



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 114014667 A

(43) 申请公布日 2022.02.08

(21) 申请号 202111578416.8

C04B 35/645 (2006.01)

(22) 申请日 2021.12.22

(71) 申请人 宜兴市九荣特种陶瓷有限公司

地址 214022 江苏省无锡市宜兴市丁蜀镇
湖光里177号

(72) 发明人 赵振 马松华 谢洁 咸杏娟

(74) 专利代理机构 北京迎硕知识产权代理事务
所(普通合伙) 11512

代理人 张群峰

(51) Int. Cl.

C04B 35/565 (2006.01)

C04B 35/622 (2006.01)

C04B 35/626 (2006.01)

C04B 35/638 (2006.01)

C04B 35/64 (2006.01)

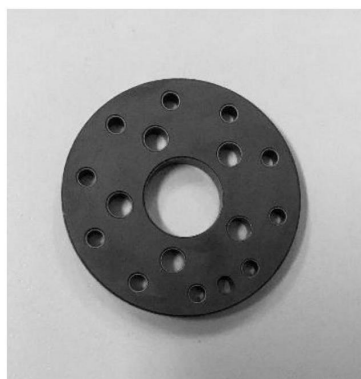
权利要求书1页 说明书9页 附图1页

(54) 发明名称

复合碳化硅陶瓷粉料及陶瓷分离阀的制备方法

(57) 摘要

本发明提供一种复合碳化硅陶瓷粉料以及陶瓷分离阀的制备方法。复合碳化硅陶瓷粉料含有：碳化硅粉体母料90-98wt.%；添加剂，2-10wt%，其中，所述添加剂包括碳纳米粉，碳纳米管，以及多壁石墨烯。陶瓷分离阀的制备方法包括如下步骤：步骤S1，将复合碳化硅陶瓷粉料各组份进行混合，得到混合粉体；步骤S2，将混合粉体采用双向干压进行压制成型，得到素坯；步骤S3，将素坯在惰性气体气氛下加热并在2000-2200℃下保温1-4h，得到烧结体；步骤S4，将烧结体置于热等静压炉中，并于1700-1900℃温度和100-180MPa的高压下进行热处理30-120min，得到陶瓷分离阀。根据本发明的复合碳化硅陶瓷粉料，在SiC粉料中加入纳米碳粉、碳纳米管及多壁石墨烯，显著改善了SiC陶瓷耐磨性和断裂韧性，并提高了陶瓷的机械性能。



1. 一种复合碳化硅陶瓷粉料,其特征在于,含有:
碳化硅粉体母料90-98wt.%;
添加剂,2-10wt%,
其中,所述添加剂包括碳纳米粉,碳纳米管,以及多壁石墨烯。
2. 根据权利要求1所述的复合碳化硅陶瓷粉料,其特征在于,所述添加剂中,所述碳纳米粉:碳纳米管:多壁石墨烯的重量比为1:(0.3-0.7):(0.3-0.7)。
3. 根据权利要求1所述的复合碳化硅陶瓷粉料,其特征在于,所述添加剂中纳米碳粉的粒径为50-100nm,碳纳米管的直径为10-20nm,多壁石墨烯的单层厚度为3-10nm。
4. 根据权利要求1所述的复合碳化硅陶瓷粉料,其特征在于,所述碳化硅粉体母料中含有0.5-2wt.%的烧结助剂 B_4C 。
5. 一种陶瓷分离阀的制备方法,其特征在于,包括如下步骤:
步骤S1,将权利要求1至4任一项所述的复合碳化硅陶瓷粉料进行混合分散,得到混合粉体;
步骤S2,将所述混合粉体采用双向干压进行压制成型,得到素坯;
步骤S3,将所述素坯在惰性气体气氛下加热并在2000-2200℃下保温1-4h,得到烧结体;
步骤S4,将所述烧结体置于热等静压炉中,并于惰性气体气氛下在1700-1900℃温度和100-180MPa的高压下进行热处理30-120min,得到所述陶瓷分离阀。
6. 根据权利要求5所述的制备方法,其特征在于,所述步骤S1包括:
称取碳化硅粉体母料,以及作为添加剂的纳米碳粉、碳纳米管以及多壁石墨烯;
将所述碳化硅粉体母料与所述添加剂首先分散于酒精中并进行湿法球磨,随后使用高功率超声仪器对浆料进行二次混合分散,得到混合浆料;
对所述混合浆料进行过筛并进行喷雾干燥造粒,得到所述混合粉体。
7. 根据权利要求6所述的制备方法,其特征在于,
所述湿法球磨时采用的球磨机转速为150-200r/min,球磨时间为16-24h;
通过喷雾干燥塔进行所述喷雾干燥造粒,所述喷雾干燥塔的进风口温度为200-250℃,出风口温度为80-130℃。
8. 根据权利要求5所述的制备方法,其特征在于,所述步骤S2中,干压成型时双向施压的压力在0.5-1.5t/m²。
9. 根据权利要求5所述的制备方法,其特征在于,所述步骤S3包括:
首先对炉内进行抽真空处理并升温至200℃;
随后通入Ar气,在Ar气氛下经6-10h升温至2000-2200℃;
在2000-2200℃温度条件下保温1-4h,其中炉内气压为1.0atm;
保温结束后,随炉冷却。

