



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 105040407 A

(43) 申请公布日 2015. 11. 11

(21) 申请号 201510555078. 4

(22) 申请日 2015. 09. 05

(71) 申请人 苏州宏久航空耐热材料科技有限公司

地址 215400 江苏省苏州市太仓市城厢镇人民南路 162 号

(72) 发明人 陈照峰 王飞

(51) Int. Cl.

D06M 11/45(2006. 01)

D01F 9/10(2006. 01)

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称

一种在碳化硅纤维表面涂覆氧化铝涂层的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种在碳化硅纤维表面涂覆氧化铝涂层的方法,包括以下操作步骤:首先将铝粉和蒸馏水按照一定配比混合并且充分搅拌均匀,再加入适量 $MgCl_2$ 和聚乙烯醇水溶液,将混合溶液在高温下加热回流搅拌,待铝粉基本溶解后离心分离并且过滤得到清澈透明的溶液,再静置几小时后得到氧化铝溶胶。将碳化硅纤维进行超声清洗并且高温预处理后浸没在氧化铝溶胶中,在高温下保温一段时间,待温度降到室温后就得到表面涂覆有氧化铝涂层的碳化硅纤维。本发明所用原料较少、操作步骤较少,成本较低,适合规模化生产;而且本发明制得的氧化铝涂层分布均匀且致密,大幅度提高了碳化硅纤维的耐高温性和抗氧化性。

1. 一种在碳化硅纤维表面涂覆氧化铝涂层的方法,其特征包括以下操作步骤:

(1) 选取粒径为 200 ~ 500 目的金属铝粉,将金属铝粉和蒸馏水按照 1g:(5 ~ 15ml) 的配比混合,充分搅拌均匀后再用超声振荡 20 ~ 50 分钟,得到悬浊液;

(2) 按照铝粉质量的 0.2% ~ 1% 称量 $MgCl_2$,将 $MgCl_2$ 和聚乙烯醇水溶液分别缓慢加入上述悬浊液中,并且充分搅拌均匀,聚乙烯醇水溶液的质量分数为 2% ~ 8%,铝粉和聚乙烯醇水溶液的配比为 1g:(0.1 ~ 2ml);

(3) 将上述悬浊液在 60 ~ 100℃ 的温度下加热回流搅拌 10 ~ 20 小时,待铝粉基本溶解后离心分离并且过滤得到澄清透明的溶液,再静置 2 ~ 5 小时后即可得到氧化铝溶胶;

(4) 将碳化硅纤维置于有机溶剂中超声清洗并在 300 ~ 500℃ 的温度下进行高温预处理 10 ~ 30 分钟,所述碳化硅纤维包括碳化硅纤维单丝、碳化硅纤维束丝以及碳化硅纤维编织件中的至少一种;

(5) 将预处理后的碳化硅纤维浸没在氧化铝溶胶中,从室温开始以每分钟 5 ~ 15℃ 的速率升温至 600 ~ 1000℃,并且保温 1 ~ 4 小时,待温度降到室温后就得到表面涂覆有氧化铝涂层的碳化硅纤维。

一种在碳化硅纤维表面涂覆氧化铝涂层的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种涂覆氧化铝涂层的方法,特别是涉及一种在碳化硅纤维表面涂覆氧化铝涂层的方法。

背景技术

[0002] 碳化硅纤维是一种以有机硅化合物为原料经纺丝、碳化或气相沉积而制得的无机纤维,属陶瓷纤维类,从形态上分有晶须和连续纤维两种。晶须是一种单晶,外观是粉末状。连续纤维是碳化硅包覆在钨丝或碳纤维等芯材上而形成的连续丝或纺丝和热解而得到纯碳化硅长丝。碳化硅纤维的最高使用温度达 1200℃,其耐热性和抗氧化性均优于碳纤维,强度达 1960 ~ 4410MPa,在最高使用温度下强度保持率在 80% 以上,模量为 176.4 ~ 294GPa,化学稳定性好。即便如此,碳化硅纤维在应用于航空发动机等一些特殊领域时,对其高温抗氧化性的要求越来越高。

[0003] 申请公布号为 CN101880922A 的中国发明专利公开了一种耐高温微孔碳化硅纤维及其制备方法。该耐高温微孔 SiC 纤维的特征在于, Si :C 原子比为 0.96-1.03, O 含量小于 0.3wt%, 呈连续纤维状,微孔体积占总孔容的 80vol% 以上,平均孔径为 1.30-2.00nm,比表面积为 1200-2200m²/g。制备方法是:先通过聚碳硅烷熔融纺丝与空气不熔化处理获得聚碳硅烷不熔纤维,再在活性剂的作用下裂解获得 SiCO 纤维,然后用氢氟酸浸洗,即成。该发明的 SiC 纤维比表面积高,耐高温性能好,1000℃ 使用条件下孔结构无明显变化。

[0004] 申请公布号为 CN102808240A 的中国发明专利公开了一种耐高温碳化硅纤维的制备方法,首先通过聚碳硅烷熔融纺丝获得原丝,再将原丝置于含有催化剂的反应单体中进行浸泡不熔化处理,使得交联层厚度与纤维半径之比为 0.1-0.9,最后在惰性气体下裂解获得 SiC 纤维。该发明利用温和可控的化学反应将原丝的外层进行一定程度交联形成具有一定厚度的交联聚合物,而不需要进行传统的不熔化处理即可直接烧成碳化硅纤维。

