 对比实施例 1

[0079] 将焦炭微粉 ($D_{50}:5\ \mu\text{m}$) 1400 克、600 克煤沥青通过混捏机捏合 2.5 小时, 混捏温度 160°C, 再磨成 D_{50} 为 5 μm 的粉末, 再以 75MPa 的单位压力模压成型, 2 小时保压成型得坯料; 将该坯料以 800°C、100MPa 热等静压成型 5 小时, 升温至 2000°C, 恒温 2 小时进行石墨化处理, 自然冷却后即得各向同性细结构炭材料。

[0080] 对比实施例 2

[0081] 2000 克煤沥青于 0.1MPa 和 425°C 下反应 6 小时进行热缩聚反应, 所得产物用煤焦油 3600 克在 240°C 和 0.1MPa 下溶解 150 分钟, 再进行液固分离, 分离出的固体物料于 300°C 进行低温焙烧 10 小时。再以 75MPa 模压成型, 2 小时保压成型得坯料; 将该坯料以 800°C、100MPa 热等静压成型 1 小时, 升温至 2000°C, 恒温 2 小时进行石墨化处理, 自然冷却后即得性能优异的各向同性细结构炭材料。

[0082] 以上各实施例及对比实施例样品均按以下标准测定, 其中体积密度指标是根据 JB/T 8133.14-1999 标准测定, 抗压强度指标是根据 JB/T 8133.8-1999 标准测定, 抗折强度指标是根据 JB/T 8133.7-1999 标准测定, 肖氏硬度指标是根据 JB/T 8133.4-1999 标准测定, 气孔率指标是根据 JB/T 8133.15-1999 标准测定, 电阻率指标是根据 JB/T 8133.2-1999 标准测定。

[0083] 各实施例及对比实施例的性能参数如下表所示:

[0084]

编号	肖氏硬度 HSD	抗折强度 MPa	抗压强度 MPa	体积密度 g/cm ³	气孔率 %	电阻率 μΩm
实施例 1	70	75	190	1.96	7.9	23.4
实施例 2	72	78	200	1.98	6.7	18.7
实施例 3	75	88	230	2.02	4.6	12.9
实施例 4	74	85	220	2.00	5.3	13.6
实施例 5	71	80	212	1.97	5.6	14.8
实施例 6	72	74	205	2.00	6.3	16.6
实施例 7	76	79	195	2.05	7.2	20.4
实施例 8	73	83	212	1.98	6.5	19.7
实施例 9	75	78	208	2.01	4.9	14.9
实施例 10	71	81	215	2.00	5.6	13.8
对比例 1	60	55	120	1.70	14.5	42.3
对比例 2	65	61	155	1.85	12.2	38.1

[0085] 由表 1 可见,采用本发明方法制得的炭材料体积密度均大于 1.95g/cm³,抗折强度均大于 70MPa,抗压强度均大于 180MPa,各项性能相对于对比实施例皆有显著提高。

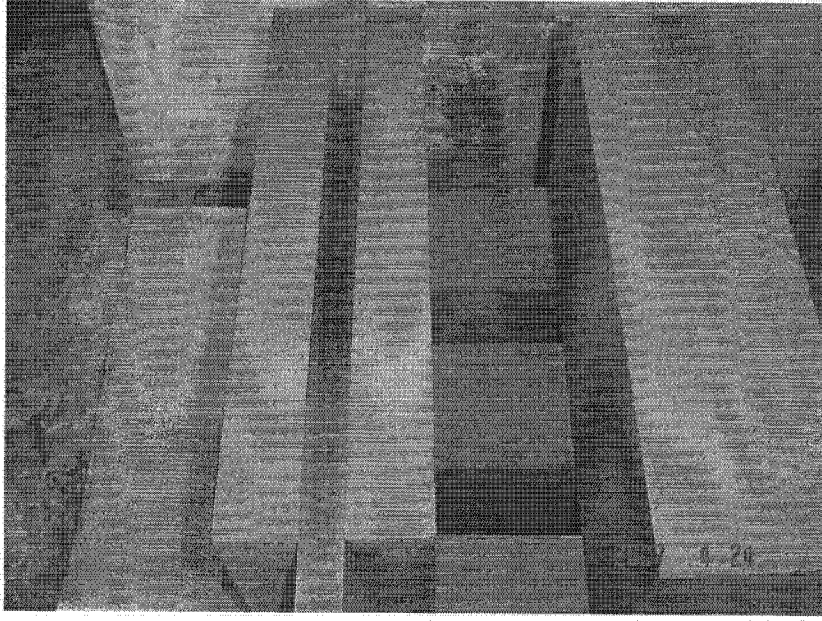


图 1