

## 粉末注射成形制备薄壁 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{B}_4\text{C}$ 环形芯块

马 亮, 杨 静, 王继平, 许 奎

### Preparation of $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-B}_4\text{C}$ thin-wall tube pellet by powder injection molding

MA Liang, YANG Jing, WANG Ji-ping, and XU Kui

在线阅读 View online: <https://doi.org/10.19591/j.cnki.cn11-1974/tf.2020010003>

## 您可能感兴趣的其他文章

### Articles you may be interested in

#### 粉末注射成形钛合金粘结剂体系的研究进展

Research progress of titanium alloy binder system for powder injection molding

粉末冶金技术. 2021, 39(6): 563-572

#### 粉末注射成形钛合金的脱脂和烧结性能

Debinding and sintering properties of titanium alloys prepared by powder injection molding

粉末冶金技术. 2021, 39(5): 410-416

#### 粉末冶金法制备铝基碳化硼复合材料的研究进展

Research on powder metallurgy process for preparing aluminum matrix boron carbide composites

粉末冶金技术. 2019, 37(6): 461-467

#### 热等静压法制备大尺寸铝基碳化硼复合材料及性能研究

Fabrication and properties of large size aluminum-based boron carbide composites by hot isostatic pressing

粉末冶金技术. 2020, 38(2): 132-137

#### 核反应堆用碳化硼芯块常压烧结工艺研究

Study on pressless sintering of  $\text{B}_4\text{C}$  pellets used in nuclear reactors

粉末冶金技术. 2017, 35(1): 53-56,67

#### $\text{B}_4\text{C}$ 对M3:2粉末冶金高速钢组织与力学性能的影响

Influence of  $\text{B}_4\text{C}$  on the microstructure and mechanical properties of M3:2 powder metallurgy high-speed steel

粉末冶金技术. 2017, 35(6): 427-433



关注微信公众号, 获得更多资讯信息

# 粉末注射成形制备薄壁 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--B}_4\text{C}$ 环形芯块

马 亮<sup>1)</sup>, 杨 静<sup>1)✉</sup>, 王继平<sup>2)</sup>, 许 奎<sup>1)</sup>

1) 中国核动力研究设计院反应堆燃料及材料重点实验室, 成都 610041    2) 西安交通大学金属材料强度国家重点实验室, 西安 710049

✉通信作者, E-mail: [917295581@qq.com](mailto:917295581@qq.com)

**摘 要** 使用多组元蜡基粘结剂, 通过粉末注射成形工艺, 结合溶剂脱脂和热脱脂, 成功烧结制备出壁厚为 0.7 mm 的近净尺寸环形  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--B}_4\text{C}$  薄壁管。结果表明, 当石蜡占粘结剂质量分数 45% 时, 喂料具有较低的黏度和较好的抗弯强度; 当固相体积分数为 58% 时, 喂料在保证低黏度的前提下具有良好性能。当烧结温度在 1550 °C 至 1650 °C 范围内时, 芯块相对密度及抗弯强度随温度上升而增高; 当烧结温度达到 1650 °C 时, 芯块的密度及强度有所下降, 芯块密度随  $\text{B}_4\text{C}$  粒度增大而增大, 抗弯强度随粒度增大先增大后减小。

**关键词** 环形薄壁芯块; 粉末注射成形; 氧化铝; 碳化硼

**分类号** TQ133.4

## Preparation of $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--B}_4\text{C}$ thin-wall tube pellet by powder injection molding

MA Liang<sup>1)</sup>, YANG Jing<sup>1)✉</sup>, WANG Ji-ping<sup>2)</sup>, XU Kui<sup>1)</sup>

1) Key Laboratory for Reactor Fuel and Materials, Nuclear Power Institute of China, Chengdu 610041, China

2) State Key Laboratory for Mechanical Behavior of Materials, Xi'an Jiaotong University, Xi'an 710049, China

✉Corresponding author, E-mail: [917295581@qq.com](mailto:917295581@qq.com)

**ABSTRACT** The annular  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--B}_4\text{C}$  thin wall tube with the wall thickness of near 0.7 mm was successfully sintered by powder injection molding combined with the solvent degreasing and thermal degreasing, using the multi-component wax-based binder. The results show that, when the paraffin mass fraction is 45%, the feedstock has the lower viscosity and the better bending strength. When the solid phase volume fraction is 58%, the feedstock has the good performance in the premise of low viscosity. When the sintering temperature is in the range of 1550 °C to 1650 °C, the relative density and the bending strength of the pellets increase with the increase of temperature. When the sintering temperature reaches 1650 °C, the density and strength of the pellets begin to decrease slightly, the density increases with the increase of the  $\text{B}_4\text{C}$  particle size, and the bending strength increases first and then decreases with the increase of particle size.

