



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 110304933 B

(45) 授权公告日 2020.10.27

(21) 申请号 201910572328.3

CN 103818056 A, 2014.05.28

(22) 申请日 2019.06.28

CN 107778019 A, 2018.03.09

(65) 同一申请的已公布的文献号

CN 103113123 A, 2013.05.22

申请公布号 CN 110304933 A

CN 105152671 A, 2015.12.16

(43) 申请公布日 2019.10.08

CN 105237021 A, 2016.01.13

(73) 专利权人 西安交通大学

CN 109251049 A, 2019.01.22

地址 710049 陕西省西安市咸宁西路28号

JP 平1-246181 A, 1989.10.02

(72) 发明人 王继平 刘攀 张立学 杨建锋

W. Yang 等.Single-Crystal SiC Nanowires with a Thin Carbon Coating for Stronger and Tougher Ceramic Composites.《Advanced Materials》.2015,第17卷(第12期), 1519-1523.

史忠旗 王波 王红洁

(74) 专利代理机构 西安通大专利代理有限责任

公司 61200

代理人 姚咏华

Ning Song 等.Effects of SiC whiskers on the mechanical properties and microstructure of SiC ceramics by reactive sintering.《Ceramics International》.2017,第43卷(第7期), 6786-6790.

(51) Int. Cl.

C04B 35/81 (2006.01)

C04B 35/626 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 108285355 A, 2018.07.17

审查员 尹会燕

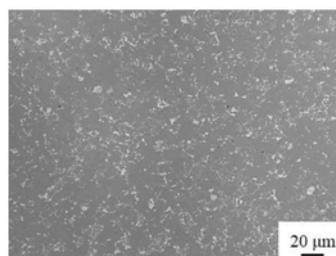
权利要求书2页 说明书6页 附图2页

(54) 发明名称

表面改性碳化硅晶须增韧反应烧结碳化硅陶瓷的制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种表面改性碳化硅晶须增韧反应烧结碳化硅陶瓷的制备方法,包括:1)碳化硅晶须表面改性;2)主要原料预分散;3)混料及干燥;4)干磨及过筛造粒;5)压制成型;6)炭化;7)反应烧结,得到碳化硅陶瓷。本发明制备的PyC-SiC_w表面的热解碳涂层在反应烧结过程中与液硅发生反应在PyC-SiC_w表面原位生成一层SiC涂层,SiC涂层将SiC_w与高温液硅相互隔离,避免了高温下液硅对SiC_w的侵蚀损伤问题,PyC-SiC_w/RBSC陶瓷具有弯曲强度高、断裂韧性大、维氏硬度高的性能特点,是一种力学性能良好的陶瓷基复合材料。



1. 一种表面改性碳化硅晶须增韧反应烧结碳化硅陶瓷的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

1) 采用化学气相渗透法进行碳化硅晶须表面改性,在化学气相沉积炉中以丙烯作为沉积碳源,在原始碳化硅晶须表面沉积一层热解碳涂层得到表面改性碳化硅晶须,即PyC-SiC_w;

2) 按照重量百分比为(15~30):(5~20):(55~70)称取碳源、PyC-SiC_w和碳化硅颗粒,将碳化硅颗粒、碳源、KH-550、无水乙醇和去离子水均匀预分散,得到预分散的悬浮液A;将PyC-SiC_w、KH-550、无水乙醇和去离子水均匀预分散,得到预分散的悬浮液B;

其中,KH-550的重量是碳化硅颗粒重量的1%~6%,是PyC-SiC_w重量的1%~5%;无水乙醇的重量是碳化硅颗粒和碳源总重量的9倍,是PyC-SiC_w重量的45倍;去离子水的重量是碳化硅颗粒和碳源总重量的1倍,是PyC-SiC_w重量的5倍;

3) 将预分散的悬浮液A和悬浮液B混合,高速机械搅拌和超声分散同时进行,继续混料,采用旋转蒸发干燥,经烘箱烘干后得到混合干料;

