



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103145164 A

(43) 申请公布日 2013.06.12

(21) 申请号 201310118513.8

(22) 申请日 2013.04.08

(71) 申请人 郑州玉发精瓷科技有限公司  
地址 450041 河南省郑州市上街区工业路西  
段

(72) 发明人 张恩甫 蒋丹宇 刘新红 粘洪强

(74) 专利代理机构 郑州异开专利事务所(普通  
合伙) 41114

代理人 王霞

(51) Int. Cl.

*C01F 7/02* (2006.01)

*C04B 35/626* (2006.01)

*C04B 35/10* (2006.01)

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称

低温烧结精细陶瓷用的氧化铝粉体的制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种低温烧结精细陶瓷用的氧化铝粉体的制备方法,包括下述步骤:1、将工业级  $\gamma$ -氧化铝、工业细晶  $\alpha$ -氧化铝和油酸按比例入球磨机中,球磨混合并破碎团聚体,获得中值粒径 D50 小于  $5\mu\text{m}$  的细颗粒粉体;2、将硼酸等按照氧化铝总质量的 0.2-5% 的比例添加进球磨的细颗粒粉体中搅拌均匀;3、将制得的粉体在  $850^{\circ}\text{C}$ - $1300^{\circ}\text{C}$  的温度下保温 2-10 小时,得到原晶平均粒度小于  $0.8\mu\text{m}$  的细晶氧化铝粉体;4、上述粉体经过气流粉碎或砂磨并喷雾造粒后,即可得到中值粒径 D50 小于  $1\mu\text{m}$ 、适合制备精细陶瓷的氧化铝粉体。本发明的优点在于使用低成本的工业级原料,制备工艺简单,参数容易控制,易于稳定生产。

1. 一种低温烧结精细陶瓷用的氧化铝粉体的制备方法,其特征在于:包括下述步骤:

第一步,将工业级  $\gamma$ -氧化铝、工业细晶  $\alpha$ -氧化铝和油酸按 100 : 1-3 : 0.5-2 的比例入球磨机中,球磨混合并破碎团聚体,获得细颗粒的粉体;

第二步,将硼酸或 \ 和氟化钙或 \ 和氯化铵或 \ 和氟化铝按照上述氧化铝总质量的 0.2-5% 的比例添加进第一步球磨的细颗粒粉体中搅拌均匀;

第三步,将第二步制得的粉体在 850°C -1300°C 的温度下保温 2-10 小时,得到钠杂质低于 0.1%、原晶平均粒度小于 0.8  $\mu\text{m}$  的细晶氧化铝粉体;

第四步,将第三步得到的细晶氧化铝粉体经过气流粉碎,即可得到中值粒径 D50 小于 1  $\mu\text{m}$ 、适合注射或热压铸成工艺制备精细陶瓷的氧化铝粉体;若将第三步制得的细晶氧化铝粉体砂磨并喷雾造粒后,即可得到中值粒径 D50 小于 1  $\mu\text{m}$ 、适合干压或等静压工艺制备精细陶瓷的氧化铝粉体。

2. 根据权利要求 1 所述的低温烧结精细陶瓷用的氧化铝粉体的制备方法,其特征在于:所述工业级  $\gamma$ -氧化铝中杂质的总质量分数小于 2.0%。

3. 根据权利要求 1 所述的低温烧结精细陶瓷用的氧化铝粉体的制备方法,其特征在于:所述工业细晶  $\alpha$ -氧化铝的一次粒径小于 0.5  $\mu\text{m}$ ,中值粒径 D50 小于 2  $\mu\text{m}$ 。

