



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 109336632 B

(45) 授权公告日 2021.06.22

(21) 申请号 201811513497.1

C04B 35/14 (2006.01)

(22) 申请日 2018.12.11

C04B 35/622 (2006.01)

(65) 同一申请的已公布的文献号

C04B 35/626 (2006.01)

申请公布号 CN 109336632 A

审查员 张爽

(43) 申请公布日 2019.02.15

(73) 专利权人 江苏泰芯源科技有限公司

地址 221300 江苏省徐州市邳州市经济开发
区环城北路中国非晶城21号厂房

(72) 发明人 唐健江 王鹏冲 于方丽 张海鸿
李天麒

(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 高博

(51) Int. Cl.

C04B 35/80 (2006.01)

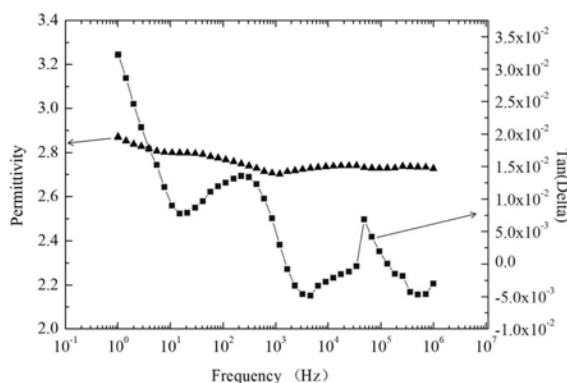
权利要求书1页 说明书5页 附图1页

(54) 发明名称

一种玻璃纤维增强石英陶瓷的制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种玻璃纤维增强石英陶瓷的制备方法,先将不同粒径的石英粉末按不同比例与玻璃纤维进行均匀混合得到A,在A中加入适量的聚乙烯醇和水进行造粒,将玻璃纤维或编织好的纤维布放置在成型模具腔体中,用造粒后的粉料填充缝隙,完成后混合压制成石英陶瓷坯体,将石英陶瓷坯体烘干,烘干后经高温烧结制成玻璃纤维增强石英陶瓷。本发明制备的玻璃纤维增强石英陶瓷,具有较低的介电常数,并且小范围内可调,浸渍后烧结使硅溶胶固化,保证了玻璃纤维增强石英陶瓷的强度。



1. 一种玻璃纤维增强石英陶瓷的制备方法,其特征在于,先将不同粒径的石英粉末按不同比例进行均匀混合得到A,在A中加入适量的聚乙烯醇和水进行造粒,将玻璃纤维或编织好的纤维布放置在成型模具腔体中,用造粒后的粉料填充缝隙,完成后混合压制成石英陶瓷坯体,将石英陶瓷坯体烘干,将烘干的石英陶瓷坯体放入高温烧结炉并包埋在1~50 μm 的石墨粉中,以3~10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至900~1400 $^{\circ}\text{C}$,保温1~3h后随炉冷却,在温度降至200 $^{\circ}\text{C}$ 后取出得到玻璃纤维增强石英陶瓷半成品,再放入浓度30~40%的硅溶胶中进行浸渍,将完成浸渍的玻璃纤维增强石英陶瓷半成品放入中温炉以1~10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至500~800 $^{\circ}\text{C}$,保温1~5h,随炉冷却,在温度降至200 $^{\circ}\text{C}$ 后得到玻璃纤维增强石英陶瓷。

2. 根据权利要求1所述的玻璃纤维增强石英陶瓷的制备方法,其特征在于,A中石英粉末的粒径分别为2~10 μm 和20~30 μm ,玻璃纤维的直径为10~20 μm ,长度为50~60 μm ,粒径2~10 μm 和20~30 μm 的石英粉末与玻璃纤维的质量比为4:1:5。

