



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 101717253 A

(43) 申请公布日 2010.06.02

(21) 申请号 200910219290.8

(22) 申请日 2009.12.03

(71) 申请人 陕西科技大学

地址 710021 陕西省西安市未央区大学园区  
陕西科技大学

(72) 发明人 朱建锋 杨海波 周勇 王芬  
林营 马晓伟 齐国权

(74) 专利代理机构 西安智大知识产权代理事务  
所 61215

代理人 弋才富

(51) Int. Cl.

C04B 35/56 (2006.01)

C04B 35/10 (2006.01)

C04B 35/622 (2006.01)

权利要求书 2 页 说明书 4 页 附图 1 页

(54) 发明名称

一种  $Al_2O_3/Ti_2AlC$  陶瓷复合材料及其制备方法

(57) 摘要

一种  $Al_2O_3/Ti_2AlC$  陶瓷复合材料及其制备方法, 先将质量比 0-68.28% 的 Ti 粉、20.67-36.55% Al 粉、4.44-8.74% C 粉、2.31-59.02%  $TiO_2$  充分混合; 再在混合物中加入总质量 0.5-1% 硬脂酸钠分散剂, 通过高能球磨与烧结反应工艺, 低温下制备出  $Al_2O_3/Ti_2AlC$  复合材料。该材料纯度较高, 杂质含量低, 且该方法工艺简单, 成本低, 易于产业化。

1. 一种  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}_2\text{AlC}$  陶瓷复合材料,其特征在於,其原料重量组成成分为:200-325 目的 Ti 粉占总重量的 0-68.28%、100-200 目的 Al 粉占 20.67-36.55%、小于 325 目的 C 粉占 4.44-8.74%、小于 325 目的  $\text{TiO}_2$  粉占 2.31-59.02%和硬脂酸钠分散剂占 0.5-1%。

2. 根据权利要求 1 所述的一种  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}_2\text{AlC}$  陶瓷复合材料,其特征在於,其原料组成成分为:250 目的 Ti 粉占总重量的 64.16%、200 目的 Al 粉占 21.63%、1200 目的 C 粉占 8.48%、325 目的  $\text{TiO}_2$  占 5.73%和外加硬脂酸钠分散剂占 1.0%。

3. 根据权利要求 1 所述的一种  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}_2\text{AlC}$  陶瓷复合材料,其特征在於,其原料重量组成成分为:325 目的 Ti 粉占总重量的 56.8%、100 目的 Al 粉占 23.33%、1200 目的 C 粉占 8.02%、325 目的  $\text{TiO}_2$  粉占 11.85%和硬脂酸钠分散剂占 0.6%。

4. 根据权利要求 1 所述的一种  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}_2\text{AlC}$  陶瓷复合材料,其特征在於,其原料重量组成成分为:250 的 Ti 粉占总重量的 40.53%、200 目的 Al 粉占 27.12%、1200 目的 C 粉占 6.99%、325 目的  $\text{TiO}_2$  粉占 25.36%和硬脂酸钠分散剂占 0.5%。

5. 根据权利要求 1 所述的一种  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}_2\text{AlC}$  陶瓷复合材料,其特征在於,其原料重量组成成分为:170 目的 Al 粉占总重量的 36.55%、1200 目的 C 粉占 4.44%、400 目的  $\text{TiO}_2$  占 58.01%和硬脂酸钠分散剂占 1%。

6. 一种  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}_2\text{AlC}$  陶瓷复合材料制备方法,其特征在於,步骤如下:

一、将占总重量 0-68.28%的 200-325 目的 Ti 粉、20.67-36.55%的 100-200 目的 Al 粉、4.44-8.74%的 1200 目的 C 粉、2.31-59.02%的小于 325 目的  $\text{TiO}_2$  粉充分混合;

二、在上述混合物中加入总质量 0.5-1%的硬脂酸钠分散剂,采用高能球磨机球磨,球磨机的转速为 700-800 转每分钟,料球质量比为 1 : 10,球磨 12-24 小时,形成主晶相为  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{TiAlO}$ 、 $\text{TiC}$  的复合球磨粉体;

