

激光选区烧结多孔堇青石/碳纤维复合材料的工艺及性能研究

朱学超^{1*}, 唐萍², 杨益², 魏青松^{2**}

¹苏州市职业大学机电工程学院, 江苏 苏州 215104;

²华中科技大学材料成形与模具技术国家重点实验室, 湖北 武汉 430074

摘要 通过激光选区烧结(SLS)技术成形了堇青石/碳纤维复合材料初胚,经高温烧结获得了陶瓷试样,研究了陶瓷试样的孔隙率、力学性能和尺寸精度在不同工艺下的变化。结果表明,碳纤维通过烧结颈粘结穿插在堇青石基体中,随着烧结温度的升高,堇青石熔化变形,孔隙率减小。当烧结温度为1350~1400℃时,堇青石为 μ 相,当烧结温度升高至1425℃时,堇青石由 μ 相向 α 相转变。碳纤维有效增强了初胚的韧性和强度,随着烧结温度的升高,陶瓷试样的抗压强度不断增大,并在1425℃时达到最大值5.48 MPa。

关键词 激光技术; 激光选区烧结; 堇青石; 碳纤维; 复合材料; 多孔陶瓷

中图分类号 O436 文献标识码 A

doi: 10.3788/LOP55.121405

Process and Performance of Selective Laser Sintered Porous-Cordierite/Carbon-Fiber Composites

Zhu Xuechao^{1*}, Tang Ping², Yang Yi², Wei Qingsong^{2**}

¹*School of Mechanic & Electronic Engineering, Suzhou Vocational University, Suzhou, Jiangsu 215104, China;*

²*State Key Laboratory of Materials Processing and Die & Mould Technology, Huazhong University of Science and Technology, Wuhan, Hubei 430074, China*

Abstract The green parts of cordierite/carbon-fiber composites are fabricated by the selective laser sintering technique and then the final porous ceramic parts are obtained by high-temperature sintering. The changes of porosity, mechanical performance and dimensional accuracy under different processes are investigated. The results show that the carbon fibers are bonded into the matrix by bonding necks and with the increase of sintering temperature, the cordierite melts and deforms, which leads to the reduction of porosity. When the sintering temperature is 1350-1400℃, the μ -cordierite is stable. In contrast, when the sintering temperature increases to 1425℃, the μ -cordierite is transformed into the α -cordierite. Moreover, the carbon fibers effectively enhance the toughness and strength of the green parts and with the increase of sintering temperature, the compressive strength of ceramic parts increases until to its maximum value of 5.48 MPa at 1425℃.

Key words laser technique; selective laser sintering; cordierite; carbon fiber; composites; porous ceramic

OCIS codes 140.3390; 350.3390; 350.3850

1 引言

堇青石($2\text{MgO} \cdot 2\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{SiO}_2$)具有低热膨胀系数和高抗热震性,被广泛应用于温度变化迅速且剧烈的材料领域。此外,堇青石还广泛应用于多孔

材料,如柴油发动机催化剂载体、金属熔体过滤器等^[1-4]。制备堇青石多孔材料的方法主要有直接发泡法、造孔剂法、模板制造法、冷冻铸造法以及欠烧法等^[5-6]。然而,随着陶瓷零件结构越来越复杂,传统制造工艺遇到制作瓶颈。

收稿日期: 2018-05-21; 修回日期: 2018-06-13; 录用日期: 2018-06-20

基金项目: 国家自然科学基金(51775207)、民机专项(MJ-2015-H-G-104)

