



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 108285355 A

(43)申请公布日 2018.07.17

(21)申请号 201810058728.8

(22)申请日 2018.01.22

(71)申请人 浙江理工大学

地址 310018 浙江省杭州市江干经济开发  
区2号大街928号

(72)发明人 陈建军 刘东旭 曾凡 孔文龙

(74)专利代理机构 杭州求是专利事务有限公  
司 33200

代理人 林怀禹

(51) Int. Cl.

C04B 35/80(2006.01)

C04B 35/565(2006.01)

C04B 35/622(2006.01)

C04B 35/638(2006.01)

权利要求书2页 说明书8页 附图3页

(54)发明名称

制备SiC纳米线增强反应烧结碳化硅陶瓷基  
复合材料的方法

(57)摘要

本发明公开了一种制备SiC纳米线增强反应  
烧结碳化硅陶瓷基复合材料的方法。该方法以酚  
醛树脂为反应体系的单一碳源,同时采用酚醛树  
脂为包覆碳源,对SiC纳米线进行表面改性,形成  
碳包覆SiC纳米线,它均匀分散在SiC陶瓷预制体  
之中,然后通过反应烧结制备成碳化硅纳米纤维  
增强SiC陶瓷基复合材料。本发明采用SiC纳米线  
作为增强体通过反应烧结原理制备陶瓷基复合  
材料,有效的改善了纳米纤维与基体的结合界  
面,实现有效增加增韧;避免了已报道反应烧结  
导致碳化硅晶须/纳米线参与反应或长大问题;  
避免了原位生长纳米线的生长不均匀和与基体  
界面结合效果不好,不致密问题。

1. 一种制备SiC纳米线增强反应烧结碳化硅陶瓷基复合材料的方法,其特征在于:该方法以酚醛树脂为反应体系的单一碳源,同时采用酚醛树脂为包覆碳源,对SiC纳米线进行表面改性,形成碳包覆SiC纳米线,它均匀分散在SiC陶瓷预制体之中,然后通过反应烧结制备成碳化硅纳米纤维增强SiC陶瓷基复合材料。

2. 根据权利要求1所述的一种制备SiC纳米线增强反应烧结碳化硅陶瓷基复合材料的方法,其特征在于:该方法包括以下的步骤:

步骤1) 先将酚醛树脂和乙醇机械搅拌溶解,得到黄色溶液A,其中酚醛树脂与乙醇的质量比为1:2-4;

步骤2) 将SiC纳米线和SiC粉混合均匀,得到B粉料,其中SiC纳米线和SiC粉质量比为2-3:17;

步骤3) 将粉料B放入行星式球磨机球磨,以去离子水为球磨介质,SiC材质的圆球为研磨球,研磨球和粉料B的质量比为5:1,球磨时间设定为1.5-2 h,得浆料C,经烘干、研磨和过筛造粒,得D粉体;

步骤4) 将溶液A和粉体D经机械搅拌及超声分散使其混合均匀,配得陶瓷混合浆料E,将浆料E滴入超声振荡的去离子水中,同时机械搅拌使混合陶瓷浆料分散,得溶液F,其中溶液A和粉体D质量比为2-5:1;

步骤5) 将F溶液静置沉淀30-45min,清除部分上层清液,得浆料G,将PVA溶液与浆料G机械搅拌得溶液H,然后再烘干、研磨和过筛造粒,得到酚醛树脂包覆的复合粉体I,其中PVA溶液与浆料G质量比为15-25:1;

步骤6) 将酚醛树脂包覆的复合粉体I倒入成型模具中,在液压机的单向作用下压制成型,并限制压制高度,得到压制成型的素坯,其中液压机的压力为20 MP~35 MP;

步骤7) 将压制成型的素坯置于真空干燥箱中在85℃-90℃下干燥10-12h,取出后放入马弗炉中进行排胶处理,酚醛树脂在高温下碳化裂解变为碳源,它包覆于SiC纳米线和SiC粉体颗粒的表面形成碳包覆,设定排胶温度为850℃-900℃;

步骤8) 最后对素坯进行反应烧结,反应烧结在真空无压烧结炉中进行,确保整个烧结过程中炉膛内真空度小于10 Pa,最高温度为1500℃-1600℃。

3. 根据权利要求2所述的一种制备SiC纳米线增强反应烧结碳化硅陶瓷基复合材料的方法,其特征在于:作为优选,步骤1)中所述酚醛树脂与乙醇的质量比为1:2;酚醛树脂应选非水溶性的酚醛树脂。

4. 根据权利要求2所述的一种制备SiC纳米线增强反应烧结碳化硅陶瓷基复合材料的方法,其特征在于:作为优选,步骤2)中所述SiC纳米线和SiC粉质量比为3:17; SiC纳米线选自以热力学稳定的单晶高纯 $\beta$ -SiC纳米线; SiC粉粒径为0.1~30微米。

5. 根据权利要求2所述的一种制备SiC纳米线增强反应烧结碳化硅陶瓷基复合材料的方法,其特征在于:作为优选,步骤3)中所述磨球和粉料B的质量比为5:1时,球磨时间设定为1.5h。

6. 根据权利要求2所述的一种制备SiC纳米线增强反应烧结碳化硅陶瓷基复合材料的方法,其特征在于:作为优选,步骤4)中所述溶液A和粉体D质量比为3:1。

7. 根据权利要求2所述的一种制备SiC纳米线增强反应烧结碳化硅陶瓷基复合材料的方法,其特征在于:作为优选,步骤5)中所述F溶液静置沉淀30min,PVA溶液与浆料G质量比

为20:1。

8. 根据权利要求2所述的的一种制备SiC纳米线增强反应烧结碳化硅陶瓷基复合材料的方法,其特征在于:作为优选,步骤6)中所述液压机的压力为20 MP。

9. 根据权利要求2所述的一种制备SiC纳米线增强反应烧结碳化硅陶瓷基复合材料的方法,其特征在于:作为优选,步骤7)中所述在真空干燥箱中90 °C下干燥12 h,排胶最高温度为900 °C。

