



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 105254283 A

(43) 申请公布日 2016. 01. 20

(21) 申请号 201510593043. X

(22) 申请日 2015. 09. 17

(71) 申请人 上海应用技术学院

地址 200235 上海市徐汇区漕宝路 120 号

(72) 发明人 江国健 王浩 贺常付

(74) 专利代理机构 上海申汇专利代理有限公司

31001

代理人 吴宝根

(51) Int. Cl.

C04B 35/10(2006. 01)

权利要求书1页 说明书4页

(54) 发明名称

一种氧化铝陶瓷基材料的制备方法

(57) 摘要

本发明一种氧化铝陶瓷基材料的制备方法,称取纳米氧化铝粉体、氧化铝粉体、 TiO_2 、CaO、MgO、 SiO_2 、聚丙烯酸 PAA,将纳米氧化铝粉体添加进氧化铝粉体中,倒入球磨装置中,并添加 TiO_2 、CaO、MgO、 SiO_2 、聚丙烯酸 PAA 和水,在行星球磨机中球磨。然后取出,倒入一个反应容器中;将上述得到的浆料干燥,然后取出,用干压成型法压制成片,再在 200-240MPa 压力下进行冷等静压,保压 30-300s;将得到的试样在 1450-1500℃ 下烧结,保温 2-3h 后冷却至室温,获得氧化铝陶瓷基材料。通过本发明的方法可以得到细小均匀的氧化铝晶相、高的抗弯强度和断裂韧性的氧化铝陶瓷材料。

1. 一种氧化铝陶瓷基材料的制备方法,其特征在于包括以下步骤:

(1) 称取纳米氧化铝粉体、氧化铝粉体、 TiO_2 、 CaO 、 MgO 、 SiO_2 、聚丙烯酸 PAA,上述各成分的质量百分比分别为:

纳米氧化铝	15-35%,
氧化铝粉	59%-82.5%,
TiO_2	0.5%-1%,
CaO	0.6%-1.5%,
MgO	0.09%-0.45%,
SiO_2	1.22%-3.05%,

聚丙烯酸 PAA 用量为氧化铝粉体和纳米氧化铝粉体总质量的 0.1%-1%;将纳米氧化铝粉体添加进氧化铝粉体中,按球料比 3-5:1 配置氧化铝球,倒入球磨装置中,并添加 TiO_2 、 CaO 、 MgO 、 SiO_2 、聚丙烯酸 PAA 和水,球和水的质量比为 1:1-2,在行星球磨机中球磨 4-6h 后取出,倒入一个反应容器中;

(2) 将步骤(1)得到的浆料在 80-100℃ 下干燥 8-12h 后取出,用干压成型法在 50-100MPa 压力下压制成片,再在 200-240MPa 压力下进行冷等静压,保压 30-300s;

(3) 将步骤(2)得到的试样在 1450-1500℃ 下烧结,保温 2-3h 后冷却至室温,获得氧化铝陶瓷基材料。

2. 如权利 1 所述的一种氧化铝陶瓷基材料的制备方法,其特征在于:步骤(1)中的纳米氧化铝粉体的粒径为 30nm-50nm,氧化铝粉体的粒径为 5mm-7mm。

3. 如权利 1 所述的一种氧化铝陶瓷基材料的制备方法,其特征在于:步骤(1)中的 TiO_2 粒径为 30nm-80nm。

4. 如权利 1 所述的一种氧化铝陶瓷基材料的制备方法,其特征在于步骤(1)中的 CaO 粒径为 40nm-90nm。

5. 如权利 1 所述的一种氧化铝陶瓷基材料的制备方法,其特征在于步骤(1)中的 MgO 粒径为 30nm-70nm。

6. 如权利 1 所述的一种氧化铝陶瓷基材料的制备方法,其特征在于步骤(1)中的 SiO_2 粒径为 40nm-80nm。

一种氧化铝陶瓷基材料的制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于材料学领域,涉及一种陶瓷材料,具体来说是一种氧化铝陶瓷基材料的制备方法。

技术背景

[0002] 陶瓷材料具有机械强度高、硬度大、耐磨、耐高温、耐腐蚀、高绝缘性、低介电损耗等优良性能,具有重要的应用价值。但是,陶瓷材料也存在易发生脆性断裂的弱点,这限制了陶瓷材料大规模推广应用。

