

烧结方式对石英多孔陶瓷的 性能影响研究*

宋杰光^{1)*} 叶军²⁾ 王秀琴²⁾ 王芳¹⁾ 杜大明¹⁾

李养良¹⁾ 李世斌¹⁾ 纪岗昌¹⁾

1)(九江学院机械与材料工程学院粉末冶金材料与工艺实验室, 江西九江 332005)

2)(九江学院图书馆, 江西九江 332005)

摘 要: 以长江沿岸低品位石英砂为主要原料, 采用真空烧结制备石英多孔陶瓷材料。研究表明: 采用真空烧结能够成功制备石英多孔陶瓷, 多孔陶瓷材料烧结温度为 1 050℃; 制备的陶瓷密度为 1.267 g/cm³, 孔隙度为 51.6%, 抗压强度为 3.184 MPa, 且气孔较小, 分布较均匀, 外形完好。在相同的烧结温度和保温时间条件下, 真空烧结的陶瓷孔隙度明显比大气烧结的小, 密度和抗压强度则比大气烧结的要高。真空烧结的陶瓷表面更加致密, 孔结构排列更平整, 微观孔结构更加完整。当对石英多孔陶瓷材料的力学性能要求不高时, 优先选用空气烧结; 反之, 则优先选用真空烧结。

关键词: 石英; 多孔陶瓷; 保温材料; 烧结

Properties research of quartz porous ceramics sintered via the vacuum sintering method

Song Jieguang¹⁾, Ye Jun²⁾, Wang Xiuqin²⁾, Wang Fang¹⁾, Du Daming¹⁾, Li Yangliang¹⁾,
Li Shibin¹⁾, Ji Gangchang¹⁾

1)(Laboratory of Powder Metallurgy Materials and Technology, School of Mechanical and Materials Engineering,
Jiujiang University, Jiujiang Jiangxi 332005, China)

2)(Library, Jiujiang University, Jiujiang Jiangxi 332005, China)

Abstract: The quartz sand porous ceramics were prepared by vacuum sintering using the low grade quartz sand of Yangtze River waterfront as raw material, which lay technology foundation to develop new heat insulating materials. The results show that the quartz porous ceramics with density of 1.267 g/cm³, porosity of 51.6% and pressive strength of 3.184 MPa can be prepared successfully by vacuum sintering at sintering temperature of 1 050℃. The porous ceramics have less pore, homogeneous pore distribution and intact appearance. The properties of porous ceramics by vacuum sintering are superior to that by atomospheric pressure sintering under the same sintering temperature and soaking time. The atmospheric pressure sintering method is suitable for the materials with not high mechanical property requirement, however, the vacuum sintering method is more suitable the materials with higher mechanical properties.

Key words: quartz; porous ceramics; heat insulating materials; sintering

近年来, 固体工业废渣的高附加值利用和建筑 物的节能成为建筑业可持续发展亟待解决的两大

* 江西省“十二五”重点学科(材料加工工程)建设项目; 九江市工业科技支撑计划项目(JST2009-86-06); 九江学院科技项目(2012KJ17)

** 宋杰光(1977-), 男, 博士, 副教授。E-mail: songjieguang@163.com

收稿日期: 2012-11-08

问题。即开发研制利用工业废渣高性价比的新型建筑材料和建筑物的保温节能设计与评估;其中,利用建筑材料进行保温节能成为建筑业可持续发展主攻方向。随着建筑业的迅猛发展,原料需求量随之增加,各种高品位矿物原料都被广泛应用于工业生产,高品位石英砂则为其中一种^[1]。由于高品位天然资源消耗殆尽或者价格较高,因此,利用工业废料或低品位天然原料制备高性价比的“绿色”产品成为不少新兴产业^[2]。根据分析,大部分低品位石英砂都被用于房屋建筑的混合砂浆原料,使得低品位石英砂的性价比较低,几乎很难体现出较高的经济价值^[3]。为了充分利用低品位石英砂这种天然而且丰富的矿物资源,笔者选择长江河沙进行开发研究。长江上游近年来水土流失加剧,连续发生洪水,造成大量泥沙淤积在长江中下游航道,严重影响航行;只要选址得当,开采适量,不但能够梳理河道,而且能够为产品的工业化生产提供原料保障。因此,利用长江沿岸低品位石英砂作为主要原料,生产高质量的新型节能建筑材料可以获得可观的经济效益^[4]。本文作者以长江沿岸低品位石英砂为主要原料,采用真空烧结和大气烧结制备石英多孔陶瓷,为新型保温材料的开发提供参考。

