



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 112341235 B

(45) 授权公告日 2023. 01. 24

(21) 申请号 202011335106.9

C04B 35/83 (2006.01)

(22) 申请日 2020.11.24

审查员 吴倩

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 112341235 A

(43) 申请公布日 2021.02.09

(73) 专利权人 西北工业大学

地址 710072 陕西省西安市友谊西路127号

(72) 发明人 栾新刚 徐鑫铭 张家豪 成来飞

(74) 专利代理机构 西安凯多思知识产权代理事

务所(普通合伙) 61290

专利代理师 王鲜凯

(51) Int. Cl.

C04B 35/84 (2006.01)

C04B 35/622 (2006.01)

C04B 35/80 (2006.01)

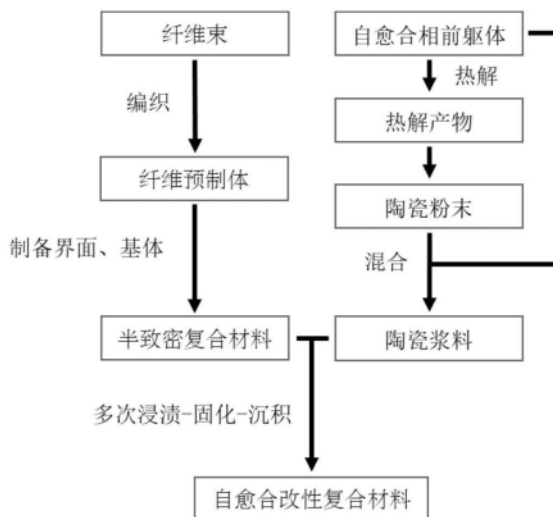
权利要求书1页 说明书6页 附图2页

(54) 发明名称

超高温自愈合陶瓷基复合材料的多相耦合快速致密化方法

(57) 摘要

本发明涉及一种超高温自愈合陶瓷基复合材料的多相耦合快速致密化方法,采用化学气相渗透结合浆料浸渍-在线裂解新工艺在半致密陶瓷基复合材料中引入自愈合相(如SiHfCN、SiHfBCN等),进而实现陶瓷基复合材料的多元多层自愈合改性,获得超高温自愈合陶瓷基复合材料。优点是:将热解陶瓷粉引入到前躯体中制成浆料并将其引入半致密的陶瓷基复合材料中,在CVI过程中实现前躯体的热解,在较低制备温度下实现超高温自愈合陶瓷基复合材料的快速制备。由于热解陶瓷粉的引入,复合材料的致密化速度加快,提高了复合材料的制备效率,且适用于多种预制体结构的半致密复合材料。陶瓷基复合材料在水氧环境中的抗氧化性能大幅度提升。



1. 一种超高温自愈合陶瓷基复合材料的多相耦合快速致密化方法,其特征步骤如下:

步骤1、制备界面及基体:采用化学气相渗透法在纤维预制体上沉积热解碳PyC或氮化硼BN而获得陶瓷基复合材料的界面;再通过化学气相渗透或聚合物浸渍裂解法制备陶瓷相为基体,得到开气孔率控制在15~35 %的半致密的陶瓷基复合材料;

步骤2、制备陶瓷浆料:将陶瓷前躯体在150~300 °C的坩埚中固化1~5 h并在温度、压力与CVI过程相同的管式炉中完成裂解;使用球磨工艺将热解后的前躯体研磨成粉末,之后经过筛网过筛;将前躯体与四氢呋喃THF按质量比为1:1~1:4配制后搅拌2 h使之混合均匀得到前躯体溶液;

继续前躯体溶液中添加至多30 wt%的热解陶瓷粉,超声混合后得到稳定、均一的陶瓷浆料;

步骤3、浸渍:在室温下,进行真空浸渍,先将浆料抽真空0.5~2 h,之后将半致密复合材料浸入浆料中,继续抽真空0.5~5 h;

或先将半致密C/SiC复合材料在真空浸渍罐中抽真空0.5~2 h以除去半致密复合材料孔隙中的空气,之后将浆料通过漏斗放入浸渍罐中并没过试样,继续抽真空0.5~5 h;压力浸渍的保压时间为0.5~10 h,压力为0.2~2.0 Mpa;

