



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103922778 B

(45) 授权公告日 2015.07.01

(21) 申请号 201410142344.6

(22) 申请日 2014.04.10

(73) 专利权人 中国人民解放军国防科学技术大学

地址 410073 湖南省长沙市开福区德雅路
109号

(72) 发明人 刘海韬 程海峰 王义 祖梅
周永江 王军

(74) 专利代理机构 上海金盛协力知识产权代理
有限公司 31242

代理人 段迎春

(51) Int. Cl.

C04B 35/80(2006.01)

C04B 35/01(2006.01)

C04B 35/622(2006.01)

(56) 对比文件

CN 101792299 A, 2010.08.04, 说明书第9
段.

CN 102276236 A, 2011.12.14, 说明书第
19—47段.

CN 102173845 A, 2011.09.07, 全文.

审查员 李晓蕾

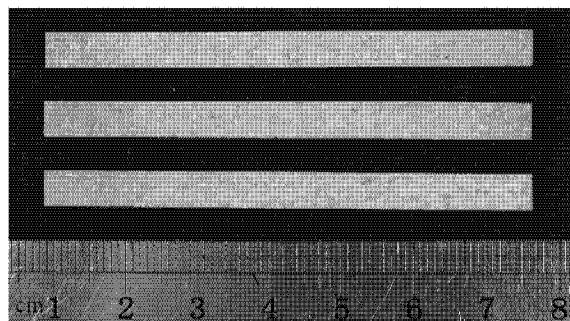
权利要求书2页 说明书6页 附图2页

(54) 发明名称

三维氧化铝纤维织物增强氧化物陶瓷及其制
备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种三维氧化铝纤维织物增强
氧化物陶瓷，其是以 Al_2O_3 、 SiO_2 和 SiOC 陶瓷作为
基体，以三维氧化铝纤维织物作为增强体，基体中
氧化铝和二氧化硅是通过溶胶-凝胶工艺引入，
 SiOC 陶瓷采用聚硅氧烷高温裂解后得到。本发明
产品的制备包括：先以氧化物溶胶为先驱体，进
行真空浸渍、凝胶化和高温陶瓷化，重复多次制得
氧化铝纤维增强氧化物坯体；再以聚硅氧烷-乙
醇溶液作为先驱体，对得到的坯体进行真空浸渍，
然后进行交联、高温陶瓷化后，完成一次致密化过
程；重复本步骤多次制得氧化物陶瓷坯体，再进
行氧化处理，制得三维氧化铝纤维织物增强氧化
物陶瓷。本发明的产品具有弯曲强度高、模量高、
层间剪切性能好等优点。



1. 一种三维氧化铝纤维织物增强氧化物陶瓷的制备方法,包括以下工艺步骤:

(1)一次致密化:以氧化物溶胶为先驱体,对三维氧化铝纤维织物进行真空浸渍,然后进行凝胶化,再经高温陶瓷化后,完成一次致密化过程;

(2)制备坯体:重复上述步骤(1)8~10次,制得三维 $\text{Al}_2\text{O}_{3f}/(\text{Al}_2\text{O}_3+\text{SiO}_2)$ 坯体;

(3)聚硅氧烷-乙醇溶液制备:将聚硅氧烷和无水乙醇按相应的配比要求混合,搅拌溶解,静置后得到所述的聚硅氧烷-乙醇溶液;

(4)后续致密化:以步骤(3)得到的聚硅氧烷-乙醇溶液作为先驱体,对步骤(2)得到的三维 $\text{Al}_2\text{O}_{3f}/(\text{Al}_2\text{O}_3+\text{SiO}_2)$ 坯体进行真空浸渍,然后进行交联,再经高温陶瓷化后,完成一次致密化过程,重复本步骤1~3次,制得三维氧化铝纤维织物增强氧化物陶瓷坯体;

(5)氧化处理:对步骤(4)得到的三维氧化铝纤维织物增强氧化物陶瓷坯体进行氧化处理,制得三维氧化铝纤维织物增强氧化物陶瓷;

所述氧化物陶瓷是以 Al_2O_3 、 SiO_2 和 SiOC 陶瓷作为基体,以三维氧化铝纤维织物作为增强体,所述基体中 Al_2O_3 和 SiO_2 是通过溶胶-凝胶工艺引入形成多孔的 $\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ 复合基体,所述 SiOC 陶瓷主要是采用聚硅氧烷高温裂解后填充到所述 $\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ 复合基体的孔隙中而得到;所述 $\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ 复合基体的体积分数为20%~35%,所述 SiOC 陶瓷的体积分数为5%~15%。

2. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于:所述增强体是采用体积分数为38%~42%的三维氧化铝纤维织物。

3. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于:所述基体中 Al_2O_3 和 SiO_2 是由固相含量为31.0%~36.3%的氧化物溶胶转化得到。

4. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于:所述聚硅氧烷-乙醇溶液的质量浓度为40%~60%。

5. 根据权利要求1~4中任一项所述的制备方法,其特征在于,所述步骤(1)中:

所述真空浸渍的工艺过程包括:将所述三维氧化铝纤维织物真空浸渍4h~8h,然后取出在空气中晾置1h~2h;

所述凝胶化是采用干燥方式完成,其干燥工艺过程包括:将经真空浸渍后的三维氧化铝纤维织物放入烘箱中,以2°C/min~3°C/min的升温速率升温至150°C~200°C,干燥4h~6h,然后自然冷却到室温取出;

所述高温陶瓷化是采用高温裂解的方式完成,其具体的工艺过程为:将凝胶化后的三维氧化铝纤维织物放入裂解炉中,在空气中以5°C/min~10°C/min的升温速率升至1000°C~1100°C,保温1h~2h,自然冷却至100°C以下取出。

6. 根据权利要求1~4中任一项所述的制备方法,其特征在于,所述步骤(4)中:

所述真空浸渍的工艺过程包括:将所述三维 $\text{Al}_2\text{O}_{3f}/(\text{Al}_2\text{O}_3+\text{SiO}_2)$ 坯体真空浸渍4h~8h,然后取出在空气中晾置1h~2h;

所述交联是采用干燥方式完成,其干燥工艺过程包括:将经真空浸渍后的三维 $\text{Al}_2\text{O}_{3f}/(\text{Al}_2\text{O}_3+\text{SiO}_2)$ 坯体放入烘箱中,以2°C/min~3°C/min的升温速率升温至200°C~250°C,干燥4h~6h,然后自然冷却到室温取出;

所述高温陶瓷化是采用高温裂解的方式完成,其工艺过程包括:将交联后的三维 $\text{Al}_2\text{O}_{3f}/(\text{Al}_2\text{O}_3+\text{SiO}_2)$ 坯体放入裂解炉中,在氩气中以5°C/min~10°C/min的升温速率升至

1000℃～1100℃，保温1h～2h，自然冷却至100℃以下取出。

7. 根据权利要求1～4中任一项所述的制备方法，其特征在于，所述步骤(5)中的氧化处理是采用高温热处理的方式完成，所述高温热处理的工艺过程包括：将制得的三维氧化铝纤维织物增强氧化物陶瓷坯体放入马弗炉中，在空气中以5℃/min～10℃/min的升温速率升至500℃～600℃，保温1h～2h，自然冷却至100℃以下取出。

三维氧化铝纤维织物增强氧化物陶瓷及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及氧化物陶瓷材料领域，尤其涉及一种三维氧化铝纤维织物增强氧化物陶瓷及其制备方法。

背景技术

[0002] 连续纤维增强陶瓷基复合材料(CFRCMCs)具有优异的力学性能和耐高温性能，在航空航天领域具有广阔的应用前景。CFRCMCs 中常用的增强纤维有碳纤维、碳化硅纤维和氧化物纤维等，其中，碳纤维和碳化硅纤维增强的 CMCs 力学性能优异、耐高温性能较好，已经成功应用于航空发动机的高温部件。然而，上述两种纤维增强的 CMCs 在航空发动机服役环境下(高温、含有氧气、水蒸气和二氧化碳等)容易发生氧化而失效，极大地限制了其应用。相比而言，氧化物陶瓷内在的耐高温和抗氧化性能，使其可以长时间应用于高温氧化环境。因而，发展氧化物 CMCs 具有较高的研究和应用价值。

[0003] 目前，氧化物 CMCs 的研究重点在于提升复合材料的力学性能和延长其高温服役寿命。从 CFRCMCs 的断裂过程分析可知，复合材料的力学性能在很大程度上取决于纤维 / 基体界面结合状态。若界面结合过弱，则基体裂纹容易扩展至纤维而导致纤维断裂，纤维增韧效果不显著；若界面结合过强，则不利于裂纹的偏转，使得裂纹很容易贯穿纤维，而且，强的界面结合使得纤维拔出的阻力很大，会增加纤维拔出的难度，造成材料脆性增大。改善界面结合的手段主要有两大类：一是引入界面相，二是调节基体模量。常用的界面相材料有氮化硼、碳化硅、独居石、多孔氧化物和牺牲碳等。界面相可以显著提升复合材料的力学性能，然而其制备过程较为繁琐，难于成型三维纤维织物增强复合材料，且含界面相复合材料在高温有氧环境中的服役寿命严重受限于界面相的抗氧化性能。调节基体模量的方法可以避免界面相的使用，且制备的复合材料服役寿命较长，因而在氧化物 CMCs 中的应用较为广泛。

