



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104446625 A

(43) 申请公布日 2015. 03. 25

(21) 申请号 201410701704. 1

(22) 申请日 2014. 11. 28

(71) 申请人 中国科学技术大学先进技术研究院

地址 230088 安徽省合肥市望江西路 5089
号

申请人 合肥科斯孚安全科技有限公司

(72) 发明人 龚伦伦 程旭东 陆松 李晔

冯俊杰 曹卫

(74) 专利代理机构 合肥天明专利事务所 34115

代理人 汪贵艳 奚华保

(51) Int. Cl.

C04B 38/02(2006. 01)

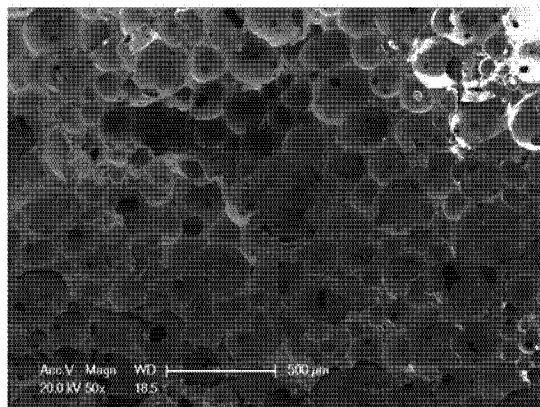
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54) 发明名称

一种高孔隙率多孔陶瓷及其制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种高孔隙率多孔陶瓷及其制备方法，包括 1) 发泡，往陶瓷浆料中添加占陶瓷浆料质量 0.4 ~ 0.8% 的发泡剂，搅拌得到陶瓷泡沫浆料；2) 固化，往陶瓷泡沫浆料中添加占陶瓷粉体质量 5 ~ 10% 的硫铝酸盐水泥，搅拌均匀后倒入模具中静置固化；3) 干燥，待湿坯完全固化后脱模，干燥；4) 烧结，将多孔坯体置于高温烧结炉中进行烧结，得到高孔隙率多孔陶瓷。本发明利用机械搅拌直接发泡的方法制备的多孔陶瓷的孔隙率高达 70~90%，既不需要有机模板也不需要添加造孔剂，减少了污染物的排放，对环境友好，而且工艺简单，实用性强。



1. 一种高孔隙率多孔陶瓷的制备方法, 其特征在于 : 包括以下步骤 :

1) 发泡

往陶瓷浆料中添加占陶瓷浆料质量 0.4 ~ 0.8% 的发泡剂, 在转速不低于 800 转 / 分钟条件下搅拌至少 3 分钟, 得陶瓷泡沫浆料 ;

2) 固化

往陶瓷泡沫浆料中添加占陶瓷粉体质量 5 ~ 10% 的硫铝酸盐水泥, 在转速不高于 300 转 / 分钟条件下搅拌均匀, 然后倒入模具中静置固化 20 ~ 24 小时后, 得到湿坯 ;

3) 干燥

待湿坯完全固化后脱模, 干燥得多孔坯体 ;

4) 烧结

将多孔坯体置于高温烧结炉中进行烧结, 得到高孔隙率多孔陶瓷。

2. 根据权利要求 1 所述的制备方法, 其特征在于 : 所述步骤(1)中陶瓷浆料是指将陶瓷粉体加入水中进行搅拌混合, 并对其球磨至少 20 小时所得 ; 所述陶瓷为氧化物陶瓷、非氧化物陶瓷中的至少一种。

