

月桂酸-棕榈酸/ Al_2O_3 复合定形相变材料的 制备与热性能研究

孙晓璐¹ 苏 婧¹ 宋肖飞¹ 蔡以兵^{1,2*} 张炜栋²

(1.江南大学生态纺织教育部重点实验室,无锡 214122;2.江苏省先进纺织工程技术中心,南通 226007)

摘 要 采用溶胶-凝胶法,以异丙醇铝(AIP)为单一铝源,无水乙醇为溶剂,聚乙烯吡咯烷酮(PVP)为聚合物模板,并添加浓盐酸作为催化剂和胶溶剂,制备均一稳定的前驱体纺丝液,再结合静电纺丝与高温煅烧技术制备了 Al_2O_3 纤维毛毡,用其作为支撑材料吸附月桂酸-棕榈酸(LA-PA)二元脂肪酸低共熔物制备复合定形相变材料。利用红外光谱、X 射线衍射、扫描电镜和 BET 比表面积分析仪等手段研究样品的表观形貌与晶型结构。结果表明:经吸附后制得的 LA-PA/ Al_2O_3 复合定形相变材料具有良好的形貌结构。通过差示扫描量热仪、热导率及自组装热性能测试仪对制备的 LA-PA/ Al_2O_3 复合定形相变材料的储热性能及热能储存/释放性能进行了研究。结果发现其具有适宜的相变温度和较好的相变焓值,拓宽了复合定形相变材料的应用范围。

关键词 静电纺丝, Al_2O_3 纤维毛毡,二元脂肪酸低共熔物,吸附,热性能

Preparation and thermal property of LA-PA/ Al_2O_3 shape-stable phase change material

Sun Xiaolu¹ Su Jing¹ Song Xiaofei¹ Cai Yibing^{1,2} Zhang Weidong²

(1.Key Laboratory of Eco-Textiles, Ministry of Education, Jiangnan University, Wuxi 214122;
2.Jiangsu Advanced Textile Engineering Technology Center, Nantong 226007)

Abstract A uniform and stable precursor spinning solution was prepared by sol-gel method. Aluminum isopropoxide(AIP) as single aluminum source, anhydrous ethanol as solvent, polyvinylpyrrolidone(PVP) as polymer template, concentrated hydrochloric acid as a catalyst and peptizer, Al_2O_3 fibrous mats was prepared combined with electrospinning technology. After calcination at 800°C, LA-PA binary fatty acid eutectic was prepared by adsorption. The morphology and crystal structure of the nanofibers were studied by FT-IR, XRD, SEM and BET surface area analyzer. The results showed that the LA-PA/ Al_2O_3 phase change materials prepared by adsorption had a good morphology. The properties of heat storage and thermal energy storage/release of the materials were investigated by DSC, thermal conductivity and self-assembly thermal performance tester. The results showed that it had a suitable phase transition temperature and better phase transition enthalpy, and broaden the application.

Key words electrospinning, Al_2O_3 fibrous mat, binary fatty acid eutectic, adsorption, thermal property

能源是社会发展的物质基础,但是近年来,支撑人类文明高速发展的石化能源出现了前所未有的危机,资源的过度消耗以及造成的环境问题亟待解决,因此,开发新能源极为重要。相变储能材料因其储热密度大、储热容器体积小等特点,是目前研究最多且应用前期最好的热能储存材料^[1-4]。脂肪酸是一类典型的固-液相变材料,常用的有癸酸

(CA)、月桂酸(LA)、肉豆蔻酸(MA)和棕榈酸(PA)等,单一或多元的脂肪酸具有可选择的相变温度范围广、相变潜热高、热稳定性好和无毒等优良性能^[5-6],但在实际应用过程中,该类材料存在固液态体积变化大、易渗漏等问题,因此,定性相变材料的开发和研究成为近年来的关注焦点。目前,常规制备定性相变材料的方法有溶胶-凝胶法、物理吸附

