



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 110903091 B

(45) 授权公告日 2021.12.07

(21) 申请号 201911245301.X

C04B 35/645 (2006.01)

(22) 申请日 2019.12.06

C04B 35/622 (2006.01)

(65) 同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 110903091 A

(56) 对比文件

CN 106518079 A, 2017.03.22

CN 106518079 A, 2017.03.22

(43) 申请公布日 2020.03.24

EP 0322732 A1, 1989.07.05

(73) 专利权人 燕山大学

CN 1460658 A, 2003.12.10

地址 066004 河北省秦皇岛市海港区河北大街西段438号

金松哲 等. 机械合金化+烧结制备TiC/Ti₃SiC₂复合材料.《热加工工艺》.2007,第36卷(第4期),30-34.

(72) 发明人 邹芹 李艳国 王明智 赵玉成
李晓普 焦子剑

审查员 龚兵

(74) 专利代理机构 大连东方专利代理有限责任公司 21212

代理人 周莹 李馨

(51) Int. Cl.

C04B 35/565 (2006.01)

权利要求书1页 说明书8页

(54) 发明名称

一种SiC-Ti₃SiC₂复合材料及其制备方法

(57) 摘要

本发明属于复合材料技术领域,涉及一种SiC-Ti₃SiC₂复合材料及其制备方法。碳化硅复合材料为二元复合材料,包括70~95vol.%六方碳化硅和5~30vol.%Ti₃SiC₂。制备时,将六方碳化硅和Ti₃SiC₂粉末在行星球磨机里混料;混合均匀后进行预压,预压压力为10~500MPa,预压10~60s;然后把预压后的样品进行热压烧结,烧结压力20~50MPa,烧结温度1100~2000℃,保温10~90min,制得碳化硅复合材料。本发明通过Ti₃SiC₂的添加可以提高SiC韧性及致密度,得到的SiC-Ti₃SiC₂复合材料具有高韧性。

1. 一种SiC-Ti₃SiC₂复合材料,其特征在于:其包含六方碳化硅和Ti₃SiC₂,所述六方碳化硅的体积百分比为95vol.%,Ti₃SiC₂的体积百分比为5vol.%;

所述的SiC-Ti₃SiC₂复合材料的制备方法,其制备方法包括以下步骤:

S1、将预设摩尔比的碳化钛、硅、钛和铝组成的原料粉末进行球磨,球料质量比为10:1,转速为250r/min,球磨时间为7~9h,制得Ti₃SiC₂和TiC的混合粉体;

S2、将Ti₃SiC₂和TiC的混合粉体进行放电等离子烧结,升温速率为30~70 °C/min,压力为10~20 MPa,真空度低于4 Pa,烧结温度为850°C,研磨后得到Ti₃SiC₂和TiC的混合粉体,用于SiC的烧结;

S3、往步骤S2得到的Ti₃SiC₂和TiC的混合粉体中加入体积百分比为95vol.%六方碳化硅粉末进行球磨混料,球料质量比为5:1,球磨转速为250 r/min,球磨5 h;将混料完成的Ti₃SiC₂、TiC和六方碳化硅粉末混合物进行预压,预压压力为10MPa,预压10s;把预压后的样品进行热压烧结,烧结压力为20~50MPa,烧结温度为1100 °C,保温10~30min,降温卸压,制得碳化硅复合材料;

所述碳化钛粉末、硅粉、钛粉和铝粉的摩尔比为10:5:5:1;

步骤S3中具体烧结工艺为:首先,对样品缓慢施加压力至20~50 MPa;然后,以20 °C/min的升温速率从室温升到1000 °C,在1000 °C保温10 min;再以20 °C/min的升温速率从1000 °C升到1100°C,保温10~30 min,随炉冷却,得到毛坯,将制备的毛坯进行表面磨削、去毛刺处理,得到碳化硅复合材料。

