

Symposium C09

Advanced Ceramics Materials

先进陶瓷材料

2017年7月8-12日

分会主席:

吴澜尔	北方民族大学
黄政仁	中国科学院上海硅酸盐研究所
李江涛	中国科学院理化技术研究所
李焱	哈尔滨工业大学
肖汉宁	湖南大学
付前刚	西北工业大学
周长灵	山东工陶院
张国军	北方民族大学

联系人:

吴澜尔	北京科技大学
-----	--------

电话: 13709504080
邮箱: lanerwu@126.com

C09. 先进陶瓷材料分会场

分会主席：吴澜尔、肖汉宁、李江涛、王燕民、张国军

C09-01 (Invited)

Near Infrared Radiation Ceramics for Energy-saving Applications in High Temperature Industries

Jiangtao Li

Technical Institute of Physics and Chemistry, Chinese Academy of Sciences

Nowadays, it is a great challenge to reduce energy consumption and exhaust emission for human activities, in particular, high temperature industries. Among many efforts made to realize energy savings for high temperature furnaces and kilns, the use of high emissivity ceramics is considered to be an effective route to increase their thermal efficiency by enhancing radiation-heat transfer. Most materials with high refractoriness have weak infrared absorption and radiation properties, however, their emissivity in near infrared regions (NIR, 1~5 μm) could be effectively increased by ion doping. This is attributed to three main mechanisms: 1) formation of impurity energy level; 2) increase of free carrier absorption; 3) distortion of the crystal lattice. In this paper, the R&D of various material systems with high emissivity including non-oxides and oxide based ceramics were reviewed. It is also suggested that the establishment of evaluation models or instruments for measuring the amount of energy savings is needed for the design and application of high emissivity NIR-ceramics in various high-temperature environment. Furthermore, more efforts should be made on the durability of high emissivity NIR-ceramics at elevated service temperatures.

C09-02(Invited)

先进碳化硅陶瓷材料的研究与应用

黄政仁

中国科学院上海硅酸盐研究所

碳化硅陶瓷材料具有优良的力、热、电性能与抗辐照性能，是未来具有主要发展与应用前景的高性能结构陶瓷材料。本报告重点介绍了在常压烧结碳化硅陶瓷材料热导率、电阻率控制调控，发现晶界是影响常压固相烧结碳化硅陶瓷导热性能与电阻率的最主要影响因素，中子辐照实验结果证实，碳化硅陶瓷的中子辐照损伤主要发生在材料浅表面，从而使得碳化硅陶瓷具有优秀的抗中子辐照性能。报告还展示了高性能常压固相烧结碳化硅陶瓷作为高性能热交换材料和光学部件材料的应用前景。

关键词：碳化硅；热导率；电阻率；中子辐照；热交换部件

C09-03(Invited)

Tunable Electric and Thermal Transportation behaviors in Oxides-based Ceramics by Grain and Grain Boundary Engineering

Yuanhua Lin

清华大学

Grain and grain boundary design and control is a promising approach to manipulate the polycrystalline ceramics properties (e.g, electric, thermal conductivity, optical, dielectric properties, etc). Grain boundary transport is usually determined by the electric properties of the interface such as interface charge and depletion width associated with magnetic disorder, strain and order parameter mismatch. Here we present the temperature dependence of impedance spectroscopy and varistor properties of TiO_2 -rich $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ ceramics, and show that the high permittivity and nonlinear electrical behavior in the CCTO-based ceramics are associated with an IBLC

and expected from Schottky barrier behavior. Additionally, nanostructured In_2O_3 -based ceramics have been fabricated by co-precipitation and Spar plasma sintering methods. The nanostructured samples exhibit low thermal conductivity while retaining high power factor. The low thermal conductivity is supposed to be due to the increased phonon scattering by grain boundaries. A high ZT value of ~ 0.6 has been achieved for 50 nm grained sample, which is twice that that of micrometer sample. Therefore, the manipulation of polycrystalline properties by altering the grain and grain boundary character distribution is a promising approach to improve the bulk ceramic properties of materials.

C09-04

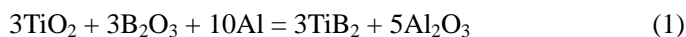
Synthesis of Al_2O_3 - TiB_2 nanocomposite powder via molten-salt-assisted reaction between Al, B_2O_3 and TiO_2

Ke Bao, Jacob Black, Yanqiu Zhu, Shaowei Zhang

College of Engineering, Mathematics and Physical Sciences, University of Exeter, Exeter EX4 4QF, UK

Objective: Al_2O_3 - TiB_2 composites are useful for a wide range of applications, such as cutting tools, wear parts, lightweight armors, electrodes, and heat exchangers. Unfortunately, the methods for preparing Al_2O_3 - TiB_2 composite powders suffer from various disadvantages, such as use of expensive raw materials, long processing time, heavy agglomeration and contamination in final product, and high production cost. In the present work, high quality Al_2O_3 - TiB_2 nanocomposite powder was synthesized via aluminothermic reduction of TiO_2 and B_2O_3 in molten salt.

Methods: TiO_2 ($\geq 99\%$, ~ 300 nm), B_2O_3 (99.98%), and Al ($\geq 99.7\%$, ~ 44 μm) powders from Sigma-Aldrich (Gillingham, UK) were used as the starting materials, and NaCl ($>99\%$) used to form a molten salt medium. TiO_2 was mixed with B_2O_3 and Al in stoichiometric [corresponding to Reaction (1)] or nonstoichiometric ratios [with 10-20 wt% excessive B_2O_3 and 10-30 wt% excessive Al] in a mortar and pestle and further combined with NaCl in the weight ratio of 1/5.



The resultant powder mixture was contained in an alumina crucible covered with a lid and heated in an argon-protected alumina tube furnace at $3^\circ\text{C}/\text{min}$ to a target temperature between 850 and 1150°C and held for 4-5 h before furnace-cooling to room temperature. The reacted sample was repeatedly rinsed with hot distilled water and filtered. The final product powder was then oven-dried overnight at 80°C prior to further characterization.

Results: Phase-pure Al_2O_3 - TiB_2 composite powders were prepared in NaCl after 5 h heating at 1050°C using respectively 30 and 30 wt% excessive Al and B_2O_3 , or 4 h heating at 1150°C using respectively 30 and 20 wt% excessive Al and B_2O_3 . The composite powder obtained from 5 h at 1050°C showed intimately mixed submicron sized Al_2O_3 particles (0.3-0.6 μm) and spheroidal TiB_2 nanoparticles (30-60 nm), whereas after 4 h at 1150°C , the two phases were larger with the Al_2O_3 adopting a blocky, angular morphology (1-2 μm), whereas the TiB_2 remained spheroidal with 100-200 nm in size.

Conclusions: The MSS technique was used to synthesize homogeneous and pure Al_2O_3 - TiB_2 nanocomposite powders. Upon using appropriately excessive amounts of Al and B_2O_3 to compensate for their evaporation losses at reaction temperatures, phase-pure Al_2O_3 - TiB_2 composite powders were synthesized after 4 h of heating at 1150°C or 5 h at 1050°C in NaCl.

C09-05

溶胶-凝胶辅助刷涂法制备二硼化锆基陶瓷涂层的形貌及性能研究

张响, 刘如铁, 熊翔, 朱银宇, 栾怀壮

中南大学粉末冶金国家重点实验室

为了探索二硼化锆基陶瓷涂层在石墨和 C/C 复合材料表面的烧结机理以及致密化行为,采用溶胶-凝胶辅助的刷涂-烧结法,在石墨材料表面制备了 ZrB_2 基陶瓷复合涂层。通过选用不同的溶胶凝胶前驱体作为粘结剂和助烧剂,研究其对提升涂层与基体结合力的效果。运用扫描电镜、能谱、X 射线衍射等手段对陶瓷涂层的显微结构、成分组成进行了表征,并利用三点弯曲探讨涂层与基体之间的结合以及断裂行为。结果表明:在使用 PVB 胶作为粘结剂制备的陶瓷涂层,经过高温烧结后均碎裂、剥落,而使用乙醇基溶胶-凝胶体系制备的前驱体,不仅易于刷涂,而且经过高温烧结后,可以与石墨基体牢固结合。通过调整溶胶中硼、锆、碳的比例,在 1600°C 可以获得陶瓷成分梯度分布且力学性能良好的复合材料。本研究不仅证明了溶胶-凝胶法可以在陶瓷涂层制备过程中起到机械粘结作用,而且在烧结过程中,可以有效促进陶瓷致密化。

关键词: 溶胶-凝胶法; 刷涂法; 二硼化锆; 陶瓷涂层

C09-06

熔盐法低温合成过渡金属硼化物粉体

刘泽潭¹, 魏雅男¹, 孙慧峰¹, 曹维肖¹, 周林¹, 冉松林^{1,2}

1. 安徽工业大学材料科学与工程学院, 马鞍山, 243002
2. 安徽工业大学冶金减排与资源综合利用教育部重点实验室, 马鞍山, 243002

过渡金属二硼化物 (MeB_2) 具有熔点高、硬度高、抗热震性及抗氧化性能优异、电阻率低、热导率高等特点,在高温结构陶瓷材料、热防护材料、电极材料等领域中具有广泛的应用。目前, MeB_2 粉体一般采用碳热或硼热还原法合成,其合成在真空环境中进行,且温度超过 1500°C 。为降低 MeB_2 粉体的合成温度,本文提出在硼热还原过程中引入熔融盐 ($NaCl/KCl$)。研究表明,使用该法在常压氩气保护下,可在 $800-1000^\circ\text{C}$ 低温合成出包括 NbB_2 , CrB_2 , VB_2 , TaB_2 在内的多种 MeB_2 纳米或亚微米级纯相粉体。通过控制原料中 B 的比例,该法还可合成出包括 NbB 、 CrB 、 TaB 、 VB 在内的多种过渡金属一硼化物 (MeB) 纯相粉体,这在文献中少有报道。与传统固相合成法相比,熔盐法为反应提供了一个液相环境,加速了固相反应物质的扩散速率,无需任何反应物过量就可使反应完全发生。合适的熔盐量是合成硼化物纯相粉体的关键,熔盐量过少或过多,都不利于降低合成温度且易形成中间相。

关键词: 熔盐法; 过渡金属硼化物粉体; 低温合成

C09-07

SiC 纳米纤维界面改性碳纤维/氮化硅复合吸波材料研究

罗衡¹, 肖鹏², 邓联文³

1. 中国工程物理研究院 核物理与化学研究所, 绵阳, 621900
2. 中南大学 粉末冶金国家重点实验室, 长沙, 410083
3. 中南大学, 物理与电子学院, 长沙, 410083

以三氯甲基硅烷为原料,采用低压 ($\sim 600\text{Pa}$) 催化化学气相沉积法在碳纤维表面原位生长了碳化硅 (SiC) 纳米纤维,并采用凝胶注模-无压烧结法成功制备了 SiC 纳米纤维界面改性碳纤维/氮化硅 (CFs/Si_3N_4) 复合材料。通过 SEM、XRD 以及电磁散射特性方法研究了 SiC 纳米纤维界面对改性 CFs/Si_3N_4 复合材料界面相特征、介电响应特性及吸波性能的影响规律。结果表明, SiC 纳米纤维界面改性可有效提高碳纤维和氮化硅在高温下 (1700°C) 下化学兼容性,也是调控 CFs/Si_3N_4 复合材料介电响应和吸波性能的有效手段。当 SiC 纳米纤维含量为 8wt% 时,复合材料在 X 波段 ($8.2\sim 12.4\text{GHz}$) 范围内的反射率可达 -14dB ,且优于 -5dB 的吸收带宽占整个 X 波段的 96%。采用 Cole-Cole 分析方法发现,复合材料在 X 波段内的介电常数分布在三个不同圆弧上,分别对应着三种不同的极化弛豫机制,且电子在 SiC 纳米纤维间的跃迁弛豫损耗在复合材料吸收损耗中占主导作用。

关键词: SiC 纳米纤维; 碳纤维; 氮化硅; 介电弛豫; 吸波性能

C09-08(Invited)

变色功能稀土陶瓷色料的合成及其应用

柯善军, 王燕民, 潘志东

华南理工大学

以正硅酸乙酯和氧化钨为原料, 采用溶胶-凝胶法制备了一种焦硅酸钨陶瓷色料粉体。研究了其合成工艺及颜色特性。结果表明: 焦硅酸钨色料在不同光源下具有较好的高温显变色效果, 在自然光条件下呈现紫色, 在日光灯条件下呈现蓝色, 可作为一种具有变色效应的高温陶瓷色料。另外, 通过非等温差热分析法研究了焦硅酸钨在前驱体中结晶的过程以及矿化剂氯化锂对其结晶过程的影响, 探讨了焦硅酸钨结晶机理。同时, 根据此种陶瓷色料的吸收/反射光谱和光源的相对光谱功率, 探索了其变色机理。焦硅酸钨陶瓷色料已应用于陶瓷砖在不同光源下变色的装饰效果。

关键词: 焦硅酸钨; 陶瓷色料; 溶胶-凝胶法

C09-09

Ti₂Al(1-x)Sn_xC (x=0~1) 固溶体的制备及其力学特性和摩擦性能的研究

蔡乐平, 黄振莺, 胡文强, 翟洪祥

北京交通大学

本课题旨在合成制备 Ti₂Al_(1-x)Sn_xC(x=0~1)固溶体系列材料, 探讨 Sn 元素的固溶对材料的力学特性以及摩擦性能的影响。

实验以 Ti、Al、Sn、TiC 粉为原料, 采用无压烧结的方法制备了一系列 Ti₂Al_(1-x)Sn_xC(x=0~1)固溶体粉体材料。采用 XRD、SEM 和 EDS 等技术对其粉体的相组成和微观结构进行分析。实验进一步根据无压烧结粉料的工艺参数, 采用原位热压烧结法制备了高纯、高致密的 Ti₂AlC、Ti₂AlSn_{0.2}C 块体, 研究了保温时间对块体材料纯度的影响, 并对块体的微观结构和硬度、弯曲强度等机械性能和摩擦性能进行研究。

