

SiC 晶须形貌质量检测标准

中国矿业大学北京研究生部 徐桦 郭梦熊

本文首次提出碳化硅晶须的形貌质量检测标准,该标准包括晶须的长度、直径、长径比及晶须的表面光洁率、晶须直晶率、晶须中颗粒物含量几个方面的检测,并已在1993年2月被国家“863”高技术结构材料专家组认定,做为我国 SiC 晶须产品形貌质量的检测标准。

一、SiC 晶须直径、长度、长径比的检测标准

SiC 晶须的直径(D)、长度(L)、长径比(L/D)值都是统计分析结果值。在检测时,先分别检测统计范围内的每一根晶须的D、L、L/D值。具体方法如下:

在透射电镜 TEM 下分别拍摄放大倍数 ≥ 3600 倍和放大倍数为500倍的晶须照片。在放大倍数为3600倍的照片上测量每根晶须的直径D值,在放大倍数500倍的相片上测量相应晶须的长度L值,计算每根晶须的长径比L/D值,统计晶须总数 ≥ 200 根,绘制N-D, N-L, N-L/D分布图, N是晶须的根数。在N-D分布图中, D取间隔 $0.1\mu\text{m}$, N就为 $0.1\mu\text{m}$ 间隔中的晶须根数。在N-L分布图中,在 $50\mu\text{m}$ 以下部分L取间隔 $2.5\mu\text{m}$, $50\mu\text{m}$ 以上, L取间隔 $10.0\mu\text{m}$ 。N-L/D分布图中L/D取间隔2.5。

该法通过分布范围,分布范围内晶须的集中程度,最可几值,最可几值所占的百分数这几个统计分布特征值客观而全面地描述了晶须的直径、长度和长径比,并且便于不同晶须之间的相互比较。

二、SiC 晶须的表面光洁度检测标准

无论是进口 SiC 晶须还是国产 SiC 晶须,都存在着晶须表面不光洁的现象。SiC 晶须的微观结构观察分析表明,晶须内部的堆垛层错、微孪晶及晶须的点、面缺陷,都会在宏观上体现为晶须的表面粗糙不光洁。为了对晶须的表面粗糙或不光洁现象有个全面的认识,针对各个晶须的表面粗糙程度随晶须不同而不同的现象,作者首次提出了宏观检测 SiC 晶须表面光洁程度的四等级标准 A、B、C、D。晶须表面光洁度的具体检测方法为:

在透射电镜 TEM 下,用3600倍数拍摄分散开的 SiC 晶须相片,然后对相片上的晶须进行观察分析。具体标准如下:

(A) 光洁晶须

这类晶须表面光洁,无任何凹凸起伏。

(B) 较光洁晶须

这类晶须表面不光滑,存在凹凸起伏,但凹凸起伏段的长度不超过晶须长度的 $1/2$,起伏部分的高度不超过晶须直径的 $1/3$ 。

(C) 不光洁晶须

这类晶须的表面起伏很明显,凹凸起伏的高度超过晶须直径的 $1/3$,起伏段的长度超过晶须长度的 $1/2$ 。

(D) 极不光洁晶须

这类晶须表面有90%以上部分呈连续的凹凸起伏,而且大部分是连续的竹节状、节瘤状和锯齿状的晶须。

三、SiC 晶须的直晶率检测标准

SiC 晶须的直晶率对晶须复合金属和陶瓷材料的力学性能影响最大。因为弯晶在复合材料中起不到增强增韧的作用,从而使得复合材料的强度和韧性达不到设计要求。对 SiC 晶须的直晶率检测,制定了 A、B、C、D 四级标准,晶须直晶率的检测方法和晶须表面光洁度的检测方法相同。在透射电镜 TEM 下,用3600倍数拍摄分散开的 SiC 晶须相片,然后对相片上的晶须进行观察分析。具体标准如下:

(A) 直晶

这类晶须从头至尾没有丝毫的弯曲,整根晶须笔直,在衍射图上显示单晶特性,无衍射条纹和多余斑点。

(B) 较直晶

这类晶须从头至尾其直径基本不变,但整根晶须呈现为一个小于 90° 弧度的圆弧。

(C) 弯晶

这类晶须中每根晶须都含有一段以上的大于 90° 弧度的圆弧段,并且晶须直径常有变化。

(D) 极弯晶

这类晶须呈螺旋状、扭曲状,常伴有直径的明显变化。

四、SiC 晶须的纯度检测标准

纯度是检测 SiC 晶须质量的重要标准。目前,国内使用的晶须纯度标准有二个。一个是颗粒个数纯度标准,另一个是体积纯度标准。而国外关于晶须纯度的检测标准还没有见到过报道或说明。

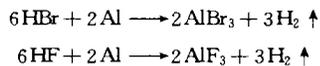
(A) 晶须和颗粒个数纯度标准

在显微镜下对 SiC 晶须样品做个数统计分析,数出每100个统计对象中 SiC 晶须的数目,这个数值就是以

(下转第39页)

