

文章编号:1673-9981(2007)03-0227-04

电子陶瓷级五氧化二铌的生产工艺

李跃文, 刘名惠, 邱衍嵩

(肇庆市羚光电子化学品材料科技有限公司, 广东 肇庆 526020)

摘要: 研究了电子陶瓷级五氧化二铌的生产工艺, 通过分析各工艺条件对产品性能(粒度、分散性)的影响, 确定了工艺参数。在酸度 1.0~1.5 mol/L, 质量浓度 40~60 g/L 的铌液中加入分散剂 C, 快速中和至 pH 9~10, 在(850±30)℃下煅烧, 所制备的五氧化二铌粉体的粒度 $D_{90} \leq 0.60 \mu\text{m}$, 团聚少, 全部为斜方相, 达到了应用的要求。

关键词: 电子陶瓷; 五氧化二铌; 粒度; 分散性

中图分类号: TN804

文献标识码: A

五氧化二铌广泛应用于陶瓷电容器、压电陶、厚膜电容器、新型热敏材料和介电材料以及磁性材料和光学材料等领域中^[1]。目前, 国内还未有电子陶瓷行业专用的五氧化二铌粉体, 因此, 研制和生产电子陶瓷级五氧化二铌对促进电子材料产业的发展及提高我国片式微电子元器件产品的质量和档次, 具有重要的意义。

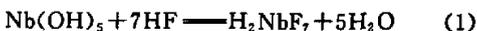
电子陶瓷级五氧化二铌粉体应具备粒度小(亚微米级)、粒度分布窄、粉末团聚少、分散性好等特性。

1 试验

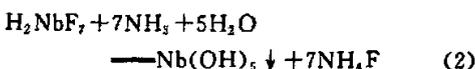
1.1 生产工艺及主要化学反应

经过市场调研, 发现提纯后的铌液或烘干后的氢氧化铌在国内有充足的货源和供应商。考虑到铌液的运输成本较高, 故选用氢氧化铌作为原材料。五氧化二铌的生产工艺流程^[2]见图 1。

配制铌液时主要的化学反应^[3]:



中和沉淀时主要的化学反应:



煅烧时主要的化学反应:

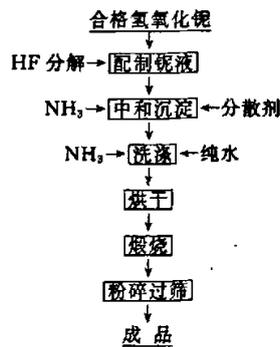
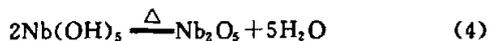


图 1 五氧化二铌的生产工艺流程

Fig. 1 Flow sheet of Nb_2O_5

1.2 主要生产设备及分析仪器

试验中所用的主要设备及仪器: 箱式电炉、行星球磨机、烘箱、氧化铝坩埚、带电动搅拌装置的 PP 槽、日本理学 D/max-2200 型 X 射线衍射仪、荷兰飞利浦 XL-30 扫描电子显微镜和美国库尔特 LSL30 激光粒度分析仪。

1.3 试验方法

每次试验铌液的用量为 100 L, 按表 1 所列的

收稿日期: 2007-04-18

作者简介: 李跃文(1964-), 男, 广东高州人, 工程师, 硕士。

试验条件进行试验,分析各因素对五氧化二铌的粉末粒度、分散性及回收率的影响,以获得最佳工艺条件。

表1 试验条件

Table 1 Test conditions

铌液浓度 /(g·L ⁻¹)	铌液酸度 /(mol·L ⁻¹)	氨气中和 终点 pH	氨气压力 /MPa	烧结温度 /℃
20~80	0.5~5.0	7.0~11.0	0.1~1.2	800~900

2 结果与讨论

2.1 铌液浓度的影响

铌液浓度对所制备的五氧化二铌的粒度及分散性的影响列于表2。

表2 铌液浓度对 Nb₂O₅ 粉末性能的影响

Table 2 The effect of Nb concentration

铌液质量浓度/(g·L ⁻¹)	粒度 D ₅₀ /μm	分散性
20	2.817	团聚严重
30	2.614	团聚严重
40	2.349	团聚严重
50	2.267	团聚严重
60	2.461	团聚严重
70	2.871	团聚严重
80	2.804	团聚严重