4) 将混合干料粉体在球磨罐中干磨,加入无水乙醇和聚乙烯醇溶液,然后过60目筛网造粒,得到粉体;

5) 将造粒粉体放入模具中采用手动液压机进行预压成型,预压后再进行冷等静压成型,得到坯体;

6) 将坯体在保护性气氛中进行炭化,得到炭化生坯;

7) 将炭化生坯放在硅颗粒上,再加入一层硅颗粒使得生坯被硅颗粒完全包埋,将其在真空电阻炉中进行反应烧结后,即得到碳化硅陶瓷;

制备的碳化硅陶瓷的弯曲强度不低于468MPa,断裂韧性不低于 $3.84\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$,维氏硬度不低于18.3GPa。

2. 根据权利要求1所述的一种表面改性碳化硅晶须增韧反应烧结碳化硅陶瓷的制备方法,其特征在于,所述步骤1)中,化学气相沉积温度为 $850^{\circ}\text{C}\sim 900^{\circ}\text{C}$,沉积时间为20~50h。

3. 根据权利要求1所述的一种表面改性碳化硅晶须增韧反应烧结碳化硅陶瓷的制备方法,其特征在于,所述KH-550为硅烷偶联剂,在使用前需要在超声波清洗器中超声水解10~30min。

4. 根据权利要求3所述的一种表面改性碳化硅晶须增韧反应烧结碳化硅陶瓷的制备方法,其特征在于,在硅烷偶联剂KH-550超声水解的同时将PyC-SiC_w、SiC颗粒和碳源加入分散介质中采用磁力搅拌的方式搅拌10~30min,之后加入已经充分水解的硅烷偶联剂KH-550继续采用磁力搅拌的方式搅拌10~30min。

5. 根据权利要求1所述的一种表面改性碳化硅晶须增韧反应烧结碳化硅陶瓷的制备方法,其特征在于,步骤3)中,高速机械搅拌和超声分散同时进行,继续混料5~10h,采用旋转蒸发干燥,然后放入烘箱在 $80\sim 110^{\circ}\text{C}$ 下干燥1-2h。

6. 根据权利要求1所述的一种表面改性碳化硅晶须增韧反应烧结碳化硅陶瓷的制备方法,其特征在于,步骤4)中,干磨期间每隔5~10min取下球磨罐,将紧贴在球磨罐壁上的粉体刮下,随后继续球磨,总共4~6次。

7. 根据权利要求1所述的一种表面改性碳化硅晶须增韧反应烧结碳化硅陶瓷的制备方法,其特征在于,步骤5)中,预压的压力为40~60MPa,保压时间为15~30s;冷等静压的压力

为200~250MPa,保压时间为2~3min;采用梯度降压的方式进行卸压,即压力每次降低50MPa后保压30s再继续降压。

8.根据权利要求1所述的一种表面改性碳化硅晶须增韧反应烧结碳化硅陶瓷的制备方法,其特征在于,步骤6)中,炭化温度为1000~1100℃,保温时间为1~2h;炭化时管式炉的升温速率为1℃/min,保护性气氛为氮气或氩气。

9.根据权利要求1所述的一种表面改性碳化硅晶须增韧反应烧结碳化硅陶瓷的制备方法,其特征在于,步骤7)中,硅颗粒的尺寸为0.5~4mm,硅颗粒的重量是生坯总重量的1.5~2倍,烧结温度为1550~1650℃,保温时间为1~1.5h。

表面改性碳化硅晶须增韧反应烧结碳化硅陶瓷的制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于陶瓷基复合材料领域,具体涉及一种表面改性碳化硅晶须增韧反应烧结碳化硅陶瓷的制备方法。