* E-mail: JSSVCZXC@163.COM; ** E-mail: wqs_xn@hust.edu.cn

激光选区烧结(SLS)是利用粉末材料在激光束照射下烧结的原理,控制计算机,使粉末层层堆积成形。SLS可以成形结构复杂和孔隙率大的多孔陶瓷^[7-9]。Shuai等^[10]利用SLS成形技术制备了抗压强度达到18.19 MPa左右的内部连通多孔结构的CaSiO₃陶瓷。程迪^[11]利用SLS成形了Al₂O₃陶瓷,加入添加剂后得到的成形件的抗弯强度可达58.65 MPa,密度为2.82 g·cm⁻³。魏青松等^[12]利用SLS/高温烧结复合工艺制备得到了满足车载蜂窝陶瓷催化剂载体对抗压强度和孔隙率要求的多孔堇青石陶瓷。利用SLS成形堇青石陶瓷初胚时,若零件结构较简单,层与层粘结较强,成形的初胚零件可满足后续烧结工艺的要求;而当零件的结构较复杂时,每层截面之间变化较大且接触面较小,此时初胚零件需要具有更大的成形强度,以满足后续烧结的要求。增大初胚零件的SLS成形强度,可减小扫描速度或增大激光功率,以提高能量密度,但这会在成形过程中造成更多的热积累,产生次级烧结现象,减小成形精度^[13]。穆柏春等^[14-15]研究表明,在陶瓷中

加入碳纤维可有效增大成形件的强度。本文通过添加碳纤维改善了SLS成形堇青石陶瓷的初胚强度,采用不同的工艺参数制备了成形件,表征了其微观结构和力学性能,揭示了SLS成形工艺、高温烧结温度对多孔堇青石/碳纤维复合材料力学性能、孔隙率和尺寸精度的影响规律。

2 实验

2.1 材料

采用堇青石粉末作为实验材料,粉末平均粒径为38.6 μm,其化学成分见表1。混合粉末中碳纤维的质量分数为5%^[14],为了保证更好的材料流动性和充分混合,对丝状碳纤维进行研磨打碎,其表面微观形貌如图1所示。在放大倍数为140倍情况下,可以看到,碳纤维长短不一,最长约为100 μm,而大多为短小纤维。进一步放大到5000倍进行观察,如图1(b)所示,此时可以看到,在直径约为8 μm的碳纤维表面吸附有大量小于1 μm的碳纤维碎屑。

表1 堇青石粉末的化学成分

Table 1 Chemical compositions of cordierite powder

Component	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MgO	Na ₂ O ₃	Others
Mass fraction /%	50.4	34.58	0.46	13.1	0.032	1.428

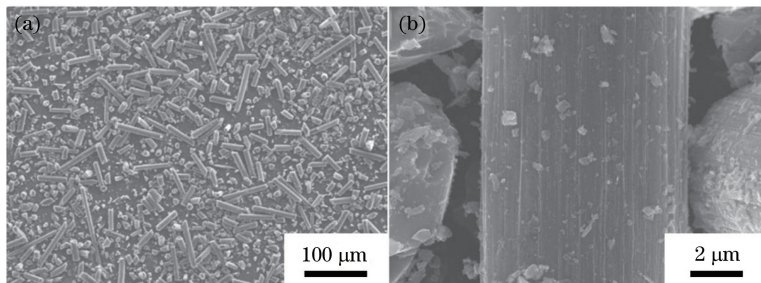


图1 碳纤维的表面微观形貌。(a) 140倍;(b) 5000倍

Fig. 1 Surface micro-morphology of carbon fiber. (a) Magnification by 140; (b) magnification by 5000

向堇青石粉末中添加环氧树脂E12作为黏结剂,混合粉末中黏结剂的质量分数为10%,平均粒径为8.4 μm。使用行星式球磨机将堇青石、碳纤维和黏结剂充分混合,混合时间为24 h,转速为150 r·min⁻¹。

表2 SLS正交实验工艺参数

Table 2 Process parameters for orthogonal experiment by SLS

Parameter	Level 1	Level 2	Level 3
Laser power /W	11	13	15
Scanning speed / (m·s ⁻¹)	3	4	5
Scan line spacing /μm	120	150	180

2.2 高温烧结工艺

脱脂-高温一步法:将温度由800 °C升至1100 °C,

速度为4 °C·min⁻¹,保温1 h,再以1 °C·min⁻¹的速度分别升至1350,1375,1400,1425 °C,保温4 h,最后随炉

冷却至室温。

2.3 性能表征

采用日本电子株式会社的 JSM-7600F 场发射扫描电子显微镜表征试样的显微结构;采用日本岛津公司的 XRD-7000S X 射线衍射仪(XRD)表征试样的相结构,角度范围为 $5^{\circ}\sim 80^{\circ}$,步距为 0.02° ,扫描速度为 $10 (^{\circ})\cdot\text{min}^{-1}$;采用日本岛津公司的 AG-100 kN 材料性能试验机测试试样的抗压强度。

