

# 层状复合氧化铝纤维硬质隔热毡的制备及性能

张世超<sup>1</sup>, 吴蔚<sup>2</sup>, 孙现凯<sup>1</sup>, 陈玉峰<sup>1</sup>, 方凯<sup>1</sup>, 陶柳实<sup>1</sup>

(1. 中国建筑材料科学研究总院, 北京 100024)

(2. 中国建材检验认证集团股份有限公司, 北京 100024)

**摘要:** 针对硬质碳毡在高温下由于辐射传热严重存在导热系数偏高的问题, 以氧化铝纤维为主要原料, 以石墨箔为辐射屏蔽层, 以酚醛树脂为粘接剂和浸渍剂, 采用真空压滤和浸渍炭化工艺制备出了层状复合氧化铝纤维硬质隔热毡。对其微观结构、力学性能和隔热性能进行了测试和分析, 结果表明: 酚醛树脂炭化后对材料基体产生的“铠装”和“锚固”作用使材料具备了一定刚性; 采用酚醛树脂浓度 35% 浸渍的样品层间抗拉强度达 70 kPa, 1000 °C 导热系数为 0.18 W/(m·K); 在热面 1000 °C 的隔热效果测试中, 10 mm 样品冷面平衡温度为 640 °C, 比市售碳毡低 200 °C, 隔热性能优异。

**关键词:** 氧化铝纤维; 隔热材料; 硬质毡

中图分类号: TB334

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2018)S1-273-04

随着太阳能光伏产业的迅猛发展, 带动了晶体硅材料的产能不断增加<sup>[1]</sup>。铸锭炉作为晶体硅大生产的关键设备, 其内部炉场所用的隔热屏需求也不断增大。传统的隔热保温材料耐温较低, 并且由于杂质成分高, 高温下的挥发很容易造成污染而影响晶体硅的质量, 无法在铸锭炉中得到应用。

硬质碳毡具有耐温高、无污染、耐腐蚀等优异性能, 并且具有一定刚性便于在炉体内部进行安装和加工, 因此成为目前晶体硅铸锭炉最主要的隔热材料<sup>[2-4]</sup>。但硬质碳毡在 1000 °C 以上的使用环境中, 其导热系数超过 0.3 W/(m·K), 保温效果较差。主要是因为碳纤维本征导热系数较高, 并且在高温下辐射传热严重而导致隔热性能急剧下降<sup>[5,6]</sup>。

氧化铝纤维最高使用温度超过 1600 °C, 并且本征导热系数低, 在高温绝热耐火领域有着广泛应用。石墨箔具有耐高温、发射率高、成本低的特点, 在高温下作为辐射屏蔽层具有良好的阻挡热辐射效果<sup>[7]</sup>。为此, 本研究以氧化铝纤维为基体材料, 以酚醛树脂为增强材料, 以石墨箔为屏蔽层, 制备出了层状复合氧化铝纤维硬质隔热毡, 并对其隔热性能和力学性能进行了测试分析。

## 1 实验

以低导热的纤维材料作为间隔层材料, 以石墨箔为辐射屏蔽层, 通过酚醛树脂浸渍粘接, 形成多层复

合材料(如图 1 所示), 并通过酚醛树脂炭化实现材料整体具备一定刚性。

实验选用最高使用温度为 1600 °C 的氧化铝纤维, 氧化铝含量大于 95%, 纤维平均直径 3 μm。选用 0.2 mm 厚的石墨箔和水溶性酚醛树脂(PF)。

首先将氧化铝纤维在聚丙烯酰胺的分散液中进行分散, 通过真空压滤成型工艺制备出氧化铝纤维湿片。然后在制备出的多个氧化铝纤维湿片之间设置辐射屏蔽层, 将 PF 溶液通过涂刷浸渍工艺把氧化铝纤维湿片和屏蔽层粘接得到氧化铝纤维预制体。将预制体复合到一定厚度之后, 在烘箱内进行干燥。干燥后在真空炉中进行炭化处理得到层状复合氧化铝纤维硬质隔热毡。主要工艺流程如图 2 所示。