在浸渍完成后将半致密复合材料在150~300 °C固化1~5 h以实现对其基体中裂纹、孔洞缺陷的初步封填;

步骤4、前躯体在线热解与沉积:CVI沉积炉经过2~3 h升温至650~1100 °C,在CVI工艺的升温过程中陶瓷前躯体进行裂解,在基体沉积过程中完成前躯体的增材裂解和陶瓷化,以抑制自愈合层收缩,并完成对基体中微裂纹的最终封填,减少基体中的孔洞和裂纹;

采用阿基米德排水法测试复合材料的密度和开气孔率,并重复进行步骤4和5,直至复合材料的开气孔率低于5 %。

2. 根据权利要求1所述超高温自愈合陶瓷基复合材料的多相耦合快速致密化方法,其特征步骤在于:所述纤维预制体是:将连续陶瓷纤维束或碳纤维束编织并定型,得到纤维预制体。

3. 根据权利要求2所述超高温自愈合陶瓷基复合材料的多相耦合快速致密化方法,其特征步骤在于:所述编织包括但不限于按二维平纹、二维缎纹、2.5维、三维四向和三维针刺的方式。

4. 根据权利要求1所述超高温自愈合陶瓷基复合材料的多相耦合快速致密化方法,其特征步骤在于:所述陶瓷相为:碳C、碳化硅SiC、氮化硅Si₃N₄、硅碳氮SiCN或硅硼碳氮SiBCN。

5. 根据权利要求1所述超高温自愈合陶瓷基复合材料的多相耦合快速致密化方法,其特征步骤在于:所述步骤3的浸渍为多次时采用先采用陶瓷浆料,后几次采用前躯体溶液。

超高温自愈合陶瓷基复合材料的多相耦合快速致密化方法

技术领域

[0001] 本发明属于陶瓷基复合材料致密化方法,涉及一种超高温自愈合陶瓷基复合材料的多相耦合快速致密化方法,具体是通过气液固耦合等多相致密化工艺向陶瓷基复合材料基体中引入自愈合组元进而提高其在高温水氧环境中使用寿命的方法。

背景技术

[0002] 陶瓷基复合材料具有低密度、高强度、耐高温和抗氧化等优点,在航空发动机热端部件等领域的应用前景十分广阔。而航空技术的不断发展对热端部件性能的也提出了越来越高的要求。其中最为突出的要求便是热端部件材料在高温燃气环境中能够长时间稳定服役。航空发动机热端部件的服役环境是典型的长时间(几百甚至上千小时)、高温(700~1650℃)、应力(疲劳、蠕变、复杂载荷)以及氧化(氧气、水蒸气和熔盐)的耦合环境。因此,当陶瓷基复合材料应用于航空发动机热端部件时,其长时热力氧化(氧化介质在一定温度和载荷作用下对复合材料的缓慢氧化过程)损伤是限制其寿命的主要因素。在这一过程中,纤维和界面损伤的主导因素是热氧化,而应力是拉宽裂纹、促进氧化的因素。因此,保护纤维和界面层不受损伤首先要防止氧化性介质的入侵,这是提高CMCs热力氧化寿命的关键。综上,为了实现并拓展陶瓷基复合材料在航空发动机热端部件领域的应用,必须提高其在水氧环境中的抗氧化性能。

[0003] 基体在复合材料中起着成型、保护纤维及界面和传递载荷的作用。因此,制备具有多元多层自愈合防御体系的陶瓷基复合材料(CMCs-MS)是实现长时自愈合的有效方法。但热、力和氧化的耦合环境却会大幅增加CMC-MS长时自愈合的难度。因为应力水平越高,裂纹越宽,越难及时封填;温度越高,生成的玻璃封填剂也越不稳定,封填效果越差。另外,各结构单元中自愈合组元的引入,更增加了抗氧化性与强韧性的协同难度。因此,目前国际上SHCMC只能在中低温度($\leq 1200^{\circ}\text{C}$)和中等载荷(120MPa)条件以下实现长时自愈合。而更高温(1200~1600℃)热力氧化耦合条件下迫切需要的自愈合陶瓷基复合材料尚在研制过程中。

