



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 115676830 A

(43) 申请公布日 2023.02.03

(21) 申请号 202211116556.8

(22) 申请日 2022.09.14

(71) 申请人 淮北师范大学

地址 235000 安徽省淮北市东山路100号

(72) 发明人 朱向炜 崔超鹏 段海军 李强

张敏 朱光平 陈三

(74) 专利代理机构 亳州速诚知识产权代理事务
所(普通合伙) 34157

专利代理师 朱广昊

(51) Int.Cl.

C01B 32/914 (2017.01)

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称

一种碳化锆粉体的制备方法

(57) 摘要

本发明涉及应用技术领域,具体的说是一种碳化锆粉体的制备方法,该方法具体包括以下步骤:以硝酸锆($Zr(NO_3)_4 \cdot 5H_2O$)作为锆源,以蔗糖作为碳源,锆源的摩尔数以锆源中锆元素的摩尔数计;碳源的摩尔数以碳源中碳元素的摩尔数计,按照锆源与碳源的摩尔比为1:3、1:4、1:5混合制成水溶液,将上述水溶液置入高压反应釜中进行水热反应,之后进行干燥得到水热产物,将水热产物进行加热,加热温度为1300~1600度,保温时间为1~2h,随炉冷却,最终得到碳化锆粉末。本发明的有益效果:本发明的方法实施成本低,且合成工艺简单,过程易于控制,制备出的ZrC粉体颗粒细小达到纳米级,粉体颗粒分散性好,粒径分布均匀,本发明具有良好的社会效益,适合推广使用。

1. 一种碳化锆粉体的制备方法,其特征在于:该方法具体包括以下步骤:

步骤一:以硝酸锆作为锆源,以蔗糖作为碳源,锆源的摩尔数以锆源中锆元素的摩尔数计;碳源的摩尔数以碳源中碳元素的摩尔数计,按照锆源与碳源的摩尔比为1:3、1:4、1:5混合制成水溶液;

步骤二:将上述水溶液置入高压反应釜中进行水热反应,反应温度为170~250度,反应时间为15h~25h,之后进行干燥得到水热产物;

步骤三:将水热产物进行加热,加热温度为1300~1600度,保温时间为1~2h,随炉冷却,加热过程中惰性气体保护,最后经研磨得到碳化锆粉体。

2. 根据权利要求1所述的碳化锆粉体的制备方法,其特征在于:步骤二中将上述水溶液置入高压反应釜中进行水热反应,反应温度为200度,反应时间为25h。

3. 根据权利要求1所述的碳化锆粉体的制备方法,其特征在于:步骤二中将水溶液进行水热反应后,再进行干燥的方式为真空干燥,温度60度,时间为9小时。

4. 根据权利要求1所述的碳化锆粉体的制备方法,其特征在于:步骤三中将水热产物进行加热,加热温度为1500度,保温时间:1.5h。

一种碳化锆粉体的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及碳化锆粉体制备应用技术领域,具体说是一种碳化锆粉体的制备方法。

背景技术

[0002] ZrC 是具有高熔点(3550℃)、高硬度(25GPa)、强耐磨及耐腐蚀性以及优良的导电导热性能,被广泛应用于刀具切削、电子元器件、高温结构材料等领域。此外,ZrC 具有低中子吸收截面和良好的抗辐射性能使其在核反应堆核心材料领域也有重要应用。

[0003] 公开号为CN102491327B的中国专利公开了一种碳化锆粉体及其制备方法。其技术方案是:先以8~22wt%的二氧化锆或氧氯化锆、65~80wt%的碱金属硫酸盐、1~3wt%的炭黑和10~20wt%的铝粉为原料,混合均匀;再将混合均匀的原料置于管式电炉内,在惰性气体气氛下以2~8℃/min的升温速率升至950~1150℃,保温1~6小时;然后将所得产物放入浓度为0.5~3mol/L的H₂SO₄溶液中浸泡2~8小时,过滤,用去离子水清洗至清洗液的pH值为7.0,最后在110℃条件下干燥10~24小时,即得碳化锆粉体。本发明具有原料价格低廉、合成过程简单、合成过程易于控制和具有很大产业化前景的特点;所制备的碳化锆粉体活性高,纯度高,粉体颗粒粒径分布均匀,粒径为80~300nm。此专利存在着制备碳化锆粉体的成本高,且制备出的碳化锆粉体颗粒比较大,粉体颗粒分散性比较差的缺陷。

[0004] 目前国内外对于ZrC制备的传统方法有:直接合成法、自蔓延高温合成法、高能球磨法、溶胶-凝胶法、碳热还原法等等。直接合成法制得的ZrC粉体颗粒粗大,自蔓延高温合成法的合成过程不易控制,容易影响产品性能,高能球磨法过程中容易引入杂质,溶胶-凝胶法生产的粉体颗粒细小,但是生产过程复杂,不适合大批量生产,碳热还原法的生产工艺简单,但生产出来的产品纯度不高。

发明内容

[0005] 针对现有技术中的问题,本发明提供了一种碳化锆粉体的制备方法,本发明的方法实施成本低,且合成工艺简单,过程易于控制,制备出的ZrC粉体颗粒细小达到纳米级,粉体颗粒分散性好,粒径分布均匀。

[0006] 本发明解决其技术问题所采用的技术方案是:一种碳化锆粉体的制备方法,该方法具体包括以下步骤:

步骤一:以硝酸锆(Zr(NO₃)₄·5H₂O)作为锆源,以蔗糖作为碳源,锆源的摩尔数以锆源中锆元素的摩尔数计;碳源的摩尔数以碳源中碳元素的摩尔数计,按照锆源与碳源的摩尔比为1:3、1:4、1:5混合制成水溶液;

