

从图 1 中可以看出晶粒尺寸随 DVB 配比增大而变小,平均尺寸为  $0.10\ \mu\text{m} \sim 0.15\ \mu\text{m}$ ,说明在交联体系中,DVB 的引入促进了 PCS 均匀分散,有效地抑制晶粒生长;另一方面,随着 DVB 配比增加,结构中的缺陷(气孔和裂纹)尺寸明显增大,在 DVB 配比分别是 40%、70%、100% 体系制得陶瓷中,裂纹尺寸分别为  $2\ \mu\text{m} \sim 3\ \mu\text{m}$ 、 $10\ \mu\text{m} \sim 25\ \mu\text{m}$ 、 $20\ \mu\text{m} \sim 200\ \mu\text{m}$ ,显然,这与 PCS 含 Si—H 活性键数量少且活性低有关,除少量的 DVB 分子与 PCS 发生硅氢化交联反应外,DVB 的交联以自交联形式为主,因此在交联体系中,DVB 配比越大,陶瓷显微结构的缺陷越多。

### 3.3 DVB 配比对陶瓷硬度的影响

陶瓷硬度可以从宏观上反映陶瓷的显微结构,交联网状结构的致密度和规整度增加,陶瓷硬度亦随之增大<sup>[4,5]</sup>。表 2 为不同 DVB 配比体系制得的陶瓷的硬度。

表 2 不同 DVB 配比的陶瓷硬度  
Tab.2 Ceramic hardness at various weight ratios of DVB/ PCS GPa

测量次数	DVB 配比		
	40 %	70 %	100 %
1	3.04	3.04	1.46
2	3.21	3.04	1.40
3	3.21	2.89	1.45
4	3.04	2.89	1.51
5	3.04	3.04	1.51
6	3.21	3.04	1.56
平均值	3.12	2.99	1.48

可以看出降低 DVB 配比,陶瓷硬度相应地增加,说明降低 DVB 配比有利于提高陶瓷致密化程度。另外表 2 中的硬度数值有一定波动,这是因为试样在室温下抽真空过程中,试样逐渐冷却,粘度增大,有少量空气留在其中,影响了陶瓷局部的硬度。故在试样制备中,应选择真空加热设备。

### 4 结论

不同 DVB 配比的先驱体转化对陶瓷显微结构的影响实验表明:先驱体在溶解时,升高温度对先驱体溶解的促进作用较超声波对先驱体固体颗粒分散作用明显;40%~60% DVB 配比的体系在 80 °C 下热溶解制得的溶液可以满足交联工艺要求;降低 DVB 配比,陶瓷结构中的缺陷(气孔和裂纹)尺寸明显减小,晶粒逐渐变大,陶瓷的硬度增加;先驱体试样以 40% DVB 配比交联,可增加交联产物的致密化程度,从而增加陶瓷的致密化程度,改善陶瓷的结构。

### 参考文献

- 1 Hasegawa Y, Okamura K, Synthesis of continuous silicon carbide fiber, part 4: The structure of polycarbosilane as the precursor. *J. Mater. Sci.*, 1986;21(1):321~328
- 2 王建方.热压工艺在 C/SiC 复合材料制备过程中的应用. *航空材料学报*, 2002;22(3):22~25
- 3 陈曼华. DVB/PCS 的配比与交联研究. *宇航材料工艺*, 2003;33(3):49~52
- 4 Dagmara Martysz, Milka Antoszczyszyn. Synthesis of 1-ptopenyl ethers and their using as modifiers of UV-cured coating in radical and cationic polymerization. *Progress in Organic Coatings*, 2003;46:302~311
- 5 Manisha Ganglani, Stephen H. Influence of cure via network structure on mechanical properties of a free-radical polymerizing thermoset. *Polymer*, 2002;43:2747~2760

## 多弧磁控溅射离子镀膜设备

本项成果是基于真空条件下弧光放电时产生的阴极弧斑将材料直接从固态气化并电离的原理。该项设备已逐渐向建材、装饰、工具等行业推广应用,并已经打入东南亚市场。该设备可生产大型钛金装饰镀制品、高弧离子镀金产品及工具镀氮化钛制品。设备功能多,获中国专利。

(北京环境工程研究所)

·李连清·