1 试验

1.1 原料制备

将采至九江地区长江沿岸低品位石英砂(河沙)在太阳下晒干;石英砂呈黄色,石英砂原矿的成分化学分析如表 1 所示。首先对低品位石英砂原料进行粗选,然后用孔径为 355 μm 的筛进行筛选,去除河沙中尺寸较大的颗粒矿物,避免影响球磨;放入 QM-BP 型行星式球磨机球磨罐中球磨 1h 后取出备用,其平均粒径为 14 μm 。

表 1 石英砂的化学成分(质量分数)

Table 1 Chemical composition of the quartz sands %

SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	K ₂ O + Na ₂ O	其它
84.21	6.69	1.47	1.01	2.04	4.58

1.2 石英多孔陶瓷的制备及性能测试

将质量分数为 75% 石英砂、20% 高岭土、4% 碳酸钙和 1% 发泡剂混合,添加适量水球磨 10h 获得浆料备用;采用浇注成形法将浆料浇注到模具中,放入 RHY202-3 型烘箱在适宜的温度制度下烘干,形

成 $\phi 60\text{mm} \times 60\text{mm}$ 坯体;将坯体分别放入 SX-8-16 型硅碳棒炉和 ZT-50-22 型真空碳管炉进行对比烧结。将所制备的试样用捷克 TESCAN VEGA II 型扫描电镜观察显微结构,采用分析电子天平测试试样的密度及孔隙度,采用 WDW-E100D 型电子万能力学试验机测试试样的抗压强度。