[0004] 现有技术中，调节基体模量主要是通过制备多孔基体来实现的。在多孔基体氧化物 CMCs 的制备过程中，通常先采用浆料浸渍 - 缠绕工艺(SI-W)或浆料浸渍 - 热压工艺(SI-HP)制备粗坯，然后采用先驱体浸渍 - 裂解工艺进行后续致密化处理。以 SI-HP 工艺为例，其制备过程如下：1) 以合适粒径的陶瓷微粉，如莫来石、氧化铝粉等，制备水性陶瓷浆料；2) 以上述陶瓷浆料浸渍纤维布并干燥；3) 将一定层数的经浸渍干燥的纤维布叠层并热压烧结，得到复合材料坯体；4) 以氧化物先驱体对上述坯体进行后续致密化，得到成品。由于多孔基体主要由陶瓷微粉组成，所以其烧结温度一般较高(>1200℃)，容易加剧纤维的热损伤。此外，通过工艺过程分析可知，现有技术适于制备一维或二维多孔基体氧化物 CMCs，难以成型三维复杂结构。

发明内容

[0005] 本发明要解决的技术问题是克服现有技术的不足，提供一种弯曲强度高、模量高、层间剪切性能好的三维氧化铝纤维织物增强氧化物陶瓷，并相应提供一种制备周期短、成

本低、可以近净尺寸成型的该三维氧化铝纤维织物增强氧化物陶瓷的制备方法。

[0006] 为解决上述技术问题,本发明提出的技术方案为一种三维氧化铝纤维织物增强氧化物陶瓷,所述氧化物陶瓷是以 Al_2O_3 、 SiO_2 和 SiOC 陶瓷作为基体,以三维氧化铝纤维织物作为增强体,所述基体中 Al_2O_3 和 SiO_2 是通过溶胶-凝胶工艺引入形成多孔的 $\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ 复合基体,所述 SiOC 陶瓷主要是采用聚硅氧烷高温裂解后填充到所述 $\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ 复合基体的孔隙中而得到;所述 $\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ 复合基体的体积分数为 20% ~ 35%,所述 SiOC 陶瓷的体积分数为 5% ~ 15%。

[0007] 上述的三维氧化铝纤维织物增强氧化物陶瓷中,优选的,所述增强体是采用体积分数为 38% ~ 42% 的三维氧化铝纤维织物。

[0008] 上述的三维氧化铝纤维织物增强氧化物陶瓷中,优选的,所述基体中 Al_2O_3 和 SiO_2 是由固相含量为 31.0% ~ 36.3% 的氧化物溶胶转化得到;所述氧化物溶胶特别优选为硅铝复合溶胶,所述基体中的 SiOC 陶瓷是由质量浓度为 40% ~ 60% 的聚硅氧烷-乙醇溶液转化得到。

[0009] 作为一个总的技术构思,本发明还提供一种上述三维氧化铝纤维织物增强氧化物陶瓷的制备方法,包括以下工艺步骤:

[0010] (1)一次致密化:以氧化物溶胶为先驱体,对三维氧化铝纤维织物进行真空浸渍,然后进行凝胶化,再经高温陶瓷化后,完成一次致密化过程;

[0011] (2)制备坯体:重复上述步骤(1) 8 ~ 10 次,制得三维 $\text{Al}_2\text{O}_{3f}/(\text{Al}_2\text{O}_3+\text{SiO}_2)$ 坯体;

[0012] (3)聚硅氧烷-乙醇溶液制备:将聚硅氧烷和无水乙醇按相应的配比要求混合,搅拌溶解,静置后得到所述的聚硅氧烷-乙醇溶液;

[0013] (4)后续致密化:以步骤(3)得到的聚硅氧烷-乙醇溶液作为先驱体,对步骤(2)得到的三维 $\text{Al}_2\text{O}_{3f}/(\text{Al}_2\text{O}_3+\text{SiO}_2)$ 坯体进行真空浸渍,然后进行交联,再经高温陶瓷化后,完成一次致密化过程,重复本步骤 1 ~ 3 次,制得三维氧化铝纤维织物增强氧化物陶瓷坯体;

[0014] (5)氧化处理:对步骤(4)得到的三维氧化铝纤维织物增强氧化物陶瓷坯体进行氧化处理,制得三维氧化铝纤维织物增强氧化物陶瓷。

[0015] 上述的制备方法,所述步骤(1) 中,优选的:

[0016] 所述真空浸渍的工艺过程包括:将所述三维氧化铝纤维织物真空浸渍 4h ~ 8h,然后取出在空气中晾置 1h ~ 2h;