2. 根据权利要求1所述的SiC-Ti₃SiC₂复合材料,其特征在于:所述六方碳化硅微粉的纯度为99%,粒度为2 μm;Ti₃SiC₂的粒度为4 μm以下。

3. 根据权利要求1所述的SiC-Ti₃SiC₂复合材料,其特征在于:所述碳化钛粉末的粒径为1~3μm,纯度为99.5%。

4. 根据权利要求1所述的SiC-Ti₃SiC₂复合材料,其特征在于:所述硅粉的粒径为1~3 μm,纯度为99.5%。

5. 根据权利要求1所述的SiC-Ti₃SiC₂复合材料,其特征在于:所述钛粉的粒径为1~2 μm,纯度为99%。

6. 根据权利要求1所述的SiC-Ti₃SiC₂复合材料,其特征在于:所述铝粉的粒径为1~2 μm,纯度为99.6%,Al的加入为了促使TiC尽可能地转变为Ti₃SiC₂,减少TiC等杂质的含量。

7. 根据权利要求1所述的SiC-Ti₃SiC₂复合材料,其特征在于:步骤S1和S3的球磨过程均采用5 mm和8 mm两种碳化钨硬质合金球。

一种SiC-Ti₃SiC₂复合材料及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于复合材料技术领域,涉及一种SiC-Ti₃SiC₂复合材料及其制备方法。

背景技术

[0002] SiC陶瓷是一种具有代表性的非氧化物先进陶瓷之一,具有热膨胀系数低、硬度高、抗氧化性和耐磨性优异等优点。因此,碳化硅材料被广泛应用于刀具、精密轴承、密封件、气轮机转子、喷嘴热交换器部件,原子热反应堆材料,防弹装甲板,大规模集成电路底板及火箭发动机燃烧室喉衬和内衬材料等,近年来,SiC材料在LED材料和半导体领域得到了广泛的应用,表明高纯度SiC材料对LED的需求越来越大。

[0003] 碳化硅熔点高,因此人们通过采用热压烧结、放电等离子烧结 (SPS) 等技术降低其烧结温度。Y .B .Liu采用固相烧结法(无压烧结和热压烧结)成功制备了高致密度的碳化硅陶瓷。主要研究了烧结温度、保温时间、热压压力对碳化硅陶瓷性能的影响并确定了最佳工艺参数,实验结果表明,无压烧结最佳工艺参数:烧结温度2010℃,保温时间45min, SiC陶瓷体积密度高达3 .1261g/cm³,断裂韧性达4 .46M · Pam^{1/2},抗弯强度达379MPa;热压烧结最佳工艺参数:烧结温度1900℃,保温时间60min,热压压力50MPa, SiC陶瓷体积密度达3 .1756g/cm³,断裂韧性5.12M · Pam^{1/2},抗弯强度达596MPa[Y .B .Liu .Preparation of solid phase sintering and grinding medium balls of SiC ceramics .Xi 'an University of Science and Technology ,2015]。为了进一步降低SiC陶瓷的烧结温度,促进SiC陶瓷的致密化,通常都需要添加一定量的烧结助剂(Al₂O₃、Y₂O₃等)。C .C .Peng以硅微粉、超细铝粉和不同碳源为原料,采用埋石墨法成功原位合成α-Al₂O₃/SiC复相陶瓷材料。结果表明:摩尔比n(SiO₂):n(Al):n(C)=3:4:4、炭黑为碳源、成型压力≥10Mpa、合成温度、保温时间分别为1450℃、3h时,复相陶瓷开口气孔率为13.39%,体积密度为3.12g/cm³,抗弯强度为172.4MPa[C .C .Peng .Preparation and properties of reactive sintered Al₂O₃/SiC composites .South China University of Technology ,2015]。然而,采用氧化物作为烧结助剂最大的缺点是SiC的晶界处存在玻璃相,降低SiC陶瓷的高温性能,并能引起晶粒的异常长大。X .G .Wang采用α-SiC、β-SiC粉体为原料,B₄C为烧结助剂,热压烧结制备SiC陶瓷。研究结果表明:在烧结温度1900℃、保温时间60min及烧结压力50MPa的烧结条件下可以获得致密度为99.2%的SiC陶瓷,当添加10%的β-SiC后,陶瓷生成大量长柱状颗粒,同时断裂韧性和抗弯强度亦有所提高。但因固相烧结不存在弱界面结合,故对SiC陶瓷整体性能的增强有限[X .G .Wang ,J .Cui ,Y .B.Liu ,et al .Study on hot pressing sintering properties of silicon carbide ceramics .Chinese ceramic ,2014 ,50(04):11-14]。碳化硅复合材料烧结温度高,韧性低的问题仍没有得到解决,为了提高SiC陶瓷的强度及韧性,仍需对SiC材料及制备方法进行改进。

