文章编号:1006-544X(2003)02-0174-03

氧化铝陶瓷管壳低成本微晶化的研究

竺 斌,吴伯麟,程晓文,钟莲云,宁广蓉,欧 俊

(桂林工学院 材料与化学工程系,广西 桂林 541004)

摘 要: 国内生产的氧化铝管壳由于采用氧化铝粗粉为原料,产品的晶粒粗大、机械强度较低、加工量较大、烧成温度偏高、成品率低. 提高国产氧化铝管壳的质量和档次的关键是低成本使氧化铝陶瓷管壳微晶化. 采用自制的亚微米(平均粒径<1μm)无硬团聚氧化铝粉,Al_2O_3含量为97.59%,减少高温出现的液相量及低温快烧工艺(1 600℃,保温1 h),制备的微晶氧化铝管壳,其陶瓷晶粒的平均粒径为6 μm,晶粒分布比较均匀,加工量远远低于国产粗晶粒氧化铝管壳.

关键词: 氧化铝陶瓷管壳;微晶化;低温快烧

中图分类号: TQ 174.758.11;TQ 174.768 **文献标识码:** B①

氧化铝陶瓷是以$\alpha-Al_2O_3$为主晶相的陶瓷材料,其用途十分广泛,是一种重要的先进陶瓷材料. 氧化铝管壳是氧化铝陶瓷系列产品中的一种,目前,国内生产的氧化铝管壳陶瓷晶粒粗大. 原因是厂家所采用的氧化铝粉是拜耳法或联合法生产的粗粉,其粒径在4~10μm之间,烧成后的陶瓷晶粒在20~40 μm之间. 晶粒粗大,虽在一定程度上有利于提高金属化封接温度,但导致产品的机械强度较低,表面较粗糙,加工时发生沿晶断裂[1],加工量较大. 此外,大多数厂家采用热压铸工艺成型,由于原料粒径较粗,一般采用95瓷配料,煅烧温度高达1 650~1 750℃[2],产品容易变形,成品率太低. 本文旨在摸索一条低成本制备微晶氧化铝管壳的路线,为氧化铝微晶陶瓷系列产品的开发和生产提供一些依据.

1 实验过程

1.1 主要原料的制备

实验采用联合法生产的氧化铝粉,加入适量复合表面活性剂,用刚玉罐、高铝球研磨. 颗粒的平均粒径为亚微米,其质量累积为50%时的粒径为0.304 μm. 具体的粒径分布如表1.

1.2 配料

采用的原料是上述氧化铝粉,天然矿物高岭土、滑石、菱镁矿等,按表2的含量配制.

1.3 制备

表1 氧化铝超微粉的粒径分布

Table 1 Grain size distribution of alumina ultrafine powder

粒径/μm	0.076	0.087	0.013	0.137	0.174	0.205	0.229	0.248	0.267	0.284	0.304
质量累积百分比/%	1	5	10	15	20	25	30	35	40	45	50
粒径/μm	0.329	0.349	0.376	0.402	0.437	0.468	0.522	0.631	1.727	1.755	
质量累积百分比/%	55	60	65	70	75	80	85	90	95	99	

① **收稿日期:** 2002-10-15;**修订日期:** 2002-10-31

基金项目: 教育部重点项目(教技司2001-235)资助

作者简介: 竺 斌(1978-),男,四川巴中人,硕士研究生,无机非金属材料专业.

将配料置于刚玉球磨罐中，研磨介质为高铝瓷球，加入适量的自制高分子胶粘剂，在普通球磨机上研磨 24 h. 成型可采用等静压成型或可塑法挤出成型，并对坯体进行修整，不合格的坯体可回收再利用. 修整好的坯体放进硅钼炉中进行常压烧结，烧成温度分别为 1 540，1 560，1 580，1 600，1 620℃，保温时间定为 1 h. 烧成时，采取快速升温方式，对升温速率没有严格的要求. 烧成后的样品随炉冷却，经粗磨、细磨、抛光后备用.

