



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 116375486 B

(45) 授权公告日 2024.09.03

(21) 申请号 202310239073.5

C04B 35/10 (2006.01)

(22) 申请日 2023.03.08

C04B 35/622 (2006.01)

C04B 35/628 (2006.01)

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 116375486 A

(56) 对比文件

CN 107602093 A, 2018.01.19

CN 110983757 A, 2020.04.10

US 5589115 A, 1996.12.31

(43) 申请公布日 2023.07.04

(73) 专利权人 航天特种材料及工艺技术研究所

地址 100074 北京市丰台区云岗北里40号
院

审查员 杨敏

(72) 发明人 钟文丽 刘一畅 孙志强 马新洲

吕毅 赵英民

(74) 专利代理机构 北京君尚知识产权代理有限公司

公司 11200

专利代理师 邱晓锋

(51) Int. Cl.

C04B 35/80 (2006.01)

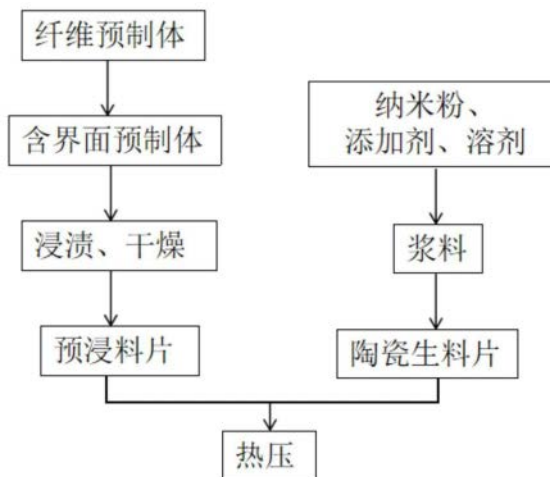
权利要求书1页 说明书8页 附图1页

(54) 发明名称

一种快速低成本制备氧化铝纤维增强氧化铝陶瓷基复合材料的方法

(57) 摘要

本发明涉及一种快速低成本制备氧化铝纤维增强氧化铝陶瓷基复合材料的方法。该方法包括：对氧化铝纤维预制体进行预处理，去除浸润剂；制备磷酸镧界面浆料；将预处理后的氧化铝纤维预制体在磷酸镧界面浆料中进行真空浸渍，然后进行干燥、烧结，得到含有磷酸镧界面层的预制体；制备氧化铝浆料；将含有磷酸镧界面层的预制体在氧化铝浆料中进行真空浸渍，然后进行干燥，得到片状预浸料；将氧化铝浆料通过流延成型制备氧化铝生料片；将氧化铝生料片与片状预浸料相间铺排于模具中，然后进行烧结，得到氧化铝纤维增强氧化铝陶瓷基复合材料。本发明能够实现短周期、低成本制备高性能连续氧化铝纤维增强氧化铝复合材料，对该材料产业化具有重要意义。



1. 一种快速低成本制备氧化铝纤维增强氧化铝陶瓷基复合材料的方法,其特征在于,包括以下步骤:

对氧化铝纤维预制体进行预处理,去除浸润剂;

制备磷酸镧界面浆料;

将预处理后的氧化铝纤维预制体在磷酸镧界面浆料中进行真空浸渍,然后进行干燥、烧结,得到含有磷酸镧界面层的预制体;

制备氧化铝浆料;

将含有磷酸镧界面层的预制体在氧化铝浆料中进行真空浸渍,然后进行干燥,得到片状预浸料;

将氧化铝浆料通过流延成型制备氧化铝生料片;

将氧化铝生料片与片状预浸料相间铺排于模具中,然后进行烧结,得到氧化铝纤维增强氧化铝陶瓷基复合材料;

所述制备磷酸镧界面浆料,采用的原料是含镧离子水溶液和含磷酸根水溶液,将所述含镧离子水溶液和所述含磷酸根水溶液按照镧和磷的摩尔比为1:1进行混合;

所述磷酸镧界面浆料中磷酸镧的固含量为25-80g/L,粘度为5-40mPa·s, pH为1-5,缓冲液为氨水和盐酸;分散剂为聚丙烯酸盐、十八碳烯胺醋酸盐或烷基季铵盐中的至少一种,分散剂含量为0.1~2wt%;消泡剂为乙二醇、有机硅,磷酸三丁酯中的至少一种,消泡剂含量为0.5~3wt%;改性剂为六偏磷酸钠、聚乙二胺中的至少一种,改性剂添加量为0.5~6wt%;

