

文章编号: 1003-7837(2002)02-0099-03

高纯超细氧化铝粉的制备(II)

——煅烧过程对氧化铝粉性能的影响

刘志强

(广州有色金属研究院稀土室, 广东 广州 510651)

摘要: 煅烧温度和时间对氧化铝粉的晶型和形貌有很大影响; 氧化铝粉晶型的转变顺序及温度为: 无定形氢氧化铝 $\xrightarrow{600^\circ\text{C}, 5\text{h}}$ 无定形氧化铝 $\xrightarrow{800^\circ\text{C}, 5\text{h}}$ $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ($\theta\text{-Al}_2\text{O}_3$, $\eta\text{-Al}_2\text{O}_3$) $\xrightarrow{1000^\circ\text{C}, 5\text{h}}$ $\delta\text{-Al}_2\text{O}_3$ ($\theta\text{-Al}_2\text{O}_3$, $\kappa\text{-Al}_2\text{O}_3$) $\xrightarrow{1100^\circ\text{C}, 2\text{h}}$ $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$; 将分散的氢氧化铝粉在 1150°C 煅烧 5 h 后制得球形的 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 粉末。

关键词: 氧化铝; 煅烧; 超细粉

中图分类号: TF123.72 **文献标识码:** A

在制备超细氧化铝粉时, 希望得到多种晶型、单一分散或多分散指数较小的分散粉末. 由于铝的氧化物和氢氧化物有多种晶型, 因此, 也就有不同的性质. 晶型的转变不仅取决于起始物料的性质, 而且受煅烧温度和时间的影响. 因此, 研究煅烧过程对制备超细氧化铝粉有重要的意义.

1 试验

1.1 原料

工业氢氧化铝(二级): $w(\text{Al}_2\text{O}_3) > 64\%$, $w(\text{Fe}_2\text{O}_3) < 0.03\%$, $w(\text{SiO}_2) < 0.05\%$, $w(\text{Na}_2\text{O}) < 0.45\%$; 浓硫酸(化学纯); 氨水(分析纯); 分散剂.

1.2 设备及仪器

DF-101 集热式恒温磁力搅拌器, 聚四氟乙烯烧杯, 分液漏斗, 硅碳棒电阻炉等.

1.3 试验操作

将 $[\text{Al}^{3+}] = 0.25 \text{ mol/L}$ 的 600 mL 硫酸铝溶液用质量分数 6% 的氨水中和至 $\text{pH} = 4.5$, 然后过滤、洗涤, 制得 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 湿凝胶. 将湿凝胶搅拌数小时后, 经干燥可制得分散的 $\text{Al}(\text{OH})_3$. 将 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 粉末在硅碳棒电阻炉内煅烧制得氧化铝粉.

2 试验结果与讨论

收稿日期: 2001-07-04

作者简介: 刘志强 (1973-), 男, 湖北蒲圻人, 工程师, 硕士.

2.1 煅烧温度和时间对晶型的影响

分散较好的氢氧化铝粉在不同煅烧温度和时间所得的 X 射线衍射图,如图 1 所示.从曲线 1 可以看出,分散的氢氧化铝为无定形氢氧化铝;从曲线 2 可以看出,在 600℃下煅烧 5 h,样品仍为无定形,但从样品的红外光谱(图 2)可以看出,在 2300 cm⁻¹处有一新的吸收峰出现,