10. 根据权利要求2所述的一种制备SiC纳米线增强反应烧结碳化硅陶瓷基复合材料的方法,其特征在于:作为优选,步骤8)中所述炉膛内真空度小于10 Pa、最高温度为1500°C。

## 制备SiC纳米线增强反应烧结碳化硅陶瓷基复合材料的方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种陶瓷基复合材料的制备方法,具体涉及一种制备SiC纳米线增强反应烧结碳化硅陶瓷基复合材料的方法。

### 背景技术

[0002] 碳化硅(SiC)陶瓷材料是以碳化硅为主要成分的陶瓷材料,作为一种结构材料,因其具有抗氧化、低密度、耐高温、高硬度、耐腐蚀等优良特性,广泛应用于现代国防、航空航天、汽车行业以及机械工业等各个领域。SiC陶瓷材料的主要制备方法包括常规烧结、热压烧结、气氛压力烧结、热等静压烧结和反应烧结等。其中,反应烧结工艺(RBSC)由于具有设备简单、成本低、残余孔隙率低、能实现近净成型制备复杂形状的制品,是现在应用较为广泛的一种制备工艺。然而,RBSC中原始碳化硅(SiC)粒子尺寸增大,游离硅数量增加,游离碳数量减少,虽然密度和气孔率没有变化,但断裂强度降低,对力学性能产生一定的影响,限制了陶瓷材料更为广泛的应用。为了提高陶瓷基复合材料的力学性能,一般可以引入粒子、晶须、纤维等作为第二相进行补强增韧,通过在基体中引入纤维增强体,提高反应烧结碳化硅的力学性能。近年来,通过引入高强纤维作为增强体可以明显提高陶瓷基复合材料的性能,已经引起了科研工作者的广泛关注。SiC晶须为一种具有高熔点、高比强、低膨胀系数和化学稳定性等优良特性的材料,已经被广泛地应用于先进陶瓷复合材料的制备。如中国专利申请CN 102161594A(公开号)公开了“一种SiC晶须强化的SiC陶瓷基复合材料及其制备方法”,这种SiC陶瓷基复合材料由预制件通过Si或Si合金熔渗反应制备得到,所述的预制件由包括稻壳SiC晶须化产物的原料模压成型制得。该复合材料方法制备工艺简单,熔融反应温度低,无需外加压力,预制件可制成复杂形状,可用于复杂形状的构件。又如中国专利申请CN 103951454 A(公开号)公开了“一种SiC晶须增强的陶瓷基复合材料”,该方法是利用物理方法使纤维束或丝间附着细小的SiC晶须,通过化学气相渗透法(CVI)在附有SiC晶须的纤维间生成陶瓷基体,不破坏晶须形貌和力学性能,使复合材料的断裂韧性得到很大提高,并且材料的断裂韧性和抗弯强度随着材料的相对密度而增加。与SiC晶须相比, SiC纳米线具有高长径比和更高的力学性能。目前,报道出来的SiC纳米线以热力学稳定的单晶高纯 $\beta$ -SiC为主。Yang等采用CVD的方法在SiC预编体中原位生成表面碳包覆的SiC纳米线,制备得到SiC纳米线增强SiC陶瓷基复合材料的抗弯强度达到 $750 \pm 103$  MPa,断裂韧性达到 $20.3 \pm 2$  MPa $\cdot$ m<sup>1/2</sup>(Yang W, Araki H, Tang C, et al. Single-crystal SiC nanowires with a thin carbon coating for stronger and tougher ceramic composites[J]. Advanced Materials, 2005, 17(12):1519-1523.);Yoon等调整PCS的含量为20%,在高度有序的多孔SiC陶瓷基体材料中生长出非定向的SiC纳米线,制备出的多孔SiC陶瓷基复合材料具有很好的热稳定性和较高的力学性能(Yoon B H, Park C S, Kim H E, et al. In Situ synthesis of porous silicon carbide (SiC) ceramics decorated with SiC Nanowires[J]. Journal of the American Ceramic Society, 2010, 90(12):3759-3766.)上述文献都采用了原位生长SiC纳米线增强SiC陶瓷基复合材

料。但是SiC纳米线都是在原位生长出来的,且碳包覆工艺较为复杂,根据以上研究,本发明以酚醛树脂为反应体系的单一碳源,对SiC纳米线进行表面改性,形成碳包覆SiC纳米线,均匀分散在 SiC陶瓷预制体之中,然后通过反应烧结制备成碳化硅纳米纤维增强SiC陶瓷基复合材料。该发明的有益之处在于有效的改善了纳米纤维与基体的结合界面,实现有效增加增韧;避免了已报道反应烧结导致碳化硅晶须/纳米线参与反应或长大问题;避免了原位生长纳米线的生长不均匀和与基体界面结合效果不好,不致密问题。

### 发明内容

[0003] 本发明的目的在于提供一种制备SiC纳米线增强反应烧结碳化硅陶瓷基复合材料的方法,是利用反应烧结工艺,通过酚醛树脂为碳源的碳包覆工艺对纳米纤维进行表面改性来增强陶瓷基复合材料的制备方法。

[0004] 本发明采用的技术方案是:

该方法以酚醛树脂为反应体系的单一碳源,同时采用酚醛树脂为包覆碳源,对SiC纳米线进行表面改性,形成碳包覆SiC纳米线,它均匀分散在SiC陶瓷预制体之中,然后通过反应烧结制备成碳化硅纳米纤维增强SiC陶瓷基复合材料。

[0005] 该方法包括以下的步骤:

步骤1) 先将酚醛树脂和乙醇机械搅拌溶解,得到黄色溶液A,其中酚醛树脂与乙醇的质量比为1:2-4;

步骤2) 将SiC纳米线和SiC粉混合均匀,得到B粉料,其中SiC纳米线和SiC粉质量比为2-3:17;

步骤3) 将粉料B放入行星式球磨机球磨,以去离子水为球磨介质,SiC材质的圆球为研磨球,研磨球和粉料B的质量比为5:1,球磨时间设定为1.5-2 h,得浆料C,经烘干、研磨和过筛造粒,得D粉体;

步骤4) 将溶液A和粉体D经机械搅拌及超声分散使其混合均匀,配得陶瓷混合浆料E,将浆料E滴入超声振荡的去离子水中,同时机械搅拌使混合陶瓷浆料分散,得溶液F,其中溶液A和粉体D质量比为2-5:1;

步骤5) 将F溶液静置沉淀30-45min,清除部分上层清液,得浆料G,将PVA溶液与浆料G机械搅拌得溶液H,然后再烘干、研磨和过筛造粒,得到酚醛树脂包覆的复合粉体I,其中PVA溶液与浆料G质量比为15-25:1;

步骤6) 将酚醛树脂包覆的复合粉体I倒入成型模具中,在液压机的单向作用下压制成型,并限制压制高度,得到压制成型的素坯,其中液压机的压力为20 MP~35 MP;

步骤7) 将压制成型的素坯置于真空干燥箱中在85℃-90℃下干燥10-12h,取出后放入马弗炉中进行排胶处理,酚醛树脂在高温下碳化裂解变为碳源,它包覆于SiC纳米线和SiC粉体颗粒的表面形成碳包覆,设定排胶温度为850℃-900℃;

步骤8) 最后对素坯进行反应烧结,反应烧结在真空无压烧结炉中进行,确保整个烧结过程中炉膛内真空度小于10 Pa,最高温度为1500℃-1600℃。

[0006] 作为优选,步骤1)中所述酚醛树脂与乙醇的质量比为1:2;酚醛树脂应选非水溶性的酚醛树脂。

[0007] 作为优选,步骤2)中所述SiC纳米线和SiC粉质量比为3:17; SiC纳米线选自以热

力学稳定的单晶高纯 $\beta$ -SiC纳米线；SiC粉粒径为0.1~30微米。

[0008] 作为优选,步骤3)中所述磨球和粉料B的质量比为5:1时,球磨时间设定为1.5h。

[0009] 作为优选,步骤4)中所述溶液A和粉体D质量比为3:1。

[0010] 作为优选,步骤5)中所述F溶液静置沉淀30min,PVA溶液与浆料G质量比为20:1。

[0011] 作为优选,步骤6)中所述液压机的压力为20 MP。

[0012] 作为优选,步骤7)中所述在真空干燥箱中90 °C下干燥12 h,排胶最高温度为900 °C。

[0013] 作为优选,步骤8)中所述炉膛内真空度小于10 Pa、最高温度为1500°C。

[0014] 本发明具有的有益效果是:

本发明采用SiC纳米线作为增强体通过反应烧结原理制备陶瓷基复合材料,有效的改善了纳米纤维与基体的结合界面,实现有效增加增韧;避免了已报道反应烧结导致碳化硅晶须/纳米线参与反应或长大问题;避免了原位生长纳米线的生长不均匀和与基体界面结合效果不好,不致密问题。

## 附图说明

[0015] 图1是本发明所选定的SiC纳米线高倍扫描电镜图。

[0016] 图2是用本发明制得的SiC纳米线增强陶瓷基复合材料扫描电镜(SEM)照片。

[0017] 图3是用本发明制得的SiC纳米线增强陶瓷基复合材料光学显微照片。

## 具体实施方式

[0018] 以下结合实施例对本发明做进一步说明。

[0019] 实施例1

将4g的酚醛树脂和8g的乙醇机械搅拌溶解,得到黄色溶液A。其中酚醛树脂与乙醇的质量比为1:2。将15g的SiC纳米线和85g的SiC粉混合均匀,得到B粉料,其中SiC纳米线和SiC粉质量比为3:17。将粉料B放入行星式球磨机球磨,以去离子水为球磨介质,SiC材质的圆球为研磨球,研磨球和粉料B的质量比为5:1,球磨时间设定为1.5h,得浆料C,经烘干、研磨和过筛造粒,得D粉体。将溶液A和粉体D经机械搅拌及超声分散使其混合均匀,配得陶瓷混合浆料E,将浆料E缓慢地滴入大功率超声振荡的去离子水中,同时高速机械搅拌使混合陶瓷浆料快速分散,得溶液F。其中溶液A和粉体D质量比为3:1。将F溶液静置沉淀30 min,清除部分上层清液,得浆料G,将PVA溶液与浆料G机械搅拌得溶液H,然后再烘干、研磨和过筛造粒,得到酚醛树脂包覆的复合粉体I,其中PVA溶液与浆料G质量比为20:1。将酚醛树脂包覆的复合粉体I倒入成型模具中,在液压机的单向作用下压制成型,并限制压制高度,得到一定压制密度的素坯,其中液压机的压力为20兆帕(MPa)。将压制成型的素坯置于真空干燥箱中在85 °C下干燥12 h,取出后放入马弗炉中进行排胶处理,酚醛树脂在高温下碳化裂解变为碳源,它包覆于SiC纳米线和SiC粉体颗粒的表面形成碳包覆,设定排胶最高温度为900 °C。最后对素坯进行反应烧结,反应烧结在真空无压烧结炉中进行,确保整个烧结过程中炉膛内真空度小于10 Pa,最高温度设为1500°C。图1是本发明所选定的SiC纳米线高倍扫描电镜图,说明SiC纳米线具有高长径比。所制样品扫描电镜图如图2所示,可以看出碳包覆的SiC纳米线均匀插入SiC粉体颗粒之中,由于碳包覆增强了陶瓷基体界面强度。显著提高了力学性