所述制备氧化铝浆料,采用的氧化铝粉体为20-60nm的 α - Al_2O_3 粉体,固含量为40~75wt%;分散剂为是失水山梨醇脂肪酸酯、聚氧乙烯失水山梨醇脂肪酸酯、聚丙烯酸盐中的至少一种,分散剂添加量为0.1~3wt%;塑化剂为聚乙二醇、丙三醇、邻苯二甲酸二丁酯中的至少一种,塑化剂含量为1~5wt%;粘结剂为聚乙烯醇、丙烯酸共聚物、乳胶中的至少一种,粘结剂含量为2~7wt%;烧结助剂为氧化钙、氧化镁、氧化硅、氧化钇、氧化镧中的至少一种,烧结助剂含量为1~8wt%,溶剂为水;

所述烧结的温度为1000~1300℃,压力为5~20MPa,保温时间为10~30min。

2. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,所述氧化铝纤维预制体,是由氧化铝纤维束编织的2D织物;所述预处理的温度为400~600℃,时间为30min~2h。

3. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,制备所述含有磷酸镧界面层的预制体的步骤包括:将预处理后的氧化铝纤维预制体在磷酸镧界面浆料中进行真空浸渍,真空度为-0.05~-0.1MPa,浸渍时间为1-2h;然后将预制体拿出进行干燥,干燥温度为80~120℃,干燥时间为2~10h;然后进行烧结,烧结温度为600~900℃,保温时间为10~60min;重复浸渍-干燥-烧结过程2-4次,获得含有磷酸镧界面层的预制体。

4. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,制备所述片状预浸料的步骤包括:将含有磷酸镧界面层的预制体在氧化铝浆料中进行真空浸渍,真空度为-0.06~-0.09MPa,浸渍时间为2-3h;然后取出预制体在室温干燥2~8h,得到片状预浸料。

5. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,制备所述氧化铝生料片的步骤包括:将氧化铝浆料通过流延成型制备100~800 μm 厚的柔性氧化铝生料片,然后室温干燥1~6h。

6. 根据权利要求1~5中任一项所述方法制备的氧化铝纤维增强氧化铝陶瓷基复合材料。

一种快速低成本制备氧化铝纤维增强氧化铝陶瓷基复合材料的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及纤维增强陶瓷基复合材料技术领域,尤其涉及一种氧化铝纤维增强陶瓷基复合材料及其制备方法。

背景技术

[0002] 连续陶瓷纤维增强陶瓷基复合材料(CFRCMCS)可以明显改善单体陶瓷脆性大和可靠性差的不足,提高损伤容限,同时兼具单体陶瓷的高强度、高硬度、耐磨损、耐腐蚀等优点。与合金材料相比,CFRCMCs具有密度低、耐高温等优点,应用在航空发动机时无需冷却系统,可以提高燃料的燃烧效率,进而减少CO和NO等废气的排放。CFRCMCS是航空发动机等高温部件的主要候选材料,在航空航天等领域具有广阔的应用前景。当前,较为先进的CFRCMCS是碳化硅(SiC)基复合材料,主要以碳纤维和碳化硅纤维为增强体,即C/SiC,SiC/SiC复合材料,二者都作为高温结构材料在航空航天等领域得到了广泛的应用。然而,SiC基复合材料在高温环境中存在氧化问题,易导致力学性能下降。与非氧化物复合材料相比,连续氧化物纤维增强氧化物基复合材料(氧化物/氧化物复合材料)具有成本低、抗氧化等特点,可以在高温有氧环境中长时服役并能保证力学性能的稳定。氧化物/氧化物复合材料是耐高温结构材料体系中一个重要的分支,同时也是航空发动机等高温部件的重要备选材料。

[0003] 目前,国内高性能连续氧化物/氧化物复合材料增强体主要是氧化铝纤维、莫来石纤维,基体成分主要是莫来石、氧化硅、氧化铝或者它们的混合物。连续氧化铝纤维增强氧化铝复合材料的制备技术除了要能满足耐高温、抗热震、高强度、高韧性等优良性能外,也要具有制备工艺简单,生产周期短,成本较低等易于产业化和市场化的特点。对于复合材料而言,因为国内对相关原材料的研究起步较晚,所以复合材料的研究还比较少,商业化的连续氧化铝纤维增强氧化铝复合材料在国内基本空白。

