



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 106478153 B

(45)授权公告日 2019.02.22

(21)申请号 201610860434.8

(22)申请日 2016.09.28

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 106478153 A

(43)申请公布日 2017.03.08

(73)专利权人 陕西科技大学

地址 710021 陕西省西安市未央区大学园1号

(72)发明人 黄剑锋 周磊 曹丽云 罗艺佳

刘锦涛 吴建鹏 欧阳海波

李翠艳

(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 齐书田

(51)Int.Cl.

C04B 41/89(2006.01)

(56)对比文件

CN 104130013 A,2014.11.05,

CN 104446670 A,2015.03.25,

CN 105110817 A,2015.12.02,

CN 105384467 A,2016.03.09,

CN 105646007 A,2016.06.08,

CN 101885623 A,2010.11.17,

CN 102260863 A,2011.11.30,

CN 102503586 A,2012.06.20,

CN 102674902 A,2012.09.19,

CN 102924108 A,2013.02.13,

CN 103044076 A,2013.04.17,

CN 103936465 A,2014.07.23,

CN 104130022 A,2014.11.05,

CN 105237039 A,2016.01.13,

JP 3474516 B2,2003.12.08,

审查员 龚希珂

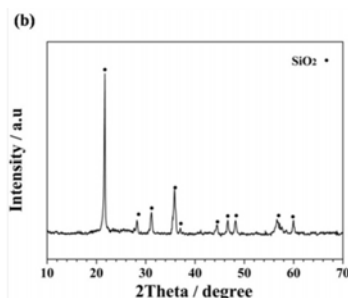
权利要求书1页 说明书6页 附图2页

(54)发明名称

一种碳/碳复合材料 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线增韧莫来石/硅酸盐玻璃涂层的制备方法

(57)摘要

本发明公开了一种碳/碳复合材料 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线增韧莫来石/硅酸盐玻璃涂层的制备方法,首先以简单的脉冲电弧放电沉积法在C/C-SiC表面制备 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线增韧莫来石多孔涂层,然后再采用电磁感应加热法制备硅酸盐玻璃外涂层。本发明方法制备的 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线增韧莫来石/硅酸盐玻璃复合抗氧化涂层与基体结合良好,可实现复合涂层结构的控制,并且制备周期短、工艺过程简单,且涂层的制备是在低温条件下完成,成本低。



1. 一种碳/碳复合材料 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线增韧莫来石/硅酸盐玻璃复合抗氧化涂层的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

(1) 首先将莫来石粉体与 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线组成的混合粉料分散于丁醇中,配制成混合粉料浓度为20-30g/L的悬浮液A1,混合粉料中 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线的质量分数为10-20%,莫来石粉体的质量分数为80-90%,将悬浮液A1超声处理后搅拌得悬浮液A2;

(2) 向悬浮液A2中加入碘单质得混合物,混合物中碘单质的浓度为1-3g/L,然后加热搅拌得悬浮液B;

(3) 将悬浮液B倒入水热釜内,然后将带有SiC涂层的C/C复合材料试样夹在水热釜内的阴极夹上,阳极为石墨,然后将水热釜密封后放入烘箱中,然后将水热釜的阴阳两极与脉冲电镀电源连接并进行脉冲电弧放电沉积,沉积过程中,控制烘箱温度为100-120 $^{\circ}C$,脉冲电压400-600V,脉冲占空比为50-70%,脉冲频率1000-3000Hz,沉积时间10-20min,得到沉积试样;

(4) 将沉积试样干燥即得碳/碳复合材料 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线增韧莫来石涂层试样;

(5) 将玻璃粉分散于蒸馏水中,超声震荡后进行搅拌,直至玻璃粉分散均匀,得到总浓度为20-30g/L的悬浮液;

(6) 将步骤(4)所得的碳/碳复合材料 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线增韧莫来石涂层试样置于电磁感应加热仪的加热线圈内,然后利用水泵使悬浮液循环流动;

