

溶胶—乳化液—凝胶法制备二氧化锆等离子喷涂粉料

李跃龙, 张 婷

(辽宁省省硅酸盐研究所, 辽宁 沈阳 110036)

摘 要:主要介绍了用溶胶—乳化液—凝胶法制备等离子喷涂用二氧化锆球形粉料的过程及结果。

关键词:溶胶—乳化液—凝胶; 二氧化锆; 等离子喷涂

中图分类号:TQ028.4

文献标识码:B

文章编号:1008-5548(2002)01-0018-03

ZrO₂ Particles for Plasma Spray Coatings Prepared by a Sol—emulsion—gel Method

Li Yue-long, ZHANG Ting

(Liaoning Province Silicate Research Institute, Shenyang 110036, China)

Abstract:Spherical particles of zirconia are prepared by a sol—emulsion—gel method. ZrO₂ particles for plasma spray coatings synthesized by means of wet chemistry are discussed.

Key words:sol—emulsion—gel; ZrO₂; plasma spray

等离子喷涂用二氧化锆粉料主要用于发动机重点部位的的热障涂层, 目前我国是用电熔—粉碎法制备的。随着制备精细陶瓷粉料的新技术不断发展, 溶胶—凝胶制粉技术开始应用于制备二氧化锆超细粉料中^[1]。国外已把此技术做为制备二氧化锆等离子喷涂粉料的一种方法^[2~5], 通过此种方法制备的粉料具有粉料颗粒为球形、化学成分均匀、晶相结构稳定、粒度分布范围窄等优点。但国内还未见报道。本文通过一系统试验, 探索了将此方法用于制备等离子喷涂用二氧化锆粉料的过程和条件, 为湿化学法制备等离子喷涂粉料开辟了新的途径。

1 实验部分

(1)使用原料:

氧氯化锆, 浓硫酸, 无水碳酸钠, 硝酸, 司本 80, 二甲苯, 氨气。

(2)检验设备:

日本岛津差热分析仪; 德国莱兹偏光显微镜; 日本理学 RAX—D10 型 X 射线衍射仪。

(3)实验过程:

将氧氯化锆与浓硫酸反应后, 加入无水碳酸钠, 使锆以沉淀方式析出, 过滤后, 将沉淀用硝酸制备成 pH 值为 0.35~0.4, 粘度 1.7~1.8_{cp}, ZrO₂ 的质量分数为 35% 左右, 粘性的、透明的溶胶。

选用二甲苯(或三氯乙烷)为油相剂, 司本 80 为表面活性剂, 在不断搅拌的过程中, 加入上面制得的溶胶; 使溶胶在外力作用下, 分散在已加入表面活性剂的油相溶剂中, 形成均匀稳定的油包水型乳化液, 其中水油比约为 74%; 在不断搅拌下, 往乳化液中加入胶凝剂(氨气), 约 10min, 然后用无水乙醇作分散剂, 进行抽滤, 由此得到细小的凝胶颗粒。将其在 70℃ 以下干燥 3h, 然后在马弗炉中梯次升温至 750℃, 保温 1h, 即得晶相稳定、化学成分单一的球形二氧化锆粉料。工艺过程如图 1。

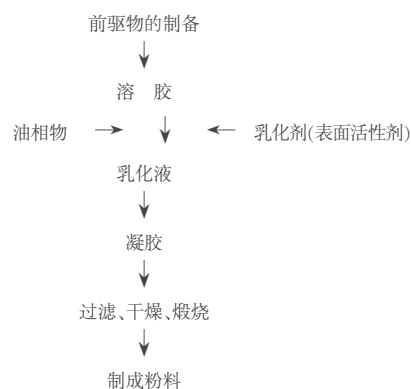


图 1 工艺过程

2 实验结果与讨论

2.1 凝胶颗粒的制备

首先制取了二氧化锆溶胶, 然后在油包水型乳化液中, 使溶胶转变为凝胶。图 2(a) 为放大 400 倍的凝胶颗粒, 可以看出凝胶颗粒基本呈球形, 表面光滑, 且粒度较均匀, 平均粒径 40μm; 但同时在图 2