[0004] 氧化铝纤维增强陶瓷基复合材料按有无界面可以分为两大类:一类是含有氧化铝、PyC、BN等界面的复合材料,如专利CN 106966703B,CN 12250460B,这类复合材料各项力学性能和高温性能更好,抗老化能力高,但是制备周期长,成本偏高;另一类是无界面的复合材料,如专利CN 111978092B,CN 114455962A,这类复合材料制备周期短,成本稍低,但是力学性能稍差,存在热老化问题。

[0005] 在已公布的氧化铝纤维增强陶瓷基复合材料的制备方法中,主要包括浆料-浸渍(SI)、电泳沉积(EPD)、缠绕工艺(W)、热压工艺(HP),先驱体浸渍裂解(PIP)、溶胶凝胶(Sol-Gel)等,分别存在生产周期长、工艺成熟度低、产品质量稳定性不高等问题,最终造成产业化困难。

[0006] 总的来说,目前氧化铝纤维增强陶瓷基复合材料的制备方法主要存在有以下几个问题:

[0007] 1、针对无界面的陶瓷复合材料,其主要缺点是材料在受力发生裂纹扩展时,裂纹

偏转实现困难,且这种问题在长期高温使用后更明显。

[0008] 2、针对含氧化铝界面复合材料,其主要缺点是界面成分和基体成分相似,结构相差不大,界面强度跟基体强度相差较小,由弱界面引起的裂纹扩展偏转和纤维拔出现象并不明显。

[0009] 3、针对含PyC界面层的复合材料,其主要缺点为PyC界面高温状态下容易氧化,从而一定程度上限制了材料的高温使用条件。

[0010] 4、针对热压成型复合材料,制备过程需要反复浸渍-干燥-烧结,制备周期较长,成本较高。

[0011] 因此,继续开发新的技术,实现短周期、低成本制备高性能连续氧化铝纤维增强氧化铝复合材料,对该材料最终产业化和商业化具有重要意义。

发明内容

[0012] 针对现有复合材料制备技术中存在的缺陷或不足,本发明的目的是提供一种快速低成本制备氧化铝纤维增强氧化铝陶瓷基复合材料的方法。

[0013] 本发明提供了如下技术方案:

[0014] 一种快速低成本制备氧化铝纤维增强氧化铝陶瓷基复合材料的方法,包括以下步骤:

[0015] 对氧化铝纤维预制体进行预处理,去除浸润剂;

[0016] 制备磷酸镧界面浆料;

[0017] 将预处理后的氧化铝纤维预制体在磷酸镧界面浆料中进行真空浸渍,然后进行干燥、烧结,得到含有磷酸镧界面层的预制体;

[0018] 制备氧化铝浆料;

[0019] 将含有磷酸镧界面层的预制体在氧化铝浆料中进行真空浸渍,然后进行干燥,得到片状预浸料;

[0020] 将氧化铝浆料通过流延成型制备氧化铝生料片;

[0021] 将氧化铝生料片与片状预浸料相间铺排于模具中,然后进行烧结,得到氧化铝纤维增强氧化铝陶瓷基复合材料。

[0022] 进一步地,本发明所用的预制体,是由氧化铝纤维束编织的2D织物,可以是平纹、缎纹、斜纹等编制工艺。预制体在使用前要进行预处理,即除胶。根据预制体的形态和厚度需求,除胶温度在400~600℃,除胶时间在30min~2h之间。

[0023] 进一步地,所述制备磷酸镧界面浆料,采用的界面原料是含镧离子水溶液和含磷酸根水溶液。所述含镧离子水溶液采用硝酸镧、氯化镧或其他易溶于水的镧盐制备而成,所述含磷酸根水溶液采用磷酸、易溶于水的磷酸氢盐、易溶于水的磷酸二氢盐或易溶于水的磷酸盐制备而成。含镧离子水溶液和含磷酸根水溶液按照含有的镧(La)和磷(P)的摩尔比为1:1进行混合,制得磷酸镧前驱体溶液(LaPO₄前驱体溶液),磷酸镧固含量在25-80g/L,粘度在5-40mPa·s,pH在1-5之间;缓冲液为氨水和盐酸;分散剂为聚丙烯酸盐、十八碳烯胺醋酸盐或烷基季铵盐中的一种或多种的混合物,分散剂含量在0.1~2wt%之间;消泡剂为乙二醇、有机硅,磷酸三丁酯中的一种或多种的混合物,消泡剂质量分数在0.5~3wt%;改性剂为六偏磷酸钠、聚乙二胺中的一种或者两种的混合物,改性剂添加量在0.5~6wt%。