复合碳化硅陶瓷粉料及陶瓷分离阀的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及医疗器械制备技术领域,具体涉及一种复合碳化硅陶瓷粉料及陶瓷分离阀的制备方法。

背景技术

[0002] 现代医疗对制氧机等医用设备的使用要求日益严苛,制氧机内部混合气体的分离过程对制氧效果起着重要的作用。然而,传统的金属分离阀在工作过程中易发生老化和磨损等,常导致在接头处出现漏气现象,严重影响设备的使用。陶瓷材料相比金属材料具有更高的机械强度、硬度和耐磨性能,同时也具有更优异的抗腐蚀能力和化学稳定性等,因此对于应用在制氧机等复杂内部工作环境中的分离阀常采用性能优异的陶瓷材料。

[0003] SiC陶瓷作为一种强共价键结合的稳定化合物,具备出色的耐磨损特性、抗热震性以及化学稳定性等诸多优良特性,因此常被用作一些耐磨结构件。但是SiC陶瓷存在烧结致密难、脆性大和易产生裂纹等不足,限制了其更广泛的应用,因此急需研发出一种高致密性、机械强度优异和使用寿命长的SiC复相陶瓷。

发明内容

[0004] 本发明人等经反复研究发现,纳米碳粉的引入有以下作用:(1)纳米碳粉可以与SiC表面的SiO₂层及杂质Si发生化学反应,即SiO₂层被C还原形成SiO气体排出,从而增加SiC的表面能,而较高的表面能有利于SiC的致密化烧结;(2)纳米碳粉在陶瓷基体中具有一定的润滑性,可以有效降低SiC陶瓷的摩擦系数,从而改善陶瓷材料的耐磨性。

[0005] 碳纳米管的无缝管状结构以及管身较好的石墨化程度使得碳纳米管具有高杨氏模量,拉伸强度和柔韧性等超强机械性能,已成为了一种理想的第二增强相。本发明中所添加的碳纳米管,可有效提高复相陶瓷的断裂韧性。其作用机理为:碳纳米管与SiC晶粒接触紧密,部分包覆在SiC晶粒表面,部分嵌入到SiC晶粒内部,从而具有拔出和桥联的增韧机制。在该复相陶瓷中桥联的具体表现过程是,当SiC复相陶瓷出现裂纹后,分散于SiC晶粒间的碳纳米管像桥梁一样,牵拉裂纹,而碳纳米管本身具有极高的韧性和强度,可以有效地抵抗外力,阻止裂纹进一步的扩展,从而提高了复相陶瓷的断裂韧性。而拔出的表现是,当受到外力作用时,碳纳米管被拔出,利用界面摩擦吸收断裂功,从而提高SiC复相陶瓷的断裂韧性。

[0006] 石墨烯具有特殊的二维晶体结构,其高拉伸强度和高弹性模量是非常合适的第二增强相。相比于碳纳米管,石墨烯分散后,由于其二维特性,在复相陶瓷中较容易观察其增韧作用。石墨烯可以提高SiC陶瓷断裂韧性的具体表现为:其特殊的层状结构可以有效地释放残余应力,促进裂纹发生偏转,使其更易沿着石墨烯的方向扩展。多壁石墨烯的结构相对更为复杂,裂纹沿此路径会消耗更多的能量,从而更显著的提高SiC陶瓷的断裂韧性。