**KEY WORDS** annular thin-wall tube pellet; powder injection molding; alumina; boron carbide

为提高燃料燃耗、控制初始反应性, 须在现代压水堆中加入不同形式的可燃毒物以展平中子通量。可燃毒物在反应堆中主要有两种存在形式, 一种是

独立存在的离散型可燃毒物, 如硼硅玻璃毒物棒和湿式环形可燃毒物棒 (WABA); 另一种是与燃料结合的整体型可燃毒物, 如在燃料表面涂上一层硼

收稿日期: 2020-04-20

DOI: [10.19591/j.cnki.cn11-1974/tf.2020010003](https://doi.org/10.19591/j.cnki.cn11-1974/tf.2020010003); <http://pmt.ustb.edu.cn>

化铝制得的整体燃料可燃吸收体 (IFBA) 和稀土氧化物 ( $\text{Er}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Gd}_2\text{O}_3$ ) 掺杂的燃料芯块<sup>[1-2]</sup>。在各种可燃毒物中, 湿式环形可燃毒物棒由于较低的包壳吸收和末期反应性惩罚被广泛应用在各种反应堆中, 我国从美国引进的 AP1000 型反应堆即选择湿式环形可燃毒物棒作为可燃毒物<sup>[3-4]</sup>。湿式环形可燃毒物棒是由美国西屋公司开发的一种可燃毒物芯块, 它由双层锆包壳管和装在锆包壳管中的环形  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{B}_4\text{C}$  芯块组成, 其中环形  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{B}_4\text{C}$  芯块由于长径比较大, 壁厚较薄 (0.5~1.0 mm), 采用传统粉末冶金方法加工成本较高。在制作  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{B}_4\text{C}$  芯块时, 美国西屋公司<sup>[5]</sup>采用冷等静压成形结合后加工的方式。Huang 等<sup>[6]</sup>曾尝试通过凝胶注模工艺制备环形  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{B}_4\text{C}$  芯块, 但由于壁厚尺寸精度控制较为困难, 且可重复性较差, 未能制备出壁厚小于 1.2 mm 的环形芯块。

粉末注射成形是一种较为新颖的近净成形方式, 其将传统的粉末冶金与注射成形工艺相结合, 通过混料、注射、脱脂、烧结等步骤, 可近净尺寸批量制备出具有复杂外形的陶瓷或金属产品, 制得的产品一致性高, 性能与传统粉末冶金制备出的产品一致<sup>[7-14]</sup>。

本文通过粉末注射成形工艺制备薄壁的环形  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{B}_4\text{C}$  芯块, 通过改变蜡基粘结剂中石蜡质量分数及固相体积分数, 分析其对注射生坯工艺及烧结坯性能的影响, 并对  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{B}_4\text{C}$  复合芯块的烧结特性进行了研究, 最终成功制备出壁厚 0.7 mm 的薄壁  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{B}_4\text{C}$  环形芯块。

## 1 实验材料及方法

实验中使用的  $\text{Al}_2\text{O}_3$  粉末由河南济源兄弟材料公司提供, 其中  $D_{50}$  为 0.5  $\mu\text{m}$ ;  $\text{B}_4\text{C}$  粉末由吉林敦化正兴磨料公司提供,  $D_{50}$  分别取 0.5、5.0、20.0、40.0  $\mu\text{m}$ ; 聚丙烯 (PP) 为兰州石化公司提供; 高密度聚乙烯 (HDPE) 由大庆石化提供; 硬脂酸 (SA) 为四川天宇油脂化学公司提供; 石蜡 (PW) 为大庆石化提供的 58 号半精炼石蜡。

先将  $\text{Al}_2\text{O}_3$  和  $\text{B}_4\text{C}$  粉末按照 86:14 质量比加入  $\text{Al}_2\text{O}_3$  球磨罐中, 球料比为 2:1, 干法球磨预混合 1 h。将预混好的粉末加入 KY-SW45 型密炼机中, 190  $^{\circ}\text{C}$  预热 1 h, 转子转速 20  $\text{r}\cdot\text{min}^{-1}$ , 再加入高熔点的高密度聚乙烯和聚丙烯, 在 190  $^{\circ}\text{C}$ 、50  $\text{r}\cdot\text{min}^{-1}$  转子转速下混合 90 min, 混合均匀后将密炼室温度降至 165  $^{\circ}\text{C}$ , 加入硬脂酸和石蜡, 混合 1 h 后自然冷却, 然后在造粒机中造粒 10 次, 保证混料均匀。

在固相体积分数为 55% 情况下, 固定高密度聚乙烯和聚丙烯质量比为 1:1, 设置硬脂酸占粘结剂质量分数 5%, 改变石蜡在粘结剂中占比, 观察粘结剂中石蜡质量分数对体系黏度及生坯强度的影响。在固定粘结剂质量比为 HDPE:PP:PW:SA=25:25:45:5 情况下, 分别观察粘结剂体积分数为 50%、55%、58%、60% 时, 喂料黏度及生坯强度的变化规律。

混料造粒完成后, 将造粒获得的喂料加入注射机中, 在 145  $^{\circ}\text{C}$  的注射温度, 13 MPa 的注射压力下注射成形, 分别获得薄壁环形生坯和尺寸为 4 mm×5 mm×40 mm 条状生坯。将注射生坯在 50  $^{\circ}\text{C}$  的正己烷中溶剂脱脂 4 h, 然后转移至刚玉坩埚中, 使用 80 目刚玉砂作为埋料, 在真空脱脂炉中进行热脱脂。根据图 1 所示的溶剂脱脂坯热重分析 (thermogravimetric analysis, TGA) 曲线制定图 2 所示升温制度。脱脂完成后, 以 10  $^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$  的升温速度升温, 在不同温度的氩气气氛下对环形芯块进行烧结。