由表2可知,铌液浓度对所制备的五氧化二铌的粒度及分散性的影响不大。铌液质量浓度为40~60 g/L时,所得产品的粒度较细。

2.2 铌液酸度的影响

铌液酸度对所制备的五氧化二铌的粒度及分散性的影响列于表3。

表3 铌液酸度对 Nb₂O₅ 粉末性能的影响

Table 3 The effect of Nb acidity

铌液酸度/(mol·L ⁻¹)	粒度 D ₅₀ /μm	分散性
5.0	4.246	团聚严重
4.1	3.670	团聚严重
3.1	3.085	团聚严重
2.0	2.693	团聚严重
1.5	1.671	团聚
1.0	1.502	团聚
0.5	1.308	团聚

由表3可知,铌液酸度对所制备的五氧化二铌粉末性能的影响较大。酸度越低,五氧化二铌的粒度越小,团聚程度越轻,但酸度低于1.0 mol/L时,氢氧化铌溶解不完全,过滤困难,因此,铌液的酸度不能太低,酸度控制在1.0~1.5 mol/L比较合适。

2.3 中和终点 pH 的影响

分别以不同 pH 作为中和沉淀的终止点,所制备的五氧化二铌的粒度及分散性列于表4。

表4 终点 pH 对 Nb₂O₅ 粉末性能的影响

Table 4 The effect of pH

pH	粒度 D ₅₀ /μm	回收率/%	分散性
7.0	1.671	10.5	团聚
7.5	1.624	16.8	团聚
8.0	1.681	30.4	团聚
8.5	1.703	88.5	团聚
9.0	1.641	99.3	团聚
10.0	1.607	99.3	团聚
11	1.621	99.4	团聚

由表4可知,pH的变化对五氧化二铌粉末的性能几乎无影响,但对回收率的影响较大。当 pH ≥ 9.0 时,回收率较高;pH继续增大,回收率基本保持不变。综合考虑生产成本等因素,将 pH 控制在9~10较合适。

2.4 氨气压力的影响

氨气压力越大,中和速度越快,即中和过程越短。在不同的氨气压力下,所制备的五氧化二铌粉末的性能列于表5。由表5可知,氨气压力对五氧化二铌粒度的影响较大,对分散性的影响不大,氨气压力越大,产品的粒度越小。由于受液氨气化速度的影响,在实际操作中氨气压力超过0.6 MPa有一定难度。因此,在实际生产中,将氨气的压力控制在0.4~0.6 MPa。

表5 氨气压力对 Nb₂O₅ 粉末性能的影响Table 5 The effect of NH₃ pressure

氨气压力/MPa	粒度 D ₅₀ /μm	分散性
0.1	1.683	团聚
0.2	1.344	团聚
0.4	1.208	团聚
0.6	0.984	团聚
0.8	0.934	团聚
1.2	0.903	团聚
1.4	0.859	团聚

2.5 分散剂的影响

颗粒间通过弱的相互作用(如范德华力)产生的团聚称为软团聚.软团聚的颗粒在外力的作用下可以分开.颗粒界面通过强的物理化学作用聚集起来,称为硬团聚.硬团聚颗粒的分散性很差^[4].在研制微米、亚微米及纳米材料的过程中,为了解决颗粒团聚的问题,可通过添加分散剂来控制颗粒的生长和改善粉体的分散性.添加不同的分散剂所制备的五氧化二铌粉末的性能列于表6.添加合适的分散剂不但可以改善五氧化二铌粉末的分散性,而且还可控制颗粒的生长,对其粒度进行有效控制,从而制得所需的亚微米级五氧化二铌粉体.由表6可见,在三种分散剂中,C的效果最好.