基金项目:装备预研教育部联合基金(2019);江苏高校“青蓝工程”优秀青年骨干教师培养对象资助项目(苏教师[2016]15号);江苏省先进纺织工程技术中心开放基金科研项目(XJFZ/2018/04);江南大学大学生创新训练计划项目(2018224Y)

作者简介:孙晓璐(1995-),女,硕士研究生,主要研究方向为功能性纺织材料。

联系人:蔡以兵,男,教授,主要研究方向为功能性纺织材料。

法、静电纺丝法和微胶囊法等^[7-10]。

近年来,利用无机材料作为固-液相变材料的支撑材料已经得到广泛的研究和报道,Zong 等^[11]通过静电纺丝及高温煅烧得到多孔 SiO_2 纳米纤维,并利用其吸附 CA-LA、CA-MA、CA-PA 和 CA-硬脂酸(CA-SA)来制备定形相变材料。常龙娇等^[12]以 CA-PA 为相变主材料,活性炭或膨胀石墨为支撑材料,采用真空吸附法制备了脂肪酸定形相变材料。Latibari 等^[13]采用溶胶-凝胶法,利用氧化铝和 PA 制成的微胶囊具有优异的储能潜力。纳米氧化铝是具有高强度、高硬度、抗磨损、耐腐蚀、耐高温、抗氧化、绝缘性好、表面积大等优异特性的功能结构材料^[14]。 Al_2O_3 具有多种晶相,其中较常见的晶型是 $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 和 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 形成温度在 $600\sim 700^\circ\text{C}$ 左右,其晶格堆积松散,密度小,具有多孔结构,因此具有很高的反应活性,被称为活性 Al_2O_3 ,是常用的催化剂、吸附剂。

本实验结合溶胶-凝胶、静电纺丝、高温煅烧和物理吸附的技术与原理,制备出 Al_2O_3 纤维毛毡,其具有极大的比表面积,因此吸附性能优异,可作为二元脂肪酸低共熔物的支撑材料,解决了易渗漏等问题。除此之外,高温煅烧改善了 Al_2O_3 纤维毛毡对脂肪酸的传热作用,定形相变材料的热传导性和热能存储/释放速率得到提高。

1 实验部分

1.1 试剂与仪器

异丙醇铝(AIP),天津市博迪化工有限公司;无水乙醇、聚乙烯吡咯烷酮 K90(PVP)、浓盐酸、乙酸、月桂酸(LA)、棕榈酸(PA),国药集团化学试剂有限公司。

电子天平(EL204 型),梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司;恒温磁力搅拌器(85-2 型),上海司乐仪器有限公司;高压直流电源(DW-P203-10AC 型),东文高压电源(天津)股份有限公司;双道注射泵(JZB-1800 D 型),费森尤斯卡比健源医疗科技有限公司;注射器(容量 20mL,内径 0.7mm),碧迪医疗器械(上海)有限公司;滚筒接收装置(幅宽 29cm,直径 15cm),实验室自制;马弗炉(KSL1400X 型),合肥科晶材料技术有限公司;真空烘箱(DZF-6050 型),上海精宏实验设备有限公司;扫描电子显微镜(SEM,Tm 3030 型),日立高新技术有限公司;X-射线衍射仪(XRD,Bruker D 8 型),德国布鲁克有限公司;全自动比表面及孔隙度分析仪(BET,

TriStar II 3020 型),麦克默瑞提克(上海)科技有限公司;傅里叶变换红外光谱仪(FT-IR,Nicolet is 10 型),美国赛默飞世尔科技有限公司;差示扫描量热仪(DSC,Q200 型),上海莱睿科学仪器有限公司;导热分析仪(Hot Disk TPS 2500 型),凯戈纳斯仪器商贸(上海)有限公司。