[0024] 进一步地,制备所述含有磷酸镧界面层的预制体的步骤包括:将除胶后的预制体真空浸渍于界面浆料中,真空度为 $-0.05 \sim -0.1\text{MPa}$ 之间,浸渍时间为 $1 \sim 2\text{h}$ 。然后将预制体拿出,置于鼓风干燥箱中干燥,干燥温度在 $80 \sim 120^\circ\text{C}$,干燥时间为 $2 \sim 10\text{h}$ 。最后将干燥后的样品进行烧结,烧结温度为 $600 \sim 900^\circ\text{C}$,保温时间为 $10 \sim 60\text{min}$ 。重复浸渍-干燥-烧结过程 $2 \sim 4$ 次,获得带有磷酸镧界面层的预制体。

[0025] 进一步地,所述制备氧化铝浆料,采用的氧化铝粉体为 $20 \sim 60\text{nm}$ 的 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 粉体,固含量在 $40 \sim 75\text{wt}\%$ 之间,分散剂为是失水山梨醇脂肪酸酯、聚氧乙烯失水山梨醇脂肪酸酯、聚丙烯酸盐中的一种或者多种混合物,分散剂添加量为 $0.1 \sim 3\text{wt}\%$ 之间,塑化剂为聚乙二醇、丙三醇、邻苯二甲酸二丁酯中的一种或者多种混合物,塑化剂含量在 $1 \sim 5\text{wt}\%$ 之间,粘结剂为聚乙烯醇、丙烯酸共聚物、乳胶中的一种或多种混合物,粘结剂含量在 $2 \sim 7\text{wt}\%$ 之间,烧结助剂为氧化钙、氧化镁、氧化硅、氧化钇、氧化镧中的一种或者多种混合物,烧结助剂含量在 $1 \sim 8\text{wt}\%$ 之间,溶剂为水。将一定量氧化铝粉、各添加剂按次序加入溶剂中,然后在球磨罐中球磨 $6 \sim 24\text{h}$ 。

[0026] 进一步地,制备所述片状预浸料的步骤包括:将含界面预制体真空浸渍于氧化铝浆料中,真空度为 $-0.06 \sim -0.09\text{MPa}$ 之间,浸渍时间为 $2 \sim 3\text{h}$ 。然后拿出预制体室温干燥 $2 \sim 8\text{h}$,得到片状预浸料(预浸料片)。

[0027] 进一步地,制备所述氧化铝生料片的步骤包括:将氧化铝浆料通过流延成型制备 $100 \sim 800\mu\text{m}$ 厚的柔性氧化铝生料片,然后室温干燥 $1 \sim 6\text{h}$ 。

[0028] 进一步地,烧结制备复合材料的步骤包括:将氧化铝生料片与片状预浸料交叉(相间)铺排于石墨模具中,铺排层数根据需求而定,然后置于热压炉中烧结。烧结温度为 $1000 \sim 1300^\circ\text{C}$ 之间,压力为 $5 \sim 20\text{MPa}$,保温时间为 $10 \sim 30\text{min}$ 。

[0029] 本发明还提供一种采用上述方法制备的氧化铝纤维增强氧化铝陶瓷基复合材料。

[0030] 本发明具有如下优点:

[0031] 1、本发明制备经过改性的磷酸镧浆料为界面浆料,不仅能确保涂覆效果,且相对于本类材料已公布的其他界面而言有更好的抗氧化能力和化学稳定性,可以实现复合材料增强增韧机理。

[0032] 2、本发明所有基体为非湿态柔性薄片,增强体和基体通过一次热压复合而成,避免反复浸渍过程,生产周期更短,生产成本更低,有利于产业化生产。

[0033] 3、本发明使用纳米级别的 α -氧化铝粉体和适量烧结助剂的生料片,具有更低的烧结温度,减少高温对纤维的热蚀效应。

[0034] 4、本发明采用厚度可控的氧化铝液态生料片,可以调节纤维层与层之间基体厚度,确保层间基体成分致密,层与层之间有较高抗剪切强度。

附图说明

[0035] 为了更清楚地说明本发明实施例或现有技术中的技术方案,下面将对实施例或现有技术描述中所需要使用的附图作简单的介绍,显而易见地,下面描述中的附图是本发明的一些实施例,对于本领域普通技术人员来讲,在不付出创造性劳动的前提下,还可以根据附图获得其他的附图。

[0036] 图1是本发明的制备流程图。

具体实施方式

[0037] 为使本发明的目的、技术方案和优点更加清楚,下面将结合本发明实施例,对本发明的技术方案进行清楚、完整的描述。显然,所描述的实施例是本发明的一部分实施例,而不是全部实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动的前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