步骤二:将上述水溶液置入高压反应釜中进行水热反应,反应温度为170~250度,反应时间为15h~25h,之后进行干燥得到水热产物;

步骤三:将水热产物进行加热,加热温度为1300~1600度,保温时间为1~2h,随炉冷却,加热过程中惰性气体保护,最后经研磨得到碳化锆粉体。本发明实施成本低,且合成

工艺简单,过程易于控制,制备出的ZrC粉体颗粒细小。

[0007] 本发明的进一步技术改进在于:步骤二中将上述水溶液置入高压反应釜中进行水热反应,反应温度为200度,反应时间为20h,粉体颗粒分散性好,粒径分布均匀尺寸达到纳米级。

[0008] 本发明的进一步技术改进在于:步骤二中水溶液进行水热反应后,再进行干燥的方式为真空干燥,温度60度,时间为9小时。

[0009] 本发明的进一步技术改进在于:步骤三中将水热产物进行加热,加热温度为1500度,保温时间:1.5h。

[0010] 本发明的有益效果:

本发明的方法实施成本低,且合成工艺简单,过程易于控制,制备出的ZrC粉体颗粒细小,粉体颗粒分散性好,粒径分布均匀,本发明具有良好的社会效益,适合推广使用。

具体实施方式

[0011] 为了使本发明实现的技术手段、创作特征、达成目的与功效易于明白了解,下面结合具体实施方式,进一步阐述本发明。

[0012] 实施例1

一种碳化锆粉体的制备方法,该方法具体包括以下步骤:

步骤一:以硝酸锆($Zr(NO_3)_4 \cdot 5H_2O$)作为锆源,以蔗糖作为碳源,锆源的摩尔数以锆源中锆元素的摩尔数计;碳源的摩尔数以碳源中碳元素的摩尔数计,按照锆源与碳源的摩尔比为1:3、1:4、1:5混合制成水溶液;

步骤二:将上述水溶液置入高压反应釜中进行水热反应,反应温度为200度,反应时间为20h,之后进行真空干燥,温度60度,时间为9小时,得到水热产物,粉体颗粒分散性好,粒径分布均匀;

步骤三:将水热产物进行加热,加热温度为1500度,保温时间为1.5h,随炉冷却,加热过程中惰性气体保护,最后经研磨得到碳化锆粉体,本发明实施成本低,且合成工艺简单,过程易于控制,制备出的ZrC粉体颗粒细小。

[0013] 实施例2

一种碳化锆粉体的制备方法,该方法具体包括以下步骤:

步骤一:以硝酸锆($Zr(NO_3)_4 \cdot 5H_2O$)作为锆源,以蔗糖作为碳源,锆源的摩尔数以锆源中锆元素的摩尔数计;碳源的摩尔数以碳源中碳元素的摩尔数计,按照锆源与碳源的摩尔比为1:3、1:4、1:5混合制成水溶液;

步骤二:将上述水溶液置入高压反应釜中进行水热反应,反应温度为180度,反应时间为19h,之后进行干燥得到水热产物;

步骤三:将水热产物进行加热,加热温度为1400度,保温时间为1h,随炉冷却,加热过程中惰性气体保护,最后经研磨得到碳化锆粉体,本发明实施成本低,且合成工艺简单,过程易于控制,制备出的ZrC粉体颗粒细小。

[0014] 实施例3

一种碳化锆粉体的制备方法,该方法具体包括以下步骤:

步骤一:以硝酸锆($Zr(NO_3)_4 \cdot 5H_2O$)作为锆源,以蔗糖作为碳源,锆源的摩尔数以

锆源中锆元素的摩尔数计;碳源的摩尔数以碳源中碳元素的摩尔数计,按照锆源与碳源的摩尔比为1:3、1:4、1:5混合制成水溶液;

步骤二:将上述水溶液置入高压反应釜中进行水热反应,反应温度为190度,反应时间为21h,之后进行干燥得到水热产物;

步骤三:将水热产物进行加热,加热温度为1600度,保温时间为2h,随炉冷却,加热过程中惰性气体保护,最后经研磨得到碳化锆粉体,本发明实施成本低,且合成工艺简单,过程易于控制,制备出的ZrC粉体颗粒细小

本发明的方法实施成本低,且合成工艺简单,过程易于控制,制备出的ZrC粉体颗粒细小达到纳米级,粉体颗粒分散性好,粒径分布均匀,本发明具有良好的社会效益,适合推广使用。

[0015] 对比例

以硝酸锆($Zr(NO_3)_4 \cdot 5H_2O$)作为锆源,以蔗糖作为碳源,锆源的摩尔数以锆源中锆元素的摩尔数计;碳源的摩尔数以碳源中碳元素的摩尔数计。按照锆源与碳源的摩尔比为1:3进行混合制成水溶液,将水溶液置入高压反应釜中进行水热反应,反应温度200度,反应时间20h,之后进行干燥(干燥方式为真空干燥,温度60度,时间12小时)得到水热产物。将水热产物进行加热,加热温度:1200度,保温时间:2h,随炉冷却,最后经研磨得到最终产物,但是经XRD检测分析,最终产物为氧化锆。

[0016] 以上显示和描述了本发明的基本原理、主要特征和优点。本行业的技术人员应该了解,本发明不受上述实施例的限制,上述实施方式和说明书中的描述的只是说明本发明的原理,在不脱离本发明精神和范围的前提下,本发明还会有各种变化和改进,这些变化和进步都落入本发明要求保护的范围内。本发明要求保护范围由所附的权利要求书及其等效物界定。