3. 根据权利要求1所述的玻璃纤维增强石英陶瓷的制备方法,其特征在于,A:聚乙烯醇:水的质量比为30:3:2。

4. 根据权利要求3所述的玻璃纤维增强石英陶瓷的制备方法,其特征在于,造粒时间为30~40min。

5. 根据权利要求4所述的玻璃纤维增强石英陶瓷的制备方法,其特征在于,制成石英陶瓷坯体的压力为10~50MPa。

6. 根据权利要求1所述的玻璃纤维增强石英陶瓷的制备方法,其特征在于,石英陶瓷坯体烘干处理的温度为100~200 $^{\circ}\text{C}$,保温时间为10~20h。

7. 根据权利要求1所述的玻璃纤维增强石英陶瓷的制备方法,其特征在于,将烘干的石英陶瓷坯体放入高温烧结炉并包埋在30 μm 的石墨粉中,调节升温速率8 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至1000 $^{\circ}\text{C}$,保温2.5h,结束后随炉冷,在温度降至200 $^{\circ}\text{C}$ 后取出,放入浓度36%的硅溶胶中进行浸渍,然后放入中温烧结炉,调节升温速率3 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至600 $^{\circ}\text{C}$,保温3.5h,结束后随炉冷,在温度降至200 $^{\circ}\text{C}$ 后取出得到玻璃纤维增强石英陶瓷成品。

一种玻璃纤维增强石英陶瓷的制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于复合材料制备技术领域,具体涉及一种玻璃纤维增强石英陶瓷的制备方法。

背景技术

[0002] 石英陶瓷是一种新型、高纯、耐高温的石英材料,以熔融石英或石英玻璃为原料,经过粉碎、成型、烧结等工艺制成的烧结体,它既保留了石英玻璃的诸多优点,又可采用陶瓷的一些生产工艺。石英陶瓷由于具有强度高、热稳定性好、热膨胀系数小、介电常数低、耐酸碱腐蚀性好、电绝缘性好、成本低等一系列优异性质。在钢铁冶金行业作为石英陶瓷炉底辊的应用,有效的解决了氧化和结瘤等问题。在浮法玻璃的生产过程中应用于锡槽过渡辊台以及退火窑用辊道的关键部件。精密直线电机驱动平台中,运动平台受直线电机初级部件发热影响最大,所以精密平台应选择导热系数和热膨胀系数小,对温度变化不敏感的材料,而石英陶瓷是此类平台的比较理想的陶瓷材料。石英陶瓷坩埚是太阳能电池用多晶硅铸锭炉的关键部件,它作为装载多晶硅原料的容器,太阳能产业每年以30%~40%的速度增长,从而带动了多晶硅铸锭炉的迅猛发展,对石英陶瓷坩埚的需求也与日俱增。作为天线罩而被广泛的应用到航空航天领域。但其制备工艺尚未成熟,未能产业化生产。

发明内容

[0003] 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,提供一种玻璃纤维增强石英陶瓷的制备方法,制备方法简便且制备出的石英陶瓷材料具有低介电常数性能,工艺简便,大大推进了石英陶瓷产业化历程。

[0004] 本发明采用以下技术方案:

[0005] 一种玻璃纤维增强石英陶瓷的制备方法,先将不同粒径的石英粉末按不同比例进行均匀混合得到A,在A中加入适量的聚乙烯醇和水进行造粒,将玻璃纤维或编织好的纤维布放置在成型模具腔体中,用造粒后的粉料填充缝隙,完成后混合压制成石英陶瓷坯体,将石英陶瓷坯体烘干,烘干后经高温烧结制成玻璃纤维增强石英陶瓷。

[0006] 具体的,A中石英粉末的粒径分别为2~10 μm 和20~30 μm ,玻璃纤维的直径为10~20 μm ,长度为50~60 μm ,粒径2~10 μm 和20~30 μm 的石英粉末与玻璃纤维的质量比为4:1:5。