三、将步骤二中得到的球磨粉体在 70-80°C 下真空干燥 4-5 小时;

四、将干燥后的粉体装入石墨磨具中,在氩气或真空条件下以 1050°C -1150°C, 10-35MPa 的压力热压烧结 1-2 小时即可得到  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}_2\text{AlC}$  陶瓷复合材料。

7. 根据权利要求 6 所述的一种  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}_2\text{AlC}$  陶瓷复合材料制备方法,其特征在於,步骤如下:

一、将占总重量 64.16%的 250 目的 Ti 粉、21.63%的 200 目的 Al 粉、8.48%的 1200 目的 C 粉、5.73%的 325 目的  $\text{TiO}_2$  粉充分混合;

二、在上述混合物中加入总质量 1.0%的硬脂酸钠分散剂,采用高能球磨,球磨机的转速为 750 转每分钟,料球质量比为 1 : 10,球磨 20 小时,形成主晶相为  $\text{TiC}$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  和  $\text{TiAlO}$  细小复合球磨粉体;

三、将步骤二中得到的球磨粉体在 75°C 下真空干燥 5 小时;

四、将干燥后的粉体装入石墨磨具中,在真空条件下以 1100°C, 12MPa 的压力热压烧结 1.5 小时即可得到  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}_2\text{AlC}$  陶瓷复合材料。

8. 根据权利要求 6 所述的一种  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}_2\text{AlC}$  陶瓷复合材料制备方法,其特征在於,步骤如下:

一、将占总重量 56.8%的 325 目的 Ti 粉、23.33%的 100 目的 Al 粉、8.02%的 1200 目的 C 粉、11.85%的 325 目的  $\text{TiO}_2$  充分混合;

二、在上述混合物中加入总质量 0.6%的硬脂酸钠分散剂,采用高能球磨机球磨,球磨

机的转速为 780 转每分钟,料球质量比为 1 : 10,球磨 18 小时,形成主晶相为  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{TiAlO}$ 、 $\text{TiC}$  的复合球磨粉体;

三、将步骤二中球磨粉体在  $80^\circ\text{C}$  下真空干燥 4 小时;

四、将干燥后的粉体装入石墨磨具中,在真空条件下以  $1120^\circ\text{C}$ , 15MPa 的压力热压烧结 1.8 小时即可得到  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}_2\text{AlC}$  陶瓷复合材料。

9. 根据权利要求 6 所述的一种  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}_2\text{AlC}$  陶瓷复合材料制备方法,其特征在于,步骤如下:

一、将占总重量 40.53% 的 250 目的 Ti 粉、27.12% 的 200 目的 Al 粉、6.99% 的 1200 目的 C 粉、25.36% 的 325 目的  $\text{TiO}_2$  粉充分混合;

二、在上述混合物中加入总质量 0.5% 的硬脂酸钠分散剂,采用高能球磨机球磨,球磨机的转速为 800 转每分钟,料球质量比为 1 : 10,球磨 15 小时,形成主晶相为  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{TiAlO}$ 、 $\text{TiC}$  的复合球磨粉体;

三、将步骤二中球磨粉体在  $80^\circ\text{C}$  下真空干燥 4.5 小时;

四、将干燥后的粉体装入石墨磨具中,在氩气条件下以  $1120^\circ\text{C}$ , 20MPa 的压力热压烧结 1.8 小时即可得到  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}_2\text{AlC}$  陶瓷复合材料。

10. 根据权利要求 6 所述的一种  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}_2\text{AlC}$  陶瓷复合材料制备方法,其特征在于,步骤如下:

一、将占总重量 36.55% 的 170 目的 Al 粉、4.44% 的小于 1200 目的 C 粉、58.01% 的 400 目的  $\text{TiO}_2$  粉充分混合;