1.2 Al_2O_3 纤维毛毡的制备

称取 2.4g AIP 添加到 7g 无水乙醇中,滴加 1mL 乙酸和 1mL 浓盐酸,将其置于恒温磁力搅拌器上,搅拌至完全溶解。称取 0.4g PVP 添加到 3g 无水乙醇中,搅拌至完全溶解后,加入上述溶解完全的 AIP/无水乙醇溶液,搅拌均匀,形成均一的前驱体溶液。然后进行静电纺丝,实验参数设置为:纺丝电压 18kV,纺丝距离 18cm,注射泵的推进速度 0.8mL/h。之后,将得到的复合纳米纤维真空烘干,在马弗炉中以 $2^\circ\text{C}/\text{min}$ 的升温速率从室温升温至 400°C ,保温 2h,再以 $1^\circ\text{C}/\text{min}$ 的升温速率升温至 800°C ,保温 2h 后自然冷却至室温,得到 Al_2O_3 纤维毛毡。

1.3 LA-PA 二元脂肪酸低共熔物的吸附

按质量比 61.87:38.13 配制一定量的 LA-PA 二元脂肪酸低共熔物,将其放置在 60°C 恒温烘箱中,直至完全熔融,将制备的 Al_2O_3 纤维毛毡放置在 LA-PA 二元脂肪酸低共熔物中 10h,其后,将其放置在 60°C 恒温烘箱中烘干,备用。

1.4 表征

采用 KBr 压片法测定纳米纤维的 FT-IR 谱图,光谱波长范围在 $400\sim 4000\text{cm}^{-1}$ 之间;采用 XRD 分析 Al_2O_3 的晶型结构,CuK α 射线, $5^\circ/\text{min}$,扫描范围为 $10\sim 80^\circ$;采用 SEM 观察样品的表面形貌,观察前在样品表面镀金以防止电荷集聚;采用全自动比表面及孔隙度分析仪,在液氮温度 77K 下,相对压力为 0.01~1 的范围内进行低温吸附实验,获得 N_2 吸附-脱附等温线,分析 Al_2O_3 纳米纤维的孔结构;通过 DSC 表征复合纤维的储热性能测试,氮气气氛,气体流量 25mL/min,升温速率 $10^\circ\text{C}/\text{min}$,温度范围 $0\sim 100^\circ\text{C}$;采用导热分析仪,分析吸附前后导热率的变化;用实验室自组装的装置对 LA-P/ Al_2O_3 纤维膜的热能储存/释放速率进行测试,重复测量 3 次,取其平均值。

2 结果与讨论

2.1 FT-IR 分析

PVP/ Al_2O_3 纳米纤维和 Al_2O_3 纤维毛毡的

FT-IR 谱图见图 1。由图可知,位于 3420cm^{-1} 处强的宽吸收峰归属于复合纤维中吸附水、乙醇、水合氧化铝和氢键结合水的 $-\text{OH}$ 伸缩振动, 1644 和 1423cm^{-1} 处为相应羟基的弯曲振动峰和 PVP 中 $\text{C}=\text{O}$ 的伸缩振动峰的叠加,说明复合纤维中含有大量的水、溶剂和 AlOOH [15]。经高温煅烧后, 3420cm^{-1} 处的吸收峰强度明显减弱,说明大部分溶剂都已去除。 2930cm^{-1} 处的弱吸收峰为 $\text{C}-\text{H}$ 的伸缩振动, 1469cm^{-1} 处的吸收峰为有机物中 CH_2 和 CH_3 的弯曲振动峰 [16]。 1295cm^{-1} 处的吸收峰归属于 PVP 中杂五环中 $\text{C}-\text{N}$ 的伸缩振动 [17]。 1162cm^{-1} 处的弱吸收峰为 $\text{Al}-\text{OH}$ 伸缩振动峰, 610 和 980cm^{-1} 处为 $\text{Al}-\text{O}$ 的特征峰 [18]。煅烧后, 3450cm^{-1} 处的吸收峰是由吸附水以及氧化铝表面 $-\text{OH}$ 的伸缩振动引起的, 1633 和 1425cm^{-1} 处对应 $-\text{OH}$ 的弯曲振动峰。经高温煅烧后,纤维仍含有少量水分和羟基,这是由于 Al_2O_3 纤维毛毡吸水性较好,且比表面积大,因此容易吸收结合空气中的水分。 1120cm^{-1} 处的弱峰是残留 $\text{Al}-\text{OH}$ 的伸缩振动峰。另外,煅烧后 PVP 的特征峰 (1295 和 1644cm^{-1}) 消失,且在 $600\sim 900\text{cm}^{-1}$ 范围内形成一个宽化且无裂分的强吸收峰,这是由 $\text{Al}-\text{O}$ 的吸收振动引起的,表明煅烧后 PVP 已经完全分解,并且形成了无定形态 Al_2O_3 [18]。