(b)可以明显观察到凝胶颗粒形貌并不十分理想,其中有一些颗粒呈椭球形或碎裂状,这主要是由于机械搅拌过程及干燥过程中受外力影响造成的。

2.2 粉料的制备

经过干燥的凝胶颗粒,经梯次升温至 750℃,保温 1h,即得最终产物。由图 2(c)、(d)可以看到粉料颗粒基本呈球形,粒度较均匀,但表面已不光滑,这主要为凝胶失去水分所至;同时有一些椭球存在。在煅烧过程中,升温制度非常重要,图 3 为凝胶颗粒的差热分析曲线,说明它在 260、350、520℃处有较强的放热峰,在这几个阶段需要缓慢升温。否则如图 2(e)所示,由于升温过快而造成颗粒碎裂。

2.3 其他实验条件对粉料的影响

除了上面搅拌、升温制度对粉料有影响外,溶胶的性能对凝胶的形成有重要影响。图 2(f)可以说明,由于溶胶 pH 值较小、粘度较小,造成粉料颗粒只有少量的球形,同时粒度较小。此外,过滤前必须用无水乙醇分散乳化液,否则如图 2(g)所示,煅烧后粉料发生团聚,而影响粉料形貌。

2.4 粉料晶相分析

图 4 为制得球形粉料的 X 射线衍射图,分析可知粉料晶相为 100%立方相,充分体现了此种方法制得粉晶相结构稳定的优点。

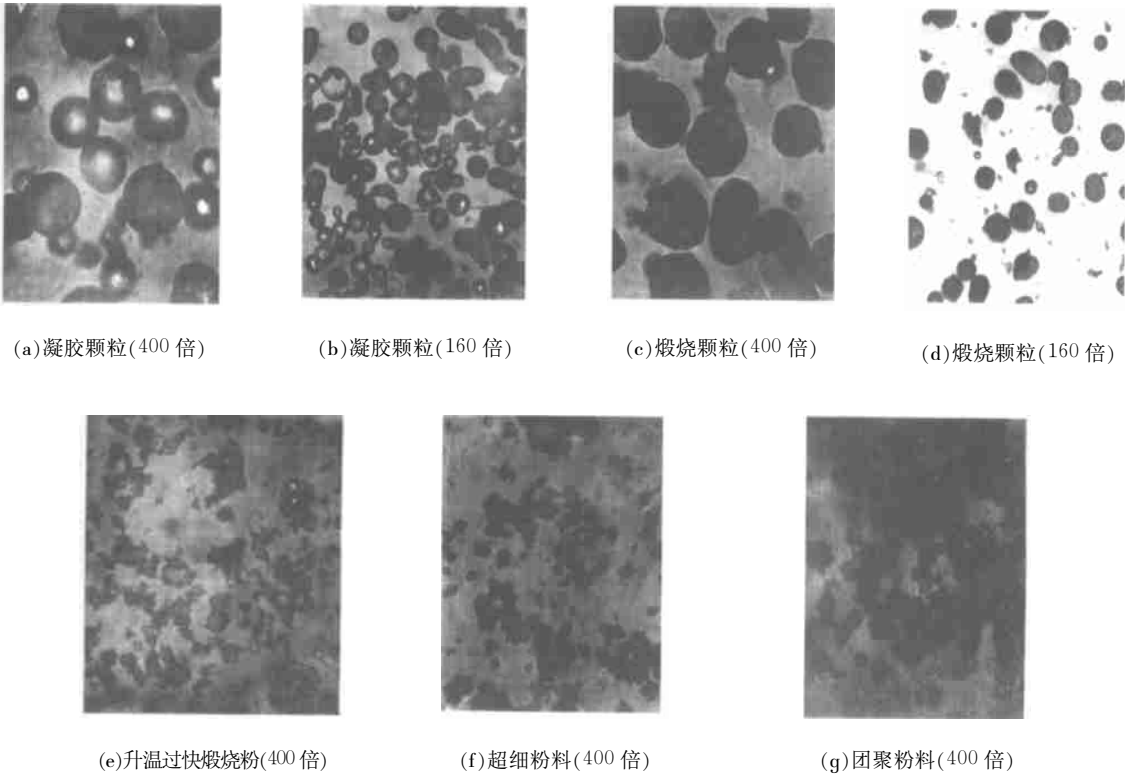


图 2 SEM 照片

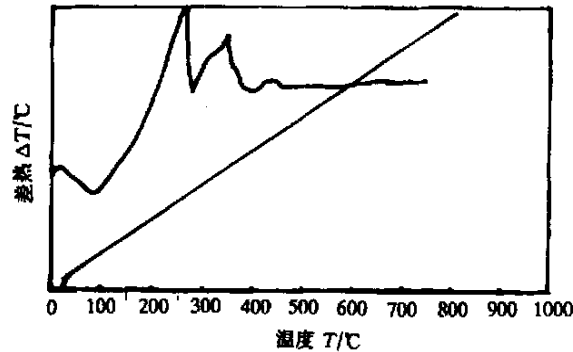


图 3 凝胶颗粒的差热分析曲线

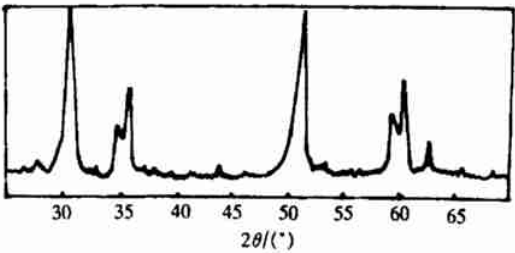


图 4 煅烧后粉料的 X 射线衍射图

3 结 论

通过溶胶—乳液—凝胶法可以制备晶相结构稳定、粒度范围窄的球形二氧化锆粉料。实验结果说明此粉料完全适应于等离子喷涂的基本要求,充分体现了此方法的可行性和优越性。

[参考文献]

[1]高 廉,乔海潮·乳浊液法制备超细氧化锆粉体[J]·无机材料学报,1994,9(2):217—220.
[2]Fawzy G Sherlf, Lieh—Jiun Shyu·Emulsion precipitation of yttristabilized zirconia for plasma spray coatings[J]·J Am

Ceram Soc, 1991, 7(2):375—380.