本课题成功制备了 Ti₂Al_(1-x)Sn_xC(x=0~1)固溶体系列粉体材料, 并采用热压烧结的方法制得 Ti₂AlC 和 Ti₂AlSn_{0.2}C 块体。实验测得 Ti₂AlC 块体的硬度值为 3.8 ± 0.27 GPa, 弯曲强度值为 430 ± 32 MPa; Ti₂AlSn_{0.2}C 块体硬度值为 2.9 ± 0.26 GPa, 弯曲强度为 410 ± 27 MPa。Ti₂AlC 的摩擦系数为 0.3~0.45, 磨损率为 $(1.64 \sim 2.97) \times 10^{-6} \text{ mm}^3/(\text{N} \cdot \text{m})$; Ti₂AlSn_{0.2}C 的摩擦系数为 0.25~0.35, 磨损率为 $(2.5 \sim 4.31) \times 10^{-6} \text{ mm}^3/(\text{N} \cdot \text{m})$ 。

研究结果表明烧结温度和原料配比对粉体材料纯度有一定影响, 保温(压)时间对块体材料的纯度影响比较大。固溶体材料的晶粒形貌基本呈板状晶, 并且能够观察到 MAX 相陶瓷所特有的层状结构。Sn 元素在固溶体中并没有起到明显的固溶强化作用, 材料的摩擦稳定性随着 Sn 元素的固溶而有所提高。然而 MAX 相 A 位元素固溶对 MAX 材料的增强或弱化机制还需要进一步进行研究。

关键词: Ti₂Al(1-x)Sn_xC; 制备; 微观结构; 力学特性; 摩擦性能

C09-10

SiC 纳米线增强增韧 C/C-SiC-ZrB₂ 复合材料

刘跃, 付前刚, 王贝贝

西北工业大学

为了提高 C/C-SiC-ZrB₂ 复合材料的断裂韧性和强度, 在其制备过程中引入原位生长的 SiC 纳米线, 从而得到 SiC 纳米线(SiCNW)增强的 C/C-SiC-ZrB₂ 复合材料。

其制备过程为: 首先采用等压沉积炉制备多孔的 C/C 复合材料, 将多孔的 C/C 复合材料浸入二氧化硅溶胶-凝胶溶液 10-12 h, 取出后放入烘箱中烘干; 然后把试样放入 1600°C 热处理炉中进行热处理, 可得到在多孔 C/C 复合材料内部及表面均匀生长的 SiCNW; 最后, 将 SiCNW-C/C 复合材料放入一定比例的 ZrSi₂、B₄C、Si 混合粉中, 通过 2000-2200°C 高温热处理, 在毛细管力的作用下高温熔体进入多孔 C/C 复合材料内部, 发生原位反应从而得到致密的 SiCNW-C/C-SiC-ZrB₂ 复合材料。

在 C/C-SiC-ZrB₂ 复合材料内部引入 SiCNW 后, 其弯曲强度和断裂韧性分别约提高了 22% 和 59%, 且其断裂模式从脆性断裂转变为假塑性断裂行为。

C/C-SiC-ZrB₂ 复合材料力学性能的变化主要归结为: 在作用力加载过程中, SiCNW 的形变、桥联、拔出和断裂等机制与碳纤维在微纳米尺度的优化配合, 具有显著的增强增韧效应, 从而提高 C/C-SiC-ZrB₂ 复合材料的力学性能。

关键词: C/C-SiC-ZrB₂ 复合材料; SiC 纳米线; 力学性能

C09-11

C12A7:e-单晶的制备及热电子发射性能研究

赵吉平¹, 张忻¹, 江浩¹, 刘洪亮¹, 肖怡新¹, 张久兴^{1,2}

1. 北京工业大学材料学院, 新型功能材料教育部重点实验室
2. 合肥工业大学材料学院

七铝酸十二钙电子化合物(以下简称为: C12A7:e⁻)是一种可在复杂大气环境和高温下稳定存在的电子化合物, 其低的逸出功(-2.4eV)可以使其广泛应用于冷阴极荧光灯, 场发射显示器以及化学催化等领域。

本文通过区域熔化法成功制备出 C12A7 单晶体, 并通过 Ti 金属在 1100℃ 下还原 24 小时得到了单晶 C12A7:e⁻ 电子化合物。系统研究了单晶 C12A7:e⁻ 电子化合物的物相组成、单晶质量以及电子化合物的电学和热电子发射性能。研究表明, C12A7:e⁻ 电子化合物的物相组成单一, 单晶中不存在亚晶界, 单晶质量良好。C12A7 单晶体通过 Ti 在高温下还原处理后, 其电子浓度增加到 $2.3 \times 10^{19} \text{cm}^{-3}$, 电输运特性得到明显改善。热电子发射性能结果表明, 在外加电压为 500V, 阴极温度为 1000℃ 时, 最大发射电流密度达到 $59.8 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ 。

关键词: 区域熔化; C12A7:e-单晶; 热电子发射

C09-12

复杂形状高性能先进陶瓷的高价反离子直接凝固注模成型

陈安南^{1,2}, 吴甲民^{1,2}, 肖欢^{1,2}, 陈敬炎^{1,2}, 程立金^{1,2}, 史玉升¹, 李晨辉¹

1. 材料成形与模具技术国家重点实验室, 华中科技大学材料科学与工程学院
2. 深圳华中科技大学研究院

高价反离子直接凝固注模成型(DCC-HVCI)工艺是一种新型的近净尺寸陶瓷原位成型技术, 其结合了 DLVO 理论和 Schulze-Hardy 电价规则, 通过高价反离子的可控释放实现陶瓷悬浮体的原位固化。首先, 本文提出采用四甲基氢氧化铵(TMAOH)作为分散剂、碘酸钙为固化剂和二乙酸甘油酯(GDA)为 pH 调节剂实现 SiO₂ 陶瓷悬浮体在 60 °C 下的快速固化(<30 min), 素坯抗压强度为 $0.25 \pm 0.02 \text{ MPa}$, 在 1275 °C 保温 3 h 后烧结件的致密度达 $2.06 \text{ g}/\text{cm}^3$, 抗弯强度达 $40.3 \pm 0.8 \text{ MPa}$, 该方法使 DCC-HVCI 工艺的固化效率提高 50% 以上, 有利于复杂形状、高性能先进陶瓷部件的固化成型; 其次, 本文还提出一种采用 MgO 烧结助剂作为固化剂的 DCC-HVCI 方法, 可使 Al₂O₃ 陶瓷悬浮体在 70 °C 下 10 min 实现原位固化, 素坯抗压强度可达 2.09 MPa , 1650°C 下保温 4 h 所得烧结件收缩率为 16.2%, 理论密度达 99.2%, 该方法无杂质离子引入且固化效率进一步提高, 在制备功能陶瓷部件方面具有明显优势。最后根据 DCC-HVCI 工艺目前的发展现状提出了今后研究的重点方向。

关键词: 复杂形状; 高性能; 先进陶瓷; 直接凝固注模成型; 高价反离子

C09-13(Invited)

多孔陶瓷膜及其在液固和气固分离中的应用

肖汉宁, 熊敏, 郭文明, 刘井雄

本文综述了多孔陶瓷膜的结构与性能特点、分类及制备工艺，介绍了陶瓷膜在液固和气固分离中的应用，包括工业生产过程的浓缩与分离；工业废水、市政污水水处理；饮用水处理；常温除尘与高温烟气处理等；分析了国内外多孔陶瓷膜的相关研究进展和发展动态，指出了我国陶瓷膜研究及应用技术与国外先进水平的差距，展望了我国多孔陶瓷膜市场的发展前景。

关键词：多孔陶瓷膜；性能特点；液固分离；气固分离；现状与前景

C09-14(Invited)

碳/碳复合材料预氧化及 SiC 纳米线改性硅基陶瓷涂层研究

付前刚，景君怡

西北工业大学 710072

陶瓷涂层技术是解决碳/碳（C/C）复合材料高温易氧化的最有效途径。但由于陶瓷涂层材料与 C/C 复合材料基体存在热膨胀系数不匹配，在低温交变环境中涂层易开裂和脱落，严重影响涂层的防护效果。

为此，作者提出预氧化处理与原位生长 SiC 纳米线协同作用思路，成功在陶瓷涂层与 C/C 复合材料界面处构造出钉扎缓冲层。本报告重点介绍钉扎缓冲界面层对传统陶瓷涂层与基体界面结合状态，以及涂层抗氧化抗热震性能的影响。

利用多孔层中原位生长 SiC 纳米线在界面处发挥的钉扎效应，以及纳米线拔出、桥连与诱导裂纹转向的增韧机制，将化学气相沉积 SiC 涂层与 C/C 复合材料界面结合强度提高两倍，室温至 1500 °C 之间热循环 15 次后，涂层试样的氧化失重率降低了 67%。将该思路应用于包埋法制备的 SiC-MoSi₂-ZrB₂ 涂层，解决了 SiC-MoSi₂-ZrB₂ 涂层和 C/C 基体之间热膨胀不匹配难题，缓解了涂层热应力开裂，SiC-MoSi₂-ZrB₂ 涂层的抗氧化性能显著提升，在 1500 °C 空气中氧化 124 h 后的氧化失重率仅为 0.5%。

预氧化处理构造多孔层与原位生长 SiC 纳米线协同增韧机制，为实现各类陶瓷涂层与 C/C 复合材料界面相容性提供了新思路。

关键词：碳/碳复合材料；陶瓷涂层；抗氧化

C09-15

镧掺杂对透明电光陶瓷 PLZT 介电、铁电及电光性能的影响

曾霞，何夕云，仇萍荪，程文秀

中国科学院透明光功能无机材料重点实验室，中国科学院上海硅酸盐研究所

目的：以锆钛酸铅镧（PLZT）为代表的透明电光陶瓷是一类特殊的功能材料，它不仅在可见光和近红外波长范围内具有优异的光学透过性，而且随材料组成调控可呈现多种电光效应（包括电控双折射效应、电控光散射效应等），是现代高速光衰减器、光隔离器、光开关等高品质电光调制器的核心功能材料之一。本研究工作的目的是通过组分的优化，基于电控双折射效应，筛选可适应于不同设计要求的光调制器用 PLZT 材料，为未来多样化电光调制器的应用设计提供基础研究储备。

方法：研究选择 $(\text{Pb}_{1-x}\text{La}_x)(\text{Zr}_{0.65}\text{Ti}_{0.35})_{1-x/4}\text{O}_3$ （其中 $x=0.094-0.1$ ）为研究组分，采用通氧热压烧结技术制备了高透过率的镧掺杂系列 PLZT 电光陶瓷。系统研究了镧含量变化对 PLZT 相结构、形貌、介电、铁电、透过率、电光性能的影响。

结果：随着镧含量的增加，PLZT 的居里温度降低， ϵ_{\max} 减小；剩余极化 P_r 降低， E_c 减小；透过率均大于 67%（达到理论透过率的 97%）；随着 La 含量增加，半波电压增大，电光系数减小。为了检验电光陶瓷应用时的环境温度影响，本研究还考察了 PLZT 铁电性能的温度稳定性，发现随着温度升高，铁电相向顺电相转变，极化与滞后减小。

结论：上述研究表明，与 PLZT（10/65/35）相比，略低的镧掺杂电光材料 PLZT（9.6/65/35）具有更高的电光系数和更高的居里温度，可以适用于温度较高的应用场合。

关键词：透明电光陶瓷；镧掺杂；铁电性能；电光性能；温度稳定性

C09-16

碳纤维单丝可控排布增强 HA 复合材料的研究

赵雪妮, 张黎, 王旭东, 王婉英, 张靖, 杨建军, 何富珍, 王瑶, 刘庆瑶, 张伟刚, 孙秀丽
陕西科技大学

本文采用碳纤维 (CF) 作为增强材料改善羟基磷灰石 (HA) 生物陶瓷脆性大、强度低的缺点, 研究 CF 单丝性能及其可控排布对复合材料力学性能的影响。

本文根据单丝拉伸强度测试标准分别对 CF、混合酸处理 CF (TCF) 以及 N₂ 下 850℃氧化处理 CF (CF-850)、TCF (TCF-850)、埋于 HA 粉末中 CF-850 (HCF-850) 和 TCF-850 (HTCF-850) 的单丝拉伸强度进行测试, 同时采用 Weibull 分布对拉伸强度进行分析。通过自制装置在 HA 基体中进行 CF 单丝的可控排布, 利用热压法在 1000℃下制备 CF 增强 HA 复合材料。通过 SEM 观察 CF 表面形态和复合材料中纤维的分布和断面形貌; 利用 XRD 分析复合材料物相成分; 使用万能试验机和压痕法分别对复合材料的弯曲强度和断裂韧性进行测试。

实验发现 CF、TCF、CF-850、TCF-850 和 HCF-850 的单丝平均拉伸强度分别为 3.36GPa、3.65GPa、3.38GPa、2.24GPa 和 2.41GPa, Weibull 形状参数分别为 4.51、4.96、4.90、5.01 和 4.60, 而 HTCF-850 由于 HA 的脱羟分解导致其被严重氧化损伤以致无法具体测出拉伸强度。值得注意的是, TCF-850 与 TCF 相比平均拉伸强度下降了 38.60%, 这是由于室温下 TCF 的表面缺陷在高温下被进一步放大恶化所导致。经热压烧结后, 复合材料中 CF 在 HA 基体中保持正交排布。随着 CF 层数的增加, 复合材料的弯曲强度和断裂韧性先增加后减少, 当 CF 层数为三层时达到了最大值分别为 16.57MPa 和 1.43MPa·m^{1/2}。采用 TCF 增强 HA 时, 复合材料弯曲强度和断裂韧性仅分别为 11.00MPa 和 1.14MPa·m^{1/2}。

高温氧化处理后的 TCF 拉伸强度明显降低, 而 CF 仍保持着良好的力学性能。CF/HA 复合材料具有较高的弯曲强度和断裂韧性, 可控正交排布 CF 的强韧效果显著。

关键词: 碳纤维, 羟基磷灰石, 可控排布, Weibull 分布

C09-17(Invited)

超高温材料的高温一步反应合成

黄振坤
北方民族大学

通过热力学计算, 设计高温化学反应方程, 研究探索从普通化合物直接一步合成制备超高温复合材料的可能性。同时从测定超高温陶瓷系统的高温相平衡(相图), 为其进一步设计和调整配方提供依据。

C09-18(Invited)

硼化锆基超高温陶瓷的高温强度及其提升机理

张国军
东华大学, 功能材料研究所, 纤维材料改性国家重点实验室

超高温陶瓷作为重要的耐热结构材料, 在航空航天领域具有潜在应用前景。赋予超高温陶瓷优良的高温力学性能是充分发挥其优良的耐高温氧化和抗烧蚀性能的重要保证。近十余年来, 我们从原料合成、组分设计、烧结助剂选择、烧结工艺设计等方面对硼化锆和硼化钪超高温陶瓷的高温力学性能进行了研究, 获得了到 1600℃高温弯曲强度不降反升的超高温陶瓷, 随后的研究表明这种趋势可以维持到 1800℃以上。对原料杂质特别是氧含量的影响、烧结过程中的除氧机理、烧结助剂的固溶与微区分布等进行了深入研究, 结合高温晶界热腐蚀、残余应力、蠕变等分析, 探讨了超高温陶瓷高温强度的提升机理。