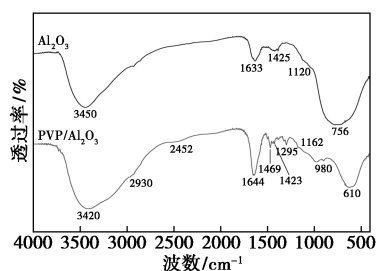


图1 PVP/ Al_2O_3 纳米纤维和 Al_2O_3 纤维毛毡的 FT-IR 谱图

2.2 XRD 分析

高温煅烧后 Al_2O_3 纤维毛毡的 XRD 谱图见图 2。由图可知, $2\theta = 32.65^\circ, 39.66^\circ, 45.98^\circ, 67.07^\circ$

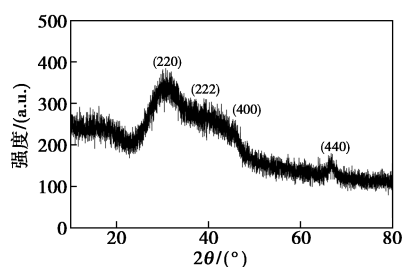


图2 高温煅烧后 Al_2O_3 纤维毛毡的 XRD 谱图

处有比较明显的衍射峰,分别对应 $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (220)、(222)、(400)、(440)晶面的衍射,各个衍射峰与纯金红石型 Al_2O_3 的 JCPDS 标准卡片图谱一一对应。这表明复合纤维经高温煅烧后得到了 $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 。

2.3 SEM 分析

PVP/ Al_2O_3 纳米纤维、煅烧后 Al_2O_3 纤维毛毡和 LA-PA/ Al_2O_3 的 SEM 图见图 3。由图 3(a)可知,纤维连续且取向排布,形成网状结构,具有良好的形貌结构。经高温煅烧后, Al_2O_3 纤维直径变小,具有良好的三维网络结构[图 3(b)]。吸附 LA-PA 后, LA-PA 二元脂肪酸低共熔物均匀分散在纤维毛毡的三维网络多孔结构中,无明显的粘连现象,部分吸附在纤维的表面,致使纤维直径变得粗大[图 3(c)],这主要归因于煅烧后 Al_2O_3 纤维毛毡具有多孔的网络结构和优异的孔隙率,可通过毛细管效应和表面张力作用固着二元脂肪酸低共熔物。