能。图3为样品的显微组织图,显示出复合材料结构致密,可以看出由于碳包覆,组织晶粒变得细小,起到了细晶强化作用,提高其力学性能。最后对成品进行抗弯试验检测,抗弯强度高达300 MPa与未加纳米线的成品相比提升了20%。这些结果表明利用SiC纳米线作为增强体通过反应烧结原理制备陶瓷基复合材料,制得的产物性能良好。

#### [0020] 实施例2

将4g的酚醛树脂和16g的乙醇机械搅拌溶解,得到黄色溶液A。其中酚醛树脂与乙醇的质量比为1:4。将15g的SiC纳米线和85g的SiC粉混合均匀,得到B粉料,其中SiC纳米线和SiC粉质量比为3:17。将粉料B放入行星式球磨机球磨,以去离子水为球磨介质,SiC材质的圆球为研磨球,研磨球和粉料B的质量比为5:1,球磨时间设定为2h,得浆料C,经烘干、研磨和过筛造粒,得D粉体。将溶液A和粉体D经机械搅拌及超声分散使其混合均匀,配得陶瓷混合浆料E,将浆料E缓慢地滴入大功率超声振荡的去离子水中,同时高速机械搅拌使混合陶瓷浆料快速分散,得溶液F。其中溶液A和粉体D质量比为3:1。将F溶液静置沉淀45 min,清除部分上层清液,得浆料G,将PVA溶液与浆料G机械搅拌得溶液H,然后再烘干、研磨和过筛造粒,得到酚醛树脂包覆的复合粉体I,其中PVA溶液与浆料G质量比为15:1。将酚醛树脂包覆的复合粉体I倒入成型模具中,在液压机的单向作用下压制成型,并限制压制高度,得到一定压制密度的素坯,其中液压机的压力为35 MP。将压制成型的素坯置于真空干燥箱中在85℃下干燥12 h,取出后放入马弗炉中进行排胶处理,酚醛树脂在高温下碳化裂解变为碳源,它包覆于SiC纳米线和SiC粉体颗粒的表面形成碳包覆,设定排胶温度为900 °C。最后对素坯进行反应烧结,反应烧结在真空无压烧结炉中进行,确保整个烧结过程中炉膛内真空度小于10 Pa,最高温度设为1600℃。产物的形貌,组织结构,性能等均与实施例1相同。

#### [0021] 实施例3

将4g的酚醛树脂和8g的乙醇机械搅拌溶解,得到黄色溶液A。其中酚醛树脂与乙醇的质量比为1:2。将15g的SiC纳米线和85g的SiC粉混合均匀,得到B粉料,其中SiC纳米线和SiC粉质量比为3:17。将粉料B放入行星式球磨机球磨,以去离子水为球磨介质,SiC材质的圆球为研磨球,研磨球和粉料B的质量比为5:1,球磨时间设定为2h,得浆料C,经烘干、研磨和过筛造粒,得D粉体。将溶液A和粉体D经机械搅拌及超声分散使其混合均匀,配得陶瓷混合浆料E,将浆料E缓慢地滴入大功率超声振荡的去离子水中,同时高速机械搅拌使混合陶瓷浆料快速分散,得溶液F。其中溶液A和粉体D质量比为3:1。将F溶液静置沉淀35 min,清除部分上层清液,得浆料G,将PVA溶液与浆料G机械搅拌得溶液H,然后再烘干、研磨和过筛造粒,得到酚醛树脂包覆的复合粉体I,其中PVA溶液与浆料G质量比为20:1。将酚醛树脂包覆的复合粉体I倒入成型模具中,在液压机的单向作用下压制成型,并限制压制高度,得到一定压制密度的素坯,其中液压机的压力为20 MP。将压制成型的素坯置于真空干燥箱中在90℃下干燥10 h,取出后放入马弗炉中进行排胶处理,酚醛树脂在高温下碳化裂解变为碳源,它包覆于SiC纳米线和SiC粉体颗粒的表面形成碳包覆,设定排胶温度为850 °C。最后对素坯进行反应烧结,反应烧结在真空无压烧结炉中进行,确保整个烧结过程中炉膛内真空度小于10 Pa,最高温度设为1500℃。产物的形貌,组织结构,性能等均与实施例1相同。

#### [0022] 实施例4

将4g的酚醛树脂和8g的乙醇机械搅拌溶解,得到黄色溶液A。其中酚醛树脂与乙醇的质量比为1:2。将15g的SiC纳米线和127.5g的SiC粉混合均匀,得到B粉料,其中SiC纳米线和

SiC粉质量比为2:17。将粉料B放入行星式球磨机球磨,以去离子水为球磨介质,SiC材质的圆球为研磨球,研磨球和粉料B的质量比为5:1,球磨时间设定为1.5h,得浆料C,经烘干、研磨和过筛造粒,得D粉体。将溶液A和粉体D经机械搅拌及超声分散使其混合均匀,配得陶瓷混合浆料E,将浆料E缓慢地滴入大功率超声振荡的去离子水中,同时高速机械搅拌使混合陶瓷浆料快速分散,得溶液F。其中溶液A和粉体D质量比为3:1。将F溶液静置沉淀35 min,清除部分上层清液,得浆料G,将PVA溶液与浆料G机械搅拌得溶液H,然后再烘干、研磨和过筛造粒,得到酚醛树脂包覆的复合粉体I,其中PVA溶液与浆料G质量比为15:1。将酚醛树脂包覆的复合粉体I倒入成型模具中,在液压机的单向作用下压制成型,并限制压制高度,得到一定压制密度的素坯,其中液压机的压力为35 MP。将压制成型的素坯置于真空干燥箱中在85℃下干燥12 h,取出后放入马弗炉中进行排胶处理,酚醛树脂在高温下碳化裂解变为碳源,它包覆于SiC纳米线和SiC粉体颗粒的表面形成碳包覆,设定排胶温度为900℃。最后对素坯进行反应烧结,反应烧结在真空无压烧结炉中进行,确保整个烧结过程中炉膛内真空度小于10 Pa,最高温度设为1550℃。产物的形貌,组织结构,性能等均与实施例1相同。