3. 根据权利要求 2 所述的制备方法, 其特征在于 : 所述氧化物陶瓷为氧化铝, 氧化锆、二氧化硅、莫来石或堇青石 ; 所述非氧化物陶瓷为氮化硅或碳化硅。

4. 根据权利要求 1 所述的制备方法, 其特征在于 : 所述步骤(1)中发泡剂为十二烷基硫酸钠或十二烷基苯磺酸钠。

5. 根据权利要求 1 所述的制备方法, 其特征在于 : 所述步骤(2)中硫铝酸盐水泥为双快硫铝酸盐水泥, 其初凝时间在 15 分钟以内。

6. 根据权利要求 1 所述的制备方法, 其特征在于 : 所述步骤(2)中模具为玻璃、不锈钢、硅胶或聚四氟乙烯制作的不渗水模具。

7. 根据权利要求 1 所述的制备方法, 其特征在于 : 所述步骤(3) 中干燥是指将脱模后的湿坯在室温下自然风干 1 ~ 2 天, 再移入温度 60℃ 的烘箱中干燥 20 ~ 24 小时, 最后在 120℃ 的烘箱中干燥 10 ~ 12 小时, 得到干燥的多孔坯体。

8. 根据权利要求 1 所述的制备方法, 其特征在于 : 所述步骤(4)中烧结条件为 : 先慢速升温到 500℃ 并保温 1 ~ 2 小时, 除去坯体中残留的水分和少量有机物, 再快速升温至最终烧结温度并保温 2 ~ 4 小时。

9. 一种如权利要求 1 所述的制备方法制备的高孔隙率多孔陶瓷, 其特征在于 : 其孔隙率为 70 ~ 90%。

一种高孔隙率多孔陶瓷及其制备方法

[0001]

技术领域

[0002] 本发明属于多孔陶瓷材料技术领域，涉及一种高孔隙率多孔陶瓷及其制备方法。

[0003]

背景技术

[0004] 多孔陶瓷由于具有低导热、低密度、高孔隙、耐高温和耐腐蚀等优异性能，被广泛用于制备过滤膜、催化剂载体、燃烧器和保温材料等。多孔陶瓷的制备方法有很多，最常用的方法有三种：添加造孔剂法、有机模板法和发泡法。

[0005] 其中添加造孔剂法是制备多孔陶瓷最常用的一种方法，利用有机造孔剂在高温下燃尽或者挥发而在陶瓷体中留下孔隙。这种方法工艺简单，孔隙率可调节，但是孔隙率一般不会超过 60%，而且制备过程中会产生大量的排放，污染环境。

[0006] 有机模板法是另外一种比较常用的方法，制备的样品孔隙率较高，但是强度比较低，而且在烧结过程中需要牺牲有机模板排出大量有毒气体，污染环境。

[0007] 发泡法是比较适合制备高孔隙率多孔陶瓷的方法，孔隙率一般可以大于 70%，发泡法一般会添加一些有机物在陶瓷浆料发泡后固化浆料，如发泡和凝胶注模法、发泡和淀粉固化法等，这些有机物都会在烧结过程中燃烧或者挥发，污染环境。

[0008] 所以，多孔陶瓷的目前常用的制备方法都会产生排放而污染环境。本发明针对这个缺点，提出使用无机材料水泥为胶凝材料，利用发泡和水泥固化的办法制备高孔隙率多孔陶瓷，不仅降低了成本还减少了排放，优化了高孔隙率多孔陶瓷的制备方法。

[0009]

发明内容

[0010] 针对现有工艺存在的问题，本发明提出一种环保的高孔隙率多孔陶瓷及其制备方法。

[0011] 本发明的制备方法主要包含 4 个步骤：发泡、固化、干燥和烧结，具体的操作步骤如下：

1) 发泡

往陶瓷浆料中添加占陶瓷浆料质量 0.4 ~ 0.8% 的发泡剂，在转速不低于 800 转 / 分钟条件下搅拌至少 3 分钟，得陶瓷泡沫浆料；

2) 固化

往陶瓷泡沫浆料中添加占陶瓷粉体质量 5 ~ 10% 的硫铝酸盐水泥，在转速不高于 300 转 / 分钟条件下搅拌均匀，然后倒入模具中静置固化 20 ~ 24 小时后，得到湿坯；