表 3 SLS 成形正交实验结果

Table 3 Orthogonal experimental results of formation by SLS

Laser power /W	Scanning speed / ($\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$)	Scanline spacing / μm	Porosity /%	Diameter error /%	Height error /%
11	3000	120	77.42	0.075	5.8
11	4	150	77.64	2.025	4.2
11	5	180	78.41	2.525	2.65
13	3	150	78.47	3.8	4.45
13	4	180	77.69	1.125	6.45
13	5	120	77.10	1.1	5.1
15	3	180	77.20	0.05	8.25
15	4	120	77.40	0.4	9.8
15	5	150	77.04	1.575	5

将表 3 的数据进行整理,SLS 工艺对初胚精度和孔隙率的误差如图 2 所示。从图 2(a)可以看出,初胚的高度误差明显大于直径误差。在高度方向,精度误差随着激光功率的增大而增大,随着扫描间距的增大而减小,随着扫描速度的增大呈先增大再减小的变化趋势。实际上,激光功率的增大及扫描间距的减小都会导致单位面积热输入的增大,而热输入向下传递则会导致激光烧结深度增大。在第一层粉末的烧结过程中,由于激光烧结深度大于切片

3 结果与讨论

3.1 SLS 成形工艺

SLS 成形正交实验结果见表 3。可以看出,SLS 成形的堇青石/碳纤维初胚试样(简称“初胚”)的孔隙率为 $77\%\sim 79\%$,直径误差为 $0.05\%\sim 3.8\%$,高度误差为 $2.65\%\sim 9.8\%$ 。

厚度,因此,在高度方向上的误差较大,这是 SLS 工艺中常见的“Z 轴盈余”现象^[16]。此外,过多热量向四周传递会导致 X、Y、Z 各个方向均会有一些非选择成形区域的粉末发生粘结,这种次级烧结合会造成成形块体各个方向的尺寸增大,产生尺寸误差,当其带来的误差大于收缩产生的尺寸变化时,便导致了最终的误差,而高度误差远远大于直径误差的原因则是 Z 轴盈余所致。

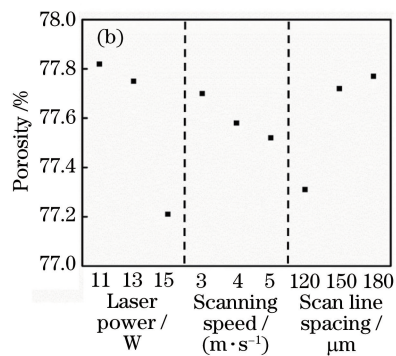
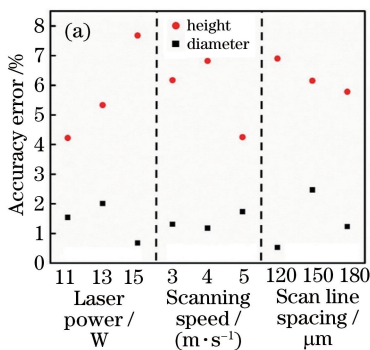


图 2 SLS 工艺对初胚的影响。(a)精度误差;(b)孔隙率

Fig. 2 Effect of SLS process on green parts; (a) Accuracy error; (b) porosity

从图 2(b)可以看出,随着激光功率和扫描速度的增大,初胚的孔隙率逐渐减小,但随着扫描间距的增大,其孔隙率又会逐渐增大。在 SLS 过程中,单位体积的能量输入 e 表示为^[17]

$$e = \alpha_R I_a \frac{2B}{V_s}, \quad (1)$$

式中: α_R 为粉末对激光能量的吸收率; I_a 为与激光功率正相关的激光束平均强度; B 为激光束半径;

