

SiC 作为纳米 SiO₂ 多孔绝热材料红外遮光剂的试验研究

封金鹏¹ 陈德平¹ 杨淑勤¹ 倪文¹ 胡子君²

(1 北京科技大学土木与环境工程学院,北京 100083)

(2 航天材料及工艺研究所先进功能复合材料技术国防科技重点实验室,北京 100076)

摘 要 中高温环境下纳米 SiO₂ 多孔绝热材料对红外热辐射近于透明,而导致其绝热性能变差。针对这一问题,将 SiC 微粉作为红外遮光剂引入绝热材料中,测定了不同粒度和掺加量试样的有效消光系数。结果发现,在波长为 2.5~7.0 μm 红外辐射波段, SiC 微粉的引入能使材料有效消光系数大幅提高。无遮光剂试样的有效消光系数为 1.9~12.6 m²/kg,而加入质量分数 25% 中位粒径 3.029 μm 的 SiC 微粉(SiC₀₃)后,试样有效消光系数达到 52.7~58.8 m²/kg。背温试验结果证明了纳米 SiO₂ 多孔绝热材料中引入 SiC 后,其隔热性能得到明显改善。

关键词 纳米 SiO₂, 绝热材料, 红外遮光剂, 有效消光系数

Nano Silica Porous Thermal Insulating Material With SiC as Infrared Opacifier

Feng Jinpeng¹ Chen Deping¹ Yang Shuqin¹ Ni Wen¹ Hu Zijun²

(1 Civil & Environmental Engineering School, University of Science and Technology, Beijing 100083)

(2 National Key Laboratory of Advanced Functional Composite Materials, Aerospace Research Institute of Materials & Processing Technology, Beijing 100076)

Abstract SiC as an infrared opacifier was compounded with nano silica porous thermal insulating material which had thermal insulating properties at mid-high temperature for too high IR transmittance. Effective specific extinction of samples was measured with different mass ratio and particle size. The result showed the introduction of SiC could greatly improve effective specific extinction in the wavelength from 2.5 to 7 μm. The values of sample with no opacifier were from 1.9 to 12.6 m²/kg. However, when SiC₃ with mass ratio 25% was doped, they increased from 52.7 to 58.8 m²/kg. Moreover, that is also verified by temperature measurement.

Key words Nano silica, Thermal insulating material, Infrared opacifier, Effective specific extinction

1 前言

纳米 SiO₂ 材料是一种性能优异的新型陶瓷隔热材料,可用于航天器舱体隔热,其基体材料主要有 SiO₂ 气凝胶^[1~2] 和纳米 SiO₂ 粉体两种。SiO₂ 气凝胶是一种具有纳米孔结构的非晶态轻质材料,孔隙率高达 99%,具有良好的隔热性能^[2],纳米 SiO₂ 粉体与 SiO₂ 气凝胶具有相似的物理性质,用其制备的绝热材料具有轻质、热导率低、强度高优点。

这两种基体材料在常温或较低温度下使用时具有良好的隔热效果,但在中高温环境下绝热性能变

差。SiO₂ 气凝胶对波长小于 8 μm 的红外辐射是透明的^[3~5],而纯纳米 SiO₂ 粉体在这个波段也几乎是透明的。因此,为了提高纳米 SiO₂ 多孔绝热材料的高温使用性能,可引入红外遮光剂来抑制辐射传热。

SiC 具有高折射率和较好的高温稳定性,是一种性能优良的红外反射材料。实验室采用 SiC 作为红外遮光剂,纳米 SiO₂ 粉体作为基体材料,考察了 SiC 粒度和掺加量对纳米 SiO₂ 绝热材料红外消光效果的影响,并对较优红外遮光剂配比试样和未加遮光剂试样进行背温试验对比,进一步验证 SiC 的加入对材料绝热性

收稿日期:2008-09-20

基金项目:先进功能复合材料技术国防科技重点实验室基金资助(9140C56060C56)

作者简介:封金鹏,1979 年出生,博士研究生,主要从事绝热保温材料研究。E-mail: goldminer@sina.com

能的影响。初步探讨了红外遮光剂的作用机理。

2 实验

2.1 原料

2.1.1 纳米 SiO₂ 粉末

实验所采用的纳米 SiO₂ 是以 SiCl₄ 为原料,在连续的氢氧焰中与水发生反应[式(1)]生成纳米 SiO₂ 原生粒子。原生粒子由于具有较高的比表面能极易发生团聚,形成微米级的团聚体,团聚体与反应生成的 HCl 气体一起进入高效旋风分离器进行气固分离,最终得到原生粒径为纳米尺度的 SiO₂ 产品,其原生粒径为 7~40 nm,比表面积为 200 m²/g, SiO₂ 质量分数大于 99.8%。



2.1.2 遮光剂 SiC

红外遮光剂的高折射率以及优越的高温稳定性,可以降低热辐射传热,提高材料的保温绝热性能。而遮光剂粒度是影响红外遮光效果的主要因素之一。本实验采用 LMS-30 型激光衍射散射粒度分布测定仪对四种 SiC 粉末(SiC₀₁、SiC₀₂、SiC₀₃、SiC₀₄)进行粒度测试,分散剂为无水乙醇。由粒度分布测试结果可知, SiC 粒径分布相对集中,颗粒尺寸均匀,四种粉体的中位粒径(X50)分别为 0.877、1.969、3.029、4.314 μm。

