

学校编码: 10384

分类号 _____ 密级 _____

学号: 20720131150094

UDC _____

厦 门 大 学

硕士学位论文

含钛硼碳化硅陶瓷的结构与性能研究

Research on the structure and properties of SiC ceramic
containing titanium and boron

李 风 萍

指导教师姓名: 刘安华 副教授

专业名称: 材 料 工 程

论文提交日期: 2016年 5月

论文答辩时间: 2016年 5月

学位授予日期: 2016年 月

答辩委员会主席: _____

评阅人: _____

2016年 5月

含钛硼碳化硅陶瓷的结构与性能研究李风萍指导教师刘安华副教授厦门大学

**Research on the structure and properties of SiC ceramic
containing titanium and boron**



A Thesis Presented for Master of Science
at Xiamen University

By

Fengping Li

Advisor: Associate Professor Anhua Liu

Department of Materials Science and Engineering

Xiamen University, Xiamen, 361005

May 2016

厦门大学学位论文原创性声明

本人呈交的学位论文是本人在导师指导下，独立完成的研究成果。本人在论文写作中参考其他个人或集体已经发表的研究成果，均在文中以适当方式明确标明，并符合法律规范和《厦门大学研究生学术活动规范（试行）》。

另外，该学位论文为（ ）课题（组）的研究成果，获得（ ）课题（组）经费或实验室的资助，在（ ）实验室完成。（请在以上括号内填写课题或课题组负责人或实验室名称，未有此项声明内容的，可以不作特别声明。）

声明人（签名）：

年 月 日

厦门大学学位论文著作权使用声明

本人同意厦门大学根据《中华人民共和国学位条例暂行实施办法》等规定保留和使用此学位论文，并向主管部门或其指定机构送交学位论文（包括纸质版和电子版），允许学位论文进入厦门大学图书馆及其数据库被查阅、借阅。本人同意厦门大学将学位论文加入全国博士、硕士学位论文共建单位数据库进行检索，将学位论文的标题和摘要汇编出版，采用影印、缩印或者其它方式合理复制学位论文。

本学位论文属于：

() 1. 经厦门大学保密委员会审查核定的保密学位论文，于年月日解密，解密后适用上述授权。

() 2. 不保密，适用上述授权。

（请在以上相应括号内打“√”或填上相应内容。保密学位论文应是已经厦门大学保密委员会审定过的学位论文，未经厦门大学保密委员会审定的学位论文均为公开学位论文。此声明栏不填写的，默认为公开学位论文，均适用上述授权。）

声明人（签名）：

年 月 日

目录

摘要.....	I
Abstract.....	III
第一章 绪论.....	1
1.1 概述.....	1
1.2 吸波材料简介.....	1
1.2.1 吸波材料的机理.....	1
1.2.2 吸波材料的分类.....	2
1.3 碳化硅吸波材料的研究背景.....	5
1.3.1 碳化硅吸波材料的研究现状.....	5
1.3.2 碳化硅吸波材料的应用.....	8
1.4 Si-(M)-C-(B)复合陶瓷聚合物先驱体的研究.....	9
1.4.1 Si-Ti-C 陶瓷.....	9
1.4.2 Si-B-C 陶瓷.....	10
1.4.3 Sylramic 纤维.....	11
1.5 本论文研究目的与内容.....	12
1.5.1 本论文的研究目的.....	12
1.5.2 本论文的研究内容.....	12
参考文献.....	13
第二章 实验.....	18
2.1 实验材料和仪器设备.....	18
2.1.1 实验原料及试剂.....	18
2.1.2 实验设备与仪器.....	18
2.2 1:1 钛硼超支化聚合物的制备.....	19
2.3 共混蒸馏.....	20
2.3.1 PBCS 先驱体的合成.....	20
2.3.2 PBTCS 先驱体的合成.....	21
2.4 氧化交联.....	21
2.5 热解.....	21
2.6 分析表征.....	22
2.6.1 傅立叶变换红外光谱分析 (FTIR)	22
2.6.2 X 射线衍射(XRD).....	22
2.6.3 扫描电镜 (SEM)	22
2.6.4 拉曼测试 (Raman)	23
2.6.5 吸波性能分析.....	23
2.6.6 元素组成.....	24
第三章 不同钛含量的聚钛硼碳硅烷的合成、交联及升温速率对陶瓷化的影响.....	26