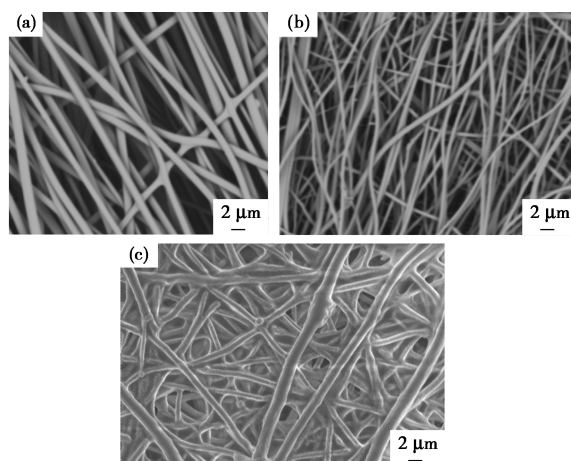


图3 PVP/ Al_2O_3 纳米纤维(a)、煅烧后 Al_2O_3 纤维毛毡(b)和 LA-PA/ Al_2O_3 (c)的 SEM 图

2.4 BET 比表面积分析

吸附前后, Al_2O_3 纤维毛毡的吸附脱附曲线见图 4。由图可知,经高温煅烧后得到的 Al_2O_3 纤维毛毡比表面积较大,其吸附脱附等温曲线为典型的 IV 和 V 型曲线,这是微孔 ($<10\text{nm}$) 固体最普遍的吸附行为,说明样品的孔隙以微孔为主,具备良好的吸附能力 [19]。样品的吸附脱附曲线具有明显的回滞环,吸附曲线升高缓慢而脱附曲线相对陡峭,这表明在纤维中存在介孔结构,且介孔结构主要为柱形孔 [20]。而吸附后, Al_2O_3 纤维毛毡的比表面积明显减小,这是因为 Al_2O_3 纤维优异的孔隙率对 LA-PA 二元脂肪酸低共熔物有很好的吸附效果,使其均匀地附着在纤维表面,纤维表面微孔数量减少,比表面积下降。

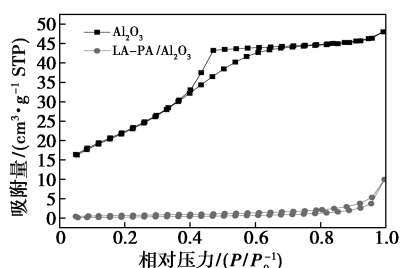


图 4 吸附前后 Al_2O_3 纤维毛毡的 N_2 等温吸附-脱附曲线图

2.5 热性能分析

利用 DSC 对 LA-PA 二元脂肪酸低共熔物和 LA-PA/ Al_2O_3 纤维毛毡进行测试,热性能参数见表 1。由表可知,与单一脂肪酸 LA 和 PA 相比,LA-PA 二元脂肪酸低共熔物的相变温度降低,说明低共熔物的形成有效调节了脂肪酸的相变温度,拓宽了脂肪酸相变材料的应用范围。 Al_2O_3 纤维毛毡对 LA-PA 二元脂肪酸低共熔物的吸附率(η ,%)由 LA-PA/ Al_2O_3 复合定形相变材料的相变焓值与 LA-PA 二元脂肪酸低共熔物相变焓值的比值计算所得。实验发现 Al_2O_3 纤维毛毡对 LA-PA 有良好的吸附性能,吸附率达到 75.7%,具有较高的相变焓值,在热能的存储/释放领域有很高的应用价值。

表 1 LA-PA 和 LA-PA/ Al_2O_3 复合定形相变材料的储热性能

样品	熔融过程			η /%	结晶过程		
	T_e / °C	T_m / °C	ΔH_m / (kJ· kg ⁻¹)		T_e / °C	T_c / °C	ΔH_c / (kJ· kg ⁻¹)
LA	44.02	44.63	182.3		42.09	41.73	182.4
PA	62.11	64.83	212.1		60.38	59.28	214.6
LA-PA	33.60	36.52	169.6	100.0	31.22	30.31	168.3
LA-PA/ Al_2O_3	35.18	38.21	132.0	75.7	30.74	29.35	121.7

注: T_e 为外延温度; T_m 为熔融温度; T_c 为结晶温度; ΔH_m 为熔融焓; ΔH_c 为结晶焓。

2.6 吸放热速率分析

LA-PA 二元脂肪酸低共熔物和 LA-PA/ Al_2O_3 复合定形相变材料的吸放热性能曲线见图 5。由图可知,LA-PA 二元脂肪酸低共熔物的熔融/结晶时间分别为 124s 和 870s,LA-PA/ Al_2O_3 复合定形相变材料的熔融/结晶时间分别缩短了 6.5% 和 58.6%,这表明煅烧后的 Al_2O_3 纤维毛毡作为 LA-PA 二元脂肪酸低共熔物的支撑材料有效地降低了其熔融时间和结晶时间,也就是说制备的 LA-PA/ Al_2O_3 作为一种定形相变材料,其传热速率或热能