[0038] 本发明实施例提供一种快速制备氧化铝纤维增强陶瓷基复合材料的方法,其制备流程如图1所示。主要包括以下步骤:

[0039] (1) 处理预制体。本发明所用的预制体,是由氧化铝纤维束编织的2D织物,可以是平纹、缎纹、斜纹等编制工艺,预制体在使用前要进行除胶。根据预制体的形态和厚度需求,除胶温度在400~600℃(可以为该范围内的任意数值,例如400℃、450℃、500℃、550℃、600℃),除胶时间在30min~2h之间(可以为该范围内的任意数值,例如0.5h、1h、1.5h、2h),得到去除浸润剂的纤维预制体。

[0040] (2) 制备磷酸镧界面浆料。界面原料是含镧离子水溶液和含磷酸根水溶液,所述含镧离子水溶液采用硝酸镧、氯化镧或其他易溶于水的镧盐制备而成,所述含磷酸根水溶液采用磷酸、易溶于水的磷酸氢盐、易溶于水的磷酸二氢盐或易溶于水的磷酸盐制备而成。含镧离子水溶液和含磷酸根水溶液按照含有的镧和磷的摩尔比为1:1进行混合,制得磷酸镧前驱体溶液。制备的磷酸镧固含量在25-80g/L(可以为该范围内的任意数值,例如25g/L、30g/L、40g/L、50g/L、60g/L、70g/L、80g/L),粘度在5-40mPa·s(可以为该范围内的任意数值,例如5mPa·s、10mPa·s、15mPa·s、20mPa·s、25mPa·s、30mPa·s、35mPa·s、40mPa·s),pH在1-5之间(可以为该范围内的任意数值,例如1、2、3、4、5),缓冲液为氨水和盐酸,分散剂为聚丙烯酸盐、十八碳烯胺醋酸盐或烷基季铵盐中的一种或多种的混合物,分散剂含量在0.1~2wt%之间(可以为该范围内的任意数值,例如0.5wt%、1wt%、1.5wt%、2wt%),消泡剂为乙二醇、有机硅,磷酸三丁酯中的一种或多种的混合物,消泡剂质量分数在0.5~3wt%(可以为该范围内的任意数值,例如0.5wt%、1wt%、1.5wt%、2wt%、2.5wt%、3wt%),改性剂为六偏磷酸钠、聚乙二胺中的一种或者两种的混合物,改性剂添加量在0.5~6wt%(可以为该范围内的任意数值,例如0.5wt%、1wt%、1.5wt%、2wt%、2.5wt%、3wt%、3.5wt%、4wt%、4.5wt%、5wt%、5.5wt%、6wt%)。

[0041] (3) 制备磷酸镧界面层。将除胶后的预制体真空浸渍于界面浆料中,真空度为-0.05~-0.1MPa之间(可以为该范围内的任意数值,例如-0.05MPa、-0.06MPa、-0.07MPa、-0.08MPa、-0.09MPa、-0.1MPa),浸渍时间为1-2h(可以为该范围内的任意数值,例如1h、1h30min、2h)。然后将预制体拿出,置于鼓风干燥箱中干燥,干燥温度在80~120℃(可以为该范围内的任意数值,例如80℃、90℃、100℃、110℃、120℃),干燥时间为2~10h(可以为该范围内的任意数值,例如2h、3h、4h、5h、6h、7h、8h、9h、10h)。最后将干燥后的样品进行烧结,烧结温度为600~900℃(可以为该范围内的任意数值,例如600℃、700℃、800℃、900℃),保温时间为10~60min(可以为该范围内的任意数值,例如10min、20min、30min、40min、50min、60min)。重复浸渍-干燥-烧结过程2-4次(可以为该范围内的任意数值,例如2次、3次、4次),获得带有磷酸镧界面的预制体。

[0042] (4) 制备氧化铝浆料。氧化铝粉体为20-60nm(可以为该范围内的任意数值,例如20nm、40nm、60nm)的 α -Al₂O₃粉体,固含量在40~75wt%(可以为该范围内的任意数值,例如

