



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 105347370 B

(45)授权公告日 2017.04.12

(21)申请号 201510656840.8

审查员 吴晗

(22)申请日 2015.10.13

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 105347370 A

(43)申请公布日 2016.02.24

(73)专利权人 刘冠华

地址 青海省西宁市城中区南川工业园区兴
业路8号

(72)发明人 范秀丽 刘江华 刘冠华

(74)专利代理机构 北京方安思达知识产权代理
有限公司 11472

代理人 王宇杨 陈琳琳

(51)Int.Cl.

C01F 7/02(2006.01)

权利要求书1页 说明书3页

(54)发明名称

一种针状氧化铝的制备方法和氧化铝

(57)摘要

本发明公开了一种针状氧化铝的制备方法，该方法以纯度为99.999%的高纯异丙醇铝和纯水为原料，异丙醇作溶剂，硝酸作形貌调节剂，将高纯异丙醇铝溶于异丙醇中配制成溶液，纯水与异丙醇、硝酸混合配制成另一溶液，两溶液同时滴加于异丙醇中，在60~80℃水浴加热和搅拌条件下，异丙醇铝分子与水分子发生反应生成水合氧化铝，然后经过过滤、干燥、焙烧得到晶体形貌为针状的高纯氧化铝粉体，同时对异丙醇进行回收利用。本发明还公开了利用该方法制备获得的针状氧化铝。本发明的方法具有反应速度可控、反应均匀、操作简单的特点，利用该方法制备获得的产品可应用于对形貌有特殊要求的领域。

1. 一种针状氧化铝的制备方法,包括:

将高纯异丙醇铝溶于异丙醇中配制成溶液,纯水与异丙醇、硝酸混合配制成另一溶液,两溶液同时滴加于异丙醇中,加热搅拌反应,异丙醇铝分子与水发生反应生成水合氧化铝,然后经过过滤、干燥、焙烧得到氧化铝;

所述焙烧的温度为1180~1200℃,保温时间为60-180min。

2. 根据权利要求1所述的一种针状氧化铝的制备方法,其特征在于,所用原料为纯度不低于99.999%的高纯异丙醇铝和纯水,二者摩尔比为1:3~1:2。

3. 根据权利要求1所述的一种针状氧化铝的制备方法,其特征在于,硝酸的添加量为异丙醇铝质量的1.8~2.0%。

4. 根据权利要求1所述的一种针状氧化铝的制备方法,其特征在于,反应温度为60℃~80℃。

5. 根据权利要求1所述的一种针状氧化铝的制备方法,其特征在于,所述干燥的温度为100~200℃。

一种针状氧化铝的制备方法和氧化铝

技术领域

[0001] 本发明属特殊结构形貌氧化铝制备技术领域,具体涉及一种针状高纯氧化铝的制备方法和氧化铝。

背景技术

[0002] 高纯氧化铝因具有高熔点、耐腐蚀、化学稳定性、高硬度等性能,被广泛应用于人工晶体、荧光粉、陶瓷涂层、机械、化工等多个领域,特别是在氧化铝陶瓷上的应用最多。近年来,随着氧化铝陶瓷相关行业技术的快速发展,对氧化铝陶瓷的性能提出更高的要求,克服氧化铝陶瓷的脆性缺点成为技术研究领域的热点。高纯氧化铝陶瓷粉的形貌对氧化铝陶瓷的性能有重要影响,其中晶粒形貌为针状的高纯氧化铝具有增强氧化铝陶瓷韧性的作用。

[0003] 关于针状高纯氧化铝的制备方法鲜有专利文献公开报道,公开号为CN 1013917992A的中国专利文献公开了一种针状 α -氧化铝的制备方法,用工业级氢氧化铝与氢氧化钾反应制备出铝酸钾溶液,然后加入针状氢氧化铝晶种进行分解,得到细长的针状氢氧化铝,把所得到的氢氧化铝在900℃左右经过煅烧得到 γ -氧化铝, γ -氧化铝中添加促进晶体发育和提高转化率的添加剂,混合均匀后在高温炉中煅烧得到 α -针状氧化铝。该专利虽然制备出 α -针状氧化铝,但是纯度低,不超过99.9%,不符合高纯度陶瓷的应用要求。

发明内容

[0004] 针对现有技术中制备高纯氧化铝的缺陷,本发明的目的是提供一种针状高纯氧化铝的制备方法和依据该方法制备获得的高纯氧化铝。

[0005] 本发明提供的制备方法,具体包括以下步骤:

[0006] 将高纯异丙醇铝溶于异丙醇中配制成溶液,纯水与异丙醇、硝酸混合配制成另一溶液,两溶液同时滴加于异丙醇中,加热搅拌,异丙醇铝分子与水发生反应生成水合氧化铝,然后经过过滤、干燥、焙烧得到氧化铝。

[0007] 优选的,所用原料为纯度99.999%的高纯异丙醇铝和纯水,二者摩尔比为1:3~1:2。

[0008] 优选的,硝酸的添加量为异丙醇铝质量的1.8~2.0%。

[0009] 优选的,所述硝酸为质量浓度为63%的优级纯浓硝酸。

[0010] 优选的,所述反应温度为60℃~80℃。

[0011] 优选的,所述干燥的温度为100~200℃。

[0012] 优选的,所述焙烧的温度为1180~1200℃,保温时间为60~180min。

[0013] 本发明还提供了根据前述方法制备得到的氧化铝。

[0014] 优选的,所述氧化铝晶型为 α 相。

[0015] 本发明所述的针状高纯氧化铝制备方法具有以下优点:

[0016] 1、制备方法中的物料反应是液-液相反应,反应发生在分子级水平,所得水合氧化

铝晶粒尺寸小而均匀；

[0017] 2、原料溶液通过滴加方式加入，可通过调节滴加速度来控制反应快慢，防止原料溶液添加不均匀造成局部结块；

[0018] 3、以异丙醇作溶剂，可提高水合氧化铝颗粒的分散性，减少颗粒团聚；

[0019] 4、异丙醇可实现回收循环利用。

具体实施方式

[0020] 本发明按照如下的方法制备获得活性氧化铝：

[0021] 1、将纯度为99.999%的异丙醇铝溶于异丙醇中配制成异丙醇铝溶液，将纯水与异丙醇、硝酸混合均匀配制成溶液；

[0022] 2、向反应釜内加入一定量的异丙醇作底液，向反应釜夹套中通入热水并保持温度在60~80℃；

[0023] 3、将两溶液以一定滴加速度同时加入到反应釜中，同时开启搅拌；

[0024] 4、溶液滴加结束后，继续保温搅拌30分钟；

[0025] 5、将反应结束后的混合料液采用过滤机过滤得到水合氧化铝滤饼，同时回收异丙醇；

[0026] 6、将水合氧化铝滤饼在100~200℃下烘干，同时回收挥发的异丙醇；

[0027] 7、将烘干的水合氧化铝粉末装在刚玉坩埚中置于电炉中焙烧，温度为1180~1300℃，保温时间为60~180min，最后得到晶粒形貌为针状的高纯氧化铝粉。

[0028] 实施例1：

[0029] 称取230kg纯度为99.999%的异丙醇铝溶于300L异丙醇中配制成溶液，将50.74kg纯水与280L异丙醇、3121mL硝酸混合均匀配制成混合溶液；向反应釜内加入100L异丙醇作底液，并开启水浴加热至釜内温度为75℃；将两种溶液分别以1.2L/min、1L/min的滴加速度加入到反应釜内，保持釜内温度为75℃，并不断进行搅拌，异丙醇铝分子与水分子发生反应生成水合氧化铝纳米粒子；溶液滴加完后，继续保持75℃搅拌30min；然后，将反应后的混合料液通过压滤机过滤得到水合氧化铝滤饼，同时回收异丙醇；接着，将水合氧化铝滤饼置于真空耙式干燥箱中，在160℃下干燥直至无异丙醇冷凝液为止；最后，将干燥所得水合氧化铝装在刚玉坩埚中，放在电炉中于1200℃焙烧2h得到针状 α -高纯氧化铝，其纯度为99.995%。

[0030] 实施例2：

[0031] 称取300kg液态高纯异丙醇铝溶于400L异丙醇中配制成溶液，将74.12kg纯水与320L异丙醇、4178mL硝酸混合均匀配制成混合溶液；向反应釜内加入200L异丙醇作底液，并开启水浴加热至釜内温度为70℃；将两种溶液分别以2.0L/min、1.5L/min的滴加速度加入到反应釜内，保持釜内温度为70℃，并不断进行搅拌，异丙醇铝分子与水分子发生反应生成水合氧化铝纳米粒子；溶液滴加完后，继续保持70℃搅拌30min；然后，将反应后的混合料液通过压滤机过滤得到水合氧化铝滤饼，同时回收异丙醇；接着，将水合氧化铝滤饼置于真空耙式干燥箱中，在150℃下干燥直至无异丙醇冷凝液为止；最后，将干燥所得水合氧化铝装在刚玉坩埚中，放在电炉中于1200℃焙烧3h得到针状 α -高纯氧化铝，其纯度为99.993%。

[0032] 实施例3：

[0033] 称取420kg液态高纯异丙醇铝溶于600L异丙醇中配制成溶液,将118.18kg纯水与320L异丙醇、5400mL硝酸混合均匀配制成混合溶液;向反应釜内加入200L异丙醇作底液,并开启水浴加热至釜内温度为60℃;将两种溶液分别以2.0L/min、1.5L/min的滴加速度加入到反应釜内,保持釜内温度为60℃,并不断进行搅拌,异丙醇铝分子与水分子发生反应生成水合氧化铝纳米粒子;溶液滴加完后,继续保持60℃搅拌30min;然后,将反应后的混合料液通过压滤机过滤得到水合氧化铝滤饼,同时回收异丙醇;接着,将水合氧化铝滤饼置于真空耙式干燥箱中,在100℃下干燥直至无异丙醇冷凝液为止;最后,将干燥所得水合氧化铝装在刚玉坩埚中,放在电炉中于1180℃焙烧1h得到针状 α -高纯氧化铝,其纯度为99.995%。

[0034] 实施例4:

[0035] 称取320kg液态高纯异丙醇铝溶于600L异丙醇中配制成溶液,将56.47kg纯水与320L异丙醇、4571.43mL硝酸混合均匀配制成混合溶液;向反应釜内加入200L异丙醇作底液,并开启水浴加热至釜内温度为80℃;将两种溶液分别以2.0L/min、1.5L/min的滴加速度加入到反应釜内,保持釜内温度为80℃,并不断进行搅拌,异丙醇铝分子与水分子发生反应生成水合氧化铝纳米粒子;溶液滴加完后,继续保持80℃搅拌30min;然后,将反应后的混合料液通过压滤机过滤得到水合氧化铝滤饼,同时回收异丙醇;接着,将水合氧化铝滤饼置于真空耙式干燥箱中,在200℃下干燥直至无异丙醇冷凝液为止;最后,将干燥所得水合氧化铝装在刚玉坩埚中,放在电炉中于1300℃焙烧3h得到针状 α -高纯氧化铝,其纯度为99.9956%。