[0007] 具体的,A:聚乙烯醇:水的质量比为30:3:2。

[0008] 进一步的,造粒时间为30~40min。

[0009] 更进一步的,制成石英陶瓷坯体的压力为10~50MPa。

[0010] 具体的,石英陶瓷坯体烘干处理的温度为100~200 $^{\circ}\text{C}$,保温时间为10~20h。

[0011] 具体的,将烘干的石英陶瓷坯体预处理得到石英陶瓷半成品,然后将石英陶瓷半成品包埋在1~50 μm 的石墨粉中进行烧结得到玻璃纤维增强石英陶瓷。

[0012] 进一步的,将石英陶瓷坯体以3~10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至900~1400 $^{\circ}\text{C}$,保温1~3h后随炉冷却,在温度降至200 $^{\circ}\text{C}$ 后得到石英陶瓷半成品。

[0013] 更进一步的,将陶瓷半成品放入浓度30~40%的硅溶胶中进行浸渍,然后放入中温炉以1~10℃/min升温至500~800℃,保温1~5h,随炉冷却,在温度降至200℃后得到玻璃纤维增强石英陶瓷。

[0014] 更进一步的,将石英陶瓷半成品放入高温烧结炉并包埋在30um的石墨粉中,调节升温速率8℃/min升温至1000℃,保温2.5h,结束后随炉冷,在温度降至200℃后取出,放入浓度36%的硅溶胶中进行浸渍,然后放入中温烧结炉,调节升温速率3℃/min升温至600℃,保温3.5h,结束后随炉冷,在温度降至200℃后取出得到玻璃纤维增强石英陶瓷成品。

[0015] 与现有技术相比,本发明至少具有以下有益效果:

[0016] 本发明一种玻璃纤维增强石英陶瓷的制备方法,通过玻璃纤维增强石英陶瓷,能有效降低石英陶瓷的介电常数,同时能提高石英陶瓷的力学性能。

[0017] 进一步的,不同粒径的石英粉混合能有效填充玻璃纤维的空隙,有效增加石英陶瓷的致密度,同时可以调整石英陶瓷的密度来调整介电常数性能。

[0018] 进一步的,A:聚乙烯醇:水的质量比为30:3:2,通过不同比例的混合能增加石英粉的粘度,使石英粉末与玻璃纤维更好的结合,便于成型。

[0019] 进一步的,10~50MPa压力能使干压坯体具有一定的强度和孔隙率,另外压力不能过大,避免玻璃纤维断裂。

[0020] 进一步的,烘干温度为100~200℃,保温时间为10~20h,排除干压坯体里的水分,保证水分的完全蒸发,避免高温烧结时开裂。

[0021] 进一步的,用1~50um的石墨粉包埋能避免石英陶瓷表面被氧化,防止受热不均,引起收缩不均。

[0022] 进一步的,玻璃纤维增强石英陶瓷的烧结温度在900~1400℃,升温速率能保证烘干的陶瓷坯体中的有机胶缓慢分解,烧结后的石英陶瓷不会产生气孔,保证有一定的结构强度。

[0023] 综上所述,本发明制备的玻璃纤维增强石英陶瓷,具有较低的介电常数,并且小范围内可调,浸渍后烧结使硅溶胶固化,保证了玻璃纤维增强石英陶瓷的强度。

[0024] 下面通过附图和实施例,对本发明的技术方案做进一步的详细描述。

附图说明

[0025] 图1为本发明实施例1的介电常数示意图。

具体实施方式

[0026] 本发明一种玻璃纤维增强石英陶瓷的制备方法,先将不同粒径的石英粉末按不同比例进行均匀混合得到A,在A中加入适量的聚乙烯醇和水进行造粒,将玻璃纤维或编织好的纤维布放置在成型模具腔体中,用造粒后的粉料填充缝隙,完成后混合压制成玻璃纤维增强石英陶瓷坯体,将石英陶瓷坯体放入干燥箱进行烘干,烘干后放入高温烧结炉控制在一定温度完成烧结制成玻璃纤维增强石英陶瓷半成品,然后将陶瓷半成品在硅溶胶中完成浸渍,之后放入中温炉控制一定温度完成固化制成玻璃纤维增强石英陶瓷。