3) 干燥

待湿坯完全固化后脱模，干燥得多孔坯体；

4) 烧结

将多孔坯体置于高温烧结炉中进行烧结,得到高孔隙率多孔陶瓷。

[0012] 优选的,所述步骤(1)中陶瓷浆料是指将陶瓷粉体加入水中进行搅拌混合,并对其进行球磨至少24小时所得;所述陶瓷为氧化物陶瓷、非氧化物陶瓷中的至少一种。

[0013] 更优选的,所述氧化物陶瓷为氧化铝,氧化锆、二氧化硅、莫来石或堇青石等;所述非氧化物陶瓷为氮化硅或碳化硅等。

[0014] 所述步骤(1)中发泡剂为十二烷基硫酸钠或十二烷基苯磺酸钠。

[0015] 所述步骤(2)中硫铝酸盐水泥为双快硫铝酸盐水泥,其初凝时间在15分钟以内。

[0016] 所述步骤(2)中模具为玻璃、不锈钢、硅胶或聚四氟乙烯制作的不渗水模具。

[0017] 所述步骤(3)中干燥是指将脱模后的湿坯在室温下自然风干1~2天,再移入温度60°C的烘箱中干燥20~24小时,最后在120°C的烘箱中干燥10~12小时,得到干燥的多孔坯体。

[0018] 所述步骤(4)中烧结条件为:先慢速升温到500°C并保温1~2小时,除去坯体中残留的水分和少量有机物,再快速升温至最终烧结温度并保温2~4小时。

[0019] 本发明的另一个发明目的是提供一种经上述制备方法制备的高孔隙率多孔陶瓷,其孔隙率为70~90%。

[0020] 本发明中陶瓷浆料是将陶瓷粉体加入水中进行搅拌混合,并对其进行球磨至少24小时,配制成一定固相含量的陶瓷浆料,固相含量是根据实际需要来配制的,一般为50~60wt%。

[0021] 本发明中还可根据实际情况在陶瓷浆料中添加少量的稳泡剂、分散剂和烧结助剂来对陶瓷浆料进行改性,使之更能满足制备需要。其中稳泡剂如羧甲基纤维素钠等,分散剂如柠檬酸三铵等,烧结助剂如氧化铝、氧化钇等。

[0022] 本发明与其他现有技术相比,本发明的优势是:

1. 本发明利用机械搅拌直接发泡的方法制备多孔陶瓷,既不需要有机模板也不需要添加造孔剂,减少了有毒气体的排放,对环境友好。

[0023] 2. 本发明采用工业原料硫铝酸盐水泥为胶凝材料,其来源广泛,成本低廉,既降低了生产成本也减少了有毒气体的排放,而且由于水泥添加量不超过粉体质量的10%,所以其对多孔陶瓷的整体性能影响不大。

[0024] 3. 本发明的整个生产过程除了烧结均是在室温下进行,操作简单,设备要求低,容易实现。

[0025] 4. 根据本发明的制备工艺,通过改变陶瓷浆料的固相含量和水泥的添加量可以调节多孔陶瓷的孔隙率,从而满足各种需求;而且此方法适合各种陶瓷体系。

[0026]

附图说明

[0027] 图1为实施例1制成样品断面的扫描电子镜图。

[0028]