2.2 制备工艺

纳米 SiO₂ 多孔绝热材料采用干法制备工艺,首先将纳米 SiO₂ 粉体、玻璃纤维和 SiC 颗粒三种原料充分分散混合均匀,采用水蒸汽蒸养的方法对混合原料进行防回弹预处理,然后压制成型,对成型块体进行热处理后制得纳米 SiO₂ 多孔绝热材料。

2.3 红外透过率测试及有效消光系数计算

采用 NEXUS-670 傅里叶变换红外光谱仪(FT-IR)对试样进行红外透过率测试。制备红外试样时,将混合原料压制成 Φ3.050 mm × (0.200~0.490) mm 片状试样,并记录其厚度和质量。根据红外透过率测试结果,通过公式(2)和(3)得到试样的有效消光系数(e*),以此来评价 SiC 的红外遮蔽效果^[6]。有效消光系数值越大,表明其对红外辐射的遮蔽效果越显著。具体推导过程如下:

$$T = I/I_0 = e^{-\alpha l} \quad (2)$$

式中:T为红外透过率,I和I₀分别为透射红外光强度和入射红外光强度,l为试片厚度,α为消光系数或衰减系数,其值为散射系数与吸收系数的和,可表示成 α = e*ρ,其中 e* 为单位密度消光系数,或有效消光系数,ρ 为试片密度。由此可求得 e*:

$$e^* = -\frac{1}{\rho l} \ln\left(\frac{I}{I_0}\right) \quad (3)$$

2.4 背温试验

图 1 为背温试验装置示意图。测试样品底面 100 mm × 100 mm,厚度不等。样品周围由硅酸铝纤维毡包裹,热面由 1 500 W 电炉提供热量,通过热电偶控制热面温度。从电炉加热开始,每隔 2 min 分别记录样品热面和冷面温度。当热面温度到达 500℃ 时恒温直至冷面温度稳定,继续读取冷面温度。

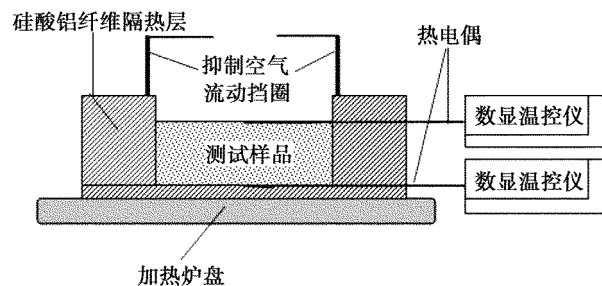


图 1 背温试验装置图

Fig. 1 Apparatus for temperature measurement

3 结果与讨论

3.1 SiC 粒径对试样红外遮蔽性能的影响

图 2 为质量分数 25% 不同粒度 SiC 试样的有效消光系数随波长变化曲线。可以看出,波长为 2.5~7 μm 时,无遮光剂试样(曲线①)有效消光系数值最小,为 1.9~12.6 m²/kg。当加入质量分数为 25% 不同粒度 SiC 后,试样的有效消光系数均有明显提高。其中 SiC₀₃ 作为遮光剂时,有效消光系数值最高,达到 52.7~58.8 m²/kg,而且在 2.5~7 μm 波长范围内数值较稳定,即对此波段红外辐射具有明显的遮蔽效果。而当 SiC 粒径偏细(SiC₀₁、SiC₀₂)或偏粗(SiC₀₄)时,试样的有效消光系数值均小于 SiC₀₃ 试样,即对一定波段红外辐射而言,遮光剂粒度有一个最优值。

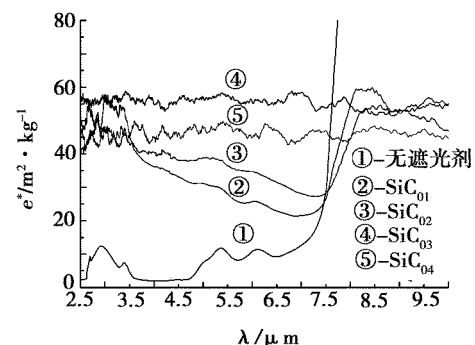


图 2 质量分数 25% 不同粒度 SiC 作为遮光剂有效消光系数随波长变化曲线

Fig. 2 Dependence of effective specific extinction (e^*) on particle size of SiC with mass ratio 25% versus wavelength (λ)

根据散射粒子的大小,一般把光的散射分为两种:瑞利散射和米氏散射。以上遮光剂粒度对试样红外消光效果的影响可用米氏散射理论进行解释。因篇幅所限,有关米氏散射理论和红外遮光剂作用机理参见文献[7]。根据米氏散射定律,当分散相(遮光剂)的粒度与红外辐射波长呈现适当关系时,散射效果最好。即遮光剂的存在使红外辐射热光波在试样内部发生散射(反射),而不能透过,从而降低了辐射传热。

