

GF 型渗透陶瓷氧化铝粉体的研究

王 航 巢永烈 廖运茂 朱智敏 巢齐宇 梁 星

摘要 目的:研究 GF 型渗透陶瓷氧化铝粉体和坯体的特征,分析其形成氧化铝多孔结构的机制。方法:X 衍射分析氧化铝粉体的晶型,粒度分析仪测试其粒度组成,扫描电镜观察坯体的微观结构。结果:氧化铝晶体是结构最紧密、最稳定的纯 型氧化铝晶型。氧化铝粉体中小于 $0.5\ \mu\text{m}$ 的细颗粒占 9 wt%,粗颗粒集中在 $1.5\sim 3.5\ \mu\text{m}$,占 75 wt%。扫描电镜观察坯体断面发现许多细小的颗粒均匀地附着在大颗粒表面,大小颗粒分散均匀,堆积较为密实。结论:氧化铝的晶型、粒度分布、颗粒分散,有利于形成多孔可渗透氧化铝骨架,是 GF 型渗透陶瓷预制体的材料基础,也是复合体强度提高的关键。

关键词 牙科陶瓷 渗透陶瓷 氧化铝 多孔结构

A Study of Alumina Powder Used in Fabrication of GF Infiltrated Ceramic

Wang Hang, Chao Yonglie, Liao Yunmao, et al

West China College of Stomatology, Sichuan University

Abstract

Objective: This investigation was to analyze the mechanism of formation of porous structure by studying some characteristics of the alumina powder used for GF Infiltrate Ceramic. **Methods:** The alumina powder crystal type was analyzed with X-diffractometer, and its size distribution was obtained by powder size analysis device, and fracture surface of alumina adobe was observed under scanning electronic microscope. **Results:** Alumina crystals were purely type, with firmest structure and best stability. Fine powder whose size was smaller than $0.5\ \mu\text{m}$ occupied 9 wt% (mass) and, coarse powder with sizes between 1 to $3.5\ \mu\text{m}$ occupied 75wt% (mass). The SEM graphs of adobe showed that fine powders were attached to the surface of coarse powders, dispersed evenly, and alumina powders contacted each other firmly. **Conclusion:** The crystal type, size distribution and even dispersion of the studied alumina powder contributed to the formation of porous structure of alumina sintered body (preform), which was the material prerequisite in forming porous preform and one of the key factors to the rise of strength of GF Infiltrated Ceramic.

Key words: dental material infiltrated ceramic alumina porous structure

GF 型渗透陶瓷是根据相互渗透相复合理论 (interpenetrating phase composite) 研究而成的一种牙科全瓷陶瓷¹。GF 型渗透陶瓷首先将氧化铝粉末调拌成粉浆,涂塑成坯体,再烧结成可渗透多孔结构的氧化铝骨架——预制体 (preform),然后采用熔融渗透 (melt-infiltrated technique) 使熔化的玻璃通过毛细现象渗入预制体中,消除孔隙,并形成氧化铝—玻璃相互渗透相复合体。其中预制体形成氧化铝颗粒互连、孔隙互通的多孔结构,是玻璃渗透陶瓷复合体形成和提高性能的关键步骤之一。本

实验即测试氧化铝粉体的晶型和粒度组成,扫描电镜观察坯体的微观结构,分析其形成氧化铝多孔结构的机制。

1 材料和方法

1.1 材料和仪器

氧化铝粉体及其调拌液 (卫生部口腔生物医学工程重点实验室提供),3015 型 X 衍射分析仪 (日本理学),BF XDC 粒度分析仪 (美国 Brookhauen 设备公司),Amary 100B 扫描电镜 (美国 Amary 公司)。

1.2 氧化铝晶型判定

取氧化铝粉体在 X 衍射分析仪上作 X 衍射分析。

1.3 氧化铝粉体粒度分析

取氧化铝粉体经粒度分析仪分析其粒度及其粒度组成。

1.4 氧化铝坯体的形貌观察

氧化铝粉体与调拌液以 7.5:1 的粉液质量比调拌,超声振荡后,灌注到石膏上形成坯体,掰开坯体,扫描电镜观察断面氧化铝颗粒形态、大小颗粒是否分布均匀。

2 结 果

氧化铝 X 衍射结果显示所检测氧化铝粉为纯型氧化铝,无其它晶型存在。

氧化铝粉体的粒度分布如图 1 所示。平均粒径 2.480 μm ,其中 9 wt % 的氧化铝粒径小于 0.5 μm 。粗颗粒集中在 1.5 ~ 3.5 μm ,占 75 wt %,比表面积为 0.75 m^2/g 。