2 结果与讨论

2.1 真空烧结温度对石英多孔陶瓷性能的影响

图 1 所示为烧结温度对多孔陶瓷孔隙度及密度影响,图 2 为不同温度下烧结的多孔陶瓷表面孔结构。

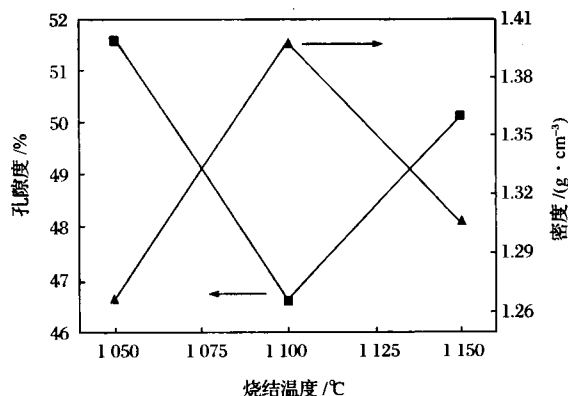


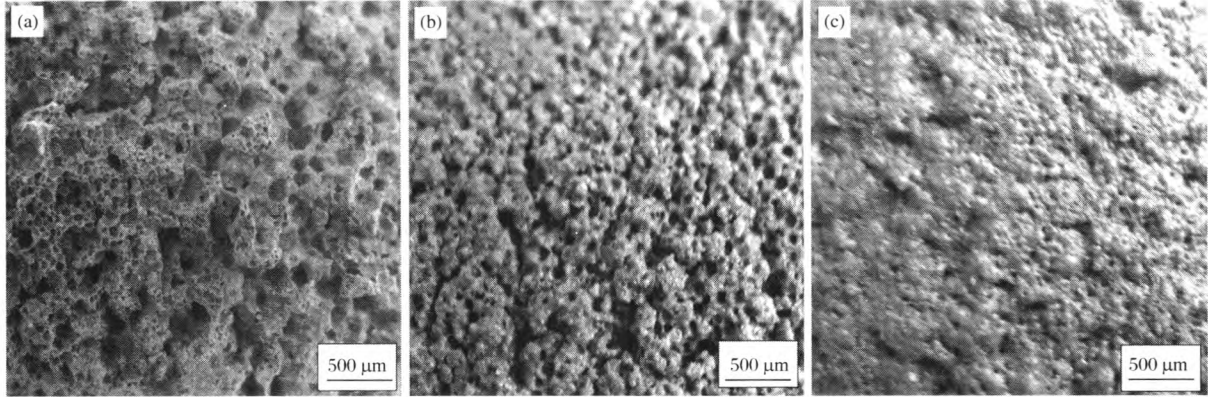
图 1 烧结温度对多孔陶瓷孔隙度及密度的影响

Fig. 1 Effect of sintering temperature on the porosity and density of porous ceramics

由图 1 可知,在烧结温度低于 1100°C 时,石英砂多孔陶瓷的密度随着烧结温度升高而增加,而孔隙度则相反。当烧结温度超过 1100°C 时,石英砂多孔陶瓷的密度随烧结温度升高而降低,孔隙度则随烧结温度升高而提高。原因可能是:随着烧结温度升高,坯体中助烧剂的原料开始熔融,坯体中液相相继产生^[5];在烧结初期,由于温度相对后期较低,故此液相粘度较大,不能向孔隙四周流动;由于液相表面张力作用存在,液相只能粘附在孔隙壁上,使孔隙孔径变小,如图 2(a) 所示。随着温度继续升高,液相继续增多,等到液相流动能力能够克服液相表面张力时,液相向四处流动,填充坯体中剩余孔隙,减少坯体孔隙数量,增加坯体致密度。因此,随着温度一定量升高,坯体中孔隙减少且剩余孔隙孔径变小,如图 2(b) 所示。但随着烧结温度进一步升高,从坯体原料熔融的液相大大增多,使有些被包裹在液相中的气体,在温度高到一定程度时,气泡膨胀;坯体

外部呈现低真空状态,被包裹气体很容易由于内外气压差而从坯体表面逸出,使坯体表面出现开口孔隙;由于气压差不能逸出的气体,受热膨胀,会挤压

周围液相而扩大其所占空间,当坯体冷却时,由于玻璃相缘故,将其所占空间固定下来而留下较大孔隙,使坯体致密度变小,其表面形貌如图 2(c) 所示。



(a)1 050℃;(b)1 100℃;(c)1 150℃

图 2 不同温度下烧结的多孔陶瓷表面孔结构

Fig. 2 Effect of sintering temperature on the surface pore structure of porous ceramics

图 3 所示为烧结温度对多孔陶瓷抗压强度的影响,结合图 1 和图 3 可知,抗压强度的变化与孔隙度的变化相同。由于温度升高,进一步促进坯体液相烧结;待坯体冷却过程中析出更多玻璃相,其呈脆性,因此抗压强度下降。烧结温度继续升高过程中,液相量增多,填充孔隙使孔径变小,产生许多微孔结构(图 2(c));在材料受到压力产生裂纹,裂纹扩展时,裂纹在延伸方向遇到微孔隙会发生间断,而在微孔边缘要产生新裂纹源并使其扩展需要较大的破坏力。从图 4 可以看出:1 050℃ 烧结的陶瓷能保持完好的外形;温度升高,陶瓷体外形发生改变;温度上升到 1 150℃ 时,陶瓷体外形发生较大变化。