背景技术

[0002] 碳化硅陶瓷具有高强度、高硬度、导热系数高和耐腐蚀等优异性能,作为一种结构陶瓷在多种复杂服役环境下发挥关键作用。反应烧结工艺制备碳化硅陶瓷(reaction sintered silicon carbide, RBSC)具有成型简单、烧结温度较低、烧结速度快、烧结后近净尺寸等优点。目前反应烧结碳化硅陶瓷中残余硅相的存在影响力学性能,尤其是高温性能;另外反应烧结碳化硅陶瓷的断裂韧性较低,抗脆断能力较差。因此,制备一种高强度、高韧性的反应烧结碳化硅陶瓷始终是碳化硅陶瓷研究领域的热点之一。

[0003] 在常用的第二相增韧材料中,碳化硅晶须(SiC_w)的宏观形貌与普通陶瓷粉体一致,可以将其作为陶瓷粉体对待,将碳化硅晶须和基体粉体充分混合均匀,使用反应烧结的方式就可以制备出致密的碳化硅晶须增韧反应烧结碳化硅(SiC_w/RBSC)陶瓷。但现有的研究工作都没有重视高温下液硅对 SiC_w 的侵蚀损伤问题, SiC_w 受损后强度减低会减弱其增韧效果。如果通过化学气相渗透(CVI)工艺在 SiC_w 表面预先制备一层热解碳涂层,在反应烧结过程中热解碳涂层转变为碳化硅涂层,碳化硅涂层保护 SiC_w 不受高温液硅的侵蚀损伤,将 SiC_w 高强度、高模量的优势保留下来,更有利于裂纹偏转、晶须拔出和晶须桥联等增韧机制发挥作用,提高 SiC_w 的增韧效果。

发明内容

[0004] 本发明的目的在于提供一种表面改性碳化硅晶须增韧反应烧结碳化硅陶瓷的制备方法,以解决烧结过程中高温液硅对碳化硅晶须的侵蚀损伤问题,充分发挥碳化硅晶须的增韧作用,采用该方法制备的反应烧结碳化硅陶瓷具有弯曲强度高、断裂韧性大、维氏硬度高的性能特点。

[0005] 本发明是通过下述技术方案来实现的。

[0006] 该制备方法以酚醛树脂和纳米炭黑作为反应烧结碳源,将表面经过热解碳涂层改性的碳化硅晶须均匀分散在碳化硅陶瓷的生坯中,然后通过反应烧结的方式制备成高强度高韧性的反应烧结碳化硅陶瓷。

[0007] 一种表面改性碳化硅晶须增韧反应烧结碳化硅陶瓷的制备方法,包括以下步骤:

[0008] 1) 采用化学气相渗透法进行碳化硅晶须表面改性,在化学气相沉积炉中以丙烯作为沉积碳源,在原始碳化硅晶须表面沉积一层热解碳涂层得到表面改性碳化硅晶须,即 PyC-SiC_w ;

[0009] 2) 按照重量百分比为(15~30):(5~20):(55~70)称取碳源、 PyC-SiC_w 和碳化硅颗粒,将碳化硅颗粒、碳源、KH-550、无水乙醇和去离子水均匀预分散,得到预分散的悬浮液A;将 PyC-SiC_w 、KH-550、无水乙醇和去离子水均匀预分散,得到预分散的悬浮液B;

[0010] 其中, KH-550的重量是碳化硅颗粒重量的1%~6%, 是PyC-SiC_w重量的1%~5%; 无水乙醇的重量是碳化硅颗粒和碳源总重量的9倍, 是PyC-SiC_w重量的45倍; 去离子水的重量是碳化硅颗粒和碳源总重量的1倍, 是PyC-SiC_w重量的5倍;

[0011] 3) 将预分散的悬浮液A和悬浮液B混合, 高速机械搅拌和超声分散同时进行, 继续混料, 采用旋转蒸发干燥, 经烘箱烘干后得到混合干料;

[0012] 4) 将混合干料粉体在球磨罐中干磨, 加入无水乙醇和聚乙烯醇溶液, 然后过60目筛网造粒, 得到粉体;

[0013] 5) 将造粒粉体放入模具中采用手动液压机进行预压成型, 预压后再进行冷等静压成型, 得到坯体;

[0014] 6) 将坯体在保护性气氛中进行炭化, 得到炭化生坯;

