



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101948325 B

(45) 授权公告日 2013. 03. 13

(21) 申请号 201010281554. 5

(22) 申请日 2010. 09. 14

(73) 专利权人 浙江科技学院

地址 310023 浙江省杭州市西湖区留和路
318 号

(72) 发明人 马红萍

(74) 专利代理机构 杭州求是专利事务所有限公
司 33200

代理人 韩介梅

(51) Int. Cl.

C04B 35/81 (2006. 01)

C04B 35/622 (2006. 01)

审查员 彭飞

权利要求书 1 页 说明书 3 页

(54) 发明名称

一种协同增韧氧化铝陶瓷及其制备方法

(57) 摘要

本发明涉及协同增韧氧化铝陶瓷及其制备方
法,该氧化铝陶瓷由硅、锆、钇的化合物以及 SiC
晶须和氧化铝粉体组成,其制备过程是先将硅、
锆、钇的化合物溶解于水或无水乙醇中形成混合
溶液,同时调节 pH 值至 4.5 ~ 7.5,然后加入 SiC
晶须与氧化铝粉体并球磨,干燥后进行煅烧获得
陶瓷粉体;向上述陶瓷粉体中添加粘合剂,然后
进行造粒、压片、排胶,再烧结成陶瓷。该方法工艺
简单,通过 pH 值的调节来控制硅化合物的凝胶化
转变,使得硅锆钇的化合物均匀包覆在氧化铝粉
体表面,并在煅烧过程中生成纳米级的颗粒,在利
用细小颗粒填补氧化铝粉体间隙的同时,利用纳
米效应、二氧化锆相变、SiC 晶须补强等的协同作
用,有效提高氧化铝陶瓷的韧性。

B

CN 101948325

1. 一种协同增韧氧化铝陶瓷的制备方法,该协同增韧氧化铝陶瓷原材料的重量份数组成为:

硅的化合物	0.01 ~ 5 份
锆的化合物	0.05 ~ 20 份
钇的化合物	0.01 ~ 2 份
SiC 晶须	0.01 ~ 5 份
氧化铝粉体	75 ~ 95 份

上述的硅的化合物为硅溶胶和正硅酸乙酯中的至少一种;所述的锆的化合物为硝酸锆、醋酸锆和氯化锆中的至少一种;所述的钇的化合物为硝酸钇、醋酸钇和氯化钇中的至少一种;其制备步骤如下:

- (1) 将硅的化合物、锆的化合物、钇的化合物溶解于水或无水乙醇中,混合搅拌均匀,同时加入适量的 pH 值调节剂将混合溶液的 pH 值调至 4.5 ~ 7.5;
- (2) 将 SiC 晶须与氧化铝粉体加入到上述混合溶液中,然后放入球磨罐中进行球磨;
- (3) 将上述球磨后的混合物置于 80℃ ~ 120℃ 进行干燥,然后在 800℃ ~ 1200℃ 进行煅烧,得到白色的陶瓷粉体;
- (4) 向上述陶瓷粉体中添加聚乙烯醇水溶液作为粘合剂,混合后进行造粒、成型、排胶,然后在 1600℃ ~ 1700℃ 进行烧结,获得协同增韧氧化铝陶瓷。

2. 根据权利要求 1 所述的制备协同增韧氧化铝陶瓷的方法,其特征在于所述的 pH 值调节剂为硝酸、醋酸或者氨水。

一种协同增韧氧化铝陶瓷及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种协同增韧氧化铝陶瓷及其制备方法，属于材料科学技术领域。

背景技术

[0002] 氧化铝陶瓷是氧化物中最稳定的物质，具有机械强度大、硬度高、耐磨、耐高温、耐腐蚀、高的电绝缘性与低的介电损耗等特点，加上其价格低廉，已经成为目前应用最广的结构陶瓷及功能陶瓷材料，在航天、航空、发动机耐磨部件、电子瓷、陶瓷阀芯、刀具等方面均得到了广泛应用。

