



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 110655405 B

(45) 授权公告日 2022.04.01

(21) 申请号 201910941782.1

C04B 35/622 (2006.01)

(22) 申请日 2019.09.30

B28B 1/00 (2006.01)

(65) 同一申请的已公布的文献号

B33Y 10/00 (2015.01)

申请公布号 CN 110655405 A

审查员 徐颖

(43) 申请公布日 2020.01.07

(73) 专利权人 汕头大学

地址 515063 广东省汕头市大学路汕头大学

专利权人 哈尔滨理工大学

(72) 发明人 曾涛 张坤

(74) 专利代理机构 广州嘉权专利商标事务所有
限公司 44205

代理人 朱继超

(51) Int. Cl.

C04B 35/565 (2006.01)

权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54) 发明名称

一种陶瓷基复合材料结构的制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种所述陶瓷基复合材料结构的制备方法包括步骤:1) 建立陶瓷基复合材料的三维结构的数字模型;2) 将所述数字模型导入SLS设备,进行选择性激光烧结,得到试件;3) 对试件进行脱脂处理,得到坯体;4) 坯体称得质量为 x_1 ,然后放入密封袋中,且密封袋中注满浸渍液,将密封袋送入CIP设备加压处理,取出后得到湿坯体;5) 对湿坯体进行高温裂解处理,冷却后称得质量为 x_2 ;当 $x_2 < 1.01 * x_1$ 时即得陶瓷基复合材料结构件。将3D打印陶瓷技术与PIP法浸渍裂解工艺和CIP冷等静压技术相结合,实现了梯度点阵碳化硅陶瓷基复合材料结构的近净成型,制备出高致密性的梯度点阵SiC_p/SiC陶瓷基复合材料结构件。



1. 一种陶瓷基复合材料结构的制备方法,其特征在于包括以下步骤:

1) 建立陶瓷基复合材料的三维结构的数字模型,所述陶瓷基复合材料结构是梯度点阵构件;

2) 将所述数字模型导入SLS设备,以混合有环氧树脂的SiC复合粉末为原料进行选择激光烧结,得到试件;

3) 对试件进行脱脂处理,得到坯体;

4) 坯体称得质量为 x_1 ,然后放入密封袋中,且密封袋中注满浸渍液,将密封袋送入CIP设备加压处理,取出后得到湿坯体;

5) 对湿坯体进行高温裂解处理,冷却后称得质量为 x_2 ;

当 $x_2 \geq 1.01 \times x_1$ 时重复步骤4和5,当 $x_2 < 1.01 \times x_1$ 时即得陶瓷基复合材料结构件。

2. 根据权利要求1所述的陶瓷基复合材料结构的制备方法,其特征在于,步骤2所述环氧树脂按质量比占所述原料的3~8%。

3. 根据权利要求1所述的陶瓷基复合材料结构的制备方法,其特征在于,步骤2所述SiC复合粉末包括:碳化硅微粉与碳化硅造粒粉的混合粉末。

4. 根据权利要求1所述的陶瓷基复合材料结构的制备方法,其特征在于,步骤3所述脱脂处理的温度为600~800 °C。

5. 根据权利要求1所述的陶瓷基复合材料结构的制备方法,其特征在于,步骤4所述浸渍液为聚碳硅烷溶液。

6. 根据权利要求5所述的陶瓷基复合材料结构的制备方法,其特征在于,所述聚碳硅烷溶液包括聚碳硅烷、二乙稀苯和四氢呋喃。

7. 根据权利要求6所述的陶瓷基复合材料结构的制备方法,其特征在于,所述聚碳硅烷、二乙稀苯和四氢呋喃的体积比为4:3:3。

8. 根据权利要求1所述的陶瓷基复合材料结构的制备方法,其特征在于,步骤4所述加压处理的加压压力为150~200 MPa,保压时间为1~5 min。

9. 根据权利要求1所述的陶瓷基复合材料结构的制备方法,其特征在于,步骤5所述高温裂解处理的温度为1200~1400 °C,保温时间为0.5~1 h。

一种陶瓷基复合材料结构的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及由粉末制造特殊形状的工件技术领域,特别涉及一种陶瓷基复合材料结构的制备方法。

背景技术

[0002] SiC陶瓷材料以其具有耐高温、耐磨损、高强度、高强度等优异性能,近年来受到国内外学者的广泛关注。然而其高强度、高硬度的特点给生产和加工带来很大困难。传统陶瓷加工技术往往存在模具复杂,成本较高以及周期长等问题,成型复杂结构件及其困难,因此探索无磨具法成型高性能、复杂结构的SiC陶瓷基复合材料尤为重要。