[0007] 碳纳米管作为一维材料和多壁石墨烯对陶瓷具有较好的增强增韧效果,适量的碳纳米管及多壁石墨烯在一定程度上可以起到协同增韧效果,更好的提高陶瓷的断裂韧性和

抗弯强度等机械性能。然而,在制备碳纳米管和多壁石墨烯协同增韧的SiC复相陶瓷中却存在明显的碳纳米管和多壁石墨烯团聚,即存在添加剂在陶瓷集体中分散不均匀导致性能降低的问题。本发明针对添加剂易团聚问题,在所有粉料湿法球磨后,通过使用高功率超声仪器对料浆进行二次分散,实验结果显示这种通过机械球磨与超声处理相结合的混合方法有效的获得了均匀性良好的粉体原料,该方法在制备效果上简单高效。

[0008] 此外,目前针对SiC烧结助剂的选择主要为 Al_2O_3 、 Y_2O_3 、C和B等,其是在烧结过程中与SiC中的杂质形成液相,从而促进烧结。本发明选用的烧结助剂为 B_4C ,其不仅可以与 SiO_2 和杂质Si发生化学反应,增加SiC的表面能,而且还可以与SiC形成固溶体,降低晶界能,促进烧结。该烧结助剂的引入起到双重促进作用,极大的改善了SiC的致密化烧结过程。

[0009] 目前,实际生产和科研实验中未基于上几种具有特性的添加剂混合引入碳化硅陶瓷基体中进行研究,本发明有效的结合了 B_4C 烧结助剂和几种添加剂的优点,针对性的改良了SiC陶瓷分离阀的机械性能并延长了使用寿命。

[0010] 本发明基于上述几种材料的特性,采用适量的纳米碳粉和碳纳米管及多壁石墨烯作为复合添加剂引入到SiC粉末中,通过调整各组分的质量及优化制备工艺参数,成功制备出一种耐磨性能优异、韧性和抗弯强度高且能克服老化和磨损现象的陶瓷分离阀。并在此基础上完成了本发明。

[0011] 本发明提供一种高致密性、机械强度优异和使用寿命长的复合碳化硅陶瓷混合粉料。

[0012] 本发明还提供一种高致密性、机械强度优异和使用寿命长的陶瓷分离阀的制备方法。

[0013] 为解决上述技术问题,本发明采用以下技术方案:

[0014] 根据本发明第一方面实施例的复合碳化硅陶瓷粉料,含有:

[0015] 碳化硅粉体母料90-98wt.%;

[0016] 添加剂,2-10wt%,

[0017] 其中,所述添加剂包括碳纳米粉,碳纳米管,以及多壁石墨烯。

[0018] 进一步地,所述添加剂中,所述碳纳米粉:碳纳米管:多壁石墨烯的重量比为1:(0.3-0.7):(0.3-0.7)。

[0019] 进一步地,所述添加剂中纳米碳粉的粒径为50-100nm,碳纳米管的直径为10-20nm,多壁石墨烯的单层厚度为3-10nm。

[0020] 进一步地,所述碳化硅粉体母料中含有0.5-2wt.%的烧结助剂 B_4C 。

[0021] 根据本发明第二方面实施例的陶瓷分离阀的制备方法,包括如下步骤:

[0022] 步骤S1,将上述第一方面任一实施例所述的复合碳化硅陶瓷粉料进行混合,得到混合粉体;

[0023] 步骤S2,将所述混合粉体采用双向干压进行压制成型,得到素坯;

[0024] 步骤S3,将所述素坯在惰性气体气氛下加热并在2000-2200℃下保温1-4h,得到烧结体;

[0025] 步骤S4,将所述烧结体置于热等静压炉中,并于1700-1900℃温度和100-180MPa的Ar气高压下进行热处理30-120min,得到所述陶瓷分离阀。

[0026] 进一步地,所述步骤S1包括:

- [0027] 称取碳化硅粉体母料,以及作为添加剂的纳米碳粉、碳纳米管以及多壁石墨烯;
- [0028] 将所述碳化硅粉体母料与所述添加剂分散于酒精中首先进行湿法球磨,随后使用高功率超声仪器对浆料进行二次混合分散,得到混合浆料;
- [0029] 对所述混合浆料进行过筛并进行喷雾干燥造粒,得到所述混合粉体。
- [0030] 更进一步地,所述湿法球磨时采用的球磨机转速为150-200r/min,球磨时间为16-24h;通过喷雾干燥塔进行所述喷雾干燥造粒,所述喷雾干燥塔的进风口温度为200-250℃,出风口温度为80-130℃。
- [0031] 进一步地,所述步骤S2中,干压成型时双向施压的压力在0.5-1.5t/m²。
- [0032] 进一步地,所述步骤S3包括:
- [0033] 首先对炉内进行抽真空处理并升温至200℃;
- [0034] 随后通入Ar气,在Ar气氛下经6-10h升温至2000-2200℃;
- [0035] 在2000-2200℃温度条件下保温1-4h,其中炉内气压为1.0atm;
- [0036] 保温结束后,随炉冷却。
- [0037] 本发明的上述技术方案至少具有如下有益效果之一:
- [0038] 根据本发明实施例的复合碳化硅陶瓷粉料,在SiC粉料中加入纳米碳粉、碳纳米管及多壁石墨烯作为复合添加剂,显著改善了SiC陶瓷耐磨性和断裂韧性,并提高了陶瓷的机械性能;
- [0039] 根据本发明实施例的陶瓷分离阀的制备方法,首先对烧结炉进行抽真空处理并加热到200℃,去除了造粒过程中引入的有机物、提高了素坯的强度并消除气孔,之后在Ar气氛中烧结促进了复相SiC陶瓷的致密化过程和防止其被氧化,同样也加快了后续过程中炉内的冷却速率,降低生产成本;
- [0040] 进一步地,本发明将Ar气氛烧结后的SiC陶瓷分离阀在Ar气氛进行高温高压的HIP热处理,进一步消除了陶瓷内部气孔,提高了SiC陶瓷的致密性。
- [0041] 根据本发明实施例的陶瓷分离阀的制备方法制备得到的陶瓷分离阀,机械性能优异,老化和磨损等现象很大程度上可以得到抑制。

附图说明

[0042] 图1为实施例2得到的陶瓷分离阀的结构示意图,其中(a)为主视图,(b)为横截面图;

[0043] 图2为实施例2得到的陶瓷分离阀的照片。

具体实施方式

[0044] 为使本发明实施例的目的、技术方案和优点更加清楚,下面将结合本发明实施例的附图,对本发明实施例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的一部分实施例,而不是全部的实施例。基于所描述的本发明的实施例,本领域普通技术人员所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

[0045] 除非另作定义,本发明中使用的技术术语或者科学术语应当为本发明所属领域内具有一般技能的人士所理解的通常意义。本发明中使用的“第一”、“第二”以及类似的词语并不表示任何顺序、数量或者重要性,而只是用来区分不同的组成部分。同样,“一个”或者

“一”等类似词语也不表示数量限制,而是表示存在至少一个。“连接”或者“相连”等类似的词语并非限于物理的或者机械的连接,而是可以包括电性的连接,不管是直接的还是间接的。“上”、“下”、“左”、“右”等仅用于表示相对位置关系,当被描述对象的绝对位置改变后,则该相对位置关系也相应地改变。

[0046] 下面首先具体描述根据本发明实施例的复合碳化硅陶瓷粉料。

[0047] 根据本发明实施例的复合碳化硅陶瓷粉料,含有:碳化硅粉体母料90-98wt.%;添加剂,2-10wt%,其中,所述添加剂包括碳纳米粉,碳纳米管,以及多壁石墨烯。

[0048] 也就是说,本发明实施例的复合碳化硅陶瓷粉料,在碳化硅粉体母料中加入了总含量2-10wt%的复合添加剂,该复合添加剂包括碳纳米粉,碳纳米管,以及多壁石墨烯。其中,引入碳纳米粉能够进一步改善最终制品的耐磨性;引入适量的碳纳米管和多壁石墨烯对陶瓷可以起到协同增韧的效果。