二、在上述混合物中加入总质量 1% 的硬脂酸钠分散剂,采用高能球磨机球磨,球磨机的转速为 800 转每分钟,料球质量比为 1 : 10,球磨 12 小时,形成主晶相为  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{TiAlO}$ 、 $\text{TiC}$  的复合球磨粉体;

三、将步骤二中球磨粉体在  $70^\circ\text{C}$  下真空干燥 5 小时;

四、将干燥后的粉体装入石墨磨具中,在真空条件下以  $1150^\circ\text{C}$ , 25MPa 的压力热压烧结 2 小时即可得到  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}_2\text{AlC}$  陶瓷复合材料。

## 一种 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}_2\text{AlC}$ 陶瓷复合材料及其制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明属复合材料制造领域,特别涉及一种  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}_2\text{AlC}$  陶瓷复合材料及其制备方法。

### 背景技术

[0002] 新型层状陶瓷材料  $\text{Ti}_2\text{AlC}$  以其优异性能吸引了国内外众多学者探索该材料。它们既具有金属的性能,如在常温下具有很好的导热性和导电性、较低的维氏硬度、较高的弹性模量和剪切模量、可进行机械加工,在较高温度下具有塑性;又具有陶瓷的性能,如高熔点、高热稳定性和良好的抗氧化性能。但该材料高温强度比较低而限制了其进一步应用, $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}_2\text{AlC}$  复合材料综合氧化铝陶瓷和  $\text{Ti}_2\text{AlC}$  两者的优点,具有更广泛的应用前景。

[0003] 目前,这种材料主要以  $\text{Al}_2\text{O}_3$  和  $\text{Ti}_2\text{AlC}$  两种粉体混合进行烧结,或者以  $\text{Al}$ 、 $\text{C}$ 、 $\text{TiO}_2$  为原料在高温下通过还原反应生成  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}_2\text{AlC}$  复合材料,但不管那种工艺,都存在反应温度高,含有其它杂质相等缺点,无法大规模产业化生产。因此,如何采取有效的途径,合成高纯  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}_2\text{AlC}$  复合材料是今后的研究重点。

### 发明内容

[0004] 为了克服上述现有技术的缺陷,本发明的目的在于提供一种  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}_2\text{AlC}$  陶瓷复合材料及其制备方法,通过高能球磨与烧结工艺,在低温下制备出  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}_2\text{AlC}$  复合材料;该材料纯度较高,杂质含量低,且该方法工艺简单,成本低,易于产业化。

[0005] 为了达到上述目的,本发明的技术方案是这样实现的:

[0006] 一种  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}_2\text{AlC}$  陶瓷复合材料,其原料重量组成成分为:200-325 目的  $\text{Ti}$  粉占总重量的 0-68.28%、100-200 目的  $\text{Al}$  粉占 20.67-36.55%、小于 325 目的  $\text{C}$  粉占 4.44-8.74%、小于 325 目的  $\text{TiO}_2$  粉占 2.31-59.02%和硬脂酸钠分散剂占 0.5-1%。

[0007] 以上原料组分按以下反应方程式进行设计:

[0008]  $(2x-3)\text{Ti}+(4+x)\text{Al}+x\text{C}+3\text{TiO}_2 \rightarrow x\text{Ti}_2\text{AlC}+2\text{Al}_2\text{O}_3$  (1)

[0009] 通过改变  $x$  值就可以合成出不同  $\text{Al}_2\text{O}_3$  含量的  $\text{Ti}_2\text{AlC}$  复合材料, $x = 1.5-73.5$ 。如果  $x$  大于 73.5,则生成的复合材料中  $\text{Al}_2\text{O}_3$  生成量小于产物质量的 2%而起不到增强、增韧  $\text{Ti}_2\text{AlC}$  基体的作用。

[0010] 一种  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}_2\text{AlC}$  陶瓷复合材料制备方法,步骤如下:

[0011] 一、将占总重量 0-68.28%的 200-325 目的  $\text{Ti}$  粉、20.67-36.55%的 100-200 目的  $\text{Al}$  粉、4.44-8.74%的 1200 目的  $\text{C}$  粉、2.31-59.02%的小于 325 目的  $\text{TiO}_2$  粉充分混合;

[0012] 二、在上述混合物中加入总质量 0.5-1%的硬脂酸钠分散剂,采用高能球磨机球磨,球磨机的转速为 700-800 转每分钟,料球质量比为 1:10,球磨 12-24 小时,形成主晶相为  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{TiAlO}$ 、 $\text{TiC}$  的复合球磨粉体;

[0013] 三、将步骤二中得到的球磨粉体在 70-80℃下真空干燥 4-5 小时;

[0014] 四、将干燥后的粉体装入石墨磨具中,在氩气或真空条件下以 1050℃-1150℃,

10-35MPa 的压力热压烧结 1-2 小时即可得到  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}_2\text{AlC}$  陶瓷复合材料。

[0015] 本发明利用 Ti 粉、Al 粉、C 粉以及  $\text{TiO}_2$  粉经高能球磨后,原位反应生成 TiC 中间物相。这种复合粉体经热压烧结后形成晶相为  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}_2\text{AlC}$  的复合材料。由于该材料工艺简单,烧成温度低,结构均匀致密,成本较低。拓宽了该材料的制备工艺。

#### 附图说明

[0016] 图 1 为实施例一高能球磨过程的 XRD 分析结果图。

[0017] 图 2 为实施例一 1100°C 烧结试样的 XRD 分析结果图。

#### 具体实施方式

[0018] 实施例一

[0019] 一种  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}_2\text{AlC}$  复合材料,其原料组成为:250 目的 Ti 粉占总重量的 64.16%、200 目的 Al 粉占 21.63%、1200 目的 C 粉占 8.48%、325 目的  $\text{TiO}_2$  占 5.73% 和外加硬脂酸钠分散剂占 1.0%。

[0020] 本实施例的制造方法,包括以下步骤:

[0021] 一、将占总重量 64.16% 的 250 目的 Ti 粉、21.63% 的 200 目的 Al 粉、8.48% 的 1200 目的 C 粉、5.73% 的 325 目的  $\text{TiO}_2$  粉充分混合;

[0022] 二、在上述混合物中加入总质量 1.0% 的硬脂酸钠分散剂,采用高能球磨,球磨机的转速为 750 转每分钟,料球质量比为 1 : 10,球磨 20 小时,形成主晶相为 TiC,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  和 TiAlO 细小复合球磨粉体;

[0023] 三、将步骤二中得到的球磨粉体在 75°C 下真空干燥 5 小时;

[0024] 四、将干燥后的粉体装入石墨磨具中,在真空条件下以 1100°C,12MPa 的压力热压烧结 1.5 小时即可得到  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}_2\text{AlC}$  陶瓷复合材料。

[0025] 本实施例所制备的  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}_2\text{AlC}$  化合物复合材料,其中  $\text{Ti}_2\text{AlC}$  占总重量的 95%, $\text{Al}_2\text{O}_3$  相占产物总质量 5%。该材料高能球磨和热压烧结后的物相组成如图 1 和图 2 所示,图 1 为实施例一高能球磨过程的 XRD 分析结果,显示主晶相为  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、TiAlO、TiC 的复合粉体;图 2 为实施例一 1100°C 烧结试样的 XRD 分析结果,由图可以看出,该材料主晶相为  $\text{Ti}_2\text{AlC}$  及  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,无其它杂质。

[0026] 实施例二

[0027] 一种  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}_2\text{AlC}$  陶瓷复合材料,其原料重量组成成分为:270 目的 Ti 粉占总重量的 68.28%、170 目的 Al 粉占 20.67%、1200 目的 C 粉占 8.74%、460 目的  $\text{TiO}_2$  粉占 2.31% 和硬脂酸钠分散剂占 1%。