关键词: 超高温陶瓷; 高温强度

C09-19

近球形 AlN 粉体的燃烧合成制备及机理研究

史忠旗, 李康

西安交通大学, 材料科学与工程学院, 金属材料强度国家重点实验室, 西安 710049

目的:

球形 AlN 粉体因具有良好的流动性非常适合作为电子封装材料的填料使用, 但其常规制备方法成本较高。燃烧合成法是一种高效低成本的制备 AlN 粉体的方法。但由于该方法反应速度快、反应过程难以控制, 很容易造成产物形貌不均一。

方法:

本研究采用燃烧合成法制备近球形 AlN 粉体。通过调控燃烧工艺参数, 包括 N₂ 压力、NH₄Cl 添加剂的含量以及原料中 Al 粉的粒径等, 以实现球形 AlN 粉体的形貌可控制备。

结果:

研究表明, 选用粒径为微米级球形 Al 粉为铝源、与 Al 粉粒度相近的 AlN 粉为稀释剂 (摩尔比 Al:AlN=4:6), 0.5wt.% 的 NH₄Cl 为添加剂, 在 0.2MPa 的低 N₂ 压力下进行燃烧合成时, 可以得到纯度高且形貌均一的近球形的 AlN 粉体。同时, 借助淬熄实验和聚焦离子束方法分析了该近球形 AlN 颗粒的形成机理, 发现其生长机制包括以下两步: (1) 氮化起始于球形 Al 粉表面并逐步向内进行, (2) AlN 晶粒在后燃烧阶段的原位烧结形成近球形 AlN 粉体。

结论:

采用低成本的燃烧合成法成功合成了具有均一形貌的近球形的 AlN 粉体, 并揭示了其生长机制。本研究为高导热电子封装材料用 AlN 填料的制备提供了一条高性价比的途径。

关键词: 燃烧合成; 氮化铝; 微观形貌; 粉体

C09-20

曜变天目与光子晶体之研究

路今铧

淄博七彩陶坊

曜变天目属陶瓷界难题之一, 近三百年来, 世界无数科学家倾注毕生精力进行探索, 都未获得成功, 虽有建盏专利问世, 其效果与曜变天目相去甚远, 根本没得到业界认可, 以致于陶瓷界把该项技术誉为“神技”。2014年5月《自然》杂志发表了由瑞士、中国、美国、法国等国的多位科学家发表的论文《Learning from the past: Rare Fe₂O₃ in the ancient black-glazed jian (Tenmoku) wares》由此可见该技术的难度以及该课题在科技界的地位。

我们就是在这样的技术背景下开始研发的, 旨在用现代科技打开窑变奥秘之门。在研究中我们发现, 曜变天目其呈色机理为结构色, 而不是漫散射的化学色, 其结构色是由一些特殊的陶瓷晶体构成, 并且要求所有的晶体是有序排列, 它才能在不同光线, 不同角度的照射下呈现斑斓的色彩。我们把曜变天目与光子晶体研究结合起来, 通过在陶瓷坯体表面自组装一层有纳米、亚微米三氧化二铁、氧化硅小球有序规则排列形成的三维有序结构, 使瓷器表面具有在不同光线、不同角度照射下产生不同斑斓色彩的能力, 其创新主要有两方面: 一是利用光子晶体先进技术生产世界顶级陶瓷艺术品曜变天目; 二是创造出一个崭新的功能陶瓷新材料。

光子晶体已有二十余年发展历史, 但把光子晶体技术应用到陶瓷领域尚未见报导, 因此光子晶体陶瓷仍是一个崭新的课题, 随着研究的深入, 光子晶体陶瓷的必将给传统陶瓷行业注入新的活力。

关键词: 曜变天目; 光子晶体; 高端陶瓷艺术品; 功能陶瓷新材料

C09-21

高孔隙率、高强度碳化硅柴油尾气过滤器的制备

保玉芝, 李虎, 姜伟, 彭程

宁夏机械研究院股份有限公司

采用不同粒径碳化硅粉料作骨料和不同造孔剂制备碳化硅柴油尾气过滤器。

利用压汞法和 SEM 对不同配比下的孔隙率及其微观结构进行了研究。

试验结果发现孔隙率随着碳化硅主料级配的增大及造孔剂量的增加而增大, 而其力学性能随着孔隙率的增大而迅速下降。当碳化硅颗粒粒径比从 20 减小至 10 以下时其孔隙率由 61.1% 降低至 36.8%, 其抗压强度 (垂直孔方向) 由 2.6MPa 增加到 12.7MPa。当碳化硅颗粒粒径比为 10 时, 向骨料中加入不同比例造孔剂, 基体孔隙率由 36.8% 增加到 51.6%, 强度降低至 10.6MPa。

经 DPF 台架检测 650°C 三次热循环无裂纹, 无泄漏通道; 最大压降值 7.1kPa, 低于前后压降不得超过 8.5 kPa 的标准要求; 最低过滤效率为 88.2%, 高于 DPF 过滤效率不低于 85% 的标准要求。

关键词: 碳化硅柴油尾气过滤器; 高孔隙率; 抗压强度; 造孔剂

C09-22(Invited)

光热调控材料的性能研究及应用

李垚, 豆书亮

哈尔滨工业大学

不论是在外太空进行深空探测, 还是在地球上从事生产活动, 主要的光源和热源都来自太阳。光热调控材料能够使提高太阳能的利用效率, 通过合理的调控光与热, 能够减轻深空探测的能量载荷, 减少化石能源使用, 降低环境污染。本报告从材料的光学特性出发, 着重介绍微纳米结构对光谱的调制特性, 然后讨论变色材料在光、热、电作用下使材料的光谱特性根据实际的工作状态而改变, 进而设计仿生微纳米结构, 通过精细的光谱特性调制, 实现光热调控在深空探测和建筑节能的应用。

关键词: 光热调控; 微纳结构; 仿生; 变色材料

C09-23(Invited)

超高温陶瓷及其复合材料研究进展

周长灵

山东工业陶瓷研究设计院有限公司

本文结合应用需求介绍了超高温陶瓷及其复合材料的国内外研究进展及发展趋势。介绍了添加碳、BN 短纤维以及石墨烯等组分对 ZrB_2-SiC 超高温陶瓷微观结构及其性能的影响规律, 探索了 ZrB_2 基超高温陶瓷的抗烧蚀机理。介绍了 $C_f/SiC-ZrB_2$ 复合材料制备工艺, 介绍了 CVI 工艺组合 PIP 工艺的工艺参数、材料组分等对复合材料微观结构及其性能的影响规律, 研究了 $C_f/SiC-ZrB_2$ 复合材料的抗烧蚀性能, 并初步探索了 $C_f/SiC-ZrB_2$ 复合材料的抗烧蚀机理。

关键词: ZrB_2 基超高温陶瓷; $C_f/SiC-ZrB_2$ 复合材料; 研究进展; 抗烧蚀机理

C09-24(Invited)

MEMS 型金属氧化物气体传感器

乔冠军

江苏大学

C09-25

退火对 PLZT (8/68/32) 电控光散射陶瓷性能的影响

宋飞飞¹, 何夕云¹, 孙大志²

1. 中国科学院上海硅酸盐研究所
2. 上海师范大学

目的：锆钛酸铅镧（PLZT）电控光散射陶瓷光学透过率高，响应速度快，被广泛应用于激光调制技术领域。但 PLZT 内部存在较大内应力，在外电场作用下易发生相变，影响材料性能。本文拟通过退火降低材料的内应力，并系统研究讨论退火对 PLZT 电控光散射陶瓷的影响。

方法：本文通过通氧热压烧结工艺制备了 PLZT（8/68/32）电控光散射陶瓷，样品经 600 °C 退火后，表征其结构、铁电性能、介电性能及光散射行为的变化。

结果：XRD 表明所有样品均为纯钙钛矿立方相结构，样品光学透过率（ $\lambda=632.8\text{nm}$ ）由 58.71% 明显提高至 62.2%，光衰减深度（ $R_c=T_0/T_E: 1$ ）由 545:1 提高至 699:1（样品厚度为 2mm，测试距离为 20cm），光散射行为明显改善，介电常数升高（1kHz(居里温度)下，退火前 ϵ_r 为 7715，退火后 ϵ_r 为 7894），退火对铁电性能无明显影响。

结论：材料经退火后，各项性能改善，表明退火可以在一定程度上降低材料内应力。

关键词：PLZT（8/68/32）；退火；内应力；电控光散射

C09-26

碳化硅-锆铝酸盐复相陶瓷性能研究

潘文高，吴澜尔，江涌，黄振坤

北方民族大学

以 Al_2O_3 和 Pr_2O_3 作为 SiC 陶瓷的烧结助剂，按照 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Pr}_2\text{O}_3$ 系统中两个二元化合物 PrAlO_3 (PrAP 相，1/1 组) 和 $\text{PrAl}_{11}\text{O}_{18}$ (β (Pr) 相，1/B 组) 的组分配比设计样品配方，采用无压或热压烧结的方法分别制备了具有不同第二相含量的 SiC- PrAlO_3 和 SiC- $\text{PrAl}_{11}\text{O}_{18}$ 复相陶瓷，并对这些复相陶瓷的性能进行了研究。实验结果表明： Al_2O_3 含量较高的 1/B 组样品，无压烧结时，其烧失率和线收缩率都明显较高，相对密度最高达到 91.5%。热压烧结时，1/1 组和 1/B 组样品相对密度均可达到 95%。助剂含量 10wt% 的 1/1 组样品硬度最高为 21.1GPa，助剂含量 15wt% 的 1/1 组样品抗弯强度最高为 494.9MPa，助剂含量 10wt% 的 1/B 组样品断裂韧性最好为 $7.4\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 。

关键词：碳化硅；锆铝酸盐；复相陶瓷；性能研究

C09-27

烧结制度对钛酸锶钡陶瓷微结构、介电性和铁电性的影响

何海峰¹，蔡苇^{1,2}，高荣礼^{1,2}，陈刚^{1,2}，邓小玲^{1,2}，符春林^{1,2}

1. 重庆科技学院冶金与材料工程学院
2. 纳微复合材料与器件重庆市重点实验室

钛酸锶钡是一种重要的电子功能陶瓷，其具有较强的介电非线性和优异的铁电性。采用固相法制备 $\text{Ba}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{TiO}_3$ 陶瓷，采用 XRD 和 SEM 对其物相和表面形貌进行表征，利用 LCR 仪和铁电分析仪对其介电性、铁电性进行了测定，系统研究了烧结制度（烧结温度和保温时间）对其微结构、介电性和铁电性的影响。结果表明：不同烧结制度下制备的 $\text{Ba}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{TiO}_3$ 陶瓷为单一立方相，其晶粒尺寸随烧结温度升高和保温时间延长逐渐增大； $\text{Ba}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{TiO}_3$ 陶瓷的居里温度在 $36^\circ\text{C}\sim 39^\circ\text{C}$ 之间，介电峰存在宽化，并伴随频率色散现象，在高于居里温度下其极化强度与电场仍表现为非线性关系，这表明其存在明显的介电弛豫，相变弥散指数随烧结温度升高略有减小，而随保温时间延长略有增加； $\text{Ba}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{TiO}_3$ 陶瓷居里温度随烧结温度升高略有升高，而随保温时间延长逐渐降低；样品的剩余极化强度和矫顽场强随烧结温度升高逐渐增加，但随保温时间延长变化不大。

关键词：钛酸锶钡；微结构；介电性；铁电性

C09-28

Sn⁴⁺掺杂金红石型纳米二氧化钛的制备及在水性油墨中的应用

罗雪婷^{1,2}, 程继贵^{1,2}, 陈闻超^{1,2}, 张本发³, 张修臻³, 夏永红^{1,2}

1. 合肥工业大学材料科学与工程学院
2. 安徽省粉末冶金工程技术研究中心
3. 安徽金星钛白(集团)有限公司

二氧化钛在常温下存在金红石、锐钛矿和板钛矿三种晶型, 其中金红石型二氧化钛具有折射率高, 化学稳定性和热稳定性强等特点, 被广泛应用于涂料、塑料、橡胶、造纸、化纤、油墨、化妆品等领域。纳米二氧化钛的制备方法主要有溶胶凝胶法、微乳液法、水/溶剂热法, 沉淀法、醇盐水解法、高温气相反应法等。一般金红石型 TiO₂ 的制备方法需要经高温煅烧过程, 而水/溶剂热法可以在较低的温度制得金红石型纳米二氧化钛, 不仅避免了高温下颗粒的烧结团聚, 而且优化了粒度和粒度分布范围, 但是在高温水/溶剂热过程中仍无法避免纳米颗粒的团聚现象, 而且得到的粉体再分散较难。本文拟用溶剂热法制备锡掺杂金红石型纳米二氧化钛, 考察在较低温度下 Sn⁴⁺的引入对金红石型纳米二氧化钛的粒度及晶型转化温度的影响。

实验中, 以钛酸丁酯、聚乙二醇 400、浓盐酸、五水四氯化锡为主要原料, 采用溶剂热法制备了 Sn⁴⁺掺杂的金红石型纳米二氧化钛。通过 X 射线衍射仪、扫描电镜、Zeta 电位仪、白度测试仪、激光粒度分析仪等对纳米二氧化钛进行表征, 并对添加金红石型纳米二氧化钛的水性油墨进行遮盖力、稳定性和耐候性的考察。结果表明: Sn⁴⁺能促进纳米二氧化钛向金红石型转化, 使其在 100℃, 保温 5h 条件下开始出现金红石型, 160℃, 保温 5h 转化完全, 并提高结晶度。制备的金红石型纳米二氧化钛粒度分布范围窄, 亲水性强, 在水性油墨介质中分散较稳定, 电位值达到 42.4mV。白度高, 可达 95.4%, 遮盖力强, 为 11.29g/m²。稳定性、耐候性优良, 长期放置不沉降, 不变色。

关键词: 纳米二氧化钛; 金红石型; Sn⁴⁺掺杂; 晶型转化; 粒度分布

C09-29(Invited)