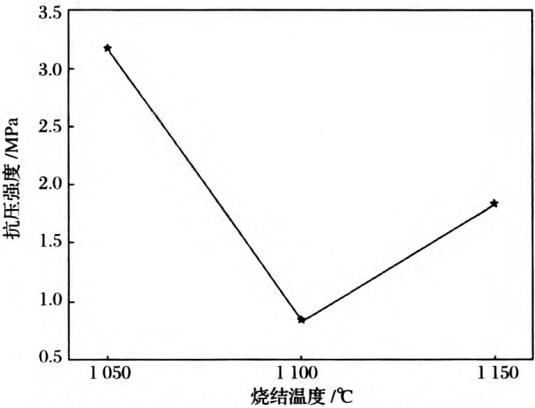
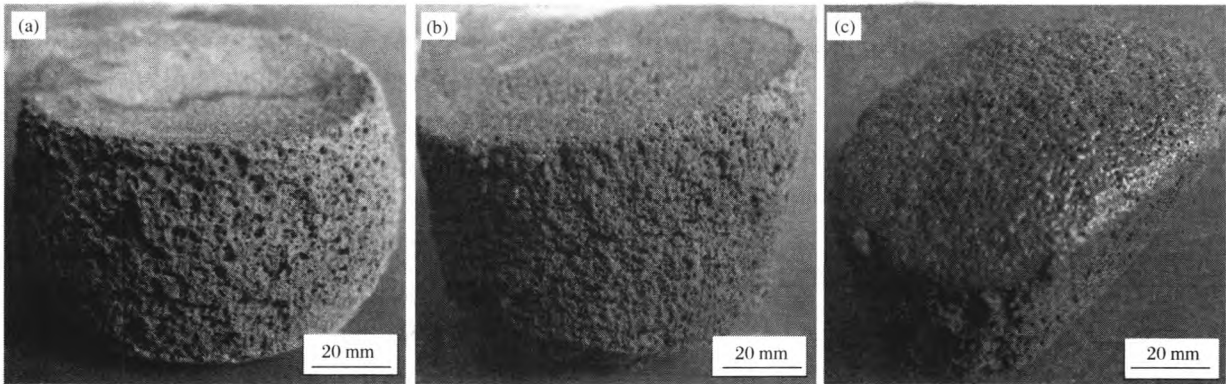


图 3 烧结温度对多孔陶瓷抗压强度的影响

Fig. 3 Effect of sintering temperature on the pressive strength of porous ceramics



(a)1 050℃;(b)1 100℃;(c)1 150℃

图 4 烧结温度对多孔陶瓷外形的影响

Fig. 4 Effect of sintering temperature on the appearance of porous ceramics

综合考虑各方面性能,选择多孔陶瓷材料烧结温度为 1 050℃,可以制备得到密度为 1.267g/cm³、孔隙度为 51.6%、抗压强度为 3.184MPa 的多孔陶瓷,且孔隙较小,分布较均匀,外形完好。

2.2 烧结方式对石英多孔陶瓷性能的影响

烧结温度为 1 050℃,保温 1h 烧结得到多孔陶瓷性能如图 5 所示。从图 5 可以看出:采用真空烧结的陶瓷密度和抗压强度要比大气烧结的高,孔隙度则相反。真空可以改善液相烧结的润湿性,有利于改善组织;真空有利于排除吸附气体,对促进烧结作用明显^[5]。将坯体在真空条件下烧结,则所有气体在坯体尚未完全烧结前从孔隙中逸出,能够提高

制品致密度。真空烧结可以克服各种形式吸附气体造成组织缺陷。真空烧结可以减少杂质、促进烧结,从而提高产品的综合性能^[6]。因此,真空烧结的孔隙度比大气烧结的要小,密度和抗压强度更高。图 6、图 7 为不同方式烧结的多孔陶瓷表面形貌及显微结构。从图 6、图 7 可以看出,在相同的烧结温度和保温时间条件下,真空烧结的陶瓷表面要比大气烧结的陶瓷表面更加致密,孔结构排列更平整,微观孔结构更加完整。因此,当对石英多孔陶瓷材料的力学性能要求不高时,优先选用大气烧结;反之,则优先选用真空烧结。