#### [0023] 实施例5

将4g的酚醛树脂和8g的乙醇机械搅拌溶解,得到黄色溶液A。其中酚醛树脂与乙醇的质量比为1:2。将15g的SiC纳米线和85g的SiC粉混合均匀,得到B粉料,其中SiC纳米线和SiC粉质量比为3:17。将粉料B放入行星式球磨机球磨,以去离子水为球磨介质,SiC材质的圆球为研磨球,研磨球和粉料B的质量比为5:1,球磨时间设定为1.7h,得浆料C,经烘干、研磨和过筛造粒,得D粉体。将溶液A和粉体D经机械搅拌及超声分散使其混合均匀,配得陶瓷混合浆料E,将浆料E缓慢地滴入大功率超声振荡的去离子水中,同时高速机械搅拌使混合陶瓷浆料快速分散,得溶液F。其中溶液A和粉体D质量比为5:1。将F溶液静置沉淀30 min,清除部分上层清液,得浆料G,将PVA溶液与浆料G机械搅拌得溶液H,然后再烘干、研磨和过筛造粒,得到酚醛树脂包覆的复合粉体I,其中PVA溶液与浆料G质量比为25:1。将酚醛树脂包覆的复合粉体I倒入成型模具中,在液压机的单向作用下压制成型,并限制压制高度,得到一定压制密度的素坯,其中液压机的压力为30 MP。将压制成型的素坯置于真空干燥箱中在85℃下干燥11 h,取出后放入马弗炉中进行排胶处理,酚醛树脂在高温下碳化裂解变为碳源,它包覆于SiC纳米线和SiC粉体颗粒的表面形成碳包覆,设定排胶温度为870℃。最后对素坯进行反应烧结,反应烧结在真空无压烧结炉中进行,确保整个烧结过程中炉膛内真空度小于10 Pa,最高温度设为1600℃。产物的形貌,组织结构,性能等均与实施例1相同。

#### [0024] 实施例6

将4g的酚醛树脂和12g的乙醇机械搅拌溶解,得到黄色溶液A。其中酚醛树脂与乙醇的质量比为1:3。将15g的SiC纳米线和102g的SiC粉混合均匀,得到B粉料,其中SiC纳米线和SiC粉质量比为2.5:17。将粉料B放入行星式球磨机球磨,以去离子水为球磨介质,SiC材质的圆球为研磨球,研磨球和粉料B的质量比为5:1,球磨时间设定为1.8h,得浆料C,经烘干、研磨和过筛造粒,得D粉体。将溶液A和粉体D经机械搅拌及超声分散使其混合均匀,配得陶瓷混合浆料E,将浆料E缓慢地滴入大功率超声振荡的去离子水中,同时高速机械搅拌使混合陶瓷浆料快速分散,得溶液F。其中溶液A和粉体D质量比为4:1。将F溶液静置沉淀37min,清除部分上层清液,得浆料G,将PVA溶液与浆料G机械搅拌得溶液H,然后再烘干、研磨和过筛造粒,得到酚醛树脂包覆的复合粉体I,其中PVA溶液与浆料G质量比为20:1。将酚醛树脂



包覆的复合粉体I倒入成型模具中,在液压机的单向作用下压制成型,并限制压制高度,得到一定压制密度的素坯,其中液压机的压力为30 MP。将压制成型的素坯置于真空干燥箱中在90℃下干燥12 h,取出后放入马弗炉中进行排胶处理,酚醛树脂在高温下碳化裂解变为碳源,它包覆于SiC纳米线和SiC粉体颗粒的表面形成碳包覆,设定排胶温度为900℃。最后对素坯进行反应烧结,反应烧结在真空无压烧结炉中进行,确保整个烧结过程中炉膛内真空度小于10 Pa,最高温度设为1550℃。产物的形貌,组织结构,性能等均与实施例1相同。

#### [0025] 实施例7

将5g的酚醛树脂和10g的乙醇机械搅拌溶解,得到黄色溶液A。其中酚醛树脂与乙醇的质量比为1:2。将15g的SiC纳米线和85g的SiC粉混合均匀,得到B粉料,其中SiC纳米线和SiC粉质量比为3:17。将粉料B放入行星式球磨机球磨,以去离子水为球磨介质,SiC材质的圆球为研磨球,研磨球和粉料B的质量比为5:1,球磨时间设定为1.5h,得浆料C,经烘干、研磨和过筛造粒,得D粉体。将溶液A和粉体D经机械搅拌及超声分散使其混合均匀,配得陶瓷混合浆料E,将浆料E缓慢地滴入大功率超声振荡的去离子水中,同时高速机械搅拌使混合陶瓷浆料快速分散,得溶液F。其中溶液A和粉体D质量比为3:1。将F溶液静置沉淀35 min,清除部分上层清液,得浆料G,将PVA溶液与浆料G机械搅拌得溶液H,然后再烘干、研磨和过筛造粒,得到酚醛树脂包覆的复合粉体I,其中PVA溶液与浆料G质量比为15:1。将酚醛树脂包覆的复合粉体I倒入成型模具中,在液压机的单向作用下压制成型,并限制压制高度,得到一定压制密度的素坯,其中液压机的压力为25 MP。将压制成型的素坯置于真空干燥箱中在90℃下干燥12 h,取出后放入马弗炉中进行排胶处理,酚醛树脂在高温下碳化裂解变为碳源,它包覆于SiC纳米线和SiC粉体颗粒的表面形成碳包覆,设定排胶温度为870℃。最后对素坯进行反应烧结,反应烧结在真空无压烧结炉中进行,确保整个烧结过程中炉膛内真空度小于10 Pa,最高温度设为1570℃。产物的形貌,组织结构,性能等均与实施例1相同。

