Mater. Rep. B, 2020, Vol. 35, No. 9
DOI: 10.11896/cldb.19080203
http://www.mater-rep.com http://www.mr-int.net

[补充信息]

纳米 Al_2O_3 粒子含量对碳泡沫复合材料力学和高温氧化性能的影响

王 斌[†]，罗晓宇[†]，王 琛[✉]，周晓蕊，胡颖晖，房二鑫

西安工程大学材料工程学院，西安 710048

[Supplementary Information]

Influence of Content of Al_2O_3 Nanoparticles on the Mechanical and High-temperature Oxidation Properties of Carbon Foam Composites

WANG Bin[†], LUO Xiaoyu[†], WANG Chen[✉], ZHOU Xiaorui, HU Yinghui, FANG Erxin

School of Materials Science & Engineering, Xi'an Polytechnic University, Xi'an 710048, China

实验原料

纳米 Al_2O_3 粒子（10 nm），上海麦克林科技有限公司；无水乙醇，分析纯，天津市富宇精细化工有限公司；乙酰丙酮，分析纯，天津科密欧化学试剂有限公司；双氧水、苯酚、多聚甲醛、NaOH，均为分析纯，天津天力化学试剂有限公司；$ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$，分析纯，上海展云化工有限公司；BJO-0930 型酚醛空心微球，密度 0.25 g • cm^{-3}，平均粒径 71.5 μm，平均壁厚 1.84 μm，Asian Pacific 公司；KH-550，国药集团化学试剂有限公司生产。

纳米 Al_2O_3 粒子的有机化

KH-550 偶联接枝纳米 Al_2O_3 粒子的工艺过程如下：纳米 Al_2O_3 粒子在 120 °C 干燥 2 h 除去结合水；将一定量干燥后的纳米 Al_2O_3 粒子和 150 mL 的乙醇加到三颈烧瓶中室温超声 30 min，而后水浴加热至 80~90 °C 滴加质量分数为 3%的 KH-550 的水解液（相对于纳米 Al_2O_3 粒子的质量），保温 50 min；待反应体系自然冷却后用无水乙醇洗涤 2 次，倒去上清液在 80 °C 干燥 12 h，即得 KH-550 偶联的纳米 Al_2O_3 粒子，记为 K-Al_2O_3。

ZPF 的合成

称取一定量的多聚甲醛和苯酚（多聚甲醛与苯酚的摩尔比 1.3:1）加入带有搅拌器和水循环冷凝管的三颈烧瓶中，并加入质量分数为 40%的 NaOH 水溶液作催化剂，调节 pH 至 8~9。待反应体系至均相，65~70 °C 保温 1~1.5 h 得到红棕色的羟甲基酚溶液；将 $ZrOCl_2 \cdot 8H2O$ 分散到无水乙醇中，滴加双氧水和乙酰丙酮反应 1~2 h 得到的乙酰丙酮锆溶液，逐滴加入羟甲基酚溶液中，于 85~95 °C 反应 2~2.5 h 得到深棕红色半透明的锆改性酚醛树脂，即 ZPF。

YZCF 的固化与碳化

将质量分数分别为 0/5/10/15%的偶联后的 Al2O3 纳米粒子（以 ZPF 和酚醛微球的总质量计），加入到一定量的 ZPF 中，超声 50 min；然后在 60 °C 的真空干燥箱中保温 10~30 min，除去因超声分散

所产生的气泡，得到均匀的 Al_2O_3/ZPF 复合体系。称取一定量的酚醛空心微球（酚醛空心微球与锆改性酚醛树脂的体积比为 3:2），加入到 Al_2O_3/ZPF 复合体系；机械搅拌 10 min 后填充到自制模具压塑成型。随后室温放置 12~24 h， 60~85 °C 保温 10~14 h，再升温到 120 °C 保温 10~20 h，得到前驱体纳米 Al_2O_3 粒子增强锆改性酚醛泡沫。将纳米 Al_2O_3 粒子增强锆改性酚醛泡沫在 N_2 氛围下，800 °C 碳化处理 5 h 即得到纳米 Al_2O_3 粒子增强锆改性酚醛树脂基碳泡沫复合材料，即 YZCF。

YZCF 的性能测试方法

根据标准 JB/T8133.8-1999，将试样加工成 10 mm×10 mm×10 mm，以 0.5 mm/min 的加载速度进行压缩性能测试；将 YZCF 试样加工成 80 mm×24 mm×13 mm，选取跨距为 60 mm，以 0.25 mm/min 的加载速度进行弯曲性能测试。分别根据正文公式(1)和公式(2)计算试样的压缩强度与弯曲强度，每种含量试样测试三组，结果取其平均值。

用游标卡尺测量碳化前后碳泡沫复合材料(圆柱体)的直径和高度，每组测试三个试样，结果取其平均值。再根据正文公式(3)和(4)分别计算碳化后试样的轴向和径向收缩率。

将试样在管式炉中 700 °C 等温氧化 30 min。用分析天平称量氧化前后的质量，每组测试三个试样，结果取其平均值。根据正文公式(5)计算氧化失重率。