## 低温烧结精细陶瓷用的氧化铝粉体的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及陶瓷生产用的氧化铝粉体原料,尤其是涉及一种低温烧结精细陶瓷用的氧化铝粉体的制备方法。

### 背景技术

[0002] 目前国内氧化铝精细陶瓷生产用的原料主要是用工业氧化铝加硼酸或氟化物等矿物煅烧,使  $\gamma$ -氧化铝转变成  $\alpha$ -氧化铝,用研磨设备(如滚动磨、搅拌磨、振动磨、行星磨或流能磨等,用滚动磨球的最多)将  $\alpha$ -氧化铝磨成粉体。大部分厂家生产时,会直接用  $\alpha$ -氧化铝粗粉进行配料,少数厂家会使用  $1-5\mu\text{m}$  的微粉。用热压铸成型工艺的采用干磨的粉体,用压制成型和注浆成型工艺的采用湿磨的粉体。采用上述传统方法制备的氧化铝粉体,基本能够满足纯度低于 95.0% 氧化铝质量分数的精细陶瓷(简称 95 瓷)的制造,如果生产纯度高于 99.0% 氧化铝质量分数的陶瓷(99 瓷),则上述氧化铝粉体就满足不了要求,只能采用国产硫酸铝氨热解得到的高纯氧化铝粉体或进口粉体,这些高纯氧化铝粉体不仅价格昂贵,制造陶瓷时的烧结温度通常要高于  $1700^{\circ}\text{C}$ ,难以和目前生产 95 瓷的窑炉(烧结温度低于  $1550^{\circ}\text{C}$ )一起共烧,能耗较高。

[0003] 申请号为 200510112725.0 的中国发明专利公开了一种微晶氧化铝陶瓷颗粒的制备方法。尽管制备的微晶氧化铝陶瓷颗粒硬度高、韧性好、耐磨性好,但由于要大量采用氢氧化铝和拟薄水泥石等含水量高的前驱体,烧结时收缩大,不适合作为精细陶瓷原料使用。

[0004] 我国有生产厂家通过对普通 99 瓷的粉体球磨,并加入氧化镁、氧化钇和 / 或氧化镧等烧结助剂,虽可以在低于  $1700^{\circ}\text{C}$  的温度下烧成 99 瓷,但是陶瓷制品的晶粒较大,性能相对于传统高温烧结的氧化铝陶瓷差别很大,使得我国 99 瓷以上的高纯氧化铝陶瓷的发展受到了粉体成本高和烧结温度高两个问题的制约。

### 发明内容

[0005] 本发明的目的在于提供一种成本较低的低温烧结精细陶瓷用的氧化铝粉体的制备方法。

[0006] 为实现上述目的,本发明可采取下述技术方案:

本发明所述的低温烧结精细陶瓷用的氧化铝粉体的制备方法,包括下述步骤:

第一步,将工业级  $\gamma$ -氧化铝、工业细晶  $\alpha$ -氧化铝和油酸按  $100:1-3:0.5-2$  的比例入球磨机中,球磨混合并破碎团聚体,获得颗粒中值粒径  $D_{50}$  小于  $5\mu\text{m}$  的细颗粒粉体;

第二步,将硼酸或 \ 和氟化钙或 \ 和氯化铵或 \ 和氟化铝按照上述氧化铝总质量的 0.2-5% 的比例添加进第一步球磨的细颗粒粉体中搅拌均匀;

第三步,将第二步制得的粉体在  $850^{\circ}\text{C}-1300^{\circ}\text{C}$  的温度下保温 2-10 小时,得到钠杂质低于 0.1%、原晶平均粒度小于  $0.8\mu\text{m}$  的细晶氧化铝粉体;

第四步,将第三步得到的细晶氧化铝粉体经过气流粉碎,即可得到中值粒径  $D_{50}$  小于  $1\mu\text{m}$ 、适合注射或热压铸成工艺制备精细陶瓷的氧化铝粉体;若将第三步制得的细晶氧化

铝粉体砂磨并喷雾造粒后,即可得到中值粒径 D50 小于  $1\mu\text{m}$ 、适合干压或等静压工艺制备精细陶瓷的氧化铝粉体。

[0007] 所述工业级  $\gamma$ -氧化铝中杂质的总质量分数小于 2.0%。

[0008] 所述工业细晶  $\alpha$ -氧化铝的一次粒径小于  $0.5\mu\text{m}$ ,中值粒径 D50 小于  $2\mu\text{m}$ 。

[0009] 本发明的优点在于使用低成本的工业级原料,按照科学的工艺进行制备:原料加入籽晶通过球磨破坏团聚,结合适量添加剂,提高了成品粉体的烧结活性,适合制备高性能细晶氧化铝陶瓷;同时该制备工艺简单,参数容易控制,易于稳定生产。采用该成品粉体烧结陶瓷时,可降低  $\gamma$ -氧化铝相向  $\alpha$ -氧化铝相转变的温度,具有平均晶粒尺寸小于  $2\mu\text{m}$  的特点,陶瓷成品的力学性能优良。