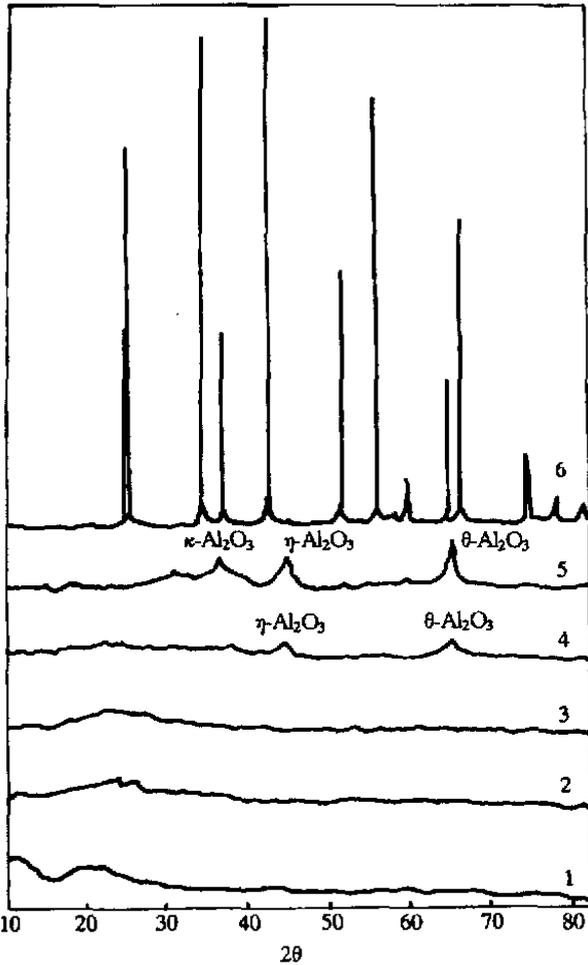


图 1 不同煅烧温度和时间下样品的 X 射线衍射图
Fig. 1 XRD spectra for the different temperature and time

曲线 1:80℃干燥;曲线 2:600℃ 5 h;曲线 3:800℃ 2h;曲线 4:800℃ 5 h;曲线 5:1000℃ 5 h;曲线 6: 1100℃ 2 h

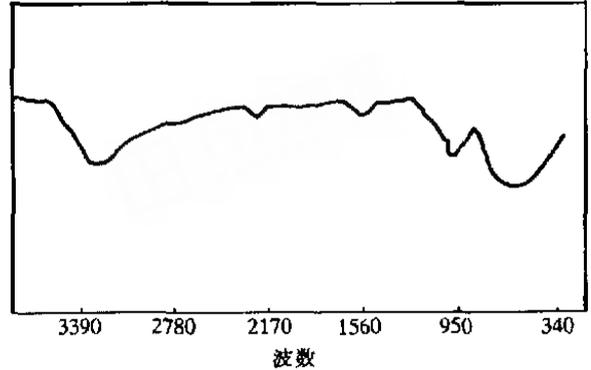
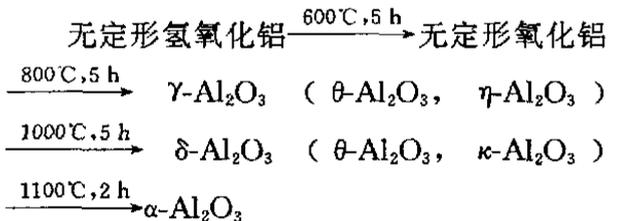


图 2 600℃下煅烧 5 h 样品的红外光谱图

Fig. 2 FT-IR for the sample calcined for 5 hours at 1150℃

经研究确定,这是氧化铝的吸收峰,因此在 600℃时有无定形氧化铝形成;从曲线 3 和 4 可以看出,800℃下煅烧 2h 仍为无定形,但煅烧 5 h 后有 θ-Al₂O₃ 和 η-Al₂O₃ 晶型出现;从曲线 5 可以看出 1000℃下煅烧 5 h 样品中有新相 κ-Al₂O₃ 相出现;从曲线 6 可以看出,在 1100℃下煅烧 2 h,样品已变成晶型完好的 α-Al₂O₃. 以上分析说明:煅烧温度和时间对晶型的转变都有很大的影响.根据 S. RAJENDRAN 等^[1]对氧化铝晶型的分类方法,其转变顺序及温度为:



2.2 煅烧温度和时间对颗粒形貌的影响

铝的氢氧化物和氧化物有多种晶型,在晶型转变过程中,会伴随密度的变化和较大的线性收缩. H. K. Bowen 等人认为:球形 AlOOH 转变为 α-Al₂O₃ 后,将不再保持原有形状^[2]. 根据上述特点,目前有人提出了晶型转变法,将分散的球形氢氧化铝、氧化铝粉转变为高分散球形 α-Al₂O₃ 粉末的热处理操作图^[3],如图 3 所示.这种热处理方式的特殊之处在于:(1)当氢氧化铝在所需要晶型的温度下进行热处理时,热处理时间取决于前驱物的粒度.前驱物的粒度越小,热处理时间越短;(2)热处理的温度高一些,则热处理时间相对短些.从图 4 可以看出,在