[0003] 氧化铝陶瓷材料的结构属于刚玉型，其本身具有离子键的特性，使得滑移系的数量远比不上金属，导致其缺乏一定的韧性与塑性，断裂韧性通常只有 $3 \sim 4 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ ，这大大限制了氧化铝陶瓷的广泛应用，同时极大地降低了氧化铝陶瓷制品的成品率、使用寿命，以及工作可靠性和使用安全性。当将氧化铝陶瓷制品在烧结后进行机械磨屑与抛光的过程中，由于机械加工过程中的应力作用，会使韧性较低的氧化铝陶瓷制品出现脆裂，由此导致加工过程中大量废品的产生；此外，在实际使用过程中的氧化铝陶瓷制品，经常会受到热冲击与机械冲击的作用，当环境冲击力超过氧化铝陶瓷自身的强度韧性承受范围时，陶瓷制品立即产生断裂，从而影响其工作可靠性和使用安全性。因而，提高氧化铝陶瓷的韧性是氧化铝陶瓷制品迫切需要解决的重要课题。

[0004] 为提高氧化铝陶瓷的韧性，科研工作者对氧化铝陶瓷的增韧途径及增韧机理展开了广泛研究，主要集中在通过颗粒增韧、相变增韧、纤维增韧等来提高氧化铝陶瓷的韧性。刘军等（佛山陶瓷，1994, 4 :10-14）对硬质颗粒弥散强韧化氧化铝陶瓷进行了阐述，当在氧化铝中添加 TiC 颗粒时，能够显著改善氧化铝陶瓷的强韧性，其抗弯强度可达 850MPa，断裂韧性可达 $4.5 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 。钟金豹等（工具技术，2008, 10 :51-54）在氧化铝基体中添加 15wt% 的纳米 $3\text{Y}-\text{ZrO}_2$ ，陶瓷的抗弯强度达到 766.74MPa、断裂韧性超过 $6.13 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 。张建良等（硅酸盐学报，1994, 1 :97-101）对碳纤维补强氧化铝陶瓷展开研究，采用热压的方法制备了碳纤维 / 氧化铝复合陶瓷，与未添加碳纤维的氧化铝陶瓷相比，其抗弯强度有明显提高，但断裂韧性提高不大。中国专利（ZL200610091975.5）公开了一种莫来石纤维增韧氧化铝陶瓷的制备方法，通过在氧化铝陶瓷中添加莫来石纤维以及其他助溶剂，使氧化铝陶瓷材料的抗弯强度提高了 2 ~ 3 倍，断裂韧性提高了 4 ~ 5 倍。

[0005] 近年来，将几种增韧过程结合起来探索更进一步提高陶瓷系统抗断裂能力的途径逐渐引起人们的兴趣。如郭小龙等（青岛大学学报，2003, 3 :32-36）采用 ZrO_2 的相变强韧化和纳米 SiC 颗粒的弥散强韧化，发现两个因素的协调作用能使强韧化的效果增大。通过多种强化与增韧的配合，寻找合适的材料配方及制备途径，利用其协同效应尽可能提高氧化铝陶瓷的韧性，是优化氧化铝陶瓷性能的最佳途径，也是目前陶瓷材料强韧化领域的研究热点。

发明内容

[0006] 本发明的目的是提供一种利用纳米颗粒、二氧化锆相变、SiC 晶须等协同作用来提高氧化铝陶瓷韧性的材料组成及其制备方法。

[0007] 本发明提出的协同增韧氧化铝陶瓷，其原材料的重量份数组成为：

[0008] 硅的化合物 0.01 ~ 5 份

[0009] 锆的化合物 0.05 ~ 20 份

[0010] 钇的化合物 0.01 ~ 2 份

[0011] SiC 晶须 0.01 ~ 5 份

[0012] 氧化铝粉体 75 ~ 95 份

[0013] 上述的硅的化合物为硅溶胶和正硅酸乙酯中的至少一种；所述的锆的化合物为硝酸锆、醋酸锆和氯化锆中的至少一种；所述的钇的化合物为硝酸钇、醋酸钇和氯化钇中的至少一种。

[0014] 本发明提出的协同增韧氧化铝陶瓷的制备方法，包括下述步骤：

[0015] (1) 将硅的化合物、锆的化合物、钇的化合物溶解于水或无水乙醇中，混合搅拌均匀，同时加入适量的 pH 值调节剂将混合溶液的 pH 值调至 4.5 ~ 7.5；

[0016] (2) 将 SiC 晶须与氧化铝粉体加入到上述混合溶液中，然后放入球磨罐中进行球磨；

[0017] (3) 将上述球磨后的混合物置于 80°C ~ 120°C 进行干燥，然后在 800°C ~ 1200°C 进行煅烧，得到白色的陶瓷粉体；

[0018] (4) 向上述陶瓷粉体中添加聚乙烯醇水溶液作为粘合剂，混合后进行造粒、成型、排胶，然后在 1600°C ~ 1700°C 进行烧结，获得的协同增韧氧化铝陶瓷。