(7) 悬浮液开始循环流动后打开电磁感应加热仪并利用加热线圈对试样进行电磁感应加热,加热时间为30-60min,电流强度为350-500A,电磁感应加热过程中利用循环流动的悬浮液对试样进行持续冲刷,电磁感应加热结束后使悬浮液停止冲刷试样,待试样自然冷却到室温后对试样进行干燥,得到碳/碳复合材料 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线增韧莫来石/硅酸盐玻璃复合抗氧化涂层;

(8) 将步骤(7)所得的碳/碳复合材料 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线增韧莫来石/硅酸盐玻璃复合抗氧化涂层试样进行烧结,即得碳/碳复合材料 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线增韧莫来石/硅酸盐玻璃复合抗氧化涂层。

2. 根据权利要求1所述的一种碳/碳复合材料 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线增韧莫来石/硅酸盐玻璃复合抗氧化涂层的制备方法,其特征在于,步骤(1)中超声处理的时间为30-60min,采用磁力搅拌方式搅拌12-24h。

3. 根据权利要求1所述的一种碳/碳复合材料 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线增韧莫来石/硅酸盐玻璃复合抗氧化涂层的制备方法,其特征在于,步骤(2)中加热搅拌具体为:将混合物在磁力搅拌器上搅拌2-4h,搅拌中同时加热,加热温度为60-80 $^{\circ}C$ 。

4. 根据权利要求1所述的一种碳/碳复合材料 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线增韧莫来石/硅酸盐玻璃复合抗氧化涂层的制备方法,其特征在于,步骤(8)中烧结具体为:在氩气保护下于1400 $^{\circ}C$ 处理2h后随炉冷却,升温速率10 $^{\circ}C/min$ 。

一种碳/碳复合材料 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线增韧莫来石/硅酸盐玻璃涂层的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种制备碳/碳复合材料复合外涂层的方法,具体涉及一种脉冲电弧放电沉积法结合电磁感应加热制备碳/碳复合材料 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线增韧莫来石/硅酸盐玻璃复合抗氧化涂层的方法。

背景技术

[0002] 碳/碳(C/C)复合材料具有热膨胀系数低、密度低、耐高温、耐烧蚀、高强度、高模量等优异性能,特别是在2200℃以内强度和模量随温度升高而增加等优异性能,使其成为最具发展前途的高温结构材料之一,最有希望成为制造航空航天器涡轮发动机及组件的材料。但是,C/C复合材料在温度超过500℃的氧化气氛下迅速氧化,这大大限制了其应用,因此C/C复合材料的氧化保护问题成为了近年来的研究热点之一。同时对其进行高温抗氧化防护对其高温应用具有重要的意义。

[0003] 抗氧化涂层被认为是解决碳/碳复合材料高温氧化防护问题的有效方法。SiC涂层由于极好的抗氧化性能以及与C/C复合材料的物理、化学相容性好而普遍作为过渡层使用,但是单一的SiC涂层不能对C/C基体提供有效的保护,因而抗氧化外涂层成为当前的研究热点。

[0004] 陶瓷涂层是目前研究的热点,且普遍采用的是硅基陶瓷。其技术关键是利用高温下 SiO_2 或反应生成的 SiO_2 来填充涂层中的裂纹等缺陷,作为密封物质来阻挡氧的渗入。通过大量研究,发现陶瓷涂层有一个共同的缺点,那就是陶瓷材料固有的脆性以及同基体热膨胀的不匹配性,使其容易在热循环中产生裂纹甚至剥落,导致涂层的抗氧化性能降低。