[0049] 进一步地,所述添加剂中,所述碳纳米粉:碳纳米管:多壁石墨烯的重量比为1:(0.3-0.7):(0.3-0.7)。更进一步优选地,碳纳米管与多壁石墨烯等量引入,同时,碳纳米粉相当于碳纳米管与多壁石墨烯的总量。

[0050] 进一步地,所述添加剂中纳米碳粉的粒径为50-100nm,碳纳米管的直径为10-20nm,多壁石墨烯的单层厚度为3-10nm。

[0051] 实验研究发现,添加上述比例范围的添加剂可以在一定程度上提高SiC多相复合陶瓷分离阀的耐磨性、断裂韧性和抗弯强度等力学性能。添加含量过低,会出现综合性能的提升达不到预期效果;添加含量过高,则会导致SiC陶瓷的烧结致密化难、综合性能下降,以及生产成本升高。

[0052] 实验中选用的添加剂的尺寸范围是基于其性能表现和生产成本的综合考虑,上述尺寸范围的添加剂性能稳定,且经实验发现可以在拥有高性价比的同时很好的材料的综合性能。另外,上述尺寸范围的原料来源广泛且成本低廉,在国内许多陶瓷粉体原料企业和试剂平台上均可购。

[0053] 研究发现,在上述尺寸范围的添加剂进行含量的进一步地调整,例如含有3wt%纳米碳粉、1.5wt%碳纳米管、1.5wt%多壁石墨烯,制得的SiC多相复合陶瓷分离阀的相对密度能提高2%左右,耐磨性、断裂韧性和抗弯强度等机械性能也均能得到显著提高。

[0054] 进一步地,所述碳化硅粉体母料中含有0.5-2wt.%的烧结助剂 B_4C 。通过添加适量的添加剂,有利于改善烧结性能,并能够进一步提高成品的致密性。

[0055] 下面,具体描述根据本发明实施例的陶瓷分离阀的制备方法。

[0056] 根据本发明实施例的陶瓷分离阀的制备方法,包括如下步骤:

[0057] 步骤S1,将上述任一实施例所述的复合碳化硅陶瓷粉料进行混合,并造粒,得到混合粉体。

[0058] 也就是说,首先将碳化硅粉体母料与复合添加剂进行混合,并造粒得到混合粉体。

[0059] 进一步地,所述步骤S1包括:

[0060] 称取碳化硅粉体母料,以及作为添加剂的纳米碳粉、碳纳米管以及多壁石墨烯;

[0061] 将所述碳化硅粉体母料与所述添加剂分散于酒精中首先进行湿法球磨,随后使用高功率超声仪器对得浆料进行二次混合分散,得到混合浆料;

[0062] 对所述混合浆料进行过筛并进行喷雾干燥造粒,得到所述混合粉体。

[0063] 也就是说,按照上述比例分别称取碳化硅粉体、各种添加剂、乃至烧结助剂,此后进行湿法球磨以获得混合均匀的混合浆料,此后过筛去除其中的团聚颗粒,并进行喷雾干燥造粒,最终获得充分均匀分散、且颗粒度大小基本一致的混合粉体。

[0064] 其中,所述湿法球磨时采用的球磨机转速为150-200r/min,球磨时间为16-24h。

[0065] 另外,通过喷雾干燥塔进行所述喷雾干燥造粒,所述喷雾干燥塔的进风口温度为200-250℃,出风口温度为80-130℃。经该工艺,有利于提高均匀性,且能够得到充分干燥、不易发生团聚的混合粉体。

[0066] 步骤S2,将所述混合粉体采用双向干压进行压制成型,得到素坯。

[0067] 也就是说,在得到混合粉体后,可以通过双向干压来成型素坯。

[0068] 相对于单向干压而言,双向干压有利于提高素坯在压力方向上的均匀性。

[0069] 进一步地,所述步骤S2中,干压成型时双向施压的压力在0.5-1.5t/m²。在该压力条件下,既可以得到具有一定强度的素坯,也不至于因压力过大导致在压力方向上的不均匀。

[0070] 步骤S3,将所述素坯在惰性气体气氛下加热并在2000-2200℃下保温1-4h,得到烧结体。

[0071] 也就是说,在得到素坯后,对其进行烧结,具体可以在2000-2200℃下保温1-4h,得到烧结体。

[0072] 进一步地,作为具体的烧结制度,所述步骤S3可以包括:

[0073] 首先对炉内进行抽真空处理并升温至200℃;

[0074] 随后通入Ar气,在Ar气氛下经6-10h升温至2000-2200℃;

[0075] 在2000-2200℃温度条件下保温1-4h,其中炉内气压为1.0atm;

[0076] 保温结束后,随炉冷却。

[0077] 首先对烧结炉进行抽真空处理并加热到200℃,去除造粒过程中引入的有机物、提高了素坯的强度和消除气孔,之后在Ar气氛中烧结促进了复相SiC陶瓷的致密化过程和防止其被氧化,同样也加快了后续过程中炉内的冷却速率,降低生产成本。

[0078] 步骤S4,将所述烧结体置于热等静压炉中,并于惰性气体气氛下在1700-1900℃温度下和100-180MPa的高压下进行热处理30-120min,得到所述陶瓷分离阀。

[0079] 也就是说,在烧结过后,在热等静压条件下进行进一步的热处理。具体而言,所述步骤S4中,所述热等静压炉内惰性气体例如Ar气气体压力保持在100-180MPa。通过进一步的热处理,有利于进一步消除陶瓷内部气孔,提高致密性。

[0080] 此外,在进行热等静压处理之后,还可以包括如下步骤:

[0081] 步骤S5,对所述步骤S4得到的所述陶瓷分离阀进行平面磨抛处理,得到所述陶瓷分离阀的成品。

[0082] 根据本发明实施例的陶瓷分离阀的制备方法制备得到的陶瓷分离阀,机械性能优异,老化和磨损等现象很大程度上可以得到抑制。

[0083] 下面,通过具体实施例进一步详细描述本发明的陶瓷分离阀的制备方法。

[0084] 实施例1

[0085] (1) 原料

[0086] 分别称取9.8kg B₄C-SiC粉料(其中B₄C含量为98g,购自大连正兴磨料有限公司);

以及添加剂:0.1kg纳米碳粉、0.05kg碳纳米管及0.05kg多壁石墨烯(纳米碳粉粒径为70nm、碳纳米管直径为16nm,多壁石墨烯的单层厚度为7nm,原料均购自中国国药集团)。

[0087] (2) 制备陶瓷分离阀

[0088] 将上述陶瓷粉料即添加剂分散在酒精中,并采用球磨机进行湿法球磨,其中球磨转速为180r/min,球磨时间为20h。

[0089] 使用高功率超声仪器对球磨后的浆料进行二次混合分散,在2000W的功率下超声分散15min。

[0090] 超声分散后的粉体浆料进行喷雾造粒,喷雾干燥塔的进风口温度为230℃,出风口温度为100℃。

[0091] 对制得的混合粉体进行双向施压成型,成型压力为1t/m²,获得具有一定强度的SiC陶瓷分离阀坯体。

[0092] 将试样进行惰性气氛烧结。具体而言,首先对炉内进行抽真空处理并升温至200℃,随后向炉内通入Ar气,在Ar气环境中经8h加热升温至2150℃,在该温度下保温1h后随炉冷却。

[0093] 将Ar气氛烧结后的样品进行HIP热处理,在1800℃下热等静压处理80min,炉内气体压力保持在130MPa。

[0094] 最终,将热处理后的陶瓷分离阀放入振动抛光机中,抛光机中的抛光介质为金刚石和水,振动抛光30h后,将抛光后的陶瓷分离阀进行超声清洗及烘干,得到SiC多相复合陶瓷分离阀成品。

[0095] 实施例2

[0096] (1) 原料

[0097] 分别称取9.6kg B₄C-SiC粉料(其中B₄C的含量为96g),以及添加剂:0.2kg纳米碳粉、0.1kg碳纳米管及0.1kg多壁石墨烯(纳米碳粉粒径为70nm、碳纳米管直径为16nm,多壁石墨烯的单层厚度为7nm,原料均购自中国国药集团)。