1150℃下煅烧5h的样品颗粒呈球形。

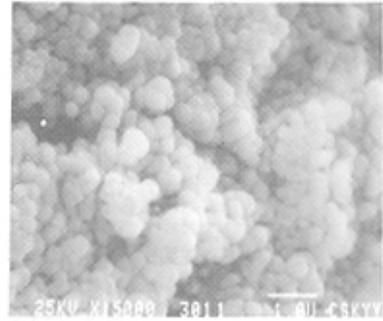
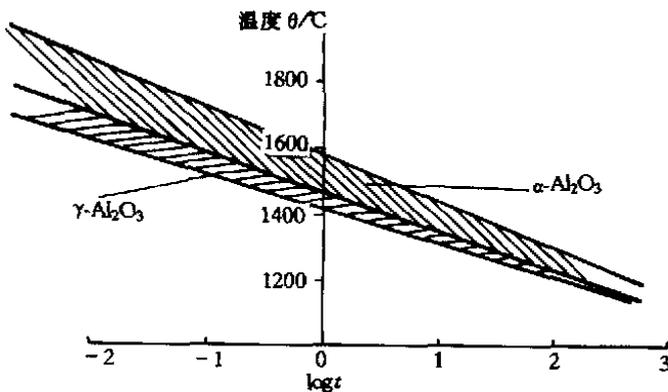


图3 氢氧化铝粉的热处理温度与时间的关系

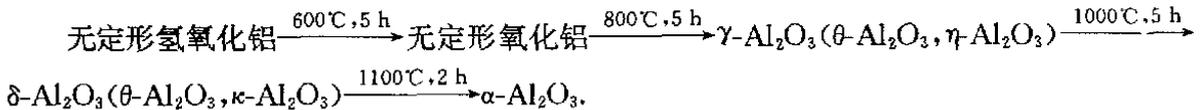
图4 在1150℃煅烧5h的样品的SEM图

Fig. 3 Relationship between the temperature and the time for heat treatment of Al(OH)₃ powder

Fig. 4 SEM of sample calined at 1150℃ for 5 hours

3 结论

(1)煅烧温度和时间对氧化铝晶型的转变都有很大的影响.其转变顺序及温度为:



(2)煅烧温度和时间对颗粒形貌有较大的影响,在1150℃下煅烧5h的样品颗粒呈球形。

参考文献:

- [1] RAJENDRAN S. Production of ultrafine alpha alumina powders and fabrication of fine grained strong ceramiss[J]. J Mat Sci, 1994, 29(10):5664—5672.
- [2] Bowen H K. Oxides and hydroxides of aluminum[J]. Mater Sci Engng, 1980, 44(1): 749—761.
- [3] Ceresa, Emiliano II, Gennaro, et al. Alpha-alumina in the form of spherical non-aggregated particles having a narrow size distribution and size below 2microns and process for preparing same[P]. U S Pat: 4818515, 1987.

Preparation of high purity ultrafine aluminum oxide(Ⅱ)

—Calcination influence on the property of aluminum oxide powder

LIU Zhi-qiang

(Research Department of RE Metallurgy, Guangzhou Research Institute of Non-ferrous Metals, Guangzhou 510651, China)

Abstract: The influence of the calcination temperature and time of on the shape and phase of Al₂O₃ powder has been analyzed. The transformation sequences of aluminum phase is amorphous aluminum hydroxide→amorphous aluminum oxide→γ-Al₂O₃ (θ-Al₂O₃, η-Al₂O₃)→δ-Al₂O₃ (θ-Al₂O₃, κ-Al₂O₃)→α-Al₂O₃. The spherical α-Al₂O₃ powder can be obtained after the disperse Al(OH)₃ has been calcined at 1150℃ for 5 hours.

Key words: aluminum oxide; calcination; superfine powder