[0027] 采用粒径2~10um和20~30um的石英粉末与直径10~20um,长度50~60um的玻璃纤维均匀混合使材料的密度得到提升,粒径2~10um和20~30um的石英粉末与玻璃纤维的

质量比为4:1:5。

[0028] 造粒时间为30~40min,A:聚乙烯醇:水的质量比为30:3:2。

[0029] 造粒完成后,控制压力10~50MPa压制成型得到石英陶瓷坯体。

[0030] 在干燥炉中控制温度100~200℃保温10~20h,使陶瓷坯体中的粘结剂与水分得以排出,避免烧结时开裂。

[0031] 将烘干的陶瓷坯体包埋在1~50um的石墨粉中进行烧结,保证其均匀受热,不发生翘曲与缩颈,调节升温速率3~10℃/min升温至900~1400℃,到温后保温1~3h,结束后随炉冷,在温度降至200℃后取出玻璃纤维增强石英陶瓷半成品。

[0032] 将陶瓷半成品放入30~40%浓度的硅溶胶中完成浸渍后取出清理干净表面。

[0033] 将完成浸渍的石英陶瓷半成品放入中温炉以1~10℃/min升温至500~800℃,保温1~5h,随炉冷却,在温度降至200℃后得到玻璃纤维增强石英陶瓷成品。

[0034] 为使本发明实施例的目的、技术方案和优点更加清楚,下面将结合本发明实施例中的附图,对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施例是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。通常在此处附图中的描述和所示的本发明实施例的组件可以通过各种不同的配置来布置和设计。因此,以下对在附图中提供的本发明的实施例的详细描述并非旨在限制要求保护的本发明的范围,而是仅仅表示本发明的选定实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有作出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

[0035] 实施例1

[0036] S1、称取2um石英粉100g、称取20um石英粉30g,放入混料机均匀混合20min完成混料。

[0037] S2、再在混料机中加入20g聚乙烯醇、5蒸馏水后,继续混合30min,完成造粒。

[0038] S3、称取直径10长度55um的玻璃纤维编织好的纤维布150g,放置在成型模具腔体中,将已经完成造粒的石英粉料,均匀铺在干压模具中,填充缝隙,在10MPa压力下压制成型得到玻璃纤维增强石英陶瓷坯体。

[0039] S4、将陶瓷坯体放置在干燥箱内,控制温度在100℃保温10h。

[0040] S5、将已经烘干的陶瓷坯体放入高温烧结炉并包埋在1um的石墨粉中,关闭炉门,调节升温速率3℃/min升温至1100℃,到温后保温1h,结束后随炉冷,在温度降至200℃后取出玻璃纤维增强石英陶瓷半成品。

[0041] S6、将玻璃纤维增强石英陶瓷半成品放入30%浓度的硅溶胶中完成浸渍后取出清理干净表面;

[0042] S7、将完成浸渍的玻璃纤维增强石英陶瓷半成品放入中温炉以2℃/min升温至550℃,保温3h,随炉冷却,在温度降至200℃后得到玻璃纤维增强石英陶瓷成品。

[0043] 实施例2

[0044] S1、称取6um石英粉130g、称取25um石英粉35g,放入混料机均匀混合25min完成混料。

[0045] S2、再在混料机中加入25g聚乙烯醇、10g蒸馏水后,继续混合35min,完成造粒。

[0046] S3、称取直径10长度60um的玻璃纤维编织好的纤维布170g,放置在成型模具腔体中,填充缝隙,将已经完成造粒的石英粉料,均匀铺在干压模具中,在25MPa压力下压制成型