稀土氧化物阳离子对液相烧结碳化硅影响研究

陈宇红, 孙文周, 吴澜尔, 海万秀

北方民族大学

目的: 本文研究了稀土氧化物阳离子对以 AlN-Re₂O₃ 为助剂的液相烧结碳化硅陶瓷的烧结行为、烧结体的力学性能和氧化行为的影响。

方法: 选取 Nb₂O₃, Gd₂O₃, Lu₂O₃, 和 Y₂O₃ 为烧结助剂, 无压烧结。测定了陶瓷的显微硬度和微观结构。研究了在 1000℃-1400℃ 气氛下的氧化行为。

结果: 随稀土氧化物阳离子半径的减小, 在烧结过程中的烧蚀量减少, 碳化硅烧结致密化程度提高。显微结构分析显示, 所有样品的晶粒细小, 尺寸在 1-2μm, 无异常长大现象。XRD 分析表明, 在烧结体中除有高温烧结液相之外, 还形成了稀土硅铝酸盐新相。晶界相的形成改善了烧结体的力学性能。液相烧结的 SiC 陶瓷的氧化主要发生在 1200℃ 以上, 氧化动力学显示氧化遵从抛物线规律, 说明阳离子的扩散是氧化的控制步骤。陶瓷的抗氧化性随阳离子半径减小而增强。

结论: 稀土氧化物阳离子影响液相烧结碳化硅陶瓷的性能及氧化行为。

关键词: 稀土氧化物; 阳离子半径; 碳化硅; 液相烧结; 性能; 氧化行为

C09-30

Synthesis of ultrafine titanium carbonitride powders using by hydrated-gel and nitridation

Ying Chen^{1,2}, Houan Zhang^{1,2}, Xiaochi Wang^{1,2}, Jiqing Lian^{1,2}

1. Key Laboratory of Functional Materials and Applications of Fujian Province, Xiamen University of

Technology, Xiamen 361024, PR China

2. The Key Laboratory for Power Metallurgy Technology and Advanced Materials of Xiamen, Xiamen University of Technology, Xiamen 361024, PR China

Due to their excellent physical and mechanical properties, titanium carbonitrides have a wide range of industrial applications, especially for tool knives. This article presents a novel method to synthesize ultrafine Ti(C,N) powders. Active carbon powders and metatitanic acid were mixed with a mole ratio of 3.5, 4 and 5. (Ti,C) precursors were fabricated by hydrated-gel method at 60°C for over 8 hours and baked at 120°C until mass became unchanged. Prior to gas nitridation, the precursor powders were milled for 20 minutes. Gas nitridation was carried out at 1550 °C, 1580 °C and 1600 °C for 1 hour, respectively. The nitrogen flow was controlled below 0.5 L/min. Ultrafine Ti(C,N) powders containing different carbon and nitrogen compositions were finally synthesized. The particle sizes of each sample were detected using scanning electron microscopy (SEM) and scanning transmission electron microscopy (STEM). It was measured in the range of 300 nm to 400 nm. The grain sizes and phases were characterized by X-ray diffraction. The smaller the grain sizes of the precursor achieved, the higher the purity and the finer of Ti (C,N) powder synthesized. The elemental spectrum analysis (EDS) in STEM was used to characterize the composition and distribution of the powders. Ti (C, N) powders fabricated by hydrated-gel method illustrate a uniform particle size, ultrafine-grained microstructures., An homogenous distribution of each element was shown in EDS figures. It suggests the process of nitridation was successful.

C09-31

过渡族金属共价键化合物的合金化—高熵化合物

王明智

燕山大学

本文以非化学计量比 TiN_x 、 TiC_x ($0.3 \leq x \leq 0.8$) 与其它过渡族金属共价键 C、N 化合物 (TiC 、 Mo_2C 、 VC 、 WC 、 TaC 、 NbC 、 ZrC 、 HfC 及 TiN 等) 为原料, 等摩尔配比并充分混合, 经烧结获得**单相晶体结构**的块体材料, 并命名为**高熵化合物**。

通过 XRD、SEM、EDS 及 TEM 测试了所获块体材料的相组成组织形貌、成分分布, 证明得到的块体为单相-单一晶体结构 (FCC); 结合 TEM 及 HRTEM, 采用 TEM 下的 EDS 进一步确认金属元素分布状态及均匀性, 并通过 SADP 从微观上确认其晶体结构及晶格常数的单一性。采用维氏硬度计测试了不同组分下块体的硬度, 通过压痕法测试计算了块体的韧性。采用纳米压痕测试系统和计算方法确定了部分成分块体的弹性模量。研究过程中, 通过吉布斯自由能计算确定了固态条件下反应扩散的可行性, 并且通过扩散偶方法计算了部分元素的扩散行为。得出结论如下:

高熵化合物的组元中必需有一个组元为非化学计量比化合物, 本文采用了自制的 TiN_x 及 TiC_x ; 获得高熵化合物的组元数 ≥ 3 , 且为近等摩尔配比; 获得的块体材料导电, 其膨胀系数可以按照组元的不同而有所变化; 烧结温度在 1200-1700°C, 可获得块体全部为单一的 fcc 结构的单相; 块体组织细密, 其晶粒多数为 1-2 μ m 甚至纳米级; 已获得的块体其维氏硬度为 20-27 GPa, 断裂韧性 5-11 $MPa \times m^{1/2}$, 如五元高熵化合物 ($TiN_{0.3}$ - NbC - Mo_2C - VC - TaC) 杨氏模量平均值 519 GPa, 硬度 24.0GPa, 断裂韧性 8.66 $MPa \times m^{1/2}$; 采用本文方法的多种组合在一定范围内具有共性, 获得的块体是可合成、可加工 (导电)、可分析、可应用的新体系, 是共价键化合物 “合金化” 的新方法。在共价键晶体结构理论、增韧理论、物质固态输运方式以及设计材料学研究方面存在巨大的想象空间, 势必对这类材料的应用产生重要影响。

关键词: 过渡族金属; 共价键化合物; 非化学计量比; 高熵化合物; 界面扩散; 输运物理; 烧结温度; 韧性

C09-32

微纳米钇稳定氧化锆空心球的制备及性能表征

许杰, 郭佳, 张可娜, 高峰

西北工业大学材料学院, 凝固技术国家重点实验室

本文以 $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ 和 $Y(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$ 为原料, 以乙酰丙酮和乙醇为溶剂, 采用水热法制备微纳米钇稳定氧化锆空心球。采用 SEM, XRD 及 TEM 等手段对空心球进行表征, 并阐明空心球的成球机理。研究结果表明: 当溶剂比例为 1:1, 原料浓度大于 0.1 mol/L, 水热温度为 200°C, 水热时间为 20 h 时, 可以制备完整、无内核的钇稳定氧化锆空心球。空心球的平均粒径为 1.2 μm , 壁厚为 220 nm。添加十六烷基三甲基溴化铵作为表明活性剂可以改善空心球的表面性质, 获得分散性较好的空心球。本文制备的钇稳定氧化锆空心球有望应用多孔陶瓷的制备, 进一步提高氧化锆陶瓷的隔热性能。

关键词: 氧化锆; 空心球; 水热法

C09-33

温度对 Al 熔渗 TiC 流延片连接 B₄C 接头力学性能的影响

田无边¹, 孙正明¹, 张培根¹, 张亚梅²

1. 东南大学 材料科学与工程学院 江苏省先进金属材料重点实验室, 南京 211189, 中国

2. 东南大学 材料科学与工程学院 江苏省土木工程材料重点实验室, 南京 211189, 中国

B₄C 陶瓷具有轻质、高刚度和低热膨胀等优异性能, 在一些中高温(< 450 ° C)领域有很好的应用前景, 比如半导体行业中用于加工大尺寸 Si 晶片的高精度承载台和导轨, 以及太阳能行业中高性能的薄膜沉积设备。这些场合需要制备大尺寸、形状复杂的 B₄C 陶瓷部件, 传统的热压或注浆成型技术无法满足要求。从节能和生产效率角度看, 陶瓷连接被认为是一种理想的技术。本研究拟在真空中采用 Al 熔渗 TiC 流延片连接 B₄C 烧结体, 并考察 B₄C 接头在 20-600 ° C 温度区间的力学性能。根据威布尔分析, 在室温下 B₄C 接头强度(267 MPa)与 B₄C 基体(271 MPa)相当。在 500 ° C 时, B₄C 接头弯曲强度仍可以保持在 250 MPa 左右, 随着温度升高到 600 ° C 强度快速下降至 165 MPa。在 500 ° C 以下接头从 B₄C 基体脆断, 而在 600 ° C 时从连接界面处破坏, 前者断面形貌为 B₄C 穿晶断裂, 后者为 TiC 沿晶断裂和 Al 塑形变形。

关键词: 碳化硼; 连接; 威布尔分析; 力学性能; 断口形貌

C09-34(Invited)

陶瓷晶粒异常生长研究——以纳米钛酸锶陶瓷为例

胡剑峰

上海大学

目的: 晶粒生长异常 (AGG) 是多晶材料(陶瓷和金属等)中常见的晶粒生长行为, 通常会导致与晶粒正常生长明显不同的材料性质; 晶粒异常生长的研究是为了理解多晶材料中晶粒生长机理和微结构发展的这一基础问题。半个世纪以来, 现有的机理模型都将 AGG 的发生归因于不同晶界结构的存在。然而, 由于晶界特征的复杂性, 这些模型都只是基于部分的晶界特征, 对 AGG 解释通常只在某些情况下才是有效的。其外, 目前对于 AGG 仍然缺乏公式的描述。

方法: 在这里将报道我们在晶粒异常生长机理的研究进展, 首先, 用 SEM 和 TEM 观察到纳米钛酸锶 (SrTiO₃) 陶瓷烧结过程中晶体生长出现晶粒异常长大(AGG)和生长停滞(GGS)的交替发生; 接着, 为了解释这奇异的现象, 我们将经典的晶体二维成核和生长 (2DNG) 的理论推广到多晶体系。

结果: 推导公式很好的解释了所观察到的 AGG 和 GGS 交替出现的现象。同时, 所推导的公式揭示了多晶材料中晶粒异常生长受晶界结构的影响是通过晶粒有效台阶自由能的改变来影响, 并且, 晶粒生长率与晶粒尺寸及其分布也存在着指数依赖关系。同时, 公式揭示了 AGG 的发生主要由晶粒有效台阶自由能、晶粒尺寸及其分布这三个变量来决定, 并暗示着各向异性的晶粒有效台阶自由能够导致晶粒的非等轴异常生长 (如氮化硅陶瓷中生长棒状氮化硅晶粒)。

结论：多晶材料的晶粒二维成核生长机理能够导致 AGG 的出现，所推导的公式具有普遍意义，能够很好解释实验观察 AGG，并很好用于预测和设计多晶材料中 AGG 和 GGS 的发生。

关键词：晶粒异常生长；二维成核生长机理；扫描/透射电子显微镜；晶粒生长停滞

C09-35(Invited)

ZrB₂-SiC 复合粉体制备研究

张海军

武汉科技大学省部共建耐火材料与冶金国家重点实验室

ZrB₂-SiC 在火箭发动机喷嘴、火箭鼻锥、机翼前缘及发动机热端等关键部位有着广泛的运用前景，被认为是非常有前途的新型超高温陶瓷。

本文采用溶胶-凝胶法、锆英石碳热还原法以及熔盐镁热还原法等制备了 ZrB₂-SiC 复合粉体，研究了加热温度、保温时间、原料用量等工艺参数对制备 ZrB₂-SiC 复合粉体的影响，并采用 TG-DSC 对所制备粉体的氧化动力学进行了研究。

研究表明：1)采用溶胶凝胶、常规硼热/碳热还原工艺 1773 K/2 h 后可以合成纯相的 ZrB₂-SiC 超细复合粉体。所合成的 ZrB₂ 为六方柱状或椭球状，SiC 为短絮状，并均匀分布在 ZrB₂ 周围，谢乐公式的计算结果表明 ZrB₂ 和 SiC 的晶粒度分别为 88 nm 和 37 nm。采用微波硼热/碳热还原工艺可在 1573 K/3 h 的条件下合成纯相的 ZrB₂-SiC 超细复合粉体，复合粉体中 ZrB₂ 和 SiC 的晶粒尺寸分别为 58 nm 和 27 nm；2)以锆英石为原料，通过微波碳热还原硼化法可在 1573K/3h 的条件下合成了纯相的 ZrB₂-SiC 复合粉体。适当延长保温时间和埋 SiC 粉有利于微波碳热还原硼化反应的进行。ZrB₂-SiC 复合粉体中 ZrB₂ 呈粒状或柱状，SiC 呈纤维状。采用微波碳热还原硼化法合成 ZrB₂-SiC 复合粉体的合成温度比传统加热工艺低 200K 左右。3)采用熔盐镁热还原工艺经 1473 K/3 h 反应后制备了纯相的 ZrB₂-SiC 复合粉体。适当过量的 B₂O₃ 和 Mg 粉均有利于复合粉体的合成。所制备 ZrB₂-SiC 复合粉体的粒径约为几微米，其中 ZrB₂ 为球状、棒状和四方状，其晶粒尺寸约为几百纳米，SiC 为不规则形状，其晶粒大小约为几十纳米，复合粉体中 ZrB₂ 和 SiC 均匀地分布在一起。抗氧化实验结果表明 SiC 的引入有效的提高了 ZrB₂ 的抗氧化性能。

关键词：ZrB₂-SiC；复合粉体；制备方法；抗氧化

C09-36

(1-x)CaTiO₃-x(Li_{1/2}Sm_{1/2})TiO₃ 高介电常数微波介质陶瓷的结构与性能

宁凡凡，江娟，袁世逢，牛舒婷，章天金

湖北大学，材料科学与工程学院

本文采用传统固相法制备了(1-x)CaTiO₃-x(Li_{1/2}Sm_{1/2})TiO₃ (0.7≤ x ≤0.8) 高介电常数微波介质陶瓷。研究了组分和烧结温度对陶瓷的晶体结构、微观形貌以及微波介电性能的影响。

X-射线衍射 (XRD) 结果表明，在 0.7≤ x ≤0.8 范围内，(1-x)CaTiO₃-x(Li_{1/2}Sm_{1/2})TiO₃ 陶瓷只存在单一的正交钙钛矿相。拉曼光谱显示陶瓷中存在 8 个明显的拉曼活性振动，分析了正交晶系骨架振动的对称性及氧八面体的畸变。