[0004] 含铪陶瓷材料(HfC 、 HfB_2 等)具有高熔点($\geq 3000^{\circ}\text{C}$)、高硬度、高导热率、抗烧蚀性能和良好的抗氧化性能,其在较低温度(400°C ~ 600°C)下可与氧气快速反应生成 HfO_2 。但 HfO_2 由于熔点高(2758°C)、粘度大,不易形成连续的氧化层,因此通常采用通过陶瓷混合形成复相陶瓷的方式来实现连续致密氧化层的快速生成。 SiHf (B)CN纳米复相陶瓷由 SiC 、 Si_3N_4 、 HfC 、 HfB_2 等纳米颗粒组成,可利用成分的纳米尺度均匀性和氧化促进作用快速形成连续致密的氧化层。本论文以 SiHfCN 和 SiHfBCN 两种前躯体作为基体改性组元,并将其引进半致密C/SiC复合材料中,希望得到在 1200°C ~ 1400°C 范围内具有良好抗氧化性能的材料。因此选用 SiHfCN 或 SiHfBCN 做为自愈合组元改性C/SiC、SiC/SiC复合材料,制备可满足 1400°C 中等载荷条件使用的C、SiC纤维增韧SiC-SiBCN自愈合陶瓷复合材料(C/SiC-SiBCN)、(SiC/SiC-SiBCN)。

[0005] 自愈合陶瓷基复合材料的制备方法主要有化学气相沉积法(CVI)、熔融金属浸渍

法(RMI)、聚合物浸渍裂解法(PIP)和浆料渗透-热压法(SI-HP)。采用CVI工艺进行基体改性,一般是在1000℃左右的低温和5kPa左右的低压下,几种不同的目标先驱体气源扩散渗入到预制体内部后发生化学反应,生成改性的陶瓷基体。因CVI工艺本身“瓶颈效应”的限制,其制备的复合材料内部一般还存在10~15%的孔洞。这种工艺形成的自愈合基体为层状,故其属于多元多层自愈合方式。由于先驱体气源的限制,使用CVI工艺引入的自愈合改性陶瓷种类较少。另外CVI法制备复合材料通常周期较长。采用RMI工艺(多为LSI)进行基体改性,一般是在1400~1600℃、真空条件下,将液态Si或Si合金渗入多孔纤维预制体来制备致密的CMC-SiCs。此方法可大大提高复合材料的致密度(开气孔率为3~5%),属于基体的致密化改性方法。若先在预制体中引入B和C(如 B_4C+C),再渗入液态Si,可在基体中反应生成Si-B-C陶瓷,则除了致密化改性外,还是多元弥散的自愈合改性。该工艺的基体致密化改性效果很好,改性后的CMC-SiCs抗氧化性能优异,但其制备温度高,对纤维损伤大,残余热应力大,且致密的基体使得纤维与基体的模量不匹配,最终导致复合材料的力学性能下降。采用PIP工艺进行基体改性,一般是通过真空浸渍或压力浸渍的方法将聚合物先驱体引入到多孔预制体内部,经固化后在900~1100℃、保护性气氛下裂解得到无定形态的陶瓷改性基体。重复此过程多次后,可得到5~10%开气孔率的、比较致密的复合材料。PIP工艺引入的基体因先驱体在裂解过程中的体积收缩和小分子气相产物的逸出而在其内部形成了很多孔洞,导致其对基体孔洞和裂纹的封填效果下降,不利于复合材料抗氧化性能的提高。SI-HP工艺是将基体粉末、烧结助剂粉末和有机粘结剂通过溶剂混合配成浆料,将纤维浸没在浆料中,后将其缠绕在轮毂上,经烘干制成无纬布,切片模压成型,进行热压烧结,利用某些陶瓷的粘性流动来获得致密复合材料。一般来说,SiC的烧结温度至少1800℃,烧结助剂有 TiB_2 、TiC、B等。SI-HP法的优点主要有:(1)制备出的复合材料致密度高,缺陷少;(2)工艺简单,制备周期短。其缺点主要有:(1)烧结温度过高,不可避免地影响纤维和界面的性能,不利于复合材料性能;(2)不易于制备形状复杂的构件。

