



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 106830984 A

(43)申请公布日 2017.06.13

(21)申请号 201710224818.5

(22)申请日 2017.04.07

(71)申请人 西安明科微电子材料有限公司

地址 710100 陕西省西安市航天基地东长安街888号LED产业园

(72)发明人 杨晓青 刘波波 张伟

(74)专利代理机构 西安通大专利代理有限责任公司 61200

代理人 徐文权

(51)Int.Cl.

C04B 38/06(2006.01)

C04B 35/565(2006.01)

C04B 35/622(2006.01)

权利要求书1页 说明书4页

(54)发明名称

一种制备高体积分数碳化硅陶瓷增强硅复合材料的方法

(57)摘要

本发明公开了一种制备高体积分数碳化硅陶瓷增强硅复合材料的方法,依据级配理论选择不同粒径分布的碳化硅陶瓷颗粒,按配比制成混合料,将水、十六烷基三甲基溴化铵、羟甲基纤维素钠以及尿素混合,边加热边搅拌,然后将胶体自然冷却后和混合料混合进行造粒,将造粒粉放入烘箱中筛取,采用粉末液压机进行压坯;将压好的坯体装入马弗炉中进行烧结,得到碳化硅陶瓷;装入浸渗炉中进行浸渗。本发明依次通过混料、造粒、成型、烧结制成高体积分数的碳化硅多孔陶瓷,再通过浸渗硅最终形成碳化硅陶瓷增强硅复合材料,其中碳化硅多孔陶瓷的体积分数在80%~95%,其热膨胀系数相比单纯硅陶瓷要降低很多,强度相比单纯硅要提高很多。

1. 一种制备高体积分数碳化硅陶瓷增强硅复合材料的方法, 其特征在于, 包括以下步骤:

S1、依据级配理论选择不同粒径分布的碳化硅陶瓷颗粒, 按配比倒入混料机进行混合, 混料时间1~40h, 得到混合料;

S2、将水、十六烷基三甲基溴化铵、羟甲基纤维素钠以及尿素混合并加热搅拌, 待充分溶解后继续搅拌1~10h制成胶体, 自然冷却至40℃以下备用;

S3、将步骤S1得到的混合料和步骤S2得到的胶体按照质量比为1:1的比例混合, 进行造粒, 然后将造粒粉放入烘箱中, 40~60℃烘焙1~6h, 待干湿度达到3~20%时, 筛取100~200目的造粒粉;

S4、装入步骤S3制备的造粒粉, 采用粉末液压机进行压坯;

S5、将压好的坯体装入马弗炉中进行烧结, 得到碳化硅陶瓷;

S6、将步骤S5制备的碳化硅陶瓷装入浸渗炉中, 保温30~60min, 待溶解后, 浸渗40~100min, 关闭进气阀打开泄气阀开始泄气, 然后关闭升液管加热开关, 当操作柜上罐压力为0, 下罐压力为0时泄气结束, 待浸渗炉内温度降至50℃, 关闭浸渗炉电源开关, 打开浸渗炉上盖, 浸渗结束。

2. 根据权利要求1所述的一种制备高体积分数碳化硅陶瓷增强硅复合材料的方法, 其特征在于: 步骤S1中, 所述碳化硅陶瓷颗粒包括粒径分布2~3 μm 、5~8 μm 、15~20 μm 、20~25 μm , 的碳化硅。

3. 根据权利要求2所述的一种制备高体积分数碳化硅陶瓷增强硅复合材料的方法, 其特征在于, 所述2~3 μm 、5~8 μm 、15~20 μm 、20~25 μm 的碳化硅按照5:2:1:1的质量比倒入混料机进行搅拌。

4. 根据权利要求3所述的一种制备高体积分数碳化硅陶瓷增强硅复合材料的方法, 其特征在于: 所述碳化硅陶瓷颗粒的体积分数为80%~95%。

5. 根据权利要求1所述的一种制备高体积分数碳化硅陶瓷增强硅复合材料的方法, 其特征在于: 步骤S2中, 所述水、十六烷基三甲基溴化铵、羟甲基纤维素钠以及尿素的质量比为10:2:1:1。