发明内容

[0004] 针对现有技术的不足,本发明将机械合金化法(MA)制备的Ti₃SiC₂与六方碳化硅粉

末进行混合,采用热压烧结(HP)制备碳化硅复合材料。

[0005] 为实现上述技术问题,本发明采用以下技术方案:

[0006] 一种SiC-Ti₃SiC₂复合材料,其包含六方碳化硅和Ti₃SiC₂,所述六方碳化硅的体积百分比为70~95vol.%,Ti₃SiC₂的体积百分比为5~30vol.%。

[0007] 上述技术方案中,进一步地,所述六方碳化硅微粉的纯度为99%,粒度为2μm;Ti₃SiC₂的粒度为4μm以下。

[0008] 一种SiC-Ti₃SiC₂复合材料的制备方法,其制备方法包括以下步骤:

[0009] S1、将预设摩尔比的碳化钛、硅、钛和铝组成的原料粉末进行球磨,球料质量比即碳化钨磨球与原料粉末质量之比为10:1~20:1,转速为250~450r/min,球磨时间为7~10h,每转1h,停机20min进行散热,制得Ti₃SiC₂和TiC的混合粉体;

[0010] S2、将Ti₃SiC₂和TiC的混合粉体进行放电等离子(SPS)烧结,升温速率为30~100℃/min,压力为10~50MPa,真空度低于4Pa,烧结温度为850~1400℃,制得Ti₃SiC₂含量在95%以上的烧结体,充分研磨后得到Ti₃SiC₂和TiC的混合粉体,用于SiC的烧结;

[0011] S3、往步骤S2得到的Ti₃SiC₂和TiC的混合粉体中加入体积百分比为70~95vol.%六方碳化硅粉末进行球磨混料,球料质量比即碳化钨磨球与原料粉末质量之比为5:1~10:1,球磨转速为250~350r/min,球磨5~10h,每转1h,停机20min进行散热;将混料完成的Ti₃SiC₂、TiC和六方碳化硅粉末混合物装填入硬质合金模具中进行预压,预压压力为10~500MPa,预压10~60s;把预压后的样品装入石墨磨具中进行热压烧结(HP),烧结压力为20~50MPa,烧结温度为1100~2000℃,保温为10~90min,然后降温卸压,制得碳化硅复合材料。

[0012] 上述技术方案中,进一步地,所述碳化钛粉末、硅粉、碳粉和铝粉的摩尔比为10:5:5:1。

[0013] 上述技术方案中,进一步地,所述碳化钛粉末的粒径为1~3μm,纯度为99.5%。

[0014] 上述技术方案中,进一步地,所述硅粉的粒径为1~3μm,纯度为99.5%。

[0015] 上述技术方案中,进一步地,所述钛粉的粒径为1~2μm,纯度为99%。

[0016] 上述技术方案中,进一步地,所述铝粉的粒径为1~2μm,纯度为99.6%,Al的加入促使TiC尽可能地转变为Ti₃SiC₂,减少了TiC等杂质的含量。

[0017] 上述技术方案中,进一步地,步骤S1和S3的球磨过程均采用5mm和8mm两种WC硬质合金球。

[0018] 上述技术方案中,进一步地,步骤S3中具体烧结工艺为:首先,对样品缓慢施加压力至20~50MPa;然后,以20℃/min的升温速率从室温升到1000℃,在1000℃保温10min;再以20℃/min的升温速率从1000℃升到1100~2000℃,保温10~90min,随炉冷却,得到毛坯,将制备的毛坯进行表面磨削、去毛刺处理,得到碳化硅复合材料。

[0019] 本发明有益效果:

[0020] 本发明的制备方法中,通过Ti₃SiC₂的添加可以提高SiC韧性及致密度,Ti₃SiC₂和SiC的烧结温度相差很大,富SiC的复合材料需要更高的烧结温度,在1500℃下Ti₃SiC₂会分解成TiC和气相的Si。由于新分解的TiC具有较高的活性,在烧结过程中可以填充SiC颗粒间的孔隙,而Si的存在也提高SiC在烧结过程中的扩散速率,从而起到促进SiC致密化,提高SiC的断裂韧性,得到的SiC-Ti₃SiC₂复合材料具有高韧性。

具体实施方式

[0021] 以下结合具体实施例对本发明作进一步说明,但不以任何方式限制本发明。

[0022] 以下实施例中制备 Ti_3SiC_2 的原料及其质量配比如表1所示:

[0023] 表1 制备 Ti_3SiC_2 的原料及其质量配比

[0024]	n(TiC:Si:Ti:Al)	TiC(g)	Si(g)	Ti(g)	Al(g)
	10:5:5:1	11.91	2.79	4.76	0.54

[0025] 实施例1

[0026] 原料配方的称量按照下述百分比进行:

[0027] 表2 原料配方表(45g)

[0028]	配方组成	Ti_3SiC_2	SiC
	体积百分比/%	5	95
	质量/g	9.2	35.8

[0029] S1、将摩尔比为(10:5:5:1)的碳化钛、硅、碳和铝组成的原料粉末进行球磨,球料质量比为10:1,转速为250 r/min,球磨时间为7 h,每转60 min,停机20 min进行散热,制得 Ti_3SiC_2 和TiC的混合粉体;

[0030] S2、将 Ti_3SiC_2 和TiC的混合粉体进行SPS烧结,升温速率为30 °C/min,压力为10 MPa,真空度低于4 Pa,烧结温度为850°C,制得含量在95%以上的 Ti_3SiC_2 烧结体,充分研磨后得到 Ti_3SiC_2 和TiC的混合粉体,用于SiC的烧结;

[0031] S3、将上述 Ti_3SiC_2 和TiC的混合粉体9.2g与35.8g的六方碳化硅粉末在球磨机中混料5h,球料比5:1,球磨转速为250 r/min,在手套箱中将 Ti_3SiC_2 、TiC和 α -SiC粉末混合物装填入硬质合金模具中进行预压,预压压力为10 MPa,预压10 s,然后把预压后的样品装入石墨磨具中进行热压烧结。将石墨模具放在烧结台上,升温制度为:首先,对样品缓慢施加压力至20 MPa;然后,以20 °C/min的升温速率从室温升到1000 °C,在1000 °C保温10 min;再以20 °C/min的升温速率从1000 °C升到1100 °C,保温10 min。随炉冷却,得到毛坯。将制备的毛坯进行表面磨削、去毛刺处理,得到碳化硅复合材料。

[0032] 将热压烧结后的碳化硅复合材料试样打磨抛光后进行组织及性能检测,所得烧结块体技术参数如下:

[0033] 表3 实施例1中复合烧结体的技术参数和具体数值

[0034]	致密度 (%)	硬度 (GPa)	断裂韧性 ($MPa \cdot m^{1/2}$)
	91.2	16.73	8.28

[0035] 实施例2

[0036] 原料配方的称量按照下述百分比进行:

[0037] 表4原料配方表(45g)

	配方组成	Ti ₃ SiC ₂	SiC
[0038]	体积百分比/%	10	90
	质量/g	15.8	29.2

[0039] S1、将摩尔比为(10:5:5:1)的碳化钛、硅、碳和铝组成的原料粉末进行球磨,球料质量比为20:1,转速为350 r/min,球磨时间为8 h,每转60 min,停机20 min进行散热,制得Ti₃SiC₂和TiC的混合粉体;

[0040] S2、将Ti₃SiC₂和TiC的混合粉体进行SPS烧结,升温速率为50 °C/min,压力为20 MPa,真空度低于4 Pa,烧结温度为1000°C,制得含量在95%以上的Ti₃SiC₂烧结体,充分研磨后得到Ti₃SiC₂和TiC的混合粉体,用于SiC的烧结;

