

(19) 中华人民共和国国家知识产权局



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102285661 A

(43) 申请公布日 2011. 12. 21

(21) 申请号 201110136033. 5

(22) 申请日 2011. 05. 25

(71) 申请人 山东理工大学

地址 255086 山东省淄博市高新区高创园 D
座 1012 室

(72) 发明人 唐竹兴 谭会会

(51) Int. Cl.

C01B 35/04 (2006. 01)

权利要求书 1 页 说明书 3 页

(54) 发明名称

硼化钨粉体的制备方法

(57) 摘要

本发明提供一种硼化钨粉体的制备方法,包括配料、混合、固化、制粉、压块、烧成和制粉,其特征在于:将氧化钨粉体、碳化硼粉体和 B_2O_3 粉体与酚醛树脂混合,在 $40 \sim 100^\circ C$ 的温度下固化后制粉,将粉体压制成块体然后在 $1350^\circ C \sim 2000^\circ C$ 的温度氩气或氢气气氛烧制 $6 \sim 8$ 小时制得硼化钨块体,经脱碳后粉碎制得硼化钨粉体。本发明具有工艺简单,硼化钨粉体纯度高,烧结性能好、成本低的特点。

1. 一种硼化钨粉体的制备方法,其特征在于:采用酚醛树脂碳化形成的高活性碳为碳源还原氧化钨粉体制备硼化钨粉体,包括以下步骤:

①原料制备:

第一步:将粒度为 $0.1 \sim 3 \mu\text{m}$ 的氧化钨粉体、 $3 \sim 10 \mu\text{m}$ 碳化硼粉体和 $3 \sim 10 \mu\text{m}$ B_2O_3 粉体按 $70 \sim 80 : 14 \sim 20 : 3 \sim 6$ 的比例混合得到粉体 1。

第二步:将上述粉体 1 与酚醛树脂以重量比为 $5 : 0.5 \sim 1$ 的比例在混碾机中混合均匀,在 $80 \sim 100^\circ\text{C}$ 的温度下固化,然后在制粉机中粉碎制成平均粒径为 $10 \sim 20 \mu\text{m}$ 的原料粉 2。

第三步:将上述原料粉 2 与酚醛树脂以重量比为 $5 : 1 \sim 2$ 的比例在混碾机中混合均匀,在 $50 \sim 100^\circ\text{C}$ 的温度下固化,然后在制粉机中粉碎制成平均粒径为 $20 \sim 50 \mu\text{m}$ 原料粉 3。

第四步:将上述原料粉 3 与酚醛树脂以重量比为 $5 : 2 \sim 3$ 的比例在混碾机中混合均匀,在 $40 \sim 80^\circ\text{C}$ 的温度下固化,然后在制粉机中粉碎制成平均粒径为 $50 \sim 100 \mu\text{m}$ 原料粉 4。

②硼化钨粉体合成:

将上述原料粉 4 在 $0.5 \sim 3\text{Mpa}$ 的压力下压块,然后在 $1350^\circ\text{C} \sim 2000^\circ\text{C}$ 的温度下氩气或氢气气氛烧制 6-8 小时制得硼化钨块体。

③脱碳处理

将上述硼化钨块体在 $350 \sim 550^\circ\text{C}$ 的温度下氧化气氛保温 6 ~ 12 小时脱碳,冷却后粉碎制得硼化钨粉体。

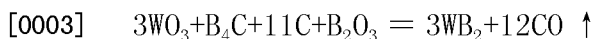
硼化钨粉体的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种硼化钨粉体的制备方法,属于陶瓷粉体制备技术领域。

背景技术

[0002] 硼化钨粉体主要由氧化钨粉体和炭黑或石墨粉体碳热还原法制得,其反应方程式为:



[0004] 上述反应过程属于固-固反应类型,反应进程是由物质扩散控制的。这种方法的缺点是氧化钨粉体和炭黑或石墨粉体混合不均匀且炭黑或石墨粉体活性较低,使氧化钨还原不完全,成为产物的杂质。另外,残存在硼化钨粉体中的炭黑或石墨粉体活性低,脱碳时需较高温度(大于600℃)才能使C在氧化气氛中生成一氧化碳或二氧化碳排除掉,温度越高粉体中的氧含量越高,造成硼化钨粉体质量下降;

发明内容

[0005] 本发明的目的在于克服现有技术中存在的缺陷,提供一种成本低、烧结活性好的硼化钨粉体的反应合成方法。其技术方案为:

[0006] 本发明所述的硼化钨粉体的制备方法,是采用酚醛树脂碳化形成的高活性碳为碳源还原氧化钨粉体制备硼化钨粉体,包括以下步骤:

[0007] ①原料制备:

[0008] 第一步:将粒度为0.1~3μm的氧化钨粉体、3~10μm碳化硼粉体和3~10μm B₂O₃粉体按70~80:14~20:3~6的比例混合得到粉体1。

[0009] 第二步:将上述粉体1与酚醛树脂以重量比为5:0.5~1的比例在混碾机中混合均匀,在80~100℃的温度下固化,然后在制粉机中粉碎制成平均粒径为10~20μm的原料粉2。

[0010] 第三步:将上述原料粉2与酚醛树脂以重量比为5:1~2的比例在混碾机中混合均匀,在50~100℃的温度下固化,然后在制粉机中粉碎制成平均粒径为20~50μm原料粉3。

[0011] 第四步:将上述原料粉3与酚醛树脂以重量比为5:2~3的比例在混碾机中混合均匀,在40~80℃的温度下固化,然后在制粉机中粉碎制成平均粒径为50~100μm原料粉4。

[0012] ②硼化钨粉体合成:

[0013] 将上述原料粉4在0.5~3Mpa的压力下压块,然后在1350℃~2000℃的温度下氩气或氢气气氛烧制6-8小时制得硼化钨块体。

[0014] ③脱碳处理

[0015] 将上述硼化钨块体在350~550℃的温度下氧化气氛保温6~12小时脱碳,冷却后粉碎制得硼化钨粉体。

[0016] 本发明与现有技术相比,具有以下优点:

[0017] 1、本发明采用酚醛树脂将氧化钨粉体包裹起来形成孤立的微米级的氧化钨颗粒,当温度升高时酚醛树脂碳化形成活性很高的多孔高活性碳,使得氧化钨与碳反应的开始温度得到大幅度下降,获得的多孔高活性碳的微孔通道能够顺利地将氧化钨与碳反应生成的一氧化碳排出;

[0018] 2、酚醛树脂碳化后形成的高活性多孔高活性碳包裹了氧化钨颗粒,在反应形成硼化钨时过剩的碳元素把不同硼化钨晶粒隔离,抑制了硼化钨晶粒的过分生长,可获得晶粒尺寸均一的硼化钨粉体,根据所需高活性碳量可适当减小酚醛树脂用量或减小步骤;

[0019] 3、本发明该技术工艺简单、稳定,生产成本低,粉体氧含量低,粉体烧结性能好。

具体实施方式

[0020] 下面结合实施例对本发明作进一步说明。

[0021] 实施例 1

[0022] 1、原料制备:

[0023] 第一步:将粒度为 $0.1\mu\text{m}$ 的氧化钨粉体、 $3\mu\text{m}$ 碳化硼粉体和 $3\mu\text{m}$ B_2O_3 粉体按 70 : 14 : 3 的比例均匀混合得到原料粉 1。

[0024] 第二步:将上述原料粉 1 与酚醛树脂以重量比为 5 : 0.5 的比例在混碾机中混合均匀,在 80°C 的温度下固化,然后在制粉机中粉碎制成平均粒径为 $10\mu\text{m}$ 的原料粉 2。

[0025] 第三步:将上述原料粉 2 与酚醛树脂以重量比为 5 : 1 的比例在混碾机中混合均匀,在 50°C 的温度下固化,然后在制粉机中粉碎制成平均粒径为 $20\mu\text{m}$ 原料粉 3。