[0017] 所述凝胶化是采用干燥方式完成,其干燥工艺过程包括:将经真空浸渍后的三维氧化铝纤维织物放入烘箱中,以 2°C/min ~ 3°C/min 的升温速率升温至 150°C ~ 200°C,干燥 4h ~ 6h,然后自然冷却到室温取出;

[0018] 所述高温陶瓷化是采用高温裂解的方式完成,其具体的工艺过程为:将凝胶化后的三维氧化铝纤维织物放入裂解炉中,在空气中以 5°C/min ~ 10°C/min 的升温速率升至 1000°C ~ 1100°C,保温 1h ~ 2h,自然冷却至 100°C 以下取出。

[0019] 上述的制备方法,所述步骤(4) 中,优选的:

[0020] 所述真空浸渍的工艺过程包括:将所述三维 $\text{Al}_2\text{O}_{3f}/(\text{Al}_2\text{O}_3+\text{SiO}_2)$ 坯体真空浸渍 4h ~ 8h,然后取出在空气中晾置 1h ~ 2h;

[0021] 所述交联是采用干燥方式完成,其干燥工艺过程包括:将经真空浸渍后的三维 $\text{Al}_2\text{O}_{3f}/(\text{Al}_2\text{O}_3+\text{SiO}_2)$ 坯体放入烘箱中,以 2°C/min ~ 3°C/min 的升温速率升温至 200°C ~

250℃，干燥 4h ~ 6h，然后自然冷却到室温取出；

[0022] 所述高温陶瓷化是采用高温裂解的方式完成，其工艺过程包括：将交联后的三维 Al₂O_{3f}/(Al₂O₃+SiO₂) 坯体放入裂解炉中，在氩气中以 5℃ /min ~ 10℃ /min 的升温速率升至 1000℃ ~ 1100℃，保温 1h ~ 2h，自然冷却至 100℃以下取出。

[0023] 上述的制备方法，优选的，所述步骤(5)中的氧化处理是采用高温热处理的方式完成，所述高温热处理的工艺过程包括：将制得的三维氧化铝纤维织物增强氧化物陶瓷坯体放入马弗炉中，在空气中以 5℃ /min ~ 10℃ /min 的升温速率升至 500℃ ~ 600℃，保温 1h ~ 2h，自然冷却至 100℃以下取出。

[0024] 本发明在现有技术的基础上，创造性地利用溶胶 - 凝胶工艺在相对较低的温度下（1000℃）制备氧化物 CMCs 坯体，该坯体中的基体由于未完全烧结而模量较低，然后，利用聚硅氧烷在 1000℃下裂解得到的烧结活性、模量和稳定性均较高的 SiOC 玻璃对上述坯体中的基体进行增强。

[0025] 与现有技术相比，本发明的优点在于：

[0026] 本发明的三维氧化铝纤维织物增强氧化物陶瓷，以三维氧化铝纤维织物为增强体，以 Al₂O₃、SiO₂ 和 SiOC 陶瓷为基体，这显著提高了氧化物陶瓷的力学性能（如弯曲强度、弹性模量和层间剪切强度等）。

[0027] 本发明的三维氧化铝纤维织物增强氧化物陶瓷的制备方法为液相法，可在较低温度下无压烧结制备 Al₂O₃、SiO₂ 和 SiOC 陶瓷基体，无需在三维氧化铝纤维织物表面制备界面相，大大降低能耗和对设备的要求，制备周期缩短，还可通过纤维编织方式制备结构复杂的构件；而且选取的原料广泛易得，可广泛应用于工业化生产。

[0028] 本发明制备的三维氧化铝纤维增强氧化物陶瓷基复合材料具有优异的力学性能和较长的高温服役寿命。同时，本发明中复合材料的制备工艺为溶胶 - 凝胶工艺结合先驱体浸渍 - 裂解工艺，工艺过程简单、制备温度较低、且容易成型三维复杂结构，应用前景十分广阔。

附图说明

[0029] 图 1 是本发明实施例 1 中制得的三维 Al₂O_{3f}/Al₂O₃-SiO₂-SiOC 陶瓷照片。

[0030] 图 2 是本发明实施例 1 中制得的三维 Al₂O_{3f}/Al₂O₃-SiO₂-SiOC 陶瓷的弯曲载荷 - 位移曲线。

[0031] 图 3 是本发明实施例 1 中制得的三维 Al₂O_{3f}/Al₂O₃-SiO₂ 陶瓷对照样的断面形貌。

[0032] 图 4 是本发明实施例 1 中制得的三维 Al₂O_{3f}/Al₂O₃-SiO₂-SiOC 陶瓷的断面形貌。

具体实施方式

[0033] 以下结合说明书附图和具体优选的实施例对本发明作进一步描述，但并不因此而限制本发明的保护范围。

[0034] 实施例 1：

[0035] 一种如图 1 所示的本发明的三维氧化铝纤维织物增强氧化物陶瓷，该陶瓷是以 Al₂O₃、SiO₂ 和 SiOC 陶瓷作为基体，以体积分数为 40% 的三维氧化铝纤维织物作为增强体。基体中 Al₂O₃ 和 SiO₂ 是通过溶胶 - 凝胶工艺引入形成多孔的 Al₂O₃-SiO₂ 复合基体，SiOC 陶