V_s 为扫描间距。在 SLS 成形过程中,激光作用在粉末上的能量主要对高分子黏结剂起作用,当激光作用在粉末上时,温度会逐渐升高,当温度达到黏结剂玻璃化温度 T_g 时,黏结剂从玻璃态转变为高弹态,当温度超过熔融温度 T_m 时,黏结剂转变为液态的黏流态。温度升高,熔体的黏度减小,但其流动性增大,容易与周围的陶瓷颗粒接触,冷却后固化并粘结在一起^[18]。当激光功率增大时,激光束平均强度增大,单位体积输入的能量增大,粉床的温度会逐渐升高,从而使烧结后的液相流动更充分、致密度增大、孔隙率减小。扫描速度对孔隙率的影响则较为复杂,一方面,随着扫描速度的增大,激光入射的能量密度减小,使得成形件的致密度减小、孔隙率增大;另一方面,随着扫描速度的增大,烧结时间减少,从而减小了树脂挥发损耗量,成形件的致密度增大、孔隙率减小。然而,实验结果表明,该材料体系中后一因素起决定作用。当扫描间距增大时,单位体积输入的能量减小,因此呈现出与激光功率相反的规律,孔隙率不断增大。

由于孔隙率主要由堆积密度决定,所以,SLS 过程中工艺参数的优化以精度为衡量指标,尽量使直径方向和高度方向的精度误差最小。

从图 2(a)可以看出,激光功率和扫描间距的变化对试样精度的影响较大,而扫描速度对试样精度的影响较小,通过试样精度确定扫描速度较为困难。为了进一步得到合适的扫描速度,研究了扫描速度对初胚强度的影响。当激光功率为 11 W,扫描间距为 120 μm 时,初胚的抗压强度随激光扫描速度的变化如图 3 所示。可以看出,初胚在添加碳纤维后

具有较好的韧性,未出现抗压强度极值,且在特定参数下,初胚的抗压强度随着压缩行程的增加而不断增大。当扫描速度为 $2 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ 时,初胚的应变可达 50%,抗压强度达到 2.5 MPa,而不添加碳纤维时任意参数下测得的初胚最大抗压强度为 1.54 MPa。这表明碳纤维有效增强了初胚的韧性和强度,更有利于陶瓷初胚保持复杂的三维结构。

根据初胚精度和抗压强度的测试,选择的较优工艺参数为:激光功率 11 W,扫描速度 $2 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$,扫描间距 120 μm ;最后对该成形参数的初胚进行后续烧结处理。

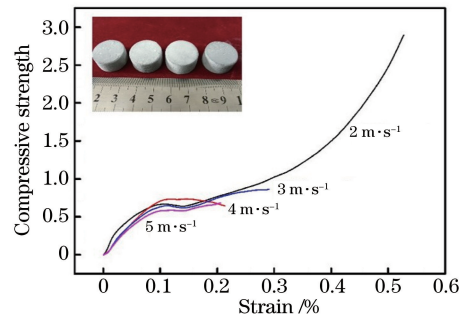


图 3 初胚的抗压强度随激光扫描速度的变化

Fig. 3 Compressive strength of green parts versus laser scanning speed

3.2 烧结温度对孔隙率和误差的影响

烧结温度对陶瓷试样的影响如图 4 所示。从图 4(a)可以看出,高温烧结后,陶瓷试样黏结由物理黏结转变为液相化学黏结,因而烧结时伴随着体积收缩,随着烧结温度的升高,其收缩率不断增大。当烧结温度为 1425 $^{\circ}\text{C}$ 时,陶瓷试样直径方向的收缩率达到 13.79%,高度方向的收缩率达到 12.76%。