[0026] 第四步:将上述原料粉 3 与酚醛树脂以重量比为 5 : 2 的比例在混碾机中混合均匀,在 40°C 的温度下固化,然后在制粉机中粉碎制成平均粒径为 $50\mu\text{m}$ 原料粉 4。

[0027] 2、硼化钨粉体合成:

[0028] 将上述原料粉 4 在 0.5Mpa 的压力下压块,然后在 1350°C 的温度下氩气气氛烧制 6 小时制得硼化钨块体。

[0029] 3、脱碳处理

[0030] 将上述硼化钨块体在 350°C 的温度下氧化气氛保温 12 小时脱碳,冷却后粉碎制得硼化钨粉体。

[0031] 所用原料的纯度均为 99.99% 纯。

[0032] 实施例 2

[0033] 1、原料制备:

[0034] 第一步:将粒度为 $2\mu\text{m}$ 的氧化钨粉体、 $7\mu\text{m}$ 碳化硼粉体和 $7\mu\text{m}$ B_2O_3 粉体按 75 : 17 : 4.5 的比例均匀混合得到原料粉 1。

[0035] 第二步:将上述原料粉 1 与酚醛树脂以重量比为 5 : 0.75 的比例在混碾机中混合均匀,在 90°C 的温度下固化,然后在制粉机中粉碎制成粒度为 $15\mu\text{m}$ 的原料粉 2。

[0036] 第三步:将上述原料粉 2 与酚醛树脂以重量比为 5 : 1.5 的比例在混碾机中混合均匀,在 75°C 的温度下固化,然后在制粉机中粉碎制成粒度为 $35\mu\text{m}$ 原料粉 3。

[0037] 第四步:将上述原料粉 3 与酚醛树脂以重量比为 5 : 2.5 的比例在混碾机中混合均匀,在 60°C 的温度下固化,然后在制粉机中粉碎制成粒度为 $75\mu\text{m}$ 原料粉 4。

[0038] 2、硼化钨粉体合成：

[0039] 将上述原料粉 4 在 1.5Mpa 的压力下压块，然后在 1700℃ 的温度下氢气气氛烧制 7 小时制得硼化钨块体。

[0040] 3、脱碳处理

[0041] 将上述硼化钨块体在 450℃ 的温度下氧化气氛保温 9 小时脱碳，冷却后粉碎制得硼化钨粉体。

[0042] 所用原料的纯度均为 99.99% 纯。

[0043] 实施例 3

[0044] 1、原料制备：

[0045] 第一步：将粒度为 3 μm 的氧化钨粉体、10 μm 碳化硼粉体和 10 μm B₂O₃ 粉体按 80 : 20 : 6 的比例均匀混合得到原料粉 1。

[0046] 第二步：将上述原料粉 1 与酚醛树脂以重量比为 5 : 1 的比例在混碾机中混合均匀，在 100℃ 的温度下固化，然后在制粉机中粉碎制成粒度为 20 μm 的原料粉 2。

[0047] 第三步：将上述原料粉 2 与酚醛树脂以重量比为 5 : 2 的比例在混碾机中混合均匀，在 100℃ 的温度下固化，然后在制粉机中粉碎制成粒度为 50 μm 原料粉 3。

[0048] 第四步：将上述原料粉 3 与酚醛树脂以重量比为 5 : 3 的比例在混碾机中混合均匀，在 80℃ 的温度下固化，然后在制粉机中粉碎制成粒度为 100 μm 原料粉 4。

[0049] 2、硼化钨粉体合成：

[0050] 将上述原料粉 4 在 3Mpa 的压力下压块，然后在 2000℃ 的温度下氢气气氛烧制 8 小时制得硼化钨块体。

[0051] 3、脱碳处理

[0052] 将上述硼化钨块体在 550℃ 的温度下氧化气氛保温 6 小时脱碳，冷却后粉碎制得硼化钨粉体。

[0053] 所用原料的纯度均为 99.99% 纯。