[0003] 氧化铝陶瓷由于其来源广、价格低等优点,成为使用最为广泛的陶瓷材料。为了防止陶瓷材料在使用过程中发生的脆性破坏,就需要对其进行韧化处理。近年来,关于氧化铝陶瓷增韧的方法有很多,如相变增韧、复合增韧、自增韧以及晶须、纤维和碳纳米管增韧等,也取得了一定的效果。1987年的德国的 Karch 等^[1]首次报道了所研制的纳米陶瓷具有高韧性与低温超塑性行为,其研究结果第一次向世界展示了纳米陶瓷潜在的优异性能,为解决长期困扰人们的陶瓷的脆性问题提供了一条新的思路。Niihara^[2]首次在微米级 Al_2O_3 基体中加入 SiC 纳米颗粒,使得陶瓷强度得到了较大程度的提高。李咏梅等^[3]在微米氧化铝粉体中添加一定比例的纳米 Al_2O_3 粉,提高了陶瓷素坯的密度,有利于烧结,也提高了氧化铝陶瓷烧结后的密度、维氏硬度和断裂韧性。赵军等^[4]从改善氧化铝的力学性能出发,探讨了纳米 Al_2O_3 粉添加对粗晶氧化铝 Al_2O_3 力学性能的影响。

[0004] 然而,这些方法总是存在着一定的问题,如碳化硅晶须原位增韧氧化铝陶瓷,碳化硅晶须存在团聚现象,影响与氧化铝陶瓷基体的相容性,且对烧结速率也会造成一定的影响;对于纤维增韧氧化铝陶瓷,虽然增韧效果明显,但是存在以下问题:一是高温下晶体相变、晶粒粗化以及玻璃相的蠕变导致纤维的高温强度下降;二是在高温成型和使用过程中,氧化物纤维易与陶瓷基体形成强结合的界面,导致纤维增强陶瓷基复合材料的脆性破坏,丧失了纤维的增韧补强作用;碳纳米管增韧也需解决其均匀分散和碳纳米管复合粉体的成型烧结工艺问题。

[0005] 对于上述李咏梅、赵军等人的方法,也存在着一些问题,比如李咏梅的方法中烧结温度高,达到 $1850^{\circ}C$;赵军使用的添加剂存在纳米材料,使得成本增加,并且烧结助剂的制备过程稍复杂,不适合量产。

[0006] 参考文献

[1] 黄勇,路学成等,氧化铝陶瓷增韧研究进展[J].江苏陶瓷,2007,40(2):11~15.

[2] Niihara K. New design concepts of structural ceramic-ceramic nanocomposite [J]. J. Ceramic. Soc. Jpn., 1991, 99(10):974~977.

[3] 申玉芳. Al_2O_3 基纳米复相陶瓷的研究进展[J]. 济南大学学报(自然科学版), 2002, 16(3):105~107.

[4] 赵军,王志等. 纳米 Al_2O_3 对氧化铝陶瓷力学性能及微观结构的影响[J]. 济南大学学报(自然科学版), 2009, 23(2):138~140.

发明内容

[0007] 针对现有技术中的上述技术问题,本发明提供了一种氧化铝陶瓷基材料的制备方法,所述的这种氧化铝陶瓷基材料的制备方法解决了现有技术中的氧化铝陶瓷韧性差的技术问题。

[0008] 本发明提供了一种氧化铝陶瓷基材料的制备方法,包括以下步骤:

(1) 称取纳米氧化铝粉体、氧化铝粉体、 TiO_2 、 CaO 、 MgO 、 SiO_2 、聚丙烯酸 PAA,上述各成分的质量百分比分别为:

纳米氧化铝	15-35%,
氧化铝粉	59%-82.5%,
TiO_2	0.5%-1%,
CaO	0.6%-1.5%,
MgO	0.09%-0.45%,
SiO_2	1.22%-3.05%,

聚丙烯酸 PAA 用量为氧化铝粉体和纳米氧化铝粉体总质量的 0.1%-1%;将纳米氧化铝粉体添加进氧化铝粉体中,按球料比 3-5:1 配置氧化铝球,倒入球磨装置中,并添加 TiO_2 、 CaO 、 MgO 、 SiO_2 、聚丙烯酸 PAA 和水,球和水的质量比为 1:1-2,在行星球磨机中球磨 4-6h 后取出,倒入一个反应容器中;

(2) 将步骤(1)得到的浆料在 80-100℃ 下干燥 8-12h 后取出,用干压成型法在 50-100MPa 压力下压制成片,再在 200-240MPa 压力下进行冷等静压,保压 30-300s;

(3) 将步骤(2)得到的试样在 1450-1500℃ 下烧结,保温 2-3h 后冷却至室温,获得氧化铝陶瓷基材料。

[0009] 进一步的,步骤(1)中的纳米氧化铝粉体的粒径为 30nm-50nm,氧化铝粉体的粒径为 5mm-7mm。

[0010] 进一步的,步骤(1)中的 TiO_2 粒径为 30mm-80mm;