瓷主要是采用聚硅氧烷高温裂解后填充到 $\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ 复合基体的孔隙中而得到 ; $\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ 复合基体的体积分数为 30%, SiOC 陶瓷的体积分数为 12%, 其余为孔隙。其中, 基体中 Al_2O_3 和 SiO_2 是由固相含量为 32% 的氧化物溶胶 (AS21 硅铝复合溶胶, 苏州纳迪微电子有限公司生产) 转化得到, SiOC 陶瓷是由质量浓度为 50% 的聚硅氧烷 - 乙醇溶液转化得到。

[0036] 一种制备上述的三维氧化铝纤维织物增强氧化物陶瓷的方法, 具体包括以下步骤 :

[0037] (1) 一次致密化 : 以氧化物溶胶为先驱体, 对三维氧化铝纤维织物进行真空浸渍, 浸渍时间为 6h, 然后取出在空气中晾置 2h ; 然后, 将经真空浸渍后的三维氧化铝纤维织物放入烘箱中, 以 $2^\circ\text{C}/\text{min}$ 的升温速率升温至 200°C , 干燥 4h, 然后自然冷却到室温取出 ; 最后, 将干燥后的三维氧化铝纤维织物放入裂解炉中, 在空气中以 $10^\circ\text{C}/\text{min}$ 的升温速率升至 1000°C , 保温 1.5h, 自然冷却至 100°C 以下取出 ;

[0038] (2) 制备坯体 : 重复上述步骤(1) 10 次, 制得三维 $\text{Al}_2\text{O}_{3f}/(\text{Al}_2\text{O}_3+\text{SiO}_2)$ 坯体 ;

[0039] (3) 聚硅氧烷 - 乙醇溶液制备 : 将聚硅氧烷和无水乙醇按上述质量分数的配比混合, 搅拌溶解, 静置后得到聚硅氧烷 - 乙醇溶液 ;

[0040] (4) 后续致密化 : 以步骤(3) 得到的聚硅氧烷 - 乙醇溶液为先驱体, 对步骤(2) 得到的三维 $\text{Al}_2\text{O}_{3f}/(\text{Al}_2\text{O}_3+\text{SiO}_2)$ 坯体进行真空浸渍, 浸渍时间为 6h, 然后取出在空气中晾置 2h ; 将经真空浸渍后的三维 $\text{Al}_2\text{O}_{3f}/(\text{Al}_2\text{O}_3+\text{SiO}_2)$ 坯体放入烘箱中, 以 $2^\circ\text{C}/\text{min}$ 的升温速率升温至 250°C , 干燥 4h, 然后自然冷却到室温取出 ; 最后, 将干燥后的三维 $\text{Al}_2\text{O}_{3f}/(\text{Al}_2\text{O}_3+\text{SiO}_2)$ 坯体放入裂解炉中, 在氩气中以 $10^\circ\text{C}/\text{min}$ 的升温速率升至 1000°C , 保温 1.5h, 自然冷却至 100°C 以下取出 ; 重复此步骤 3 次, 制得三维氧化铝纤维织物增强氧化物陶瓷坯体 ;

[0041] (5) 氧化处理 : 将步骤(4) 得到的三维氧化铝纤维织物增强氧化物陶瓷坯体放入马弗炉中, 在空气中以 $10^\circ\text{C}/\text{min}$ 的升温速率升至 600°C , 保温 1.5h, 自然冷却至 100°C 以下取出, 制得三维氧化铝纤维织物增强氧化物陶瓷。

[0042] 按照本发明的方法, 利用氧化物溶胶致密化三维氧化铝纤维织物, 制备三维氧化铝纤维织物增强氧化物陶瓷 (三维 $\text{Al}_2\text{O}_{3f}/\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ 陶瓷) 作为对照样。经上述步骤制得的本实施例的三维氧化铝纤维织物增强氧化物陶瓷样品照片如图 1 所示, 其弯曲载荷 - 位移曲线如图 2 所示, 由图 2 可见, 对照样呈现出单一长裂纹破坏, 复合材料强度较低 ; 而本发明制备的复合材料表现出典型的脆性断裂, 复合材料强度较高。对照样的断面形貌如图 3 所示, 由图 3 可见, 纤维拔出长度较长、且纤维表面附着大量的基体, 束丝内部存在较多的孔隙, 表明复合材料中基体模量较低, 载荷无法有效传递至纤维, 导致纤维的增韧补强效果不显著。本发明产品的断面形貌如图 4 所示, 由图 4 可见, 纤维拔出长度长短不一、且纤维表面附着较少的基体, 束丝内部孔隙较少, 表明复合材料中基体模量有所增强, 载荷可以有效传递至纤维, 因而纤维的增韧补强效果较显著, 这也是本发明复合材料力学性能较优的本质原因。