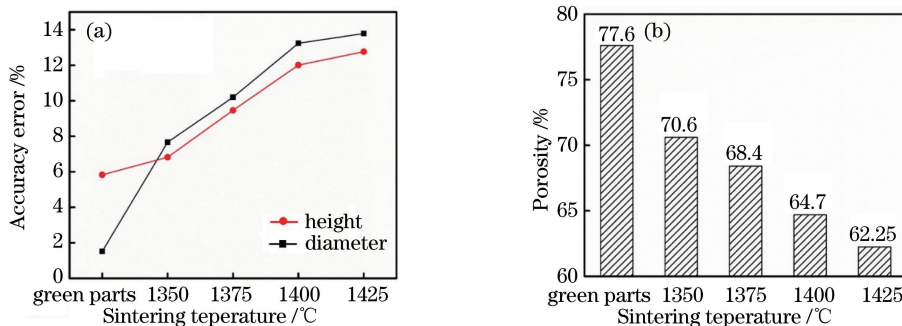


图 4 烧结温度对陶瓷试样的影响。(a)精度误差;(b)孔隙率

Fig. 4 Effect of sintering temperature on ceramic sample. (a) Accuracy error; (b) porosity

从图 4(b)可以看出,随着烧结温度的升高,陶瓷试样的孔隙率逐渐减小,较小颗粒的堇青石陶瓷粉末活性增大后开始逐渐熔化,导致陶瓷试样的孔隙逐渐被填充,孔隙率不断减小,此时试样宏观上表

现为体积收缩。

3.3 微观形貌

不同烧结温度下陶瓷试样的表面微观形貌如图 5 所示。可以看出,陶瓷试样中碳纤维通过烧结

颈粘结穿插在陶瓷基体中,图中红色箭头标注的即为碳纤维。成形试样的烧结颈大小不等且分布密度不均,孔隙率较大。烧结颈将碳纤维和堇青石陶瓷粉末粘接在一起。碳纤维连接数量较多的烧结颈能有效防止烧结颈及陶瓷颗粒溃散,宏观上表现出优良的韧性和强度。理论上,碳纤维的熔点与碳的熔点一致,但是由于碳纤维中含有部分无定形碳,且其

中用做基材的树脂的熔点较低,因此,成形试样的熔点往往小于 3500 °C。由于烧结过程在空气中进行,因此,碳纤维更加容易发生氧化和变形^[19]。而堇青石的熔点为 1460 °C 左右,随着烧结温度的升高,堇青石发生更多的熔化与变形,并包覆在碳纤维上,同时,试样表面变平整,孔隙率减小^[20]。

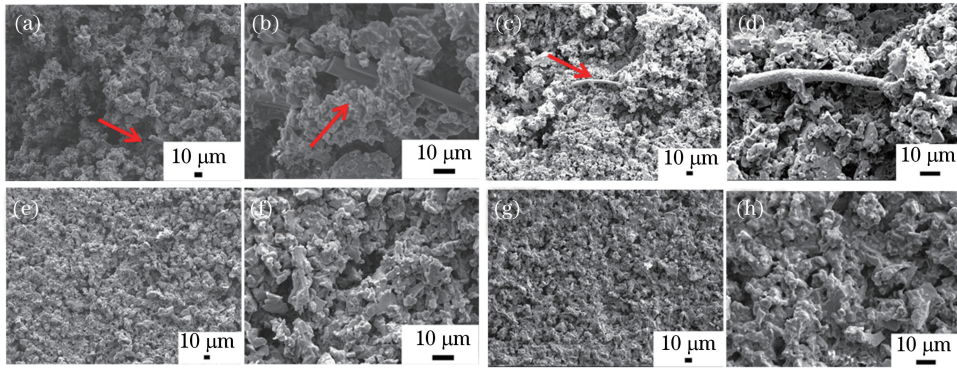


图 5 不同烧结温度下陶瓷试样的表面显微形貌。(a)(b) 1350 °C;(c)(d) 1375 °C;(e)(f) 1400 °C;(g)(h) 1425 °C

Fig. 5 Surface micro-morphologies of ceramic samples at different sintering temperatures;