[0005] 为了克服上述缺点,本发明提出了采用硅酸钇纳米线增韧莫来石复合抗氧化涂层作为外涂层的思路。莫来石具有较高的热稳定性和抗氧化性能,熔点大于1800℃;热膨胀系数与SiC非常接近,与SiC有很好的物理化学相容性,在高温下热应力很小;但是,陶瓷涂层固有的脆性使其在热震过程中容易产生裂纹而开裂,为了克服这一缺点,增强莫来石涂层的韧性和抗冲刷能力,本发明创新性地提出一种利用硅酸钇纳米线增韧莫来石涂层的思路。硅酸钇的膨胀系数和莫来石和SiC都十分接近,和莫来石和SiC在2000℃以内不发生物理化学反应,具有和莫来石、SiC都非常良好的物理化学相容性,是理想的增韧材料。

[0006] 到目前为止外涂层的制备方法多种多样,主要有以下几种:化学气相沉积,包埋法,原位成型,溶胶-凝胶法,熔浆涂覆反应,超临界态流体技术,爆炸喷涂和超声波喷涂法等。这些制备C/C复合材料涂层的工艺由于制备的过程要在高温或高压下进行,而且制备周期比较长。

发明内容

[0007] 本发明的目的在于提供一种碳/碳复合材料 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线增韧莫来石/硅酸盐玻璃涂层的制备方法,以克服上述现有技术存在的缺陷,本发明可以制备出厚度均匀,结构

致密的碳/碳复合材料 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线增韧莫来石/硅酸盐玻璃复合抗氧化涂层,并且其工艺设备简单,反应周期短,成本低,具有广阔的发展前景。

[0008] 为达到上述目的,本发明采用如下技术方案:

[0009] 一种碳/碳复合材料 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线增韧莫来石/硅酸盐玻璃涂层的制备方法,包括以下步骤:

[0010] (1) 首先将莫来石粉体与 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线组成的混合粉料分散于丁醇中,配制成混合粉料浓度为20-30g/L的悬浮液A1,混合粉料中 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线的质量分数为10-20%,莫来石粉体的质量分数为80-90%,将悬浮液A1超声处理后搅拌得悬浮液A2;

[0011] (2) 向悬浮液A2中加入碘单质得混合物,混合物中碘单质的浓度为1-3g/L,然后加热搅拌得悬浮液B;

[0012] (3) 将悬浮液B倒入水热釜内,然后将带有SiC涂层的C/C复合材料试样夹在水热釜内的阴极夹上,阳极为石墨,然后将水热釜密封后放入烘箱中,然后将水热釜的阴阳两极与脉冲电镀电源连接并进行脉冲电弧放电沉积,得到沉积试样;

[0013] (4) 将沉积试样干燥即得碳/碳复合材料 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线增韧莫来石涂层试样;

[0014] (5) 将玻璃粉分散于蒸馏水中,超声震荡后进行搅拌,直至玻璃粉分散均匀,得到总浓度为20-30g/L的悬浮液;

[0015] (6) 将步骤(4)所得的碳/碳复合材料 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线增韧莫来石涂层试样置于电磁感应加热仪的加热线圈内,然后利用水泵使悬浮液循环流动;

[0016] (7) 悬浮液开始循环流动后打开电磁感应加热仪并利用加热线圈对试样进行电磁感应加热,电磁感应加热过程中利用循环流动的悬浮液对试样进行持续冲刷,电磁感应加热结束后使悬浮液停止冲刷试样,待试样自然冷却到室温后对试样进行干燥,得到碳/碳复合材料 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线增韧莫来石/硅酸盐玻璃复合抗氧化涂层;

[0017] (8) 将步骤(7)所得的碳/碳复合材料 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线增韧莫来石/硅酸盐玻璃复合抗氧化涂层试样进行烧结,即得碳/碳复合材料 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线增韧莫来石/硅酸盐玻璃复合抗氧化涂层。

[0018] 进一步地,步骤(1)中超声处理的时间为30-60min,采用磁力搅拌方式搅拌12-24h。

[0019] 进一步地,步骤(2)中加热搅拌具体为:将混合物在磁力搅拌器上搅拌2-4h,搅拌中同时加热,加热温度为60-80℃。

[0020] 进一步地,步骤(3)沉积过程中,控制烘箱温度为100-120℃,脉冲电压400-600V,脉冲占空比为50-70%,脉冲频率1000-3000Hz,沉积时间10-20min。