表 2　实验配料

Table 2　Chemical compositions of alumina ceramic

化学组成	Al_2O_3	SiO_2	MgO	其他
w_B/%	97.59	1.21	0.60	0.60
采用矿物		高岭土等	滑石、菱镁矿等	

1.4　体积密度的测定

采用排水法来测定各个管壳的体积密度，浸泡溶液用蒸馏水. 体积密度的计算为

$$\rho_{体积} = \rho_{水} M_0/(M_0 - M_1)$$

式中：M_0—管壳经过真空干燥后的质量（g）；M_1—管壳浸没在水中的质量（g）；$\rho_{水}$—水在室温时的密度（g/cm^3）.

1.5　吸水率的测定

按 GB 2834 – 81 陶管吸水率实验方法测定吸水率. 将各管壳洗净并置于电热干燥箱中于 110℃烘干直至恒重. 放入烧杯中，加蒸馏水使管壳完全被淹没，加热至水沸腾并继续煮沸 2 h. 取出管壳，用湿纱布擦去表面游离水，于电子天平里称重. 计算吸水率为

$$\omega_\alpha = [(M_1 - M_0)/M_0] \times 100\%$$

式中：M_0—管壳经过干燥后的质量（g）；M_1—管壳浸泡后的质量（g）.

1.6　吸红实验

该实验是初步判断管壳是否成瓷的一种方法. 实验时，向盛有一定水量的烧杯中滴加一滴溶于水的红墨水，将管壳放进烧杯并迅速取出，用自来水冲洗管壳，看管壳是否尚存有红墨水. 吸红测试结果见表 3.

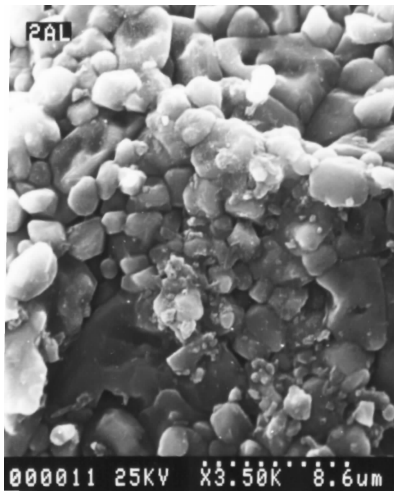
1.7　SEM 分析

对经 1 600℃并保温 1 h 烧成的管壳的断面进行扫描电镜分析，其结果见照片 1.