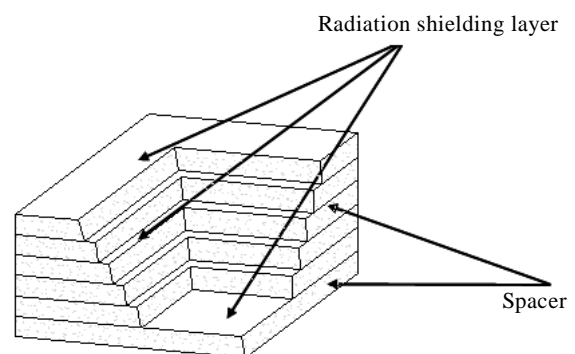


图 1 多层复合隔热材料结构示意图

Fig.1 Schematic plot of multilayer thermal insulation

收稿日期: 2017-07-18

作者简介: 张世超, 男, 1985 年生, 硕士生, 中国建筑材料科学研究总院, 北京 100024, 电话: 010-51167478, E-mail: zhangshichao@cbmamail.com.cn

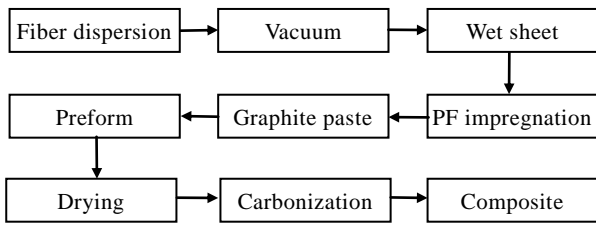


图 2 样品制备工艺流程  
Fig.2 Preparation flow chart of samples

采用 JEOL（日本电子株式会社）7401 型扫描电子显微镜观察了样品的微观结构；采用美国康塔仪器公司的 PoreMaster60 压汞仪对样品进行孔径尺寸分布的测定；采用水流量平板法（YB/T4130-2005）对样品的导热系数进行了测定；采用美特斯 CMT4104 型电子万能材料试验机对样品的层间抗拉强度进行了测试。

为了更快速直观的观察样品的隔热效果，采用自制平板加热炉（如图 3 所示）对样品的隔热性能进行了测试。测试原理为：设定热面温度，达到温度后将样品快速放入，对比相同厚度样品的冷面平衡温度来判断其性能优劣。

## 2 结果与讨论

### 2.1 PF 浸渍浓度对样品密度的影响

隔热材料的隔热性能同内部的孔隙密切相关<sup>[8]</sup>，对于纤维质隔热材料而言，纤维密度是影响导热系数的直接因素。根据文献[9]，选择将氧化铝纤维基体密度控制在  $0.3 \text{ g/cm}^3$  左右。

选择质量分数为 15%、25%、35%、45% 的 PF 溶液作为浸渍液，对氧化铝纤维湿片进行浸渍并炭化。图 4 为样品在炭化前后的密度随 PF 浓度变化的情况。由图 4 可见，随着浸渍液浓度的增大，样品炭化前后的密度都随之增大。这是因为氧化铝纤维预制体存在较大的孔隙率，浸渍液的浓度越高，则吸收的酚醛树脂越多，密度也越大。

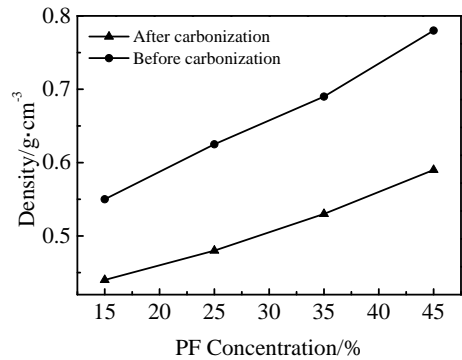


图 4 不同 PF 浓度炭化前后的样品密度  
Fig.4 Sample density before and after carbonization at different PF concentrations