得到玻璃纤维增强石英陶瓷坯体。

[0047] S4、将陶瓷坯体放置在干燥箱内,控制温度在150℃保温15h。

[0048] S5、将已经烘干的陶瓷坯体放入高温烧结炉并包埋在15um的石墨粉中,关闭炉门,调节升温速率5℃/min升温至1200℃,到温后保温1.5h,结束后随炉冷,在温度降至200℃后取出玻璃纤维增强石英陶瓷半成品。

[0049] S6、将玻璃纤维增强石英陶瓷半成品放入35%浓度的硅溶胶中完成浸渍后取出清理干净表面;

[0050] S7、将完成浸渍的玻璃纤维增强石英陶瓷半成品放入中温炉以3℃/min升温至580℃,保温3.5h,随炉冷却,在温度降至200℃后得到玻璃纤维增强石英陶瓷成品。

[0051] 实施例3

[0052] S1、称取8um石英粉140g、称取28um石英粉40g,放入混料机均匀混合28min完成混料。

[0053] S2、再在混料机中加入28g聚乙烯醇、12g蒸馏水后,继续混合38min,完成造粒。

[0054] S3、称取直径20长度60um的玻璃纤维编织好的纤维布180g,放置在成型模具腔体中,填充缝隙,将已经完成造粒的石英粉料,均匀铺在干压模具中,在35MPa压力下压制成型得到玻璃纤维增强石英陶瓷坯体。

[0055] S4、将陶瓷坯体放置在干燥箱内,控制温度在180℃保温18h。

[0056] S5、将已经烘干的陶瓷坯体放入高温烧结炉并包埋在30um的石墨粉中,关闭炉门,调节升温速率8℃/min升温至1300℃,到温后保温2.5h,结束后随炉冷,在温度降至200℃后取出玻璃纤维增强石英陶瓷半成品。

[0057] S6、将玻璃纤维增强石英陶瓷半成品放入33%浓度的硅溶胶中完成浸渍后取出清理干净表面;

[0058] S7、将完成浸渍的玻璃纤维增强石英陶瓷半成品放入中温炉以4℃/min升温至600℃,保温2.5h,随炉冷却,在温度降至200℃后得到玻璃纤维增强石英陶瓷成品。

[0059] 实施例4

[0060] S1、称取10um石英粉150g、称取30um石英粉50g,放入混料机均匀混合30min完成混料。

[0061] S2、再在混料机中加入30g聚乙烯醇、15g蒸馏水后,继续混合40min,完成造粒。

[0062] S3、称取直径15长度55um的玻璃纤维200g,放置在成型模具腔体中,将已经完成造粒的石英粉料,均匀铺在干压模具中,填充缝隙,在50MPa压力下压制成型得到玻璃纤维增强石英陶瓷坯体。

[0063] S4、将陶瓷坯体放置在干燥箱内,控制温度在200℃保温20h。

[0064] S5、将已经烘干的陶瓷坯体放入高温烧结炉并包埋在50um的石墨粉中,关闭炉门,调节升温速率10℃/min升温至1400℃,到温后保温3h,结束后随炉冷,在温度降至200℃后取出玻璃纤维增强石英陶瓷半成品。

[0065] S6、将玻璃纤维增强石英陶瓷半成品放入34%浓度的硅溶胶中完成浸渍后取出清理干净表面;

[0066] S7、将完成浸渍的玻璃纤维增强石英陶瓷半成品放入中温炉以2℃/min升温至650℃,保温2h,随炉冷却,在温度降至200℃后得到玻璃纤维增强石英陶瓷成品。

[0067] 实施例5

[0068] S1、称取4um石英粉110g、称取22um石英粉32g,放入混料机均匀混合23min完成混料。

[0069] S2、再在混料机中加入22g聚乙烯醇、7g蒸馏水后,继续混合32min,完成造粒。

[0070] S3、称取直径10长度50um的玻璃纤维160g,放置在成型模具腔体中,将已经完成造粒的石英粉料,均匀铺在干压模具中,填充缝隙,在15MPa压力下压制成型得到玻璃纤维增强石英陶瓷坯体。