#### [0026] 实施例8

将5g的酚醛树脂和10g的乙醇机械搅拌溶解,得到黄色溶液A。其中酚醛树脂与乙醇的质量比为1:2。将15g的SiC纳米线和85g的SiC粉混合均匀,得到B粉料,其中SiC纳米线和SiC粉质量比为3:17。将粉料B放入行星式球磨机球磨,以去离子水为球磨介质,SiC材质的圆球为研磨球,研磨球和粉料B的质量比为5:1,球磨时间设定为2 h,得浆料C,经烘干、研磨和过筛造粒,得D粉体。将溶液A和粉体D经机械搅拌及超声分散使其混合均匀,配得陶瓷混合浆料E,将浆料E缓慢地滴入大功率超声振荡的去离子水中,同时高速机械搅拌使混合陶瓷浆料快速分散,得溶液F。其中溶液A和粉体D质量比为3:1。将F溶液静置沉淀36 min,清除部分上层清液,得浆料G,将PVA溶液与浆料G机械搅拌得溶液H,然后再烘干、研磨和过筛造粒,得到酚醛树脂包覆的复合粉体I,其中PVA溶液与浆料G质量比为20:1。将酚醛树脂包覆的复合粉体I倒入成型模具中,在液压机的单向作用下压制成型,并限制压制高度,得到一定压制密度的素坯,其中液压机的压力为28 MP。将压制成型的素坯置于真空干燥箱中在88℃下干燥11 h,取出后放入马弗炉中进行排胶处理,酚醛树脂在高温下碳化裂解变为碳源,它包覆于SiC纳米线和SiC粉体颗粒的表面形成碳包覆,设定排胶温度为890℃。最后对素坯进行反应烧结,反应烧结在真空无压烧结炉中进行,确保整个烧结过程中炉膛内真空度小于10 Pa,最高温度设为1570℃。产物的形貌,组织结构,性能等均与实施例1相同。

#### [0027] 实施例9

将5g的酚醛树脂和10g的乙醇机械搅拌溶解,得到黄色溶液A。其中酚醛树脂与乙醇的质量比为1:2。将10g的SiC纳米线和85g的SiC粉混合均匀,得到B粉料,其中SiC纳米线和SiC粉质量比为2:17。将粉料B放入行星式球磨机球磨,以去离子水为球磨介质,SiC材质的圆球为研磨球,研磨球和粉料B的质量比为5:1,球磨时间设定为1.5h,得浆料C,经烘干、研磨和过筛造粒,得D粉体。将溶液A和粉体D经机械搅拌及超声分散使其混合均匀,配得陶瓷混合浆料E,将浆料E缓慢地滴入大功率超声振荡的去离子水中,同时高速机械搅拌使混合陶瓷浆料快速分散,得溶液F。其中溶液A和粉体D质量比为3.5:1。将F溶液静置沉淀42 min,清除部分上层清液,得浆料G,将PVA溶液与浆料G机械搅拌得溶液H,然后再烘干、研磨和过筛造粒,得到酚醛树脂包覆的复合粉体I,其中PVA溶液与浆料G质量比为20:1。将酚醛树脂包覆的复合粉体I倒入成型模具中,在液压机的单向作用下压制成型,并限制压制高度,得到一定压制密度的素坯,其中液压机的压力为25 MP。将压制成型的素坯置于真空干燥箱中在85℃下干燥12 h,取出后放入马弗炉中进行排胶处理,酚醛树脂在高温下碳化裂解变为碳源,它包覆于SiC纳米线和SiC粉体颗粒的表面形成碳包覆,设定排胶温度为860℃。最后对素坯进行反应烧结,反应烧结在真空无压烧结炉中进行,确保整个烧结过程中炉膛内真空度小于10 Pa,最高温度设为1520℃。产物的形貌,组织结构,性能等均与实施例1相同。

#### [0028] 实施例10

将4g的酚醛树脂和10g的乙醇机械搅拌溶解,得到黄色溶液A。其中酚醛树脂与乙醇的质量比为1:2.5。将10g的SiC纳米线和85g的SiC粉混合均匀,得到B粉料,其中SiC纳米线和SiC粉质量比为2:17。将粉料B放入行星式球磨机球磨,以去离子水为球磨介质,SiC材质的圆球为研磨球,研磨球和粉料B的质量比为5:1,球磨时间设定为2 h,得浆料C,经烘干、研磨和过筛造粒,得D粉体。将溶液A和粉体D经机械搅拌及超声分散使其混合均匀,配得陶瓷混合浆料E,将浆料E缓慢地滴入大功率超声振荡的去离子水中,同时高速机械搅拌使混合陶瓷浆料快速分散,得溶液F。其中溶液A和粉体D质量比为3:1。将F溶液静置沉淀33 min,清除部分上层清液,得浆料G,将PVA溶液与浆料G机械搅拌得溶液H,然后再烘干、研磨和过筛造粒,得到酚醛树脂包覆的复合粉体I,其中PVA溶液与浆料G质量比为18:1。将酚醛树脂包覆的复合粉体I倒入成型模具中,在液压机的单向作用下压制成型,并限制压制高度,得到一定压制密度的素坯,其中液压机的压力为27MP。将压制成型的素坯置于真空干燥箱中在90℃下干燥12 h,取出后放入马弗炉中进行排胶处理,酚醛树脂在高温下碳化裂解变为碳源,它包覆于SiC纳米线和SiC粉体颗粒的表面形成碳包覆,设定排胶温度为890℃。最后对素坯进行反应烧结,反应烧结在真空无压烧结炉中进行,确保整个烧结过程中炉膛内真空度小于10 Pa,最高温度设为1570℃。产物的形貌,组织结构,性能等均与实施例1相同。