[0043] 对上述本实施例得到的三维氧化铝纤维织物增强氧化物陶瓷和对照样进行力学性能对比测试, 得到如下表 1 所示的主要性能参数。

[0044] 表 1 : 实施例 1 中对比测试得到的两种氧化物陶瓷的主要性能参数

[0045]

| 样 品 | 密 度 (g/cm ³) | 孔隙率 (%) | 弯曲强度 (MPa) | | 弹性模量 (GPa) | | 剪切强度 (MPa) | |
|-----|-----------------------------|------------|---------------|------------------|---------------|------------------|---------------|------------------|
| | | | 初始 | 1000℃ 氧化 100h | 初始 | 1000℃ 氧化 100h | 初始 | 1000℃ 氧化 100h |
| 对照样 | 1.66 | 34.6 | 37.6 | 29.5 | 16.5 | 6.0 | 11.9 | 9.8 |
| 本发明 | 2.09 | 17.7 | 84.8 | 81.4 | 36.6 | 29.8 | 31.7 | 29.5 |

[0046] 由上表 1 可见,本发明的三维氧化铝纤维织物增强氧化物陶瓷材料的力学性能显著优于对照样,且 1000℃ 氧化 100h 后力学性能下降不严重。

[0047] 实施例 2

[0048] 一种本发明的三维氧化铝纤维织物增强氧化物陶瓷,该陶瓷是以 Al₂O₃、SiO₂ 和 SiOC 陶瓷作为基体,以体积分数为 41% 的三维氧化铝纤维织物作为增强体。基体中 Al₂O₃ 和 SiO₂ 是通过溶胶 - 凝胶工艺引入形成多孔的 Al₂O₃-SiO₂ 复合基体,SiOC 陶瓷主要是采用聚硅氧烷高温裂解后填充到 Al₂O₃-SiO₂ 复合基体的孔隙中而得到;Al₂O₃-SiO₂ 复合基体的体积分数为 26%,SiOC 陶瓷的体积分数为 8%,其余为孔隙。其中,基体中 Al₂O₃ 和 SiO₂ 是由固相含量为 33.5% 的氧化物溶胶转化得到,基体中的 SiOC 陶瓷是由质量浓度为 60% 的聚硅氧烷 - 乙醇溶液转化得到。

[0049] 一种制备上述的三维氧化铝纤维织物增强氧化物陶瓷的方法,具体包括以下步骤:

[0050] (1)一次致密化:以氧化物溶胶为先驱体,对三维氧化铝纤维织物进行真空浸渍,浸渍时间为 8h,然后取出在空气中晾置 1h;将经真空浸渍后的三维氧化铝纤维织物放入烘箱中,以 3℃ /min 的升温速率升温至 180℃,干燥 6h,然后自然冷却到室温取出;最后,将干燥后的三维氧化铝纤维织物放入裂解炉中,在空气中以 8℃ /min 的升温速率升至 1050℃,保温 1h,自然冷却至 100℃ 以下取出;

[0051] (2)制备坯体:重复上述步骤(1)9 次,制得三维 Al₂O_{3f}/(Al₂O₃+SiO₂) 坯体;

[0052] (3)聚硅氧烷 - 乙醇溶液制备:将聚硅氧烷和无水乙醇按上述质量分数的配比混合,搅拌溶解,静置后得到聚硅氧烷 - 乙醇溶液;

[0053] (4)后续致密化:以步骤(3)得到的聚硅氧烷 - 乙醇溶液为先驱体,对步骤(2)得到的三维 Al₂O_{3f}/(Al₂O₃+SiO₂) 坯体进行真空浸渍,浸渍时间为 8h,然后取出在空气中晾置 1h;将经真空浸渍后的三维 Al₂O_{3f}/(Al₂O₃+SiO₂) 坯体放入烘箱中,以 3℃ /min 的升温速率升温至 240℃,干燥 6h,然后自然冷却到室温取出;最后,将干燥后的三维 Al₂O_{3f}/(Al₂O₃+SiO₂) 坯体放入裂解炉中,在氩气中以 8℃ /min 的升温速率升至 1050℃,保温 1h,自然冷却至 100℃ 以下取出;重复此步骤 2 次,制得三维氧化铝纤维织物增强氧化物陶瓷坯体;