[0028] 本实施例的制造方法,包括以下步骤:

[0029] 一、将占总重量 68.28% 的 270 目的 Ti 粉、20.67% 的 170 目的 Al 粉、8.74% 的 1200 目的 C 粉、2.31% 的 460 目的  $\text{TiO}_2$  粉充分混合;

[0030] 二、在上述混合物中加入总质量 1% 的硬脂酸钠分散剂,采用高能球磨机球磨,球磨机的转速为 800 转每分钟,料球质量比为 1 : 10,球磨 24 小时,形成主晶相为  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、TiAlO、TiC 的复合球磨粉体;

[0031] 三、将步骤二中球磨粉体在 80°C 下真空干燥 4 小时;

[0032] 四、将干燥后的粉体装入石墨磨具中,在氩气条件下以 1050℃,10MPa 的压力热压烧结 1 小时即可得到  $Al_2O_3/Ti_2AlC$  陶瓷复合材料。

[0033] 本实施例所制备的  $Al_2O_3/Ti_2AlC$  化合物复合材料,其中  $Ti_2AlC$  占总重量的 98%, $Al_2O_3$  相占产物总质量 2%。

[0034] 实施例三

[0035] 一种  $Al_2O_3/Ti_2AlC$  陶瓷复合材料,其原料重量组成成分为:325 目的 Ti 粉占总重量的 56.8%、100 目的 Al 粉占 23.33%、1200 目的 C 粉占 8.02%、325 目的  $TiO_2$  粉占 11.85% 和硬脂酸钠分散剂占 0.6%。

[0036] 本实施例的制造方法,包括以下步骤:

[0037] 一、将占总重量 56.8% 的 325 目的 Ti 粉、23.33% 的 100 目的 Al 粉、8.02% 的 1200 目的 C 粉、11.85% 的 325 目的  $TiO_2$  充分混合;

[0038] 二、在上述混合物中加入总质量 0.6% 的硬脂酸钠分散剂,采用高能球磨机球磨,球磨机的转速为 780 转每分钟,料球质量比为 1 : 10,球磨 18 小时,形成主晶相为  $Al_2O_3$ 、 $TiAlO$ 、 $TiC$  的复合球磨粉体;

[0039] 三、将步骤二中球磨粉体在 80℃ 下真空干燥 4 小时;

[0040] 四、将干燥后的粉体装入石墨磨具中,在真空条件下以 1120℃,15MPa 的压力热压烧结 1.8 小时即可得到  $Al_2O_3/Ti_2AlC$  陶瓷复合材料。

[0041] 本实施例所制备的  $Al_2O_3/Ti_2AlC$  化合物复合材料,其中  $Ti_2AlC$  占总重量的 90%, $Al_2O_3$  相占产物总质量 10%。

[0042] 实施例四

[0043] 一种  $Al_2O_3/Ti_2AlC$  陶瓷复合材料,其原料重量组成成分为:250 的 Ti 粉占总重量的 40.53%、200 目的 Al 粉占 27.12%、1200 目的 C 粉占 6.99%、325 目的  $TiO_2$  粉占 25.36% 和硬脂酸钠分散剂占 0.5%。

[0044] 本实施例的制造方法,包括以下步骤:

[0045] 一、将占总重量 40.53% 的 250 目的 Ti 粉、27.12% 的 200 目的 Al 粉、6.99% 的 1200 目的 C 粉、25.36% 的 325 目的  $TiO_2$  粉充分混合;

[0046] 二、在上述混合物中加入混合物总质量 0.5% 的硬脂酸钠分散剂,采用高能球磨机球磨,球磨机的转速为 800 转每分钟,料球质量比为 1 : 10,球磨 15 小时,形成主晶相为  $Al_2O_3$ 、 $TiAlO$ 、 $TiC$  的复合球磨粉体;

[0047] 三、将步骤二中球磨粉体在 80℃ 下真空干燥 4.5 小时;