[0003] 与其他快速成型技术相比,选择性激光烧结技术(SLS)成型大尺寸陶瓷结构件速度快、精度高,目前应用较广泛,但由于SLS技术采用粉体进行分层制造,因此该工艺制备的坯体存在致密度不高、强度较低等问题。

发明内容

[0004] 陶瓷前驱体转化工艺(PIP)是通过预制可转化为陶瓷材料的聚合物,并充分利用其良好的可加工的特点,通过热处理的方式获得传统陶瓷工艺难以获得的先进陶瓷材料。多次浸渍裂解可提高陶瓷材料的致密度,为复杂结构和成型精度高的陶瓷结构件的制备技术提供了新的途径。

[0005] 基于现有单独实用SLS技术存在坯体致密度不高、强度较低的问题,本发明提供一种陶瓷基复合材料结构的制备方法,在前期选择性激光烧结结合常压浸渍裂解制备SiC_p/SiC陶瓷基复合材料的研究基础上,引入改良后的冷等静压工艺(CIP),成功制备了近净成型的梯度点阵结构的SiC_p/SiC陶瓷基复合材料,将SLS、PIP、CIP三种成型工艺相结合,实现制备SiC陶瓷基复合材料复杂构件。

[0006] 所述陶瓷基复合材料结构的制备方法包括以下步骤:

[0007] 1) 建立陶瓷基复合材料的三维结构的数字模型;

[0008] 2) 将所述数字模型导入SLS设备,以混合有环氧树脂的SiC复合粉末为原料进行选择激光烧结,得到试件;

[0009] 3) 对试件进行脱脂处理,得到坯体;

[0010] 4) 坯体称得质量为 x_1 ,然后放入密封袋中,且密封袋中注满浸渍液,将密封袋送入CIP设备加压处理,取出后得到湿坯体;

[0011] 5) 对湿坯体进行高温裂解处理,冷却后称得质量为 x_2 ;

[0012] 其中,当 $x_2 \geq 1.01 * x_1$ 时重复步骤4和5,当 $x_2 < 1.01 * x_1$ 时即得陶瓷基复合材料结构件。所述陶瓷基复合材料结构是梯度点阵构件。

[0013] 进一步,步骤2所述环氧树脂按质量比占所述原料的3~8%。所述SiC复合粉末包括:碳化硅微粉与碳化硅造粒粉的混合粉末。步骤3所述脱脂处理的温度为600~800℃。步骤4所述浸渍液为聚碳硅烷溶液;优选地,所述聚碳硅烷溶液包括聚碳硅烷、二乙稀苯和四

氢呋喃；优选地，所述聚碳硅烷、二乙稀苯和四氢呋喃的体积比为4:3:3。步骤4所述加压处理的加压压力为150~200MPa，保压时间为1~5min。步骤5所述高温裂解处理的温度为1200~1400℃，保温时间为0.5~1h。

[0014] 本发明的有益效果为：

[0015] 1、通过3D打印技术实现了传统铸造方法无法成型的梯度点阵陶瓷结构件，大大缩短了的成型时间；

[0016] 2、本发明将包覆于浸渍液中的试件，通过CIP技术进行加压浸渍，在保证试件尺寸不发生收缩的前提下，大大降低其闭孔率，进而提升其致密性；

[0017] 3、将3D打印陶瓷技术与PIP法浸渍裂解工艺和CIP冷等静压技术相结合，实现了梯度点阵碳化硅陶瓷基复合材料结构的近净成型，制备出高致密性的梯度点阵的SiC_p/SiC陶瓷基复合材料结构件。

附图说明

[0018] 为了更清楚地说明本发明实施例中的技术方案，下面将对实施例描述中所需要使用的附图作简单说明。显然，所描述的附图只是本发明的一部分实施例，而不是全部实施例，本领域的技术人员在不付出创造性劳动的前提下，还可以根据这些附图获得其他设计方案和附图。

[0019] 图1是实施例1的步骤1)建立的三维结构的数字模型示意图；

[0020] 图2是实施例1的步骤5)制得的陶瓷基复合材料结构立体图。

具体实施方式

[0021] 具体实施方式一：陶瓷基复合材料结构的制备方法按以下步骤进行：

[0022] 1) 设陶瓷基复合材料结构的计梯度点阵三维结构的数字模型，并将其转化为STL格式文件，导入3D打印机软件中进行自动分层处理；

[0023] 2) 将SiC复合粉末与适量树脂粉末进行机械混合，烘干处理复合粉末，加入3D打印机供料缸，设置3D打印机参数——分层厚度、填充速度、轮廓速度、填充间距、填充功率、轮廓功率、加热温度，然后启动设备，进行试件的逐层打印，待打印完成试件降至室温后，取出进行清粉处理；

