高温熔剂法制备硼酸铝晶须的研究

赵铭姝 翟玉春 田彦文
(东北大学材料与冶金学院,沈阳 110006)

摘 要 研究了高温熔剂法制备 $9Al_2O_3 \cdot 2B_2O_3$ 的方法。通过正交试验,利用方差和极差分析法对生长硼酸铝晶须的反应条件进行了优化,找出了生长硼酸铝晶须的最佳工艺条件。结果表明,在高温熔剂法制备晶须的过程中,反应温度、氧化硼和氧化铝的摩尔配比及恒温时间为主要因素。并在最佳工艺条件下制得晶须的长径比50～100。

关键词 硼酸铝晶须;高温熔剂法;制备工艺
分类号 TQ128.54

随着宇宙航天和重型机械工业的深入发展,当前对新型复合材料增强剂的开发和性能的改善,即对纤维、晶须的研究是非常必要的。与耐热无机纤维一样,近年来,对晶须,特别是对陶瓷晶须的机械性质和生长机理的研究已成为当前国际上材料科学研究的重点之一。硼酸铝晶须的晶体结构属于正交系,其点阵参数a = 0.768nm,b = 1.498nm,c = 0.565nm[1]。该种晶须具有优良的物理性质和化学稳定性,它的高强度取决于晶体的完整无缺,由于其直径细到容纳不下常见材料的空隙和位错等缺陷,因此其机械强度接近于原子结合力的理论极限,远远超过一般块状材料。目前在纤维增强金属基复合材料中研究最多、最成型的是对铝的研究,而碳化硅晶须被认为是铝基复合材料最佳增强剂。但又由于价格昂贵使其在应用中受到局限。而近年来发展起来的硼酸铝晶须在增强铝基方面的各种性能可以与碳化硅晶须相媲美,其价格仅为碳化硅晶须的三十分之一[2,3]。这无疑会进一步扩展纤维增强金属复合材料的应用领域。日本已形成了硼酸铝晶须的商业化生产,而在我国的研究还很少,也没有形成工业化的生产。为此,进行硼酸铝晶须的研究,探索硼酸铝晶须制备工艺,降低成本,为硼酸铝晶须工业化生产提供合理的工艺参数是非常必要的。

1 实验过程

1.1 实验设备

硅碳棒管式炉,DWK-702温控仪,XSS-2生物显微镜,HG101-1A电热鼓风干燥箱,TG3284分析天平。

1.2 实验内容

以玻璃态、粉末态 B_2O_3 作为硼源、$Al(OH)_3$ 超细粉作为铝源。按一定的摩尔比计算,称取一定质量的原料,加入适量的熔剂A,混合研磨数分钟后,放入刚玉坩埚内,置于Si-C棒炉中,加热至1280 ℃左右,恒温一定时间后,冷却至室温后取出试样。通过正交试验确定最佳工艺条件。

1.3 正交试验表的建立

以得到的晶须产率作为衡量指标来判定最佳工艺条件。产率计算公式:(晶须质量/原料质量)×100 %。

A 因素:反应温度 A_1:1260 ℃;A_2:1280 ℃;A_3:1300 ℃;A_4:1320 ℃。

B 因素:恒温时间 B_1:7h;B_2:8h;B_3:9h;B_4:10h。

C 因素::B_2O_3,$Al(OH)_3$ 之间的配比。

(注:因为 $2Al(OH)_3 = Al_2O_3 + 3H_2O$,所以 $Al(OH)_3$,B_2O_3 的配比可转化为 Al_2O_3,B_2O_3 之间

收稿日期:1997-09-27.
赵铭姝,硕士研究生. 东北大学研究生院412信箱,110006.

© 1994-2006 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

的配比。)

C_1: 9:2; C_2: 3:1; C_1: 9:1; C_4: 9.5:0.5。

D 因素:熔剂 A 加入量(g) D_1:40 %; D_2:50 %; D_3:60 %; $D_4$70 %。

通过 *A*, *B*, *C*, *D* 因素的设定建立正交试验表入表 1。

表 1 正交试验表

Table 1 Orthogonal Perpendicular Design

序号	A	B	C		D		产率
		h	B_2O_3	$Al(OH)_3$	%	g	%
1	1260	7	0.52	5.29	40	3.87	60
2	1260	8	0.74	5.06	50	5.80	50
3	1260	9	0.27	5.53	60	8.70	55
4	1260	10	0.13	5.67	70	13.53	85
5	1280	8	0.27	5.53	70	13.53	65
6	1280	7	0.13	5.67	60	8.70	52
7	1280	10	0.52	5.29	50	5.80	60
8	1280	9	0.74	5.06	40	3.87	50
9	1300	9	0.13	5.67	50	5.80	70
10	1300	10	0.27	5.53	40	3.87	75
11	1300	7	0.74	5.06	70	13.53	90
12	1300	8	0.52	5.29	60	8.70	80
13	1320	10	0.74	5.06	60	8.70	90
14	1320	9	0.52	5.29	70	13.53	93
15	1320	8	0.13	5.67	40	3.87	67
16	1320	7	0.27	5.53	50	5.80	50