[0015] 7) 将炭化生坯放在硅颗粒上, 再加入一层硅颗粒使得生坯被硅颗粒完全包埋, 将其在真空电阻炉中进行反应烧结后, 即得到碳化硅陶瓷。

[0016] 进一步, 所述步骤1) 中, 化学气相沉积温度为850℃~900℃, 沉积时间为20~50h。

[0017] 进一步, 所述硅烷偶联剂KH-550在使用前需要在超声波清洗器中超声水解10~30min。

[0018] 进一步, 在硅烷偶联剂KH-550超声水解的同时将PyC-SiC_w、SiC颗粒和碳源加入分散介质中采用磁力搅拌的方式搅拌10~30min, 之后加入已经充分水解的硅烷偶联剂KH-550继续采用磁力搅拌的方式搅拌10~30min。

[0019] 进一步, 步骤3) 中, 高速机械搅拌和超声分散同时进行, 继续混料5~10h, 采用旋转蒸发干燥, 然后放入烘箱在80~110℃下干燥1-2h。

[0020] 进一步, 步骤4) 中, 干磨期间每隔5~10min取下球磨罐, 将紧贴在球磨罐壁上的粉体刮下, 随后继续球磨, 总共4~6次。

[0021] 进一步, 步骤5) 中, 预压的压力为40~60MPa, 保压时间为15~30s; 冷等静压的压力为200~250MPa, 保压时间为2~3min; 采用梯度降压的方式进行卸压, 即压力每次降低50MPa后保压30s再继续降压。

[0022] 进一步, 步骤6) 中, 炭化温度为1000~1100℃, 保温时间为1~2h; 炭化时管式炉的升温速率为1℃/min, 保护性气氛为氮气或氩气。

[0023] 进一步, 步骤7) 中, 硅颗粒的尺寸为0.5~4mm, 硅颗粒的重量是生坯总重量的1.5~2倍, 烧结温度为1550~1650℃, 保温时间为1~1.5h。

[0024] 进一步, 制备的碳化硅陶瓷的弯曲强度不低于468MPa, 断裂韧性不低于3.84MPa·m^{1/2}, 维氏硬度不低于18.3GPa。

[0025] 本发明由于采取以上技术方案, 其具有以下有益效果:

[0026] 本发明通过采用CVI工艺在SiC_w表面预先制备一层热解碳涂层, 实现对SiC_w的表面改性, 以PyC-SiC_w作为第二相增韧材料制备出致密的PyC-SiC_w/RBSC陶瓷, PyC-SiC_w表面的热解碳涂层在反应烧结过程中与液硅发生反应在PyC-SiC_w表面原位生成一层SiC涂层, SiC涂层将SiC_w与高温液硅相互隔离, 避免了高温下液硅对SiC_w的侵蚀损伤问题, 使SiC_w高强度、高模量的性能优势得以保留, 充分发挥SiC_w的增韧作用, 制备出的PyC-SiC_w/RBSC陶瓷具有弯曲强度高、断裂韧性大、维氏硬度高的性能特点。

附图说明

- [0027] 图1为本发明实施例2制得的PyC-SiC_w/RBSC陶瓷的抛光截面光学照片；
[0028] 图2为本发明实施例2制得的PyC-SiC_w/RBSC陶瓷的腐蚀断口SEM照片；
[0029] 图3(a)、(b)分别为本发明实施例4所制备的PyC-SiC_w的SEM照片和TEM照片。

具体实施方式

[0030] 下面将结合具体实施例来详细说明本发明,在此本发明的示意性实施例以及说明用来解释本发明,但并不作为对本发明的限定。

[0031] 本发明一种表面改性碳化硅晶须增韧反应烧结碳化硅陶瓷的制备方法,包括以下步骤:

[0032] 1) 碳化硅晶须表面改性:采用化学气相渗透法,在化学气相沉积炉中以丙烯作为沉积碳源,化学气相沉积温度为850℃~900℃,沉积时间为20~50h;在原始碳化硅晶须表面沉积一层热解碳涂层得到表面改性碳化硅晶须,即PyC-SiC_w。