表 3　氧化铝管壳的吸红测试结果

Table 3　Testing result of red – absorbing

烧成温度/℃	1 540	1 560	1 580	1 600	1 620
吸红程度	吸红明显	吸红轻微	无吸红	无吸红	无吸红



照片 1　氧化铝管壳断面扫描电镜图

Photo 1　SEM of alumina envelope sintered at 1 600℃ for one hour

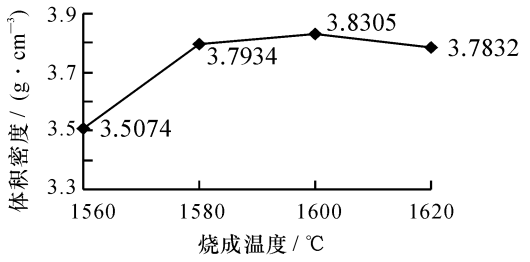


图 1　体积密度与烧成温度的关系

Fig. 1　Volume density and sintering temperature

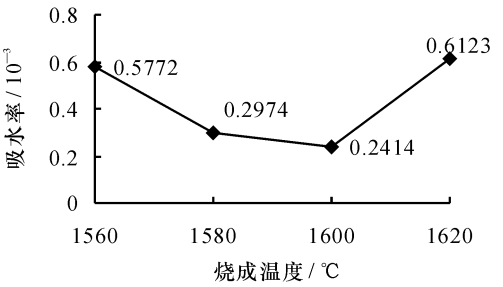


图 2　吸水率与烧成温度的关系

Fig. 2　Absorption rate and sintering temperature

2 结果与讨论

实验是采用低温快烧工艺分别在不同的温度下对 Al_2O_3 管壳进行烧成的. 图 1 为可塑法成型管壳的体积密度与烧成温度的关系图. 该图表明氧化铝管壳的体积密度随烧成温度升高而增加，当烧成温度超过 1 600℃，体积密度下降. 图 2 为氧化铝管壳的吸水率测试结果. 由该图可知，氧化铝管壳的吸水率随烧成温度升高先下降后升高，1 600℃烧成时，吸水率最低. 综上所述，氧化铝管壳在 1 600℃烧成时成瓷最好，故选择 1 600℃为最佳的烧成温度. 另外，从图1可以看出，在 1 585 ~ 1 605℃之间烧成的管壳的体积密度较大、致密程度较高，该温度范围可作为氧化铝管壳的烧成范围. 与工厂要求的较宽的烧成温度范围相比，本文所选的 20℃烧成范围还是显得较窄，还有待进一步改进. 表 3 是氧化铝管壳吸红测试结果，从表可以看出，1 540℃和 1 560℃烧成的氧化铝管壳均有吸红现象，表明在低于 1 560℃的温度烧成时，出现生烧现象.

氧化铝的熔点高、离子键较强、质点的扩散系数低（Al^{3+} 在 1 700℃时扩散系数仅为 10^{-11} cm^2/s），难于烧结[3]. 本文所选择的最佳烧成温度为 1 600℃，它比传统的烧结温度低 150 ~ 200℃. 较低的烧结温度，有利于获得细晶结构，节约能耗. 由于采用低成本优质的超微氧化铝粉，超微粉大的比表面积，具有促进质点迁移扩散的较大作用力，从而有利于烧结的进行[4]. 同时，在原料中引入适量的氧化镁，有助于降低烧成温度、缩短保温时间，也能阻止晶粒的异常长大及使烧成达到或接近于理论密度[5]. 采用了氧化铝含量更高的配料，烧成中出现的液相量少，也有利于减少变形.

从照片 1 可以看出，晶粒的平均粒径为 6 μm，尺寸分布比较均匀. 结果表明，所设计的工艺路线有效.

3 结 论

用平均粒径小于 1 μm 的氧化铝原料，采用氧化铝含量 97.59 %，减少高温烧结液相数量的措施及低温快烧工艺，在 $MgO\text{-}Al_2O_3\text{-}SiO_2$ 体系中，可制备出平均粒径为 6 μm、粒径分布均匀的微晶氧化铝管壳.

参考文献

[1] 秦麟卿，吴伯麟，谢济仁，等. 耐磨氧化铝研磨球的生产和应用 [J]. 武汉理工大学学报，2001 (3)：12 - 14.

[2] 尹衍升，张景德. 氧化铝陶瓷及其复合材料 [M]. 北京：化学工业出版社，2001. 35.

[3] 郭瑞松，杨正方，袁启明，等. 复合助剂对 ZTA 陶瓷烧结性的影响 [J]. 硅酸盐学报，1999，27 (2)：258 - 262.

[4] 刘国祥. 影响氧化铝陶瓷烧结的因素分析 [J]. 江苏陶瓷，2000，33 (1)：19 - 21.

[5] Adebayoy Badmos，Douglas G，ivey. Characterization of structural alumina ceramics used in ballistic armour and wear applications [J]. Journal Of Materials Science，2001 (36)：4 995 - 5 005.

Study on processing of microcrystalline alumina ceramic envelope with low cost

ZHU Bin，WU Bo-lin，CHENG Xiao-wen ，ZHONG Lian-yun，NING Guang-rong ，OU Jun

(*Department of Materials and Chemistry Engineering*，*Guilin Institute of Technology*，*Guilin* 541004，*China*)

Abstract：The alumina envelope is widely used in vacuum interrupter and electric appliance. The microcrystalline alumina envelope is produced by increasing alumina content to 97.59 % and decreasing the liquid phase content and low-temperature fast sintering from the self-made alumina ultrafine powder with average grain size lower than1μm. The alumina envelope is sintered at 1 600℃ in the air for one hour. From the SEM picture it can be seen that the average grain size is 6 μm with narrow size range. The microcrystalline alumina envelope by present processing shows better properties than domestic available coarse grain size envelope.

Key words：alumina ceramic envelope；microcrystalline；low-temperature fast sintering