[0021] 进一步地,步骤(7)中电磁感应加热的条件为:加热时间为30-60min,电流强度为350-500A。

[0022] 进一步地,步骤(8)中烧结具体为:在氩气保护下于1400℃处理2h后随炉冷却,升温速率10℃/min。

[0023] 与现有技术相比,本发明具有以下有益的技术效果:

[0024] 本发明首先以简单的脉冲电弧放电沉积法在C/C-SiC表面制备 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线增韧莫来石多孔涂层,然后再采用电磁感应加热法制备硅酸盐玻璃外涂层。多孔的结构以及 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线的加入一方面有利于阻止裂纹的发展,另一方面有利于改善莫来石的脆

性。致密的硅酸盐玻璃外涂层能阻止氧气向基体的扩散,从而提高复合涂层的抗氧化性能。本发明方法制备的 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线增韧莫来石/硅酸盐玻璃复合抗氧化涂层表面致密均匀,与基体结合良好,可实现复合涂层结构的控制,并且制备周期短、工艺过程简单,且涂层的制备是在低温条件下完成,成本低。

附图说明

[0025] 图1是制备涂层用的莫来石粉体和 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线SEM照片,其中(a)为莫来石粉体;(b)为 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线;

[0026] 图2是制备涂层的表面XRD图谱,其中(a)为 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线增韧莫来石涂层;(b)为 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线增韧莫来石涂层/硅酸盐玻璃复合涂层;

[0027] 图3是制备涂层的表面SEM照片,其中(a)为 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线增韧莫来石涂层;(b)为 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线增韧莫来石涂层/硅酸盐玻璃复合涂层;

[0028] 图4是制备涂层的断面SEM照片,其中(a)为 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线增韧莫来石涂层;(b)为 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线增韧莫来石涂层/硅酸盐玻璃复合涂层。

具体实施方式

[0029] 下面对本发明的实施方式做进一步详细描述:

[0030] (1) 首先将莫来石粉体与 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线组成的混合粉料分散于丁醇中配制成混合粉料浓度为20-30g/L的悬浮液A1,混合粉料中 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线的质量分数为10-20%,莫来石粉体的质量分数为80-90%,将悬浮液A1超声震荡30-60min,然后在磁力搅拌器上搅拌12-24h,得悬浮液A2;

[0031] (2) 向悬浮液A2中加入碘单质得混合物,混合物中碘单质的浓度为1-3g/L,将混合物在磁力搅拌器上搅拌2-4h,搅拌中同时加热,加热温度控制在60-80℃,得悬浮液B;

[0032] (3) 将悬浮液B倒入水热釜内,然后将带有SiC涂层的C/C复合材料试样夹在水热釜内的阴极夹上,阳极为石墨,然后将水热釜密封后放入烘箱中。然后将水热釜的阴阳两极与脉冲电镀电源连接并进行脉冲电弧放电沉积。沉积过程中,控制烘箱温度为100-120℃,脉冲电压400-600V,脉冲占空比为50-70%,脉冲频率1000-3000Hz,沉积时间10-20min。待沉积结束后关闭装置电源;

[0033] (4) 打开上述装置,取出试样,然后经干燥即得碳/碳复合材料 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线增韧莫来石涂层试样。

[0034] (5) 将自制玻璃粉(硅酸盐玻璃粉)分散于蒸馏水中,超声震荡后进行搅拌,直至玻璃粉分散均匀,得到总浓度为20-30g/L的悬浮液;

[0035] (6) 将(4)所得的 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线增韧莫来石涂层试样置于电磁感应加热仪的加热线圈内,然后利用水泵使悬浮液循环流动;