[0006] 目前,聚合物转化陶瓷法(PDC)是在较低温度(1000℃左右)下获得超高温陶瓷的成熟方法,已成功制备了SiHfCN和SiHfBCN陶瓷。因此,基于PDC方法,利用聚合物浸渍热解(PIP)法可在CMCs中引入超高温自愈合组元SiHfCN或SiHfBCN。但是,传统的CVI结合PIP工艺不但会延长制备周期,而且自愈合层在CMCs的高温膨胀和聚合物裂解收缩双重作用下会产生孔洞和裂纹,难以保持完整性,既会影响自愈合效果,又会影响承载能力。而CVI结合PIP工艺虽然结合了CVI和PIP工艺的优势,但其致密化效果仍然受制于CVI的瓶颈效应以及其较低的效率。浆料浸渍法能高效地向半致密复合材料中引入自愈合陶瓷相的粉体,但超高温陶瓷粉体密度都比较大,浆料浸渍过程中难免有粉体沉降淤积,导致复合材料中粉体分布不均匀,得到的超高温陶瓷基复合材料也会存在明显的力学性能不均匀、容易产生相分离、超高温性能和抗氧化性能欠佳问题。

发明内容

[0007] 要解决的技术问题

[0008] 为了避免现有技术的不足之处,本发明提出一种超高温自愈合陶瓷基复合材料的多相耦合快速致密化方法,可以迅速填充陶瓷基复合材料中缺陷并引入自愈合组元的多相快速耦合致密化方法。

[0009] 技术方案

[0010] 一种超高温自愈合陶瓷基复合材料的多相耦合快速致密化方法,其特征步在于步骤如下:

[0011] 步骤1、制备界面及基体:采用化学气相渗透法在纤维预制体上沉积热解碳PyC或氮化硼BN而获得陶瓷基复合材料的界面;再通过化学气相渗透或聚合物浸渍裂解法制备陶瓷相为基体,得到开气孔率控制在15~35%的半致密的陶瓷基复合材料;

[0012] 步骤2、制备陶瓷浆料:将陶瓷前躯体在150~300℃的坩埚中固化1~5h并在温度、压力与CVI过程相同的管式炉中完成裂解;使用球磨工艺将热解后的前躯体研磨成粉末,之后经过筛网过筛;将前躯体与四氢呋喃THF按质量比为1:1~1:4配制后搅拌2h使之混合均匀得到前躯体溶液;

[0013] 继续前躯体溶液中添加至多30wt%的热解陶瓷粉,超声混合后得到稳定、均一的陶瓷浆料;

[0014] 步骤3、浸渍:在室温下,进行真空浸渍,先将浆料抽真空0.5~2h,之后将半致密复合材料浸入浆料中,继续抽真空0.5~5h;

[0015] 或先将半致密C/SiC复合材料在真空浸渍罐中抽真空0.5~2h以除去半致密复合材料孔隙中的空气,之后将浆料通过漏斗放入浸渍罐中并没过试样,继续抽真空0.5~5h;压力浸渍的保压时间为0.5~10h,压力为0.2~2.0Mpa;

[0016] 在浸渍完成后将半致密复合材料在150~300℃固化1~5h以实现基体中裂纹、孔洞等缺陷的初步封填;

[0017] 步骤4、前躯体在线热解与沉积:CVI沉积炉经过2~3h升温至650~1100℃,在CVI工艺的升温过程中陶瓷先驱体进行裂解,在基体沉积过程中完成先驱体的增材裂解和陶瓷化,以抑制自愈合层收缩,并完成对基体中微裂纹的最终封填,减少基体中的孔洞和裂纹;

[0018] 采用阿基米德排水法测试复合材料的密度和开气孔率,并重复进行步骤4和5,直至复合材料的开气孔率低于5%。

[0019] 所述纤维预制体是:将连续陶瓷纤维束或碳纤维束编织并定型,得到纤维预制体。

[0020] 所述编织包括但不限于按二维平纹、二维缎纹、2.5维、三维四向和三维针刺的方式。

[0021] 所述陶瓷相为:碳C、碳化硅SiC、氮化硅Si₃N₄、硅碳氮SiCN或硅硼碳氮SiBCN。

[0022] 所述步骤3的浸渍为多次时采用先采用陶瓷浆料,后几次采用前躯体溶液。

[0023] 有益效果

[0024] 本发明提出的一种超高温自愈合陶瓷基复合材料的多相耦合快速致密化方法,采用化学气相渗透结合浆料浸渍-在线裂解新工艺在半致密陶瓷基复合材料中引入自愈合相(如SiHfCN、SiHfBCN等),进而实现陶瓷基复合材料的多元多层自愈合改性,获得超高温自愈合陶瓷基复合材料。