[0019] 上述的 pH 值调节剂为硝酸、醋酸或者氨水。

[0020] 本发明制备工艺简单，通过对混合溶液 pH 值的调节，促使硅的化合物发生凝胶化转变，使得硅、锆、钇的化合物在分子级水平混合后均匀包覆在氧化铝粉体颗粒的表面，从而实现陶瓷中各组分的均匀分布；在 800°C ~ 1200°C 进行煅烧后，将获得纳米级的 SiO_2 、 ZrO_2 、 Y_2O_3 粉体，在陶瓷成型过程中可以填补氧化铝粉体颗粒的间隙，促进陶瓷素坯密度的提高。发明的协同增韧氧化铝陶瓷利用纳米 SiO_2 颗粒、二氧化锆相变、SiC 晶须等的协同作用，有效提高陶瓷的韧性。

具体实施方式

[0021] 下面结合实例对本发明作进一步描述。

[0022] 实施例 1：

[0023] 称取 1 份硅溶胶溶解于去离子水中形成 0.2mol/1 的溶液，称取 10 份硝酸锆溶解于无水乙醇中形成 0.2mol/1 的溶液，称取 0.5 份硝酸钇溶解于无水乙醇中形成 0.2mol/1 的溶液；将上述三种溶液混合搅拌均匀，然后加入 5ml 浓度为 10% 的硝酸将混合溶液的 pH 值调至 5.0。将 0.5 份 SiC 晶须与 88 份氧化铝粉体加入到上述混合溶液中，放入球磨罐中进行球磨；将上述球磨后的混合物置于 90°C 的烘箱中进行干燥，然后在 1100°C 煅烧，得到白色的陶瓷粉体。向上述陶瓷粉体中添加 8 份聚乙烯醇水溶液，充分混合后进行造粒，然后在 120Mpa 的压力下成型，排胶后在 1650°C 保温 2 小时对陶瓷进行烧结。

[0024] 测试陶瓷的力学性能，其抗弯曲强度为 821.62MPa，断裂韧性为 $7.18 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 。

[0025] 实施例 2：

[0026] 称取 0.5 份正硅酸乙酯溶解于无水乙醇中形成 0.2mol/1 的溶液,称取 20 份醋酸锆溶解于去离子水中形成 0.5mol/1 的溶液,称取 1.2 份醋酸钇溶解于无水乙醇中形成 0.8mol/1 的溶液;将上述三种溶液混合搅拌均匀,然后加入 80ml 醋酸将混合溶液的 pH 值调至 6.0。将 1 份 SiC 晶须与 77 份氧化铝粉体加入到上述混合溶液中,放入球磨罐中进行球磨;将上述球磨后的混合物置于 95℃的烘箱中进行干燥,然后在 1150℃煅烧,得到白色的陶瓷粉体。向上述陶瓷粉体中添加 9 份聚乙烯醇水溶液,充分混合后进行造粒,然后在 120Mpa 的压力下成型,排胶后在 1650℃保温 2 小时对陶瓷进行烧结。

[0027] 测试陶瓷的力学性能,其抗弯曲强度为 906.21MPa,断裂韧性为 $9.03\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 。

[0028] 实施例 3：

[0029] 称取 2 份硅溶胶溶解于去离子水中形成 0.5mol/1 的溶液,称取 15 份氯化锆溶解于无水乙醇中形成 0.5mol/1 的溶液,称取 1 份氯化钇溶解于去离子水中形成 0.2mol/1 的溶液;将上述三种溶液混合搅拌均匀,然后加入 80ml 醋酸将混合溶液的 pH 值调至 5.5。将 2 份 SiC 晶须与 80 份氧化铝粉体加入到上述混合溶液中,放入球磨罐中进行球磨;将上述球磨后的混合物置于 85℃的烘箱中进行干燥,然后在 1200℃煅烧,得到白色的陶瓷粉体。向上述陶瓷粉体中添加 8.5 份聚乙烯醇水溶液,充分混合后进行造粒,然后在 120Mpa 的压力下成型,排胶后在 1650℃保温 2 小时对陶瓷进行烧结。

[0030] 测试陶瓷的力学性能,其抗弯曲强度为 895.43MPa,断裂韧性为 $8.67\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 。