[0024] 3) 将清粉后的试件进行高温脱脂处理，得到坯体；

[0025] 4) 称量坯体质量 x_1 ，将坯体装入充满浸渍液的橡胶包覆袋中，进行真空密封处理，将密封的橡胶包覆袋放入冷等静压装置，进行加压处理，而后得到湿坯体；

[0026] 5) 将湿坯体进行高温裂解，待冷却后称量质量为 x_2 ，由于 $x_2 < 1.01 * x_1$ ，所以其即为完全实现陶瓷前驱体转化，即为所述的陶瓷基复合材料结构件。

[0027] 具体实施方式二：本实施方式与具体实施方式一不同的是：步骤1中使用UG软件绘制梯度点阵结构的三维模型，其他与具体实施方式一相同。

[0028] 具体实施方式三：本实施方式与具体实施方式一或二不同的是：步骤2中碳化硅复合粉末为碳化硅微粉与碳化硅造粒粉的混合粉末，其他与具体实施方式一或二相同。

[0029] 具体实施方式四：本实施方式与具体实施方式一至三之一不同的是：步骤2中粘结剂粉末为环氧树脂，质量百分含量为3~8%，其他与具体实施方式一至三之一相同。

[0030] 具体实施方式五:本实施方式与具体实施方式一至四之一不同的是:步骤2中3D打印机为HK S500型号SLS快速成型系统,其他与具体实施方式一至四之一相同。

[0031] 具体实施方式六:本实施方式与具体实施方式一至五之一不同的是:步骤3中脱脂温度为600~800℃,其他与具体实施方式一至五之一相同。

[0032] 具体实施方式七:本实施方式与具体实施方式一至六之一不同的是:步骤4中浸渍液为聚碳硅烷溶液,其他与具体实施方式一至六之一相同。

[0033] 具体实施方式八:本实施方式与具体实施方式一至七之一不同的是:步骤4中所述的CIP中加压压力为150~200MPa,保压时间为1~5min,其他与具体实施方式一至七之一相同。

[0034] 具体实施方式九:本实施方式与具体实施方式一至八之一不同的是:步骤5高温脱脂的温度为1200~1400℃,保温时间为0.5~1h,其他与具体实施方式一至八之一相同。

[0035] 采用以下实施例验证本发明的有益效果:

[0036] 实施例一:一种梯度点阵结构的SiC_p/SiC陶瓷基复合材料的制备方法按以下步骤进行:

[0037] 1) 设计梯度点阵三维结构的数字模型,并将其转化为STL格式文件,导入3D打印机软件中进行自动分层处理;

[0038] 2) 将SiC微粉、SiC造粒粉混合粉末与占总质量5%的环氧树脂粉末进行机械混12h,120℃烘干处理复合粉末,加入3D打印机供料缸中,铺平待用;设置3D打印机参数:分层厚度为0.1mm、填充速度为1500~4400mm/s、轮廓速度为1500~4000mm/s、填充间距为0.1~0.2mm,填充功率为14~18W,轮廓功率为12~18W、加热温度为40~60℃,然后启动设备,进行试件的逐层打印,待打印完成试件降至室温后,取出进行清粉处理;

[0039] 3) 将清粉后的试件放入高温烧结炉中600~800℃下进行脱脂处理,得到坯体;

[0040] 4) 称量坯体质量206.31g,将坯体装入充满浸渍液的橡胶包覆袋中,排出空气,密封处理;将密封的橡胶包覆袋放入冷等静压装置,加压200MPa,保压3min,得到湿坯体;

[0041] 5) 将湿坯体在1380℃进行高温裂解,保温时间为0.5h,称量质量为209.15g;

[0042] 由于209.15>1.01*206.31,所以重复步骤4、5。重复两次,分别测得质量数据分别为211.45(>1.01*209.15)和211.87(<1.01*211.45),因此判断其已彻底完成陶瓷前驱体转化,即为所需的梯度点阵SiC_p/SiC陶瓷基复合材料结构件。



图1

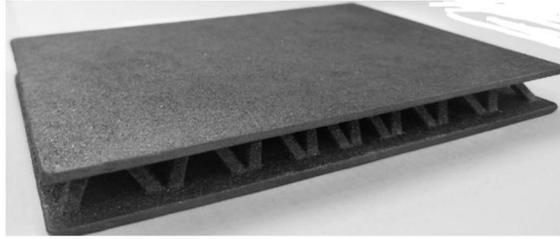


图2