[0036] (7) 悬浮液开始循环流动后打开电磁感应加热仪并利用加热线圈对试样进行电磁感应加热,电磁感应加热过程中利用循环流动的悬浮液对试样进行持续冲刷,电磁感应加热的条件为:加热时间控制在30-60min,并且电流强度控制在350-500A;电磁感应加热结束后使悬浮液停止冲刷试样,待试样自然冷却到室温后对试样进行干燥。得到 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线增韧莫来石/硅酸盐玻璃复合抗氧化涂层。

[0037] (8) 将(7)所得的 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线增韧莫来石/硅酸盐玻璃复合抗氧化涂层试样在高温气氛炉中在氩气保护下于1400℃处理2h,升温速率10℃/min,之后随炉冷却,即得 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线增韧莫来石/硅酸盐玻璃复合抗氧化涂层。

[0038] 下面结合实施例对本发明做进一步详细描述:

[0039] 实施例1

[0040] (1) 首先将莫来石粉体与 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线组成的混合粉料分散于丁醇中配制成混合粉料浓度为25g/L的悬浮液A1,混合粉料中 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线的质量分数为10%,莫来石粉体的质量分数为90%,将悬浮液A1超声震荡50min,然后在磁力搅拌器上搅拌18h,得悬浮液A2;

[0041] (2) 向悬浮液A2中加入碘单质得混合物,混合物中碘单质的浓度为1g/L,将混合物在磁力搅拌器上搅拌2h,搅拌中同时加热,加热温度控制在60℃,得悬浮液B;

[0042] (3) 将悬浮液B倒入水热釜内,然后将带有SiC涂层的C/C复合材料试样夹在水热釜内的阴极夹上,阳极为石墨,然后将水热釜密封后放入烘箱中。然后将水热釜的阴阳两极与脉冲电镀电源连接并进行脉冲电弧放电沉积。沉积过程中,控制烘箱温度为110℃,脉冲电压600V,脉冲占空比为70%,脉冲频率3000Hz,沉积时间10min。待沉积结束后关闭装置电源;

[0043] (4) 打开上述装置,取出试样,然后经干燥即得碳/碳复合材料 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线增韧莫来石涂层试样。

[0044] (5) 将自制玻璃粉分散于蒸馏水中,超声震荡后进行搅拌,直至玻璃粉分散均匀,得到总浓度为30g/L的悬浮液

[0045] (6) 将(4)所得的 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线增韧莫来石涂层试样置于电磁感应加热仪的加热线圈内,然后利用水泵使悬浮液循环流动;

[0046] (7) 悬浮液开始循环流动后打开电磁感应加热仪并利用加热线圈对试样进行电磁感应加热,电磁感应加热过程中利用循环流动的悬浮液对试样进行持续冲刷,电磁感应加热的条件为:加热时间控制在30min,并且电流强度控制在500A;电磁感应加热结束后使悬浮液停止冲刷试样,待试样自然冷却到室温后对试样进行干燥。得到 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线增韧莫来石/硅酸盐玻璃复合抗氧化涂层。

[0047] (8) 将(7)所得的 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线增韧莫来石/硅酸盐玻璃复合抗氧化涂层试样在高温气氛炉中在氩气保护下于1400℃处理2h,升温速率10℃/min,之后随炉冷却,即得 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线增韧莫来石/硅酸盐玻璃复合抗氧化涂层。

[0048] 实施例2

[0049] (1) 首先将莫来石粉体与 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线组成的混合粉料分散于丁醇中配制成混合粉料浓度为20g/L的悬浮液A1,混合粉料中 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线的质量分数为15%,莫来石粉体的质量分数为85%,将悬浮液A1超声震荡30min,然后在磁力搅拌器上搅拌12h,得悬浮液A2;

[0050] (2) 向悬浮液A2中加入碘单质得混合物,混合物中碘单质的浓度为2g/L,将混合物在磁力搅拌器上搅拌3h,搅拌中同时加热,加热温度控制在70℃,得悬浮液B;