具体实施方式

[0029] 下面通过实施例对本发明作进一步地描述。

[0030] 以下实施例中所用原料：

陶瓷原料莫来石粉为河南郑州市博亚耐火材料有限公司提供，碳化硅为淄博华盛碳化硅有限责任公司提供，堇青石粉为登封科诺热陶瓷材料有限公司提供；

胶凝材料水泥为上海霞光建筑防水材料有限公司销售的双快硫铝酸盐水泥(初凝时间10 ~ 15分钟)；

发泡剂十二烷基硫酸钠、十二烷基苯磺酸钠均为国药集团化学试剂有限公司提供；

水为市供自来水。

[0031] 实施例 1

(1) 将 50g 莫来石粉和水混合配制成固相含量为 50wt% 的浆料, 球磨 24 小时得到稳定的莫来石浆料 100g；

(2) 往莫来石浆料中加入 0.4g 十二烷基硫酸钠, 在转速为 800 转 / 分钟条件下快速搅拌 3 分钟；

(3) 往泡沫浆料中添加 2.5g 双快硫铝酸盐水泥, 300 转 / 分钟搅拌均匀后将其倒入硅胶模具中静置固化 24 小时, 得到湿坯；

(4) 待湿坯完全固化后脱模, 并在室温下自然风干 2 天, 再移入温度 60℃ 的烘箱中干燥 24 小时, 最后在 120℃ 的烘箱中干燥 12 小时；

(5) 将干燥的多孔坯体在高温烧结炉中烧结, 先慢速升温到 500℃ 并保温 1 小时, 再快速升温至 1100℃ 并保温 2 小时, 冷却后得到莫来石多孔陶瓷。

[0032] 本实施例制备的莫来石多孔陶瓷的断面扫描电子镜图如图 1 所示, 从图 1 中可以看出材料内部孔隙有两种形式的气孔, 大孔由泡沫形成而孔壁上的小孔由有机物烧失留下的。

[0033] 实施例 2

(1) 将 60g 莫来石粉和水混合配制成固相含量为 60wt% 的浆料, 球磨 24 小时得到稳定的莫来石浆料 100g；

(2) 往莫来石浆料中加入占浆料质量 0.6g 的十二烷基苯磺酸钠, 在 1000 转 / 分钟条件下快速搅拌 4 分钟；

(3) 往泡沫浆料中添加占莫来石粉质量 3g 的双快硫铝酸盐水泥, 280 转 / 分钟搅拌均匀后将泡沫浆料倒入硅胶模具中静置固化 20 小时, 得到湿坯；

(4) 待湿坯完全固化后脱模, 并在室温下自然风干 1.5 天, 再移入温度 60℃ 的烘箱中干燥 20 小时, 最后在 120℃ 的烘箱中干燥 10 小时；

(5) 将干燥的坯体在高温烧结炉中烧结, 先慢速升温到 500℃ 并保温 2 小时, 再快速升温至 1100℃ 并保温 2 小时, 冷却后得到莫来石多孔陶瓷。

[0034] 实施例 3

(1) 将 55g 碳化硅粉和 5g 烧结助剂(氧化铝和氧化钇)混合后, 加水配制成固相含量为 60wt% 的浆料, 球磨 24 小时得到稳定的陶瓷浆料 100g；

(2) 往混合陶瓷浆料中加入占陶瓷浆料质量 0.8g 的十二烷基硫酸钠, 在 900 转 / 分钟条件下快速搅拌 5 分钟；

(3) 往泡沫浆料中添加占碳化硅粉质量 5.5g 的双快硫铝酸盐水泥, 250 转 / 分钟搅拌

均匀后将泡沫浆料倒入聚四氟乙烯模具中静置固化 24 小时,得到湿坯;

(4)待湿坯有一定强度后脱模,室温下自然风干 1 天,再移入温度 60℃的烘箱中干燥 24 小时,最后在 120℃的烘箱中干燥 12 小时;

(5)将干燥的坯体在高温烧结炉中烧结,先慢速升温到 500℃并保温 1 小时,再快速升温至 1600℃并保温 4 小时,冷却后得到碳化硅多孔陶瓷。

[0035] 实施例 4

(1)将 30g 莫来石粉和 30g 壤青石粉混合后,加水配制固相含量为 60wt% 的浆料,球磨 24 小时得到稳定的混合陶瓷浆料 100g;