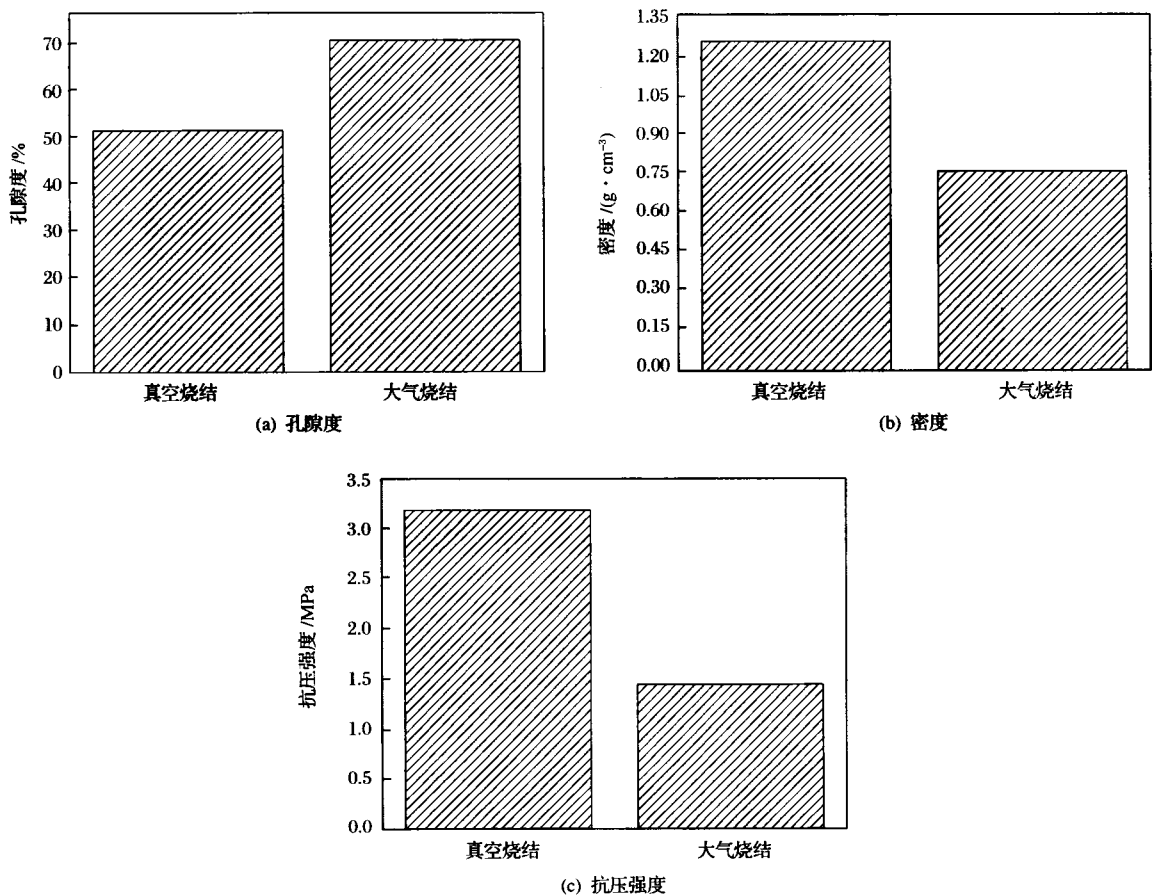


图 5 烧结方式对多孔陶瓷孔隙度、密度及抗压强度的影响

Fig. 5 Effect of sintering methods on the porosity, density and pressive strength of porous ceramics