实验中喂料的流变性能由 Gottfert RG120 型毛细管流变仪测定, 测试温度为 145  $^{\circ}\text{C}$ , 剪切速率

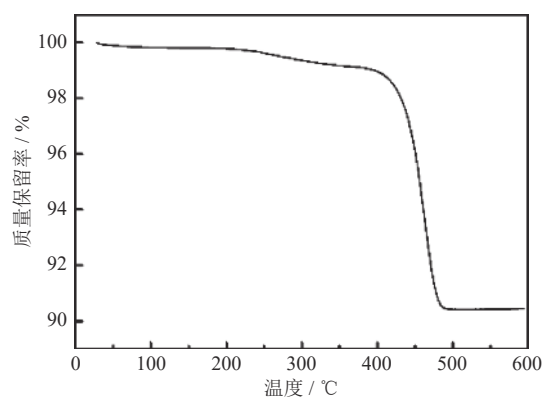


图 1 溶剂脱脂坯的热重分析曲线

Fig.1 TGA curve of the solvent degreased billet

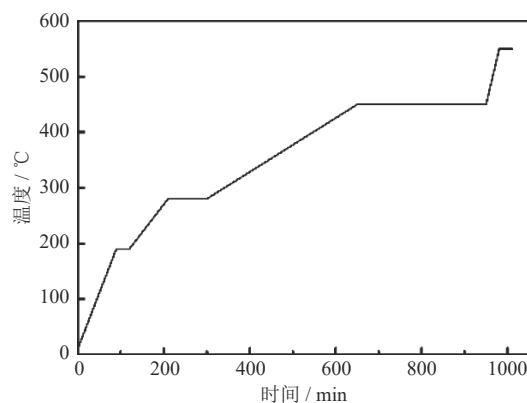


图 2 热脱脂升温制度

Fig.2 Heating program of the thermal debinding

为  $10\sim 1000\text{ s}^{-1}$ 。长条状注射坯溶剂脱脂后的热重分析使用 TGA/DSC2 型热分析仪测定。烧结样品的断面形貌用 JSM-7500F 型扫描电镜 (scanning electron microscope, SEM) 进行观察。将长条状烧结样品加工成  $3.5\text{ mm}\times 4.5\text{ mm}\times 35.0\text{ mm}$  抗弯试样, 其三点抗弯强度用 CMT4202 型万能材料试验机进行测定, 跨距为  $24\text{ mm}$ , 压头下降速率为  $0.5\text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$ 。烧结样品密度和开口孔率采用阿基米德排水法测定。

## 2 结果与讨论

### 2.1 石蜡质量分数及固相体积分对注射成形效果的影响

在蜡基粘结剂体系中, 石蜡质量分数对体系黏度有着重要影响。图 3 为温度  $145\text{ }^\circ\text{C}$ 、剪切速率  $50\text{ s}^{-1}$  时, 喂料黏度随石蜡质量分数变化情况。由图 3 可知, 石蜡质量分数在 45% 以下时, 体系黏度迅速下降; 当石蜡质量分数超过 45% 时, 体系黏度下降速率降低。这主要是由于石蜡作为填充剂存在于体系中, 当石蜡含量过少时, 陶瓷粉末颗粒间相对运动的阻力较大, 此时增加石蜡含量能够将陶瓷粉末相互分开, 从而降低黏度; 当石蜡充分填充陶瓷粉末间的空隙后, 进一步提高石蜡含量, 体系黏度下降有限, 但此时容易出现不易脱模、表面气泡等缺陷。图 4 所示为生坯抗弯强度与石蜡质量分数关系。由图可知, 随着体系内石蜡质量分数升高, 聚丙烯、高密度聚乙烯等作为粘结剂骨架的大分子逐渐减少, 生坯的强度会逐渐降低, 这对于制作薄壁产品及后期溶剂脱脂后移动生坯是不利的; 但当石蜡含量较少时, 粘结剂体系黏度较大, 混料不均匀, 从而强度也有所降低。

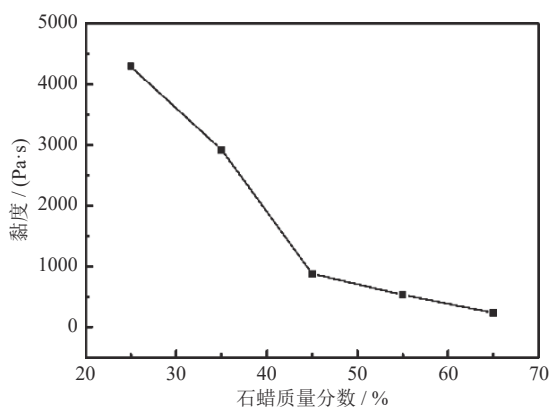


图 3 喂料黏度与石蜡质量分数关系

Fig.3 Relationship between the feedstock viscosity and the PW mass fraction

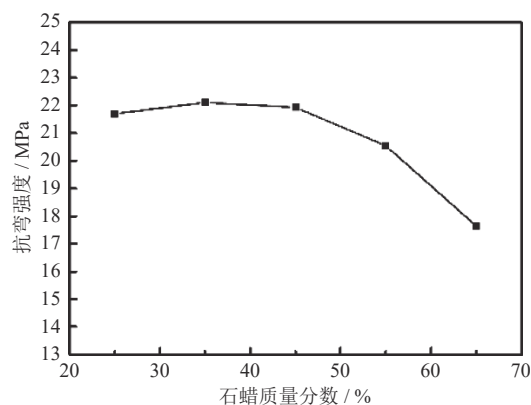


图 4 生坯抗弯强度与石蜡质量分数关系

Fig.4 Relationship between the bending strength of green billet and the PW mass fraction