40wt%、45wt%、50wt%、55wt%、60wt%、65wt%、70wt%、75wt%) 之间,分散剂为是失水山梨醇脂肪酸酯、聚氧乙烯失水山梨醇脂肪酸酯、聚丙烯酸盐中的一种或者多种的混合物,分散剂添加量为0.1~3wt% (可以为该范围内的任意数值,例如0.5wt%、1wt%、1.5wt%、2wt%、2.5wt%、3wt%) 之间,塑化剂为聚乙二醇、丙三醇、邻苯二甲酸二丁酯中的一种或者多种的混合物,塑化剂含量在1~5wt% (可以为该范围内的任意数值,例如1wt%、2wt%、3wt%、4wt%、5wt%) 之间,粘结剂为聚乙烯醇、丙烯酸共聚物、乳胶中的一种或多种的混合物,粘结剂含量在2~7wt% (可以为该范围内的任意数值,例如2wt%、3wt%、4wt%、5wt%、6wt%、7wt%) 之间,烧结助剂为氧化钙、氧化镁、氧化硅、氧化钇、氧化镧中的一种或者多种的混合物,烧结助剂含量在1~8wt% (可以为该范围内的任意数值,例如1wt%、2wt%、3wt%、4wt%、5wt%、6wt%、7wt%、8wt%) 之间,溶剂为水。将一定量氧化铝粉、添加剂按次序加入溶剂中,然后在球磨罐中球磨6~24h (可以为该范围内的任意数值,例如6h、10h、12h、14h、16h、18h、20h、22h、24h)。

[0043] (5) 制备片状预浸料。将含界面预制体真空浸渍于氧化铝浆料中,真空度为-0.06~-0.09MPa (可以为该范围内的任意数值,例如-0.08MPa、-0.09MPa) 之间,浸渍时间为2-3h (可以为该范围内的任意数值,例如2h、2h30min、3h)。然后拿出预制体室温干燥2~8h (可以为该范围内的任意数值,例如2h、3h、4h、5h、6h、7h、8h)。

[0044] (6) 制备柔性氧化铝生料片。将氧化铝浆料通过流延成型制备100~800 μm 厚 (可以为该范围内的任意数值,例如100 μm 、200 μm 、300 μm 、400 μm 、500 μm 、600 μm 、700 μm 、800 μm) 的柔性氧化铝生料片,然后室温干燥1~6h (可以为该范围内的任意数值,例如1h、2h、3h、4h、5h、6h)。

[0045] (7) 烧结制备复合材料:将氧化铝生料片与片状预浸料交叉(相间)铺排于石墨模具中,铺排层数根据需求而定,然后置于热压炉中烧结。烧结温度为1000~1300 $^{\circ}\text{C}$ (可以为该范围内的任意数值,例如1000 $^{\circ}\text{C}$ 、1100 $^{\circ}\text{C}$ 、1200 $^{\circ}\text{C}$ 、1300 $^{\circ}\text{C}$) 之间,压力为5~20MPa (可以为该范围内的任意数值,例如5MPa、10MPa、15MPa、20MPa),保温时间10~30min (可以为该范围内的任意数值,例如10min、20min、30min)。

[0046] 下面结合实施例对本发明中的技术方案进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施例是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例,基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动的前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

[0047] 实施例1:

[0048] (1) 取连续氧化铝纤维编制的平纹布,置于马弗炉中除胶,除胶温度为400 $^{\circ}\text{C}$,时间为60min。

[0049] (2) 制备固含量为40g/L的磷酸镧界面浆料,分散剂含量为1.5wt%,消泡剂为0.8wt%,改性剂含量为2wt%,pH为3.5,测得浆料粘度为12mPa·s。

[0050] (3) 将预制体置于界面浆料中,然后放入真空浸渍罐,抽真空30min,真空度达到-0.07MPa,然后保真空1.5h。将浸渍过的预制体放入鼓风干燥箱中,干燥温度为80 $^{\circ}\text{C}$,干燥时间为3h。将干燥后样品进行烧结,烧结温度为700 $^{\circ}\text{C}$ 。然后浸渍-干燥-烧结2次,得到含界面预制体,测得界面层厚度为300nm。

[0051] (4) 制备固含量为60%的氧化铝浆料,其中分散剂含量为0.5wt%,塑化剂含量为

5wt%，粘结剂含量为2%，烧结助剂含量在4%。然后放入球磨罐中球磨10h。

[0052] (5) 将预制体放入真空罐中，真空浸渍氧化铝浆料，真空度为-0.08MPa，保真空时间为1.5h。然后取出预制体真空干燥3h。

[0053] (6) 将氧化铝浆料用流延成型后，室温干燥4h，得到300 μ m厚的氧化铝生料片。

[0054] (7) 将氧化铝生料片和纤维预制体交叉铺层在模具中，裁剪掉多余边角料，然后再放入热压炉中，烧结温度为1200 $^{\circ}$ C，压力为10MPa，保压时间为2min。最终制得130 \times 30 \times 4mm样品，制成标准件后，测得密度为2.71g/cm³，材料拉伸强度190.4MPa，断裂韧性为16.4MPa。