[0005] 上述专利都是通过改进碳化硅纤维的制备工艺来提高其耐高温性,操作步骤较多,工艺复杂。氧化铝是一种耐高温性和抗氧化性极强的材料,可以考虑在碳化硅纤维表面涂覆氧化铝涂层,以提高纤维的高温性能。

发明内容

[0006] 本发明旨在克服现有技术的不足,提供一种碳化硅纤维表面氧化铝涂层的制备方法。

[0007] 为实现本发明的目的采用的技术方案是:提供了一种在碳化硅纤维表面涂覆氧化铝涂层的方法,其特征在于包括以下步骤:

(1) 选取粒径为 200 ~ 500 目的金属铝粉,将金属铝粉和蒸馏水按照 1g: (5 ~ 15ml) 的配比混合,充分搅拌均匀后再用超声振荡 20 ~ 50 分钟,得到悬浊液;

(2) 按照铝粉质量的 0.2% ~ 1% 称量 MgCl₂,将 MgCl₂和聚乙烯醇水溶液分别缓慢加入上述悬浊液中,并且充分搅拌均匀;

(3) 将上述悬浊液在 60 ~ 100℃ 的温度下加热回流搅拌 10 ~ 20 小时,待铝粉基本溶解后离心分离并且过滤得到澄清透明的溶液,再静置 2 ~ 5 小时后即可得到氧化铝溶胶;

(4) 将碳化硅纤维置于有机溶剂中超声清洗并在 300 ~ 500℃ 的温度下进行高温预处理 10 ~ 30 分钟;

(5) 将预处理后的碳化硅纤维浸没在氧化铝溶胶中,从室温开始以每分钟 5 ~ 15℃ 的速率升温至 600 ~ 1000℃,并且保温 1 ~ 4 小时,待温度降到室温后就得到表面涂覆有氧化铝涂层的碳化硅纤维。

[0008] 其中,步骤(2)中聚乙烯醇水溶液的质量分数为 2% ~ 8%,铝粉和聚乙烯醇水溶液的配比为 1g:(0.5 ~ 2ml)。

[0009] 其中,步骤(4)中碳化硅纤维包括碳化硅纤维单丝、碳化硅纤维束丝以及碳化硅纤维编织件中的至少一种。

[0010] 应用效果:本发明与现有技术相比,具有以下优点:(1)本发明所用原料较少、操作步骤较少,成本较低,适合规模化生产;(2)本发明制得的氧化铝涂层分布均匀且致密,大幅度提高了碳化硅纤维的耐高温性和抗氧化性。

具体实施方式

[0011] 下面结合具体实施例,进一步阐明本发明,应理解这些实施例仅用于说明本发明而并不用于限制本发明的范围,在阅读了本发明之后,本领域技术人员对本发明的各种等价形式的修改均落于本申请所附权利要求所限定。

[0012] 实施例 1

(1) 称取 50g 粒径约为 300 目的金属铝粉,加入 300g 蒸馏水中,充分搅拌均匀后再用超声振荡 30 分钟,得到悬浊液;(2) 称取 250mg 的 $MgCl_2$ 和 25ml 质量分数为 5% 的聚乙烯醇水溶液,分别缓慢加入上述悬浊液中,并且充分搅拌均匀;(3) 将上述悬浊液在 80℃ 的温度下加热回流搅拌 16 小时,待铝粉基本溶解后离心分离并且过滤得到澄清透明的溶液,再静置 3 小时后即可得到氧化铝溶胶;(4) 将碳化硅纤维单丝置于有机溶剂中超声清洗并在 400℃ 的温度下进行高温预处理 15 分钟;(5) 将预处理后的碳化硅纤维单丝浸没在氧化铝溶胶中,从室温开始以每分钟 10℃ 的速率升温至 800℃,并且保温 2 小时,待温度降到室温后就得到表面涂覆有氧化铝涂层的碳化硅纤维。

[0013] 实施例 2

(1) 称取 60g 粒径约为 400 目的金属铝粉,加入 400g 蒸馏水中,充分搅拌均匀后再用超声振荡 40 分钟,得到悬浊液;(2) 称取 300mg 的 $MgCl_2$ 和 30ml 质量分数为 6% 的聚乙烯醇水溶液,分别缓慢加入上述悬浊液中,并且充分搅拌均匀;(3) 将上述悬浊液在 90℃ 的温度下加热回流搅拌 13 小时,待铝粉基本溶解后离心分离并且过滤得到澄清透明的溶液,再静置 4 小时后即可得到氧化铝溶胶;(4) 将碳化硅纤维单丝置于有机溶剂中超声清洗并在 450℃ 的温度下进行高温预处理 25 分钟;(5) 将预处理后的碳化硅纤维单丝浸没在氧化铝溶胶中,从室温开始以每分钟 15℃ 的速率升温至 900℃,并且保温 3 小时,待温度降到室温后就得到表面涂覆有氧化铝涂层的碳化硅纤维。

[0014] 上述仅为本发明的两个具体实施方式,但本发明的设计构思并不局限于此,凡利用此构思对本发明进行非实质性的改动,均应属于侵犯本发明保护的范畴的行为。但凡是

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作的任何形式的简单修改、等同变化与改型,仍属于本发明技术方案的保护范围。