[3]Graeme Wilson, Russell Heathcote·Role of sol—gel powders in thermal—spraying processes[J]·Ceramic Bulletin, 1990, 69(7):1137—1139.
[4]Scott K T, Woodhead J L·Gel—processed powders for plasma spraying[J]·Thin Solid Films, 1982, 95:219—225.
[5]Chatterjee M, Ray J, Joshi S V·Thermal barrier coatings from sol—gel—derived spray—grade $Y_2O_3-ZrO_2$ microspheres[J]·Journal of Materials Science, 1993, 28:2803—2807.
[6]James Louis Woodhead·Improvements in or relating to Zirconium Compounds[P]·Br·Patent, 1181794, 1970.

信息之窗

新 书 介 绍

由全国化工化学工程设计技术中心站及全国化工粉体工程设计技术中心站联合编写的《粉粒体气力输送设计手册》已于 2001 年 7 月出版。

该手册是一部介绍粉粒体气力输送设计计算的工具类专著,包括:气力输送基本理论及特点;基本型式;设计基础;设计计算,包括稀相及密相脉冲气力输送、空气输送斜槽;管道气力输送故障的分析和防止措施;管道气力输送的管道和管件;供料器;气体输送与压缩机械;分离器和除尘器;粉粒体气力输送工程设计及工程建设选用产品,包括产品性能、规格型号及特点、生产厂。书后附有常用数据表及气力输送装置应用实例参数表。

本手册为工程设计及建设服务,通过手册可直接选用气力输送系统的有关设备及产品。本手册可供化工、石油化工、建材、电力、冶金、矿山、医药、轻工、食品、粮食、搬运、交通以及环境等工程方面的广大工程技术人员应用。

有需要该手册的读者请与中国粉体技术杂志社联系。
地 址:山东省济南市济微路 106 号中国粉体技术杂志社
邮 编:250022 电话/传真:0531—715493