[0025] 本发明主要优点是:创造性地将热解陶瓷粉引入到前躯体中制成浆料并将其引入半致密的陶瓷基复合材料中,在CVI过程中实现前躯体的热解,在较低制备温度下实现超高温自愈合陶瓷基复合材料的快速制备。

[0026] (1)由于热解陶瓷粉的引入,复合材料的致密化速度加快,提高了复合材料的制备效率,且适用于多种预制体结构的半致密复合材料。

[0027] (2) 由于SiHf(B)CN自愈合相的引入,陶瓷基复合材料在水氧环境中的抗氧化性能大幅度提升。例如,在1300℃,H₂O:O₂:Ar分压为14kPa:8kPa:78kPa的水氧环境中氧化100h后,SiC/SiC-SiHfBCN复合材料的强度保持率超过80%,质量变化率仅为0.22%。

附图说明

[0028] 图1为本发明采用气液固多相耦合致密化方法制备超高温自愈合陶瓷基复合材料的流程图。

[0029] 图2为二维平纹C/SiC-SiHfBCN复合材料密度和开气孔率在制备过程中的变化图。

[0030] 图3为采用气液固多相耦合致密化工艺制得的二维平纹C/SiC-SiHfBCN复合材料试样(a)近表面区域和(b)内部的微结构照片。

[0031] 图4为采用气液固多相耦合致密化工艺制得的三维四向编织C/SiC-SiHfBCN复合材料的微结构照片。

[0032] 图5为采用气液固多相耦合致密化工艺制得的2.5D C/SiC-SiHfBCN复合材料的微结构照片。

具体实施方式

[0033] 现结合实施例、附图对本发明作进一步描述:

[0034] 本发明采用如下技术方案:

[0035] 步骤1:制备纤维预制体

[0036] 将连续陶瓷纤维束或碳纤维束按二维平纹、二维缎纹、2.5维、三维四向和三维针刺等方式编织并定型,得到纤维预制体。

[0037] 步骤2:制备界面及基体

[0038] 采用化学气相渗透法在预制体上沉积热解碳(PyC)或氮化硼(BN)进而获得陶瓷基复合材料的界面,继而通过化学气相渗透或聚合物浸渍裂解法制备碳(C)、碳化硅(SiC)、氮化硅(Si₃N₄)、硅碳氮(SiCN)和硅硼碳氮(SiBCN)等陶瓷相为基体,得到半致的陶瓷基复合材料,半致密复合材料的开气孔率控制在15~35%。

[0039] 步骤3:制备陶瓷浆料

[0040] 将陶瓷前躯体在150~300℃的坩埚中固化1~5h并在温度、压力与CVI过程相同的管式炉中完成裂解;使用球磨工艺将热解后的前躯体研磨成粉末,之后经过筛网过筛;将前躯体与四氢呋喃(THF)按质量比为1:1~1:4配制前躯体溶液,搅拌2h使之混合均匀;向前躯体溶液中添加至多30wt%的热解陶瓷粉,超声混合后得到稳定、均一的陶瓷浆料。

[0041] 步骤4:浸渍浆料

[0042] 在室温下,采用真空浸渍和(或)气相加压浸渍工艺将浆料引入到半致密的复合材料中。进行真空浸渍时要先将浆料抽真空0.5~2h,之后将半致密复合材料浸入浆料中,继续抽真空0.5~5h;或先将半致密C/SiC复合材料在真空浸渍罐中抽真空0.5~2h以除去半致密复合材料孔隙中的空气,之后将浆料通过漏斗放入浸渍罐中并没过试样,继续抽真空0.5~5h。压力浸渍的保压时间为0.5~10h,压力为0.2~2.0MPa。在浸渍完成后将试样在150~300℃固化1~5h以实现基体中裂纹、孔洞等缺陷的初步封填。