[0033] 2) 主要原料预分散:2) 按照重量百分比为(15~30):(5~20):(55~70)称取碳源、PyC-SiC_w和碳化硅颗粒,将碳化硅颗粒、碳源、KH-550、无水乙醇和去离子水均匀预分散,得到预分散的悬浮液A;将PyC-SiC_w、KH-550、无水乙醇和去离子水均匀预分散,得到预分散的悬浮液B;

[0034] 其中,KH-550的重量是碳化硅颗粒重量的1%~6%,是PyC-SiC_w重量的1%~5%;无水乙醇的重量是碳化硅颗粒和碳源总重量的9倍,是PyC-SiC_w重量的45倍;去离子水的重量是碳化硅颗粒和碳源总重量的1倍,是PyC-SiC_w重量的5倍;

[0035] 硅烷偶联剂KH-550在使用前需要在超声波清洗器中超声水解10~30min。

[0036] 在硅烷偶联剂KH-550超声水解的同时将PyC-SiC_w、SiC颗粒和碳源加入分散介质中采用磁力搅拌的方式搅拌10~30min,之后加入已经充分水解的硅烷偶联剂KH-550继续采用磁力搅拌的方式搅拌10~30min。

[0037] 3) 混料及干燥:将预分散的悬浮液A和悬浮液B混合,高速机械搅拌和超声分散同时进行,继续混料5~10h,采用旋转蒸发干燥,在烘箱内80~110℃下干燥1-2h,得到混合干料。

[0038] 4) 干磨及过筛造粒:将混合干料粉体在球磨罐中干磨,干磨期间每隔5~10min取下球磨罐,将紧贴在球磨罐壁上的粉体刮下,随后继续球磨,总共4~6次;加入无水乙醇和聚乙烯醇溶液,然后过60目筛网造粒,得到粉体。

[0039] 5) 压制成型:将造粒粉体放入模具中采用手动液压机进行预压成型,预压的压力为40~60MPa,保压时间为15~30s;预压后再进行冷等静压成型,冷等静压的压力为200~250MPa,保压时间为2~3min;为避免卸压过程中坯体开裂,采用梯度降压的方式进行卸压,即压力每次降低50MPa后保压30s再继续降压,得到坯体。

[0040] 6) 炭化:将坯体在保护性气氛中进行炭化;炭化温度为1000~1100℃,保温时间为1~2h;炭化时管式炉的升温速率为1℃/min,保护性气氛为氮气或氩气。

[0041] 7) 反应烧结:在石墨坩埚内部垫上两层石墨纸,在石墨纸上铺上一层硅颗粒,将步骤6)中得到的炭化生坯放在这层硅颗粒上,再加入一定量的硅颗粒确保生坯能够被硅颗粒完全包埋,硅颗粒的尺寸为0.5~4mm,硅颗粒的重量是生坯总重量的1.5~2倍,之后将石墨

坩埚放在真空电阻炉中进行反应烧结,烧结温度为1550~1650℃,保温时间为1~1.5h,得到碳化硅陶瓷。

[0042] 下面通过具体实施例来进一步说明本发明。

[0043] 实施例1

[0044] 1) 将原始SiC_w放入化学气相沉积炉中,以丙烯作为气体碳源在850℃下沉积40h得到PyC-SiC_w。

[0045] 2) 主要原料的重量百分比为碳源:碳化硅晶须:碳化硅颗粒=25:5:70。对主要原料进行预分散,分散剂KH-550的重量是SiC颗粒重量的2%,PyC-SiC_w重量的3%。无水乙醇的重量是碳化硅颗粒和碳源总重量的9倍,是PyC-SiC_w重量的45倍;去离子水的重量是碳化硅颗粒和碳源总重量的1倍,是PyC-SiC_w重量的5倍;KH-550在使用前超声水解20min,在KH-550超声水解的同时将主要原料搅拌15min,然后加入已经水解的KH-550再继续搅拌30min。