[0041] S3、将上述Ti₃SiC₂和TiC的混合粉体15.8g与29.2g的六方碳化硅粉末在球磨机中混料6 h,球料比10:1,球磨转速为300 r/min,在手套箱中将Ti₃SiC₂、TiC和六方碳化硅粉末混合物装填入硬质合金模具中进行预压,预压压力为100 MPa,预压20 s,然后把预压后的样品装入石墨磨具中进行热压烧结。将石墨模具放在烧结台上,升温制度为:首先,对样品缓慢施加压力至25 MPa;然后,以20 °C/min的升温速率从室温升到1000 °C,在1000 °C保温10 min;再以20 °C/min的升温速率从1000 °C升到1300 °C,保温30 min。随炉冷却,得到毛坯。将制备的毛坯进行表面磨削、去毛刺处理,得到碳化硅复合材料。

[0042] 将热压烧结后的碳化硅复合材料试样打磨抛光后进行组织及性能检测,所得烧结块体技术参数如下:

[0043] 表5实施例2中复合烧结体的技术参数和具体数值

	致密度 (%)	硬度 (GPa)	断裂韧性 (MPa·m ^{1/2})
[0044]	94.9	20.14	3.56

[0045] 实施例3

[0046] 原料配方的称量按照下述百分比进行:

[0047] 表6原料配方表(45g)

	配方组成	Ti ₃ SiC ₂	SiC
[0048]	体积百分比/%	15	85
	质量/g	20.8	24.2

[0049] S1、将摩尔比为(10:5:5:1)的碳化钛、硅、碳和铝组成的原料粉末进行球磨,球料质量比为20:1,转速为450 r/min,球磨时间为9 h,每转60 min,停机20 min进行散热,制得Ti₃SiC₂和TiC的混合粉体;

[0050] S2、将Ti₃SiC₂和TiC的混合粉体进行SPS烧结,升温速率为70 °C/min,压力为30 MPa,真空度低于4 Pa,烧结温度为1100°C,制得含量在95%以上的Ti₃SiC₂烧结体,充分研磨后得到Ti₃SiC₂和TiC的混合粉体,用于SiC的烧结;

[0051] S3、将上述 Ti_3SiC_2 和TiC的混合粉体20.8 g与24.2 g的六方碳化硅粉末在球磨机中混料7 h,球料比5:1,球磨转速为350 r/min,在手套箱中将 Ti_3SiC_2 、TiC和六方碳化硅粉末混合物装填入硬质合金模具中进行预压,预压压力为200 MPa,预压30 s,然后把预压后的样品装入石墨磨具中进行热压烧结。将石墨模具放在烧结台上,升温制度为:首先,对样品缓慢施加压力至30 MPa;然后,以20 °C/min的升温速率从室温升到1000 °C,在1000 °C保温10 min;再以20 °C/min的升温速率从1000 °C升到1500 °C,保温50 min。随炉冷却,得到毛坯。将制备的毛坯进行表面磨削、去毛刺处理,得到碳化硅复合材料。

[0052] 将热压烧结后的碳化硅复合材料试样打磨抛光后进行组织及性能检测,所得烧结块体技术参数如下:

[0053] 表7实施例3中复合烧结体的技术参数和具体数值

	致密度 (%)	硬度 (GPa)	断裂韧性 ($MPa \cdot m^{1/2}$)
[0054]	96.4	22.59	4.49

[0055] 实施例4

[0056] 原料配方的称量按照下述百分比进行:

[0057] 表8原料配方表(45g)

	配方组成	Ti_3SiC_2	SiC
[0058]	体积百分比/%	20	80
	质量/g	24.7	20.3

[0059] S1、将摩尔比为(10:5:5:1)的碳化钛、硅、碳和铝组成的原料粉末进行球磨,球料质量比为10:1,转速为250 r/min,球磨时间为10 h,每转60 min,停机20 min进行散热,制得 Ti_3SiC_2 和TiC的混合粉体;

[0060] S2、将 Ti_3SiC_2 和TiC的混合粉体进行SPS烧结,升温速率为100 °C/min,压力为40 MPa,真空度低于4 Pa,烧结温度为1200 °C,制得含量在95%以上的 Ti_3SiC_2 烧结体,充分研磨后得到 Ti_3SiC_2 和TiC的混合粉体,用于SiC的烧结;