[0010] 按照本发明工艺制备的粉体和其他粉体烧成的成品陶瓷参数对比如下:

	单位	国产硫酸铝氨热解	进口粉体	普通 99 瓷粉 体添加剂	本发明制备的 粉体
陶瓷纯度	质量分数/%	>99.6	>99.8	>99	>99.5
烧结温度	℃	>1700	<1550	>1700	<1550
晶粒尺寸	$\mu\text{m}$	>5	<2	>5	<2
粉体成本	元/公斤	>100	>200	>30	<40

## 具体实施方式

[0011] 实施例 1:

### 一、细晶氧化铝粉体的制备

1、称取杂质含量 0.5% 的工业级  $\gamma$ -氧化铝 30kg,一次粒径  $0.2\mu\text{m}$ 、中值粒径 D50 为  $0.5\mu\text{m}$  的工业细晶  $\alpha$ -氧化铝 0.3kg,油酸 0.3kg,三种原料一起入球磨机中,研磨介质采用直径 30mm 的氧化锆或氧化铝球,加入水的重量和原料总量、球磨介质总量三者之间的质量比例为 1 : 1 : 1,球磨 24 小时,破坏团聚体后获得细颗粒的粉体;

2、称取 0.5kg 的添加剂(添加剂可用硼酸、氟化钙、氯化铵或氟化铝中的任意一种或任意两种及两种以上的混合物),采用搅拌的方法加入上述粉体中;入马弗炉在  $850^\circ\text{C}$  下保温 8 小时,得到钠杂质质量分数低于 0.1%、原晶粒径  $0.3\mu\text{m}$  的氧化铝粉体;

3、上述粉体经气流磨气流粉碎后,经激光粒度仪测试,得到中值粒径 D50 为 0.6 的氧化铝粉体成品;

### 二、99 氧化铝陶瓷的制备

使用上述粉体经注射或热压铸成型后得到的素坯按照常规烧结工艺,在烧成温度小于  $1500^\circ\text{C}$  下即可得到致密的 99 氧化铝陶瓷。由于烧结温度降低,制备的陶瓷平均晶粒尺寸小于  $1.2\mu\text{m}$ 。不仅原料粉体的成本下降 50% 以上,在制品烧结过程中还可节约能耗 25% 以上。

[0012] 实施例 2:

### 一、细晶氧化铝粉体的制备

1、称取杂质含量 0.1% 的工业级  $\gamma$ -氧化铝 100kg,一次粒径  $0.5\mu\text{m}$ 、中值粒径 D50 为  $1\mu\text{m}$  的工业细晶  $\alpha$ -氧化铝 3kg,油酸 3kg,三种原料一起入球磨机中,研磨介质采用直径

30mm 的氧化锆或氧化铝球,加入水的重量和原料总量、球磨介质总量三者之间的质量比例为 1 : 1 : 1,球磨 24 小时,破坏团聚体后获得细颗粒的粉体;

2、称取 3kg 的添加剂(添加剂可用硼酸、氟化钙、氯化铵或氟化铝中的任意一种或任意两种及两种以上的混合物),采用搅拌的方法加入上述粉体中;入马弗炉在 1100℃ 下保温 6 小时,得到钠杂质质量分数低于 0.1%、原晶粒径 0.7  $\mu\text{m}$  的氧化铝粉体;

3、上述粉体入砂磨机砂磨并喷雾造粒后,经激光粒度仪测试,得到中值粒径 D50 为 1  $\mu\text{m}$  的氧化铝粉体成品。

#### [0013] 二、99 氧化铝陶瓷的制备

使用上述粉体经干压或等静压成型后得到的素坯按照常规烧结工艺,在烧成温度小于 1550℃ 下即可得到致密的 99 氧化铝陶瓷。由于烧结温度降低,制备的陶瓷平均晶粒尺寸小于 2  $\mu\text{m}$ 。不仅原料粉体的成本下降 50% 以上,在制品烧结过程中还可节约能耗 20% 以上。