在注射成形工艺中, 在满足注射黏度要求的情况下, 喂料的固相体积分数要求尽量高。图 5 所示为不同固相体积分喂料黏度 ( $\eta$ ) 与剪切速率 ( $\gamma$ ) 的关系曲线。由图可知, 4 种装载量的喂料均符合非牛顿流体的特性, 喂料黏度随剪切速率的增加而降低。当固相体积分数小于 58% 时, 喂料黏度随固相体积分数增大而缓慢增大。生坯抗弯强度与固相体积分数关系如图 6 所示, 强度随固相体积分数增大而逐渐增大。当固相体积分数从 58% 增长到 60% 时, 喂料黏度急剧增长, 生坯强度出现降低。随着固相体积分数的增大, 喂料中粘结剂体积分数逐渐减少, 在粘结剂能够将陶瓷粉末相互隔开时, 黏度变化不明显, 陶瓷粉末堆积更加密实, 坯体强度略有增加; 当粘结剂体积分数减少到一临界值时, 陶瓷颗粒之间移动受阻, 喂料黏度急剧上升, 喂料混合不均匀, 生坯质量降低, 强度也随之降低。所以在薄壁环形毒物的制备中选取粘结剂体系为质量比 HDPE:PP:PW:SA=25:25:45:5, 固相体积分数为 58%。

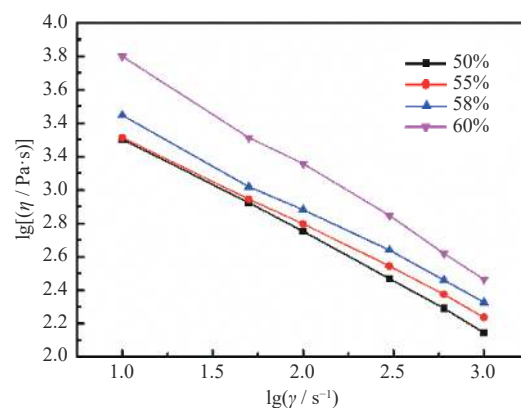


图 5 不同固相体积分喂料黏度与剪切速率关系

Fig.5 Relationship between the feedstock viscosity with the solid phase in the different volume fraction and the shear rate



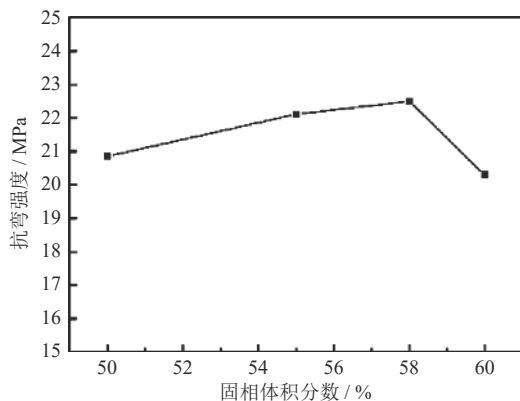


图6 生坯抗弯强度与固相体积分数关系

Fig.6 Relationship between the green billet bending strength and the volume fraction of solid phase

## 2.2 烧结温度对 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-B}_4\text{C}$ 芯块性能影响

$\text{B}_4\text{C}$  质硬, 高温稳定性好, 自扩散系数较  $\text{Al}_2\text{O}_3$  低, 将  $\text{B}_4\text{C}$  加入  $\text{Al}_2\text{O}_3$  基体中会严重影响  $\text{Al}_2\text{O}_3$  基体的烧结致密化。图 7 为固相体积分数 58% 的  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-B}_4\text{C}$  芯块烧结体在 1550~1700 °C 烧结 2 h 的相对密度及气孔率。由图可知, 在 1550 °C 至 1650 °C 范围内, 芯块相对密度随温度上升而上升, 但其相对密度仅为理论密度的 65% 左右; 当温度上升到 1700 °C 时, 芯块的相对密度反而有所下降。图 8 为  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-B}_4\text{C}$  芯块的抗弯强度, 与芯块相对密度表现出同一变化趋势。

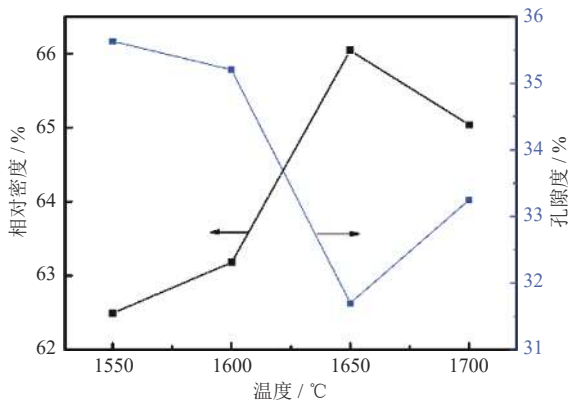
图7  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-B}_4\text{C}$  芯块相对密度和孔隙度随烧结温度变化

Fig.7 Effect of sintering temperature on the relative density and porosity of the  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-B}_4\text{C}$  pellets

图 9 为不同温度烧结  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-B}_4\text{C}$  芯块断面的扫描电子显微形貌。结果表明,  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-B}_4\text{C}$  芯块的烧结主要由基体  $\text{Al}_2\text{O}_3$  控制, 当烧结温度升高时,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  晶粒长大, 芯块中孔隙减少, 密度随之升高, 气孔率降低。但当烧结温度达到 1700 °C 时, 芯块密度下降, 断面微观形貌显示  $\text{Al}_2\text{O}_3$  颗粒间有玻璃相存在, 同时内部气孔增多。黄华伟等<sup>[15-17]</sup> 研究