[0055] 实施例2：

[0056] (1) 取连续氧化铝纤维编制的缎纹布，置于马弗炉中除胶，除胶温度为600 $^{\circ}$ C，时间为2h。

[0057] (2) 制备固含量为60g/L的磷酸镧界面浆料，分散剂含量为1.5wt%，消泡剂为0.8wt%，改性剂含量为2wt%，pH为3.5，测得浆料粘度为14.5mPa·s。

[0058] (3) 将预制体置于界面浆料中，然后放入真空浸渍罐，抽真空30min，真空度达到-0.07MPa，然后保真空1.5h。将浸渍过的预制体放入鼓风干燥箱中，干燥温度为80 $^{\circ}$ C，干燥时间为3h。将干燥后样品进行烧结，烧结温度为600 $^{\circ}$ C。然后浸渍-干燥-烧结4次，得到含界面预制体，测得界面层厚度为400nm。

[0059] (4) 制备固含量为60%氧化铝浆料，其中分散剂含量为3wt%，塑化剂含量为5wt%，粘结剂含量为2%，烧结助剂为氧化钙，含量在4%。然后放入球磨罐中球磨10h。

[0060] (5) 将预制体放入真空罐中，真空浸渍氧化铝浆料，真空度为-0.08MPa，保真空时间为1.5h。然后取出预制体真空干燥3h。

[0061] (6) 将氧化铝浆料用流延成型后，室温干燥4h，得到200 μ m厚的氧化铝生料片。

[0062] (7) 将氧化铝生料片和纤维预制体交叉铺层在模具中，裁剪掉多余边角料，然后再放入热压炉中，烧结温度为1100 $^{\circ}$ C，压力为10MPa，保压时间为2min。最终制得130 \times 30 \times 4mm样品，制成标准件后，测得密度为2.68g/cm³，材料拉伸强度181.4MPa，断裂韧性为12.4MPa。

[0063] 实施例3：

[0064] (1) 取连续氧化铝纤维编制的斜纹布，置于马弗炉中除胶，除胶温度为500 $^{\circ}$ C，时间为120min。

[0065] (2) 制备固含量为50g/L的磷酸镧界面浆料，分散剂含量为1.5wt%，消泡剂为0.8wt%，改性剂含量为2wt%，pH为3.5，测得浆料粘度为13.5mPa·s。

[0066] (3) 将预制体置于界面浆料中，然后放入真空浸渍罐，抽真空30min，真空度达到-0.07MPa，然后保真空1.5h。将浸渍过的预制体放入鼓风干燥箱中，干燥温度为80 $^{\circ}$ C，干燥时间为3h。将干燥后样品进行烧结，烧结温度为600 $^{\circ}$ C。然后浸渍-干燥-烧结4次，得到含磷酸镧界面的预制体，测得界面层厚度为400nm。

[0067] (4) 制备固含量为71%的氧化铝浆料，其中分散剂含量为3wt%，塑化剂含量为5wt%，粘结剂含量为2%，烧结助剂含量在4%，然后放入球磨罐中球磨10h。

[0068] (5) 将预制体放入真空罐中，真空浸渍氧化铝浆料，真空度为-0.08MPa，保真空时间为2h，而后取出预制体真空干燥3h。

[0069] (6) 将氧化铝浆料用流延成型后，室温干燥4h，得到300 μ m厚的氧化铝生料片。

[0070] (7) 将氧化铝生料片和纤维预制体交叉铺层在模具中，裁剪掉多余边角料，然后再

放入热压炉中,烧结温度为1300℃,压力为10MPa,保压时间为20min。最终制得130×30×4mm样品,制成标准件后,测得密度为2.76g/cm³,材料拉伸强度170.4MPa,断裂韧性为14.7MPa。

[0071] 实施例4:

[0072] (1) 取连续氧化铝纤维编制的斜纹布,置于马弗炉中除胶,除胶温度为400℃,时间为120min。

[0073] (2) 制备固含量为55g/L的磷酸镧界面浆料,分散剂含量为1.5wt%,消泡剂为0.8wt%,改性剂含量为2wt%,pH为3.5,测得浆料粘度为13.9mPa·s。