[0061] S3、将上述 Ti_3SiC_2 和TiC的混合粉体24.7 g与20.3g的六方碳化硅粉末在球磨机中混料8 h,球料比10:1,球磨转速为250 r/min,在手套箱中将 Ti_3SiC_2 、TiC和六方碳化硅粉末混合物装填入硬质合金模具中进行预压,预压压力为300 MPa,预压40 s,然后把预压后的样品装入石墨磨具中进行热压烧结。将石墨模具放在烧结台上,升温制度为:首先,对样品缓慢施加压力至35 MPa;然后,以20 °C/min的升温速率从室温升到1000 °C,在1000 °C保温10 min;再以20 °C/min的升温速率从1000 °C升到1700 °C,保温70 min。随炉冷却,得到毛坯。将制备的毛坯进行表面磨削、去毛刺处理,得到碳化硅复合材料。

[0062] 将热压烧结后的碳化硅复合材料试样打磨抛光后进行组织及性能检测,所得烧结块体技术参数如下:

[0063] 表9实施例4中复合烧结体的技术参数和具体数值

	致密度 (%)	硬度 (GPa)	断裂韧性 ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)
[0064]	97.5	23.86	5.24

[0065] 实施例5

[0066] 原料配方的称量按照下述百分比进行：

[0067] 表10原料配方表(45g)

配方组成	Ti_3SiC_2	SiC
体积百分比/%	25	75
质量/g	27.9	17.1

[0068] S1、将摩尔比为(10:5:5:1)的碳化钛、硅、碳和铝组成的原料粉末进行球磨,球料质量比为20:1,转速为350 r/min,球磨时间为7 h,每转60 min,停机20 min进行散热,制得 Ti_3SiC_2 和TiC的混合粉体;

[0069] S2、将 Ti_3SiC_2 和TiC的混合粉体进行SPS烧结,升温速率为30 $^\circ\text{C}/\text{min}$,压力为50 MPa,真空度低于4 Pa,烧结温度为1300 $^\circ\text{C}$,制得含量在95%以上的 Ti_3SiC_2 烧结体,充分研磨后得到 Ti_3SiC_2 和TiC的混合粉体,用于SiC的烧结;

[0070] S3、将上述 Ti_3SiC_2 和TiC的混合粉体27.9g与17.1 g的六方碳化硅粉末在球磨机中混料9 h,球料比5:1,球磨转速为300 r/min,在手套箱中将 Ti_3SiC_2 、TiC和六方碳化硅粉末混合物装填入硬质合金模具中进行预压,预压压力为400 MPa,预压50 s,然后把预压后的样品装入石墨磨具中进行热压烧结。将石墨模具放在烧结台上,升温制度为:首先,对样品缓慢施加压力至40 MPa;然后,以20 $^\circ\text{C}/\text{min}$ 的升温速率从室温升到1000 $^\circ\text{C}$,在1000 $^\circ\text{C}$ 保温10 min;再以20 $^\circ\text{C}/\text{min}$ 的升温速率从1000 $^\circ\text{C}$ 升到1900 $^\circ\text{C}$,保温90 min。随炉冷却,得到毛坯。将制备的毛坯进行表面磨削、去毛刺处理,得到碳化硅复合材料。

[0071] 将热压烧结后的碳化硅复合材料试样打磨抛光后进行组织及性能检测,所得烧结块体技术参数如下:

[0072] 表11实施例5中复合烧结体的技术参数和具体数值

	致密度 (%)	硬度 (GPa)	断裂韧性 ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)
[0073]	98.9	26.68	6.33

[0074] 实施例6

[0075] 原料配方的称量按照下述百分比进行：

[0076] 表12原料配方表(45g)

配方组成	Ti ₃ SiC ₂	SiC
体积百分比/%	30	70
质量/g	30.4	14.6

[0077] S1、将摩尔比为(10:5:5:1)的碳化钛、硅、碳和铝组成的原料粉末进行球磨,球料质量比为20:1,转速为450 r/min,球磨时间为8 h,每转60 min,停机20 min进行散热,制得Ti₃SiC₂和TiC的混合粉体;