[0043] 步骤5:前躯体在线热解与沉积

[0044] CVI沉积炉经过2~3h升温至650~1100℃,在CVI工艺的升温过程中进行陶瓷先驱体的裂解,在基体沉积过程中完成先驱体的增材裂解和陶瓷化,以抑制自愈合层收缩,并完成对基体中微裂纹的最终封填,减少基体中的孔洞和裂纹。采用阿基米德排水法测试复合材料的密度和开气孔率,并重复进行步骤4和5,直至复合材料的开气孔率低于5%。

[0045] 实施例一

[0046] 步骤1:制备碳纤维预制体。将T300碳纤维以平纹编织的方式编成0°/90°方向分布的二维碳布,再将其割剪成所需尺寸。然后将一定层数的C纤维布叠层后放入石墨模具中并定型。

[0047] 步骤2:制备界面及基体。用化学气相渗透工艺制备厚度为180nm的PyC界面并在温度为1800℃的高温真空炉中进行2h的热处理,之后再通过化学气相渗透工艺沉积一定量的SiC基体,经过机械加工后即可得到半致密的C/SiC复合材料。

[0048] 步骤3:制备陶瓷浆料。将PBSZhf(一种SiHfBCN陶瓷先驱体)在170℃、空气气氛的坩埚中固化2h,并在1100℃、5kPa的氩气环境中完成先驱体的裂解;使用干法球磨工艺将热解后的先驱体研磨成粉末,之后经过筛网过筛;将先驱体与四氢呋喃(THF)按质量比为1:2配制成先驱体溶液,搅拌2h使之均匀混合;向前驱体溶液中添加5wt%的热解陶瓷粉,超声混合后得到稳定、均一的陶瓷浆料。

[0049] 步骤4:浸渍浆料。本实例中共重复五次“浸渍-固化-沉积”过程,其中前三次使用陶瓷浆料进行浸渍,后两次使用先驱体溶液进行浸渍。真空浸渍时先将浆料或先驱体溶液抽真空0.5h,之后将半致密复合材料浸入其中,继续抽真空0.5h;压力浸渍的保压时间为1h,压力为0.8MPa。浸渍完成后,将样品在170℃、空气气氛中固化2h以实现基体中裂纹、孔洞等缺陷的初步封填。

[0050] 步骤5:先驱体在线热解与沉积。将试样置于SiC沉积炉中,在升温过程中进行先驱体的裂解,继而进行SiC基体的沉积。将试样从沉积炉中取出后,再进行新的浸渍-固化-沉积循环,本实施例中这一循环共进行了5次。如附图2所示,本实施例中制备的C/SiC-SiHfBCN复合材料的密度为2.27g/cm³,开气孔率为7%。C/SiC-SiHfBCN复合材料的微结构如附图3所示,可见本实施例采用的气液固多相耦合致密化工艺成功将SiHfBCN自愈合相引入到了C/SiC复合材料中。

[0051] 实施例二

[0052] 步骤1:制备碳纤维预制体。采用三维四步法将T300碳纤维制成具有所需尺寸的三维纤维预制体。纤维预制体中纤维体积分数控制在45%左右。然后将C纤维预制体放入石墨模具中定型。

[0053] 步骤2:制备界面及基体。用化学气相渗透工艺制备厚度为180nm的PyC界面并在温度为1800℃的高温真空炉中进行2h的热处理,之后再通过化学气相渗透工艺沉积一定量的SiC基体,经过机械加工后即可得到半致密的C/SiC复合材料。

[0054] 步骤3:制备陶瓷浆料。将PSNBhf(一种SiHfBCN陶瓷先驱体)在170℃、氩气气氛的坩埚中固化2h,并在1100℃的氩气环境中完成先驱体的裂解;使用干法球磨工艺将热解后的先驱体研磨成粉末,之后经过筛网过筛;将先驱体与四氢呋喃(THF)按质量比为1:2配制成先驱体溶液,搅拌2h使之均匀混合;向前驱体溶液中添加5wt%的热解陶瓷粉,超声混合后得到稳定、均一的陶瓷浆料。