#### [0029] 实施例11

将4g的酚醛树脂和8g的乙醇机械搅拌溶解,得到黄色溶液A。其中酚醛树脂与乙醇的质量比为1:2。将15g的SiC纳米线和85g的SiC粉混合均匀,得到B粉料,其中SiC纳米线和SiC粉质量比为3:17。将粉料B放入行星式球磨机球磨,以去离子水为球磨介质,SiC材质的圆球为研磨球,研磨球和粉料B的质量比为5:1,球磨时间设定为1.5h,得浆料C,经烘干、研磨和过筛造粒,得D粉体。将溶液A和粉体D经机械搅拌及超声分散使其混合均匀,配得陶瓷混合浆料E,将浆料E缓慢地滴入大功率超声振荡的去离子水中,同时高速机械搅拌使混合陶瓷浆料快速分散,得溶液F。其中溶液A和粉体D质量比为3.5:1。将F溶液静置沉淀43 min,清除部

分上层清液,得浆料G,将PVA溶液与浆料G机械搅拌得溶液H,然后再烘干、研磨和过筛造粒,得到酚醛树脂包覆的复合粉体I,其中PVA溶液与浆料G质量比为23:1。将酚醛树脂包覆的复合粉体I倒入成型模具中,在液压机的单向作用下压制成型,并限制压制高度,得到一定压制密度的素坯,其中液压机的压力为35 MP。将压制成型的素坯置于真空干燥箱中在90℃下干燥11 h,取出后放入马弗炉中进行排胶处理,酚醛树脂在高温下碳化裂解变为碳源,它包覆于SiC纳米线和SiC粉体颗粒的表面形成碳包覆,定排胶最高温度为900 °C。最后对素坯进行反应烧结,反应烧结在真空无压烧结炉中进行,确保整个烧结过程中炉膛内真空度小于10 Pa,最高温度设为1550℃。产物的形貌,组织结构,性能等均与实施例1相同。