随着(Li_{1/2}Sm_{1/2})²⁺替代 Ca²⁺的含量增多，陶瓷的致密度降低，介电常数 ε_r、无载品质因数与谐振频率的乘积 Qf 值也呈下降的趋势，而谐振频率温度系数 τ_f 值则呈现由正到负的变化。同时研究还表明烧结温度对陶瓷的微波介电性能也有一定的影响。

当 x =0.78，烧结温度为 1240℃时，陶瓷的微波介电性能较佳：ε_r =109.39，Qf =4657GHz，τ_f =1.62ppm/℃，基本达到高介电常数微波介质陶瓷的产业化性能指标。

关键词：微波介质陶瓷；钙钛矿结构；微波介电性能

C09-37

ZrO₂-SrO-Si₃N₄ 系统相关系研究

袁振侠, 陆有军

北方民族大学

以 ZrO₂、SrO 和 Si₃N₄ 为原料通过无压烧结的方式, 在氮气氛下于 1300℃~1700℃保温 1~2h 分别制备了 ZrO₂-SrO、SrO-Si₃N₄、ZrO₂-Si₃N₄ 和 ZrO₂-SrO-Si₃N₄ 系统的陶瓷材料样品, 并采用 XRD 表征了样品的相组成。实验结果表明, ZrO₂-SrO 二元系统中 SrZrO₃、Sr₄Zr₃O₁₀、Sr₃Zr₂O₇ 和 Sr₂ZrO₄ 四相分别在不同配比下存在; SrO-Si₃N₄ 二元系统中 Sr₂Si₅N₈、Sr₂SiO₄ 和两相共存, 且存在极少量的 Sr₃SiO₅ 相; ZrO₂-Si₃N₄ 二元系统在温度高于 1500℃时会生成 ZrN 相, 且温度在 1500℃~1700℃内变化时, ZrN 的生成量随反应温度的升高逐渐增加, 若 ZrO₂ 过量时, 也会出现部分锆氧氮化合物 (如 Zr₇O₁₁N₂、Zr₇O₈N₄、Zr₂ON₂); 在 ZrO₂-SrO-Si₃N₄ 三元系统中, 除 ZrN 与 SrZrO₃ 和 Sr₂SiO₄ 共存外, 还合成了 Sr₇Zr(Si₂O₇)₃ 相, 由此构建 ZrO₂-SrO-Si₃N₄ 系统三元相图。

关键词: 无压烧结; ZrO₂-SrO-Si₃N₄; 相关系

10:45-11:15 C09-38(Invited)

固态 Si 颗粒调控 Na₂O-CaO-SiO₂ 多孔微晶玻璃气泡长大机制

严明明¹, 曹建尉¹, 王志¹, 李国华²

1. 中国科学院过程工程研究所

2. 中国矿业大学(北京)

以硅渣为主要原材料制备 NCS 多孔微晶玻璃时发现气泡长大、聚并过程是影响 NCS 多孔微晶玻璃孔径分布均匀性的主要因素, 本文研究硅渣中固态 Si 颗粒对气泡排液过程的影响, 明确固态 Si 颗粒对气泡长大、聚并过程的作用机制, 实现固态 Si 颗粒对 NCS 多孔微晶玻璃孔径分布均匀性的调控。研究表明: 随着固态 Si 颗粒添加量增加、粒径降低, 相邻固态 Si 颗粒间距离减少, 当相邻固态 Si 颗粒间距离大于 40μm 时, 固态 Si 颗粒只起到促进气泡成核作用, 当相邻固态 Si 颗粒间距离小于 40μm 时, 粒径小于 40μm 的固态 Si 颗粒可以存在于相邻气泡壁之间抑制气泡壁间液体的排出, 起到调控 NCS 多孔微晶玻璃气泡长大、聚并过程的作用; 粒径大于 50μm 的固态 Si 颗粒无法存在于相邻气泡壁之间阻碍气泡排液, 即无法调控气泡长大、聚并过程。通过调控固态 Si 颗粒粒径、添加量可获得孔径分布均匀性可调, 孔隙率 40.0-80.0%, 平均孔径 0.1-3.0mm 可控的 NCS 多孔微晶玻璃。

关键词: 硅渣; NCS 多孔微晶玻璃; 固态 Si 颗粒; 气泡排液; 气泡长大

11:15-11:45 C09-39(Invited)

多官能团一元凝胶体系的改性研究

王士维, 孙怡, 赵瑾, 岛井骏藏

中国科学院上海硅酸盐研究所

注凝成型具有成型素坯密度高、显微结构均匀, 工艺操作简便和成本低等优点, 在制备大尺寸、复杂形状陶瓷部件方面潜力巨大。多官能团一元凝胶体系相比传统的体系, 只需要一种水溶性的异丁烯-马来酸酐共聚物添加剂 (简称 PIBM), 既作为分散剂, 又作为固化剂, 可以在室温空气环境下自发凝胶, 且无毒、无环境污染¹。为了进一步提高浆料的固含量, 研究了分散和疏水改性对浆料流变性和凝胶固化性能的影响规律。

根据陶瓷颗粒尺寸与分散剂链长的匹配性, 采用分子量小 PIBM, 氧化铝浆料的固含量从 50vol% 提高到 56vol%, 降低了干燥和烧结的收缩率, 所制备陶瓷的抗弯强度从 468MPa 提高到 534MPa (1600℃烧结)。另一方面, 在高固含量浆料中添加含有疏水基团的四甲基氢氧化铵 (TMAH), 有效地改善了高固含量浆料的剪切增稠现象, 固含量提高到 58vol%; 在 1550℃烧结条件下, 陶瓷样品平均抗弯强度达到 543MPa。通过对比试验, 提出了 TMAH 疏水改性的作用机理。碱电离的 OH⁻ 促进 PIBM 分子链上酸酐的水解, 增加

-COO⁻离子浓度，静电斥力作用增加；同时，陶瓷颗粒表面或 PIBM 分子链端形成疏水基团-N(CH₃)₄ 和 -COON(CH₃)₄，疏水基团间的疏水缔合作用使浆料粘度增加，但可以剪切变稀。

C09-40

石墨对 B₄C-W₂B₅ 复合陶瓷性能的影响及其增韧机理研究

潘登¹，李树丰¹，付亚波²，周圣银¹，Katsuyoshi Kondoh³

1. 西安理工大学 材料科学与工程学院
2. 台州学院 物理与电子工程学院
3. Osaka University Joining and Welding Research Institute

碳化硼 (B₄C) 陶瓷因致密化烧结温度高 (>2200 °C) 和断裂韧性与硬度不匹配的问题，而阻碍了其广泛应用。

为了解决以上的问题，本文提出采用粉末冶金法 (P/M) 通过石墨粉 (Gr) 与硼粉 (B) 之间的原位反应 (in-situ) 以降低其致密化烧结温度；同时通过添加碳化钨 (WC) 以生成五硼化二钨 (W₂B₅) 来提高其断裂韧性的研究思路，制备 B₄C-W₂B₅ 复合陶瓷。在此基础上添加了 0~10 vol% 含量的 Gr，研究了石墨对 B₄C-W₂B₅ 复合陶瓷的组织与性能的影响。实验以 B、Gr 以及 WC 为原料，采用放电等离子烧结法 (Spark plasma sintering, SPS) 对混合粉末进行固化烧结。制备工艺为：压力 30 MPa、烧结温度 1100 °C-1550 °C-1700 °C 三步保温、烧结时间 5 min-5 min-6 min 的条件下，制备出力学性能良好的 B₄C-W₂B₅-Gr 复合陶瓷。分析了石墨对复合陶瓷的微观结构和力学性能的影响，并对增韧机理进行了探讨。

实验结果表明：当 Gr 含量为 5 vol% 时，在 1700 °C 下烧结，致密度可达到 99.9%，硬度为 30.2 GPa，断裂韧性可达 11.9 MPam^{1/2}，而随 Gr 含量的增加，致密度与硬度均下降。

晶界上少量纳米厚度的石墨有利于 B₄C-W₂B₅ 复合陶瓷断裂韧性的进一步提升。当裂纹遇到少量的纳米厚度的 Gr 时，Gr 能够迅速释放断裂能，延缓裂纹的扩展，以及反应生成的 W₂B₅ 与 B₄C 及残余的 Gr 之间的界面干净，结合良好，是复合陶瓷断裂韧性提高主要原因。

关键词：B₄C-W₂B₅；石墨；放电等离子烧结；断裂韧性

C09-41

TaC-ZrC-Al 陶瓷的制备与性能

陆壮，奉隆彪，刘利盟

北方民族大学

本文以铝粉和碳化钽粉为烧结助剂，采用热压烧结技术，在 1900°C，15MPa 的压力下，保温 1 小时制备碳化钽-碳化锆复合陶瓷材料，采用阿基米德排水法、X 射线衍射，扫描电镜等分析方法对复合材料的密度、物相、显微组织进行表征，并采用三点抗弯曲法对材料的抗弯强度进行测量，研究了 Al 的添加量 (2-20vol%) 对碳化钽陶瓷的致密化、组织结构及抗弯强度的影响。研究表明：在碳化钽中添加碳化锆和 2-20vol% 的 Al 时，烧结制备的复合陶瓷，物相由碳化钽-碳化锆固溶体及铝组成。铝的加入对碳化钽陶瓷的致密化有明显的作用，随着 Al 含量的增加，碳化钽陶瓷的致密度增加，20vol% Al 的碳化钽复合陶瓷的致密度达到 96.8%。Al 均匀的分布在碳化钽晶界上，从而抑制了碳化钽晶粒的生长，随着 Al 的含量从 2vol%-20vol%，碳化钽的平均晶粒尺寸由 6 μm 减小到 4 μm。碳化钽陶瓷的抗弯强度随着 Al 含量的增加而逐步增强，添加量为 20vol% 时达到最大，为 573MPa。断口的 SEM 分析结果表明，碳化钽陶瓷是以沿晶断裂为主，晶粒细化是抗弯强度增加的主要原因。

关键词：碳化钽陶瓷；热压烧结法；金相显微组织；力学性能

C09-42

热压烧结/定位浸渍制备 Ti₃SiC₂/SiC 功能梯度材料的高温抗氧化性能

蔡艳芝^{1,*}, 成来飞², 殷小伟², 王楠¹, 尹洪峰¹

1. 西安建筑科技大学, 材料与矿资学院, 陕西, 西安, 710055;
2. 西北工业大学, 热结构复合材料科技实验室, 陕西, 西安, 710072

Ti₃SiC₂ 为层状碳化物, 兼具金属与陶瓷的优势, 是极具潜力的陶瓷增韧相, 但其在 1100℃以上抗氧化性差。SiC 具有优异的高温抗氧化性能, 且与 Ti₃SiC₂ 具有高温化学相容性。因而, Ti₃SiC₂/SiC 功能梯度材料 (FGM) 可用于高性能轻质耐热材料。Ti₃SiC₂/SiC FGM 采用热压烧结/定位浸渍制备。定位浸渍是一种局部浸渍技术, 利用热压过程中原位形成的致密涂层将已烧结致密的纯 Ti₃SiC₂ 层和富 Ti₃SiC₂ 层与浸渍液隔离, 从而将浸渍目标锁定为烧结性能较差的纯 SiC 层和富 SiC 层。定位浸渍显著提高了纯 SiC 层和 SiC 含量超过 70vol% 的富 SiC 层的密度, 而对其它层的密度影响很小。定位浸渍使 1600℃热压 FGM 的体积密度由 3.47g/cm³ 提高到 3.79g/cm³, 而开气孔率由 11.2%减小至 1.98%。定位浸渍显著提高了 FGM 的抗氧化性能。1600℃热压结合定位浸渍制备的 FGM, 于 1400℃氧化 20h, 其氧化增重率仅为 12.9%, 较之未浸渍 FGM 降低了 50%, 较之 Ti₃SiC₂/30wt%SiC 复合材料降低了 39%。未浸渍 FGM 中部梯度层的抗氧化性最好, 两端梯度层抗氧化性逐渐变差; 定位浸渍 FGM 中 SiC 含量愈高的梯度层抗氧化性愈好。

关键词: Ti₃SiC₂; SiC; 功能梯度材料; 定位浸渍; 抗氧化性

墙展

C09-P01

碳化硅基陶瓷材料相平衡研究

吴澜尔, 江涌, 黄振坤

北方民族大学

北方民族大学陶瓷团队在三个国家自然科学基金的支持下, 对含有稀土氧化物作为助烧剂的碳化硅陶瓷三个重要系统: SiC-Si₃N₄-RE₂O₃ (RE=La、Gd、Y), SiC-AlN-RE₂O₃ (RE=Nd、Gd、Yb、Y、Pr) 和 SiC-Al₂O₃-RE₂O₃ (RE=Nd、Gd、Yb、Y、Pr) 的高温相平衡关系进行了实验研究。根据研究结果, 发现了多个固溶体, 汇总提出了 20 多个三元和四元相图, 为 SiC-基陶瓷配方组分设计提供了科学依据。

关键词: 碳化硅陶瓷; 稀土氧化物; 相图; 相平衡

C09-P02

Influence of compaction pressure on the properties of silica ceramic cores

Jianbo Yu¹, Zhigang Yang², Zongcheng Song¹, Zhongming Ren¹, Kang Deng¹

1. State Key Laboratory of Advanced Special Steels, Material Science and Engineering, Shanghai University
2. Material Science and Engineering, Shijiazhuang Tiedao University

目的: 为了满足高质量的航空发动机空心叶片的制备, 高性能的陶瓷型芯的研究迫在眉睫。

方法: 使用硅树脂涂覆的二氧化硅粉末为原材料, 通过干压成型和无压烧结工艺制备出二氧化硅陶瓷型芯, 研究了成型压力对陶瓷型芯性能的影响规律。

结果: 成型压力的增加会促进陶瓷型芯样品收缩率和气孔率的降低, 相反, 陶瓷型芯样品的致密度增加, 抗弯强度也增加。陶瓷型芯的物相由非晶态的和结晶态的二氧化硅组成, 在冷却过程中, 由于二氧化硅发生相转变而会产生体积效应, 在结晶区域前沿会形成一些裂纹, 不利于陶瓷型芯抗弯强度的改善。