[0055] 步骤4:浸渍浆料。采用真空浸渍工艺将浆料引入到半致密C/SiC复合材料中。先将半致密C/SiC复合材料在真空浸渍罐中抽真空0.5h以除去半致密复合材料孔隙中的空气,之后将浆料通过漏斗放入浸渍罐中并没过试样,继续抽真空1h。浸渍完成后,将样品在170℃、氩气气氛中固化2h以实现对接体中裂纹、孔洞等缺陷的初步封填。

[0056] 步骤5:前躯体在线热解与沉积。将试样置于SiC沉积炉中,在升温过程中进行前躯体的裂解,继而进行SiC基体的沉积。将试样从沉积炉中取出后,再进行新的浸渍-固化-沉积循环。由附图4可见,PDC SiHfBCN被成功引入了半致密的三维四向C/SiC复合材料中。

[0057] 实施例三

[0058] 步骤1:制备碳纤维预制体。将T300碳纤维织成具有所需尺寸的板状2.5D碳纤维预制体。然后将其放入石墨模具中定型。

[0059] 步骤2:制备界面及基体。用化学气相渗透工艺制备厚度为180nm的PyC界面并在温度为1800℃的高温真空炉中进行2h的热处理,之后再通过化学气相渗透工艺沉积一定量的SiC基体,经过机械加工后即可得到半致密的C/SiC复合材料。

[0060] 步骤3:制备陶瓷浆料。将PSNBHf(一种SiHfBCN陶瓷前躯体)在170℃、氩气气氛的坩埚中固化2h,并在1100℃的氩气环境中完成前躯体的裂解;使用干法球磨工艺将热解后的前躯体研磨成粉末,之后经过筛网过筛;将前躯体与四氢呋喃(THF)按质量比为1:2配制前躯体溶液,搅拌2h使之均匀混合;向前躯体溶液中添加5wt%的热解陶瓷粉,超声混合后得到稳定、均一的陶瓷浆料。

[0061] 步骤4:浸渍浆料。采用真空浸渍工艺将浆料引入到半致密C/SiC复合材料中。先将半致密C/SiC复合材料在真空浸渍罐中抽真空0.5h以除去半致密复合材料孔隙中的空气,之后将浆料通过漏斗放入浸渍罐中并没过试样,继续抽真空1h。浸渍完成后,将样品在170℃、氩气气氛中固化2h以实现对接体中裂纹、孔洞等缺陷的初步封填。

[0062] 步骤5:前躯体在线热解与沉积。将试样置于SiC沉积炉中,在升温过程中进行前躯体的裂解,继而进行SiC基体的沉积。将试样从沉积炉中取出后,再进行新的浸渍-固化-沉积循环。由附图5可见,PDC SiHfBCN被成功引入了半致密的2.5D C/SiC复合材料中。