[0046] 3) 将已经预分散的两种悬浮液混合在一起继续混料10h,经旋转蒸发后放入烘箱110℃下干燥1h。

[0047] 4) 干磨时每隔5min取下球磨罐,将紧贴在球磨罐壁上的粉体刮下,随后继续球磨,总共5次。然后将干磨后的粉体过60目筛网进行造粒。

[0048] 5) 造粒粉体预压的压力为50MPa,保压时间为30s,预压后进行冷等静压的压力为200MPa,保压时间为3min。

[0049] 6) 将压制成型得到的坯体放入气氛管式炉中在氮气保护条件下1000℃炭化1h。

[0050] 7) 将炭化生坯放入真空电阻炉进行反应烧结,烧结温度为1600℃,保温时间为1h。硅颗粒的尺寸为0.5~4mm,硅颗粒的重量是生坯总重量的2倍。

[0051] 通过该工艺制备出的PyC-SiC_w/RBSC陶瓷弯曲强度为468MPa,断裂韧性为3.96MPa·m^{1/2},维氏硬度为18.3GPa。

[0052] 实施例2

[0053] 1) 将原始SiC_w放入化学气相沉积炉中,以丙烯作为气体碳源在850℃下沉积30h得到PyC-SiC_w。

[0054] 2) 主要原料的重量百分比为碳源:碳化硅晶须:碳化硅颗粒=15:20:65。对主要原料进行预分散,分散剂KH-550的重量是SiC颗粒重量的1%,PyC-SiC_w重量的5%,无水乙醇的重量是碳化硅颗粒和碳源总重量的9倍,是PyC-SiC_w重量的45倍;去离子水的重量是碳化硅颗粒和碳源总重量的1倍,是PyC-SiC_w重量的5倍;KH-550在使用前超声水解30min,在KH-550超声水解的同时将主要原料搅拌30min,然后加入已经水解的KH-550再继续搅拌30min。

[0055] 3) 将已经预分散的两种悬浮液混合在一起继续混料5h,经旋转蒸发后放入烘箱在80℃下干燥2h。

[0056] 4) 干磨时每隔10min取下球磨罐,将紧贴在球磨罐壁上的粉体刮下,随后继续球磨,总共5次。然后将干磨后的粉体过60目筛网进行造粒。

[0057] 5) 造粒粉体预压的压力为40MPa,保压时间为30s,预压后进行冷等静压的压力为250MPa,保压时间为2min。

[0058] 6) 将压制成型得到的坯体放入气氛管式炉中在氮气保护条件下1100℃炭化2h。

[0059] 7) 将炭化生坯放入真空电阻炉进行反应烧结,烧结温度为1550℃,保温时间为1h。硅颗粒的尺寸为0.5~4mm,硅颗粒的重量是生坯总重量的2倍。

[0060] 通过该工艺制备出的PyC-SiC_w/RBSC陶瓷弯曲强度为510MPa,断裂韧性为5.28MPa·m^{1/2},维氏硬度为19.8GPa。

[0061] 本实施例制得的PyC-SiC_w/RBSC陶瓷的抛光截面光学照片和腐蚀断口SEM照片分别见图1、2所示。

[0062] 实施例3

[0063] 1) 将原始SiC_w放入化学气相沉积炉中,以丙烯作为气体碳源在900℃下沉积50h得到PyC-SiC_w。

[0064] 2) 主要原料的重量百分比为碳源:碳化硅晶须:碳化硅颗粒=30:15:55。对主要原料进行预分散,分散剂KH-550的重量是SiC颗粒重量的6%,PyC-SiC_w重量的3%,无水乙醇的重量是碳化硅颗粒和碳源总重量的9倍,是PyC-SiC_w重量的45倍;去离子水的重量是碳化硅颗粒和碳源总重量的1倍,是PyC-SiC_w重量的5倍;KH-550在使用前超声水解30min,在KH-550超声水解的同时将主要原料搅拌20min,然后加入已经水解的KH-550再继续搅拌15min。