结论: 由于硅树脂具有粘结性, 通过干压方法就可以制备所需的陶瓷型芯, 样品烧结过程中不会产生裂纹, 尺寸精度较高, 适用于高精度空心叶片的制备。

C09-P03

三维碳纤维预制件增强氧化铝复合材料的压缩性能

范朝阳, 马青松, 曾宽宏

国防科技大学新型陶瓷纤维及其复合材料重点实验室

作为一种高性能结构材料, 氧化铝 (Al_2O_3) 陶瓷虽然受到了重点关注和深入研究, 但脆性断裂行为阻碍了广泛应用。作者以碳布叠层缝合结构的三维预制件为增强体, 以高固相含量铝溶胶为原料, 通过“浸渍—干燥—热处理”技术路线制备出连续碳纤维增强氧化铝 ($\text{C}/\text{Al}_2\text{O}_3$) 复合材料, 其孔隙率、弯曲强度和断裂韧性分别为 16.6%、208.5MPa、 $8.1\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 。本文主要表征 $\text{C}/\text{Al}_2\text{O}_3$ 复合材料的静态与动态压缩强度, 分析复合材料的抗冲击行为。

结果表明, $\text{C}/\text{Al}_2\text{O}_3$ 复合材料的 X 方向压缩强度为 330.3MPa, Z 向 (厚度方向) 压缩强度为 422.7MPa。当复合材料 Z 方向承受动态压缩载荷时, 动态压缩强度随应变率的增加而增大, 表现出应变率强化效应, 这与基体压实效应、高强高韧碳纤维优良的抗剪切性能都有直接关系。当应变率处于 $800\text{s}^{-1}\sim 1800\text{s}^{-1}$ 范围内, 动态压缩强度维持在 500~650MPa 之间; 当应变率增加到 2700s^{-1} 时, 复合材料发生压缩损伤, 动态压缩强度迅速下降。

关键词: 氧化铝复合材料; 碳纤维; 压缩强度; 冲击行为; 溶胶

C09-P04

SPS 烧结温度对 $\text{ZrB}_2\text{-SiC-Cr}_3\text{C}_2$ 复合陶瓷性能的影响研究

李麒¹, 郭丰伟¹, 曹腊梅¹, 益小苏²

1. 北京航空材料研究院 先进高温结构材料重点实验室

2. 北京航空材料研究院 先进复合材料重点实验室

目的: 为了研究放电等离子烧结法 (SPS) 的烧结温度对陶瓷性能的影响。

方法: 本文以 SPS 法分别在 1700°C 和 1800°C 烧结得到 $\text{ZrB}_2\text{-}20\text{ vol.}\%\text{SiC-}5\text{ vol.}\%\text{Cr}_3\text{C}_2$ 复合陶瓷 (ZSC), 研究烧结温度对 ZSC 复合陶瓷微观结构、力学性能和抗氧化性能的影响。

结果: 提高烧结温度后, 陶瓷晶粒长大、致密度提升; 1700°C 烧结得到的 ZSC 复合陶瓷的力学性能较好, 硬度较高 (13.37 GPa), 断裂韧性较高 ($5.3\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$), 室温弯曲强度 (529 MPa) 和 1600°C 弯曲强度 (128 MPa) 均较高; 1800°C 烧结得到的 ZSC 复合陶瓷在 1500°C 空气中氧化后的氧化深度显著变小, 抗氧化性能大幅度提升。

结论: SPS 法在 1700°C 烧结得到的 ZSC 复合陶瓷力学性能较好, 1800°C 烧结得到的 ZSC 复合陶瓷抗氧化性能较好。

关键词: 陶瓷; $\text{ZrB}_2\text{-SiC}$; Cr_3C_2 ; SPS; 烧结温度

C09-P05

光学区熔法制备 LaB_6 阴极与性能表征

王衍, 杨新宇, 王盼, 张久兴

合肥工业大学 材料科学与工程学院

采用光学区熔技术成功制备了 LaB_6 晶体, 系统研究了晶体生长速度对样品硬度、抗弯强度及热发射性能的影响规律。结果表明: 最佳晶体生长速度为 100mm/h , 在此生长速度下样品维氏硬度达到 26.6GPa, 抗弯强度为 500.3MPa, 与单晶 LaB_6 相比均有显著改善。热发射性能测试结果表明: 100mm/h 速度生长的晶体热发射性能最优, 当外加电压为 1KV, 阴极温度为 1873K 时, 最大发射电流密度为 $52.67\text{A}/\text{cm}^2$, 平均有效逸出功为 2.63eV。因此晶体生长速度为 100mm/h 下制备的 LaB_6 晶体作为热阴极材料具备很好的应用前景。

关键词: LaB_6 ; 光学区熔; 力学性能; 热发射性能

C09-P06

微波水热和碳热还原法制备碳化锆晶须

周璇, 李克智, 赵志刚, 李贺军

陕西省西安市西北工业大学碳/碳复合材料研究中心

在过去的几十年中, 一维纳米材料, 如: 碳化硅纳米线、碳化硅晶须和碳纳米管, 因具有一系列优异的性能而被学者们广泛研究, 而关于一维纳米材料碳化锆 (ZrC) 的制备和研究屈指可数。

本文以氧氯化锆 ($\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$)、蔗糖 ($\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$)、氢氧化钠 (NaOH)、氟化钠 (NaF) 和氯化镍 ($\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 等为原料, 采用微波水热法和碳热还原法成功地制备了 ZrC 晶须, 并研究了碳热还原温度和锆、碳摩尔比 (Zr/C) 对晶须的形貌以及物相组成的影响。

结果表明, 当碳热还原温度为 1100°C 时, 产物的组分为 ZrO_2 和 ZrC, 当温度升高到 1400°C , 产物为纯立方相 ZrC; 当碳热还原为 1500°C 且 Zr/C=5:1 时, 所获得的晶须长径比最大, 分布最均匀, 此时晶须的长度为 $530\ \mu\text{m}$, 直径为 $0.12\ \mu\text{m}$ 。

所制备的 ZrC 晶须为单晶结构, 其形状分为圆柱形和宝塔形, 它们的生长分别遵循奥斯特瓦尔德成熟机理 (Ostwald ripening) 和固-液-固机理 (S-L-S)。

关键词: ZrC 晶须; 微波水热法; 碳热还原法

C09-P07

$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ 复合材料的制备及高温性能研究

向阳¹, 彭志航¹, 曹峰¹, 王义², 李广德²

1. 国防科技大学新型陶瓷纤维及其复合材料重点实验室
2. 火箭军装备研究院

目的: 为研发耐温抗氧化性能优异的陶瓷基复合材料, 应用于高超声速飞行器热防护材料, 制备了 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ 复合材料。

方法: 以 Al_2O_3 陶瓷纤维织物为增强体, 通过法向针刺穿刺制备预制件, 采用先驱体浸渍裂解工艺 (PIP), 研制出一种新型的轻质高效防热陶瓷基复合材料, 并对材料的高温力学性能进行了测试分析。

结果: 采用 PIP 工艺可以制备 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ 复合材料, 材料的弯曲强度为 97.3MPa , 其断裂方式为典型的韧性断裂, 考察了材料的高温力学性能, 当该材料体系经历 1300°C 氧化 1 个小时后, 材料的残余强度保留率为 30.3% , 断裂模式由韧性断裂转变为脆性断裂。

结论: $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ 复合材料呈现出优异的耐温抗氧化性能, 可应用于高超声速飞行器热防护材料、制作耐高温隔热垫片等方面, 具有广阔应用前景。

关键词: 陶瓷基复合材料; Al_2O_3 陶瓷纤维; SiO_2 ; 高温; 力学性能

C09-P08

$\text{BaO-SrO-PbO-TiO}_2\text{-Nb}_2\text{O}_5\text{-SiO}_2$ 系纳米复合玻璃陶瓷的结晶行为和介电性能

陈均优, 张庆猛, 谭飞虎, 周鹏, 周敏

北京有色金属研究总院

目的: 获得兼具高介电常数及低介电损耗的介电材料。

方法: 熔融-快冷-可控结晶工艺。

结果: 获得同时含有铌酸盐相和钛酸盐相的 $\text{BaO-SrO-PbO-TiO}_2\text{-Nb}_2\text{O}_5\text{-SiO}_2$ 玻璃陶瓷纳米复合材料。

结论: X 射线衍射分析结果表明: 结晶温度为 800°C 时, 析出陶瓷相为 $\text{Pb}_2\text{Nb}_2\text{O}_7$, $(\text{Ba,Sr,Pb})\text{Nb}_2\text{O}_6$ 和 $(\text{Sr,Pb})\text{TiO}_3$; $\text{Pb}_2\text{Nb}_2\text{O}_7$ 相在 900°C 退火时全部转换为 PbNb_2O_6 , 900°C 与 1000°C 退火时, 玻璃基体中析出 $(\text{Ba,Sr,Pb})\text{Nb}_2\text{O}_6$ 和 $(\text{Sr,Pb})\text{TiO}_3$ 晶相。微观结构分析结果表明, 对于不同晶化温度的样品, 随着退火温度的升高, 晶粒均有逐渐长大聚集的趋势, 1000°C 退火 3h 的样品晶粒尺寸明显大于 900°C 和 800°C 退火处理样

品的晶粒尺寸。不同结晶温度的样品其介电常数及介电损耗存在较大差异，1000℃退火样品在介电常数大于 900 的条件下其介电损耗小于 0.005。800℃退火处理的样品介电常数在大于 400 的前提下，其介电损耗可以维持在 0.0015 以下，表现出较为优异的介电性能，有望作为兼具高介电常数以及低介电损耗的介电材料在高压陶瓷电容器中应用。

关键词：玻璃陶瓷；介电材料；可控结晶

C09-P09

添加复合微粉对刚玉-尖晶石质浇注料性能的影响

唐海

武汉科技大学

由于尖晶石的引入和 CA_6 的形成，铝酸钙水泥结合刚玉-尖晶石质浇注料具备良好的抗渣性能和热震稳定性。但随着高温行业的不断发展，刚玉-尖晶石质浇注料的性能需进一步优化。

本工作以板状刚玉和铝镁尖晶石为主要原料，铝酸钙水泥为结合剂制备刚玉-尖晶石质浇注料，探究了不同温度下(1400-1600℃)复合微粉(6.6wt%、13.1wt%)对刚玉-尖晶石质浇注料性能的影响。

通过 X 射线衍射及扫描电子显微镜对材料物相组成和显微结构进行相应表征，并测试浇注料的物理性能。

结果表明：复合微粉的加入改变了烧后材料中 CA_6 的形貌及分布，促进了材料的烧结，并使刚玉-尖晶石质浇注料的常温强度提高。

关键词：刚玉-尖晶石浇注料；复合微粉； CA_6 ；强度

C09-P10

定向凝固 $Al_2O_3/YAG/ZrO_2$ 共晶原位复合材料中的取向关系，界面结构和力学性能

王恩缘，苏海军，张军，刘林，傅恒志

西北工业大学凝固技术国家重点实验室，陕西西安，710072

氧化物共晶陶瓷原位复合材料由于其优异的高温强度，抗氧化性和抗蠕变性以及高温下良好的组织稳定性，在航空航天高温结构领域具有重要的应用前景。本文通过激光悬浮区熔技术制备了定向凝固 $Al_2O_3/YAG/ZrO_2$ 共晶自生复合材料，系统研究了超高温梯度下三元共晶复合材料的凝固组织，组成相晶体结构，晶体学取向关系和相界面结构。研究表明， $Al_2O_3/YAG/ZrO_2$ 三元共晶陶瓷组织是由单晶 Al_2O_3 ，单晶 YAG 和细小弥散分布的 ZrO_2 颗粒组成的三维交织型网格结构，并且不包含晶界。TEM 和 HRTEM 实验表明，共晶三相界面干净且平滑，无中间产物和过渡相。其中，共晶各组成相的择优生长方向以及晶体学取向关系分别为： $[01-10]Al_2O_3//[001]YAG//[001]ZrO_2$ ， $(0001)Al_2O_3//(100)ZrO_2//(7-10)YAG$ 。对共晶中的每组取向分别建立了 NCSL 模型，计算了每两相之间的点阵错配度。此外，三相两两之间的界面都是半共格的，通过周期排列的错配位错来缓解界面两侧由结构差异引起的应力。得益于增韧相 ZrO_2 的添加， $Al_2O_3/YAG/ZrO_2$ 三元共晶相比于 Al_2O_3/YAG 二元共晶，其平均室温弯曲强度得到了明显提高。

关键词：激光悬浮区熔； $Al_2O_3/YAG/ZrO_2$ 三元共晶；界面结构；取向关系；弯曲强度

C09-P11

Ce^{3+} 掺杂 Al_2O_3-YAG 共晶荧光陶瓷激光悬浮区熔工艺研究

卢泽，苏海军，张军，刘林，彭亿飞，傅恒志

西北工业大学

白色发光二极管以其发光效率高、绿色环保等优势逐渐成为第四代照明光源，具有非常广阔的应用前景。 Al_2O_3-YAG 共晶荧光陶瓷具有优异的高温性能和较高的发光效率，是一种很有潜力的荧光基质材料。本文采用激光悬浮区熔定向凝固技术制备了 Ce^{3+} 掺杂的 Al_2O_3-YAG 共晶复合陶瓷，研究了凝固工艺参数和

掺杂成分对共晶陶瓷凝固组织和发光性能的影响。结果表明： $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-YAG:Ce}^{3+}$ 共晶荧光材料中仅含有 Al_2O_3 和 YAG 相，两相相互贯穿形成三维网状结构，是典型的非规则共晶组织，两相界面纯净，结合牢固。在可见光范围内， $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-YAG:Ce}^{3+}$ 共晶陶瓷被 460nm 波长的光有效激发，产生中心波长约为 550nm 的黄光发射，与蓝光 LED 芯片配合产生白光发射。将激光悬浮区熔法制备的 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-YAG:Ce}^{3+}$ 共晶陶瓷封装成 LED 时，其发光效率可达 88lm/W。

关键词：白光 LED；激光悬浮区熔； $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-YAG:Ce}^{3+}$ 共晶陶瓷；光谱性能

C09-P12

基于共晶结构的 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}/\text{ZrO}_2$ 复合陶瓷热压制备工艺与力学性能