[0054] (5)氧化处理:将步骤(4)得到的三维氧化铝纤维织物增强氧化物陶瓷坯体放入马弗炉中,在空气中以 8℃ /min 的升温速率升至 550℃,保温 2h,自然冷却至 100℃ 以下取出,制得三维氧化铝纤维织物增强氧化物陶瓷。

[0055] 按照本实施例的方法,利用氧化物溶胶致密化三维氧化铝纤维织物,制备三维氧化铝纤维织物增强氧化物陶瓷(即氧化物基体为 Al₂O₃ 和 SiO₂) 作为对照样,对上述得到的三维氧化铝纤维织物增强氧化物陶瓷和对照样进行力学性能对比测试,得到如下表 2 所示的主要性能参数。

[0056] 表 2 :实施例 2 中对比测试得到的两种氧化物陶瓷的主要性能参数

[0057]

| 样 品 | 密 度 (g/cm ³) | 孔隙率 (%) | 弯曲强度 (MPa) | | 弹性模量 (GPa) | | 剪切强度 (MPa) | |
|-----|-----------------------------|------------|---------------|------------------|---------------|------------------|---------------|------------------|
| | | | 初始 | 1000℃ 氧化 100h | 初始 | 1000℃ 氧化 100h | 初始 | 1000℃ 氧化 100h |
| 对照样 | 1.65 | 35.0 | 31.5 | 28.9 | 13.4 | 5.3 | 11.5 | 9.0 |
| 本发明 | 1.85 | 27.2 | 72.2 | 71.1 | 38.2 | 27.8 | 27.4 | 26.6 |