[0065] 3) 将已经预分散的两种悬浮液混合在一起继续混料8h,经旋转蒸发后放入烘箱在80℃下干燥2h。

[0066] 4) 干磨时每隔5min取下球磨罐,将紧贴在球磨罐壁上的粉体刮下,随后继续球磨,总共6次。然后将干磨后的粉体过60目筛网进行造粒。

[0067] 5) 造粒粉体预压的压力为60MPa,保压时间为1min,预压后进行冷等静压的压力为250MPa,保压时间为3min。

[0068] 6) 将压制成型得到的坯体放入气氛管式炉中在氮气保护条件下1100℃炭化2h。

[0069] 7) 将炭化生坯放入真空电阻炉进行反应烧结,烧结温度为1550℃,保温时间为1.5h。硅颗粒的尺寸为0.5~4mm,硅颗粒的重量是生坯总重量的1.5倍。

[0070] 通过该工艺制备出的PyC-SiC_w/RBSC陶瓷弯曲强度为482MPa,断裂韧性为3.87MPa·m^{1/2},维氏硬度为19.1GPa。

[0071] 实施例4

[0072] 1) 将原始SiC_w放入化学气相沉积炉中,以丙烯作为气体碳源在900℃下沉积20h得到PyC-SiC_w;本实施例所制备的PyC-SiC_w的SEM照片和TEM照片见图3(a)、(b)所示。

[0073] 2) 主要原料的重量百分比为碳源:碳化硅晶须:碳化硅颗粒=25:20:55。对主要原料进行预分散,分散剂KH-550的重量是SiC颗粒重量的3%,PyC-SiC_w重量的1%,无水乙醇的重量是碳化硅颗粒和碳源总重量的9倍,是PyC-SiC_w重量的45倍;去离子水的重量是碳化硅颗粒和碳源总重量的1倍,是PyC-SiC_w重量的5倍;KH-550在使用前超声水解30min,在KH-550超声水解的同时将主要原料搅拌30min,然后加入已经水解的KH-550再继续搅拌15min。

[0074] 3) 将已经预分散的两种悬浮液混合在一起继续混料10h,经旋转蒸发后放入烘箱在100℃下干燥1.5h。

[0075] 4) 干磨时每隔8min取下球磨罐,将紧贴在球磨罐壁上的粉体刮下,随后继续球磨,总共4次。然后将干磨后的粉体过60目筛网进行造粒。

[0076] 5) 造粒粉体预压的压力为50MPa,保压时间为1min,预压后进行冷等静压的压力为200MPa,保压时间为2min。

[0077] 6) 将压制成型得到的坯体放入气氛管式炉中在氮气保护条件下1000℃炭化2h。

[0078] 7) 将炭化生坯放入真空电阻炉进行反应烧结,烧结温度为1650℃,保温时间为1h。

硅颗粒的尺寸为0.5~4mm,硅颗粒的重量是生坯总重量的2倍。

[0079] 通过该工艺制备出的PyC-SiC_w/RBSC陶瓷弯曲强度为474MPa,断裂韧性为3.84MPa·m^{1/2},维氏硬度为18.5GPa。

[0080] 对比例1

[0081] 不添加SiC_w,碳源与碳化硅颗粒的重量比为15.5:84.5,其他工艺参数与实施例2相同,最终制得的PyC-SiC_w/RBSC陶瓷弯曲强度为436MPa,断裂韧性为2.92MPa·m^{1/2},维氏硬度为17.6GPa。

[0082] 对比例2

[0083] 在SiC_w表面不沉积热解碳涂层,以原始SiC_w作为第二相增韧材料,其他工艺参数与实施例2相同,最终制得的PyC-SiC_w/RBSC陶瓷弯曲强度为453MPa,断裂韧性为3.80MPa·m^{1/2},维氏硬度为17.9GPa。

