



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 108249952 B

(45) 授权公告日 2021.03.26

(21) 申请号 201810182129.7	C04B 35/622 (2006.01)
(22) 申请日 2018.03.07	C04B 35/634 (2006.01)
(65) 同一申请的已公布的文献号 申请公布号 CN 108249952 A	(56) 对比文件 CN 103086737 A, 2013.05.08 CN 104707489 A, 2015.06.17 CN 105854632 A, 2016.08.17 CN 106588000 A, 2017.04.26 US 6017474 A, 2000.01.25
(43) 申请公布日 2018.07.06	
(73) 专利权人 徐州普罗顿氢能储能产业研究院 有限公司 地址 221000 江苏省徐州市新沂市经济开 发区浙江路9-48号	审查员 吴紫平
(72) 发明人 仲崇英	
(74) 专利代理机构 江苏圣典律师事务所 32237 代理人 肖明芳	
(51) Int. Cl. C04B 38/06 (2006.01) C04B 35/10 (2006.01)	权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54) 发明名称
 一种多孔陶瓷承烧板的制备方法

(57) 摘要
 本发明揭示了一种多孔陶瓷承烧板的制备方法,其包括以下步骤:S1、制备陶瓷粉体;S2、制备浆料:以陶瓷粉体为基准按重量百分比在陶瓷粉体中加入1~2%的分散剂和48%~52%的溶剂进行球磨;球磨均匀后加入重量百分比为6~10%的粘结剂和造孔剂继续球磨,得到浆料;S3、相转化成型:将浆料置入模具中,并将模具连同浆料浸入水中进行相转化成型,得到陶瓷坯体并在室温下干燥;S4、热压烧结:对干燥后的陶瓷坯体进行热压烧结,制得具有垂直孔洞的陶瓷承烧板。本发明制备的陶瓷承烧板具备大量垂直的气孔,可显著提高陶瓷承烧板的使用寿命和强度。

1. 一种多孔陶瓷承烧板的制备方法,其特征在于其包括以下步骤:

S1、制备陶瓷粉体,将氧化铝或氧化锆或氧化铝和氧化锆的混合物作为初始粉体,然后将初始粉体进行高温预处理,在高温预处理过的粉体中加入酒精球磨,之后干燥得到处理后粉体;

所述处理后粉体与初始粉体按重量比为5:5~7:3混合得到陶瓷粉体;

S2、制备浆料:以陶瓷粉体为基准按重量百分比在陶瓷粉体中加入1~2%的分散剂和48%~52%的溶剂进行球磨;球磨均匀后加入重量百分比为6~10%的粘结剂和造孔剂继续球磨,得到浆料;

S3、相转化成型:将浆料置入模具中,并将模具连同浆料浸入水中进行相转化成型,得到具有垂直气孔的多孔陶瓷坯体,并在室温下干燥8~12h;

S4、热压烧结:对干燥后的陶瓷坯体进行热压烧结,用热压机对干燥后的陶瓷坯体进行热压,温度范围50~100℃,压力范围10~20MPa;再将热压后的陶瓷坯体放入高温炉,以1℃/min的速率升温至850℃,保温60min,之后以2℃/min的速率升温至1600℃,保温120min,然后随炉冷却,制得具有垂直气孔的多孔陶瓷承烧板。

2. 按照权利要求1所述多孔陶瓷承烧板的制备方法,其特征在于:所述处理后粉体与初始粉体按重量比为7:3。

3. 按照权利要求1所述多孔陶瓷承烧板的制备方法,其特征在于:溶剂为N-甲基吡咯烷酮。

4. 按照权利要求1所述多孔陶瓷承烧板的制备方法,其特征在于:所述分散剂为聚乙烯吡咯烷酮。

5. 按照权利要求1所述多孔陶瓷承烧板的制备方法,其特征在于:所述造孔剂为淀粉或石墨。

6. 按照权利要求1所述多孔陶瓷承烧板的制备方法,其特征在于:所述粘结剂为聚醚矾树脂。

7. 按照权利要求1所述多孔陶瓷承烧板的制备方法,其特征在于:球磨使用行星式球磨机进行球磨,转速为300~500r/min。

8. 按照权利要求1所述多孔陶瓷承烧板的制备方法,其特征在于:球磨使用行星式球磨机进行球磨,转速为400r/min。

一种多孔陶瓷承烧板的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种多孔陶瓷承烧板的制备方法。

背景技术

[0002] 多孔陶瓷承烧板通常是以耐火原料如氧化物粉体为骨料,添加外加剂经一定工艺成型后高温烧结得到的陶瓷承烧板,其结构特性是内部具有大量的贯通或半通过的微细气孔。常见的陶瓷承烧板的制备工艺主要有干压成型、流延成型等。