(a)(b) 1350 °C; (c)(d) 1375 °C; (e)(f) 1400 °C; (g)(h) 1425 °C

3.4 相组成

原始粉末、初胚和不同烧结温度下陶瓷试样的 XRD 图谱如图 6 所示。可以看出,混合粉末、初胚及烧结温度不大于 1400 °C 的陶瓷试样的物相均为斜方晶结构,晶胞参数为 $a = 17.08 \times 10^{-10}$ m, $b = 9.73 \times 10^{-10}$ m, $c = 9.36 \times 10^{-10}$ m。当温度升高到 1425 °C 时,陶瓷试样相变成了六方晶系,晶胞参数为 $a = 9.78 \times 10^{-10}$ m, $b = 9.78 \times 10^{-10}$ m, $c = 9.31 \times 10^{-10}$ m。混合粉末、初胚及烧结温度不大于 1400 °C 的陶瓷试样均保持了较好的低温堇青石相,即 μ -堇青石相。当温度升高到 1425 °C 时,低温堇青石相转变为高温堇青石相,即 α -堇青石相,由此晶体结构由斜方晶系变成六方晶系^[21-22]。

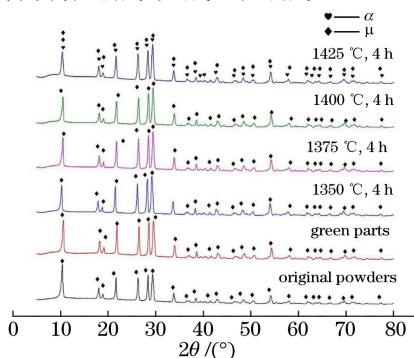


图 6 原始粉末、初胚和不同烧结温度下陶瓷试样的 XRD 结果

Fig. 6 XRD patterns of original powders, green parts and ceramic samples sintered at different temperatures

3.5 力学性能

不同烧结温度下陶瓷试样的抗压强度如图 7 所示。可以看出,陶瓷试样的抗压强度随着烧结温度的升高而逐渐增大,当温度达到 1425 °C 时,陶瓷试样的抗压强度达到极值 5.48 MPa。随着烧结温度的不断升高,松散的陶瓷颗粒和碳纤维逐渐开始变形,陶瓷试样的孔隙率不断减小,同时,初胚的环氧树脂烧结颈转变为陶瓷烧结颈导致陶瓷试样的抗压强度不断增大。

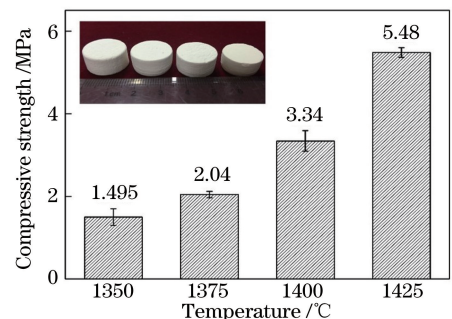


图 7 不同烧结温度下陶瓷试样的抗压强度

Fig. 7 Compressive strengths of ceramic samples sintered at different temperatures

3.6 典型复杂零件制造

优化工艺条件下成形的陶瓷试样如图 8 所示。可以看出,陶瓷试样的可控空间孔结构为每平方米 4 个孔,该结构纵横向孔相互连通,利用传统的模具工艺难以成形。

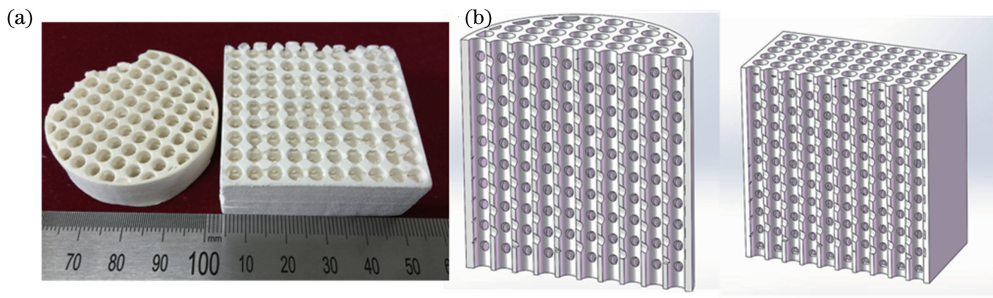


图 8 优化工艺条件下成形的陶瓷试样。(a)高温烧结后零件;(b)设计图

Fig. 8 Formed ceramic sample under optimal process parameters. (a) Parts after high-temperature sintering; (b) design drawing