经浓度 45% PF 溶液浸渍炭化后的样品密度达到了  $0.59 \text{ g/cm}^3$ 。

### 2.2 力学性能分析

作为铸锭炉用隔热毡，材料安装在炉膛的侧面和顶面，因此需要材料具有一定刚性且安装使用中结构保持完整。本研究制备的隔热毡由于采用多层复合式结构，层与层之间的连接是否紧密，强度如何直接关系到材料能否进行应用。因此重点关注了样品的层间结合强度，图 5 为不同 PF 浓度浸渍的样品经炭化后层间抗拉强度的变化。由图 5 可见，随 PF 浸渍液浓度增大，吸收的 PF 越多，样品的层间抗拉强度也越大。这说明 PF 炭化后能够对氧化铝纤维基体起到固化支撑作用，有效提高材料的整体强度。

图 6 为样品在 PF 浸渍前和浸渍炭化后的 SEM 照片。从图 6a 可见，浸渍 PF 前，氧化铝纤维之间错综交叉，形成“鸟巢”状结构。由于纤维是柔韧性材料，

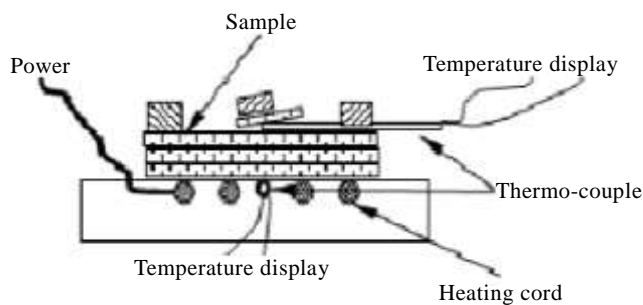


图 3 快速加热平板炉示意图  
Fig.3 Schematic picture of quickly hot plate

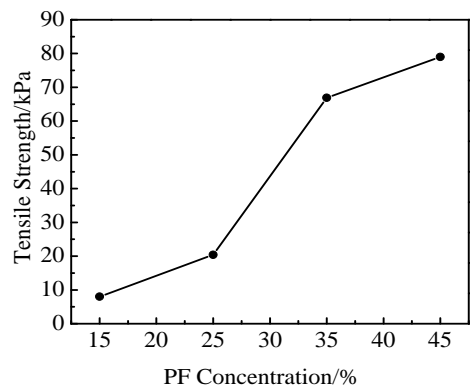


图 5 不同 PF 浓度样品的层间抗拉强度  
Fig.5 Tensile strength of samples with different PF concentrations

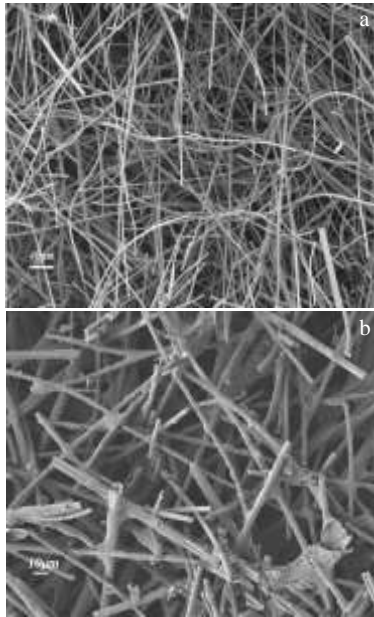


图 6 样品浸渍前和炭化后的微观形貌

Fig.6 SEM images of samples before impregnation and after carbonization

这时的材料整体为松散的弹性体。从图 6b 可见，经炭化，PF 分解后的残炭一部分包裹在氧化铝纤维表面，产生“铠装”作用，增加了纤维的刚度；一部分包裹在纤维和纤维之间的节点上，产生“锚固”作用。这 2 个作用使整个材料由松散的弹性结构变为具有一定强度的刚性体。PF 的浸渍量越大，作用越强，材料的强度越高。