[0003] 国内生产的用于工业的刚玉耐火材料,虽然耐腐蚀性满足要求,但由于内部气孔的原因导致强度较低,容易变形开裂,且陶瓷承烧板的使用环境恶劣,使得其使用寿命更低,平均使用寿命不足10次。

[0004] 干压成型法具有生产效率高的优点,但是缺点是模具造价高,坯体内部结构不均匀。流延成型法则由于它不能一次流延太厚,一般用于制备薄片陶瓷材料,若要获得比较厚的陶瓷坯体需要多层热压叠加,增加了制备的成本。

发明内容

[0005] 本发明的目的在于针对现有技术中的上述缺陷,提供一种多孔陶瓷承烧板的制备方法,通过该方法制备的多孔陶瓷承烧板具备规则的垂直孔洞,在提高气孔率的同时增加了强度。

[0006] 为实现上述发明目的,本发明采用了如下技术方案:一种多孔陶瓷承烧板的制备方法,其包括以下步骤:

[0007] S1、制备陶瓷粉体;

[0008] S2、制备浆料:以陶瓷粉体为基准按重量百分比在陶瓷粉体中加入1~2%的分散剂和48%~52%的溶剂进行球磨;球磨均匀后加入重量百分比为6~10%的粘结剂和造孔剂继续球磨,得到浆料;

[0009] S3、相转化成型:将浆料置入模具中,并将模具连同浆料浸入水中进行相转化成型,得到陶瓷坯体并在室温下干燥;

[0010] S4、热压烧结:对干燥后的陶瓷坯体进行热压烧结,制得具有垂直孔洞的陶瓷承烧板。

[0011] 此外,本发明还包括如下附属技术方案:

[0012] S1中陶瓷粉体的制备包括如下步骤:首先,将氧化铝或氧化锆或氧化铝和氧化锆的混合物作为初始粉体,然后将初始粉体进行高温预处理,在高温预处理过的粉体中加入酒精球磨,之后干燥得到处理后粉体。

[0013] 所述处理后粉体与初始粉体按重量比为5:5~7:3混合得到陶瓷粉体。

[0014] 所述所述处理后粉体与初始粉体按重量比为7:3。

[0015] 溶剂为N-甲基吡咯烷酮。

[0016] 所述分散剂为聚乙烯吡咯烷酮。

[0017] 所述造孔剂为淀粉或石墨。

[0018] 所述粘结剂为聚醚砜树脂。

[0019] 球磨使用行星式球磨机进行球磨,转速为300~500r/min。

[0020] 球磨使用行星式球磨机进行球磨,转速为400r/min。

[0021] 本发明具备如下技术效果:通过本发明制备出的多孔陶瓷承烧板,收缩率在10~15%之间,气孔率在45~56%之间。与传统的制备方法相比,本发明使用了相转化成型的方式,大大增加了气孔率,特别是大量垂直贯通的气孔,陶瓷承烧板的强度和寿命大大提高;另外,本发明成型更为方便,使用不锈钢条在玻璃板上进行粘合即可获得所需大小、形状及厚度的模具。

附图说明

[0022] 图1示出了由钢板条形成矩形的示意图。

具体实施方式

[0023] 以下结合较佳实施例及其附图对本发明技术方案作进一步非限制性的详细说明。

[0024] 本发明的多孔陶瓷承烧板的制备方法包括如下步骤:

[0025] S1制备陶瓷粉体

[0026] 步骤a:将氧化铝粉体或者氧化锆粉体或者氧化铝和氧化锆的混合粉体作为初始粉体,并对其高温预处理。高温预处理具体步骤为:将初始粉体放入氧化铝的坩埚中,并放入高温炉,以3°C/min的速率升温至特定温度保温2h后随炉降温(氧化铝的特定温度为1150~1250°C间,氧化锆的特定温度为1300~1400°C间)。在高温预处理过的粉体中加入酒精,并置于球磨机中以400r/min的速度球磨20min~30min,之后进行干燥得到处理后粉体待用。

[0027] 步骤b:将初始粉体和处理后粉体混合得到陶瓷粉体,处理后粉体和初始粉体重量比为5:5~7:3,优选重量比为7:3。重量比的比例不同会造成后期烧结的收缩率不同,从而影响到气孔率。