[0084] 下面通过表1本发明实施例1-4与对比例1-2的性能对比来进一步说明本发明。

[0085] 表1性能对比

项目	对比例 1	对比例 2	实施例 1	实施例 2	实施例 3	实施例 4
弯曲强度, MPa	436	453	468	510	482	474
[0086] 断裂韧性, MPa·m ^{1/2}	2.92	3.80	3.96	5.28	3.87	3.84
维氏硬度, GPa	17.6	17.9	18.3	19.8	19.1	18.5

[0087] 从表1可以看出,本发明制备的PyC-SiC_w/RBSC陶瓷与对比例1相比,其断裂韧性和维氏硬度均得到一定提高,弯曲强度不低于468MPa,与对比例2相比,其断裂韧性不低于3.84MPa·m^{1/2},维氏硬度不低于18.3GPa。由表1可以看出,本发明所制备的PyC-SiC_w/RBSC陶瓷具有弯曲强度高、断裂韧性大、维氏硬度高的性能特点,是一种力学性能良好的陶瓷基复合材料。

[0088] 本发明并不局限于上述实施例,在本发明公开的技术方案的基础上,本领域的技术人员根据所公开的技术内容,不需要创造性的劳动就可以对其中的一些技术特征作出一些替换和变形,这些替换和变形均在本发明的保护范围内。

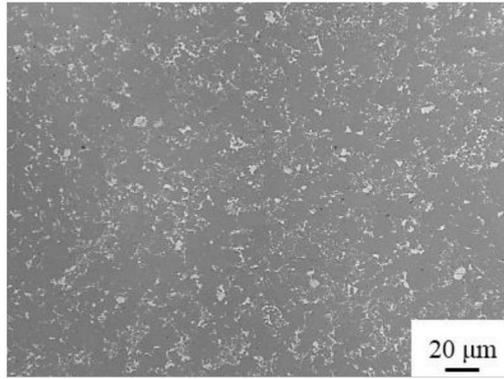


图1

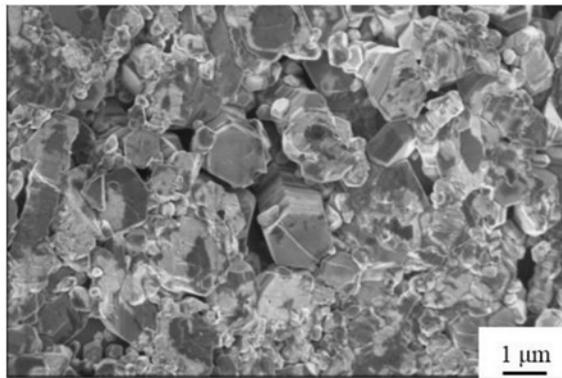


图2

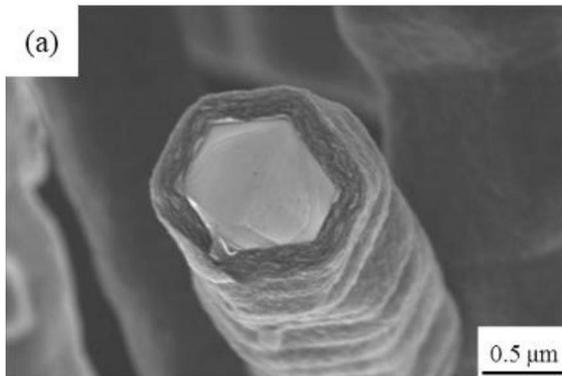


图3 (a)

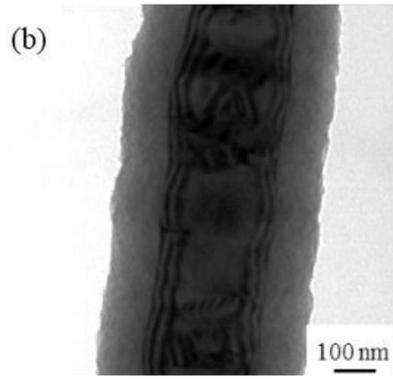


图3 (b)