根据维恩定律,黑体光谱辐射密度峰值对应的波长 λ_m 与黑体的绝对温度 T 成反比,即^[8]:

$$\lambda_m \cdot T = b \quad (4)$$

式中,常数 $b = (2897.8 \pm 0.4) \mu\text{m} \cdot \text{K}$ 。红外辐射波长为 $2.5 \sim 7 \mu\text{m}$ 时,对应的温度范围为 $886 \sim 141^\circ\text{C}$ 。换言之,绝热材料在温度为 $141 \sim 886^\circ\text{C}$ 条件下使用时,四种遮光剂效果最好的是 SiC_{03} 。

3.2 SiC 掺加量对试样红外遮蔽性能的影响

遮光剂的掺加量也是影响其红外遮蔽效果的主要因素之一。图3为 SiC_{03} 作为遮光剂时不同掺加量试样有效消光系数随波长的变化曲线。可以看出,遮光剂的引入可明显提高试样有效消光系数,降低红外热辐射传热。随着掺加量的增加,有效消光系数整体变化趋势是先升高后降低。当掺加量为质量分数25%时,在波长为 $2.5 \sim 7 \mu\text{m}$ 之间有效消光系数最高,遮光效果最好。当掺加量为质量分数35%时,有效消光系数反而降低,其原因是 SiC 微粉掺入量过多时,细小 SiC 颗粒不能有效分散而聚集在一起,形成团聚体。其结果相当于更大粒径的 SiC 的作用,根据图2结果, SiC_{04} 试样消光系数小于 SiC_{03} 试样的值。因此,对于 SiC_{03} 而言,较适宜的加入量为质量分数25%左右。

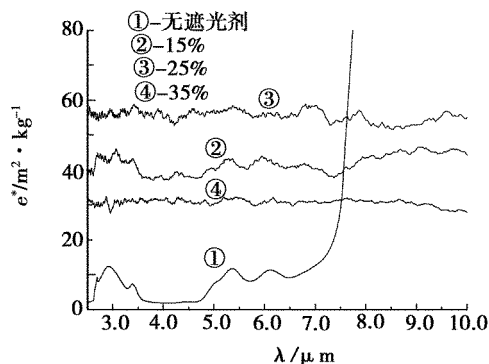


图3 不同掺加量 SiC_{03} 作为遮光剂有效消光系数随波长变化曲线

Fig. 3 Dependence of effective specific extinction (e^*) on SiC_{03} amount versus wavelength (λ)

由此可见, SiC 是一种性能优良的红外遮光剂,不同环境温度下(特别是在高温环境下)选择适宜粒径和掺加量的 SiC 作为遮光剂,可以充分将红外光波散射(反射),降低材料的红外辐射热传热,提高材料高温绝热性能。

3.3 背温试验结果

对无遮光剂试样和较优红外遮光剂配比试样(掺加质量分数为25% SiC_{03} 试样)进行背温测试,在热面温度为 500°C 时分别测定两个试样热平衡时的冷面温度,如表1所示。

表1 热面 500°C 背温试验数据

Tab.1 Data of temperature measurement at 500°C on hot face

试样	遮光剂	尺寸 /mm	密度 / $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$	冷面温度 / $^\circ\text{C}$	厚度差 /mm
1#	无	$100 \times 100 \times 23.0$	245	77	0
2#	掺加25% SiC_{03}	$100 \times 100 \times 14.3$	376	65	-8.7

由表1可知,当热面温度为 500°C 时,1#试样冷面温度为 77°C ,而2#试样冷面温度为 65°C 。2#样品厚度比1#样品小,但隔热效果却优于1#样品,说明红外遮光剂的引入,对于降低材料的红外热辐射传热,提高材料高温绝热性能具有十分显著的效果。由图4可以更加直观的看出 SiC 对材料绝热性能的提高。由此可见,针对纳米 SiO_2 多孔绝热材料体系, SiC 是一种性能优异的红外遮光剂。

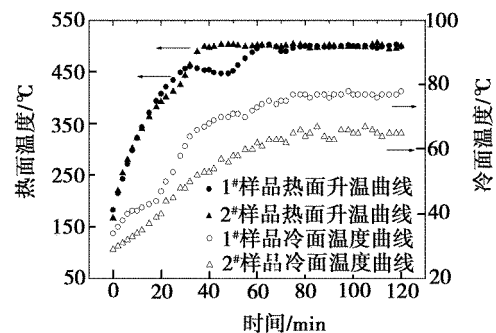


图4 热面 500°C 背温试验结果

Fig. 4 Results of temperature measurement at 500°C on hot face

4 结论

(1)在 $2.5 \sim 7.0 \mu\text{m}$ 红外辐射波段,无遮光剂试样的有效消光系数仅为 $1.9 \sim 12.6 \text{ m}^2/\text{kg}$,对红外光几乎是透明的。 SiC 微粉引入纳米 SiO_2 多孔绝热材料中可使其有效消光系数大幅提高。

(下转第48页)