### 2.3 隔热性能分析

对系列样品在 1000 °C 的导热系数进行了测试，如图 7 所示。由图 7 可见，随着浸渍液浓度增大，样品

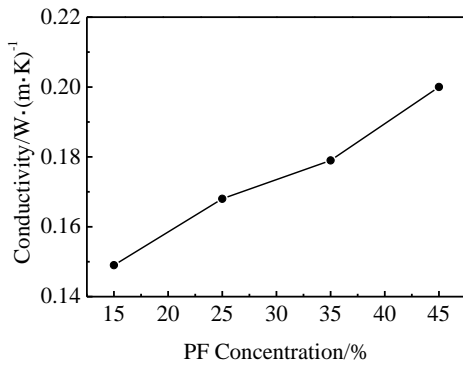


图 7 不同 PF 浓度样品 1000 °C 的导热系数

Fig.7 Thermal conductivity of samples with different PF concentrations at 1000 °C

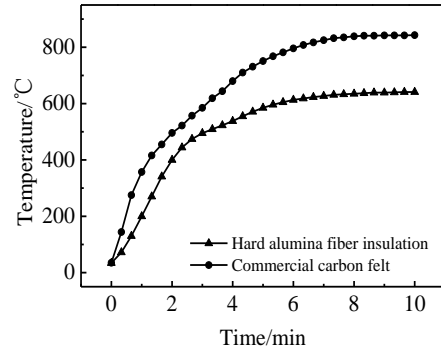


图 8 样品在热面 1000 °C 下的冷面平衡温度

Fig.8 Cold side equilibrium temperature of the sample on the hot surface at 1000 °C

的导热系数也随之增大。说明 PF 炭化后的残炭虽然有助于提升材料强度，但也造成了隔热性能的下降。主要原因是残炭增加了样品内部的固相热传导，导致导热系数不断增大。

综合以上结果，PF 浸渍浓度为 35% 的样品层间抗拉强度可达 70 kPa，导热系数 0.18 W/(m·K)，兼具较好的力学性能和隔热性能。为此制备了 10 mm 的样品和硬质碳毡的隔热效果进行了对比，在平板炉热面 1000 °C 下，观察了 2 个样品的冷面平衡温度，如图 8 所示。硬质碳毡的平衡温度约为 840 °C，氧化铝纤维硬质隔热毡约为 640 °C，在仅仅 10 mm 的厚度范围内本研究样品相比碳毡低 200 °C，可见其具有优异的隔热性能。

材料中的热传导通常以固相传热、气相传热和辐射传热 3 种形式存在。根据斯特藩-波尔兹曼定律，辐射热与温度的 4 次方成正比，随着温度的升高，辐射传热所占的比例会越来越高<sup>[10]</sup>。

本研究制备的多层氧化铝纤维硬质隔热毡以石墨箔为辐射屏蔽层，对高温下阻隔红外辐射有明显的作。虽然石墨箔的引入带来了固相热传导的增加，但其贡献率明显小于阻挡辐射所带来的有益效果。氧化铝纤维作为间隔层，制备工艺采用真空压滤，使大部分的纤维取向与厚度方向垂直，增加了热量沿固相传播的路径，使沿厚度方向的固相热传导大大降低<sup>[11]</sup>。通过图 9 所示，样品的孔径尺寸集中分布在 10~30 μm，极大限制了空气的对流传热作用。石墨箔的存在也对热对流作用有一定的阻隔效果，实际应用中如在真空条件下这部分作用可忽略不计。这几方面的综合作用使样品在高温下具备了优异的隔热性能。