存储/释放速率显著提高,这主要归因于 Al_2O_3 纳米纤维较高的热传导或热对流系数。对 LA-PA 二元脂肪酸低共聚物和 LA-PA/ Al_2O_3 复合定形相变材料的热导率进行测试,发现前者的热导率为 0.2720W/(m·K) 左右,而后的导热率达到了 0.4132W/(m·K),这表明 LA-PA 与 Al_2O_3 纳米纤维之间形成了有效的导热通道,从而具有良好的导热性。

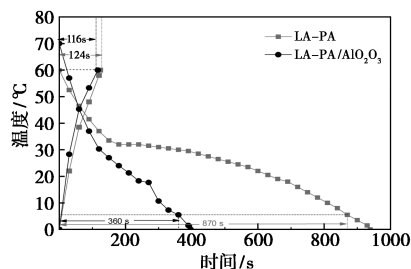


图 5 LA-PA 和 LA-PA/ Al_2O_3 复合定形相变材料的热性能曲线图

3 结论

(1)结合溶胶-凝胶、静电纺丝和高温煅烧的方法,制得结构形貌良好、吸附性能优异的 Al_2O_3 纤维毛毡。

(2)经吸附后,LA-PA 均匀分散在 Al_2O_3 纤维毛毡中,吸附率高达 75.7%。

(3)得到的 LA-PA/ Al_2O_3 复合定形相变材料具有适宜的相变温度和较高的相变热焓值,熔融时间和结晶时间分别缩短了 6.5% 和 58.6%,导热率高达 0.4132W/(m·K),为定形相变材料的制备提供了新思路,拓宽了其在热能存储/释放领域的应用前景。

参考文献

- [1] Sharma A, Tyagi V V, Chen C R, et al. Review on thermal energy storage with phase change materials and applications[J]. Renewable and Sustainable Energy Reviews, 2009, 13: 318-345.
- [2] Kenisarin M, Mahkamov K. Solar energy storage using phase change materials[J]. Renewable and Sustainable Energy Reviews, 2007, 11: 1913-1965.
- [3] Fleischer A S. Thermal energy storage using phase change materials: fundamentals and Applications [M]. Germans: Springer, 2015, 2-3.
- [4] Pasupathy A, Velraj R, Seeniraj R V. Phase change material-based building architecture for thermal management in residential and commercial establishments[J]. Renewable and

- Sustainable Energy Reviews, 2008, 12: 39-64.
- [5] 黄雪, 崔英德, 尹国强, 等. 正癸酸-棕榈酸-硬脂酸三元脂肪酸复合相变材料的热性能[J]. 化工新型材料, 2015, 43(1): 114-116.
- [6] 闫全英, 刘莎, 王随林, 等. 脂肪酸二元混合物储热性能的实验研究[J]. 化工新型材料, 2017, 45(8): 78-80.
- [7] Sari A, Karaipekli A, Alkan C. Preparation, characterization and thermal properties of lauric acid/expanded perlite as novel form-stable composite phase change material [J]. Chemical Engineering Journal, 2009, 155(3): 899-904.
- [8] Zhang N, Yuan Y P, Wang X, et al. Preparation and characterization of lauric-myristic-palmitic acid ternary eutectic mixtures/expanded graphite composite phase change material for thermal energy storage [J]. Chemical Engineering Journal, 2013, 231(9): 214-219.
- [9] Do C V, Nguyen T T T, Park J S. Fabrication of polyethylene glycol/polyvinylidene fluoride core/shell nanofibers via melt electrospinning and their characteristics [J]. Solar Energy Materials and Solar Cells, 2012, 104(9): 131-139.
- [10] Jeong S C, Jeon J, Seo J, et al. Performance evaluation of the microencapsulated PCM for wood-based flooring application [J]. Energy Conversion and Management, 2012, 64(10): 516-521.
- [11] Zong X, Cai Y B, Sun G Y, et al. Fabrication and characterization of electrospun SiO_2 nanofibers absorbed with fatty acid eutectics for thermal energy storage/retrieval [J]. Solar Energy Materials & Solar Cells, 2015, 132: 183-190.
- [12] 常龙娇, 卢立新, 丘晓琳. 脂肪酸定形相变材料的制备及性能表征[J]. 化工新型材料, 2017, 45(4): 76-78.
- [13] Latibari S, Mehrah M, Mehrah M, et al. Fabrication and performances of microencapsulated palmitic acid with enhanced thermal Properties [J]. Energy & Fuels, 2015, 29: 1010-1018.
- [14] 何小芳, 曹四振, 张崇, 等. 纳米氧化铝在聚合物改性中的研究进展[J]. 化工新型材料, 2012, 40(5): 7-10.
- [15] Zhang P P, Lu W J, Wang Y F, et al. Fabrication of flexible and amphiphobic alumina mats by electrospinning [J]. Journal of Sol-Gel Science and Technology, 2016, 80(3): 690-696.
- [16] 王雁. 静电纺丝法制备氧化铝纤维及其在环境领域中的应用研究[D]. 济南: 山东大学, 2015.
- [17] 穆建青. 静电纺丝法制备直径可控的氧化硅和氧化铝[D]. 大连: 大连理工大学, 2014.
- [18] 贾玉娜. 氧化铝纳米结构纤维的制备及性质[D]. 济南: 山东大学, 2011.
- [19] Shin H U, Ramsier R D, Chase G G. Influence of calcination temperature on the surface area of submicron-sized Al_2O_3 electrospun fibers [J]. Applied Physics A-Materials Science & Processing, 2016, 122(3): 145.
- [20] Shen J Y, Li Z H, Wu Y N, et al. Dendrimer-based preparation of mesoporous alumina nanofibers by electrospinning and their application in dye adsorption [J]. Chemical Engineering Journal, 2015, 264: 48-55.