2 结果分析

2.1 方差分析

方差分析法的基本特点是把总的变动平方和分解为因素的变动平方和与误差的变动平方和两个部分,并计算出因素的平均变动与误差的平均变动;然后,用 F 检验法对因素进行显著性检验。具体计算数据如表 2 所示。由 F 表查得:

表 2 方差分析表

Table 2 Variance Analysis Form

方差来源	变动平方和	自由度	平均变动	F 值	显著性
A	1284.50	3	416.17	23.57	*
B	489.00	3	163.00	8.97	
C	308.50	3	102.83	5.66	
D	1476.50	3	492.17	27.09	*
S_e	54.50	3	18.17		

(注:“ * ”表示因素显著, S_e 表示标准误差)。

$F_{0.05}(3,3) = 9.28$; $F_{0.01}(3,3) = 29.46$

$F_D > F_{0.05}$ 因素 *D* 显著; $F_A > F_{0.05}$ 因素 *A* 显著。

$F_B < F_{0.01}$ 因素 *B* 不显著; $F_C < F_{0.01}$ 因素 *C* 不显著。

显著因素的水平应选取使产率高的水平,不显著因素的水平可结合实际选取,这样所选取的结果是: $A_4B_3C_1D_4$。

2.2 极差分析

极差分析法的计算值如表 3 所示。

表 3 极差分析表

Table 3 Range Analysis Form

序号	A	B	C	D	产率(%)
1	1	1	1	1	60
2	1	2	2	2	50
3	1	3	3	3	55
4	1	4	4	4	85
5	2	2	3	4	65
6	2	1	4	3	52
7	2	4	1	2	60
8	2	3	2	1	50
9	3	3	4	2	70
10	3	4	3	1	75
11	3	1	2	4	90
12	3	2	1	3	80
13	4	4	2	3	90
14	4	3	1	4	93
15	4	2	4	1	67
16	4	1	3	2	50
Ⅰ	250	252	293	252	
Ⅱ	227	262	280	230	
Ⅲ	315	268	245	277	
Ⅳ	300	310	274	333	
R	88	58	48	103	

通过方差分析方法和极差分析方法均可看出,影响生长晶须的最显著因素是反应温度和熔剂量 A 加入;较为显著因素为恒温时间及原料配比。

2.3 最佳工艺的应证结果

在最佳工艺条件下制得的晶须形貌如图 1 和图 2 所示,可见在 $A_4B_3C_1D_4$ 工艺条件下得到了质量好的晶须,进而验证了正交试验结果。

3 结 论

(1) 在高温熔剂法制晶须过程中,反应温度,原料配比,恒温时间,熔剂 A 的加入量对晶须产率有相互制约作用,而反应温度与熔剂加入量为最显著影响因素。

(2) 高温熔剂法生长硼酸铝晶须的最佳工艺条件:反应温度在 1280～1320 ℃;氧化硼和氧化

© 1994-2006 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

铝的配比是 1 :4. 5 ;恒温时间约为 9h ,熔剂加入量为 70 %。

(3) 在最佳工艺条件下制得了长径比 50～100 的硼酸铝晶须。

图 1　硼酸铝晶须 SEM 照片

Fig. 1　SEM photo of aluminum borate whisker

图 2　硼酸铝晶须 SEM 照片

Fig. 2　SEM photo of aluminum borate whisker

参 考 文 献

1 [美]J. 德尔蒙特. 碳纤维和石墨纤维复合材料技术. 上海:上海科学出版社 ,1987. 132

2 林启昭. 高分子材料及应用. 北京:中国铁道出版社 ,1988. 26

3 [日]乌村昭治. 开拓未来的尖端材料. 姜作义翻译. 北京:冶金工业出版社 ,1988. 13

The Technique of Alumina Borate Whisker with High - Temperature Solvent Method

Zhao　Mingshu　　Zhai　Yuchun　　Tian　Yanwen

(Northeastern University Institute of Material-Matellergy , Shenyang 110006)

Abstract　The manufacture of aluminum borate whisker by high - temperature solvent method was studied. The optimum technological condition of HTS was obtained through perpendicular experiments. The result was that the main factors influencing aluminum borate whisker were reaction temperature , molar ratio of B_2O_3 and $Al(OH)_3$, homothermal time. The productivity whisker whose lenth - radia was produced under the optimum technolocal condition.

Key words　Alumium borate whiskers; high temperature solvent technological condition

© 1994-2006 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net