[0071] S4、将陶瓷坯体放置在干燥箱内,控制温度在120℃保温12h。

[0072] S5、将已经烘干的陶瓷坯体放入高温烧结炉并包埋在20um的石墨粉中,关闭炉门,调节升温速率6℃/min升温至1300℃,到温后保温2h,结束后随炉冷,在温度降至200℃后取出玻璃纤维增强石英陶瓷半成品。

[0073] S6、将玻璃纤维增强石英陶瓷半成品放入37%浓度的硅溶胶中完成浸渍后取出清理干净表面;

[0074] S7、将完成浸渍的石英陶瓷半成品放入中温炉以5℃/min升温至700℃,保温2h,随炉冷却,在温度降至200℃后得到玻璃纤维增强石英陶瓷成品。

[0075] 请参阅图1,其中,正方形表示为介电常数,三角形为介电常数的损耗,通过本发明制备的玻璃纤维增强石英陶瓷,具有较低的介电常数和介电损耗,并且小范围内可调,浸渍后烧结使硅溶胶固化,保证了玻璃纤维增强石英陶瓷的强度,工艺简单,生产周期短。

[0076] 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。

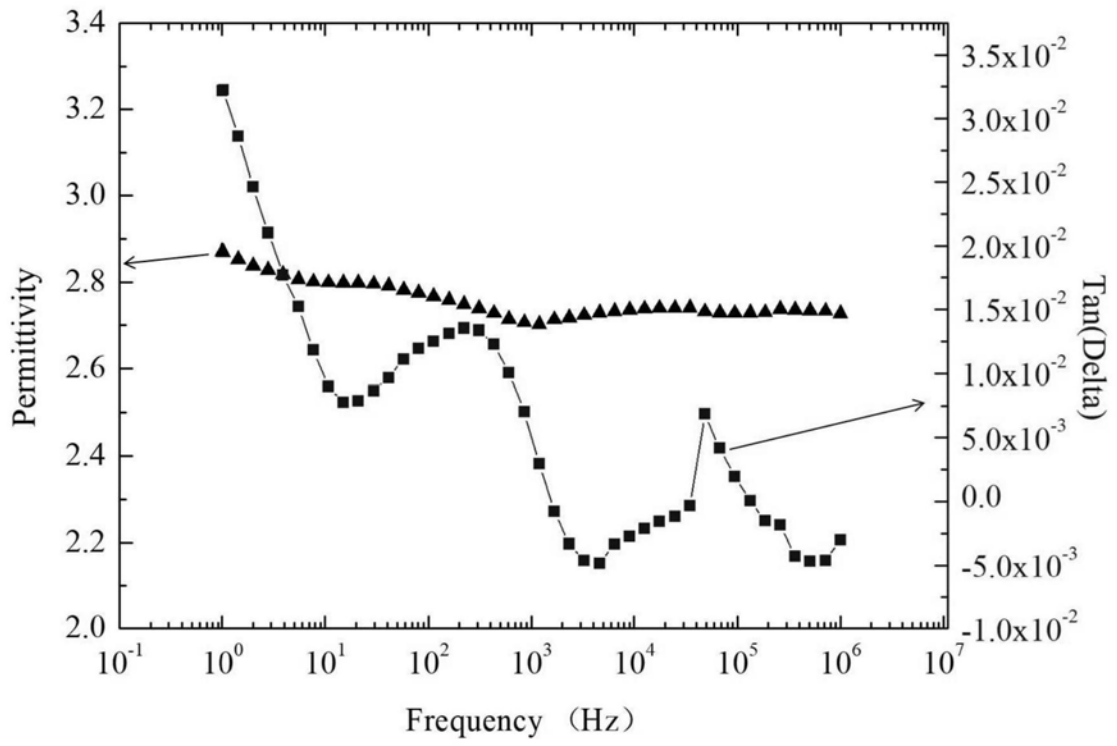


图1