6. 根据权利要求1所述的一种制备高体积分数碳化硅陶瓷增强硅复合材料的方法, 其特征在于: 步骤S4中, 设定液体最大压力为5~10MPa, 保压时间15~30min。

7. 根据权利要求1所述的一种制备高体积分数碳化硅陶瓷增强硅复合材料的方法, 其特征在于, 步骤S5中, 烧结的曲线如下:

以3℃/min的升温速率将坯体从室温升温至800℃, 保温150min, 以1℃/min的升温速率将温度继续升温至1600℃, 保温300min, 以1℃/min的升温速率将温度升至2200℃, 保温120min, 然后随炉冷却至40℃以下取出烧好的碳化硅陶瓷。

8. 根据权利要求1所述的一种制备高体积分数碳化硅陶瓷增强硅复合材料的方法, 其特征在于: 步骤S6中, 浸渗炉压力为1.5MPa, 真空度为0~0.80MPa, 保压时间为30~120min。

一种制备高体积分数碳化硅陶瓷增强硅复合材料的方法

技术领域

[0001] 本发明属于复合材料制备技术领域,具体涉及一种通过颗粒级配制备高体积分数碳化铝陶瓷再通过浸渗硅制备高体积分数碳化硅陶瓷增强硅复合材料的制备方法。

背景技术

[0002] 硅陶瓷与碳化硅陶瓷各有其特点,前者具有热膨胀系数低、密度低、易加工等优势,后者具有热导率高、强度高、弹性模量高、耐磨性好等特点,因此将两者的性能特点结合起来,可以制备出综合性能优异的碳化硅增强硅基复合材料。

[0003] 现有技术通过将碳化硅粉和硅粉混合、加入添加剂在低压下成型、经干燥、排蜡和烧结制成硅与碳化硅混杂的陶瓷预制型,该方法做出的陶瓷预制型为多孔状,另外碳化硅硅的总体分只能达到40~80%。

发明内容

[0004] 本发明所要解决的技术问题在于针对上述现有技术中的不足,提供了一种高体积分数碳化硅陶瓷增强硅复合材料的制备方法,该方法通过颗粒级配制备了高体积分数的碳化硅陶瓷,其体积分数可高达90%,再通过压力浸渗硅制得碳化硅陶瓷增强硅复合材料。

[0005] 本发明采用以下技术方案:

[0006] 一种制备高体积分数碳化硅陶瓷增强硅复合材料的方法,包括以下步骤:

[0007] S1、依据级配理论选择不同粒径分布的碳化硅陶瓷颗粒,按配比倒入混料机进行混合,混料时间1~40h,得到混合料;

[0008] S2、将水、十六烷基三甲基溴化铵、羟甲基纤维素钠以及尿素混合并加热搅拌,待充分溶解后继续搅拌1~10h制成胶体,自然冷却至40℃以下备用;

[0009] S3、将步骤S1得到的混合料和步骤S2得到的胶体按照质量比为1:1的比例混合,进行造粒,然后将造粒粉放入烘箱中,40~60℃烘焙1~6h,待干湿度达到3~20%时,筛取100~200目的造粒粉;

[0010] S4、装入步骤S3制备的造粒粉,采用粉末液压机进行压坯;

[0011] S5、将压好的坯体装入马弗炉中进行烧结,得到碳化硅陶瓷;

[0012] S6、将步骤S5制备的碳化硅陶瓷装入浸渗炉中,保温30~60min,待溶解后,浸渗40~100min,关闭进气阀打开泄气阀开始泄气,然后关闭升液管加热开关,当操作柜上罐压力为0,下罐压力为0时泄气结束,待浸渗炉内温度降至50℃,关闭浸渗炉电源开关,打开浸渗炉上盖,浸渗结束。

