

第二步煅烧法制备超细 γ - Al_2O_3 粉^{*}

吴洁华 李包顺 郭景坤

(中国科学院上海硅酸盐研究所 上海 200050)

摘 要

经由第二步煅烧法制备了超细 γ - Al_2O_3 粉. XRD 分析说明所制备的粉是 γ 相, TEM 观察到其一次粒子尺寸在 80~100nm 间, 形貌较规则.

关键词 γ - Al_2O_3 , 超细粉

分类号 TF 123

1 引言

氧化铝 (Al_2O_3) 陶瓷是受到广泛应用的结构陶瓷材料. 细晶而高强的原则在氧化铝陶瓷中非常明显, 但很难制备出细晶氧化铝陶瓷. 这是因为氧化铝的结构较复杂, 存在着 α 和 β 等过渡态, 这些过渡态在逐渐转变到 γ 相过程中往往在材料中引入缺陷, 并导致结构畸变; 而且相变过程也伴随着粒子的不正常生长. 因此传统方法烧结所制备的氧化铝陶瓷的粒子尺寸均在微米级. 解决这一问题的方法之一是直接制备出尺寸在 100nm 以下的超细 γ - Al_2O_3 粉, 并以之为原料烧结, 可望得到细晶氧化铝陶瓷.

目前文献上有关超细 γ - Al_2O_3 粉制备的文章较多. 其中激光消融法、自点火法等^[1,2] 也获得了一些较好的结果, 但这些方法也存在一些问题, 譬如设备要求高、过程难以控制等. 与之相比较, 湿化学法则因其操作简单而为许多作者所利用, 湿化学法在制备超细粉时有其优势, 但也存在着粒子易团聚等缺点, 而这常导致煅烧过程中粒子因粘连而发生的不正常生长. 为减少团聚, 曾有作者^[3] 试图以冰冻干燥法来制备超细 Al_2O_3 粉, 这种方法的着眼点是利用液态水在冰冻后膨胀的性质而机械地将粒子撑开, 从而避免团聚. 这有其一定的道理, 但结果仍不是很理想.

本实验中借鉴了冰冻干燥法这一思想, 试图引入固相介质 (炭黑), 直接将胶体粒子予以物理分散, 减少其粘连的可能性, 而避免煅烧过程中粒子的不正常生长.

2 实验

以湿化学沉淀法为基础. 先按化学计量比将 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 滴入过量的 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 中, 沉淀得

^{*} 1998-10-03 收到初稿, 1998-12-08 收到修改稿

中国科学院上海硅酸盐研究所高性能陶瓷和超微结构国家重点实验室资助

$\text{Al}(\text{OH})_3$ 湿凝胶体，此湿凝胶体在用醋酸胶溶后，在超高速搅拌下与固相介质（炭黑）混合，混合物在用无水乙醇洗涤并过滤后，将其滤饼置于 80°C 恒温箱中干燥，最后将干燥物先在 $1150 \sim 1250^\circ\text{C}$ 温度范围内于 N_2 气氛中煅烧 1h，使之相变为稳定的 α 相，然后在 700°C 下二次煅烧除掉炭黑，即制备得超细 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 粉。

3 结果与讨论

实验发现所制备的 Al_2O_3 粉的大小和形貌取决于诸多过程参数，譬如胶溶后溶液与炭黑的比例及其混合方式、搅拌速率、分散介质的物理化学性质和煅烧制度等。选择胶溶后溶液与炭黑比例分别为 1: 5, 1: 10 和 1: 20 (vol ratio)，发现，随着炭黑含量的增加， Al_2O_3 粉的大小从微米级降低到亚微米级，而且粒子形貌趋于规则化。高搅拌速率下因为混合程度的提高，能优化所制备的 Al_2O_3 粉的性能。实验分别选择 700°C 和 1000°C 煅烧， 1000°C 下尽管炭黑能很快排除，但因为温度较高， Al_2O_3 粉粗化严重； 750°C 下虽然煅烧时间稍长，但因为是在中温区域排炭，对 Al_2O_3 粉的生长影响不大。图 1 是经 750°C 煅烧后所制粉体的 XRD 谱，说明为纯净的 α 相，TEM (图 2) 观察到其一次粒子尺寸在 $80 \sim 100\text{nm}$ 间，形貌较规则，有一定的软团聚。这说明用二步煅烧法制备超细粉有其可操作性。究其原因，这是因为炭黑是一高比表面积体系，有很强的吸附性，湿凝胶体在胶溶后，其溶胶粒子将被吸附在炭黑表面；兼之溶胶粒子因为大体积第二相固相的介入，将被一个个地分散开，结果使得粒子间的粘连得以避免，从而减少团聚，而制备得超细 (100nm 以下) 的 Al_2O_3 粉。

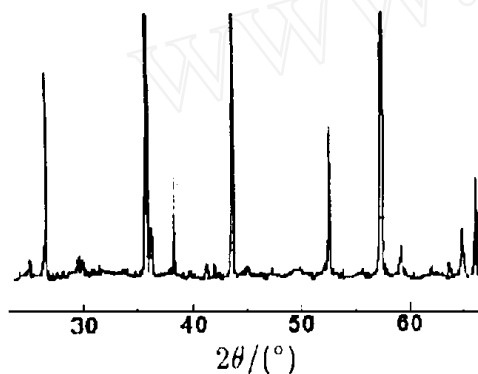


图 1 所制粉末的 XRD 谱

Fig. 1 XRD pattern of the as-synthesized powders

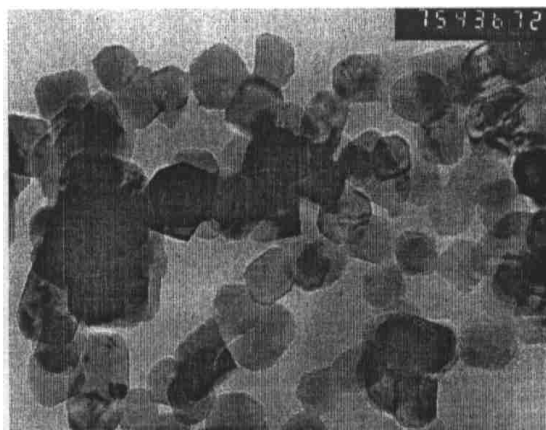


图 2 所制粉末的 TEM 照片

Fig. 2 TEM micrograph of the as-synthesized powders

参 考 文 献

- 1 Bhaduri S, Zhou E, Bhaduri S B. *Nanostructured Materials*, 1996, **7** (5) : 487-496
- 2 Johnston G P, Muenchausen R, Smith R M, *et al.* *Journal of American Ceramic Society*, 1992, **75** (12) : 3293-3298
- 3 林永禄. 硅酸盐通报, 1987, 6 (3) : 1-4

Preparation of Ultrafine γ - Al_2O_3 Powders via Two-step Calcining Method

WU Jie-Hua LI Bao-Shun GUO Jing-Kun

(Shanghai Institute of Ceramics, Chinese Academy of Sciences Shanghai 200050 China)

Abstract

Ultrafine γ - Al_2O_3 powders were prepared via a novel two-step calcining method. XRD analysis showed that the as-synthesized powders were γ phase, the sizes of the powders were observed about 80 ~ 100nm with regular morphology through TEM analysis.

Key words aluminum oxide, ultrafine powders