4 结 论

通过 SLS 成形工艺制备了堇青石/碳纤维复合材料,研究和分析了 SLS 工艺及烧结温度对陶瓷试样力学性能、孔隙率和尺寸精度的影响,得到以下结论。

1) 添加碳纤维后初胚的强度和韧性增大,抗压强度达到 2.5 MPa。采取合适的工艺可以成形出传统的模具工艺难以成形的可控空间孔结构。

2) 在 SLS 成形过程中,随着激光功率和扫描速度的增大,初胚的孔隙率逐渐减小,但扫描间距的增大会使其孔隙率增大。经高温烧结后,陶瓷试样的孔隙率减小。

3) 激光功率的增大或扫描间距的减小都会导致初胚高度误差增大,而直径方向的精度误差变化不大。陶瓷试样的精度误差随着烧结温度的升高会不断增大。

4) 原始粉末、SLS 初胚及 1350~1400 °C 烧结温度下的陶瓷试样均保持低温堇青石 μ 相,当烧结温度增大到 1425 °C 时转变为高温 α 相,晶体结构由斜方晶系变成了六方晶系。

参 考 文 献

- [1] Benhammou A, El Hafiane Y, Abourriche A, *et al.* Effects of oil shale addition and sintering cycle on the microstructure and mechanical properties of porous cordierite-ceramic[J]. *Ceramics International*, 2014, 40(7): 8937-8944.
- [2] Dong Y C, Feng X Y, Dong D H, *et al.* Elaboration and chemical corrosion resistance of tubular macro-porous cordierite ceramic membrane supports [J]. *Journal of Membrane Science*, 2007, 304(1/2): 65-75.
- [3] Shi Z M, Liang K M, Gu S R. Effects of elements-

doping on the crystal structure and thermal expansion coefficient of cordierite[J]. *Advanced Ceramics*, 2000 (2): 18-23.

史志铭, 梁开明, 顾守仁. 元素掺杂对堇青石晶体结构及热膨胀系数的作用[J]. *现代技术陶瓷*, 2000 (2): 18-23.

- [4] Luo X D, Qu D L, Zhang G D. Characterization comparison of Eu^{3+} , Dy^{3+} and Er^{3+} on phase transition of cordierite[J]. *Acta Materiae Compositae Sinica*, 2013, 30(4): 148-155.

罗旭东, 曲殿利, 张国栋. Eu^{3+} 、 Dy^{3+} 和 Er^{3+} 对制备堇青石晶相转变的对比表征[J]. *复合材料学报*, 2013, 30(4): 148-155.

- [5] Fiocco L, Bernardo E. Novel cordierite foams from preceramic polymers and reactive oxide fillers [J]. *Materials Letters*, 2015, 159: 98-101.

- [6] Ohji T, Fukushima M. Macro-porous ceramics: Processing and properties[J]. *International Materials Reviews*, 2012, 57(2): 115-131.

- [7] Bo F X, He B, Zong X M. Selective laser sintering process of coated sands[J]. *Laser & Optoelectronics Progress*, 2017, 54(9): 091405.

薄夫祥, 何冰, 蹇雪梅. 覆膜砂选择性激光烧结工艺 [J]. *激光与光电子学进展*, 2017, 54(9): 091405.

- [8] Zhang J F, Shen Y F, Zhao J F, *et al.* Melting-solidifying characteristic of Ni-based alloy powders by selective laser sintering [J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2003, 30(8): 763-768.

张剑峰, 沈以赴, 赵剑峰, 等. 激光选区烧结 Ni 基金属粉末的熔凝特征 [J]. *中国激光*, 2003, 30(8): 763-768.

- [9] Wu H H, Li T F, Xiao L N, *et al.* Research on forming process of flake graphite powder by selective laser sintering [J]. *Laser & Optoelectronics Progress*, 2016, 53(10): 101409.