[0028] S2制备浆料

[0029] 步骤c:以混合得到的陶瓷粉体的重量为基准按重量百分比在混合得到的陶瓷粉体中加入分散剂和溶剂,之后置入球磨机中以400r/min的速率球磨50~70min。分散剂的重量百分比优选为1~2%,比如在一个实施例中可选1.8%的聚乙烯吡咯烷酮(PVP)。溶剂选择重量百分比为48%~52%的N-甲基吡咯烷酮(NMP)。

[0030] 步骤d:球磨均匀后加入重量为陶瓷粉体重量6~8%的粘结剂和造孔剂继续球磨,球磨的速度以400r/min为佳,时间在50~70min。造孔剂可以是淀粉也可以是石墨,优选石墨;粘结剂是聚醚砜树脂(PES)。

[0031] S3相转化成型

[0032] 步骤e:将步骤d中球磨均匀后的浆料和球磨弹子分离。

[0033] 步骤f:在玻璃板上用不锈钢板条粘贴出所需形状、大小的模具,再将浆料倒入模具中,用刮刀刮平。

[0034] 步骤g:将步骤f中的模具连同模具内的浆料浸入水中,进行相转化成型。相转化

法,就是配制一定组成的均相聚合物溶液,通过一定的物理方法使溶液在周围环境中进行溶剂和非溶剂的物质交换,使其从均相的聚合物溶液发生相分离,转变成一个三维大分子网络式的凝胶结构,最终固化成膜。本步骤中,溶剂NMP将溶入水中,溶剂NMP将与水发生物质交换,由于入水时只有浆料表面与水接触,而垂直方向交换路径最短,因此溶剂NMP与水发生物质交换时会形成垂直的交换通道,后期水分蒸发后就会形成规则的垂直气孔,增加承烧板的气孔率,而且垂直的气孔会提高承烧板的抗压强度,所以在使用的時候不易变形,提高使用寿命。

[0035] 步骤h:相转化完成后,取出模具中相转化形成的陶瓷坯体,并在室温下进行干燥8~12h。

[0036] S4热压烧结

[0037] 步骤i:用热压机对干燥后的陶瓷坯体进行热压,温度范围:50~100℃,压力范围:10~20Mpa,使陶瓷坯体质地均匀,烧结之后承烧板四边收缩基本一致。

[0038] 步骤j:将热压后的陶瓷坯体放入高温炉烧结,以1℃/min的速率升温至850℃,保温60min,之后以2℃/min的速率升温至烧结温度,保温120min,然后随炉冷却,制得多孔陶瓷承烧板。

[0039] 在上述步骤b中,传统的制备方法往往在初始粉体中直接加入分散剂等进行球磨,如果都用初始粉体的话,后期承烧板的烧结收缩率会很大,容易变形开裂;而如果都进行高温预处理的话,会使陶瓷粉体的烧结活性降低太多,烧出的陶瓷承烧板强度不够。本发明采用将高温预处理后粉体与初始粉体混合作为陶瓷粉体的方式,一方面可以降低收缩率,另一方面可以保证制得的陶瓷承烧板的强度,并且提高气孔率和烧结成功率。

[0040] 在上述步骤b和c中,本发明先加入分散剂和溶剂进行球磨,后加入粘结剂和造孔剂进行球磨,粘结剂后加是为了保证浆料的分散性,造孔剂后加是为了防止球磨过程中将造孔剂的结构磨碎。

[0041] 在上述步骤e中,钢板条的数量至少为三根,粘贴在玻璃板上,围合出所需形状、大小的模具,并可使用不同厚度的钢板条来形成不同厚度的模具,以得到不同厚度的多孔陶瓷承烧板。玻璃板和钢板条的数量可以重复使用。图1示出了一种四根钢板条围合形成的矩形陶瓷承烧板,应理解,钢板条数量不限于四根,围合成的形状也不一定是矩形,还可以是其他形状。

[0042] 在上述步骤a、c、d中,球磨时均优先使用行星式球磨机,转速在300~500r/min,优选400r/min。

[0043] 通过本发明制备出的多孔陶瓷承烧板,收缩率在10~15%之间,气孔率在45~56%之间。与传统的制备方法相比,本发明使用了相转化成型的方式,大大增加了气孔率,特别是大量垂直贯通的气孔,陶瓷承烧板的强度和寿命大大提高;另外,本发明成型更为方便,使用不锈钢板条在玻璃板上进行粘合即可获得所需大小、形状及厚度的模具。

[0044] 实施例1

[0045] 1.取一定量的氧化铝粉体作为初始粉体放入坩埚中,并置入高温炉中以2℃/min的升温速度升至1200℃并保温2h后随炉冷却,在高温预处理过的粉体中加入酒精,在行星球磨机上以400r/min的转速球磨30min后烘干得到处理后粉体留用。