酒精将使反应物混合为均相, 使水解反应进行得很彻底, 另外, 乙醇本身也加速卤代烷的水解^[2]。以上反应最终得到氢溴酸 (HBr) 和氢氟酸 (HF)。

氢溴酸和氢氟酸对铝的腐蚀非常强烈, 腐蚀的结果是使罐内壁被腐蚀 (图 6 下部) 并放出氢气:



由此可见, 在“红卫 912”中混入工业酒精, 最终会导致混合物的腐蚀性加强, 并生成氢气。当气压达到足够大, 同时压力罐又存在爆炸隐患时, 即可发生爆炸。

三、结 论

1. 铝罐焊接质量差。长 65mm、深 2mm 的接缝未焊合, 同时焊料中吸入大量氩气, 使该段实际抗张强度锐减。这是爆炸发生的主要原因。

2. “红卫 912”中混入工业酒精。混合后的溶液发生化学反应, 生成具有强烈腐蚀性的氢溴酸和氢氟酸, 使罐壁遭受腐蚀, 并产生大量氢气, 这是爆炸发生的必要原因。

参考文献 (略)

(上接第 41 页)

加工方便, 便于临床操作, 提高了强度, 能作为稳定的人工骨。

在羟基磷灰石或磷酸盐陶瓷中加入纤维蛋白粘合剂, 两者结合不影响结构, 调整它们之间的比例, 可以使磷灰石微粒成为软而有韧性和坚硬的不同形态, 以适用于不同的临床需要。

3. 生物陶瓷材料满足改善吸收的需要

与不吸收的羟基磷灰石材料相对应的是生物降解的磷酸钙材料, 它具有吸收性。

通过对骨移植的观察, 认识到骨组织的重建是骨组织的爬行替代的过程, 在它接触的表面存在成骨细胞, 而成骨细胞愈多, 骨组织改建爬行替代愈快, 即一面吸收, 一面成骨。关键是有了吸收才能进行爬行替代。从这个意义上讲只有磷酸三钙能担负起这个作用。随着认识的不断提高, 近期也有研究出磷灰石与磷酸钙二者混合的复合材料, 总之在这方面的研究也很活跃。

近年来活性陶瓷与天然可降解聚合物的复合愈来愈引起了人们的重视。1983 年有人报导了羟基磷酸钙一聚

乳酸可降解生物复合材料。随后还出现了羟基磷酸钙与胶原、生物活性玻璃纤维与聚乳酸等复合材料, 这些材料中的天然聚合物能被肌体降解吸收, 最终形成类似于自然骨的再建骨组织。因而这类材料将成为人工骨材料研究中最活跃的方向之一。

如上所述, 人工骨移植材料是一种很有发展前途的生物工程材料, 进入 80 年代中期以来, 人工骨移植材料进入了世界性大发展的阶段, 是它的昌盛发展时期。对人工骨移植材料的研究和开发是一个全球性关注的大课题, 具有巨大的、潜在的社会和经济效益。我国虽起步稍晚, 但近十年来在生物活性人工骨材料方面也取得了长足的进步, 大体上具有了国际上的品种, 研究水平距国际水平正在缩短, 如给予足够重视, 可以期望具有一定规模的高技术产业的人工骨材料工程将在 90 年代形成, 而且研究工作也将赶上和达到世界先进水平。

参考文献 (略)

(上接第 48 页)

SiC 晶须的个数纯度标准检测出的晶须纯度。

(B) 体积纯度标准

在显微图象分析仪上对 SiC 晶须样品做体积的统计分析 (因为 SiC 晶须的厚度实际就是直径, 所以 SiC 晶须的体积值正比于侧面的面积值, 通常用晶须侧面积的统计分析值代替 SiC 晶须样品的体积统计分析值)。然后, 用 SiC 晶须所占面积的数值除以整个样品所占面积的数值, 如此得到的数值就是 SiC 晶须的体积纯度。

SiC 晶须的体积纯度做起来比 SiC 晶须的个数纯度要麻烦, 一般都得借助于仪器, 但由于 SiC 晶须彼此交织, 使得仪器测定的纯度往往不准。目前, 普遍接受并被使用着的是 SiC 晶须的个数纯度标准。在我们制定的晶须形貌检测标准中所用的是晶须颗粒个数纯度标准。

五、结 语

在进行 SiC 晶须的生产、研究和应用时, 经常要遇到对 SiC 晶须质量进行检测和评估的问题。因此, 建立一套有关 SiC 晶须质量检测的标准是很有必要的。我们提出的 SiC 晶须的直径、长度、长径比的统计分布图的检测标准和以往的平均值方法相比, 更客观、准确地反映出了晶须的特征。经使用, 受到普遍的认可。

晶须表面光洁率, 晶须的直晶率及晶须的纯度都是体现 SiC 晶须质量高低的重要质量标准。作者首次在这几个方面提出定量的标准, 在已使用的几种晶须的评估中, 该标准全面、细致、准确地反映出了 SiC 晶须的形貌质量, 有利于不同 SiC 晶须产品的质量比较。