任俊飞，苏海军，张军，刘林，周菲，傅恒志

西北工业大学

采用激光悬浮区熔技术在抽拉速率为 $200 \mu\text{m/s}$ 的条件下，制备了层片间距为 $0.38 \mu\text{m}$ 的 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}/\text{ZrO}_2$ 共晶自生复合陶瓷，然后通过热压烧结颗粒粒径为 $4\sim 25 \mu\text{m}$ 且内部包含共晶结构的共晶粉末，获得了高致密且内部保留有凝固共晶结构的烧结共晶陶瓷。研究表明，凝固共晶结构具有遗传性，在烧结温度为 1600°C ，压力为 30MPa ，保温时间为 2h，气氛为真空的条件下，热压烧结 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}/\text{ZrO}_2$ 共晶粉末能够获得相对密度为 99.4% 的烧结共晶复合材料，其材料组织内几乎保留了全部的初始共晶结构。 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}/\text{ZrO}_2$ 烧结共晶陶瓷硬度达到 16.4GPa ，断裂韧性为 $3.6\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ ，弯曲强度达到 419.9MPa ，高于同成分的烧结多晶材料 (309.4MPa)。此外，在 1500°C 下经过 250h 热暴露，共晶组织形貌与尺度（层片间距由 $1.07 \mu\text{m}$ 增长为 $1.13 \mu\text{m}$ ）变化较小，均匀分布的共晶结构是烧结共晶陶瓷表现出优异热稳定性的主要原因。

关键词： $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}/\text{ZrO}_2$ ；烧结共晶体；力学性能；热稳定性

C09-P13

超高温 $\text{ZrB}_2\text{-SiC-B}_4\text{C}$ 共晶复合陶瓷激光水平区熔制备技术与凝固组织

杜雅文，苏海军，张军，刘林，傅恒志

西北工业大学

超高温 ZrB_2 基复合陶瓷具有优异的高温强度、抗热震性和抗烧蚀性能，在高超声速飞行器热防护领域具有重要的应用。本文采用激光水平区熔定向凝固技术快速制备了高致密的 $\text{ZrB}_2\text{-SiC-B}_4\text{C}$ 共晶复合陶瓷，研究了高温度梯度下硼化物共晶陶瓷的凝固组织特征以及熔池中凝固组织的演化规律。研究表明：在优化的激光区熔工艺条件下，获得了表面光滑、内部致密共晶陶瓷凝固试样。激光区熔 $\text{ZrB}_2\text{-SiC-B}_4\text{C}$ 共晶复合陶瓷凝固组织由 B_4C 基体相以及均匀分布其中的不规则片状或质点状的 ZrB_2 和 SiC 相三相组成。共晶组织的凝固方向与弧形的凝固界面垂直，与激光扫描方向成一定夹角，形成有弧状共晶胞沿扫描方向成一定角度连续均匀分布的特点；在热影响区中， B_4C 作为领先相首先析出。

关键词：超高温陶瓷；共晶复合材料；激光区熔；定向凝固

C09-P14

Infrared emission properties of Cr^{3+} -doped NiAl_2O_4 spinel ceramics

Gang He¹, Jiayi Liu^{1,2}, Nsn Lu^{1,2}, Guanghua Liu¹, Jiangtao Li¹

1. Key Laboratory of Cryogenics, Technical Institute of Physics and Chemistry, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100190, China

2. University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China

High infrared emissive $\text{NiAl}_{2-x}\text{Cr}_x\text{O}_4$ ($x=0, 0.01, 0.5, 1.0, 2.0$) spinel ceramics were prepared by solid-state reaction method. The phase composition, microstructure, near infrared absorption and infrared

emission properties of the prepared samples were investigated. With the addition of Cr^{3+} , the samples maintained a spinel structure, and the grains grow to a larger sizes. The near infrared absorptivity and infrared emissivity were increased with increasing Cr^{3+} content. The band gap of $\text{NiAl}_{2-x}\text{Cr}_x\text{O}_4$ spinel ceramics were decreased with increasing Cr^{3+} content based on calculation of the absorbance test results. The first-principles electronic structure calculations for NiAl_2O_4 and NiCr_2O_4 were performed. The high emissive spinel ceramics shows promising applications for energy-saving in high temperature thermal process equipment field.

C09-P15

硅基陶瓷型芯表面 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3$ 复合涂层的制备

闫军浩¹, 季惠明¹, 唐定中², 王丽丽², 姚建省², 李鑫², 牛书鑫²

1. 天津大学
2. 中国航发北京航空材料研究院

本文针对在定向和单晶空心叶片制造过程中发生的陶瓷硅基型芯与高温合金之间的界面反应问题, 在陶瓷硅基型芯表面制备 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3$ 复合涂层以抑制界面反应。

将 Al_2O_3 粉体均匀混合到钇溶胶或硝酸钇溶液中得到涂层料浆, 通过浸渍提拉法和低压空气喷涂法在陶瓷硅基型芯表面制备了 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3$ 复合涂层。 Al_2O_3 与 Y_2O_3 优异的高温稳定性使得它们作为涂层材料时可以充分抑制型芯与高温合金之间的界面反应。

在 1200°C 对涂层进行预烧结之后, 使得涂层本身以及涂层与基体间具有一定的结合强度。本文主要对比了浸渍提拉法和低压空气喷涂法两种制备方法, 以及以钇溶胶和硝酸钇溶液作为粘结剂时对涂层裂纹宽度的影响。通过 SEM、EDS 以及 XRD 对涂层进行表征。

结果显示, 采用低压空气喷涂方法, 以硝酸钇溶液为粘结剂时制备出的涂层最佳, 涂层平均厚度约为 $6\mu\text{m}$, 涂层表面较为平整, 含有少量微裂纹, 表面相组成为可以抑制界面反应发生的 Al_2O_3 相和 YAlO_3 (YAP) 相。

关键词: 陶瓷型芯; 涂层; 界面反应; 制备工艺

C09-P16

RTM+PIP 工艺制备高性能 $\text{SiC}_f/\text{SiBCN}$ 陶瓷基复合材料研究

刘伟, 谭僖, 曹雪, 李麒, 曹腊梅

中国航发北京航空材料研究院 先进高温结构材料重点实验室, 北京 100095

连续纤维增强 SiBCN 陶瓷基复合材料具有优异的轻质、耐高温、抗氧化和高韧性, 在航空发动机领域具有潜在的应用前景。本研究以连续 SiC 纤维为增强相、聚硼硅氮烷为 SiBCN 陶瓷前驱体, 在前驱体浸渍裂解工艺 (PIP) 的基础上, 引入树脂传递模塑 (RTM) 的对坯体致密化成型, 制备出性能致密度较高、力学优异的 $\text{SiC}_f/\text{SiBCN}$ 陶瓷基复合材料, 其开气孔率低于 5%, 室温弯曲强度达 683MPa , 1400°C 弯曲强度达 603MPa 。

关键词: RTM 成型; SiBCN 陶瓷; 陶瓷基复合材料; 聚硼硅氮烷

C09-P17

高活性粉体原料制备高性能的 $\text{MgTiO}_3\text{-CaTiO}_3$ 微波介质陶瓷

袁世逢, 宁凡凡, 章天金*

材料科学与工程学院, 湖北大学, 武汉, 430062

本文以高活性的 MgO 微粉为原料制备 MgTiO_3 粉体, 采用传统固相反应法制备出具有高 $Q \times f$ 值、近零的 τ_f 值的 $(1-x)\text{MgTiO}_3\text{-}x\text{CaTiO}_3$ ($0.04 \leq x \leq 0.07$) 微波介质陶瓷材料, 研究了配方组成和烧结温度对陶瓷材料的微观结构以及微波介电性能的影响。研究表明, 当 CaTiO_3 含量的为 0.05 时可以得到较高的 $Q \times f$

值和近零的 τ_f 值,当烧结温度为 1300°C 时样品可以得到最佳的微波介电性能: $\epsilon_r=19.480$, $Q \times f = 85449.8$ GHz, $\tau_f = -4.68$ ppm/°C。使用高活性的粉体原料可以在反应温度 1150°C 下合成具有较高烧结活性的 $MgTiO_3$ 粉体,从而在相对较低的温度下实现 $MgTiO_3$ - $CaTiO_3$ 微波介质陶瓷的烧结,有效地避免晶粒过长,得到具有高 $Q \times f$ 值的陶瓷样品。

关键词: 微波介质陶瓷; 微波介电性能; $Q \times f$ 值; $MgTiO_3$ - $CaTiO_3$

仅发表论文

C09-PO01

以 Sm_2O_3 - Al_2O_3 为助剂烧结 SiC 陶瓷

江涌, 吴澜尔, 李嘉丽.

北方民族大学 750021

碳化硅陶瓷因具有高硬度、耐磨等优点可在很多领域中应用。但由于其强的共价键而难烧结,因此往往要添加烧结助剂才能将其烧结成瓷。本文采用添加稀土氧化物 Sm_2O_3 与 Al_2O_3 形成 Sm_2O_3 - Al_2O_3 烧结助剂体系进行碳化硅陶瓷的烧结研究。在烧结方法上主要采用热压烧结的方式,同时进行了常压烧结以及不同温度烧结试样的对比。在组分配比上以确定的烧结助剂含量,并以 Sm_2O_3 - Al_2O_3 二元相图为配方依据,主要考察了 Sm_2O_3 与 Al_2O_3 二元相图中的两个液相点和两个共晶点的配比对碳化硅陶瓷烧结的影响。结果表明,此烧结体系常压烧结试样的烧结性能差,烧失很大、收缩小;而热压烧结试样的烧结性能好,各配比在液相点附近烧结的试样硬度较好,多数在 17GPa。其中,8 Sm_2O_3 :92 Al_2O_3 助剂配比试样的硬度和断裂韧性都较好,1945°C 烧结试样的硬度值较大,可达 18GPa;1920°C 烧结试样的断裂韧性最好,可达 5MPa·m^{1/2} 以上。

关键词: SiC; Sm_2O_3 - Al_2O_3 ; 烧结助剂; 烧结性能

C09-PO02

CaS:Eu 红色荧光粉发射光谱的温度依赖特性研究

张娜¹, 罗素琴¹, 李海利¹, 张偲雨¹, 程仁菊¹, 蒋斌², 杨柳¹

1. 重庆市科学技术研究院

2. 重庆大学

目的: 主要研究了 Mg、Ga 的掺杂对 CaS:Eu 红色荧光粉发射光谱的温度依赖特性。

方法: 固相合成的方法

结果: 随着环境温度的升高,掺杂 Mg、Ga 的红色荧光粉的发光强度呈快速衰减,发射光谱发生蓝移以及热致宽化现象。

结论: 采用位形坐标曲线讨论认为,由于较低激发态到较高激发态的反隧道效应使发射光谱呈现蓝移现象。随着温度升高,电子和声子间的相互作用增强,非辐射跃迁增强,发光快速衰减,光谱宽化。利用发光强度、光谱宽度与温度关系公式解释了热衰减加剧、光谱宽化趋势愈加明显的现象。

关键词: 发光; 陶瓷; 变温光谱

C09-PO03

微抽拉法制备 Al_2O_3 /GAP 共晶陶瓷的组织及生长机制

曹雪¹, 苏海军², 郭丰伟¹, 刘伟¹, 曹腊梅¹

1. 中国航发北京航空材料研究院

2. 西北工业大学

本文采用了微抽拉法制备 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GAP}$ 共晶陶瓷材料, 通过改变定向凝固工艺参数, 对共晶陶瓷熔体的结晶行为、微观组织形貌特征及演变规律进行了研究, 在此基础上分析讨论了 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GAP}$ 共晶陶瓷非规则共晶生长机制。

研究发现: 共晶组织由无规则均匀分布的六方型 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 和钙钛矿型 GAP (GdAlO_3) 两相组成, 不存在其他相; 两相间相互交错, 耦合生长, 形成连续贯穿的三维网状结构。

$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GAP}$ 共晶的凝固结晶行为符合非规则共晶生长理论模型, 晶体的生长速率、片层间距与结晶前沿平均过冷度存在类似 JH 模型的关系; 共晶两相比较高的熔化熵和凝固过程中较大的动力学过冷导致了 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GAP}$ 共晶陶瓷倾向于小平面/非小平面的共晶生长方式。

关键词: 微抽拉法; $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GAP}$; 非规则共晶; 生长机制

C09-PO04

A study on wear and corrosion resistance of plasma sprayed TiN-PEEK composite coatings

Xiangyuan Lu, Yanchun Dong, Yanbin Li

School of Materials Science and Engineering, Hebei University of Technology

The TiN-PEEK composite coatings were successfully prepared on carbon steel substrate by plasma spraying of TiN and PEEK powders using separate injection. The microstructure, phase composition, and wear resistance of the composite coatings were characterized by X-ray diffractometer (XRD) and scanning electron microscopy (SEM). The influence of load on friction coefficient and wear loss has been investigated and the wear mechanism was also analyzed. The corrosion behavior of composite coatings in simulated seawater were studied using potentiodynamic polarization and electrochemical impedance spectroscopy (EIS). The results show that the composite coating has lower friction coefficient and wear rate than TiN coating under the same load. The corrosion potential (E_{corr}) and corrosion current density (i_{corr}) of the composite coating were lower than that of the TiN coating, which prove that the composite coatings exhibited a better corrosion resistance.