收稿日期: 2018-01-30

(上接第170页)

参考文献

- [1] Xu Z H, Yang Y, Huang Z, et al. Elastic modulus of biopolymer matrix in nacre measured using coupled atomic force microscopy bending and inverse finite element techniques [J]. Materials Science & Engineering C, 2011, 31(8): 1852-1856.
- [2] 邓志华. 文蛤贝壳层状结构及其性能研究[D]. 长春: 吉林大学, 2011.
- [3] 黄玉松, 郑威, 辛培训, 等. 贝壳珍珠层结构仿生复合材料研究[J]. 工程塑料应用, 2008, 36(10): 21-25.
- [4] Feng Q L, Li H B, Cui F Z. Crystal orientation domains found in the single lamina in nacre of the mytilus deulis shell [J]. J Mater Sci Lett, 1999, 18(19): 1573-4811.
- [5] 陈斌, 彭向和, 范镜泓. 生物自然复合材料的结构的特征及仿生复合材料的研究[J]. 复合材料学报, 2000, 17(3): 59-62.
- [6] 郭香华, 胡宁, 蔡乾煌, 等. 陶瓷叠层结构增韧设计的数值模拟及实验研究[J]. 硅酸盐学报, 2000, 28(3): 234-239.
- [7] Liang Y H, Zhao Q, Li X J, et al. Study of the microstructure and mechanical properties of white clam shell [J]. Micron, 2016, 87: 10-17.
- [8] Lv J, Jiang Y, Zhang D. Structural and mechanical characterization of atrina pectinata and freshwater mussel shells [J]. Journal of Bionic Engineering, 2015, 12(1): 276-284.
- [9] 宋索成, 杜天彬, 张晨, 等. 碳化硼/碳化硅复合陶瓷的制备及其防弹性能研究[C]. 北京: 国家教育部和国家科技部, 2012.
- [10] 李晓飞, 马德军, 陈伟, 等. 两种陶瓷材料仪器化压入硬度与维氏硬度的比较分析[J]. 机械工程师, 2013(9): 15-16.
- [11] Shmuel Hayun, Amir Weizmann, Moshe P, et al. Microstructural evolution during the infiltration of boron carbide with molten silicon [J]. Journal of the European Ceramic Society, 2010, 30(4): 1007-1014.

收稿日期: 2018-01-12

修稿日期: 2019-04-25