进一步的,步骤(1)中的 CaO 粒径为 40mm-90mm;

进一步的,步骤(1)中的 MgO 粒径为 30mm-70mm;

进一步的,步骤(1)中的 SiO_2 粒径为 40mm-80mm。

[0011] 本发明的氧化铝陶瓷基材料的制备方法,由于制备过程中采用 TiO_2 、 CaO 、 MgO 、 SiO_2 、聚丙烯酸 PAA 等物质的混合物和纳米氧化铝粉体,因此氧化铝陶瓷可在低温的条件下致密烧结。本发明用纳米氧化铝增韧氧化铝陶瓷材料,使其抗弯强度和断裂韧性相对纯氧化铝陶瓷都有了较大程度的提高,要高于一般的纯氧化铝陶瓷的弯曲强度在 280-330MPa 之间,断裂韧性在 2-3 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 范围内。相对于其它纳米氧化铝增韧方法,本发明因使用冷等静压技术,使得断裂韧性和抗弯强度得到小幅提高,进一步提高了陶瓷材料的致密度,降低收缩率。

[0012] 本发明由于采用的大多数化学原料均非纳米尺寸,只需无压烧结常用设备,无需特殊设备,制备过程简单,生产周期短,因此,本发明的制备方法具有的适合大规模工业生产特点。

[0013] 本发明和已有技术相比,其技术进步是显著的。本发明的方法可以得到细小均匀

的氧化铝晶相、高的抗弯强度和断裂韧性的氧化铝陶瓷材料。

[0014]

具体实施方式

[0015] 实施例 1

1) 按照质量百分比称取纳米氧化铝粉体、氧化铝粉体、 TiO_2 、CaO、MgO、 SiO_2 、聚丙烯酸 PAA, 纳米氧化铝的重量百分比为 37%、氧化铝粉的重量百分比为 59%, TiO_2 的重量百分比为 1%, CaO 的重量百分比为 0.9%, MgO 的重量百分比为 0.27%, SiO_2 的重量百分比为 1.83%, PAA 用量为氧化铝粉体和纳米氧化铝粉体总质量的 0.8%, 其中纳米氧化铝粉体粒径为 30nm, 氧化铝粉体粒径为 6mm, TiO_2 粒径为 30mm; CaO 粒径为 50mm; MgO 粒径为 40mm; SiO_2 粒径为 60mm; 将纳米氧化铝粉体添加进氧化铝粉体中, 其中按球料比 3:1 配置氧化铝球, 倒入球磨罐中, 并添加 TiO_2 、CaO、MgO、 SiO_2 和水, 使球和水的质量比为 1:1, 在行星球磨机中球磨 4h 后取出, 倒入器皿中。

[0016] 2) 将步骤(1)得到的浆料在 80℃ 下干燥 10h 后取出, 用干压成型法在 100MPa 压力下压制成片, 再将试样在 200MPa 下进行冷等静压, 保压 30s。

[0017] 3) 将步骤(2)得到的试样在 1450℃ 下烧结, 保温 3h 后冷却至室温, 获得材料 1, 使用单边切口梁法与三点弯曲法对制得的复合材料进行力学测试, 性能如表 1 所示。

[0018]

实施例 2

1) 按照质量百分比称取纳米氧化铝粉体、氧化铝粉体、 TiO_2 、CaO、MgO、 SiO_2 、聚丙烯酸 PAA, 纳米氧化铝的重量百分比为 35%、氧化铝粉的重量百分比为 62%, TiO_2 的重量百分比为 1%, CaO 的重量百分比为 0.6%, MgO 的重量百分比为 0.18%, SiO_2 的重量百分比为 1.22%, PAA 用量为氧化铝粉体和纳米氧化铝粉体总质量的 0.8%, 其中纳米氧化铝粉体粒径为 28nm, 氧化铝粉体粒径为 7mm, TiO_2 粒径为 80mm; CaO 粒径为 40mm; MgO 粒径为 30mm; SiO_2 粒径为 50mm; 将纳米氧化铝粉体添加进氧化铝粉体中, 其中按球料比 3.5:1 配置氧化铝球, 倒入球磨罐中, 并添加 TiO_2 、CaO-MgO- SiO_2 和水, 使球和水的质量比为 1:1.5, 在行星球磨机中球磨 4h 后取出, 倒入器皿中;

2) 将步骤(1)得到的浆料在 78℃ 下干燥 10.5h 后取出, 用干压成型法在 80MPa 压力下压制成片, 再将试样在 230MPa 下进行冷等静压, 保压 60s。