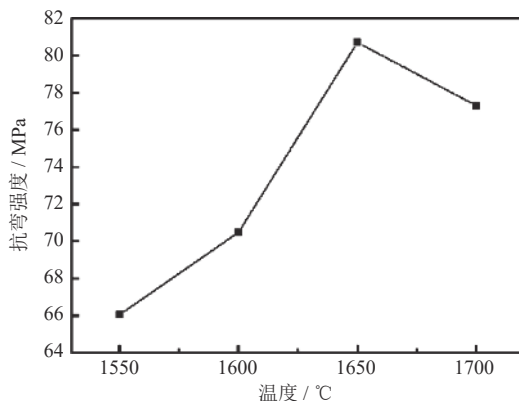
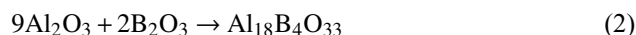
图8  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-B}_4\text{C}$  芯块抗弯强度随烧结温度变化

Fig.8 Effect of sintering temperature on the bending strength of the  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-B}_4\text{C}$  pellets

发现  $\text{Al}_2\text{O}_3$  和  $\text{B}_4\text{C}$  在 1600 °C 以上烧结会发生式 (1) 和式 (2) 反应。



硼铝化合物在较高的烧结温度下会挥发至  $\text{Al}_2\text{O}_3$  晶粒表面, 从而降低  $\text{Al}_2\text{O}_3$  晶粒的表面能, 阻碍基体晶粒的生长, 使芯块密度降低。当烧结温度过高时,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  与  $\text{B}_4\text{C}$  之间反应速度加快, 产生大量 CO 气体, 由于芯块中  $\text{Al}_2\text{O}_3$  晶粒间存在很多孔隙, 这些气体大部分会从芯块中扩散出芯块, 造成坯体持续失重, 气孔率上升。另一部分 CO 气体会溶于芯块中或被玻璃相包覆, 从而造成了坯体密度的下降。

为了确定坯体中是否产生硼铝化合物, 对烧结后的坯体进行了 X 射线衍射 (X-ray diffraction, XRD) 分析测试, 结果如图 10 所示。由图可以看出, 芯块中主要为  $\text{Al}_2\text{O}_3$  和  $\text{B}_4\text{C}$  主相, 并未有其余相产生。考虑到  $\text{B}_4\text{C}$  加入量较少且均匀, 生成的硼铝化合物浓度也较低, 不易被 X 射线衍射检测出来, 又对 1700 °C 下烧结的芯块断面做了能谱 (energy disperse spectroscopy, EDS) 面扫描测试, 结果如图 11 所示。由图可以看出, 在芯块断面上分布着一层硼元素, 证明在烧结过程中的确形成了某种硼铝化合物, 该化合物阻碍了基体  $\text{Al}_2\text{O}_3$  晶粒的生长, 从而使复合芯块密度降低。由于湿式环形可燃毒物棒芯块在使用时装在铅包壳中, 且技术要求其相对密度为理论密度的 60%~80% 之间<sup>[18]</sup>, 因此注射成形工艺制备  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-B}_4\text{C}$  芯块是可行的。烧结温度应选择在 1600 °C 至 1650 °C 之间。最终在 1650 °C 氩气气氛下对环形芯块烧结 2 h, 芯块

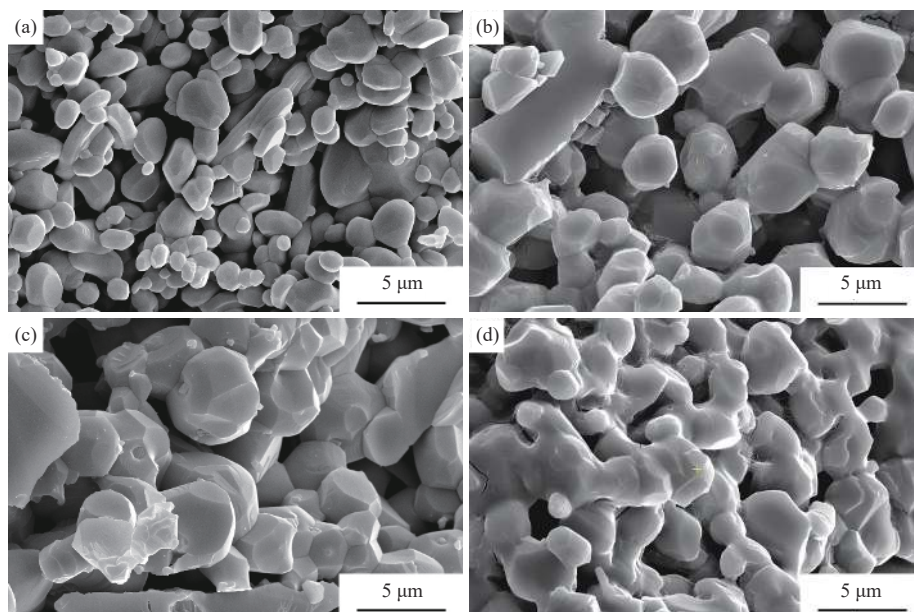


图 9 不同烧结温度下  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-B}_4\text{C}$  芯块的断面扫描电子显微形貌: (a) 1550 °C; (b) 1600 °C; (c) 1650 °C; (d) 1700 °C

**Fig.9** Fracture surface SEM images of the  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-B}_4\text{C}$  pellets at different sintering temperatures: (a) 1550 °C; (b) 1600 °C; (c) 1650 °C; (d) 1700 °C