[0013] 优选的,步骤S1中,所述碳化硅陶瓷颗粒包括粒径分布2~3 μm 、5~8 μm 、15~20 μm 、20~25 μm 的碳化硅。

[0014] 优选的,所述2~3 μm 、5~8 μm 、15~20 μm 、20~25 μm 的碳化硅按照5:2:1:1的质量比倒入混料机进行搅拌。

[0015] 优选的,所述碳化硅陶瓷颗粒的体积分数为80%~95%。

[0016] 优选的,步骤S2中,所述水、十六烷基三甲基溴化铵、羟甲基纤维素钠以及尿素的质量比为10:2:1:1。

[0017] 优选的,步骤S4中,设定液体最大压力为5~10MPa,保压时间15~30min。

[0018] 优选的,步骤S5中,烧结的曲线如下:

[0019] 以3℃/min的升温速率将坯体从室温升温至800℃,保温150min,以1℃/min的升温速率将温度继续升温至1600℃,保温300min,以1℃/min的升温速率将温度升至2200℃,保温120min,然后随炉冷却至40℃以下取出烧好的碳化硅陶瓷。

[0020] 优选的,步骤S6中,浸渗炉压力为1.5MPa,真空度为0~0.80MPa,保压时间为30~120min。

[0021] 与现有技术相比,本发明至少具有以下有益效果:

[0022] 本发明采用浸渗硅制备碳化硅陶瓷增强硅复合材料,相比碳化硅粉与硅粉混合烧结碳化硅陶瓷,陶瓷的体积分数大大提高,可以达到90%,另外单纯碳化硅的体积分数可以达到90%~95%,且此种碳化硅陶瓷增强硅复合材料的性能综合了单纯碳化硅陶瓷和硅陶瓷性能优点,可以制备出综合性能优异的碳化硅增强硅基复合材料。

[0023] 本发明可以通过调节碳化硅陶瓷的体积分数对碳化硅陶瓷增强硅复合材料的性能(密度、热导率、热膨胀系数、强度、弹性模量、加工性等)进行设计,以满足不同领域对此种材料的需求和应用。

[0024] 综上所述,本发明依次通过混料、造粒、成型、烧结制成高体积分数的碳化硅多孔陶瓷,再通过浸渗硅最终形成碳化硅陶瓷增强硅复合材料,其中碳化硅多孔陶瓷的体积分数在80%~95%,其热膨胀系数相比单纯硅陶瓷要降低很多,强度相比单纯硅要提高很多。

[0025] 下面通过实施例,对本发明的技术方案做进一步的详细描述。

具体实施方式

[0026] 本发明提供了一种制备高体积分数碳化硅陶瓷增强硅复合材料的方法,其特征在于:包括以下步骤:

[0027] S1、依据级配理论选择不同粒径分布的碳化硅陶瓷颗粒,按配比倒入混料机进行混合,混料时间2~20h,得到混合料;

[0028] 其中,所述碳化硅陶瓷颗粒包括粒径分布2~3μm、5~8μm、15~20μm、20~25μm的碳化硅。按照5:2:1:1的质量比倒入混料机进行搅拌。

[0029] S2、将水、十六烷基三甲基溴化铵、羟甲基纤维素钠以及尿素混合,质量比分别为10:2:1:1边加热边搅拌均匀,充分溶解后继续搅拌1~10h,然后将胶体自然冷却至40℃以下备用。

[0030] S3、将步骤S1得到的混合料和步骤S2得到的胶体按照质量比为1:1的比例混合,进行造粒,然后将造粒粉放入烘箱中,40~60℃烘焙1~6h,待干湿度达到3%~20%时,筛取100~200目的造粒粉;

[0031] S4、装入步骤S3制备的造粒粉,采用粉末液压机进行压坯;

[0032] 其中,设定液体最大压力为5~10MPa,保压时间15~30min。

[0033] S5、将压好的坯体装入马弗炉中进行烧结,得到碳化硅陶瓷;

[0034] 其中,烧结的曲线如下:

[0035] 以3℃/min的升温速率将坯体从室温升温至800℃,保温150min,以1℃/min的升温速率将温度继续升温至1600℃,保温300min,以1℃/min的升温速率将温度升至2200℃,保温120min,然后随炉冷却至40℃以下取出烧好的碳化硅陶瓷。

[0036] S6、将步骤S5制备的碳化硅陶瓷装入浸渗炉中,保温30~60min,待溶解后,浸渗40~100min,关闭进气阀打开泄气阀开始泄气,然后关闭升液管加热开关,当操作柜上罐压力为0,下罐压力为0时泄气结束,待浸渗炉内温度降至50℃,关闭浸渗炉电源开关,打开浸渗炉上盖,浸渗结束。

[0037] 其中,浸渗炉压力为1.5MPa,真空度为0~0.80MPa,保压时间为30~120min。

[0038] 实施例1

[0039] (1) 将粒径分布为2~3μm、5~8μm、15~20μm、20~25μm的碳化硅。按照5:2:1:1的质量比称取10kg后倒入混料机,搅拌10h,得到混合均匀的碳化硅陶瓷粉料;

[0040] (2) 将水、十六烷基三甲基溴化铵、羟甲基纤维素钠以及尿素混合,质量比分别为10:2:1:1边加热边搅拌均,充分溶解后继续搅拌1~10h,然后将胶体自然冷却至40℃以下备用;

[0041] (3) 称取10kg步骤(1)所得的碳化硅陶瓷粉料和10kg步骤(2)所得的有机胶混合并进行造粒,然后将造粒粉放入烘箱中,待干湿度达到7%时,最终筛取100目至200目之间的造粒粉。

[0042] (4) 采用粉末液压机进行压坯。设定液体最大压力为5~10MPa,保压时间15~30min,装入500g造粒粉,启动电机进行压坯,得到碳化硅陶瓷坯体。

[0043] (5) 将压好的坯体装入马弗炉中,按照以下烧结曲线进行烧结:

[0044] 烧结曲线为:

[0045] 以3℃/min的升温速率将坯体从室温升温至800℃,保温150min,以1℃/min的升温速率将温度继续升温至1600℃,保温300min,以1℃/min的升温速率将温度升至2200℃,保温120min,然后随炉冷却至40℃以下取出烧好的碳化硅陶瓷。

[0046] (6) 浸渗

[0047] 将碳化硅陶瓷装入浸渗炉中,设置浸渗炉压力为1.5MPa,真空度为-0.80MPa,保压时间为30~60min。加热多晶硅至1450~1500℃,保温30min,待其全部溶解,然后打开进气阀、浸渗炉电源开关及升液管加热开关开始浸渗。浸渗40min,关闭进气阀打开泄气阀开始泄气,之后立即关闭升液管加热开关,当操作柜上罐压力为0,下罐压力为0时泄气结束,待浸渗炉内温度降至50℃,关闭浸渗炉电源开关,打开浸渗炉上盖,浸渗结束。

[0048] 采用密度仪器测量实施例1得到的碳化硅陶瓷增强硅复合材料的密度为2.60g/cm³;

[0049] 采用RDJ-201激光热导仪测量实施例1得到的碳化硅陶瓷增强硅复合材料的热导率为120W/(M·K)(样品尺寸为Φ12.3×7);

[0050] 采用NETZSCH DIL402C机械杠杆仪测量实施例1得到的碳化硅陶瓷增强铝复合材料在25℃下的热膨胀系数为3.2759E-06/K(样品尺寸为3mm×4mm×25mm)。

[0051] 采用WDW-100多传感器电子万能试验机测量得实施例1碳化硅陶瓷增强铝复合材料的弯曲强度为210MPa(样品尺寸:3mm×4mm×50mm)。

[0052] 以上内容仅为说明本发明的技术思想,不能以此限定本发明的保护范围,凡是按

照本发明提出的技术思想,在技术方案基础上所做的任何改动,均落入本发明权利要求书的保护范围之内。