3.1 引言.....	26
3.2 钛硼溶胶的制备.....	27
3.3 SiCTiB 陶瓷的制备.....	27
3.3.1 氧化交联.....	27
3.3.2 800℃热解.....	29
3.3.3 烧成（程序升温与快速升温）.....	29
3.3.4 实验流程图.....	30
3.4 结果与表征.....	31
3.4.1 化学组成分析.....	31
3.4.2 XRD 分析.....	33
3.4.3 SEM 分析.....	40
3.4.4 Raman 光谱分析.....	42
3.4.5 不同钛含量及升温方式对陶瓷吸波性能的影响.....	44
3.5 本章小结.....	49
参考文献.....	50
第四章 温度演变对硅碳钛硼陶瓷的结构与性能的影响.....	53
4.1 引言.....	53
4.2 钛硼溶胶的制备.....	53
4.3 SiCTiB 陶瓷的制备.....	53
4.3.1 氧化交联.....	53
4.3.2 800℃热解.....	53
4.3.3 不同温度烧成.....	53
4.4 结果与表征.....	54
4.4.1 化学组成分析.....	54
4.4.2 XRD 分析.....	56
4.4.3 SEM 分析.....	58
4.4.4 温度演变对陶瓷吸波性能的影响.....	59
4.5 本章小结.....	62
参考文献.....	63
第五章 交联先驱体聚钛硼碳硅烷的氧含量对烧结陶瓷的结构与性能影响.....	64
5.1 引言.....	64
5.2 1800℃烧成（快速升温）.....	64
5.3 结果与表征.....	65
5.3.1 化学组成分析.....	65
5.3.2 XRD 分析.....	67
5.3.3 SEM 分析.....	69
5.3.4 Raman 光谱分析.....	70
5.3.5 交联先驱体氧含量对陶瓷吸波性能的影响.....	71

5.4 本章小结.....	73
参考文献.....	75
第六章 总结与展望.....	76
6.1 总结.....	76
6.2 展望.....	77
致 谢.....	78

厦门大学博硕士论文摘要库

厦门大学博硕士学位论文摘要库

Contents

Abstract in Chinese.....	I
Abstract in English.....	III
Chapter 1 Introduction.....	1
1.1 Background.....	1
1.2 Brief introduction to wave absorption materials.....	1
1.2.1 Mechanism of wave absorption.....	1
1.2.2 Classification of wave absorption materials.....	2
1.3 Background of silicon carbide wave absorption materials.....	5
1.3.1 Current research on silicon carbide wave absorption materials.....	5
1.3.2 Application of silicon carbide wave absorption materials.....	8
1.4 Si-(M)-C-(B) ceramic precursor.....	9
1.4.1 Si-Ti-C ceramic.....	9
1.4.2 Si-B-C ceramic.....	10
1.4.3 Sylramic fibers.....	11
1.5 Research purpose and contents of this thesis.....	12
1.5.1 Research purpose.....	12
1.5.2 Research contents.....	12
Reference.....	13
Chapter 2 Experiment.....	18
2.1 Materials and apparatus.....	18
2.1.1 Experimental raw materials and reagents.....	18
2.1.2 Experimental apparatus and equipments.....	18
2.2 Preparation of 1:1 titanium boron hyperbranched polymer.....	19
2.3 Blending and distillation.....	20
2.3.1 Synthesis of PBCS precursor.....	20
2.3.2 Synthesis of PBTCS precursor.....	21
2.4 Oxidative crosslinking.....	21
2.5 Pyrolysis.....	21
2.6 Analysis and characterization.....	22
2.6.1 Fourier transform infrared spectroscopy(FTIR).....	22
2.6.2 X-ray diffraction(XRD).....	22
2.6.3 Scanning electron microscope(SEM).....	22
2.6.4 Raman test(Raman).....	23
2.6.5 Vector Network analyzer (VNA).....	23
2.6.6 Elemental analysis.....	24
Chapter 3 Synthesis, crosslinking and heating rates influence on vitrified process of different titanium content precursor.....	26