[0074] (3) 将预制体置于界面浆料中,然后放入真空浸渍罐,抽真空30min,真空度达到-0.08MPa,然后保真空1.5h。将浸渍过的预制体放入鼓风干燥箱中,干燥温度为80℃,干燥时间为3h。将干燥后样品进行烧结,烧结温度为600℃。然后浸渍-干燥-烧结3次,得到含磷酸镧界面层的预制体,测得界面层厚度为300nm。

[0075] (4) 制备固含量为65%的氧化铝浆料,其中分散剂含量为2wt%,塑化剂含量为5wt%,粘结剂含量为2%,烧结助剂含量在4%,而后放入球磨罐中球磨10h。

[0076] (5) 将预制体放入真空罐中,真空浸渍氧化铝浆料,真空度为-0.08MPa,保真空时间为2.5h。然后取出预制体真空干燥3h。

[0077] (6) 将氧化铝浆料用流延成型后,室温干燥4h,得到500μm厚的氧化铝生料片。

[0078] (7) 将氧化铝生料片和纤维预制体交叉铺层在模具中,裁剪掉多余边角料,然后再放入热压炉中,烧结温度为1300℃,压力为20MPa,保压时间为20min。最终制得130×30×4mm样品,制成标准件后,测得密度为2.79g/cm³,材料拉伸强度161.4MPa,断裂韧性为15.7MPa。

[0079] 实施例5:

[0080] (1) 取连续氧化铝纤维编制的缎纹布,置于马弗炉中除胶,除胶温度为500℃,时间为60min。

[0081] (2) 制备固含量为50g/L的磷酸镧界面浆料,分散剂含量为2.0wt%,消泡剂为1.2wt%,改性剂含量为2.5wt%,pH为4,测得浆料粘度为14.6mPa·s。

[0082] (3) 将预制体置于界面浆料中,然后放入真空浸渍罐,抽真空40min,真空度达到-0.08MPa,然后保真空1h。将浸渍过的预制体放入鼓风干燥箱中,干燥温度为80℃,干燥时间为4h。将干燥后样品进行烧结,烧结温度为700℃。然后浸渍-干燥-烧结4次,得到含有磷酸镧界面的预制体,测得界面层厚度为400nm。

[0083] (4) 制备固含量为60%氧化铝浆料,其中分散剂含量为1wt%,塑化剂含量为3wt%,粘结剂含量为2%,烧结助剂含量在4%。然后放入球磨罐中球磨10h。

[0084] (5) 将预制体放入真空罐中,真空浸渍氧化铝浆料,真空度为-0.08MPa,保真空时间为2h。然后取出预制体真空干燥3h。

[0085] (6) 将氧化铝浆料用流延成型后,室温干燥5h,得到600μm厚的氧化铝生料片。

[0086] (7) 将氧化铝生料片和纤维预制体交叉铺层在模具中,裁剪掉多余边角料,然后再放入热压炉中,烧结温度为1200℃,压力为20MPa,保压时间为15min。最终制得130×30×4mm样品,制成标准件后,测得密度为2.78g/cm³,材料拉伸强度168.4MPa,断裂韧性为16.2MPa。

[0087] 虽然本发明已以实施例公开如上,然其并非用以限定本发明,本领域的普通技术人员对本发明的技术方案进行的适当修改或者等同替换,均应涵盖于本发明的保护范围内,本发明的保护范围以权利要求所限定者为准。

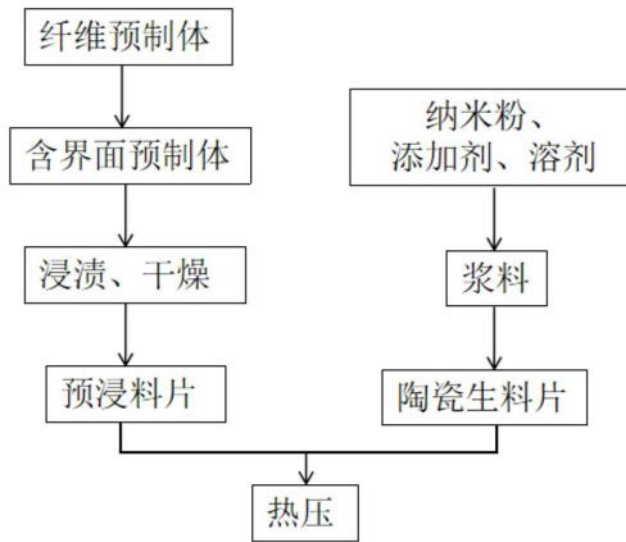


图1