[0051] (3) 将悬浮液B倒入水热釜内,然后将带有SiC涂层的C/C复合材料试样夹在水热釜内的阴极夹上,阳极为石墨,然后将水热釜密封后放入烘箱中。然后将水热釜的阴阳两极与

脉冲电镀电源连接并进行脉冲电弧放电沉积。沉积过程中,控制烘箱温度为100℃,脉冲电压500V,脉冲占空比为60%,脉冲频率2000Hz,沉积时间20min。待沉积结束后关闭装置电源;

[0052] (4) 打开上述装置,取出试样,然后经干燥即得碳/碳复合材料 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线增韧莫来石涂层试样。

[0053] (5) 将自制玻璃粉分散于蒸馏水中,超声震荡后进行搅拌,直至玻璃粉分散均匀,得到总浓度为25g/L的悬浮液

[0054] (6) 将(4)所得的 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线增韧莫来石涂层试样置于电磁感应加热仪的加热线圈内,然后利用水泵使悬浮液循环流动;

[0055] (7) 悬浮液开始循环流动后打开电磁感应加热仪并利用加热线圈对试样进行电磁感应加热,电磁感应加热过程中利用循环流动的悬浮液对试样进行持续冲刷,电磁感应加热的条件为:加热时间控制在50min,并且电流强度控制在400A;电磁感应加热结束后使悬浮液停止冲刷试样,待试样自然冷却到室温后对试样进行干燥。得到 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线增韧莫来石/硅酸盐玻璃复合抗氧化涂层。

[0056] (8) 将(7)所得的 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线增韧莫来石/硅酸盐玻璃复合抗氧化涂层试样在高温气氛炉中在氩气保护下于1400℃处理2h,升温速率10℃/min,之后随炉冷却,即得 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线增韧莫来石/硅酸盐玻璃复合抗氧化涂层。

[0057] 实施例3

[0058] (1) 首先将莫来石粉体与 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线组成的混合粉料分散于丁醇中配制成混合粉料浓度为30g/L的悬浮液A1,混合粉料中 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线的质量分数为20%,莫来石粉体的质量分数为80%,将悬浮液A1超声震荡60min,然后在磁力搅拌器上搅拌24h,得悬浮液A2;

[0059] (2) 向悬浮液A2中加入碘单质得混合物,混合物中碘单质的浓度为3g/L,将混合物在磁力搅拌器上搅拌4h,搅拌中同时加热,加热温度控制在80℃,得悬浮液B;

[0060] (3) 将悬浮液B倒入水热釜内,然后将带有SiC涂层的C/C复合材料试样夹在水热釜内的阴极夹上,阳极为石墨,然后将水热釜密封后放入烘箱中。然后将水热釜的阴阳两极与脉冲电镀电源连接并进行脉冲电弧放电沉积。沉积过程中,控制烘箱温度为120℃,脉冲电压400V,脉冲占空比为50%,脉冲频率1000Hz,沉积时间10min。待沉积结束后关闭装置电源;

[0061] (4) 打开上述装置,取出试样,然后经干燥即得碳/碳复合材料 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线增韧莫来石涂层试样。

[0062] (5) 将自制玻璃粉分散于蒸馏水中,超声震荡后进行搅拌,直至玻璃粉分散均匀,得到总浓度为20g/L的悬浮液

[0063] (6) 将(4)所得的 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线增韧莫来石涂层试样置于电磁感应加热仪的加热线圈内,然后利用水泵使悬浮液循环流动;

[0064] (7) 悬浮液开始循环流动后打开电磁感应加热仪并利用加热线圈对试样进行电磁感应加热,电磁感应加热过程中利用循环流动的悬浮液对试样进行持续冲刷,电磁感应加热的条件为:加热时间控制在60min,并且电流强度控制在350A;电磁感应加热结束后使悬浮液停止冲刷试样,待试样自然冷却到室温后对试样进行干燥。得到 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线增韧