样品如图 12 所示, 收缩率为 5.1%, 无严重变形等缺陷发生, 可以通过合理设计模具达到近净尺寸成形的目的。

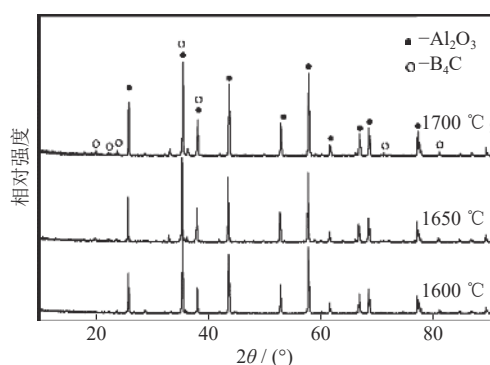


图 10 不同烧结温度下  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-B}_4\text{C}$  芯块的 X 射线衍射图谱

**Fig.10** XRD patterns of the  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-B}_4\text{C}$  pellets at different sintering temperatures

### 2.3 $\text{B}_4\text{C}$ 粒径对 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-B}_4\text{C}$ 芯块性能的影响

$\text{B}_4\text{C}$  第二相的加入严重阻碍了  $\text{Al}_2\text{O}_3$  基体的烧结, 但不同粒径的  $\text{B}_4\text{C}$  对烧结的阻碍程度不同, 图 13 为添加不同粒径  $\text{B}_4\text{C}$  ( $D_{50}=0.5$ 、5.0、20.0、40.0  $\mu\text{m}$ ) 的  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-B}_4\text{C}$  芯块在 1650 °C 烧结 2 h 后, 烧结体密度及气孔率随  $\text{B}_4\text{C}$  粒径的变化。由图可以看出, 随着  $\text{B}_4\text{C}$  粒径的增大, 复合芯块密度随之增大, 气孔率减小。图 14 为加入不同粒径  $\text{B}_4\text{C}$  的  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-B}_4\text{C}$  芯块断面扫描电子显微形貌,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  晶粒随  $\text{B}_4\text{C}$  粒径增大略有增大。在烧结过程中,  $\text{B}_4\text{C}$  表面存在的  $\text{B}_2\text{O}_3$  会挥发至  $\text{Al}_2\text{O}_3$  表面, 从而形成液膜, 阻碍  $\text{Al}_2\text{O}_3$  进一步致密化;  $\text{B}_4\text{C}$  粒径越小, 其比表面积越大, 越容易阻碍  $\text{Al}_2\text{O}_3$  的致密化<sup>[19]</sup>。高熔点的第二相也会阻碍基体  $\text{Al}_2\text{O}_3$  的致密化,  $\text{B}_4\text{C}$  粒径越小, 在同等质量分数下, 颗粒数目越多,

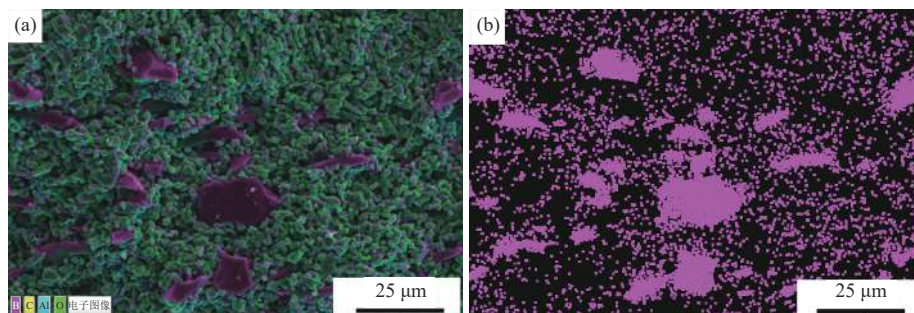
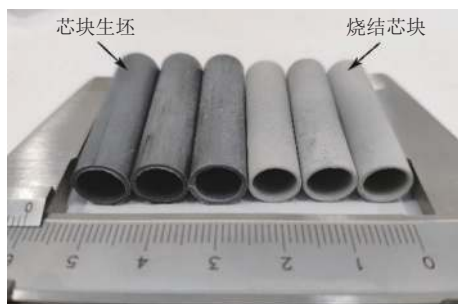