[0058] 由上表 2 可见,本发明的三维氧化铝纤维织物增强氧化物陶瓷材料的力学性能显著优于对照样,且 1000℃氧化 100h 后力学性能下降不严重。

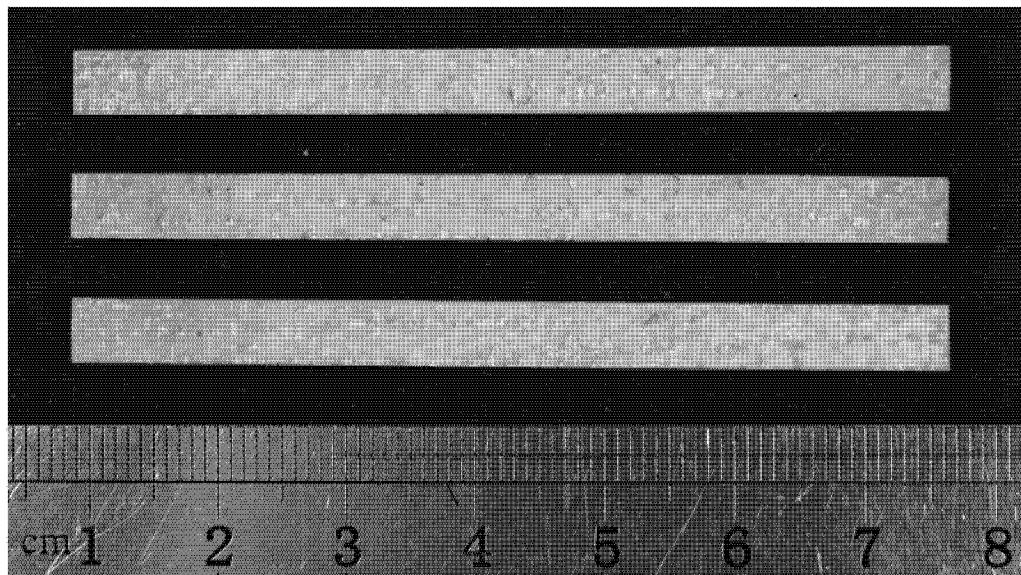


图 1

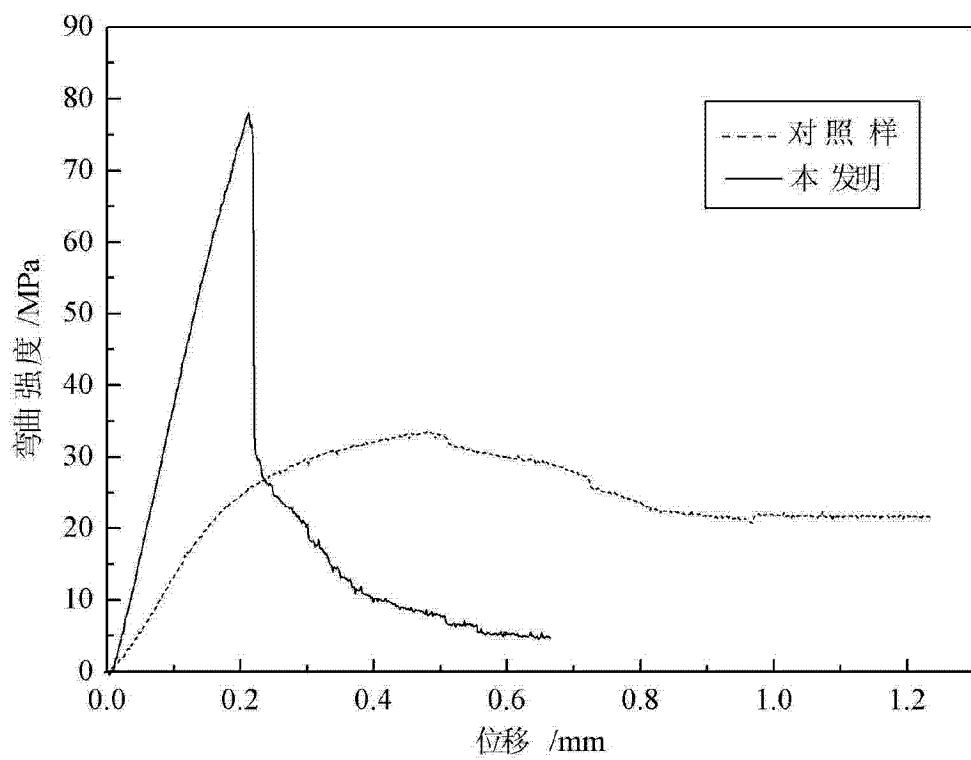


图 2

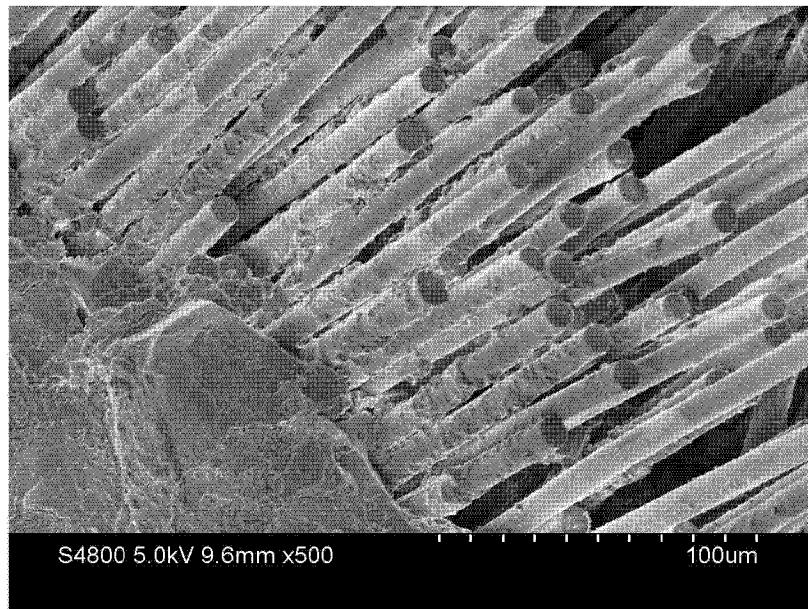


图 3

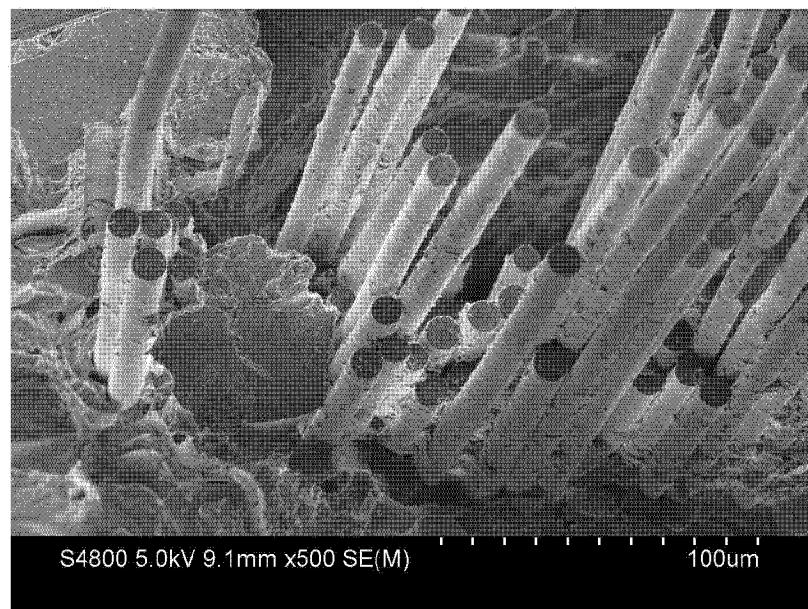


图 4