[0078] S2、将Ti₃SiC₂和TiC的混合粉体进行SPS烧结,升温速率为50 °C/min,压力为10 MPa,真空度低于4 Pa,烧结温度为1400°C,制得含量在95%以上的Ti₃SiC₂烧结体,充分研磨后得到Ti₃SiC₂和TiC的混合粉体,用于SiC的烧结;

[0079] S3、将上述Ti₃SiC₂和TiC的混合粉体30.4 g与14.6 g的六方碳化硅粉末在球磨机中混料10 h,球料比10:1,球磨转速为350 r/min,在手套箱中将Ti₃SiC₂、TiC和六方碳化硅粉末混合物装填入硬质合金模具中进行预压,预压压力为500 MPa,预压60 s,然后把预压后的样品装入石墨磨具中进行热压烧结。将石墨模具放在烧结台上,升温制度为:首先,对样品缓慢施加压力45 MPa;然后,以20 °C/min的升温速率从室温升到1000 °C,在1000 °C保温10 min;再以20 °C/min的升温速率从1000 °C升到2000 °C,保温10 min。随炉冷却,得到毛坯。将制备的毛坯进行表面磨削、去毛刺处理,得到碳化硅复合材料。

[0080] 将热压烧结后的碳化硅复合材料试样打磨抛光后进行组织及性能检测,所得烧结块体技术参数如下:

[0081] 表13实施例6中复合烧结体的技术参数和具体数值

	致密度 (%)	硬度 (GPa)	断裂韧性 (MPa·m ^{1/2})
[0082]	98.6	24.31	5.67

[0083] 实施例7

[0084] 原料配方的称量按照下述百分比进行:

[0085] 表14原料配方表(45g)

	配方组成	Ti ₃ SiC ₂	SiC
[0086]	体积百分比/%	5	95
	质量/g	9.2	35.8

[0087] S1、将摩尔比为(10:5:5:1)的碳化钛、硅、碳和铝组成的原料粉末进行球磨,球料质量比为10:1,转速为250 r/min,球磨时间为9 h,每转60 min,停机20 min进行散热,制得Ti₃SiC₂和TiC的混合粉体;

[0088] S2、将Ti₃SiC₂和TiC的混合粉体进行SPS烧结,升温速率为70 °C/min,压力为20 MPa,真空度低于4 Pa,烧结温度为850°C,制得含量在95%以上的Ti₃SiC₂烧结体,充分研磨后得到Ti₃SiC₂和TiC的混合粉体,用于SiC的烧结;

[0089] S3、将上述Ti₃SiC₂和TiC的混合粉体9.2 g与35.8 g的六方碳化硅粉末在球磨机中混料5 h,球料比5:1,球磨转速为250 r/min,在手套箱中将Ti₃SiC₂、TiC和六方碳化硅粉末混合物装填入硬质合金模具中进行预压,预压压力为10 MPa,预压10 s,然后把预压后的样品装入石墨磨具中进行热压烧结。将石墨模具放在烧结台上,升温制度为:首先,对样品缓慢施加压力至50 MPa;然后,以20 °C/min的升温速率从室温升到1000 °C,在1000 °C保温10 min;再以20 °C/min的升温速率从1000 °C升到1100 °C,保温30 min。随炉冷却,得到毛坯。将制备的毛坯进行表面磨削、去毛刺处理,得到碳化硅复合材料。

[0090] 将热压烧结后的碳化硅复合材料试样打磨抛光后进行组织及性能检测,所得烧结块体技术参数如下:

[0091] 表15实施例7中复合烧结体的技术参数和具体数值

	致密度 (%)	硬度 (GPa)	断裂韧性 (MPa·m ^{1/2})
[0092]	88.4	14.47	9.15

[0093] 对于任何熟悉本领域的技术人员而言,在不脱离本发明技术方案范围情况下,都可利用上述揭示的技术内容对本发明技术方案作出许多可能的变动和修饰,或修改为等同变化的等效实施例。因此,凡是未脱离本发明技术方案的内容,依据本发明的技术实质对以上实施例所做的任何简单修改、等同变化及修饰,均应仍属于本发明技术方案保护的范围内。