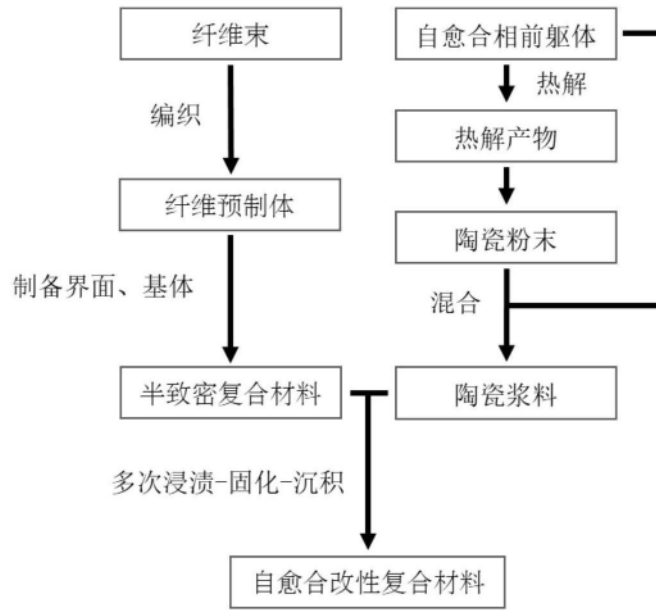


图1

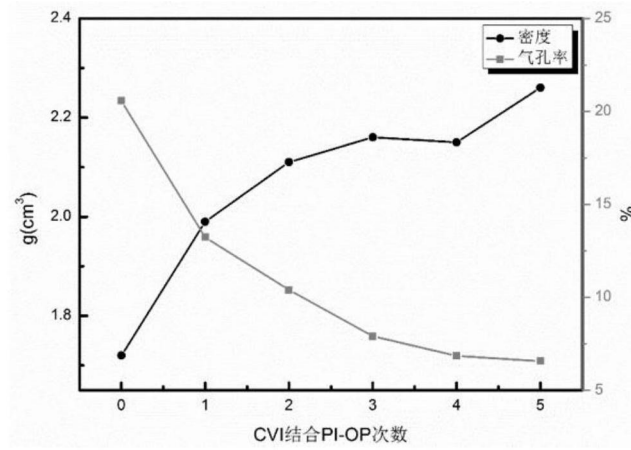


图2

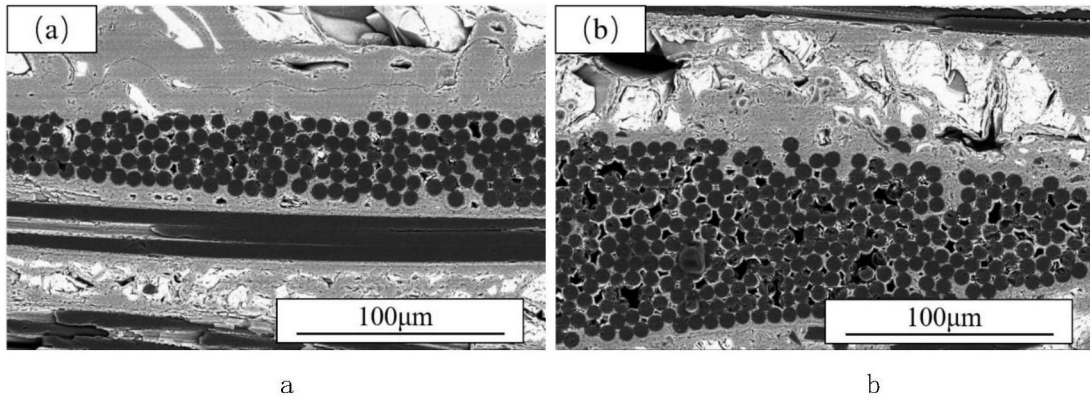


图3

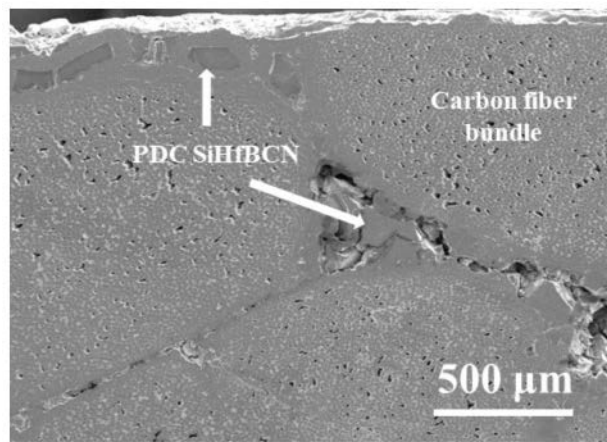


图4

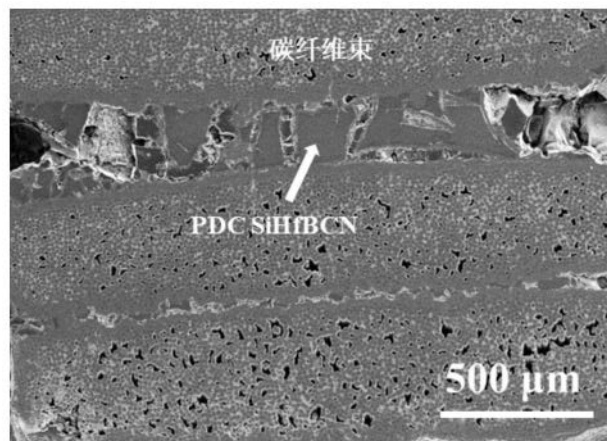


图5