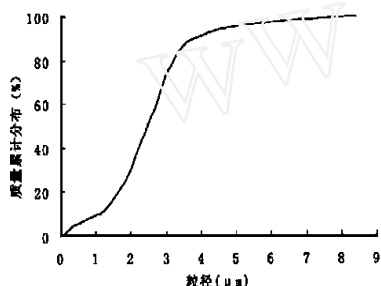


图 1 GF 型氧化铝粉体的粒度分布

Fig 1 Powder size distribution of GF alumina powder

坯体断面扫描电镜(图 2)观察发现断面上氧化铝颗粒呈块状、粒状、饼状等多种形态,还发现许多细小的颗粒均匀地附着在大颗粒表面,大小颗粒分散均匀,无团聚体,颗粒间接触紧凑,堆积较为密实。



图 2 氧化铝坯体断面扫描电镜观察 $\times 5000$

Fig 2 Fractography of alumina adobe under scanning electronic micrography $\times 5000$

3 讨 论

氧化铝有 10 余种晶型。型是氧化铝晶型中结构最紧密,活性最低,最稳定的晶型。其机械性

能良好,高温性能稳定,可以制备成无团聚体的粉体,是以提高强度为主要目的结构陶瓷的理想粉体之一。GF 型渗透陶瓷预制体采用的是纯型氧化铝,可避免其它晶型或掺合的其它晶体的晶变收缩和优先烧结收缩,防止在预制体中因此而形成空隙缺陷、变形和造成抗破坏力的降低。

粉体合适的粒度和粒度分布是构筑氧化铝连续多孔骨架(预制体)的重要环节之一。粒度分布不仅要有利于达到较高的堆积密度,以提高强度,同时又要保留适当的孔隙率和孔隙尺寸允许玻璃渗透;还要允许坯体能在较低温度烧结,减小收缩率并使氧化铝颗粒粘合在一起²。

有学者发现采用 2 ~ 5 μm 的大颗粒粉体制备的预制体,能保留足够大的孔隙被渗透,而且渗透玻璃不流失,又可提高复合材料强度。因此本实验选择的大颗粒就在这一范围内。小颗粒尺寸的确定是根据 Lange 等³ 的观点,用小于 0.5 μm 亚微米细粉填充大颗粒周围的孔隙,不仅可以提高堆积密度和氧化铝在复合体中的含量,还可以在比大颗粒烧结温度低得多的温度下发生烧结反应,使氧化铝大颗粒由单个分散形成相互连接的网络结构骨架,即预制体。这样在渗透陶瓷复合体中裂纹扩散时必须穿过大量高强度氧化铝晶体或沿晶界扩散,从而提高复合体强度。同时低温烧结预制体收缩很小,有利于提高修复体精度。

提高堆积密度和形成连续的氧化铝网络骨架的另一个条件是氧化铝颗粒要分散均匀³。这样,小颗粒才会均匀分布在大颗粒周围,并降低温度烧结。本实验扫描电镜证实氧化铝坯体中大小颗粒均匀分散,紧密排列,故堆积密度高。

综上所述,氧化铝晶型、粒度分布及颗粒分散的均匀性,是 GF 型渗透陶瓷预制体的材料基础,也是复合体强度提高的关键。

参考文献

- 1 王 航,巢永烈,廖运茂,等.氧化铝的不同粒度组成对 GF 型渗透陶瓷性能的影响.华西口腔医学杂志,2000,18(增刊):195 ~ 198
- 2 Clarke DR. Interpenetrating phase composite. J Am Ceram Soc, 1992, 75(3): 739 ~ 759
- 3 Lange FF. Powder processing of ceramic matrix composites. Mater Sci Eng, 1991, A144(1): 143 ~ 152

(2000-11-20 收稿,2002-01-22 修回)

(本文编辑 王 晴)