[0098] (2) 制备陶瓷分离阀

[0099] 除了原料含量与上述实施例1不同之外,与上述实施例1相同的制备方法制备陶瓷分离阀。

[0100] 图1示出了陶瓷分离阀的结构示意图,图2示出了最终通过抛光加工得到的陶瓷分离阀成品。

[0101] 实施例3

[0102] (1) 原料

[0103] 分别称取9.4kg B₄C-SiC粉料(其中B₄C的含量为94g),以及添加剂:0.3kg纳米碳粉、0.15kg碳纳米管及0.15kg多壁石墨烯(纳米碳粉粒径为70nm、碳纳米管直径为16nm,多壁石墨烯的单层厚度为7nm,原料均购自中国国药集团)。

[0104] (2) 制备陶瓷分离阀

[0105] 除了原料含量与上述实施例1不同之外,与上述实施例1相同的制备方法制备陶瓷分离阀。

[0106] 实施例4

[0107] 分别称取9.2kg B₄C-SiC粉料(其中B₄C的含量为92g),以及添加剂:0.4kg纳米碳

粉、0.2kg碳纳米管及0.2kg多壁石墨烯(纳米碳粉粒径为70nm、碳纳米管直径为16nm,多壁石墨烯的单层厚度为7nm,原料均购自中国国药集团)。

[0108] (2) 制备陶瓷分离阀

[0109] 除了原料含量与上述实施例1不同之外,与上述实施例1相同的制备方法制备陶瓷分离阀。

[0110] 实施例5

[0111] 分别称取9.0kg B_4C-SiC 粉料(其中 B_4C 的含量为90g),以及添加剂:0.5kg纳米碳粉、0.25kg碳纳米管及0.25kg多壁石墨烯(纳米碳粉粒径为70nm、碳纳米管直径为16nm,多壁石墨烯的单层厚度为7nm,原料均购自中国国药集团)。

[0112] (2) 制备陶瓷分离阀

[0113] 除了原料含量与上述实施例1不同之外,与上述实施例1相同的制备方法制备陶瓷分离阀。

[0114] 实施例6

[0115] 各原料含量与实施例1相同。

[0116] 将上述原料采用球磨机进行湿法球磨,球磨转速为150r/min,球磨时间为15h,球磨后的粉体浆料进行喷雾造粒,喷雾干燥塔的进风口温度为180℃,出风口温度为80℃。

[0117] 对制得的混合粉体进行双向施压成型,成型压力为0.5t/m²,获得具有一定强度的SiC陶瓷分离阀坯体。

[0118] 将试样进行惰性气氛烧结。首先对炉内进行抽真空处理并升温至200℃,随后向炉内通入Ar气,在Ar气环境中经10h加热升温至2150℃,在该温度下保温3h后随炉冷却。将真空烧结后的样品进行HIP热处理,在1700℃下热处理120min,炉内气体压力保持在110MPa。将热处理后的陶瓷分离阀放入振动抛光机中,抛光机中的抛光介质为金刚石和水,振动抛光20h后,将抛光后的陶瓷分离阀进行超声清洗及烘干,得到陶瓷分离阀成品。

[0119] 实施例7

[0120] 各原料含量与实施例1相同。

[0121] 将上述采用球磨机进行湿法球磨,球磨转速为200r/min,球磨时间为25h,球磨后的粉体浆料进行喷雾造粒,喷雾干燥塔的进风口温度为250℃,出风口温度为130℃。

[0122] 对制得的混合粉体进行双向施压成型,成型压力为1.5t/m²,获得具有一定强度的SiC陶瓷分离阀坯体。

[0123] 将试样进行惰性气氛烧结,首先对炉内进行抽真空处理并升温至200℃,随后向炉内通入Ar气,在Ar气环境中经6h加热升温至2150℃,在该温度下保温1h后随炉冷却。

[0124] 将Ar气氛烧结后的样品进行HIP热处理,在1900℃下热处理100min,炉内气体压力保持在150MPa。将热处理后的陶瓷分离阀放入振动抛光机中,抛光机中的抛光介质为金刚石和水,振动抛光40h后,将抛光后的陶瓷分离阀进行超声清洗及烘干,得到陶瓷分离阀成品。

[0125] 对比例1

[0126] 称取10kg B_4C-SiC 粉料(其中 B_4C 含量为100g,购自大连正兴磨料有限公司),不含有任何添加剂。

[0127] 并采用与实施例1相同的制备方法制备陶瓷分离阀。

[0128] 对比例2

[0129] 分别称取9.4kg B_4C -SiC粉料(其中 B_4C 含量为94g,购自大连正兴磨料有限公司);以及添加剂:0.6kg纳米碳粉(纳米碳粉粒径为70nm,购自中国国药集团)。