[0048] 四、将干燥后的粉体装入石墨磨具中,在氩气条件下以 1120℃,20MPa 的压力热压烧结 1.8 小时即可得到  $Al_2O_3/Ti_2AlC$  陶瓷复合材料。

[0049] 本实施例所制备的  $Al_2O_3/Ti_2AlC$  化合物复合材料,其中  $Ti_2AlC$  占总重量的 80%, $Al_2O_3$  相占产物总质量 20%。

[0050] 实施例五

[0051] 一种  $Al_2O_3/Ti_2AlC$  陶瓷复合材料,其原料重量组成成分为:170 目的 Al 粉占总重量的 36.55%、1200 目的 C 粉占 4.44%、400 目的  $TiO_2$  占 58.01% 和硬脂酸钠分散剂占 1%。

[0052] 本实施例的制造方法,包括以下步骤:

[0053] 一、将占总重量 36.55% 的 170 目的 Al 粉、4.44% 的小于 1200 目的 C 粉、58.01%

的 400 目的  $\text{TiO}_2$  粉充分混合；

[0054] 二、在上述混合物中加入总质量 1% 的硬脂酸钠分散剂,采用高能球磨机球磨,球磨机的转速为 800 转每分钟,料球质量比为 1 : 10,球磨 12 小时,形成主晶相为  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{TiAlO}$ 、 $\text{TiC}$  的复合球磨粉体；

[0055] 三、将步骤二中球磨粉体在  $70^\circ\text{C}$  下真空干燥 5 小时；

[0056] 四、将干燥后的粉体装入石墨磨具中,在真空条件下以  $1150^\circ\text{C}$ , 25MPa 的压力热压烧结 2 小时即可得到  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}_2\text{AlC}$  陶瓷复合材料。

[0057] 本实施例所制备的  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}_2\text{AlC}$  化合物复合材料,其中  $\text{Ti}_2\text{AlC}$  占总重量的 49.77%,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  相占产物总质量 50.23%。

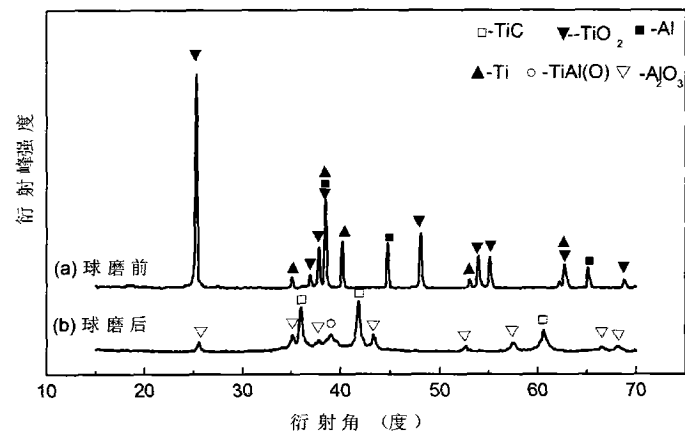


图 1

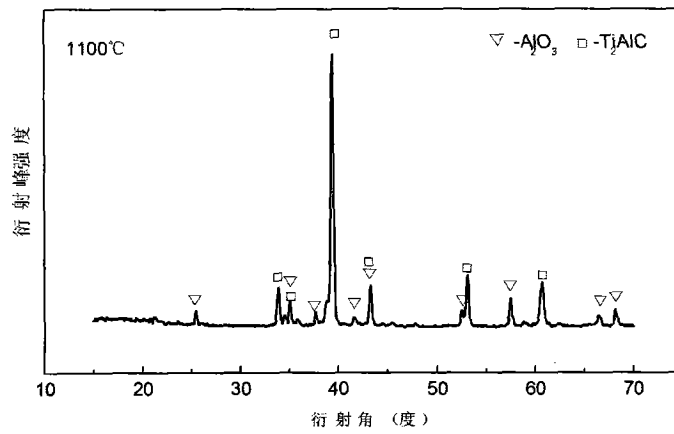


图 2