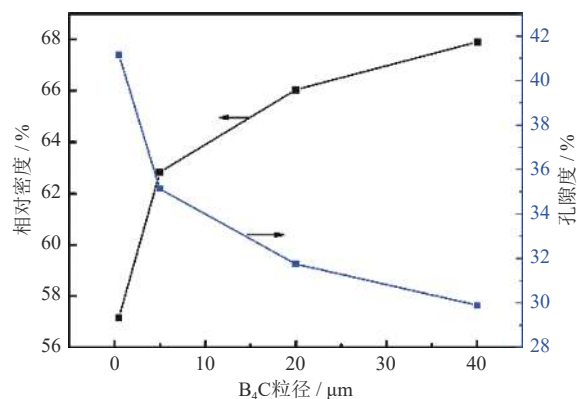
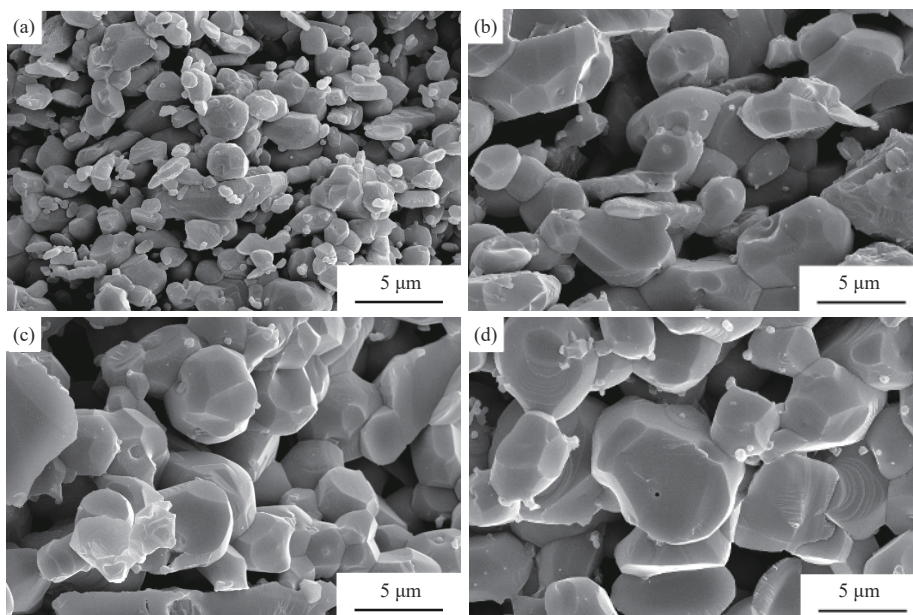
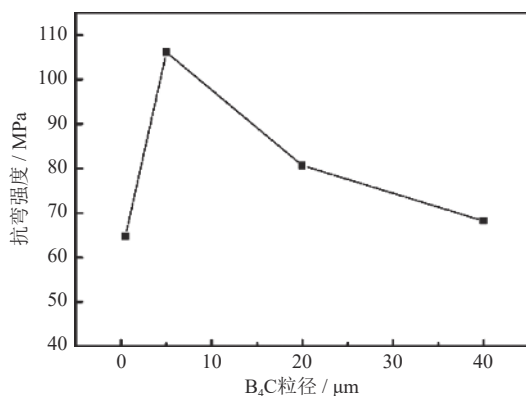
图 11 1700 °C 烧结  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-B}_4\text{C}$  芯块断面能谱面扫描: (a) B、C、Al、O; (b) B

**Fig.11** Fracture surface EDS images of the  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-B}_4\text{C}$  pellets sintered at 1700 °C: (a) B、C、Al、O; (b) B

图12 环形  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-B}_4\text{C}$  生坯及烧结芯块Fig.12 Annular  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-B}_4\text{C}$  green billets and sintered pellets

导致复合芯块密度降低。

图15为不同粒径  $\text{B}_4\text{C}$  颗粒对  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-B}_4\text{C}$  芯块抗弯强度的影响。由图中可以看出,  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-B}_4\text{C}$  芯

图13  $\text{B}_4\text{C}$  粒径对  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-B}_4\text{C}$  芯块烧结密度和孔隙度的影响Fig.13 Effect of  $\text{B}_4\text{C}$  particle diameter on the relative density and porosity of the  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-B}_4\text{C}$  pellets图14 添加不同粒径  $\text{B}_4\text{C}$  的  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-B}_4\text{C}$  芯块烧结后断面扫描电子显微形貌: (a) 0.5  $\mu\text{m}$ ; (b) 5.0  $\mu\text{m}$ ; (c) 20.0  $\mu\text{m}$ ; (d) 40.0  $\mu\text{m}$ Fig.14 Fracture surface SEM images of the  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-B}_4\text{C}$  pellets with the different  $\text{B}_4\text{C}$  particle diameters: (a) 0.5  $\mu\text{m}$ ; (b) 5.0  $\mu\text{m}$ ; (c) 20.0  $\mu\text{m}$ ; (d) 40.0  $\mu\text{m}$ 图15  $\text{B}_4\text{C}$  粒径对  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-B}_4\text{C}$  芯块抗弯强度的影响Fig.15 Effect of the  $\text{B}_4\text{C}$  particle diameter on the bending strength of the  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-B}_4\text{C}$  pellets

块的抗弯强度随粒径增大先增大后减小。这是因为  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-B}_4\text{C}$  芯块的抗弯强度同时受芯块密度和第二相尺寸的影响, 当  $\text{B}_4\text{C}$  粒径过小时, 芯块密度较低, 其抗弯强度也较低; 当  $\text{B}_4\text{C}$  尺寸增大时, 芯块密度受  $\text{B}_4\text{C}$  的影响增大, 但是由于无压烧结,  $\text{B}_4\text{C}$  与  $\text{Al}_2\text{O}_3$  结合不紧密,  $\text{B}_4\text{C}$  颗粒在芯块中难以起到增强基体的作用。相反, 大的  $\text{B}_4\text{C}$  颗粒会成为芯块断裂的原因,  $\text{B}_4\text{C}$  颗粒越大对芯块抗弯强度越不利, 所以抗弯强度又随  $\text{B}_4\text{C}$  粒径增大而降低。

### 3 结论

(1) 石蜡的加入可明显降低蜡基粘结剂体系黏度, 但石蜡质量分数过高会降低生坯的强度, 不



利于薄壁管的注射成形及后续脱脂、移动等过程, 优化的粘结剂配方为质量比 HDPE:PP:PW:SA=25:25:45:5。

(2) 随着生坯固相体积分数增大, 喂料黏度上升, 坯体抗弯强度也增大, 但当固相体积分数超过 58% 时, 体系黏度迅速上升, 生坯强度降低, 故固相体积分数为 58% 较为合适。