[0130] 并采用与实施例1相同的制备方法制备陶瓷分离阀。

[0131] 对比例3

[0132] 分别称取9.4kg B_4C -SiC粉料(其中 B_4C 含量为94g,购自大连正兴磨料有限公司);以及添加剂:0.3kg碳纳米管及0.3kg多壁石墨烯(碳纳米管直径为16nm,多壁石墨烯的单层厚度为7nm,原料均购自中国国药集团)。

[0133] 并采用与实施例1相同的制备方法制备陶瓷分离阀。

[0134] 对比例4

[0135] 各原料含量与实施例1相同。

[0136] 与实施例1的区别仅在于:真空烧结后的样品并未进行HIP热处理,而是直接进行抛光打磨得到陶瓷分离阀成品。

[0137] 将上述各实施例以及对比例1-4制得的陶瓷分离阀进行测试,测试得到的平均性能如下表1所示。

[0138] 表1各示例的平均性能测试结果

性能 实施例	相对密度 (%)	断裂韧性 ($MPa \cdot m^{1/2}$)	抗弯强度 (MPa)	表面光洁度 Ra	摩擦系数
实施例 1	98.1	5.7	450	0.020	0.23
实施例 2	98.4	6.0	494	0.019	0.19
实施例 3	99.7	6.5	592	0.015	0.11
实施例 4	98.9	6.2	533	0.023	0.16
实施例 5	98.6	6.1	506	0.025	0.17
实施例 6	98.3	5.9	496	0.019	0.17
实施例 7	98.6	5.7	520	0.017	0.20
对比例 1	96.8	3.2	344	0.030	0.35
对比例 2	97.2	3.9	387	0.022	0.32
对比例 3	97.4	3.7	401	0.026	0.29
对比例 4	97.3	3.6	389	0.024	0.28

[0140] 通过上表可知,本发明SiC多相复合陶瓷分离阀使用的陶瓷粉体在 B_4C -SiC粉料中加入适量的添加剂纳米碳粉、碳纳米管及多壁石墨烯,通过分步Ar气氛烧结和烧结后的HIP热处理,显著改善了SiC陶瓷的烧结致密性不高、韧性较差和机械强度不高等缺点,大大提

高了产品的使用性能和延长了使用寿命。与此相比,未添加本发明的复合添加剂,或者只添加部分添加剂的对比例,其综合性能均远低于本发明实施例的测试结果。

[0141] 此外,从上述测试结果可知,本发明的实施例2,在该配方组成以及工艺条件下得到的性能尤其突出。

[0142] 以上所述是本发明的优选实施方式,应当指出,对于本技术领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明所述原理的前提下,还可以作出若干改进和润饰,这些改进和润饰也应视为本发明的保护范围。

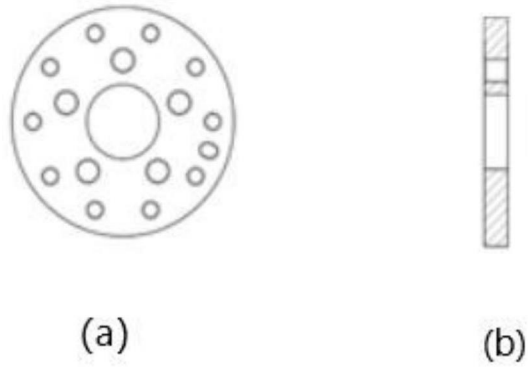


图1

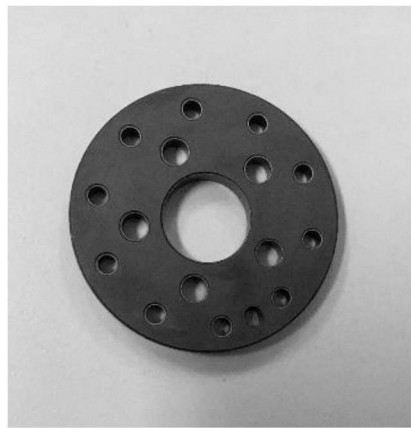


图2