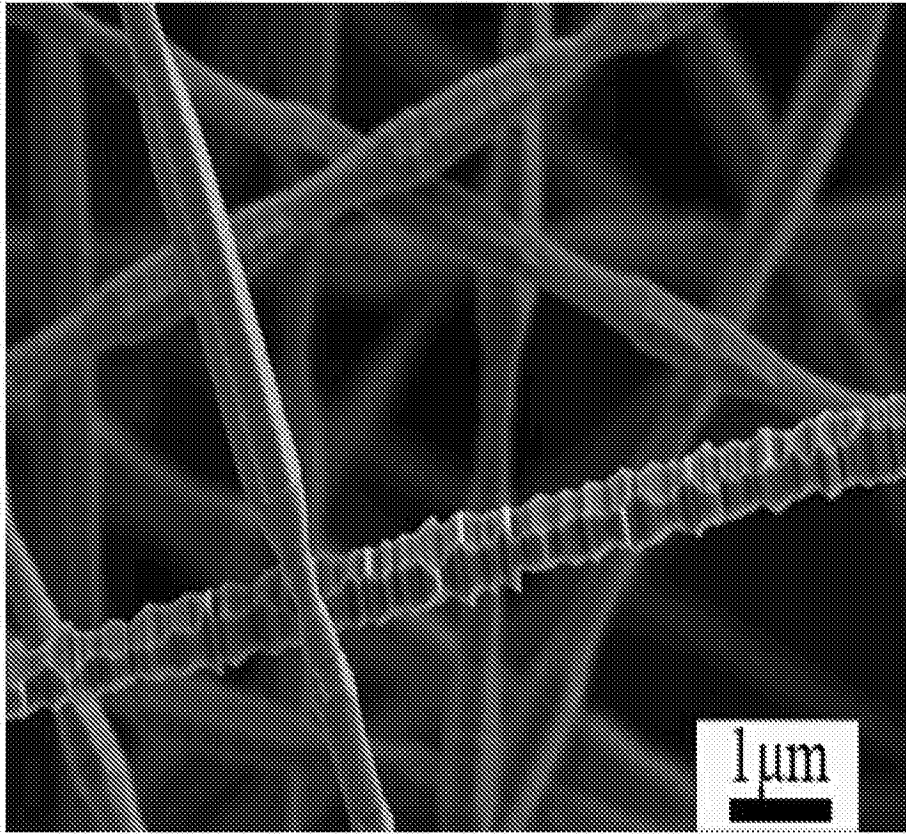


图1

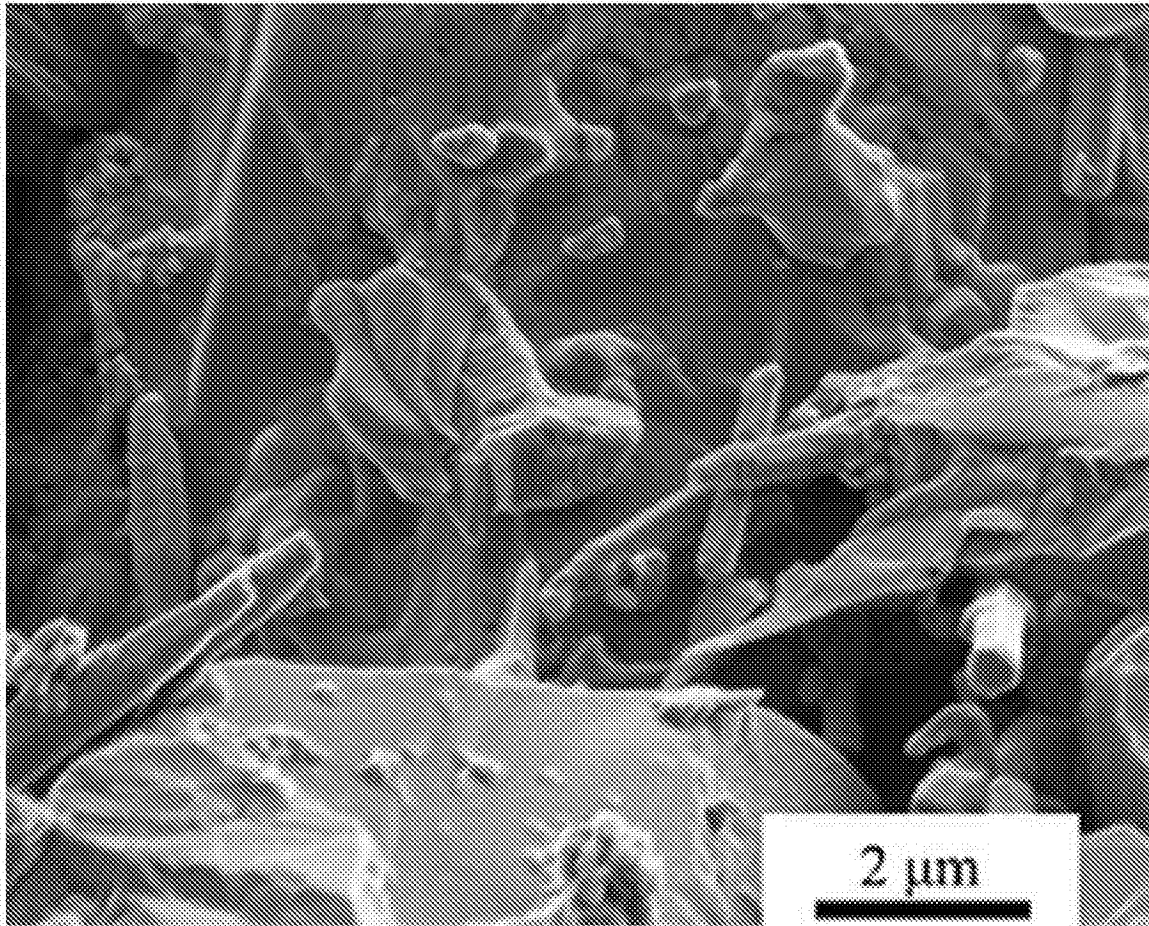


图2

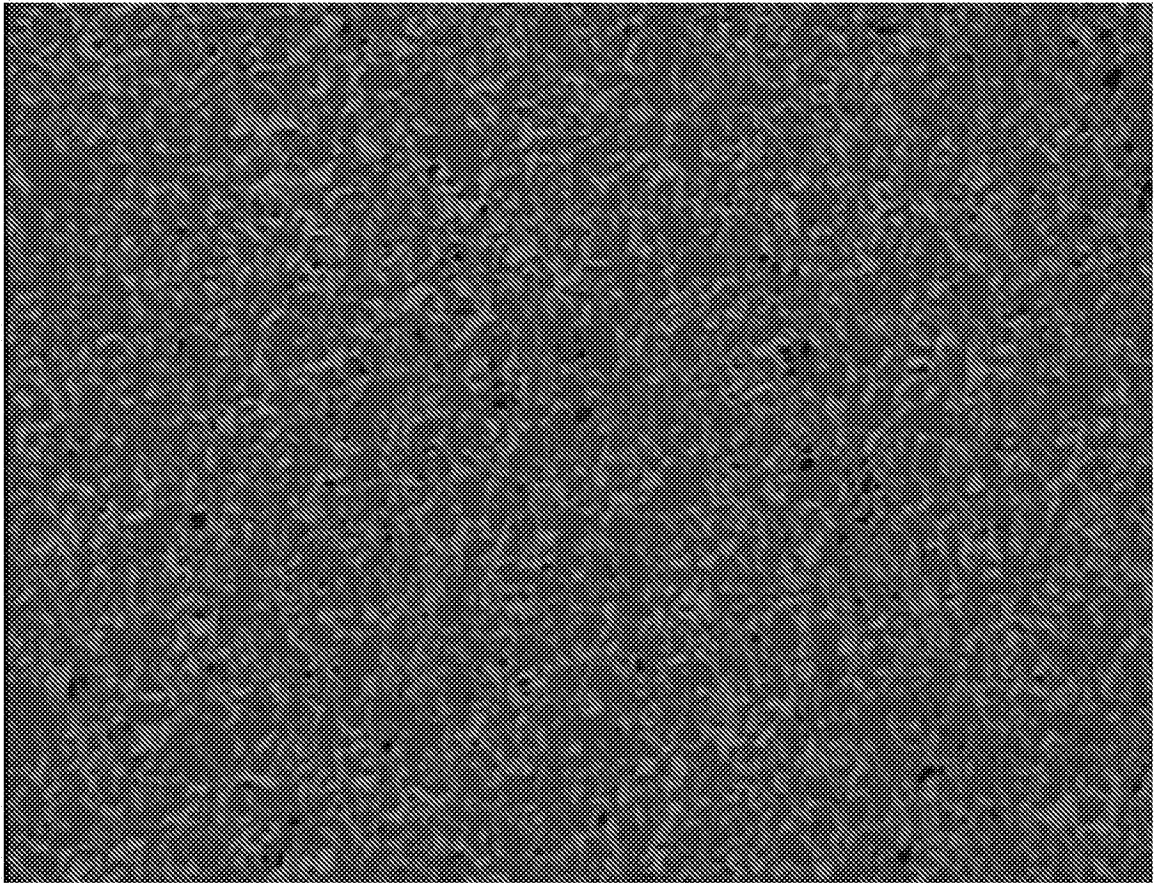


图3