(3) 随着烧结温度上升, 芯块密度及抗弯强度同时上升, 但当烧结温度达到 1650 °C 时, 芯块密度和抗弯强度开始出现下降。

(4) 复合芯块中  $\text{B}_4\text{C}$  粒度越大, 芯块密度越大, 气孔率越低。当  $\text{B}_4\text{C}$  粒度过小时, 由于烧结密度较低, 会影响芯块的抗弯性能; 当  $\text{B}_4\text{C}$  粒度较大时, 随着  $\text{B}_4\text{C}$  粒度的增大, 芯块抗弯强度减小。

## 参 考 文 献

- [1] Choe J, Shin H C, Lee D. New burnable absorber for long-cycle low boron operation of PWRs. *Ann Nucl Energy*, 2016, 88: 272
- [2] Huang J H, Xing H, Cheng P D. Characteristics of some new type burnable poison and its application prospect in China. *Atom Energy Sci Technol*, 1998, 32(1): 90  
(黄锦华, 邢辉, 程平东. 几种新型可燃毒物的特性以及在我国的应用前景. 原子能科学技术, 1998, 32(1): 90)
- [3] O'Leary P M, Pitts M L. Effects of burnable absorbers on PWR spent nuclear fuel // *Office of Scientific & Technical Information Technical Reports*. Nevada: Yucca Mountain Project, 2000
- [4] Xie M L, Chen Y Q, Yu L, et al. Analysis of burnup characteristics of IFBA/WABA burnable poison element, *Nucl Sci Eng*, 2016, 36(3): 404  
(谢明亮, 陈玉清, 于雷, 等. IFBA/WABA可燃毒物元件的燃耗特性分析. 核科学与工程, 2016, 36(3): 404)
- [5] Radford K C. *Neutron Absorber Pellets with Modified Microstructure*: United States Patent, 4474728. 1984-10-02
- [6] Huang H W, Wang X M, Yang J, et al. Preparation of  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{B}_4\text{C}$  burnable poison pellet by aqueous gelcasting. *J Mater Sci Eng*, 2010, 28(6): 862
- [7] Gonzalez-Julian J, Classen L, Bram M, et al. Near net shaping of monolithic and composite MAX phases by injection molding. *J Am Ceram Soc*, 2016, 99: 3210
- [8] Qin M L, Lu H F, Wu H Y, et al. Powder injection molding of complex-shaped aluminium nitride ceramic with high thermal conductivity. *J Eur Ceram Soc*, 2019, 39(4): 952
- [9] Han J S, Gal C W, Kim J H, et al. Fabrication of high-aspect-ratio micro piezoelectric array by powder injection molding. *Ceram Int*, 2016, 42(8): 9475
- [10] Wu Q P, Luo Z, Deng Z H, et al. Fabrication of diamond whiskers by powder injection molding. *Int J Refract Met Hard Mater*, 2018, 74: 114
- [11] Park J M, Han J S, Gal C W, et al. Fabrication of micro-sized piezoelectric structure using powder injection molding with separated mold system. *Ceram Int*, 2018, 44(11): 12709
- [12] De Freitas Daudt N, Bram M, Barbosa A P C, et al. Manufacturing of highly porous titanium by metal injection molding in combination with plasma treatment. *J Mater Proc Technol*, 2017, 239: 202
- [13] Liu C, Kong X J, Wu S W, et al. Research on powder injection molding of Ti6Al4V alloys for biomedical application. *Powder Metall Technol*, 2018, 36(3): 217  
(刘超, 孔祥吉, 吴胜文, 等. 生物医用Ti6Al4V合金粉末注射成形工艺研究. 粉末冶金技术, 2018, 36(3): 217)
- [14] Jiang X C. Application of ultrafine metal powder injection moulding on tungsten components in fusion devices. *Powder Metall Technol*, 2018, 36(4): 279  
(蒋香草. 超细金属粉末注射成形在聚变装置钨零部件中的应用. 粉末冶金技术, 2018, 36(4): 279)
- [15] Huang H W, Wang X M, Yang J, et al. Research on the sintering property of  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{B}_4\text{C}$  pellet. *Powder Metall Technol*, 2011, 29(3): 190  
(黄华伟, 王晓敏, 杨静, 等.  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{B}_4\text{C}$ 复合材料性能的研究. 粉末冶金技术, 2011, 29(3): 190)
- [16] Liu Y H, Yin S, Zhang W J, et al. Thermodynamic analysis of the self-propagation high-temperature synthesis  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{B}_4\text{C}$  composite. *Scr Mater*, 1998, 39: 1237
- [17] Huang D S, Wu Y C. Sintering behavior of  $\text{B}_4\text{C}$ -dispersed  $\text{Al}_2\text{O}_3$  pellet. *J Cent South Inst Miner Metall*, 1989, 20(1): 59  
(黄栋生, 吴义成.  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-B}_4\text{C}$ 弥散芯块材料的烧结行为. 中南矿冶学院学报, 1989, 20(1): 59)
- [18] Radford K C, Carlson W C. *Burnable Neutron Absorbers*: United States Patent, 4826230. 1989-05-02
- [19] Radford K C. Sintering  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-B}_4\text{C}$  ceramics. *J Mater Sci*, 1983, 18: 669