莫来石/硅酸盐玻璃复合抗氧化涂层。

[0065] (8) 将(7)所得的 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线增韧莫来石/硅酸盐玻璃复合抗氧化涂层试样在高温气氛炉中在氩气保护下于1400℃处理2h,升温速率10℃/min,之后随炉冷却,即得 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线增韧莫来石/硅酸盐玻璃复合抗氧化涂层。

[0066] 从图1的(a)中可看出莫来石粉体的粒径在0.5-1 μ m之间。从图1的(b)中可看出 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线形貌均一,长径比在10-100左右。从图2的(a)中可看出多孔的内涂层主要由 β - $Y_2Si_2O_7$ 和mullite两种晶相组成。从图2的(b)中可看出,硅酸盐玻璃外涂层主晶相为 SiO_2 ,玻璃层能很好地阻挡氧气的渗入,这对涂层的抗氧化性能的提高是有利的。从图3的(a)可以看出 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线增韧莫来石涂层表面存在许多微孔。而当制备了硅酸盐玻璃层后,涂层表面变得非常致密,如图3的(b)所示。从图4的(a)可看出 β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线增韧莫来石涂层厚度较为均匀,与基体结合紧密,厚度约为100 μ m。图4的(b)可看出, β - $Y_2Si_2O_7$ 纳米线增韧莫来石涂层与硅酸盐玻璃外涂层之间结合紧密,没有明显的界限,而且硅酸盐玻璃外涂层非常致密,均匀。