吴海华, 李腾飞, 肖林楠, 等. 鳞片石墨粉末选择性

- 激光烧结成型工艺研究[J]. 激光与光电子学进展, 2016, 53(10): 101409.
- [10] Shuai C J, Mao Z Z, Han Z K, *et al.* Fabrication and characterization of calcium silicate scaffolds for tissue engineering[J]. Journal of Mechanics in Medicine and Biology, 2014, 14(4): 1450049.
- [11] Cheng D. Study on selective laser sintering of alumina parts and post process [D]. Wuhan: Huazhong University of Science and Technology, 2007.
程迪. Al₂O₃ 陶瓷零件的 SLS 成形及后处理工艺研究[D]. 武汉: 华中科技大学, 2007.
- [12] Wei Q S, Tang P, Wu J M, *et al.* Microstructure and mechanical performance of porous cordierite ceramic parts manufactured by selective laser sintering [J]. Journal of Huazhong University of Science and Technology (Natural Science Edition), 2016, 44(6): 46-51.
魏青松, 唐萍, 吴甲民, 等. 激光选区烧结多孔堇青石陶瓷微观结构及性能[J]. 华中科技大学学报(自然科学版), 2016, 44(6): 46-51.
- [13] Yan C Z. Preparation of polymer and its composite powders and their selective laser sintering [D]. Wuhan: Huazhong University of Science and Technology, 2009.
闫春泽. 聚合物及其复合粉末的制备与选择性激光烧结成形研究[D]. 武汉: 华中科技大学, 2009.
- [14] Mu B C, Liu B Y, Chen Y, *et al.* Study on the cordierite ceramics matrix composite reinforced by carbon fiber (Cu+Ni) plated[J]. China Ceramics, 2001, 37(5): 4-6.
穆柏春, 刘秉余, 陈扬, 等. Cu+Ni 复合镀碳纤维增强堇青石基复合材料的研究[J]. 中国陶瓷, 2001, 37(5): 4-6.
- [15] He B L, Sun J. Progress and application of carbon fibers reinforced silicon carbide ceramic matrix composites [J]. Bulletin of the Chinese Ceramic Society, 2009, 28(6): 1197-1202.
何柏林, 孙佳. 碳纤维增强碳化硅陶瓷基复合材料的研究进展及应用[J]. 硅酸盐通报, 2009, 28(6): 1197-1202.
- [16] Kolan K C R, Leu M C, Hilmas G E, *et al.* Effect of material, process parameters, and simulated body fluids on mechanical properties of 13-93 bioactive glass porous constructs made by selective laser sintering[J]. Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials, 2012, 13: 14-24.
- [17] Paul R, Anand S. Process energy analysis and optimization in selective laser sintering[J]. Journal of Manufacturing Systems, 2012, 31(4): 429-437.
- [18] Xu W W. Study on selective laser sintering of SiC and post process [D]. Wuhan: Huazhong University of Science and Technology, 2007.
徐文武. 碳化硅陶瓷的 SLS 成形及后处理研究[D]. 武汉: 华中科技大学, 2007.
- [19] He F. Carbon fiber and application technology[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2004.
贺福. 碳纤维及其应用技术[M]. 北京: 化学工业出版社, 2004.
- [20] Liu T T. Study on the preparation of the cordierite-silicon multiphase ceramic substrate used for solar cells[D]. Jinan: Shandong University, 2012.
刘婷婷. 太阳能电池用堇青石-硅复相陶瓷衬底的制备研究[D]. 济南: 山东大学, 2012.
- [21] Shi Z M, Liang K M, Gu S R. Influence of liquid composition on the cordierite transformation and microstructure of cordierite ceramics during liquid sintering[J]. Journal of Tsinghua University (Science and Technology), 2001, 41(10): 27-29.
史志铭, 梁开明, 顾守仁. 液相烧结中液相成份对堇青石相变和陶瓷显微组织的影响[J]. 清华大学学报(自然科学版), 2001, 41(10): 27-29.
- [22] Xu X H, Ma X H, Wu J F, *et al.* Preparation and thermal shock resistance of cordierite-mullite composite ceramic for solar thermal power [J]. Journal of Wuhan University of Technology, 2012, 34(1): 1-6.
徐晓虹, 马雄华, 吴建锋, 等. 太阳能热发电用堇青石-莫来石复相陶瓷的制备及抗热震性[J]. 武汉理工大学学报, 2012, 34(1): 1-6.