3 结论

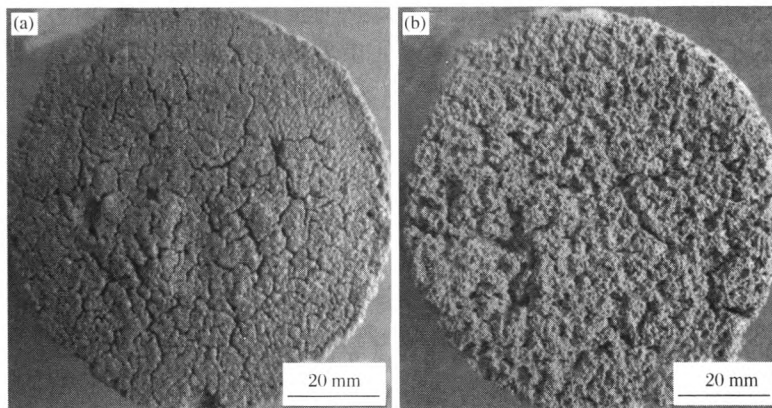
1) 采用真空烧结成功制备石英多孔陶瓷;烧结温度为 1 050℃,可以制备得到密度为 1.267g/cm³、孔隙度为 51.6%、抗压强度为 3.184MPa 的多孔陶

瓷,且气孔较小,分布较均匀,外形完好。

2) 在相同的烧结温度和保温时间条件下,真空烧结的陶瓷孔隙度要明显比大气烧结的小,密度和抗压强度则比大气烧结的高。真空烧结的陶瓷表面比大气烧结的陶瓷表面更加致密,孔结构排列更平

整,微观孔结构更加完整。当对石英多孔陶瓷材料的力学性能要求不高时,优先选用大气烧结;反之,

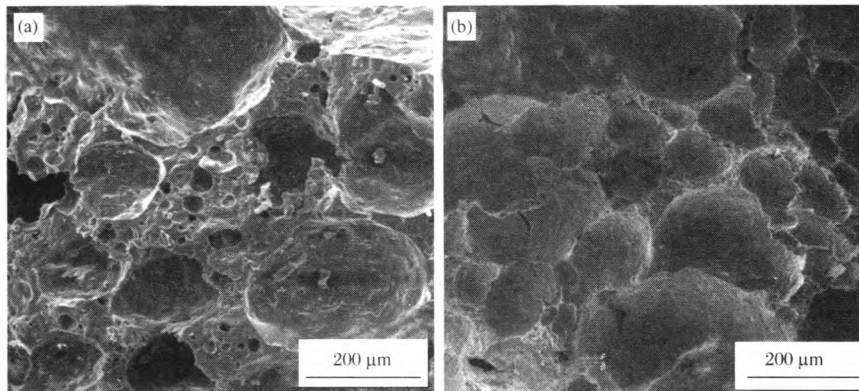
则优先选用真空烧结。



(a)真空烧结;(b)大气烧结

图 6 烧结方式对多孔陶瓷表面形貌的影响

Fig. 6 Effect of sintering methods on the surface topography of porous ceramics



(a)真空烧结;(b)大气烧结

图 7 烧结方式对多孔陶瓷显微结构的影响

Fig. 7 Effect of sintering methods on the microstructure of porous ceramics

参考文献

- [1] 李家亮, 牛金叶. 多孔石英基体上 CVD 法沉积氮化硅涂层的工艺、结构与性能研究. 硅酸盐通报, 2011, 30(5): 1197 - 1202
- [2] Mahllawy M S. Characteristics of acid resisting bricks made from quarry residues and waste steel slag. Construction and Building Materials, 2008, 22: 1887 - 1896
- [3] Song J G, Wang F, Bai X B. Effect of the sintering technology on the properties of fired brick from quartz sands. Journal of Ceramic Processing Research, 2011, 12(4): 357 - 360
- [4] 宋杰光, 越祖朕, 苏明霞. 利用低品位石英砂制备保温砖的孔结构研究. 新型建筑材料, 2010, 33(5): 27 - 29
- [5] Chen F, Ma L L, Shen Q, et al. Pore structure control of starch processed silicon nitride porous ceramics with near-zero shrinkage. Materials Letters, 2011, 65: 1410 - 1412
- [6] Gomez E, Echeberria J, Iturriza I, et al. Liquid phase sintering of SiC with additions of Y_2O_3 , Al_2O_3 and SiO_2 . Journal of the European Ceramic Society, 2004, 24(9): 2895 - 2903