C09-PO05

ZrB₂-SiC 复相陶瓷在高温下的摩擦氧化和磨损机制转变

陈浩, 罗钊, 马进保, 海万秀

北方民族大学 750021

以 WC 和 Al_2O_3 为对偶, 考察了热压烧结 ZrB₂-20 vol.% SiC 复相陶瓷在室温至 1000°C 的摩擦磨损特性。采用 SEM&EDS 和 XPS 分析了磨损表面的形貌和成分, 揭示了复相陶瓷在不同温度下的摩擦磨损机制。结果表明, 温度升高, ZrB₂-SiC 复相陶瓷的摩擦系数和磨损率先增大后减小; 速度 0.1 m/s, 载荷 5 N, 以 WC 为对偶的平均摩擦系数和磨损率在室温下分别仅为 0.4 和 $2.41 \times 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$; 以 Al_2O_3 为对偶, 复相陶瓷的平均摩擦系数和磨损率在 1000°C 分别为 0.35 和 $10^{-5} \text{ mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$; ZrB₂-SiC 复相陶瓷的磨损机制在室温下以机械磨损为主, 在 1000°C 主要是摩擦氧化磨损; 含对偶元素的摩擦氧化层的形成有利于摩擦系数的减小。

关键词: ZrB₂-SiC 复相陶瓷; 高温; 摩擦氧化; 磨损机制

C09-PO06

Luminescence Properties of Lu³⁺-doped YAG Prepared by a Solid-State Reaction Method

李海利, 陈晖

重庆市科学技术研究院 401123

Lu^{3+} 是制备发光材料常用的激活剂和敏化剂, 本文采用高温固相法制备出了 Lu^{3+} 掺杂的 YAG 荧光粉 $\text{Y}_{3-x-0.06}\text{Lu}_x\text{Al}_5\text{O}_{12}:0.06\text{Ce}$, 其中 $x=0-2.94$; 通过 X-射线衍射、扫描电镜、荧光光谱分析研究了其形貌、发

光特性等,我们发现添加少量的 Lu^{3+} 可以使 YAG 荧光粉的形貌变成更加规则的球形; 荧光测试结果显示, 室温下添加了 Lu^{3+} 的 YAG 荧光粉的荧光强度比未加 Lu^{3+} 的增强 12%, 并且随着 Lu^{3+} 浓度的增加, 峰值波长出现了蓝移; Lu^{3+} 的加入能够降低 YAG 荧光粉在温度升高时荧光强度的衰减, 在 185°C 时, Lu^{3+} 掺杂的 YAG 荧光粉的荧光强度衰减幅度比没有加 Lu^{3+} 的低 7%。

关键词: 固相反应法; 掺杂; 荧光粉; 发光性能

C09-PO07

Preparation and Characterization of Mechanical Properties of Hydroxyapatite/Carbon Nanotube Laminated ceramic Composites Consolidated by Spark Plasma Sintering

Ye Meng¹, Wenjiang Qiang², Jingqin Pang¹

1. Institute for Advanced Materials and Technology, University of Science and Technology Beijing

2. School of Materials Science and Engineering, University of Science and Technology Beijing

Laminated HAP-xCNTs/HAP-yCNTs ceramic composites were consolidated using a spark plasma sintering (SPS) technique at SPS temperature 1273K, pressure 40MPa and holding time 5min, and the effect of carbon nanotubes content and thickness of each layer on mechanical properties of the composites was investigated. It is demonstrated that the layer structure improves the flexural strength obviously. All the flexural strength of layered composite materials is higher than that of single HAP-CNTs ceramic, up to 112.4MPa. Since the matrix of each layer of the composite are HAP, only difference lies in the content of carbon nanotubes, thus avoiding the common problem of the interlayer bonding in other layered composites with different materials. In order to characterize the toughness of the layered composite, the stress-strain curve was compared. It shows that the existence of the layered structure improved the stress-strain behavior obviously.

C09-PO08

Characteristics of a hard amorphous SiCN ceramics made by electro-thermal CVD

Yi Xia

河南工业大学

The micro morphology and hardness of the amorphous SiCN ceramics prepared by electro-thermal pyrolysis CVD using liquid hexamethyldisilazane as precursor were investigated by scanning electron microscope and Rockwell apparatus. The influence of the high temperature (1300- 1900oC) and the vacuum on the hardness was discussed. The as-received SiCN ceramics exhibits dense cauliflower-like surface morphology characterized by disordered aggregation. It has high hardness (92HRB) and can retain up to 1300oC in vacuum, but it deteriorates violently as annealing temperature increases from 1300 oC to 1900 oC. It was attributed to the rapid decomposition and crystallization process of amorphous SiCN ceramics in vacuum. According to the results, a possible application of amorphous SiCN was proposed.

C09-PO09

石英玻璃纤维对氧化硅基陶瓷型芯尺寸及性能的影响

李鑫

北京航空材料研究院 100095

用于成形空心叶片复杂内腔结构的陶瓷型芯需要具备优良的尺寸精度、高低温强度、高温抗变形能力, 直接影响空心涡轮叶片的研制合格率, 因此研究陶瓷型芯制备新材料及工艺具有重要的现实意义。本文以石英玻璃纤维作为增强材料采用热压注法制备氧化硅基陶瓷型芯, 研究了石英玻璃纤维添加量和长度等对氧化硅基陶瓷型芯性能和尺寸的影响规律, 分析了纤维对陶瓷型芯的增强行为。研究表明, 石英玻璃

纤维可以明显起到抑制陶瓷型芯烧结收缩的作用,当石英玻璃纤维含量为 0.5%时,型芯的收缩率降低了 73%,抗弯强度达到 18.54MPa,溶蚀性提高了 80%以上;随着石英玻璃纤维的长度由 0.5mm 增加到 2mm,陶瓷型芯的烧结收缩率、高温挠度呈先增加后降低的趋势,抗弯强度则变化趋势较小。纤维在调控型芯材料尺寸过程中,表现出明显的各向异性。通过调整石英玻璃纤维的尺寸及添加量,可以有效调控陶瓷型芯的收缩率、抗弯强度、高温挠度、溶蚀性等性能,可满足氧化硅基陶瓷型芯在空心叶片定向凝固及脱芯的要求。

关键词:氧化硅基陶瓷型芯;石英玻璃纤维;抗弯强度;收缩率;空心叶片

C09-PO10

氧化锆纤维含量对陶瓷基摩擦材料性能的影响

张翔^{1,2},甘春雷²,黎小辉²,农登²,张辉¹

1. 湖南大学材料科学与工程学院
2. 广东省材料与加工研究所

目的:针对高档汽车用制动摩擦材料的应用要求,研究和开发低成本、高性能纤维增强陶瓷基摩擦材料。

方法:以氧化锆纤维做增强相,以价格低廉的工业废渣粉煤灰(主要含氧化铝)作基体材料,采用干法二次成型工艺制备了新型氧化锆纤维增强陶瓷基摩擦材料,研究了不同含量的氧化锆纤维对摩擦材料性能的影响规律,并与未添加氧化锆纤维的摩擦材料进行了性能对比。

结果与结论:氧化锆纤维增强陶瓷基摩擦材料密度为 $2.2\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$,在相同条件下氧化锆纤维增强陶瓷基摩擦材料磨损率远低于未添加氧化锆纤维的摩擦材料,且其摩擦系数较稳定。随着氧化锆纤维含量的增加,陶瓷基摩擦材料以脆性脱落和疲劳磨损混合磨损形式为主转变为磨粒磨损为主。

关键词:氧化锆纤维;陶瓷基摩擦材料;磨损

C09-PO11

Ga 的掺杂浓度对 CaS:Eu 红色荧光粉发射光谱及热淬灭性能的影响

张娜¹,程仁菊¹,罗素琴¹,李海利¹,张偲雨¹,蒋斌²,杨柳¹

1. 重庆市科学技术研究院
2. 重庆大学

目的:主要研究了 Ga 的掺杂浓度对 CaS:Eu 红色荧光粉发射光谱以及热淬灭性能的影响。

方法:固相合成的方法

结果:室温(RT)时,随着 Ga 掺杂量从 0 增大 0.2mol, CaS:Eu 红色荧光粉的发光强度逐渐降低、发射光谱呈宽化趋势; CaS:Eu 红色荧光粉发射光谱的峰值波长从 655 nm 蓝移到 653 nm。环境温度升高时,随着 Ga 掺杂量的增加, CaS:Eu 红色荧光粉的热淬灭性能逐渐加剧。

结论:采用位形坐标模型讨论认为,随着环境温度升高,电子和声子间的相互作用增强,非辐射跃迁增强,热淬灭性能加剧。利用发光强度、光谱宽度与温度关系公式解释了 Ga 掺杂量增加导致热淬灭性能加剧、光谱宽化趋势愈加明显的现象。

关键词:CaS:Eu; 荧光粉; 热淬灭

C09-PO12

热处理工艺对硅油改性石英纤维/石英复合材料性能的影响

翟萍,王洪升,韦其红,栾强,周长灵,邵长涛

山东工业陶瓷研究设计院有限公司 255031

目的:研究热处理工艺对硅油改性石英纤维/石英复合材料力学性能影响规律。

方法：以采用原工艺制备且样件质量已不再发生明显变化（即恒重）的针刺结构石英纤维增强熔融石英陶瓷复合材料作为实验对象，通过引入真空浸渍硅油-固化-热处理的工艺对其进行改性，使之致密化。文中讨论了真空浸渍硅油前后以及不同的热处理温度对复合材料的体积密度、拉伸、压缩和弯曲强度、模量等力学性能参数的影响及规律以及处理前后材料断面显微结构的变化情况。

结果：采用硅油改性工艺对针刺结构石英纤维增强熔融石英陶瓷复合材料进一步处理后，体积密度由最初的 1.482g/cm^3 最高可至 1.732g/cm^3 ，提升 16.9%；耐压强度 500°C 处理后的高达 84.4MPa ，增幅达 142%；拉伸强度低温时 18MPa ， 500°C 处理后 13MPa ；弯曲强度随温度升高，先升高后下降，在 160°C 处理时达最高值 43.2MPa ， 500°C 时 24MPa 。

结论：真空浸渍硅油-固化-热处理工艺对材料致密化效果显著，复合材料的耐压强度随处理温度升高而增大，拉伸强度随温度升高呈下降趋势，弯曲强度随温度升高，先升高后下降。

关键词：硅油；针刺结构；石英纤维/石英复合材料；热处理

C09-PO13

烧结工艺对 ITO 靶材金相结构的影响

刘秉宁^{1,2}，杜领会^{1,2}，左宁伟^{1,2}，征卫星^{1,2}，孟将^{1,2}

1. 西北稀有金属材料研究院
2. 稀有金属特种材料国家重点实验室

以氧化铟-氧化锡高纯单体纳米粉末为原料，经混合研磨，喷雾造粒，采用模压-冷等静压成型，氧气氛无压烧结工艺制备 ITO 靶材，利用金相腐蚀-SEM 方法，对 ITO 靶材金相组织进行观察。

研究了烧结工艺（烧结温度、烧结时间）对 ITO 靶材主相及二次相晶粒尺寸、形貌、分布及含量的影响。结果表明，在烧结温度为 $1550\text{-}1600^\circ\text{C}$ 、烧结时间 $6\text{-}20\text{h}$ 条件下制备的 ITO 靶材，金相组织呈现两相结构：主相为富铟 $\text{In}_2\text{O}_3\text{:Sn}$ 和富锡二次相 $\text{In}_4\text{Sn}_3\text{O}_{12}$ ，随着烧结温度的提高和保温时间延长，富铟相晶粒同步增大，富锡二次相体积含量降低，形貌结构由类圆化形状向狭长转变。

关键词：ITO 靶材；烧结；金相结构

C09-PO14

A 位掺杂 Ti_2AlN 陶瓷的制备及其在酸溶液中的腐蚀剥离行为

刘毅，李莹欣，李樊

陕西科技大学 710021

目的：为了实现 Ti_2AlN 陶瓷 Al 层原子的结构活化，使其选择性腐蚀剥离成为二维片层材料。

方法：以 Ga、In、Sn 三种单质元素对 A 位进行掺杂，结合 Ti、Al 和 TiN 原料粉体，按照一定摩尔比混合均匀，压制成片后进行 700°C 热爆反应，同时对反应粉体进行不同酸腐蚀处理。利用 X 射线衍射仪、扫描电子显微镜结合 X 射线能谱仪对热爆反应产物，以及酸腐蚀产物的物相，成分组成和微观结构进行了表征。

结果：（1）Al 位掺杂有 0.05Ga 、 0.03In 、 0.02Sn 的 $\text{Ti}_{10.9}\text{Al}_{10.9}\text{TiN}$ 混合粉料经 700°C 热爆反应，可以快速形成具有明显固溶效应的 Ti_2AlN 陶瓷。（2）Al 发生活化的 Ti_2AlN 陶瓷在不同酸溶液中呈现出了一定程度的腐蚀剥离行为，其中，在 HCl 中选择性腐蚀剥离最为明显，其腐蚀剥离产物为二维薄片，厚度小于 100nm 。

结论：Al 位掺杂 Ga、In、Sn 三种单质元素的 Ti_2AlN 陶瓷 Al 层原子的结构发生明显活化，其在一定浓度 HCl 溶液中表现有剥离行为。

关键词：钛铝氮陶瓷；固溶；腐蚀；剥离

C09-PO15

不同掺镧量 PMNT 基铁电透明陶瓷的透过率和电性能研究

马振猛

青岛大学 266000

目的：研究镧掺杂量对 PMNT 基透明陶瓷透光率和电学性能的影响。

方法：弛豫铁电透明陶瓷 0.88PMN-0.12PT 由固相反应法制备，并且经过氧气氛烧结和热压烧结制得。利用 X 射线衍射谱分析物相结构和纯度。利用扫描电子显微镜表征陶瓷内部晶粒分布、晶粒大小及致密度。利用铁电测试系统测得电滞回线，分析陶瓷的铁电性能。利用精密阻抗分析仪和低温探针台得到陶瓷的介电频谱、介电温谱等数据，研究陶瓷介电性能。利用紫外-可见分光光度计测得样品的透过率曲线，研究其透光性能。

结果：通过 X 射线衍射谱，确定固相反应合成的 PMNT 为纯的钙钛矿相结构。扫描图像显示陶瓷断面为穿晶断裂结构，没有气孔，致密度高。电滞回线显示，样品剩余极化和矫顽场较小，且随着镧掺杂量的增加电滞回线趋于细长。介电频谱

显示掺镧量 1% 的组分介电常数最大，之后随掺镧量增加介电常数减小。介电温谱显示各组分的介电温谱随着频率的增加，居里点下降且向高温方向移动。居里温度随掺镧量的增加呈下降趋势。透过率曲线显示掺镧量为 1% 的样品，在 900nm 附近透过率接近理论透过率 70%。

结论：利用固相合成法得到的铁电透明陶瓷为纯钙钛矿结构，且致密度高。随着掺镧量的增加，铁电性介电性减弱，弛豫性明显。通过制粉、压片和两部烧结，得到了透明度很高的 PMNT 基陶瓷。

关键词：铁电透明陶瓷；固相反应；致密度；钙钛矿相；透过率；介电常数

C09-PO16

共沉淀法制备纳米 LaPO₄ 粉体

董红英¹，双迎钗¹，任琦^{1,3}，马文^{2,3}

1. 内蒙古工业大学化工学院
2. 内蒙古工业大学材料学院
3. 内蒙古自治区薄膜与涂层重点实验室

本文以 NH₄H₂PO₄ 及 La(NO₃)₃ 为原料，采用共沉淀法制备了 LaPO₄ 纳米粉体。用热重-差示扫描量热仪，X 射线衍射和透射电镜研究了原料的组成以及热处理工艺等因素对煅烧后粉体的组成、微观形貌的影响，探讨了 LaPO₄ 粉体的合成机理。结果表明：NH₄H₂PO₄ 与 La(NO₃)₃ 摩尔比为 1:1 时制备的沉淀为六方相 LaPO₄·0.5H₂O，经 600℃ 煅烧后的粉体为六方相 LaPO₄，800℃ 煅烧后的粉末为单斜相 LaPO₄，1000℃ 煅烧后仍保持结晶完好的单斜相 LaPO₄，此时粉体的粒径约为 200nm。

关键词：共沉淀法；磷酸镧；纳米粉体