3.1 Introduction.....	26
3.2 Preparation of titanium boron sol.....	27
3.3 Preparation of SiCTiB ceramic.....	27
3.3.1 Oxidative crosslinking.....	27
3.3.2 Pyrolysis(800°C).....	29
3.3.3 Firing(procedural heating and fast heating).....	29
3.3.4 Experimental flow chart.....	30
3.4 Results and Characterization.....	31
3.4.1 Analysis of chemical composition.....	31
3.4.2 XRD analysis.....	33
3.4.3 SEM analysis.....	40
3.4.4 Raman analysis.....	42
3.4.5 Effects of different titanium content and heating modes on absorbing property of ceramics.....	44
3.5 Summary.....	49
Reference.....	50
Chapter 4 Effect of temperature evolution on structure and properties of titanium boron ceramic.....	53
4.1 Introduction.....	53
4.2 Preparation of titanium boron sol.....	53
4.3 Preparation of SiCTiB ceramic.....	53
3.3.1 Oxidative crosslinking.....	53
3.3.2 Pyrolysis(800°C).....	53
3.3.3 Firing at different temperatures.....	53
4.4 Results and Characterization.....	54
3.4.1 Analysis of chemical composition.....	54
3.4.2 XRD analysis.....	56
3.4.3 SEM analysis.....	58
3.4.4 Effect of temperature evolution on wave absorption of ceramic.....	59
4.5 Summary.....	62
Reference.....	63
Chapter 5 Effect of different oxygen content on the structure and properties of firing ceramic.....	64
5.1 Introduction.....	64
5.2 Firing at 1800°C(fast heating).....	64
5.3 Results and Characterization.....	65
3.3.1 Analysis of chemical composition.....	65
3.3.2 XRD analysis.....	67

5.3.3 SEM analysis.....	69
5.3.4 Raman analysis.....	70
5.3.5 Effect of different oxygen content on wave absorption of ceramic....	71
5.4 Summary.....	73
Reference.....	75
Chapter 6 Conclusions and perspective.....	76
6.1 Conclusions.....	76
6.2 Perspective.....	77
Acknowledgements.....	78

厦门大学博硕士学位论文摘要库

厦门大学博硕士学位论文摘要库

厦门大学博硕士学位论文摘要库

厦门大学博硕士学位论文摘要库

摘 要

碳化硅 (SiC) 陶瓷具有高强度、高硬度、耐高温、抗氧化、抗化学腐蚀、低热膨胀系数、高热传导率等众多特点, 不仅被广泛应用在功能陶瓷、高级耐火材料、磨料及冶金原料等民用领域, 还应用于航空航天领域, 用作发动机的热端部件。为了提高先驱体转化法制备碳化硅陶瓷的耐高温性和吸波性能, 本文将钛、硼元素引入陶瓷先驱体中, 利用二者高温下生成的二硼化钛作为 SiC 陶瓷的烧结助剂, 提高 SiC 陶瓷的耐高温性能, 并利用钛元素提高陶瓷的吸波性能, 系统研究了钛硼的引入, 陶瓷结构与性能的演变规律。

首先, 固定先驱体中硼元素的含量, 研究钛元素含量(0、2.87、5.05 和 7.98%) 和烧成方法对 SiC 陶瓷结构与性能的影响规律。研究发现, 在本论文研究的含量中, 当钛最大时, 且以快速升温方式获得的烧结陶瓷最为致密, 这是因为随着钛元素含量的增加, 生成的烧结助剂 TiB_2 增加; 随着钛元素含量的增加, SiC 陶瓷的导电性提高, 介电常数和介电损耗增加, 但进一步增加钛含量, 陶瓷的电阻率反而降低, 这是因为少量的 Ti 元素, 可有效降低陶瓷的电阻率, 起到增强介电损耗的效果, 但当超过最佳值时, 因为其良好的导电性而对电磁波产生反射, 从而吸波效果大大减弱。

其次, 固定陶瓷先驱体中钛、硼和氧元素的含量, 研究烧成温度对陶瓷结构与性能的演变影响规律。研究发现, 随着烧成温度的升高, 陶瓷结晶度增大, 电磁波吸收性能提高。

最后, 通过控制先驱体中的氧含量(4%、8%、10%) , 研究先驱体中氧含量对烧成陶瓷的结构与性能影响规律。研究发现, 先驱体氧含量为 4%时, 陶瓷烧成后的表面形貌最致密, 这是因为先驱体的低氧含量, 导致烧成陶瓷内游离碳含量较大, 起到抑制 SiC 晶粒长大的作用; 先驱体氧含量为 10%时, 陶瓷烧成后的, 吸波性能最好, 这是最终陶瓷的相组成所决定。

关键词: 碳化硅; 钛硼超支化聚合物; 快速升温; 程序升温; 吸波性能

厦门大学博硕士学位论文摘要库

Degree papers are in the “[Xiamen University Electronic Theses and Dissertations Database](#)”.

Fulltexts are available in the following ways:

1. If your library is a CALIS member libraries, please log on <http://etd.calis.edu.cn/> and submit requests online, or consult the interlibrary loan department in your library.
2. For users of non-CALIS member libraries, please mail to etd@xmu.edu.cn for delivery details.