(2)往混合陶瓷浆料中加入占浆料质量 0.4g 的十二烷基硫酸钠,在转速不低于 600 转 / 分钟条件下快速搅拌 10 分钟;

(3)往泡沫浆料中添加占混合陶瓷粉质量 4.8g 的双快硫铝酸盐水泥,200 转 / 分钟搅拌均匀后将泡沫浆料倒入玻璃模具中静置固化 22 小时,得到湿坯;

(4)待湿坯完全固化后脱模,并在室温下自然风干 2 天,再移入温度 60℃的烘箱中干燥 20 小时,最后在 120℃的烘箱中干燥 11 小时;

(5)将干燥的坯体在高温烧结炉中烧结,先慢速升温到 500℃并保温 1 小时,再快速升温至 1350℃并保温 3 小时,冷却后得到莫来石和壤青石的混合多孔陶瓷。

[0036] 将上述实施例 1-4 所制备的多孔陶瓷样品,分别通过阿基米德排水法计算得到产品的容重和孔隙率(GB/T 1966-1996);使用电子动静态疲劳机试验机测量样品在室温下的抗压强度,具体如下表所示。

性能	孔隙率	容重	抗压强度
实施例 1	87.5%	0.34g/cm ³	1.0MPa
实施例 2	84.8%	0.42g/cm ³	1.6MPa
实施例 3	78.0%	0.64g/cm ³	12.0MPa
实施例 4	84.0%	0.43g/cm ³	8.0MPa

[0037] 从上表可看出,本发明制备的多孔陶瓷的孔隙率较高,达到 78.0%-87.5%,并且降低了成本还减少了污染物的排放。另外,由于水泥添加量较少,其不会影响多孔陶瓷的整体性能。

[0038] 以上实施例并非仅限于本发明的保护范围,所有基于发明的基本思想而进行修改或变动的都属于本发明的保护范围。

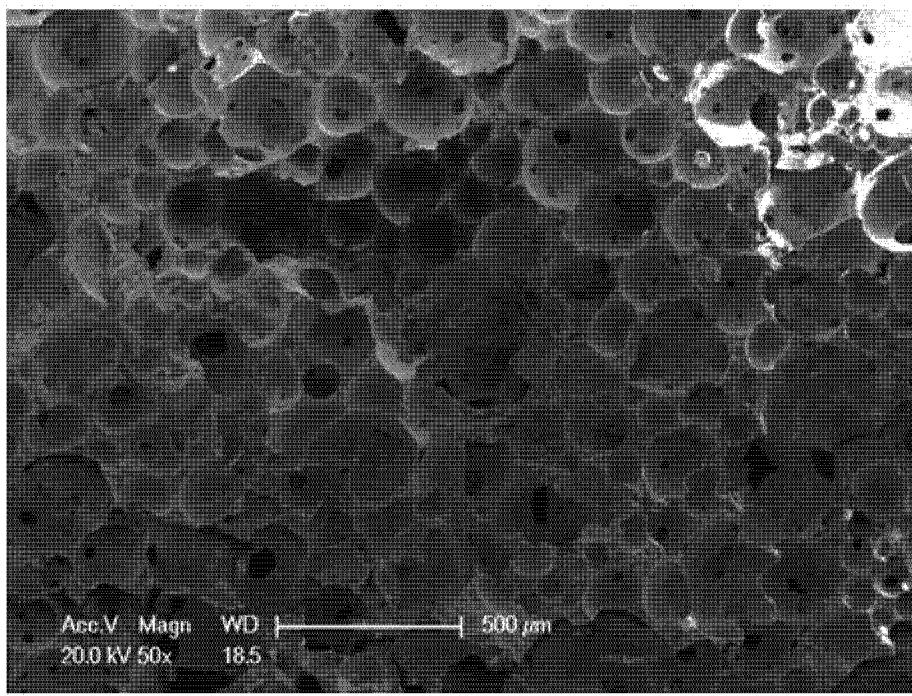


图 1