[0046] 2.取处理后粉体和初始粉体按重量比7:3配料得到陶瓷粉体,加入陶瓷粉体总重

量1.8%的聚乙烯吡咯烷酮和陶瓷粉体总重量的50%的N-甲基吡咯烷酮,置入行星球磨机中以400r/min的转速球磨60min。

[0047] 3.球磨均匀后,分别加入陶瓷粉体总重量8%的聚醚砜和石墨,以400r/min的转速继续球磨60min。

[0048] 4.将磨匀后的浆料和球磨弹子分离。

[0049] 5.在玻璃板上用不锈钢条贴出长方形的模具形状,将浆料倒入模具中,用刮刀刮平。

[0050] 6.将模具连同浆料放入水中进行相转化反应,在相转化结束后,将模具内形成的陶瓷坯体取出干燥10h。

[0051] 7.将干燥好的素坯用裁纸刀裁成所需要的尺寸,用热压机热压,热压条件为温度70℃,压力20MPa。

[0052] 8.烧结,以不高于2℃/min的升温速度升至1600℃保温2h,随后炉冷。

[0053] 测试制得的氧化铝多孔陶瓷承烧板的收缩率在12%左右,气孔率在55%左右。

[0054] 需要指出的是,上述较佳实施例仅为说明本发明的技术构思及特点,其目的在于让熟悉此项技术的人士能够了解本发明的内容并据以实施,并不能以此限制本发明的保护范围。凡根据本发明精神实质所作的等效变化或修饰,都应涵盖在本发明的保护范围之内。

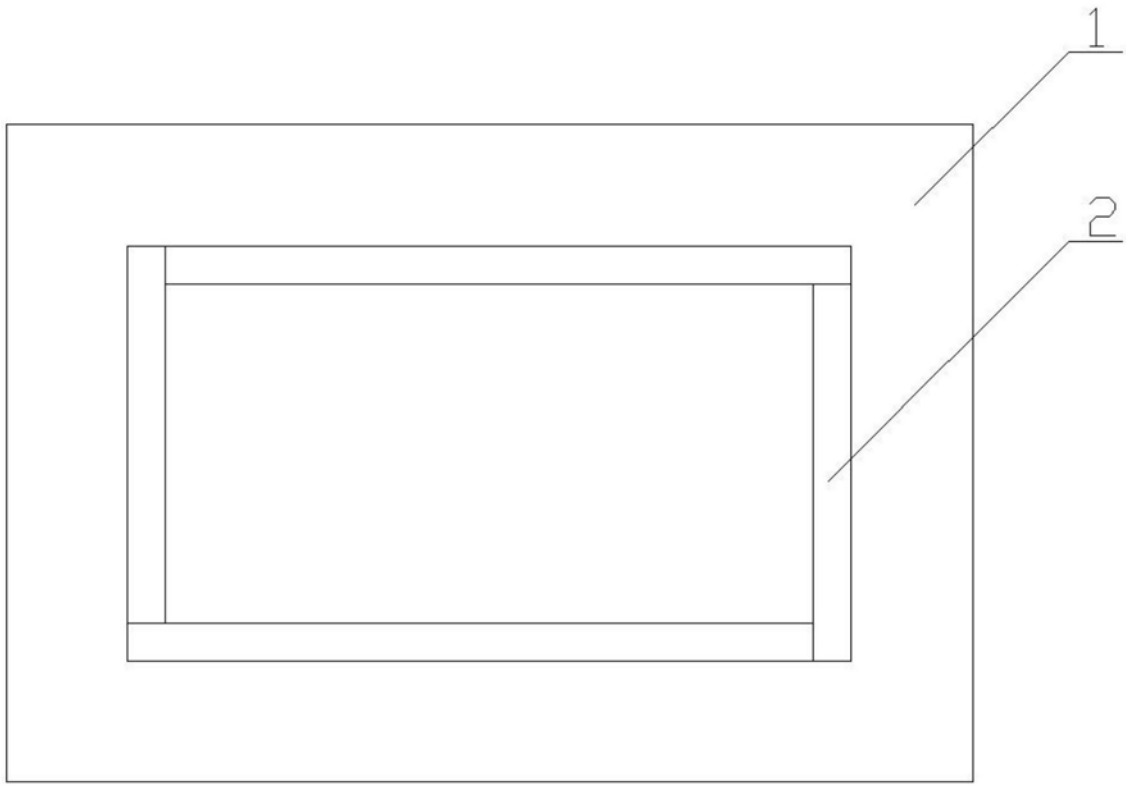


图1