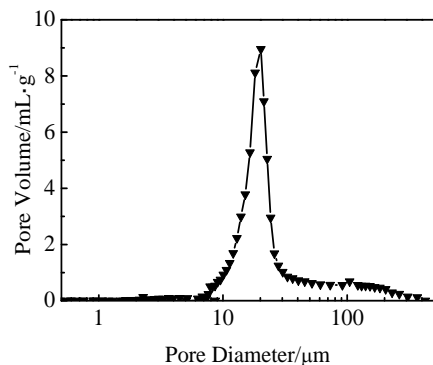


图 9 样品的孔径分布

Fig.9 Pore size distribution of the sample

### 3 结 论

1) 以氧化铝纤维为间隔层, 以石墨箔为辐射屏蔽层, 以 PF 为粘接剂, 采用真空压滤和浸渍炭化工艺成功制备出了层状复合氧化铝纤维硬质隔热毡。

2) PF 浸渍浓度为 35% 的样品层间抗拉强度可达 70 kPa, 1000 °C 下导热系数 0.18 W/(m·K), 兼具较好的力学性能和隔热性能。

3) 在热面 1000 °C 的隔热效果测试中, 10 mm 样品冷面平衡温度为 640 °C, 比市售碳毡低 200 °C, 具有良好的应用前景。

### 参考文献 References

- [1] Geng Yaxin(耿亚新), Zhou Xinsheng(周新生). *China Soft Science*(中国软科学)[J], 2010(4): 19
- [2] Han Dongliang(韩栋梁). *Study on Analysis of Thermal Field Visualization for Multi-crystalline Silicon Ingot Furnace and Its Key Technology*(多晶硅铸锭炉热场可视化分析及其关键技术研究)[D]. Taiyuan: Taiyuan University of Technology, 2016
- [3] Davies I J, Rawlings R D. *Journal of Materials Science*[J], 1994, 29(2): 338
- [4] Zhang Tinghan(张廷翰). *Electric Stove*(电炉)[J], 1989(3): 44
- [5] Zeng S Q, Hunt A, Greif R. *Non-Cryst Solids*[J], 1995, 186: 271
- [6] Li Congxin(李聪新), Ren Cheng(任成), Yang Xingtuan(杨星团) et al. *Atomic Energy Science and Technology*(原子能科学技术)[J], 2014, 48(11): 1976
- [7] Guo Jun(郭俊). *Study on Preparation of New Insulation Materials for Low Density C/C*(新型低密度 C/C 隔热材料的制备研究)[D]. Changsha: Central South University, 2009
- [8] Zhang Shichao(张世超), Chen Yufeng(陈玉峰), Sun Haoran(孙浩然) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2015, 44(S1): 640
- [9] Zhang Shichao, Chen Yufeng, Shi Xing et al. *Key Engineering Materials*[J], 2012, 512-515: 543
- [10] Tao Wenquan(陶文铨). *Heat Transfer*(传热学)[M]. Xi'an: Northwestern Polytechnic University Press, 2006: 3
- [11] Phillip W G, Calvin L, Frank K et al. *Journal of Engineered Fibers and Fabrics*[J], 2007(2): 225

## Preparation and Properties of Layered Hard Alumina Fiber Insulation Felt

Zhang Shichao<sup>1</sup>, Wu Wei<sup>2</sup>, Sun Xiankai<sup>1</sup>, Chen Yufeng<sup>1</sup>, Fang Kai<sup>1</sup>, Tao Liushi<sup>1</sup>

(1. China Building Materials Academy, Beijing 100024, China)

(2. China Building Material Test & Certification Group Co, Ltd, Beijing 100024, China)

**Abstract:** Due to severe radiation heat transfer at high temperature, the thermal conductivity of hard carbon felt is high. The layered hard alumina fiber insulation felt was prepared by vacuum impregnation and carbonization process, with alumina fiber as the main material, graphite foil as a radiation shielding layer, phenolic resin as an impregnant. The materials were analyzed on microstructure, mechanical properties and thermal insulation properties. The results show that the sample has a certain rigidity due to the role of "armored" and "anchoring" effect which is produced by carbonization of phenolic resin. The tensile strength of the sample with 35% concentration of phenolic resin is 70 kPa and the thermal conductivity is 0.18 W/(m·K) at 1000 °C. In the thermal insulation testing, keeping the hot surface of the sample with thickness of 10 mm at constant temperature of 1000 °C, the temperature of its cold surface at steady state is only 640 °C, which is 200 °C lower than that of the commercially available carbon felt, and the material has excellent performance and wide application prospect.

**Key words:** alumina fiber; thermal insulation; hard felt

Corresponding author: Zhang Shichao, Candidate for Master, China Building Materials Academy, Beijing 100024, P. R. China, Tel: 0086-10-51167478, E-mail: zhangshichao@cbmamail.com.cn