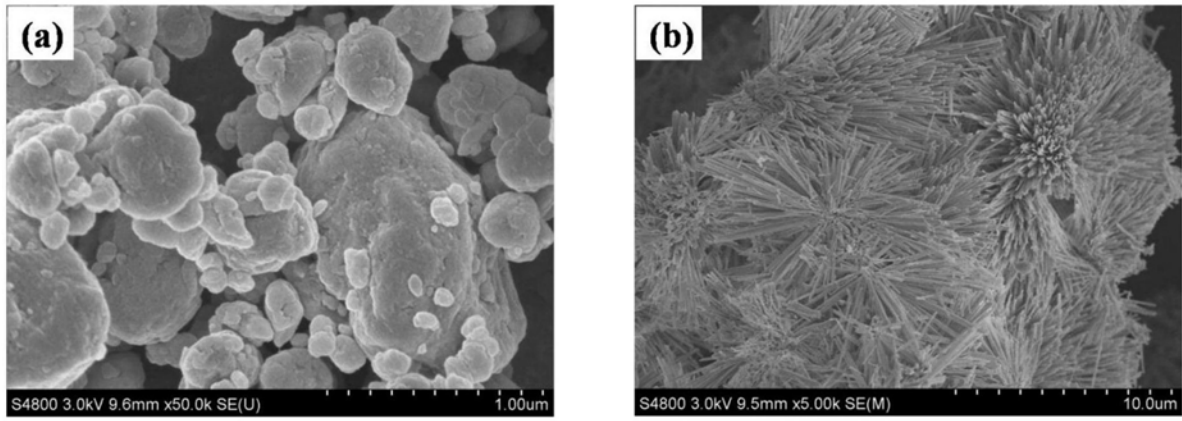


图1

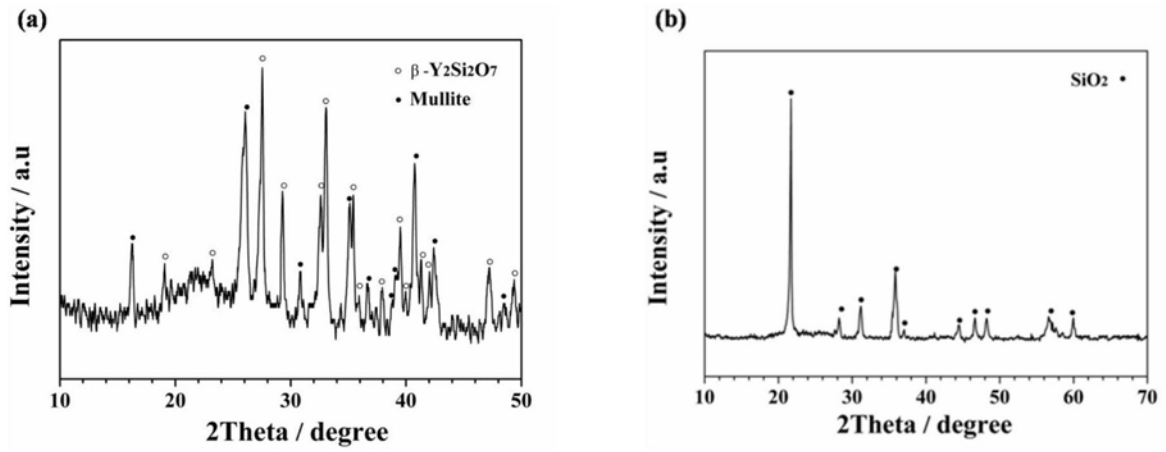


图2

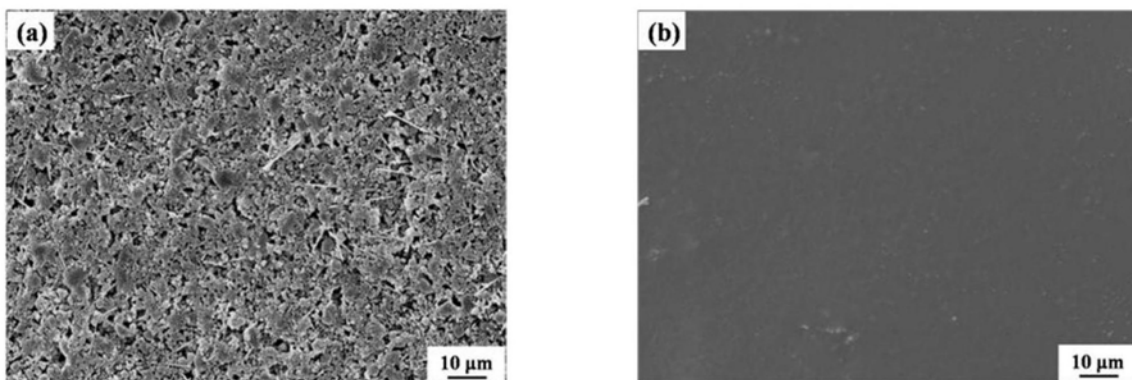


图3

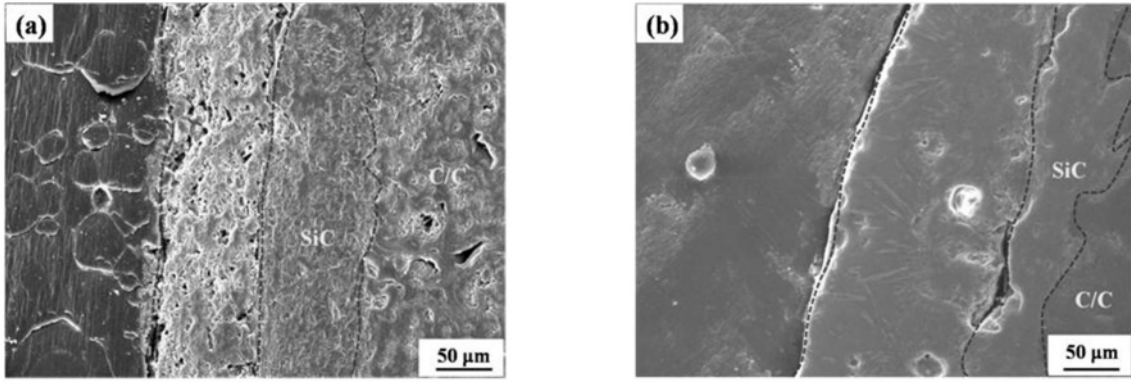


图4