表6 分散剂的影响

Table 6 The effect of dispersant

分散剂	粒度 $D_{50}/\mu\text{m}$	分散性
A	1.602	团聚严重
B	2.057	团聚严重
C	0.631	团聚少

2.6 煅烧温度的影响

煅烧温度不同,所制备的五氧化二铌的晶相不同,而晶相不同的五氧化二铌其反应活性也不同^[5].实验证实,斜方相五氧化二铌的反应活性最好.当煅烧温度为810~900℃时,可生成斜方相五氧化二铌.

2.7 制备工艺条件

在酸度1.0~1.5 mol/L、质量浓度40~60 g/L的铌液中加入适量的分散剂C,通氨快速中和至pH 9~10,在适当的洗涤条件下洗涤至废水含氟量低于0.3 g/L,然后出料,烘干,在(850±30℃)下煅烧,煅烧后的物料粉碎过筛,即得五氧化二铌产品.

采用本工艺生产的电子陶瓷级五氧化二铌粉体的粒度 $D_{50} \leq 0.60 \mu\text{m}$ 、团聚少、全部为斜方相、反应活性高.产品的粒度分布如图1所示,扫描电镜图如图2所示.

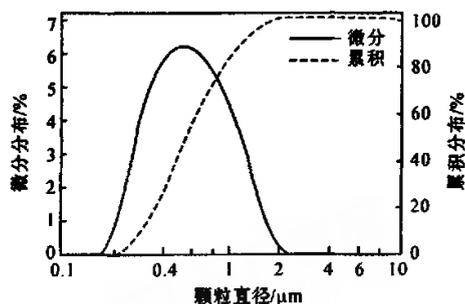


图1 产品粒度分布

Fig. 1 The size of product

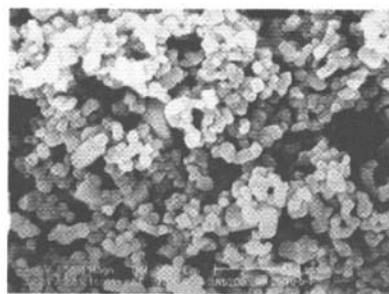


图2 产品的扫描电镜图

Fig. 2 The SEM of product

3 结论

通过对影响五氧化二铌粉末性能的各种因素的分析,确定了合适的生产工艺条件,所生产的电子陶瓷级五氧化二铌粉末为亚微米级、团聚少、分散性好、粒度分布窄、反应活性高.本工艺各参数的范围比较宽,易于控制,适合工业化生产.

参考文献:

- [1] 李良佐. 钽铌冶金学[M]. 北京: 冶金工业出版社, 1982.
- [2] 何万年. 球状五氧化二铌的生产提纯方法: 中国, CN86107657B[P]. 1987-12-09.
- [3] ЕПЮТИН А В, КОРШУНОВ В Г. 钽与铌[M]. 马福康, 邱向东, 贾厚生, 等译. 长沙: 中南工业大学出版社, 1997.
- [4] 冯远军. 氢氧化铌铋工艺的研究[J]. 钽铌工业进展, 2002(1), 1-5.
- [5] 万明远. 煅烧温度对五氧化二铌物理性能的影响[J]. 钽铌工业进展, 2000(1), 1-5.

Research on electronic grade Nb₂O₅

LI Yue-wen, LIU Ming-hui, QIU Yan-song

(Zhaoqing Lingguang Electronic Chemical Material Technology Co., Ltd, Zhaoqing 526020, China)

Abstract: The product process of electronic ceramic grade Nb₂O₅ was studied in the article. By analyzing the impact of different process conditions on product properties (particle size and dispersity), the process parameters were ascertained. By adding dispersant C to niobium liquid whose acidity was 1.0–1.5 mol/L and mass concentration was 40–60 g/L, quickly neutralizing the niobium liquid to pH 9–10, and then through the calcinations at (850±30)°C, the desirous Nb₂O₅ was obtained. This Nb₂O₅ had such properties: power particle size $D_{50} \leq 0.6 \mu\text{m}$, less masses, and rhombic system, which satisfied the application needs.

Key words: electronic ceramic; Nb₂O₅; particle size; dispersity