[0019] 3) 将步骤(2)得到的试样在 1480℃ 下烧结, 保温 2h 后冷却至室温, 获得材料 2, 使用单边切口梁法与三点弯曲法对制得的复合材料进行力学测试, 性能如表 1 所示。

[0020]

实施例 3

1) 按照质量百分比称取反应原料: 纳米氧化铝粉体占 30%, 氧化铝粉体 64%, TiO_2 占 1%, CaO 占 1.5%, MgO 占 0.45%, SiO_2 占 3.05%, PAA 用量为氧化铝粉体和纳米氧化铝粉体总质量的 0.8%, 将纳米氧化铝粉体添加进氧化铝粉体中, 按球料比 3:1 配置氧化铝球, 倒入球磨罐中, 并添加 TiO_2 、CaO、MgO、 SiO_2 和水, 使球和水的质量比为 1:1, 在行星球磨机中球磨 4h 后取出, 倒入器皿中, 其中纳米氧化铝粉体粒径为 50nm, 氧化铝粉体粒径为 6mm; TiO_2 粒径为 30mm; CaO 粒径为 90mm; MgO 粒径为 60mm; SiO_2 粒径为 40mm。

[0021] 2) 将步骤(1)得到的浆料在 85℃下干燥 9.5h 后取出,用干压成型法在 60MPa 压力下压制成片,再将试样在 240MPa 下进行冷等静压,保压 200s。

[0022] 3) 将步骤(2)得到的试样在 1480℃下烧结,保温 2.5h 后冷却至室温,获得材料 3,使用单边切口梁法与三点弯曲法对制得的复合材料进行力学测试,性能如表 1 所示。

[0023]

实施例 4

1) 按照质量百分比称取反应原料:纳米氧化铝粉体占 25%,氧化铝粉体 72%, TiO₂占 0.5%, CaO 占 0.75%, MgO 占 0.225%, SiO₂占 1.525%, PAA 用量为氧化铝粉体和纳米氧化铝粉体总质量的 0.8%,将纳米氧化铝粉体添加进氧化铝粉体中,按球料比 4:1 配置氧化铝球,倒入球磨罐中,并添加 TiO₂、CaO、MgO、SiO₂和水,使球和水的质量比为 1:1,在行星球磨机中球磨 4h 后取出,倒入器皿中。其中纳米氧化铝粉体粒径为 38nm,氧化铝粉体粒径为 6.5mm; TiO₂粒径为 40mm;CaO 粒径为 60mm;MgO 粒径为 70mm;SiO₂粒径为 40mm。

[0024] 2) 将步骤(1)得到的浆料在 90℃下干燥 9h 后取出,用干压成型法在 90MPa 压力下压制成片,再将试样在 220MPa 下进行冷等静压,保压 30s。

[0025] 3) 将步骤(2)得到的试样在 1500℃下烧结,保温 2h 后冷却至室温,获得材料 4,使用单边切口梁法与三点弯曲法对制得的复合材料进行力学测试,性能如表 1 所示。

[0026]

实施例 5

(1)按照质量百分比称取反应原料:纳米氧化铝粉体占 15%,氧化铝粉体 8 占 2.5%,TiO₂占 0.5%, CaO 占 0.6%, MgO 占 0.18%, SiO₂占 1.22%, PAA 用量为氧化铝粉体和纳米氧化铝粉体总质量的 0.8%;将纳米氧化铝粉体添加进氧化铝粉体中,按球料比 5:1 配置氧化铝球,倒入球磨罐中,并添加 TiO₂、CaO、MgO、SiO₂和水,使球和水的质量比为 1:2,在行星球磨机中球磨 4h 后取出,倒入器皿中。其中纳米氧化铝粉体粒径为 46nm,氧化铝粉体粒径为 6mm;TiO₂粒径为 50mm;CaO 粒径为 40mm;MgO 粒径为 50mm;SiO₂粒径为 80mm。

[0027] (2)将步骤(1)得到的浆料在 80℃下干燥 9h 后取出,用干压成型法在 50MPa 压力下压制成片,再将试样在 200MPa 下进行冷等静压,保压 300s。

[0028] (3)将步骤(2)得到的试样在 1550℃下烧结,保温 2.5h 后冷却至室温,获得材料 5,使用单边切口梁法与三点弯曲法对制得的复合材料进行力学测试,性能如表 1 所示。

[0029] 使用单边切口梁法与三点弯曲法将上述制得的复合材料进行力学测试,具体数值如下表:

	材料 1	材料 2	材料 3	材料 4	材料 5
弯曲强度 (MPa)	377.65	398.36	420.61	400.23	379.49
断裂韧性 (MPa·m ^{1/2})	3.70	3.97	4.15	3.83	3.54